岛津 GCsolution

工作站系统

操 作 指 南

岛津（香港）有限公司
北京分析中心

简　介

非常感谢您购买岛津气相色谱工作站软件 GCsolution (此后称为“GCsolution”)。

GCsolution 能够使您通过您的 PC 机控制气相色谱(此后称为“GC”)，采集色谱图和其他数据，并可以用 PC 机在不同的参数条件下再解析采集到的数据。

GCsolution(岛津气相色谱工作站)说明书的“功能卷”附在在线说明书中。GCsolution 的详细功能信息请参见在线说明书。

本指南适于已经具有一定的 Windows NT(R)基础操作知识用户，如要了解 Windows NT(R)具体的操作，请参见相关软件的专用说明书。

GCsolution 软件包括下列信息，说明操作步骤和功能。

名称	介质	说明
GCsolution 说明书的操作卷	文档	说明 GCsolution 数据采集和分析的操作步骤。
在线帮助	GCsolution 程序	提供详细的参数和设置范围信息。可通过 GCsolution 的帮助菜单访问。(使用在线帮助，参见该节的说明书。)
GCsolution 操作说明书(PDF 版)	CD-ROM 用于安装	以 PDF 文件格式提供操作说明书，以便通过 PC 机直接查阅。可通过 GCsolution 的帮助菜单访问。(使用在线帮助，参见该节的说明书。)
GCsolution 说明书的参考(PDF 版)		提供以 PDF 文件格式的说明书功能卷，可以打印出在线帮助或通过超级链接说明书的操作卷(PDF 版)进行参考。内容的总表，包括所有的说明书(PDF 版)。允许通过超级链接使用各说明书。(通过超级链接使用各说明书请参见说明书的相关章节

本指南只是对 GCsolution 常用的主要功能和操作加以概括描述，不尽详细之处，请参见 GCsolution 操作手册和 GCsolution 参考手册的相关章节。

目　　录

1. GCsolution 概述 1

1.1. 特点 1
1.2. GCSOLUTION 基本介绍 2
1.3. 文件类型和数据管理器文件表 3

2. 进行分析 4

2.1. 硬件准备 4
2.2. 登录到<GC 实时分析> 4
2.3. 设置<系统配置> 5
2.4. 登录色谱柱信息 6
2.5. 分析条件操作示例 7
2.6. 编辑分析方法(仪器参数设置) 8
2.7. 启动 GC 10
2.8. 进行检测器信号调零和斜率试验 10

3. 进行单次分析 11

3.1. 设置单次分析条件 11
3.2. 开始分析 12
3.3. 启动<GC 再解析>-<数据分析>，检查分析结果 13
3.4. 设置建立校准曲线的参数 14
3.4.1 设置峰定量和定性参数 14
3.4.2 建立组分表(定性定量表) 18
3.4.3 保存定性定量参数和组分表 18
3.5. 制作校准曲线 19
3.5.1 装载方法文件 19
3.5.2 进行单次分析数据采集 19
3.5.3 检查校准曲线 20
3.6. 分析未知样品 21
3.6.1 进行单次分析数据采集 21
3.6.2 用<批处理表>进行连续数据采集 22
3.7. GC 系统关闭和退出 25
3.7.1 关闭 GC 系统 25
3.7.2 关闭 GC 电源退出 GCsolution 25

4. 设置 GC 开始/停止动作 26

4.1. 设置 GC 开始/停止参数 26
4.2. 进行 GC 自动启动/关闭 27

5. 当基线不稳定时应采取的措施 28

5.1. 老化色谱柱 28
5.2. 进行空白分析 28

6. 数据再解析 29

6.1. 改变峰积分参数并进行数据再解析 29
6.2. 设置峰积分参数 30
6.3. 积分时间程序设置举例 31
6.4. 进行连续再解析 32
6.4.1 显示<批处理表>窗口打开批处理文件 32

6.4.2 选择用于建立批处理表的数据文件 32
6.4.3 进行批处理 33
7. 设置峰定性参数 34
7.1. 设置峰定性参数 34
7.2. 进行峰定性 35
7.3. 色谱峰号 36
7.4. 时间窗/时间带 36
7.5. 定性方法 36
7.6. 用相临峰定性 38
8. 报告文件的用法 40
8.1. 在数据采集时 40
8.2. 在实时批处理时 41
8.3. 报告布局举例 42
8.4. 打印信息的类型 43
9. 用户管理 44
9.1. 用户管理的应用 44
9.2. 用户管理流程 44
9.3. 登录和设置口令 45
9.4. 登录(改变/删除)用户 46
10. 峰积分参数综述 48
10.1. 峰积分参数和峰积分 48
10.2. 峰积分参数 48
10.2.1 斜率 49
10.2.2 半峰宽 50
10.2.3 漂移 51
10.2.4 未分离峰的积分 52
10.2.5 T.DBL 53
10.2.6 通过时间程序进行峰积分 54

1. GCsolution 概述

1.1 特点

❖ **Gcsolution 为32-位软件,使用最新的窗口技术**

GCsolution 运行于 Windows NT 环境下，支持其先进的安全功能和多任务功能，允许使用长文件名和拖放功能。

❖ **通过简单的操作可获取丰富的功能**

助手栏： 引导用户，即使是新手在其引导下也能完成分析。

数据管理器： 通过直观的操作进行文件管理。

批处理表向导： 对于一系列的分析可容易地建立批处理表。

此外，有效的布局可改善可操作性，使用更为简单。

❖ **可靠的 GLP/GMP 支持功能**

安全支持： 通过用户管理功能，为各行业流程提供适当的安全保障。

审核追踪支持： 保存所有数据采集和处理的信息，以及管理更新的履历。

有效性支持： 提供硬件、软件和方法有效性支持。

❖ **兼容网络环境**

一体化的文件结构(=复合结构系统)： 数据文件中具有与数据相关的所有信息(分析条件和报告格式等)，用户在分析实验室外经由局域网，容易地进行文件传输和数据分析。
此特性也有利于 GLP/GMP 文件管理。

❖ **可应用于数据量大、速度快的分析**

可应用于高速分析： 最短采样时间 4 毫秒。

可应用于大量数据的分析： 在双流路配置中同时进行两个样品分析。

最高配置支持双流路 4 检测器分析。

❖ **文件兼容性**

兼容 CLASS-GC10 格式： 可直接装载 CLASS-GC10 的方法文件和数据文件而不必转换。

兼容 AIA ANDI 格式： 可以用 AIA ANDI 格式(一种国际标准数据格式)读、写文件。
注：此功能也可用于把 GCsolution 格式的数据文件转换给 CLASS-GC10。

数据也可以文本的格式保存，然后可用市售的软件进行处理。

❖ **各种定性和定量处理功能**

各种定量计算方法： 支持 6 种不同的计算方法，包括外标和内标法。

各种校准曲线： 支持 7 种不同的校准曲线，包括直线、折线和指数曲线。

灵活地建立校准曲线： 允许手动插入和删除数据，此外可通过系列或批处理分析建立数据。

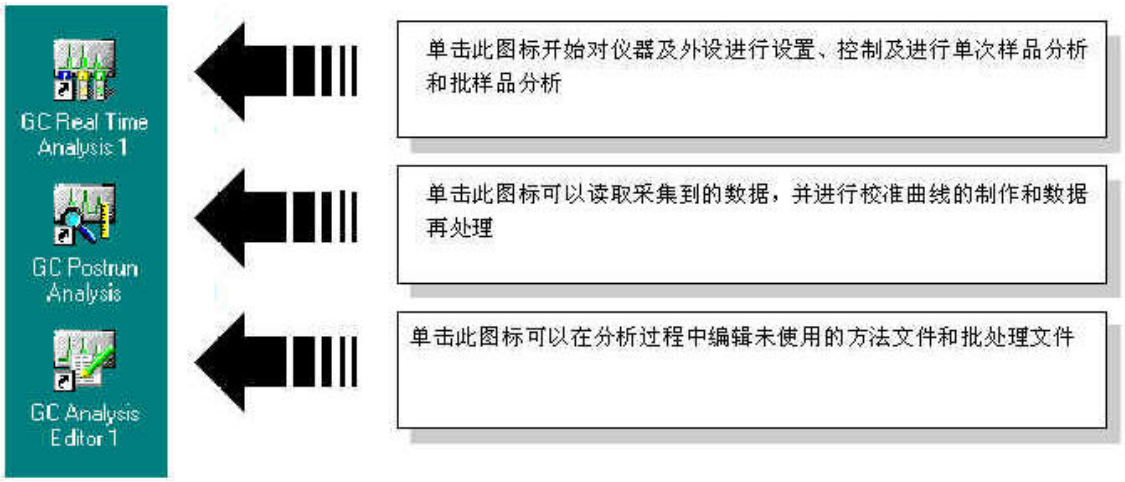
使用受到好评的运算法则： 使用色谱处理器（积分仪）系列的峰积分运算法则。

❖ **高度灵活的报告格式**

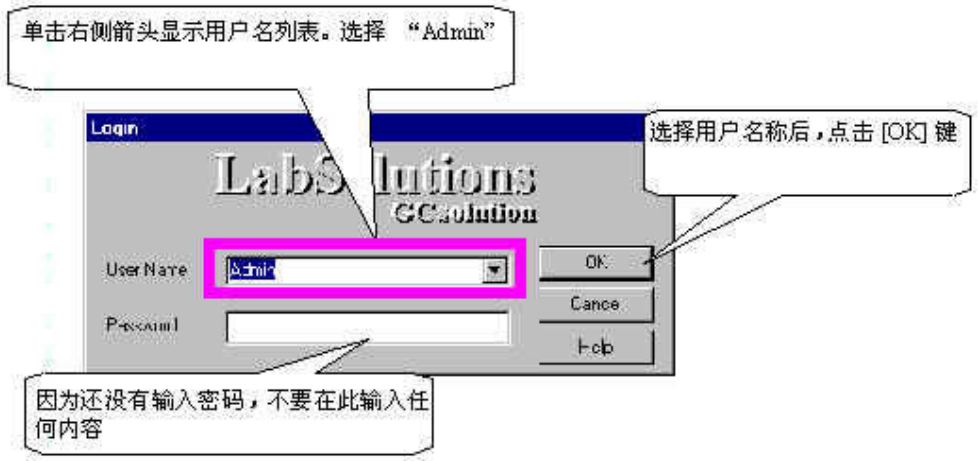
与 Microsoft Word 类似的报告格式，用户可简单、有效、灵活地建立各种自定义报告。

1.2 GCsolution 基本介绍

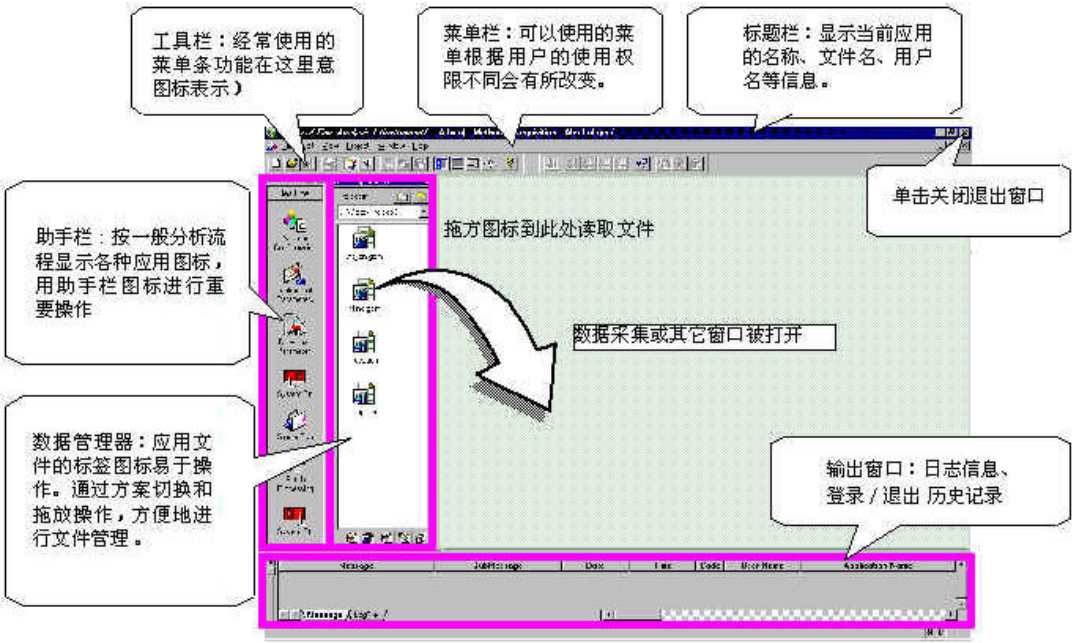
本软件涉及三方面的应用：<GC **实时分析**>、<GC **再解析**>**和**<GC **分析编辑器**>
在本软件安装到您的 PC **机后，屏幕上将出现下列三个程序图标。**



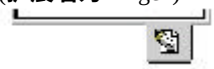
在确认 GC **单元已经启动和初始化后，双击**[GC **实时分析** 1]**图标，调出**<GC **实时分析**>**屏幕。然后出现下列**<**登录**>**窗口。最初选择**"Admin"**作为用户名并点击**[OK]**。**



开始<GC **实时分析**>**的具体操作和应用。**



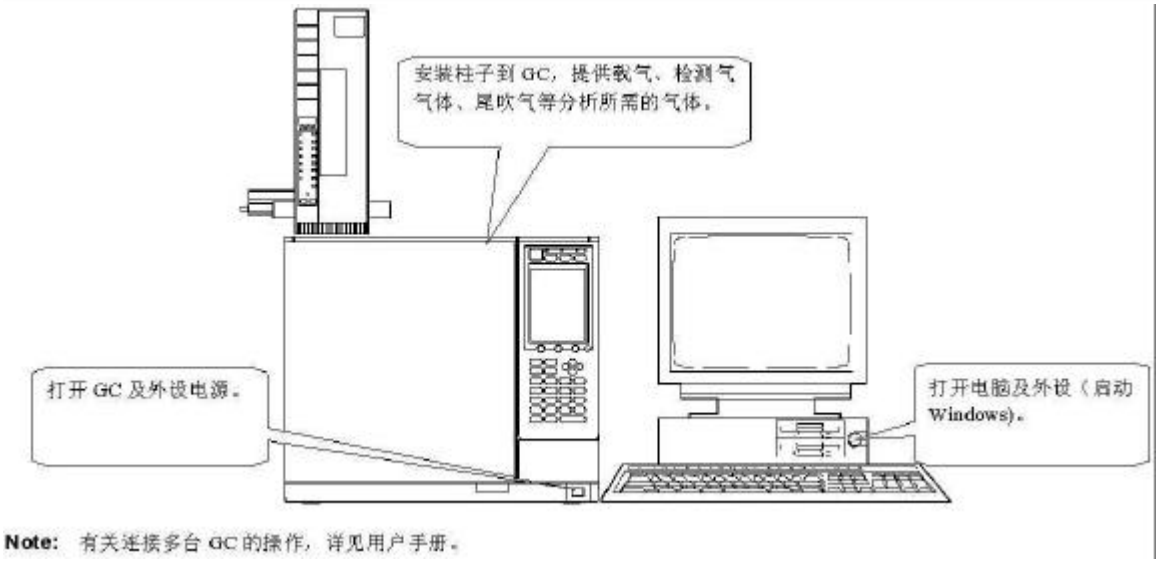
1.3 文件类型和数据管理器文件表

文件类型	文件内容
数据文件 (扩展名为： gcd') 	保存除了采集到的色谱数据以外，还包括下列信息，： -计算结果，例如：面积和浓度值 -状态信息例如在数据采集时柱箱温度和错误产生的条件。 -用于分析的方法文件数据(包括使用的分析系统配置) -报告格式文件数据(当输出报告数据时) -批处理文件数据(进行批处理时)
方法文件 (扩展名为：‘ gcm') 	保存用于数据采集的分析条件，数据处理条件：例如峰积分参数和组分表以及绘制的校准曲线。此外，文件中还记录了当时编辑方法时的系统配置，当读出方法文件数据时可以检查当时的系统配置和当前系统配置是否相同。
批处理文件 (扩展名为：‘ gcb') 	保存用于进行系列分析或批再处理表数据。该类文件可用于<GC 实时分析>和<GC 再解析>屏幕。
报告格式文件 (扩展名为：‘ gcr') 	保存报告格式信息，例如：用于报告输出的布局和详细的报告设置。<报告>窗口同样可用于<GC 实时分析>和<GC 再解析>屏幕。

2. 分析前的准备

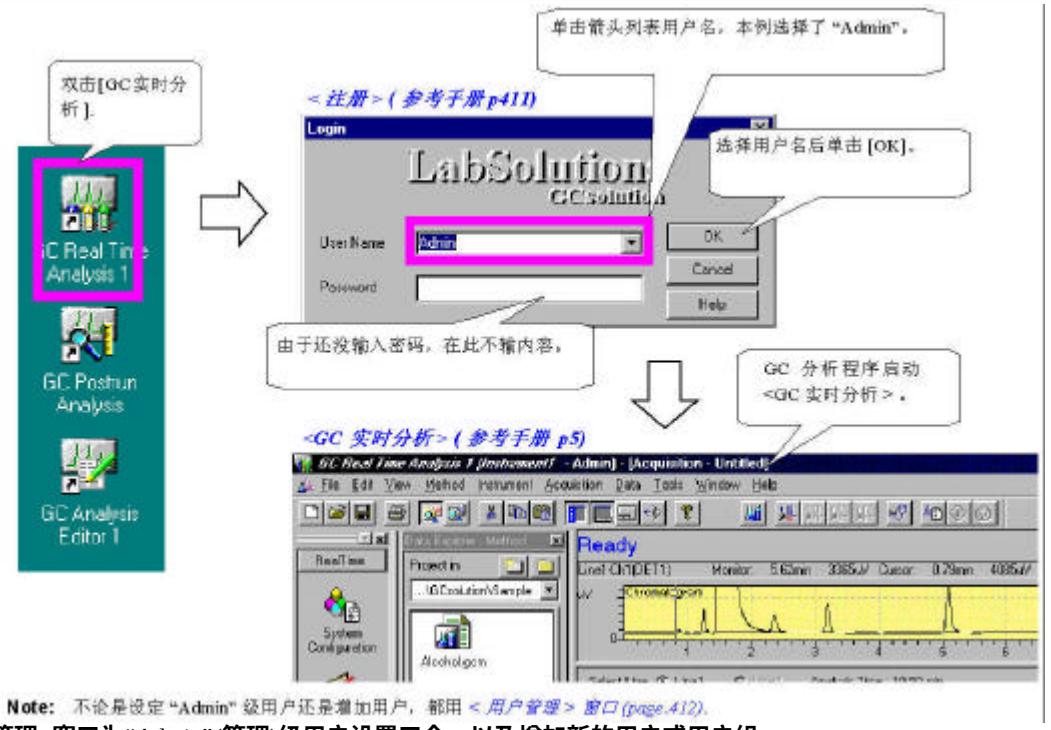
使用 GC 单元分析样品和采集数据，开始<GC 实时分析>应用。

2.1 硬件准备



Note: 有关连接多台 GC 的操作，详见用户手册。

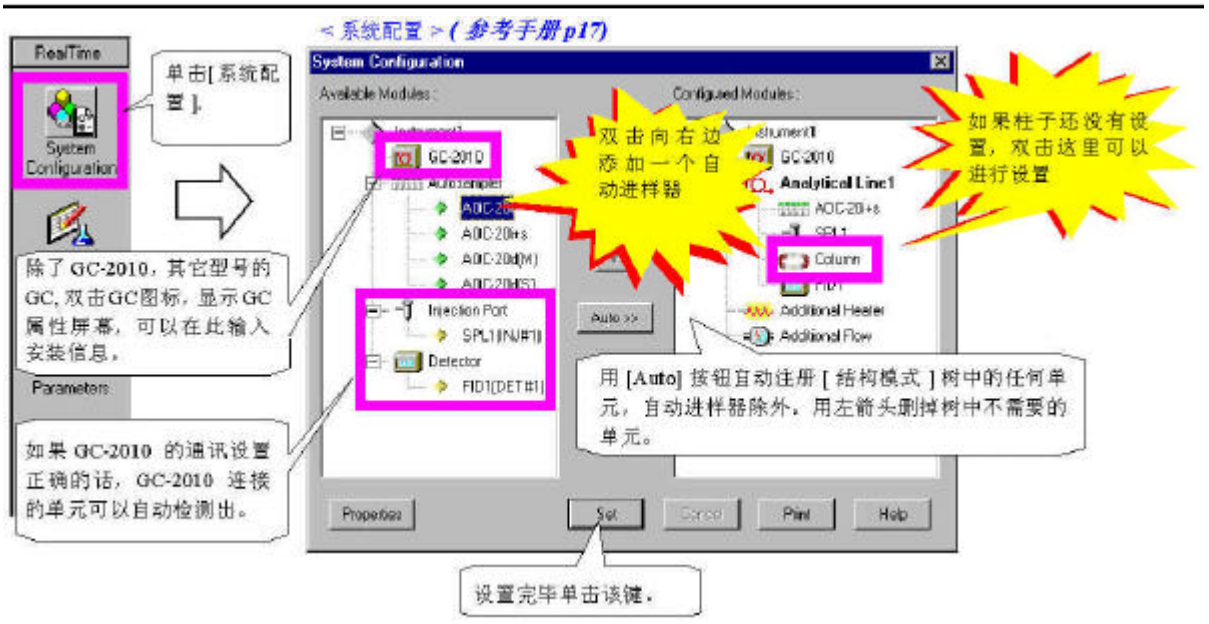
2.2 登录到<GC 实时分析>



Note: 不论是设定 "Admin" 级用户还是增加用户，都用 < 用户管理 > 窗口 (page 412).

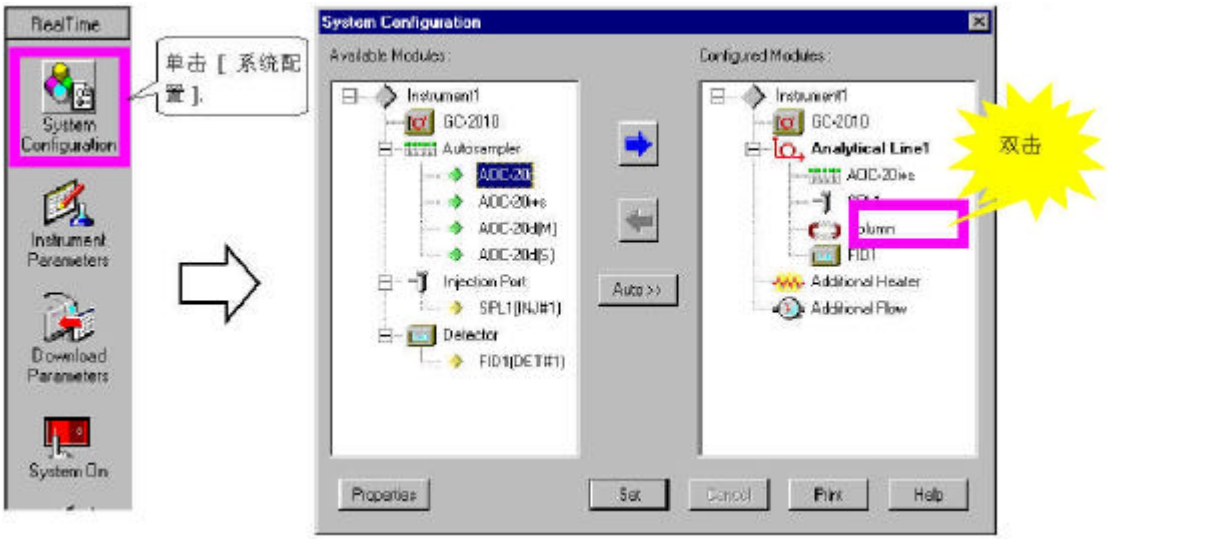
使用<用户管理>窗口为"Admin"(管理)级用户设置口令，以及增加新的用户或用户组。

2.3. 设置< 系统配置>

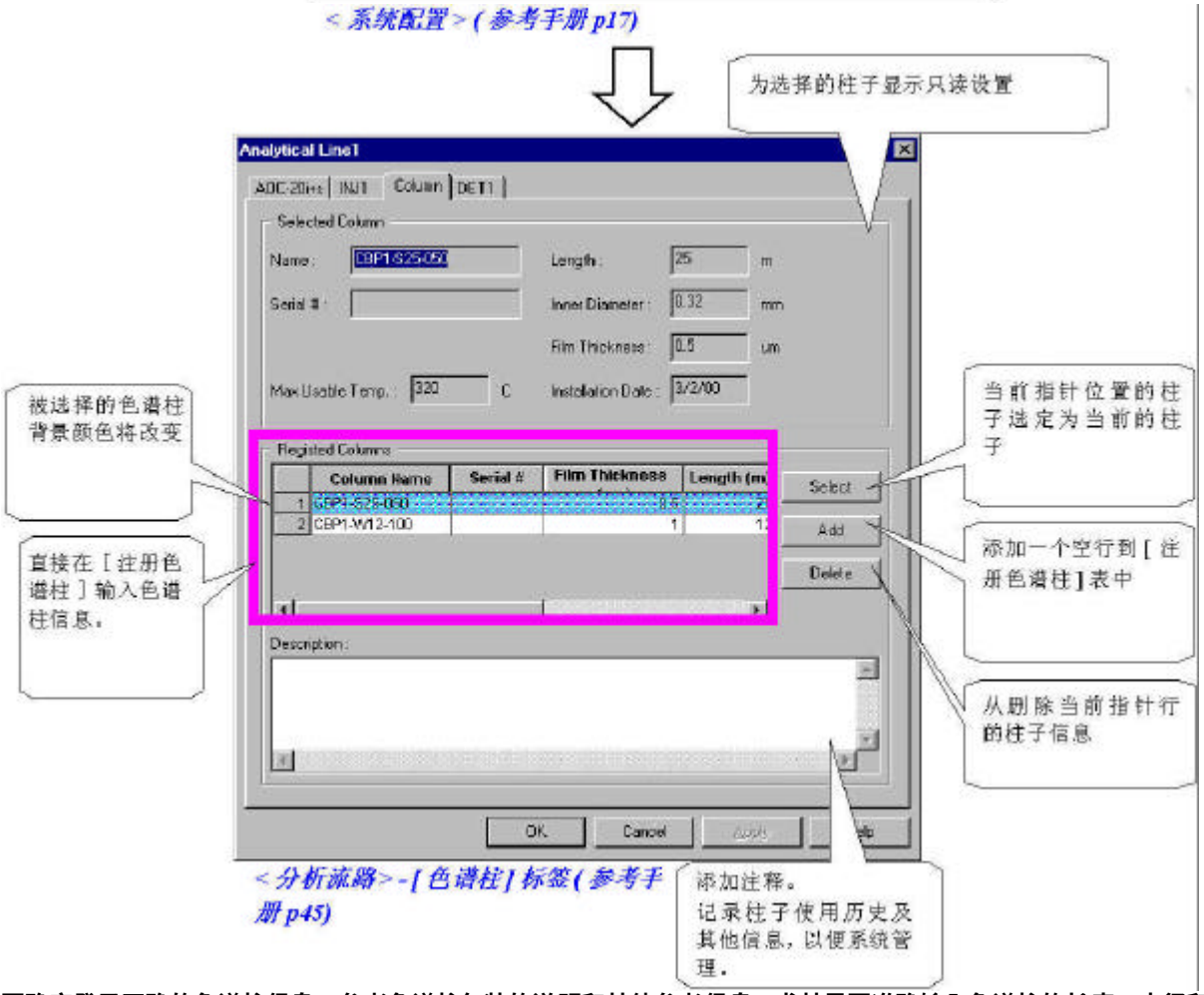

< 系统配置 >(参考手册 p17)
RealTime
System Configuration
单击[系统配置]。
除了 GC-2010，其它型号的 GC, 双击GC图标，显示GC 属性屏幕，可以在此输入安装信息。
Parameters
如果 GC-2010 的通讯设置正确的话，GC-2010 连接的单元可以自动检测出。
System Configuration
Available Modules :
Configured Modules :
GC-2010
Autosampler
AOC-20i
AOC-20is
AOC-20d(M)
Injection Port
SPL1(INJ#1)
Detector
FID1(DET#1)
双击向右边添加一个自动进样器
Auto >>
Column
Additional Heater
Additional Flow
如果柱子还没有设置，双击这里可以进行设置
用 [Auto] 按钮自动注册 [结构模式] 树中的任何单元，自动进样器除外。用左箭头删掉树中不需要的单元。
Properties
Set
Cancel
Print
Help
设置完毕单击该键。

2.4. 登录色谱柱信息

根据分析和应用目的需要更换色谱柱，首先把色谱柱装到 GC 上，然后在<系统配置>窗口中登录色谱柱的信息。



< 系统配置 > (参考手册 p17)



< 分析流路 > -［色谱柱］标签 (参考手册 p45)

要确实登录正确的色谱柱信息，参考色谱柱包装的说明和其他参考信息。尤其是要准确输入色谱柱的长度，内径和最高可用温度。

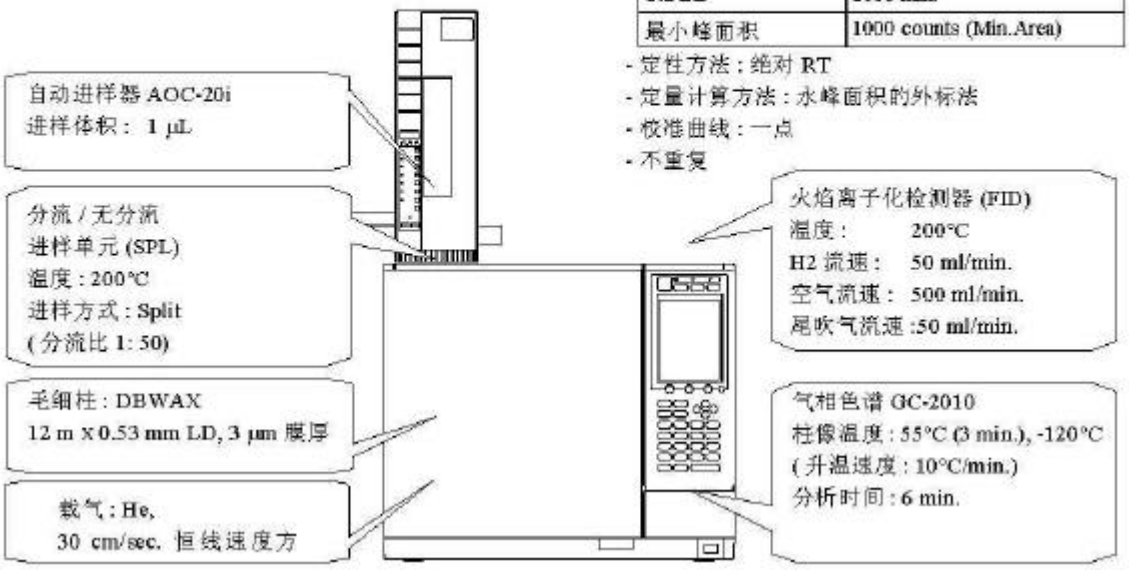
2.5. 分析条件操作示例

此处显示的是使用下列系统配置和各仪器的分析条件操作流程。

标准样品	浓度
n-propanol	200 ppm
Isobutyl alcohol	200 ppm
Isoamyl alcohol	200 ppm

参数	设定值
斜率	1 000μV/min.
半峰宽	3 sec.
漂移	Auto (Set to 0)
T.DBL	1000 min.
最小峰面积	1000 counts (Min.Area)

- 定性方法：绝对 RT
- 定量计算方法：水峰面积的外标法
- 校准曲线：一点
- 不重复



依照上述分析条件，按上图编辑色谱条件（分析条件）：

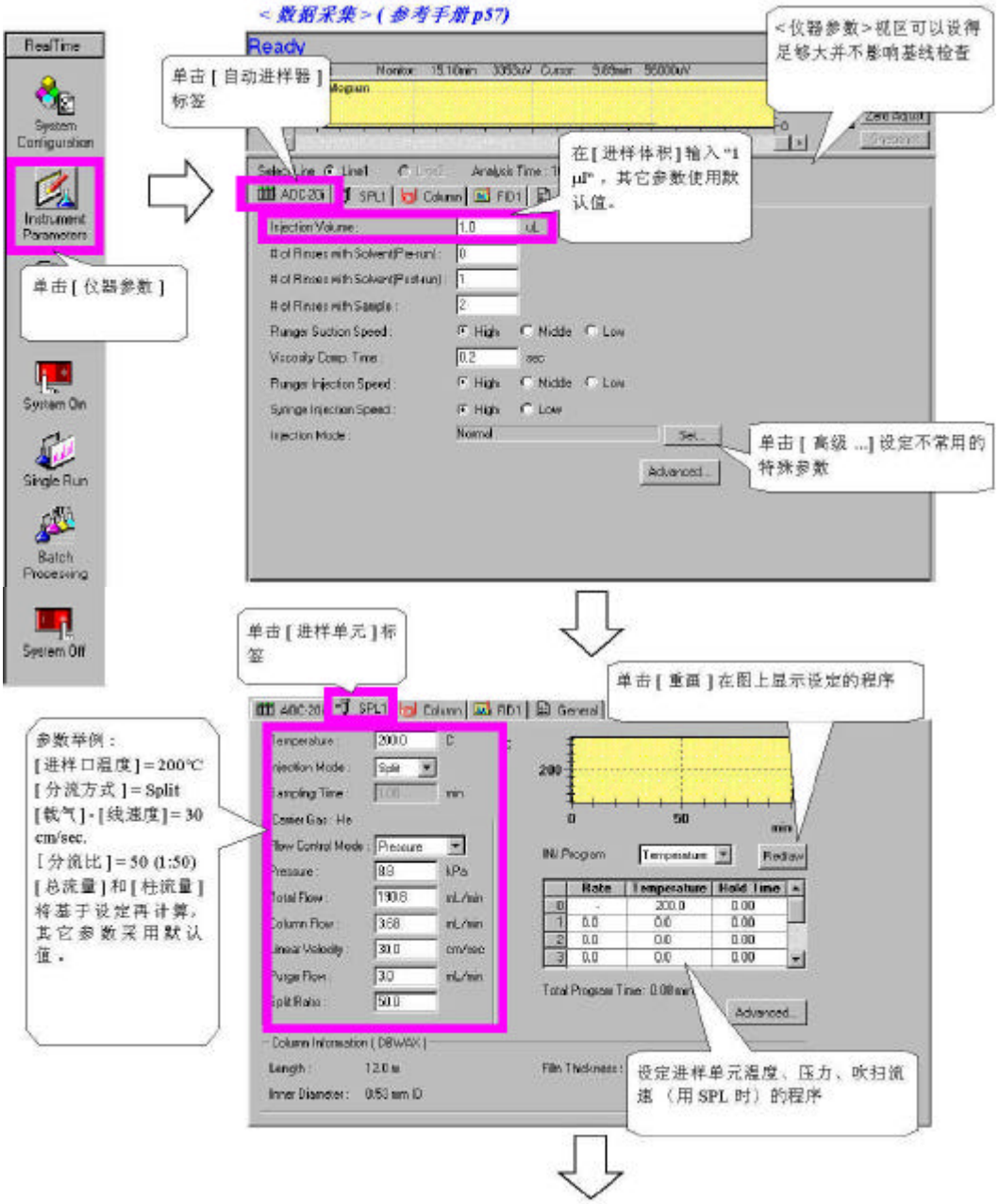
AOC：**进样方式进样量**

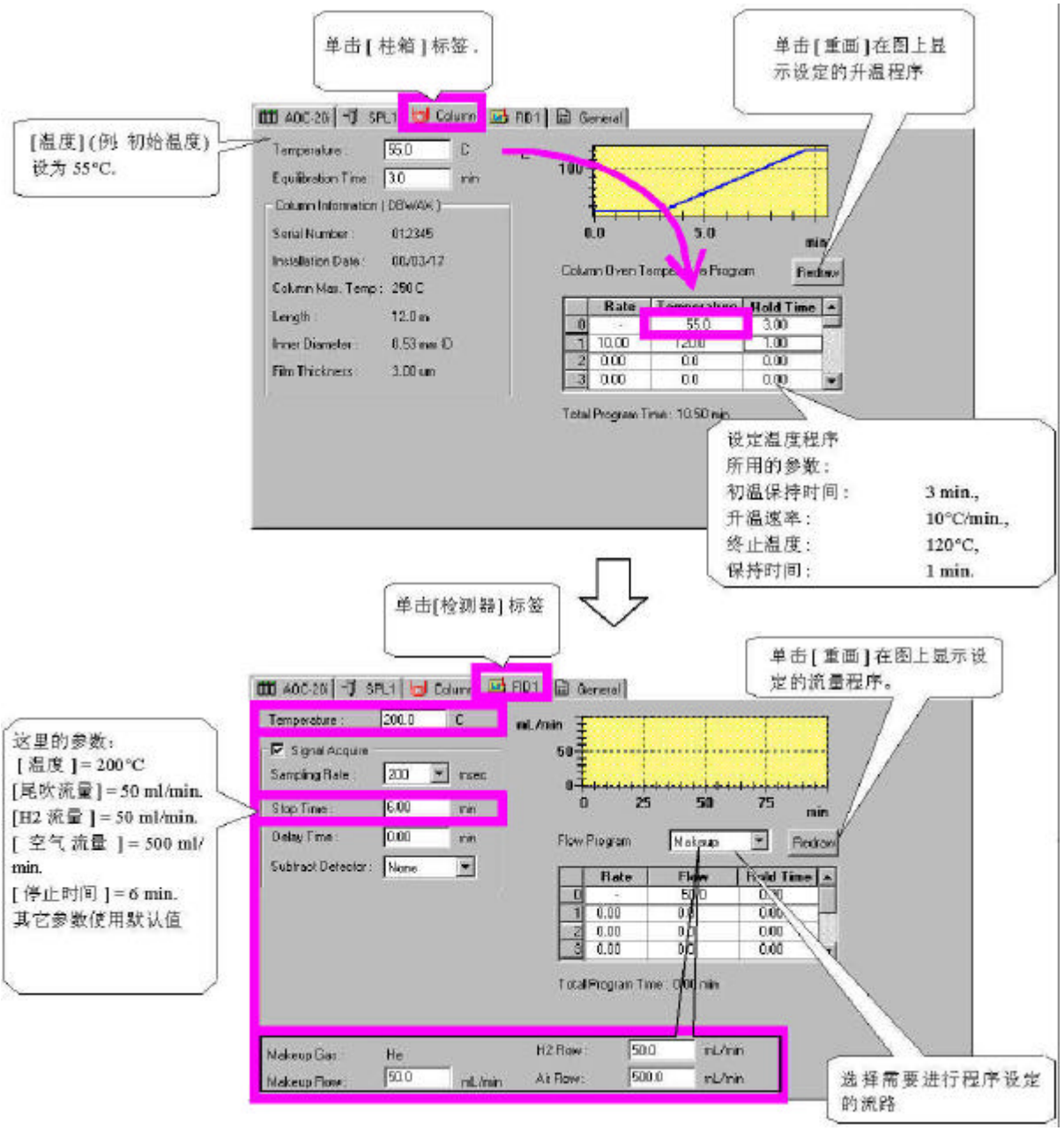
进样口：温度、流量、压力、分流比

色谱柱：柱箱温度、温度程序

检测器：温度、灵敏度、采集速率、检测器气体

2.6. 编辑分析方法(仪器参数设置)

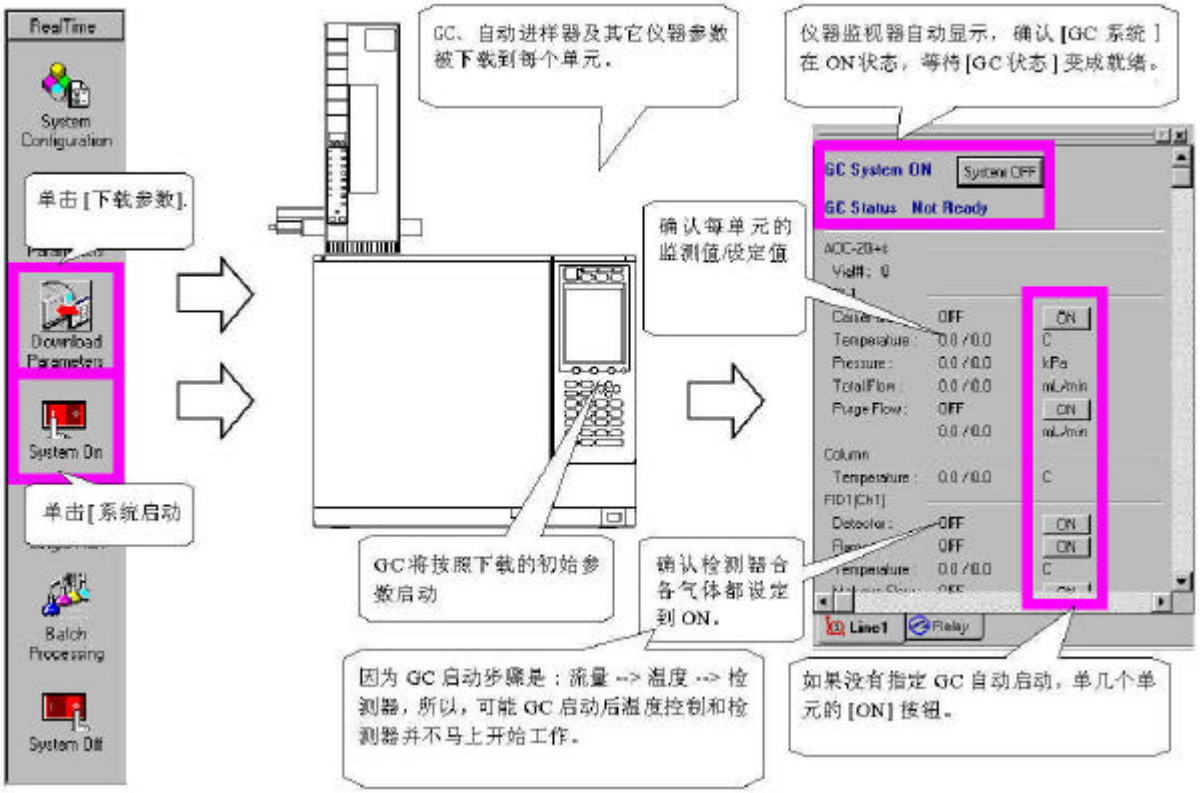




当<数据采集>窗口打开时，先前使用的方法文件将自动地下载到 GC。要建立新的方法文件，点击工具栏上的[新建]键。如要编辑一个已经存在的方法文件，从<数据管理器>窗口拖曳所需要的方法文件放到<数据采集>窗口即可。

当数据采集完成后，将启动方法自动保存功能(询问是否用新的数据覆盖原有的数据)，然后原有的方法文件数据将被新数据覆盖。如果想使用原有的方法文件而不建立新的方法文件，在进行数据采集前，在[文件]菜单中选择[另存方法文件为]，以其他名称保存编辑的方法。

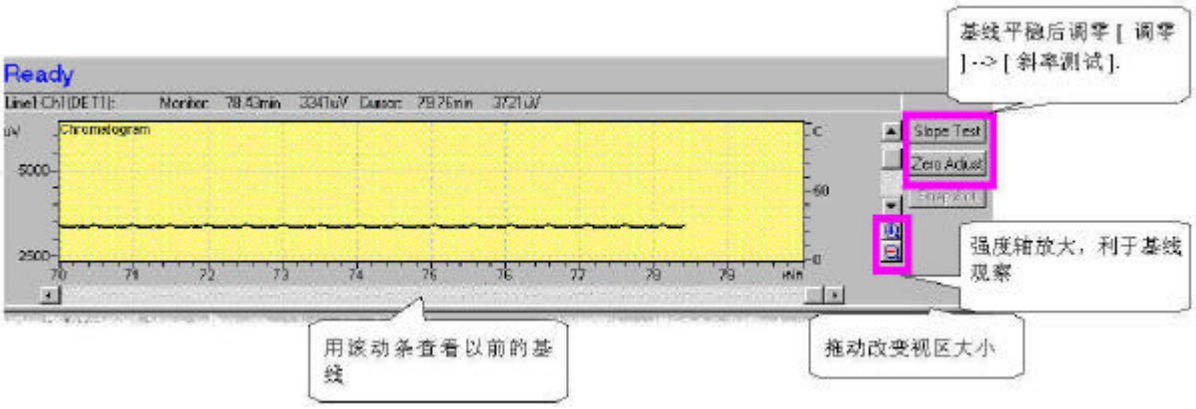
2.7. 启动GC



2.8. 进行检测器信号调零和斜率试验

需要的时候，可以隐藏仪器监视画面。

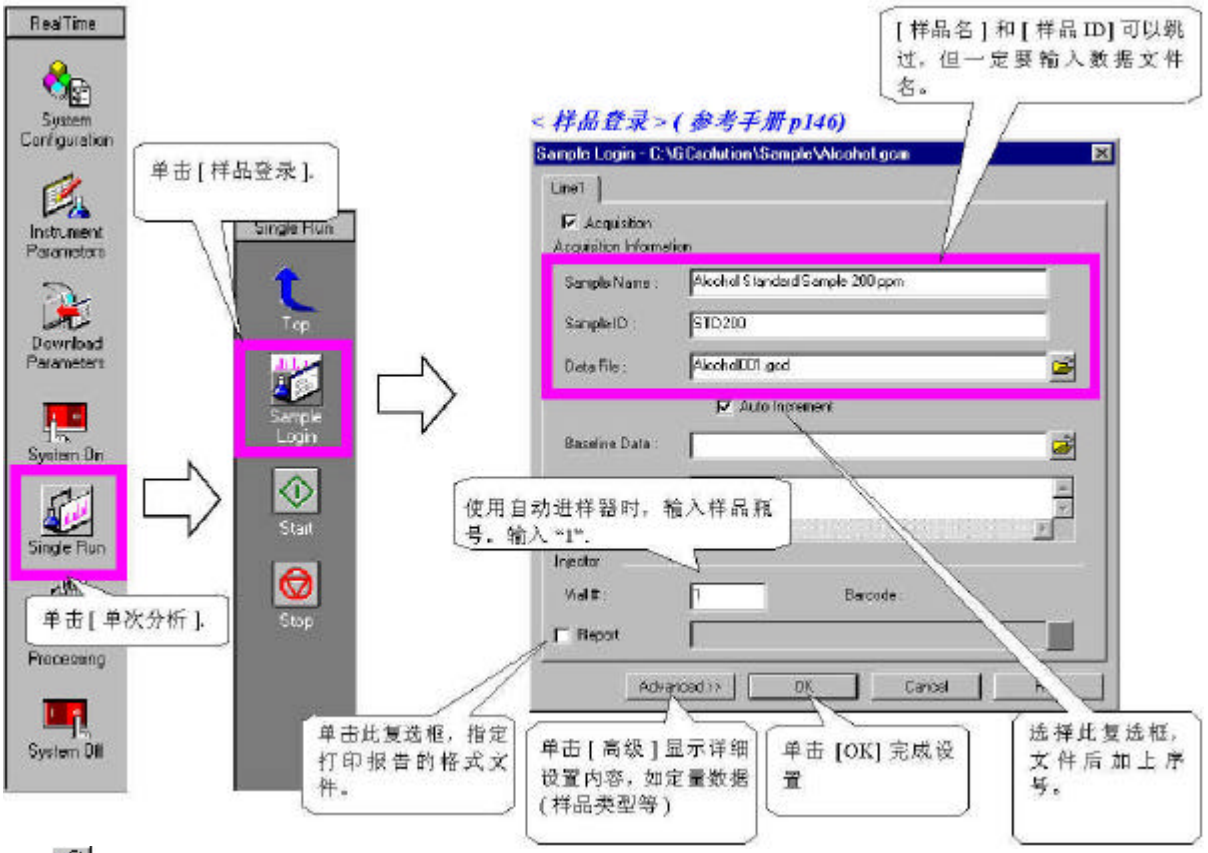
使用工具条上的[仪器监视器]按钮，显示或隐藏仪器监视画面。



3．进行单次分析

3.1. 设置单次分析条件

进行数据采集之前，要进行样品信息登录。

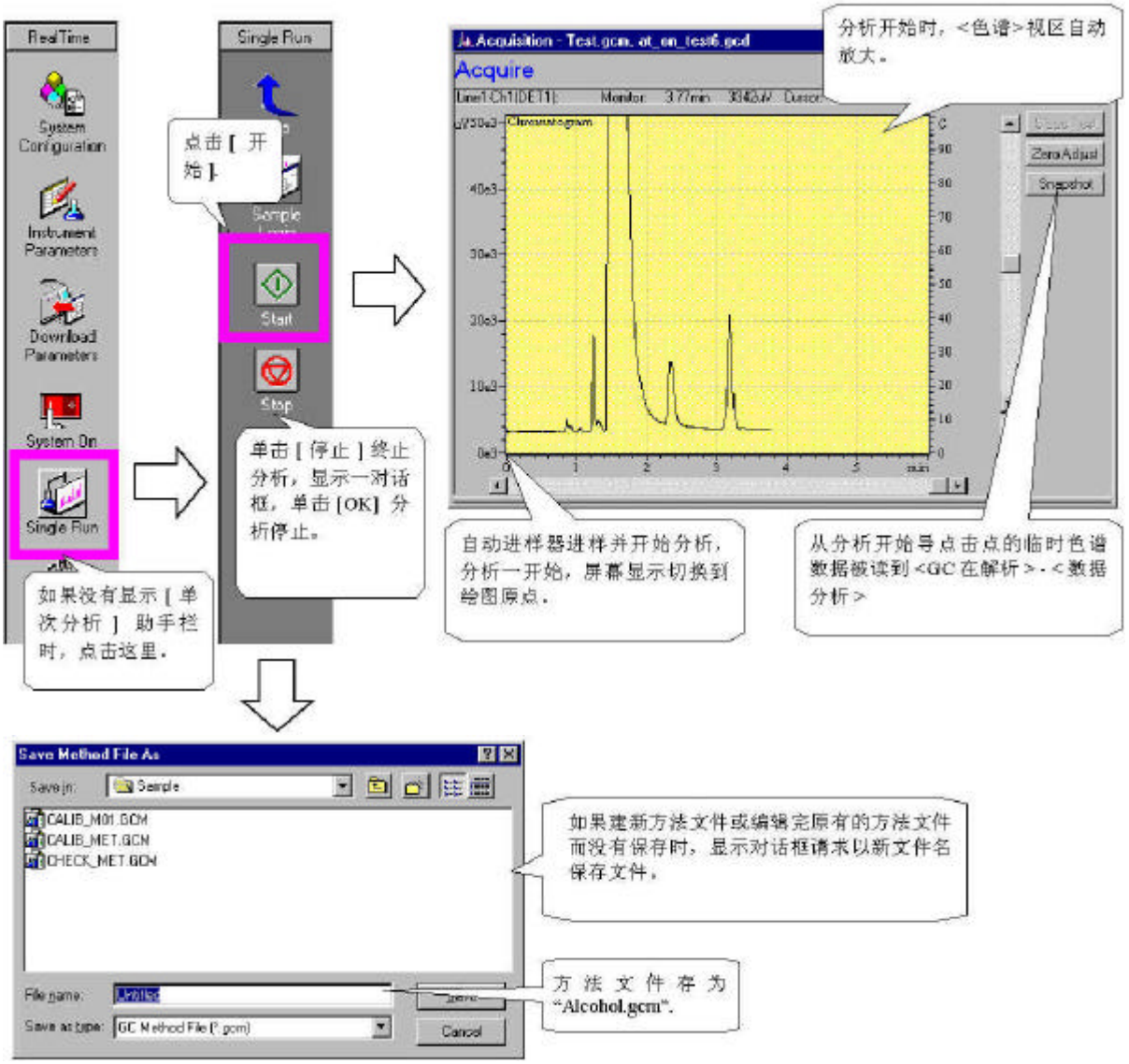


点击 查看存在的文件。

所有采集到的数据，保存在文件夹(参考方案)中，可以使用<数据管理器>窗口进行设置。

3.2. 开始分析

将酒精混合物(200ppm)标准样品放到自动进样器 AOC-20i 的 1 号样品位置，准备分析。



如果进行手动进样，在点击助手栏上的[开始]图标和 GC 上的[开始]键后，按照上述步骤将样品注入到 GC。

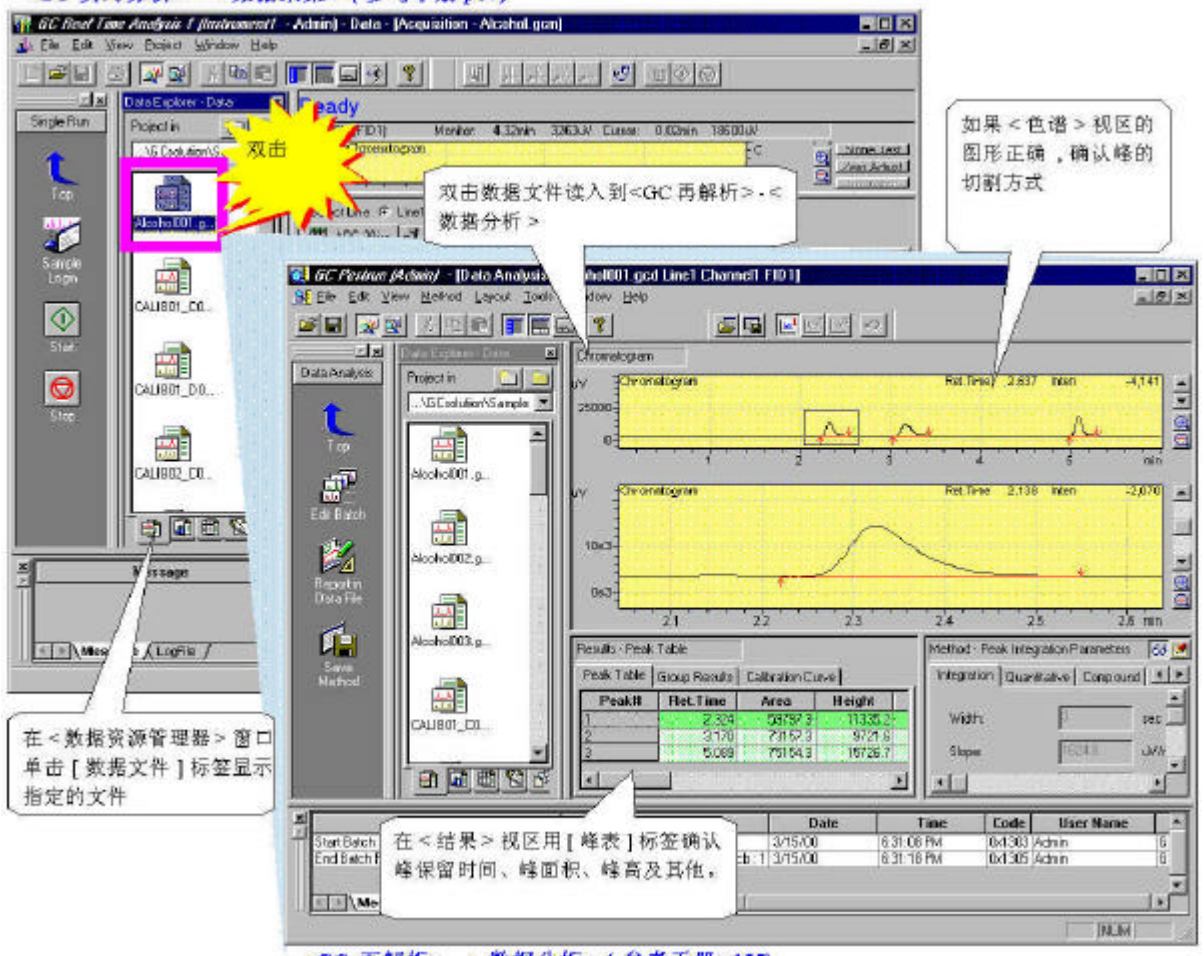
如果只按 GC 上的[开始]键，而未点击 GCsolution 上的[开始]图标，GC 程序开始，但是不进行数据采集。

使用[文件]-[打开参比数据文件]，存在的色谱数据可读出到<色谱>视区作为背景。

3.3. 启动<GC 再解析>-<数据分析>，检查分析结果

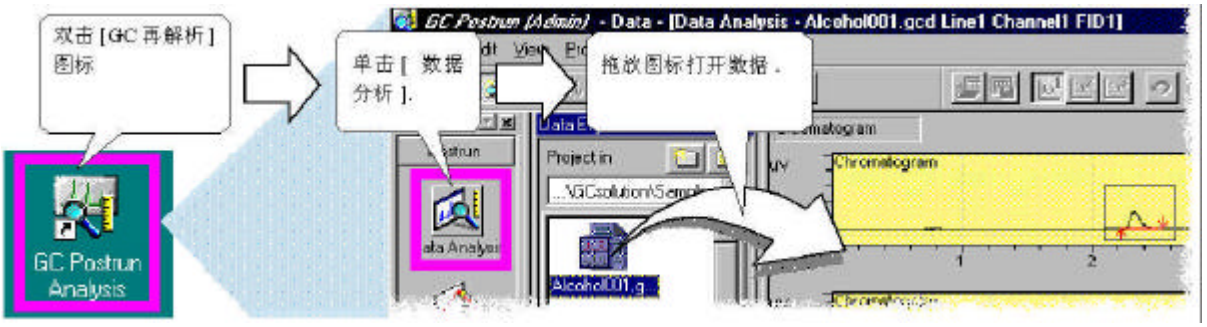
双击<数据管理器>中的数据文件，对采集到的数据进行<GC 再解析>-<数据分析>以及检查数据结果。

<GC 实时分析>-<数据采集>(参考手册p57)



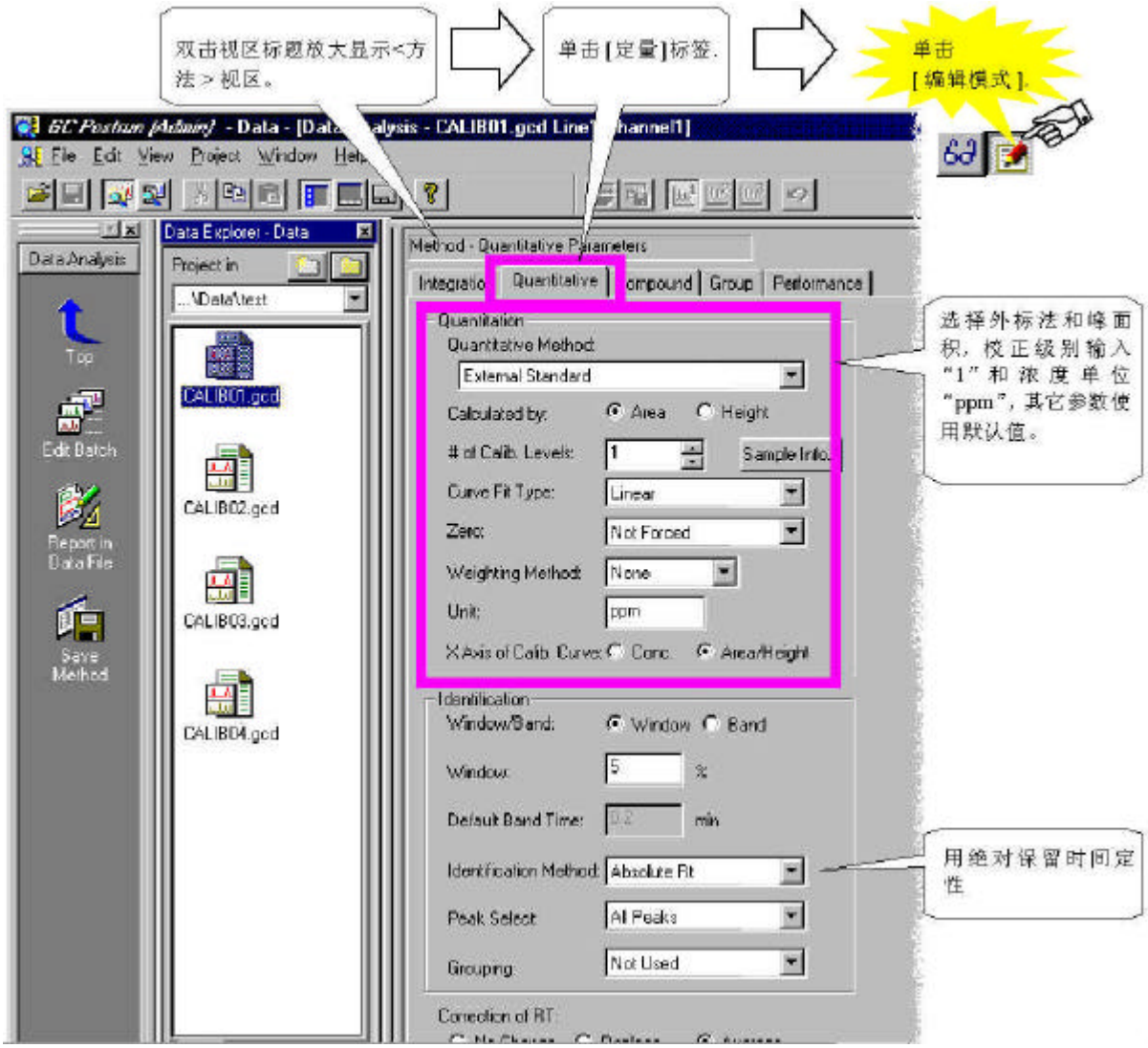
<GC 再解析>-<数据分析>(参考手册p155)

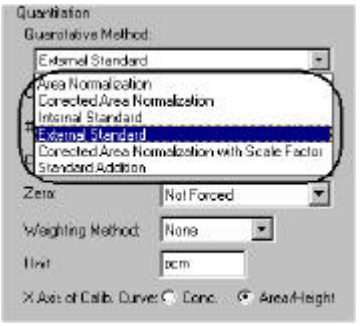
双击桌面上的[GC 再解析]图标，打开<GC 再解析>屏幕。一旦<GC 实时分析>窗口注册完毕并开始初始设置，windows 的注册将省略。



3.4 设置建立校准曲线的参数

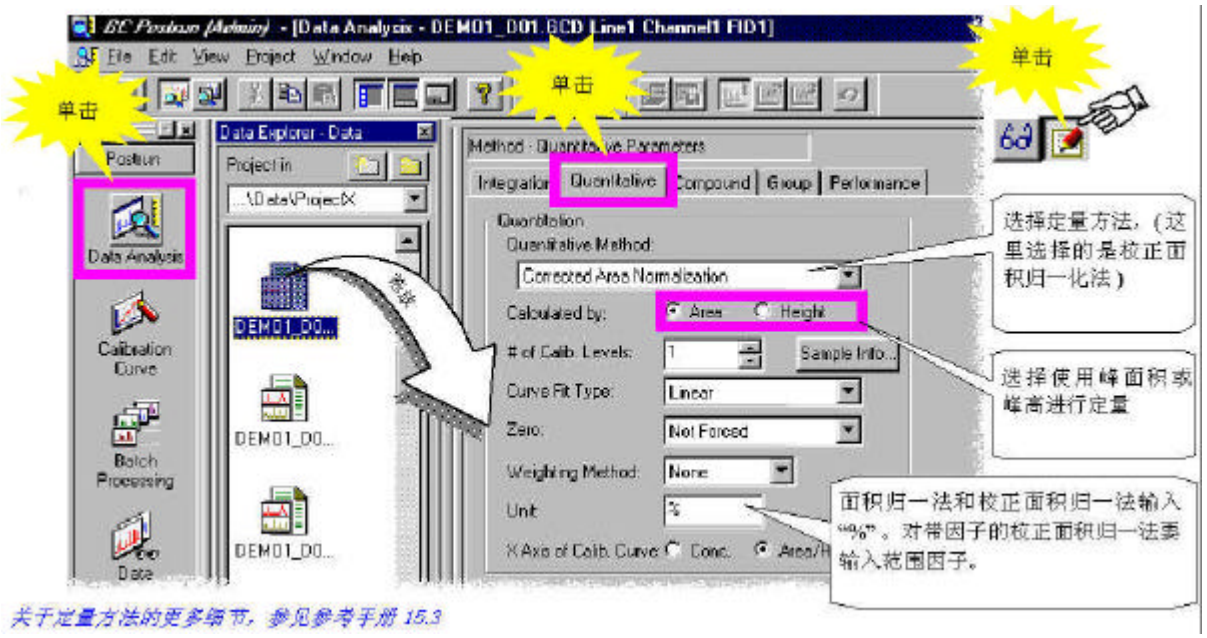
3.4.1 设置峰定量和定性参数





定量方法	注释
面积归一法	每个峰的峰面积（峰高）相对于测得的所有峰的面积（峰高）和的百分比。
校正面积归一法	用绝对校准法测得每个组分的响应因子，计算每个组分的校正百分面积（或峰高）。
内标法	将内标物加入到样品中，通过待测组分与内标物的峰面积比（或峰高比）对浓度比做校正曲线，从而对未知样品进行定量计算。
外标法 (绝对检量线)	校正曲线表示样品中组分的绝对量(浓度)与峰面积(峰高)关系。 将未知样品与标准样品在相同色谱条件下进行分析，测得峰面积(峰高)，通过校正曲线进行定量计算。 该定量方法，标准样品和未知样品的分析条件必须保持一致。因为定量精度取决于进样量的重现性，因此应尽可能保证进样量的重现性。
带范围因子的校正面积归一法	各组分的含量由面积(峰高)百分比乘以范围因子获得。
标准添加法	将已知量的待测物加入到未知样品中进行分析，与未知样品直接分析得到的峰面积（峰高）的差进行定量计算的方法。 这种定量方法常用于那些有前处理的分析 (如顶空 GC)，组分的相对灵敏度常因溶剂或其他共存成分而受到影响。

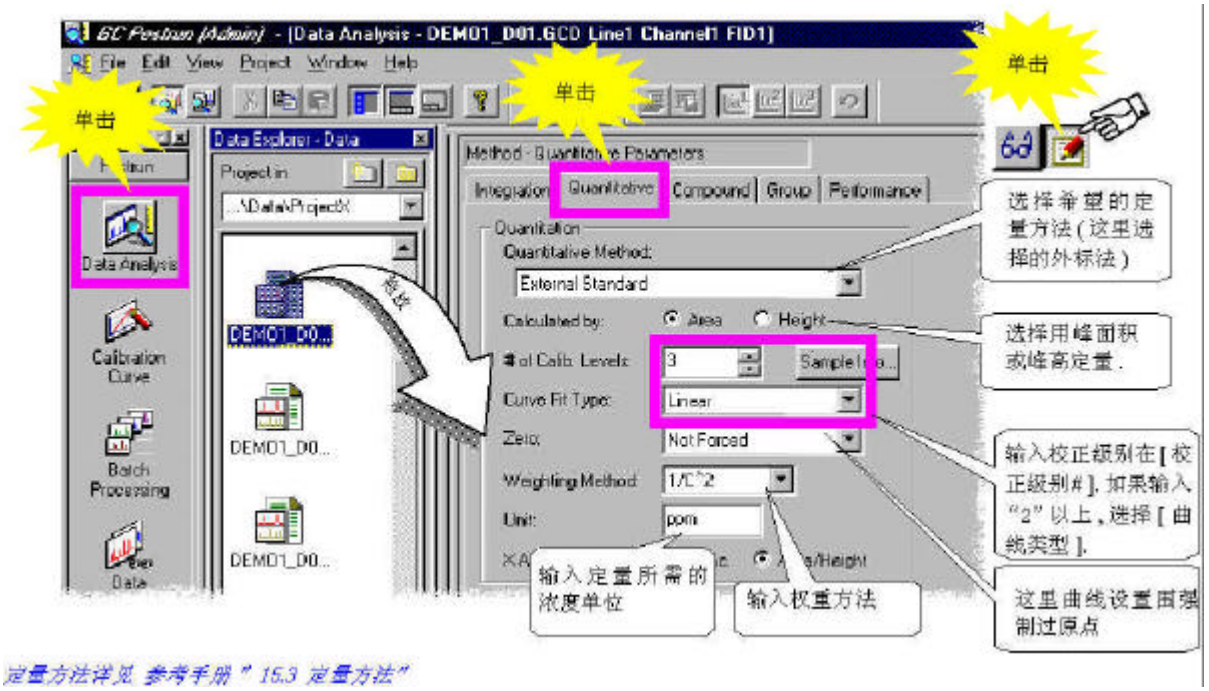
3.4.1.1 设置定量参数-归一化法



关于定量方法的更多细节，参见参考手册 15.3

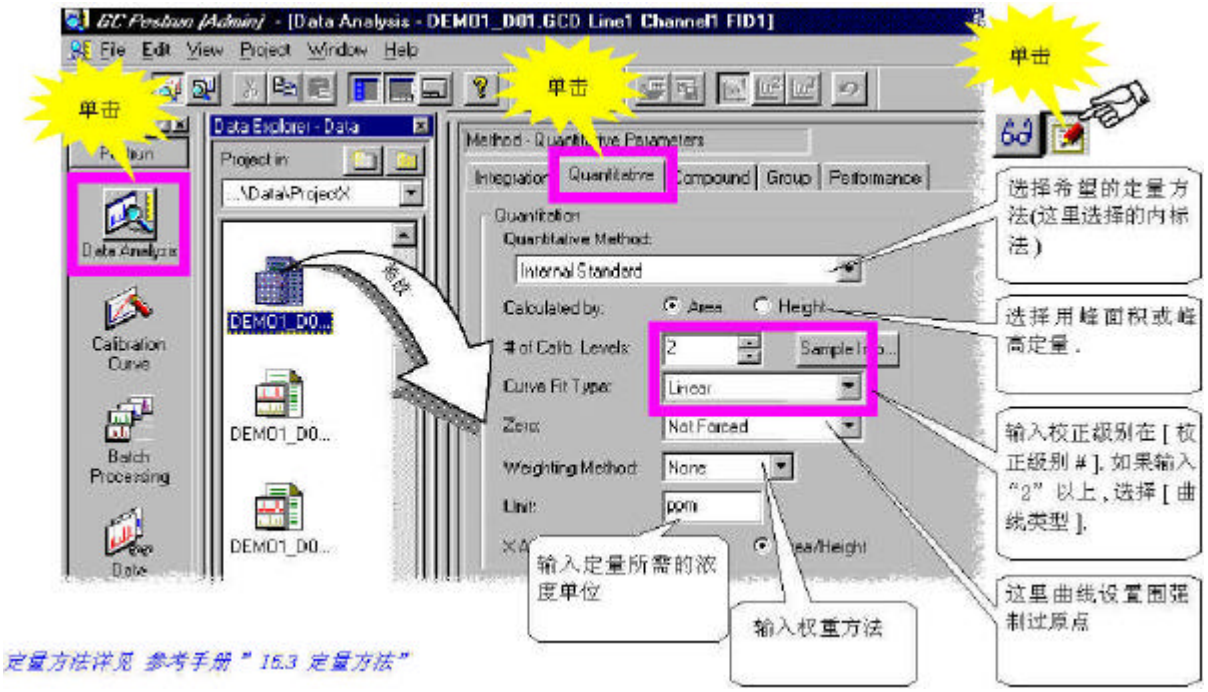
3.4.1.2 设置定量参数-外标法

外标法进行定量所需要的参数。



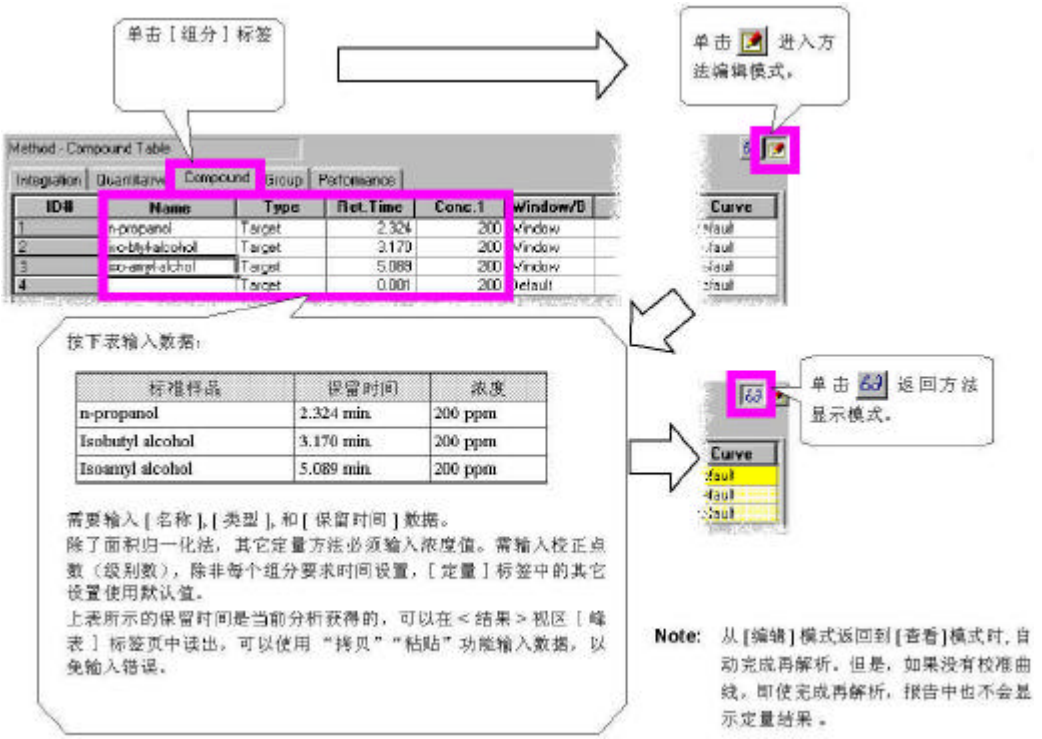
定量方法详见 参考手册 " 15.3 定量方法"

3.4.1.3 设置定量参数-内标法



定量方法详见 参考手册 " 15.3 定量方法"

3.4.2 建立组分表(定性定量表)



在上图中，为了更清楚的说明，表格中各项目的次序作了重新安排。在组分表上点击鼠标右键显示一个弹出的菜单。然后选择表显示条件。即用[表类型]指令，选择显示或隐藏以及显示的次序。

当使用内标法定量时，[类型]用于指定内标物(内标)，以及当使用相对保留时间作峰定性时，指定一个参比用作保留时间标准峰。当使用内标法时此处指定目标物质，默认值为“目标”。

3.4.3 保存定性定量参数和组分表

进行分析时，使用编辑过的数据处理参数，编辑的方法保存为方法文件。

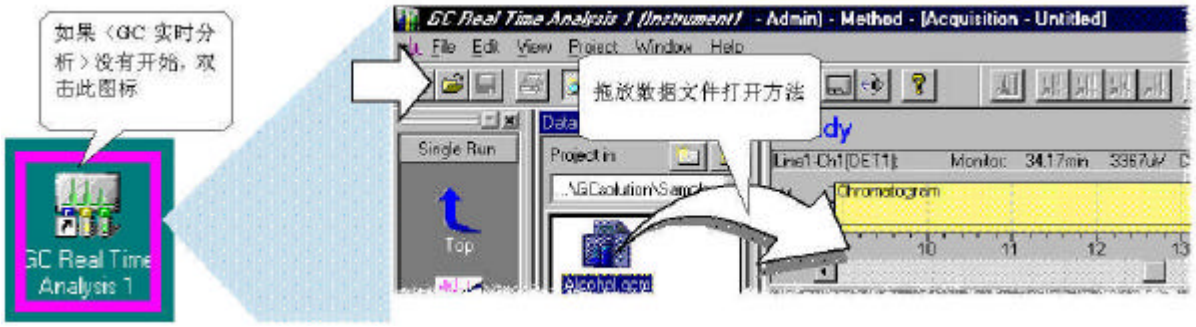
在<GC 实时分析>屏幕，文件“Alcohol.gcm”仍然打开着。如果[保存方法]中有同名的文件存在，将产生文件冲突。为了避免冲突，将出现一个对话框，询问是否关闭并覆盖装载在<GC 实时分析>的文件。上面显示[另存为]对话框将出现。在保存文件后，通过从<数据管理器>拖曳，把方法文件图标放到<数据采集>中，并再次打开方法文件，以此方法进行数据采集。

3.5 制作校准曲线

校准曲线可用已经采集到的标准样品数据文件(此处用“Alcoho.gcd”文件)建立。也可以“使用标准样品分析--重新绘制校准曲线--进行未知样品的定量”的步骤，这是实际分析操作流程经常使用的步骤。

3.5.1 装载方法文件

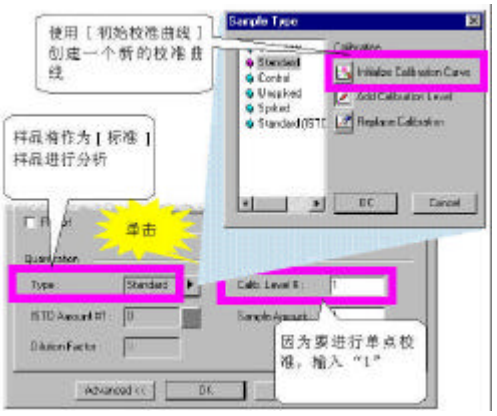
此处装载以保存的文件“Alcohol.gcm”。



如果未显示<数据采集>窗口，或<GC 实时分析>屏幕尚未激活时，点击[实时]助手栏上的[仪器参数]图标，并拖放方法文件图标，或在<数据管理器>窗口双击方法图标，装载所需的方法文件。

3.5.2 进行单次分析数据采集

与进行单次分析采用相同的步骤进行数据采集。
分析的标准样品是 200ppm 的酒精混合物，要将分析结果作为校准点并加入到建立新的校准曲线，点击<样品登录>屏幕上的[高级]键，并指定[样品类型]为[标准]。

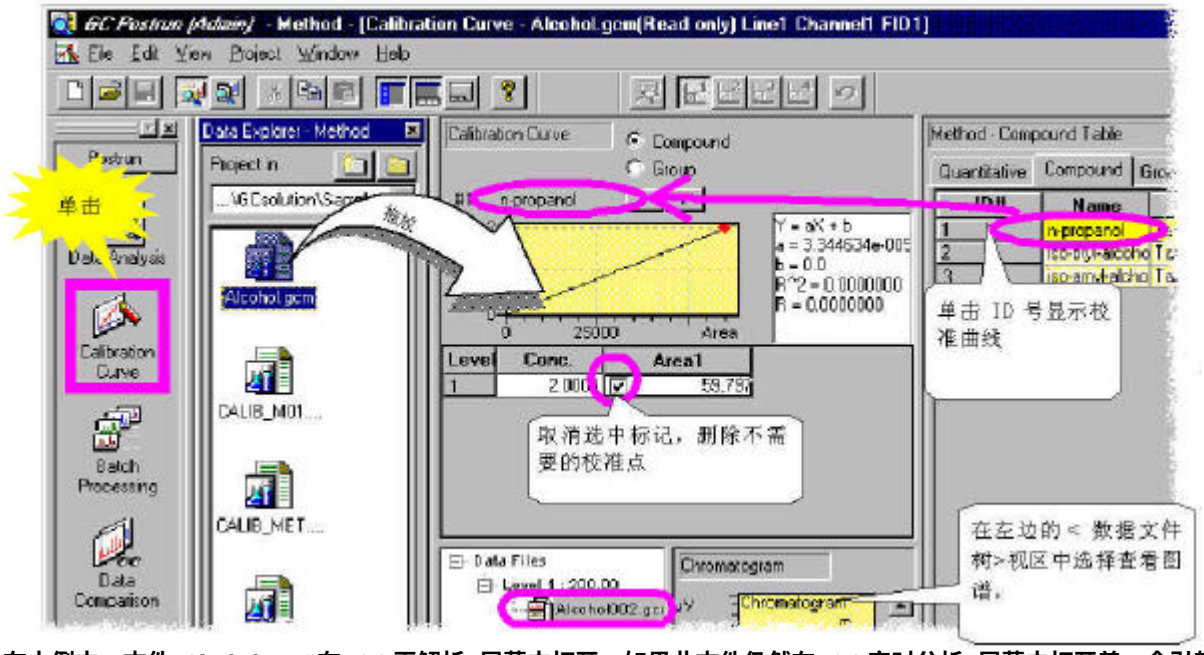


GC 操作处于暂停状态或下载另一个方法时，首先下载仪器参数并按操作步骤启动 GC，使用文件“Alcohol.gcm”中的仪器参数无须改变。如果 GC 已经启动，可立即开始分析。

如果在<样品登录>窗口中已经标记了[自动增加]复选框，数据文件名自动指定为“Alcohol002.gcd”。如果未标记该复选框，则文件名('Alcohol001.gcd')仍然不变。当前面的步骤操作时，如果文件“Alcohol001.gcd”仍然在<GC 再解析>-<数据分析>中打开着，将发生文件冲突。为了避免文件冲突，可通过<数据分析>-[文件]-[关闭数据文件]菜单关闭文件，并指定另存为其他文件名或覆盖原有的数据，然后进行数据采集

3.5.3 检查校准曲线

标准样品分析完成后，方法文件被更新并建立了校准曲线。在<GC 再解析>-<校准曲线>中读出方法文件，便可以检查校准曲线。



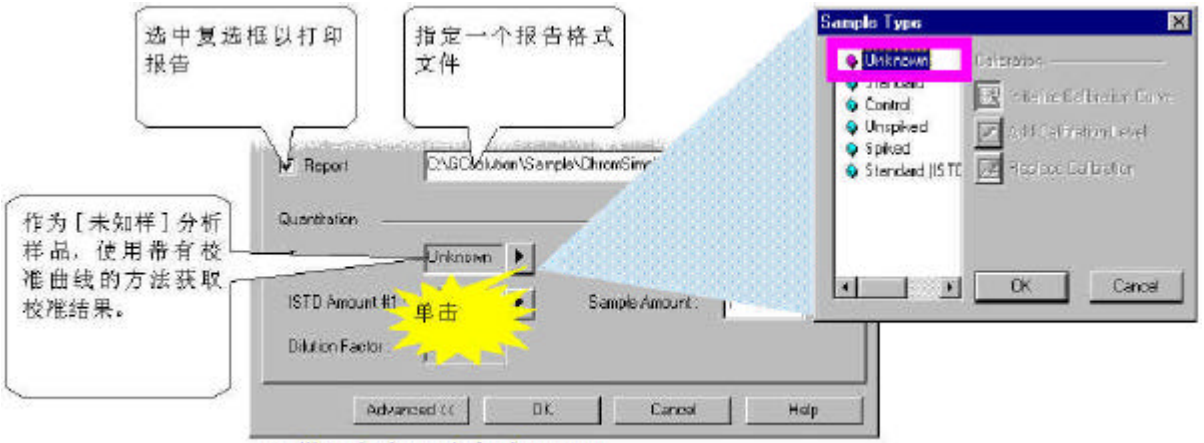
在本例中，文件“Alcohol.gcm”**在<GC 再解析>屏幕中打开，如果此文件仍然在<GC 实时分析>屏幕中打开着，会引起文件冲突。这时将出现一个对话框，询问是希望关闭在<GC 实时分析>中的文件而在<GC 再解析>屏幕打开方法文件，还是以“只读”文件打开。如果目的只是检查校准曲线而不是编辑文件，可以以只读形式打开文件。**

3.6 分析未知样品

使用建立的校准曲线，按分析标准样品的方法分析未知样品，便获得未知样品的定量结果。

3.6.1 进行单次分析数据采集

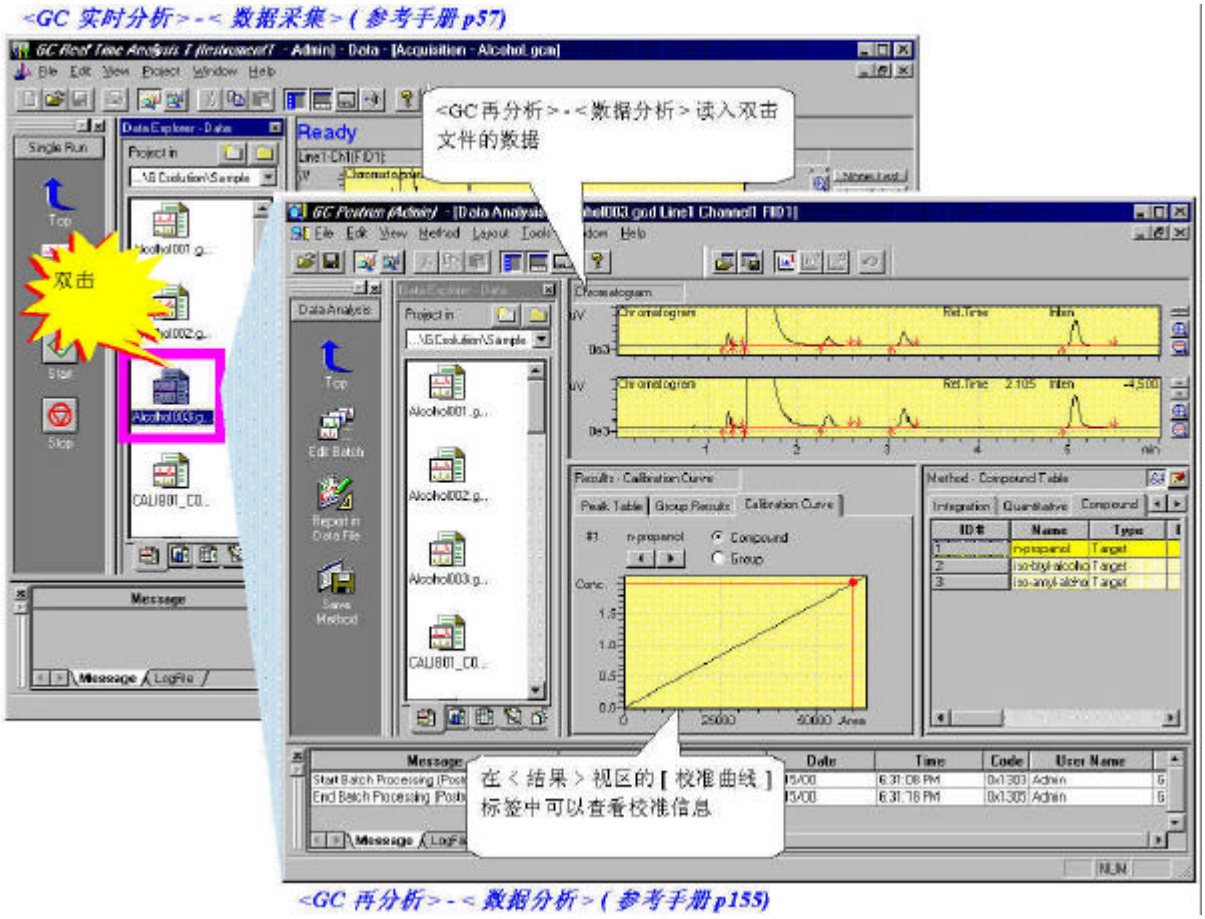
按进行单次分析描述的步骤进行数据采集。



< 样品登录 > (参考手册 p146)

定量计算结果可在再解析程序的<数据采集>窗口中检查。

<GC 实时分析 > - < 数据采集 > (参考手册 p57)



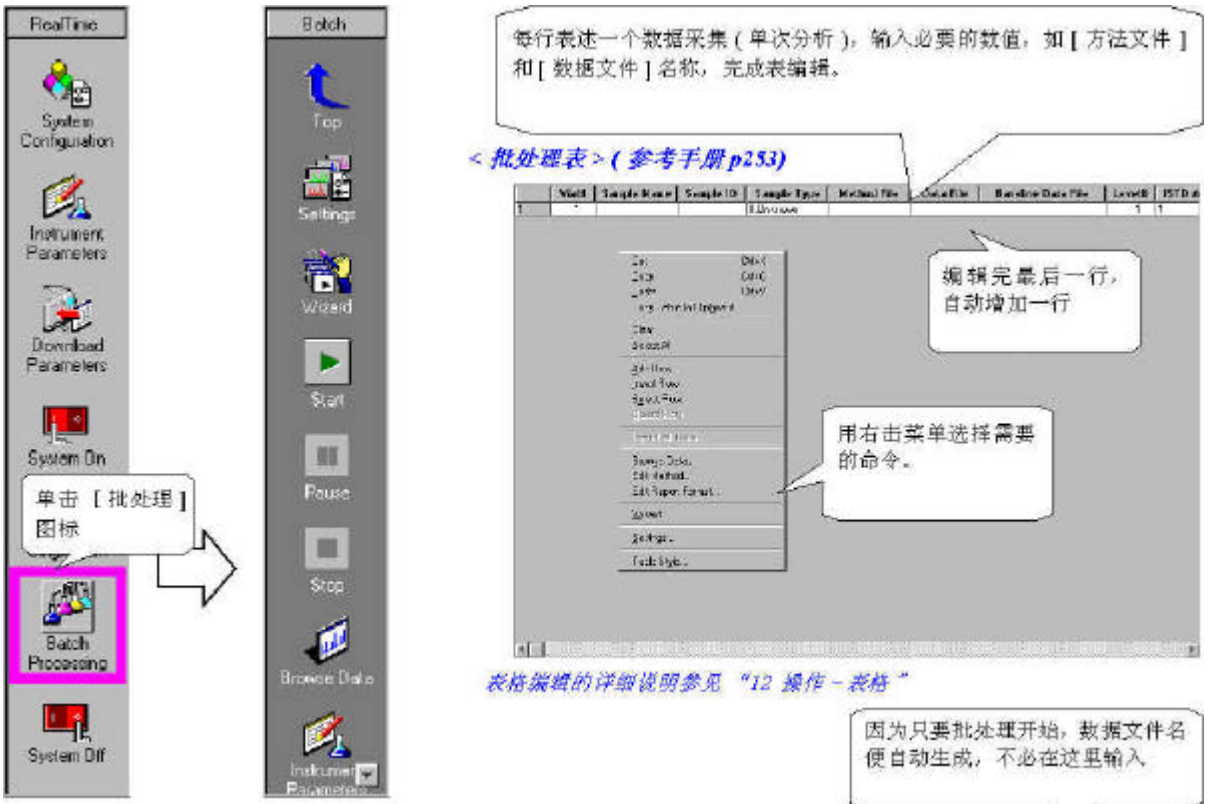
<GC 再分析 > - < 数据分析 > (参考手册 p155)

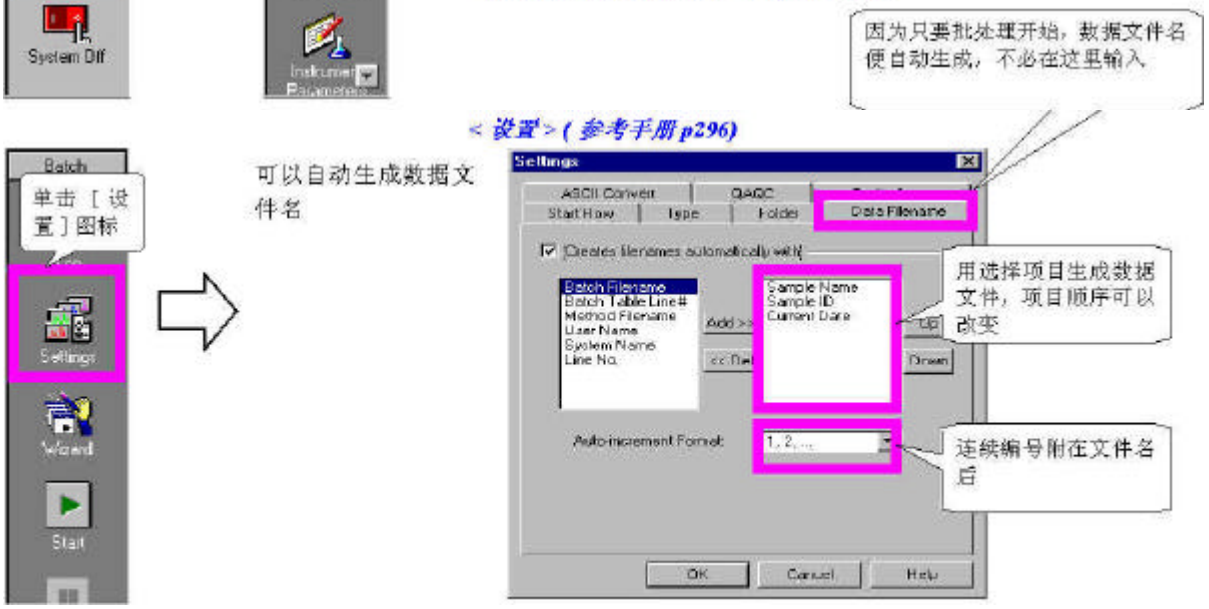
3.6.2 用<批处理表>进行连续数据采集

进行多个样品的连续数据采集，可采用在<GC 实时分析>屏幕上的<批处理表>。

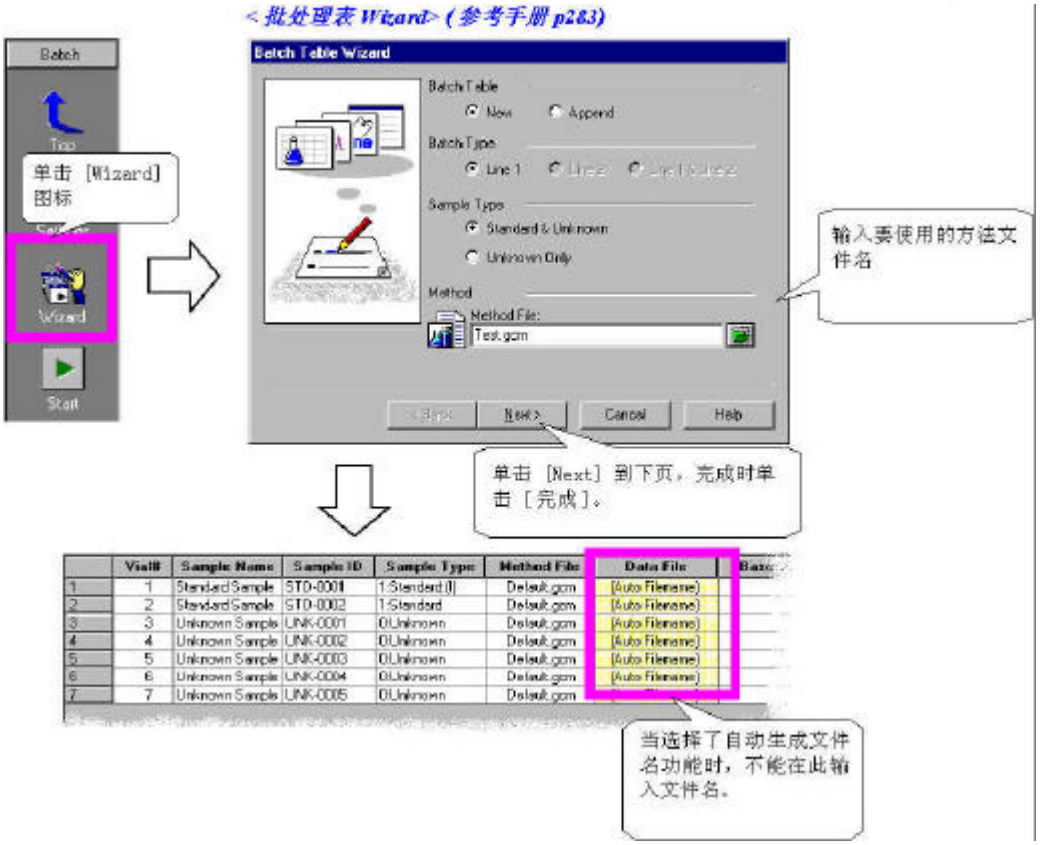
当 <GC 实时分析 > 屏幕没启动时，双击桌面的 [GC 实时分析 1] 图标。

3.6.2.1 建立批处理表

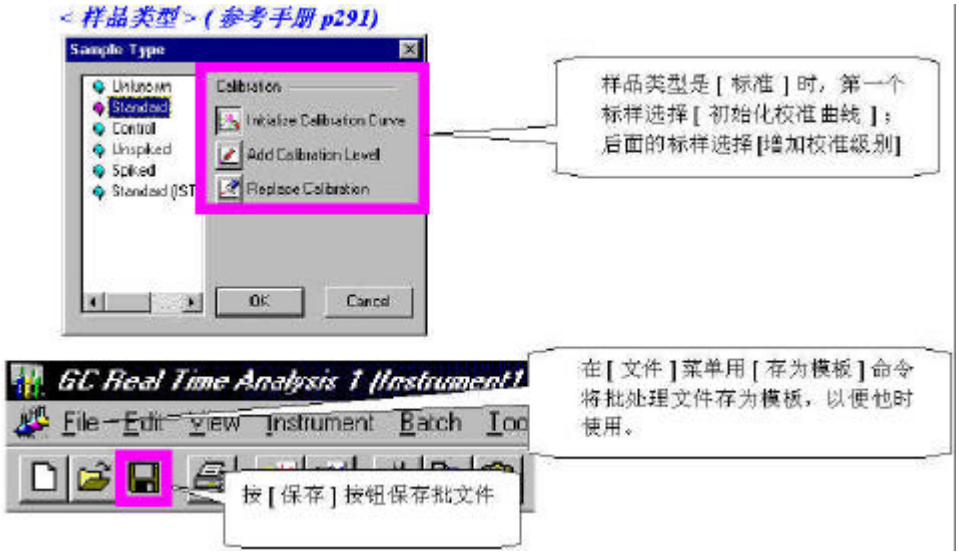




3.6.2.2 使用 Wizard 建立批处理表

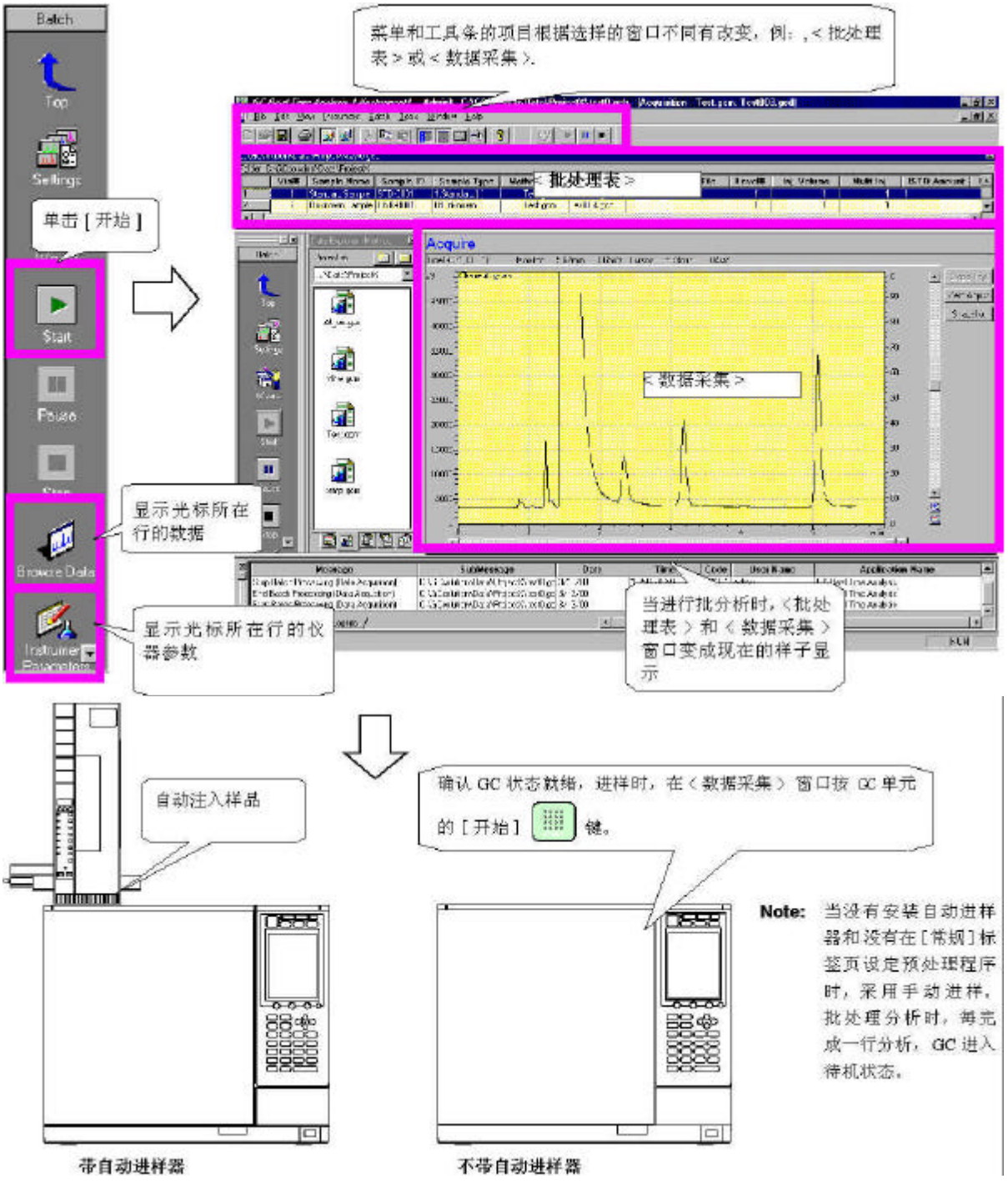


注：岛津的传统的色谱数据处理软件(CLASS-GC10)有与本软件的批处理功能相同的功能。在 CLASS-GC10 中，同一容器的样品重复进样，可设置在批处理行中。但本软件，每行样品注入一次。因此，建立的批处理表的行数与样品重复进样的次数相同。当一个样品从同一容器多次注入时，使用<输入集合数据>窗口的瓶号输入功能，或批处理表编辑的(复制和粘贴)功能进行设置较为容易。此外，当使用批处理表向导时，如果设置样品重复进样，会自动地建立同一容器的多个批处理行。



3.6.2.3 进行批处理

批处理表设置完毕，进行批处理。



当前的运行暂停时，尽管整个数据处理还没有完成，可进行批处理行的插入、删除和编辑。检查编辑批处理表，看表中的数据是否正确，再次点击[暂停]键，恢复数据处理。

注：一般的数据处理将在下面的章节中说明，此处描述的批处理有时称为“实时批处理”。(该功能相当于岛津传统色谱数据处理产品的称之为“样品方案”功能。)

3.7 GC 系统关闭和退出

3.7.1 关闭 GC 系统

关闭 GC 系统并在<仪器监控器>上确认柱箱温度是否回到室温、分析用的气体流量如：载气、检测器气体和尾吹气是否已经关闭。

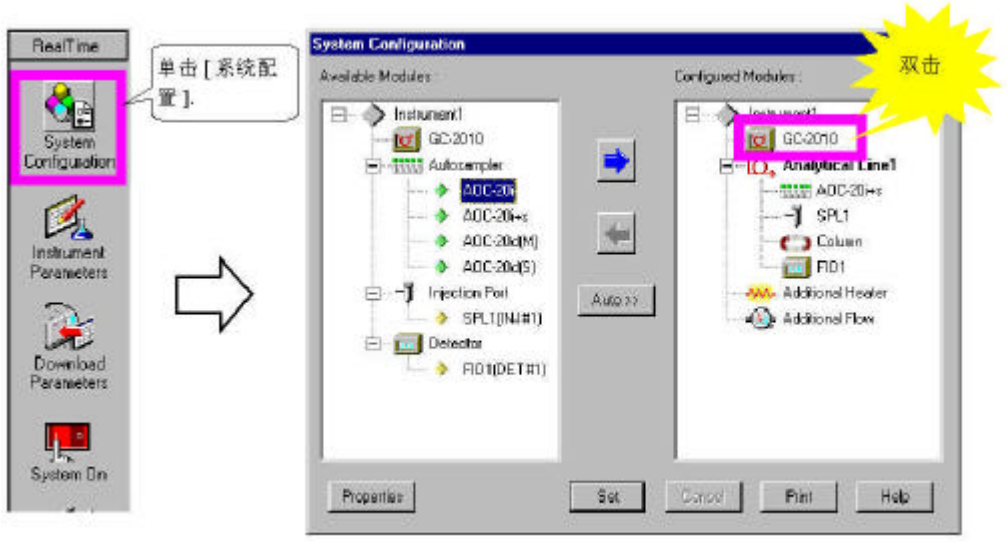
3.7.2 关闭 GC 电源退出 GCsolution

在关闭 GC 系统后，需要隔一段时间才能关闭气流（例如载气），以便系统充分降温。这段时间的长短取决于仪器参数和所使用的 GC 系统的关闭条件。

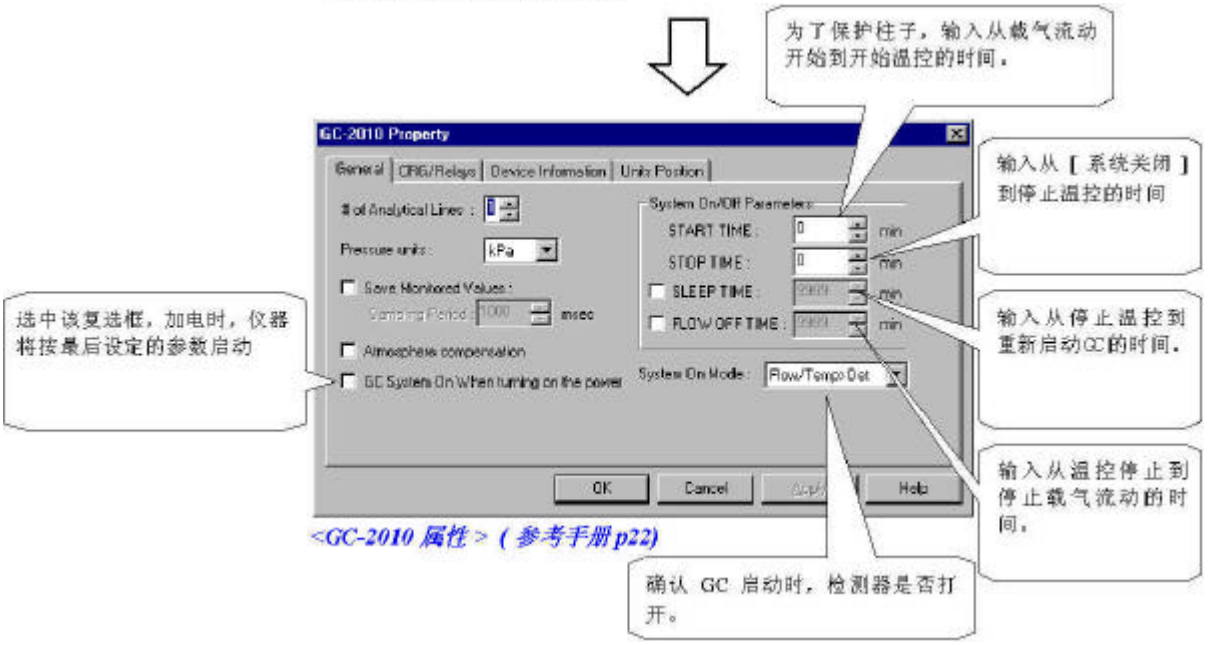
4．设置GC 开始/停止动作

4.1. 设置GC 开始/停止参数

在 GC 启动/关闭时，可设置开始/停止温度控制和载气控制的相关参数。



<系统配置>(参考手册p17)

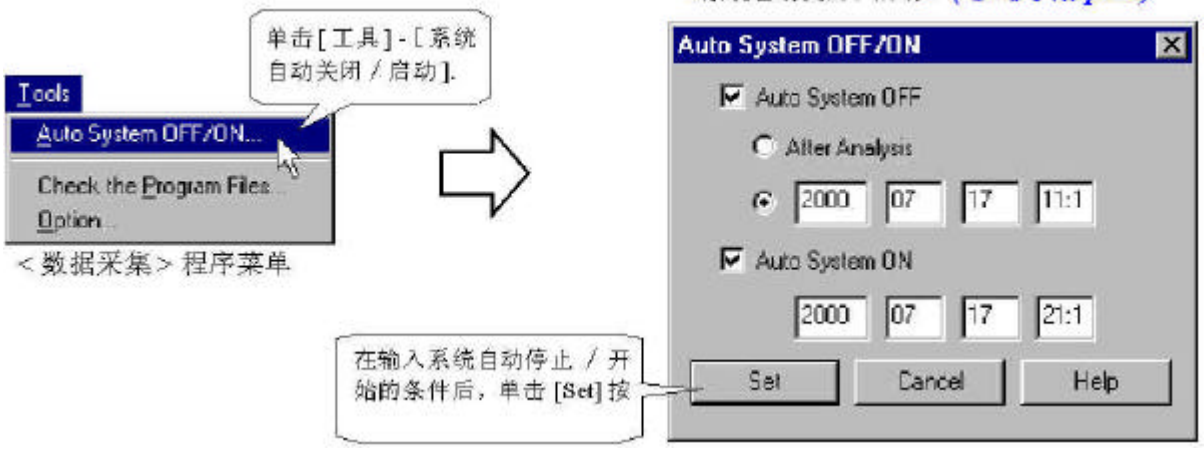


<GC-2010 属性>(参考手册p22)

4.2. 进行GC 自动启动/ 关闭

在分析完成后，GC 可以自动地关闭。GC 也可以在指定的日期自动地启动或关闭。

<系统自动关闭 / 启动> *(参考手册 p153)*

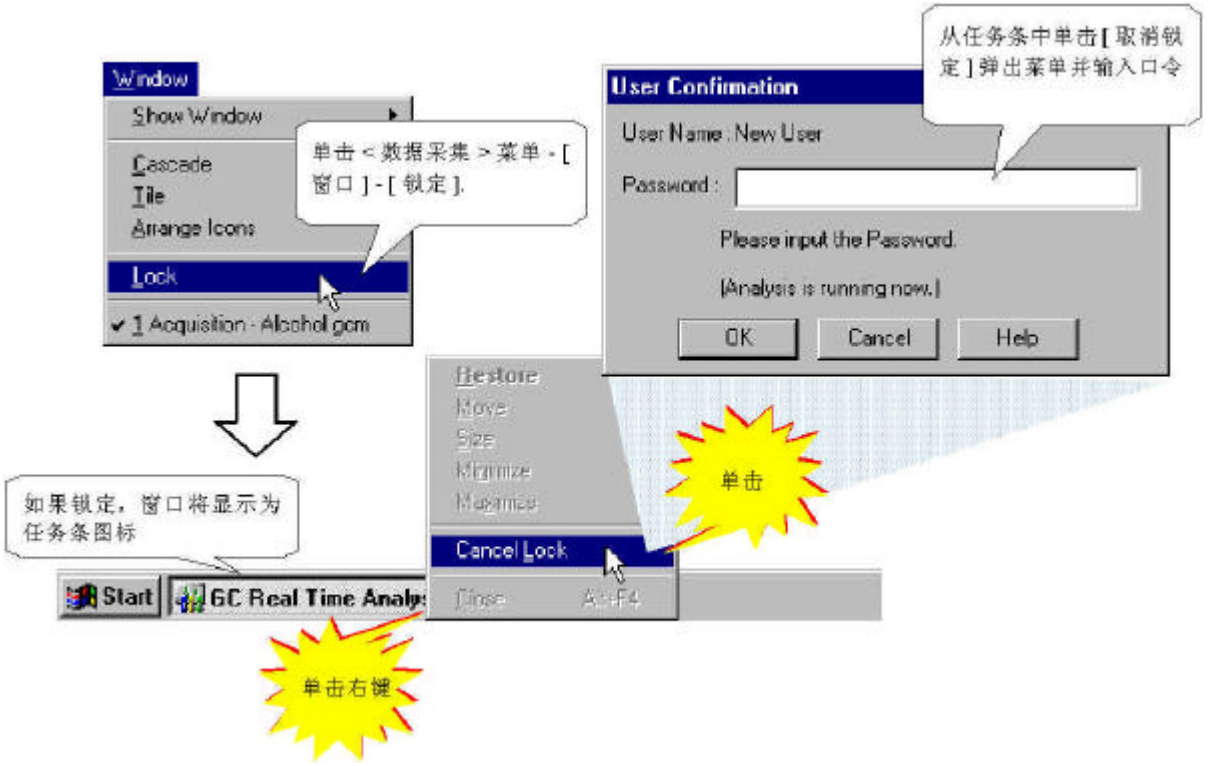


注：GC-14B 只能够自动启动，不支持自动关闭。

注：在批处理过程中进行 GC 自动关闭设置，将在屏幕上激活<数据采集>窗口。<数据采集>窗口中的程序菜单也将激活，因此可以用上述相同的方式进行设置。

注：如果设置的 GC 自动关闭日期早于分析停止日期，则分析时间优先。分析完毕时，GC 将立即自动地关闭。

注：当进行无人操作时，在进行 GC 自动停止/开始设置后，或当分析工作者临时离开工作站时，用<GC 实时分析>窗口中锁定功能，防止其他分析人员的误操作而产生意外，以及保护数据不被破坏。



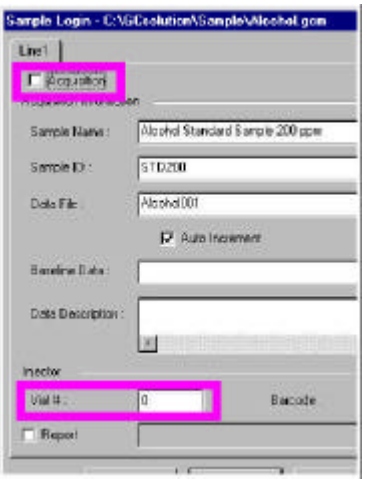
5．当基线不稳定时应采取的措施

在 GC 刚启动时，以前的分析样品有可能残留在进样口和色谱柱中，而导致基线不稳定或产生鬼峰。这种情况下，老化 GC(包括色谱柱)提高色谱柱的老化温度是非常有效的解决问题方法。该法也能除去由于不正确的样品注入等原因造成分析失败时残留在色谱柱中的样品。

在本例中，色谱柱温度直接改变。也可以使用 GC 启动方法，先设置好温度换名保存，然后，只需简单地从<数据管理器>窗口拖放 GC 启动方法到<数据采集>窗口，然后点击助手栏上的[下载参数]图标即可。

5.1. 老化色谱柱

在程序升温分析时(当使用色谱柱程序升温)需要老化色谱柱，其过程与分析过程相同，不注入样品使用相同的分析条件操作 GC。



❖ **不采集数据：**

从[采样]复选框中除去标记(见右图)，此状态下，操作与正常的单次分析相同但是不注入样品。

如果使用自动进样器，[瓶号]将自动地设置为 0(见右图)。

❖ **采集数据：**

要保存清洁过程的数据，操作与单次分析相同。

如果使用自动进样器，[瓶号]将自动地设置为 0(见右图)。同样 GC 操作而不注入任何样品。

当进行手动样品注入，首先点击在[单次分析]助手栏中的[开始]图标，然后按在 GC 上的[开始]键。

5.2. 进行空白分析

可以通过提高色谱柱温度，注入空白溶剂的方法，检查是否有鬼峰。

❖ **不采集数据：**

如果使用自动进样器，放置溶剂并输入放置瓶的位置（瓶号）和自动进样器上的分析次数，然后按自动进样器上的开始键。当自动进样器注入溶剂后 GC 将开始运行。

当进行手动进样时，随着溶剂注入按 GC 上的[开始]键。

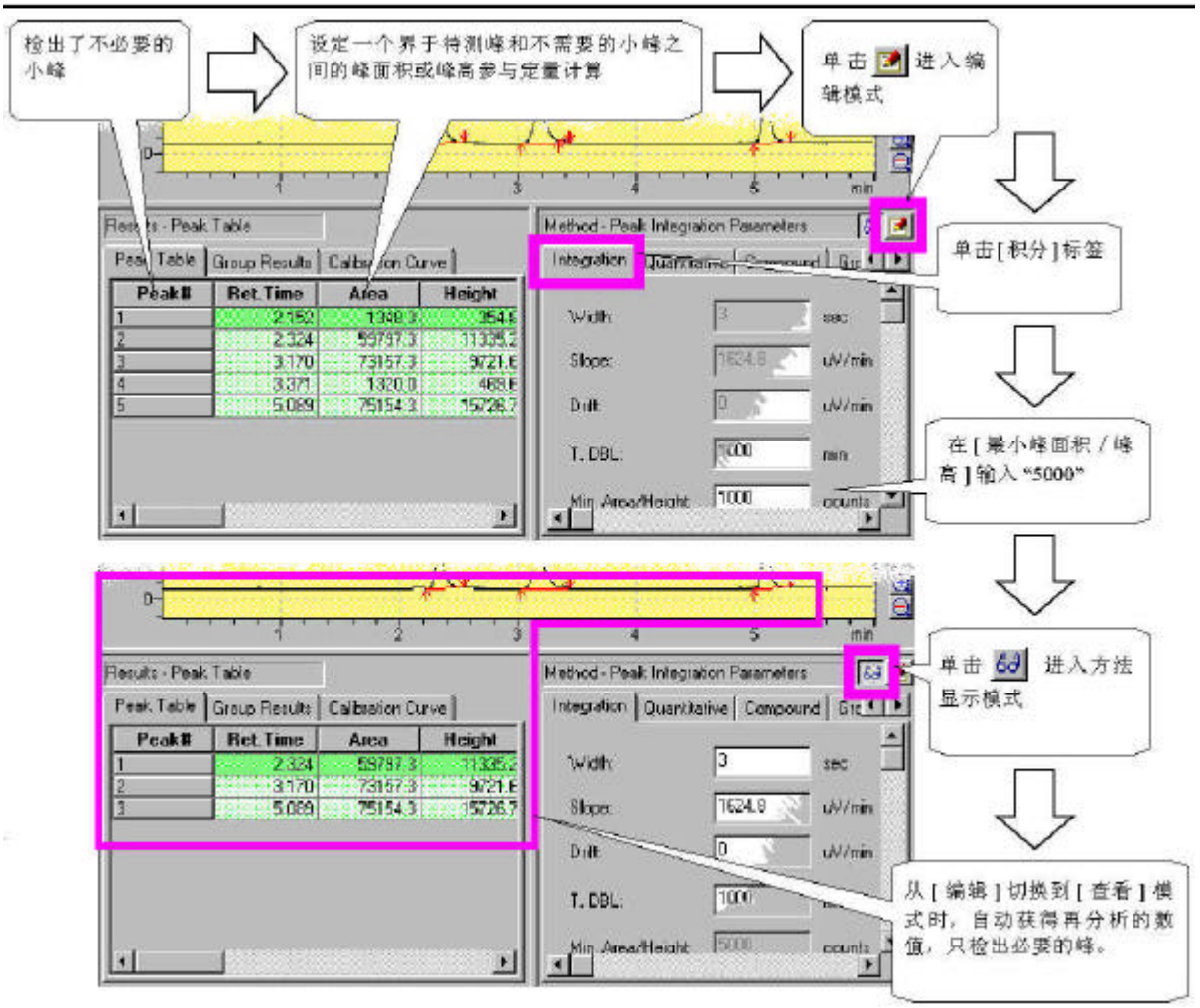
❖ **采集数据：**

与常规分析的步骤完全相同。

- 如果进样口脏了，可以提高进样口的温度并注入大量的溶剂、更换玻璃衬管和隔膜，以及采取其他适当的措老化施。
- 可以在<色谱>视区以及<结果>和<方法>视区的标签及样品信息区点击鼠标右键，产生相应的快捷菜单，其中包含各种可用项目。
- 每次<GC 再解析>-<数据分析>操作只能显示一个数据文件的数据。要同时处理另一个数据文件的数据，需再次进行<GC 再解析>-<数据分析>操作，打开第二个数据文件。
- <方法>视区在数据文件中显示的数据处理参数，不在独立的方法文件中。
- 数据]时间程序键位于<方法>视区-[积分]标签，不在<GC 再解析>-<校准曲线>和<GC 实时分析>-<数据采集>中。由于[仅数据]的时间程序键保存在数据文件而不是方法文件中，此键位于<数据分析>屏幕上的<方法>视区中。
- 当数据采集前已经设置了有关数据处理参数时，使用<GC 实时分析>-<数据采集>-[方法]-[数据处理参数]，在进行数据采集时连续完成峰检测、峰定性、定量计算以及建立校准曲线。

6．数据再解析

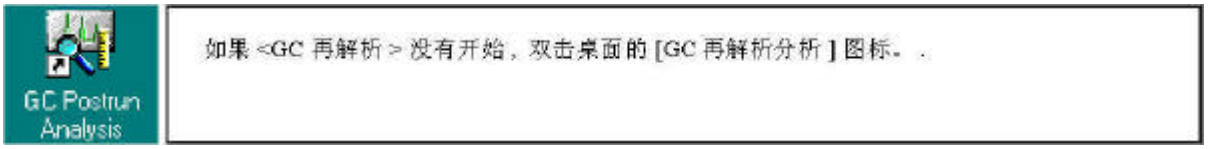
6.1. 改变峰积分参数并进行数据再解析



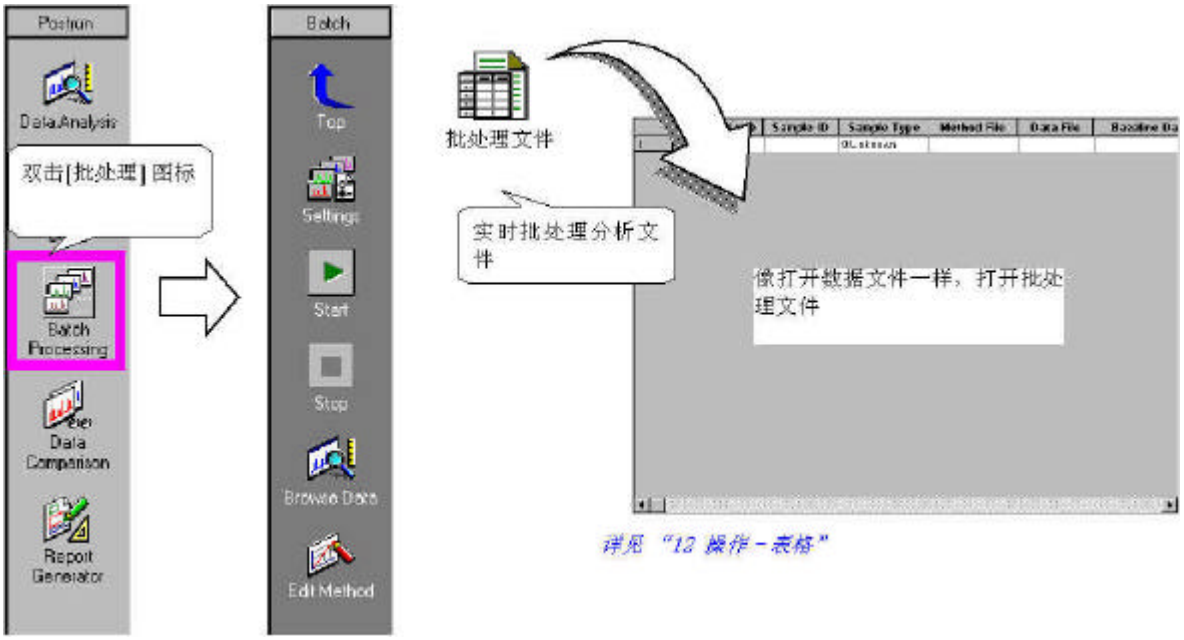
如果对峰积分的结果不满意，可以返回到[编辑]方式并重新输入峰积分参数，然后进行再解析。否则，再次打开相同的数据而不保存当前数据。如果再解析未在[编辑]方式中完成，输入的数据可以撤消，返回初始数据。(在<方法>视区点击鼠标右键，显示一个弹出的菜单，然后选择[取消编辑]。)

6.4 进行连续再解析

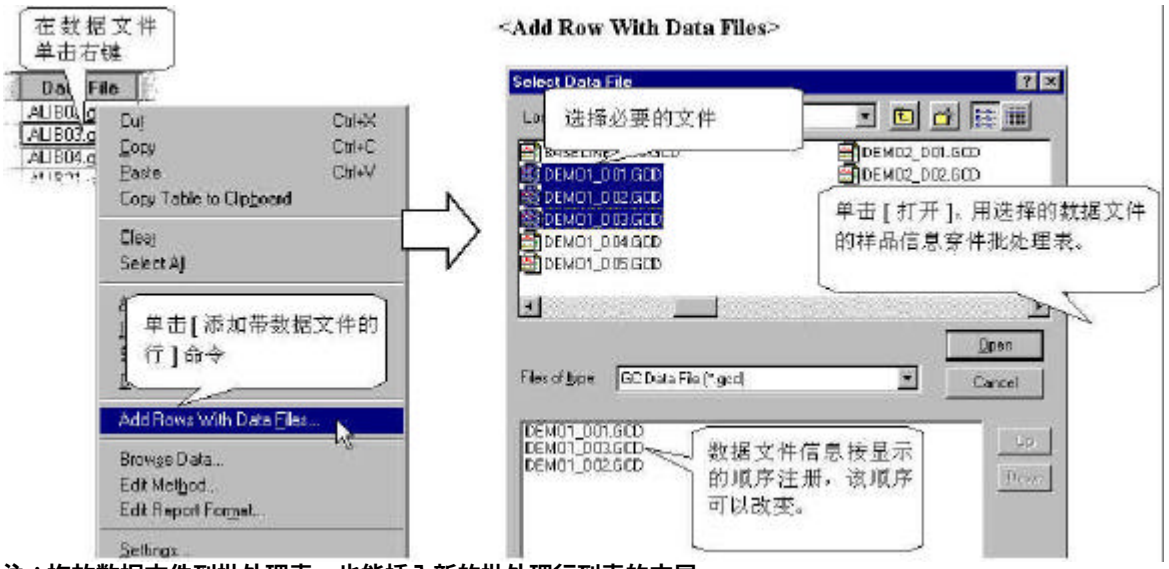
数据采集完毕，可选择多个数据文件进行连续再解析。



6.4.1 显示<批处理表>窗口打开批处理文件



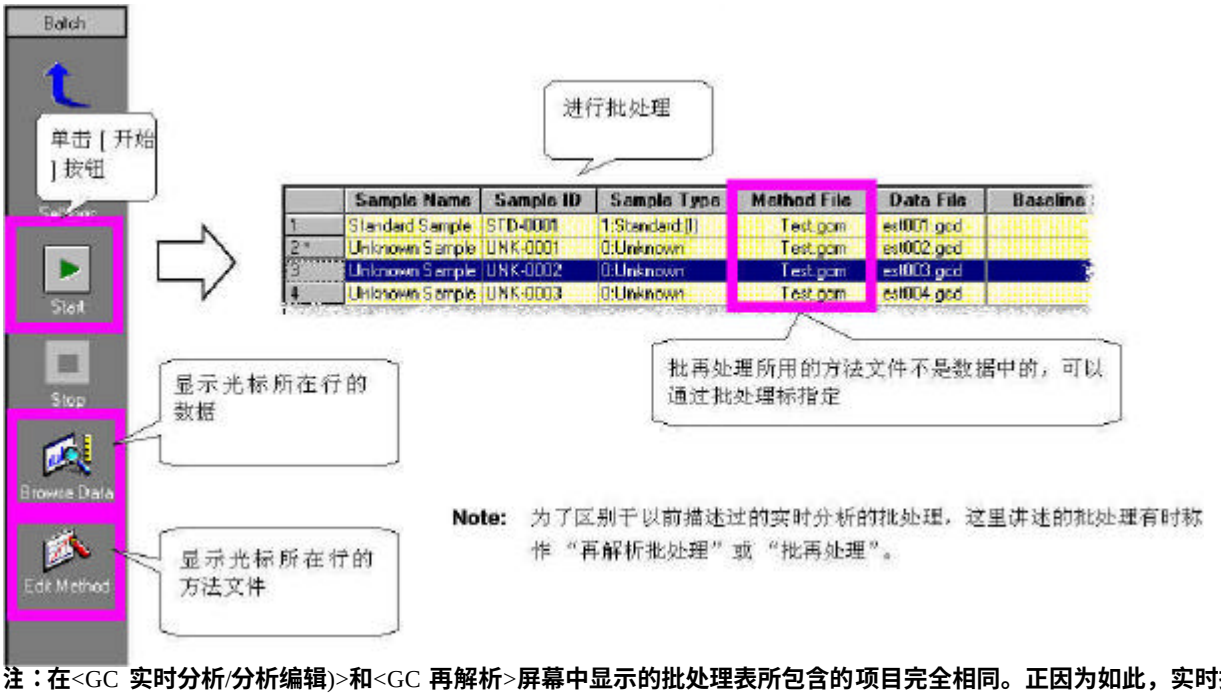
6.4.2 选择用于建立批处理表的数据文件



注：拖放数据文件到批处理表，也能插入新的批处理行到表的末尾。

注：如果当前的数据文件名与保存的数据文件名不同(即，文件被重命名)，当前数据文件名将输入到批处理表中。

6.4.3 进行批处理



注：在<GC 实时分析/分析编辑)>和<GC 再解析>屏幕中显示的批处理表所包含的项目完全相同。正因为如此，实时批处理的置同样可以用于再解析的批处理。然而，当分析批处理文件读作批再处理时，下列有关 GC 的项目将不显示。此外，当把批再处理文件用为分析批处理文件时，下列项目或是默认值或为空白。要将此文件转成为分析批处理文件，要在<GC 实时分析/分析编辑器>屏幕的<批处理表>窗口中编辑文件，编辑项目是：瓶号、进样体积、复式进样、系统检查及用户程序(数据采集前)。

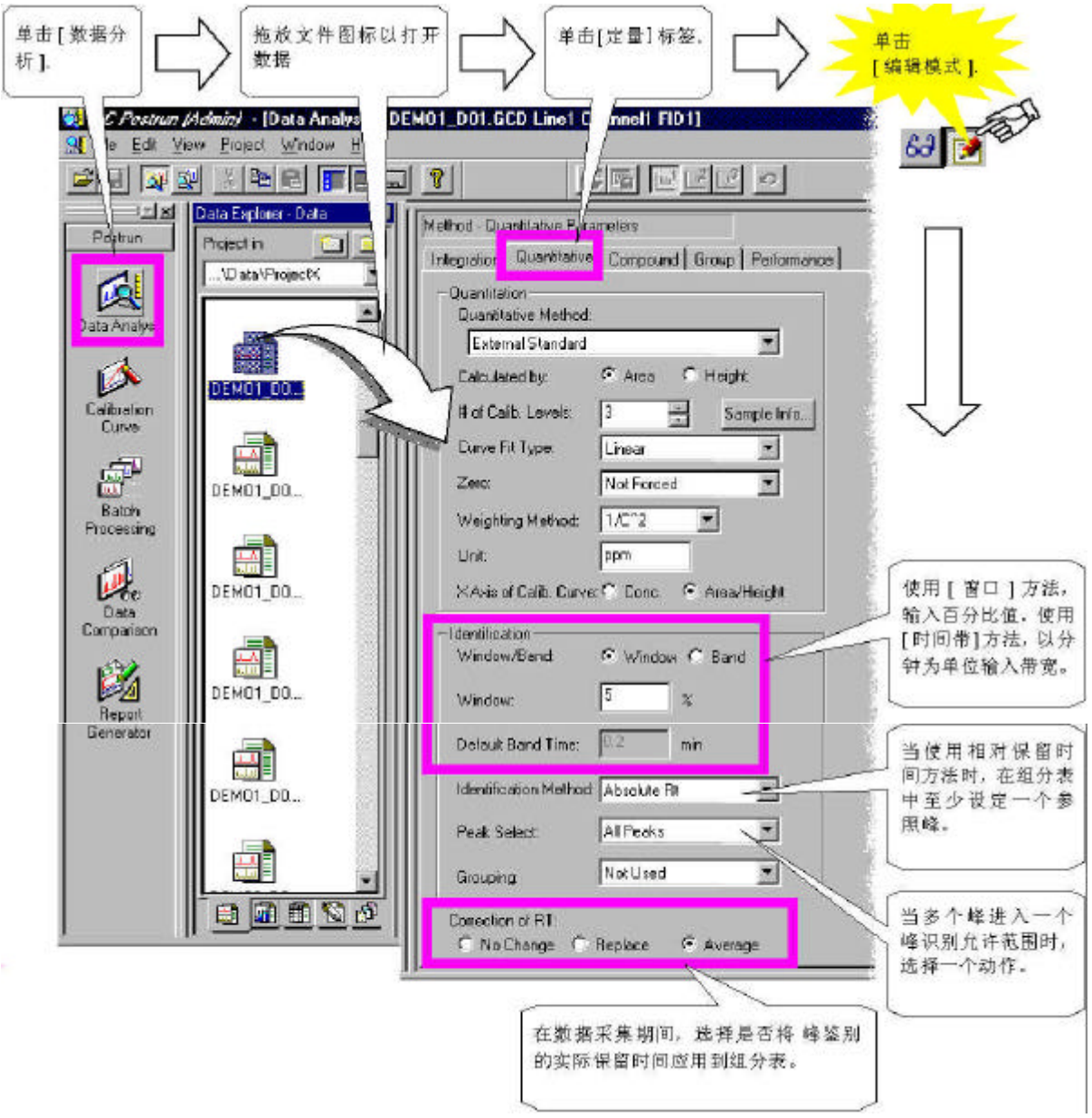
注：如果分析批处理文件中指定了[用...自动地建立文件名]的话，数据文件名自动地建立并输入到实时批处理表的各单元中。因为数据文件名是自动建立的，当使用分析批处理文件进行批再处理时，处理的是以前实时批处理采集到的数据。获得的数据在任何时候都可进行批再处理，使用模板功能，每次数据采集后以不同的名称保存分析批处理文件。因为当数据完成最后一次处理保存到数据文件中时，获得了批处理信息，所以可以通过<GC 再解析>-<数据分析>-[工具]-[将批处理以 ..存于数据文件中]，从数据文件中输出批处理表。

7．设置峰定性参数

峰定性是一种数据处理方法，其目的是从分析样品采集到的一系列峰中识别特殊组分的峰。通常峰定性和定量同时进行。

7.1 设置峰定性参数

当进行峰定性和定量时，首先键入各物质的类型、标准保留时间、浓度等到组分表中。当进行数据分析时，采集到的色谱峰值和组分表中的设定值进行比较，如果峰保留时间与标准值相匹配，该物质识别为目标物质。
本节中说明时间允差，当进行基于组分表设定值的峰定性时，考察一个峰的保留时间是否落在标准保留时间的允许范围之内。本节同时说明如何从绝对和相对保留时间中选择定性方法。



- 进行各组分的时间窗/时间带的方法设置，在组分表的[时间带]列中指定[时间窗]或[时间带]。

窗 / 时

- 使用相对保留时间方法，至少指定一种组分的[类型]为[参

比]。

- 如果键入一个改变校准曲线的设定值，保存于数据文件中准信息将自动地消去。方法改变，应该在<校准曲线>窗口新画校准曲线，然后使用<数据分析>-[文件]-[装载方法]输数据。

的 校

中 重

入 该

- 当进行内标物做参比峰定性时，无论[定性方法]如何设置，最大或峰高最高的峰将自动地识别为内标物。

面 积

7.2. 进行峰定性

在使用[编辑方式] 键编辑<方法>视区的参数后，点击[查看方式] 键输入[查看]方式。然后读入到<数据分析>窗口中的数据将自动地按<方法>视区的数据处理参数再解析。

数据处理结果可以在<结果>视区中的[峰表]中检查。

7.3. 色谱峰号

峰识别是通过保留时间和保留时间允差范围进行的。定量计算则需要响应因子。
定性及定量参数可以按组分名和色谱峰编号分组，色谱峰号不需要按出峰顺序输入 (保留时间顺序)；但按顺序设置更方便。

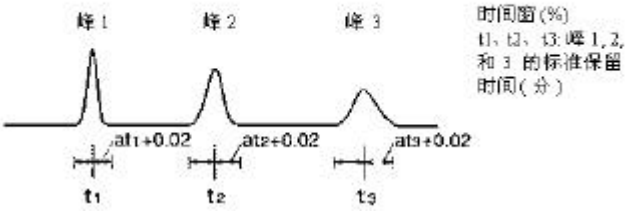
7.4. 时间窗/ 时间带

保留时间允差范围可以用时间窗法，按色谱峰保留时间的百分数统一设定 ；也可以用时间带法，分别设定每个色谱峰的允差范围。

- 时间窗法

采用时间窗法时，每个色谱峰的保留时间允许范围随保留时间延长而加宽，如下所示。 该方法简便(不必设定每个色谱峰参数)而且通常足够用，但是对于共馏组分会产生定性错误。
时间窗法最适用于等温 GC 和非梯度 LC 分析，色谱峰的允许范围对保留时间长的色谱峰适当加宽。

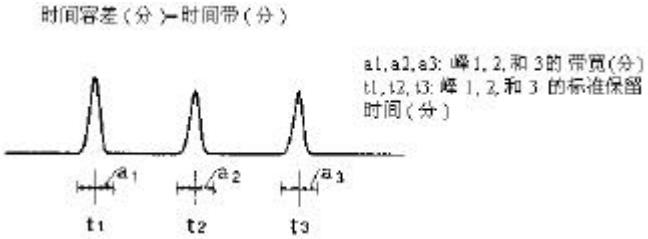
$$\text{时间允差(分)} = \pm\frac{\text{标准保留时间 (分)} \times \text{时间窗 (\%)}}{100} + 0.02\text{(分)}$$



时间窗法

- 时间带法

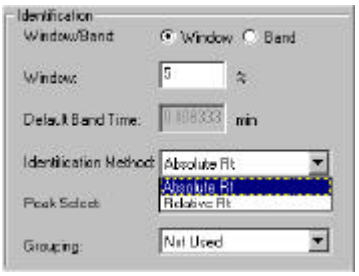
时间带法要分别设定每个色谱峰的保留时间允许范围，操作较烦琐。该方法最适于 GC 程序升温和 LC 梯度洗脱分析，这类分析的色谱峰宽度相对稳定。



时间带法

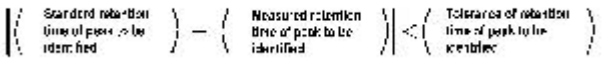
7.5. 定性方法

GCsolution **有下列两种定性方法：**



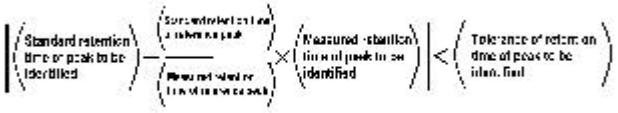
- **绝对保留时间**

绝对保留时间法是根据色谱峰保留时间允许误差范围 (时间窗或时间带)识别目的组分，是被广泛采用的方法。



- **相对保留时间**

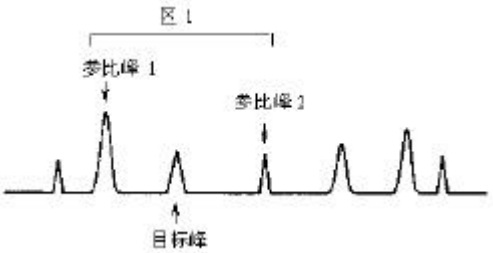
相对保留时间法是对由分析条件改变造成保留时间漂移的一种补偿方法，先用绝对保留时间法指定一个参考峰，然后其他的色谱峰根据参考峰的保留时间按下式进行识别。该方法适用于火焰离子化检测器 (FID) 或电子捕获检测器 (ECD) 的有机溶剂分析、毛细柱分析或保留指数的计算。



当色谱图有许多峰时，将色谱图分成几个区，用相对保留时间法给每个区指定一个参考峰，两个参考峰之间的目标峰的保留时间的计算方法如下所示：

$$\text{目标峰的校正保留时间} = \frac{t-t1}{t2-t1} \times (T2-T1)+T1$$

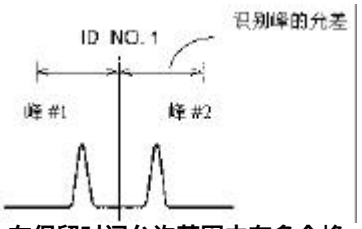
t	**：目标峰的测得保留时间**
t1	**：参考峰 1 的测得保留时间**
t2	**：参考峰 2 的测得保留时间**
T1	**：参考峰 1 的标准保留时间**
T2	**：参考峰 2 的标准保留时间**



相对保留时间法

7.6. 用相临峰定性

在保留时间允许范围内有多个峰时



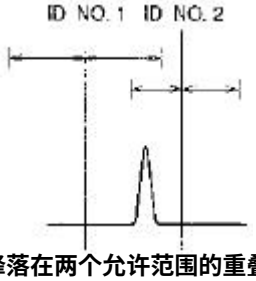
在保留时间允许范围内有多个峰

可以下列定性方法中进行选择：

所有色谱峰	在保留时间允许范围内有多个峰时 ，所有峰都通过时间窗或时间带法进行识别 。
最近的色谱峰	在保留时间允许范围内有多个峰时 ，识别为保留时间最接近的峰，以时间窗或时间带法进行识别。
最大的色谱峰	在保留时间允许范围内有多个峰时 ，识别峰面积或峰高最大的色谱峰，以时间窗或时间带法进行识别。

一个目的峰落在两个标准峰的允许误差范围内

如果两个色谱峰的时间允许范围重迭，并且有色谱峰恰巧落在这个范围中，用时间窗或时间带法进行定性，操作步骤有所不同。



色谱峰落在两个允许范围的重叠区域

- **时间窗法**

时间窗法，最接近设定保留时间的色谱峰作参考峰，图 7-18**，色谱峰在色谱峰** 1 **和色谱峰** 2 **的允许范围中，由于色谱峰保留时间更靠近色谱峰** 2**，所以定性为色谱峰** 2 **的组分。**

- **时间带法**

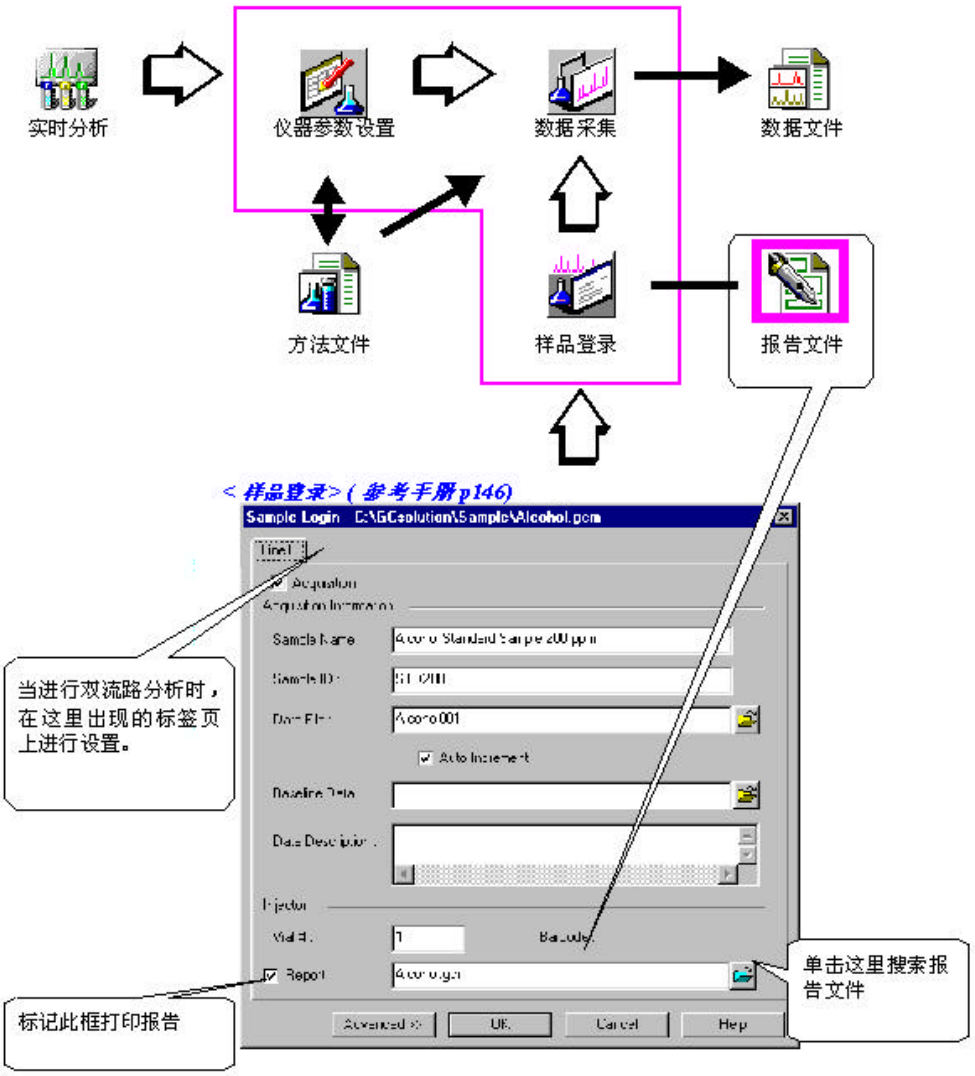
时间带法，低的色谱峰号用于峰识别。
图 7-18**，色谱峰在峰** 1 **和峰** 2 **的时间带中间，被识别为峰** 1 **的组分。**
该优先功能在分组计算时很有效。

8．报告文件的用法

使用<报告生成器>，除了读入和打印数据文件以外，建立的报告文件还可用于以后的数据处理和操作。

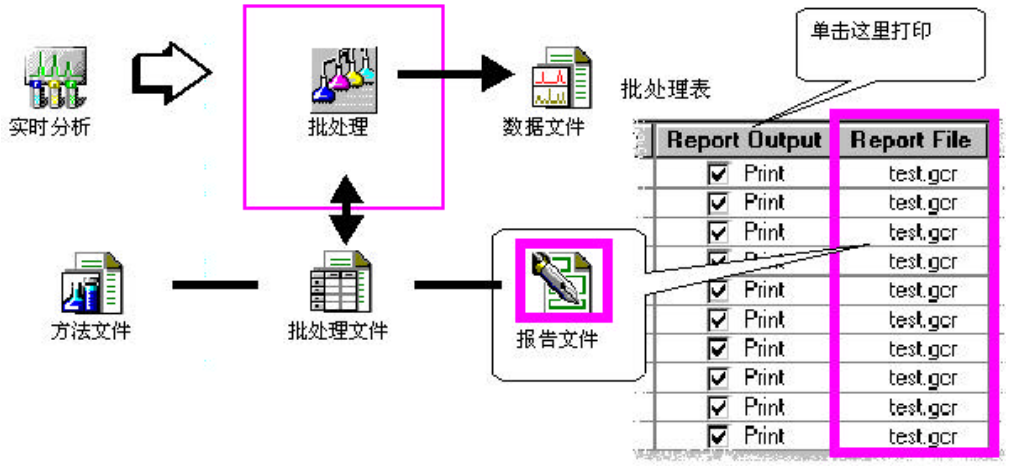
8.1. 在数据采集时

在数据采集后经过数据处理再输出报告

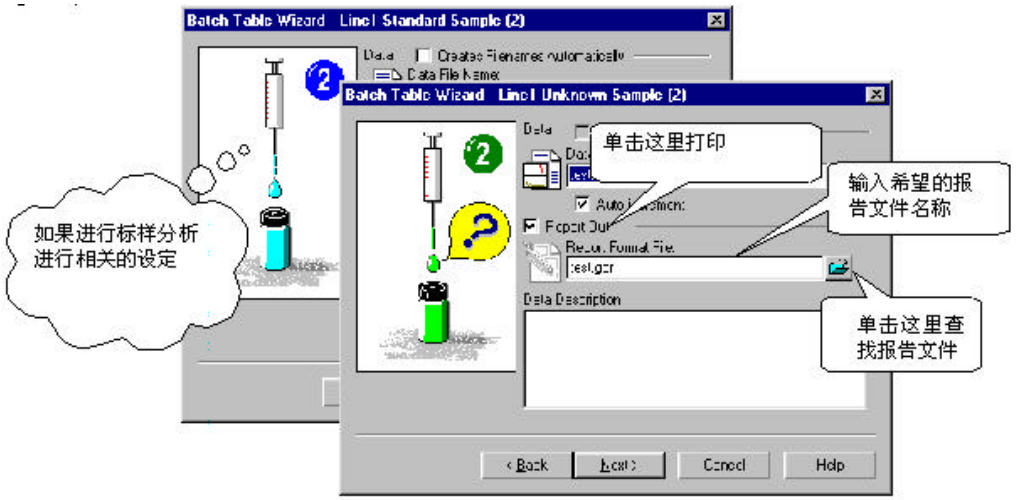


8.2. 在实时批处理时

在批处理分析过程中，每运行完一行，即进行报告输出。

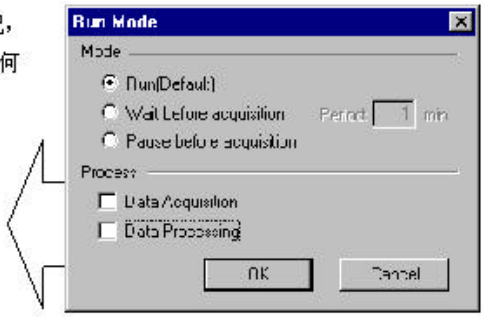


在<批处理表 Wizard>窗口中的设置



输出所有的报告：

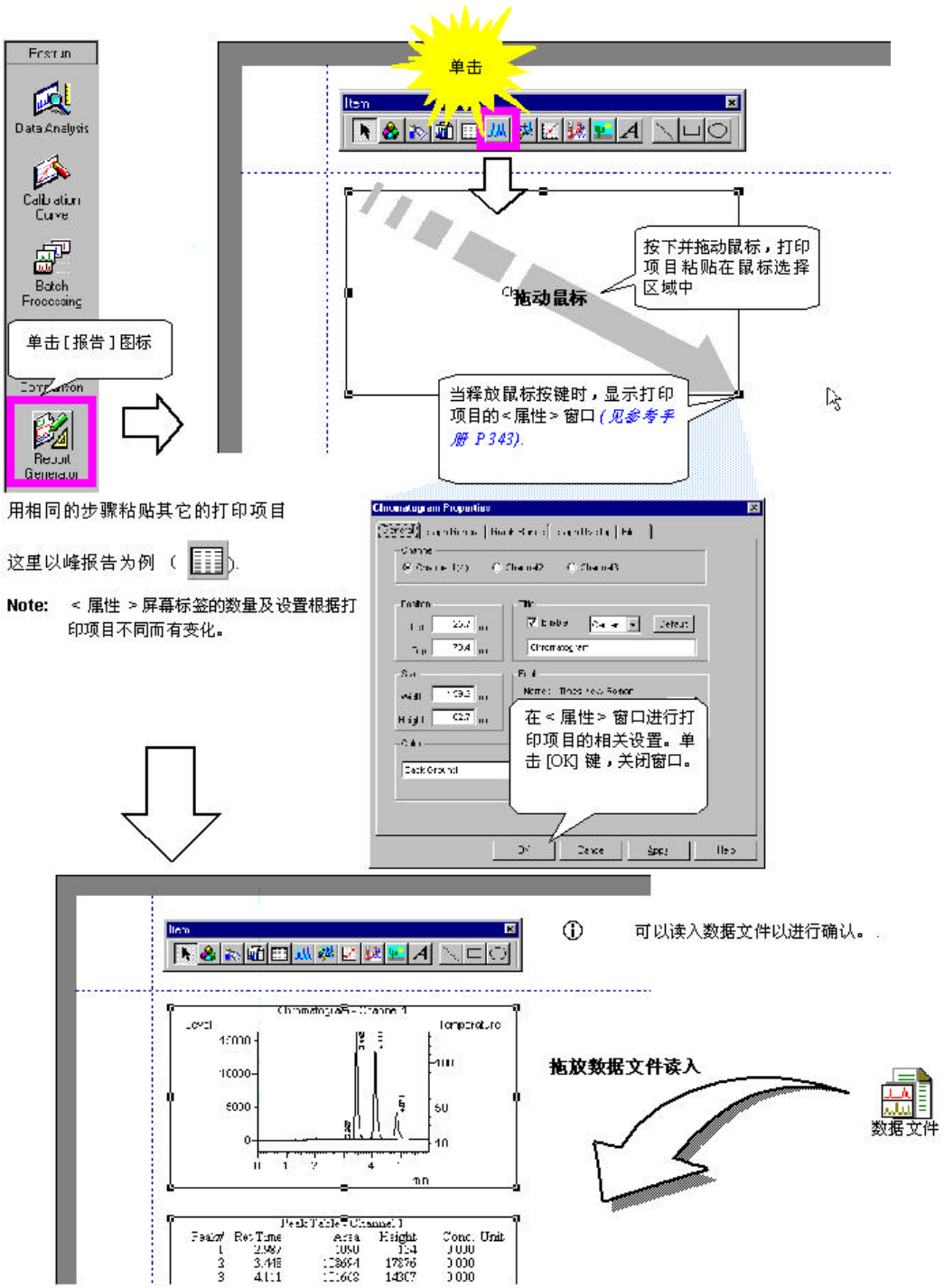
取消 < 运行模式 > 窗口中所有的 [处理] 项目的复选标记，在运行批处理时，如果选择了输出报告的话，即使不作任何其它处理，也可以一次打印出所有的报告。



< 运行模式 > (参考手册p290)

8.3 报告布局举例

通过粘贴打印项目(色谱：)，建立新报告文件。

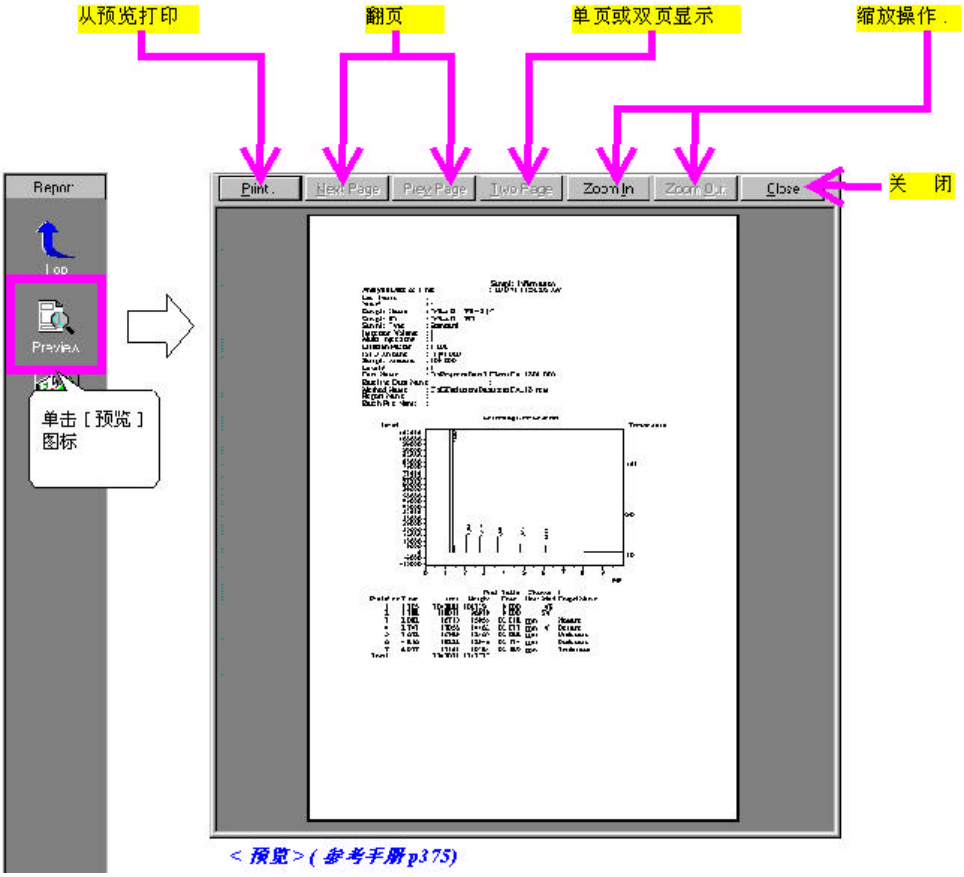


用相同的步骤粘贴其它的打印项目

这里以峰报告为例 （ ）.

Note: <属性>屏幕标签的数量及设置根据打印项目不同而有变化。

ⓘ 可以读入数据文件以进行确认。



< 预览 > (参考手册 p375)

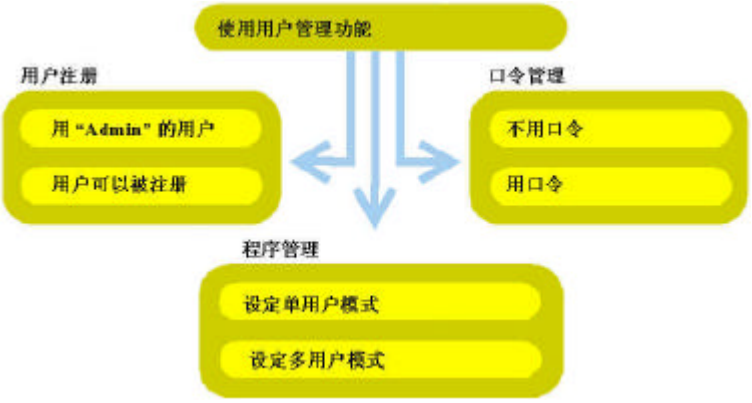
8.4. 打印信息的类型

打印项目	数据
系统配置	系统配置数据
样品信息	样品信息设置数据(各分析流路)
方法	方法文件数据(各分析流路)
峰表	峰表数据(各通道)
色谱	色谱(各通道)
组结果表	分组结果表数据(各通道)
校准曲线	校准信息包括校准曲线图象 (各通道)
状态信息	数据状态信息
图象	图象文件，例如位图
文本	输入的文本
图形	直线/方形/椭圆

9. 用户管理

9.1. 用户管理的应用

当进行用户管理时，需要选择下列的管理级别：



❖ 进行用户登录

使用用户登录功能，可指定各用户允许使用的 GC 单元和功能。

◆ 使用"Admin"用户。

安装本软件时登录了姓名为"Admin"的用户拥有完全的权限。

如果不使用用户管理功能，当软件安装时，任何人可使用"Admin"作为用户名(不用口令和[简易登录]方式)。使用这样的设置，在程序启动时只需简单地点击[登录]窗口中的[OK]即可，所有用户都将有完全的使用权限。

◆ 可注册用户

如果需要用户登录功能，各用户允许使用的 GC 单元和功能受到限制(可指定使用的权限)。此外，也可以赋予所有注册的用户与系统管理者一样具有完全的权限。

注：在这种情况下，用户名可记录在履历信息中而不设置口令。利用此特性与只使用"Admin"比较，也能改善系统可靠性。

❖ 进行口令管理

口令用于限制特殊用户使用软件。

不使用口令。

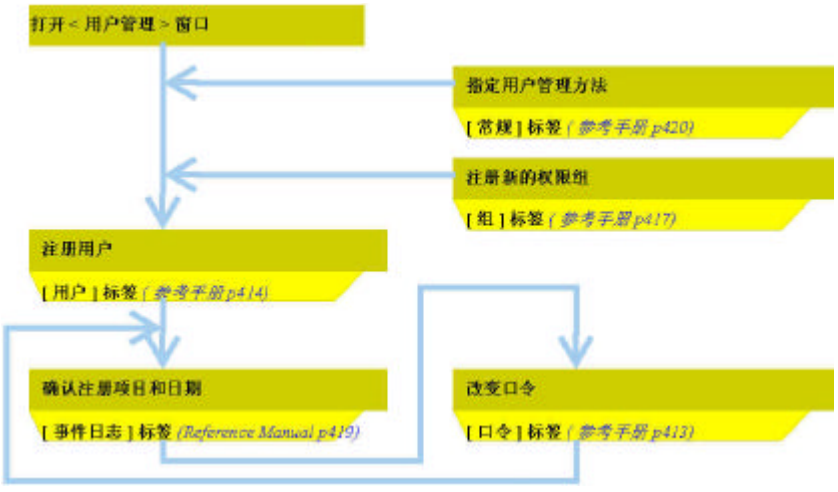
只需在<登录>窗口输入正确的用户名，[口令]空白，即可启动程序。

使用口令。

如果在<登录>窗口的[口令]框中，输入的口令与注册的不同，程序将不启动。

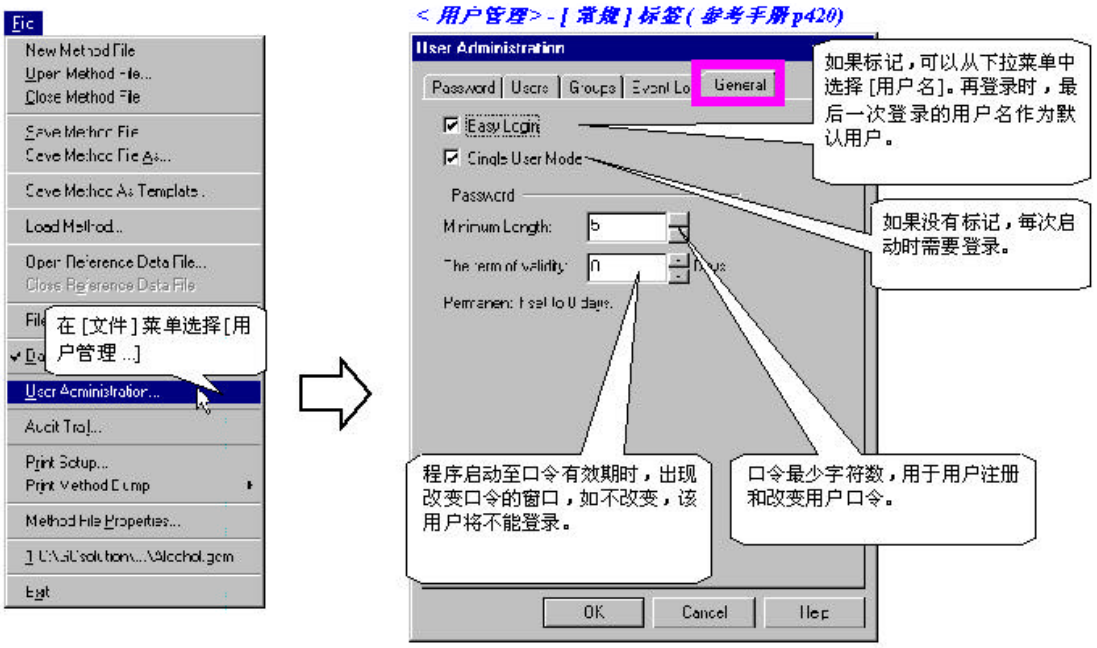
9.2. 用户管理流程

用户管理流程如下图所示：



9.3 登录和设置口令

在本软件中使用用户管理功能时，要设置登录方法和口令限制。



< 登录> (参考手册p411)

除 [简单登录] 以外的方式

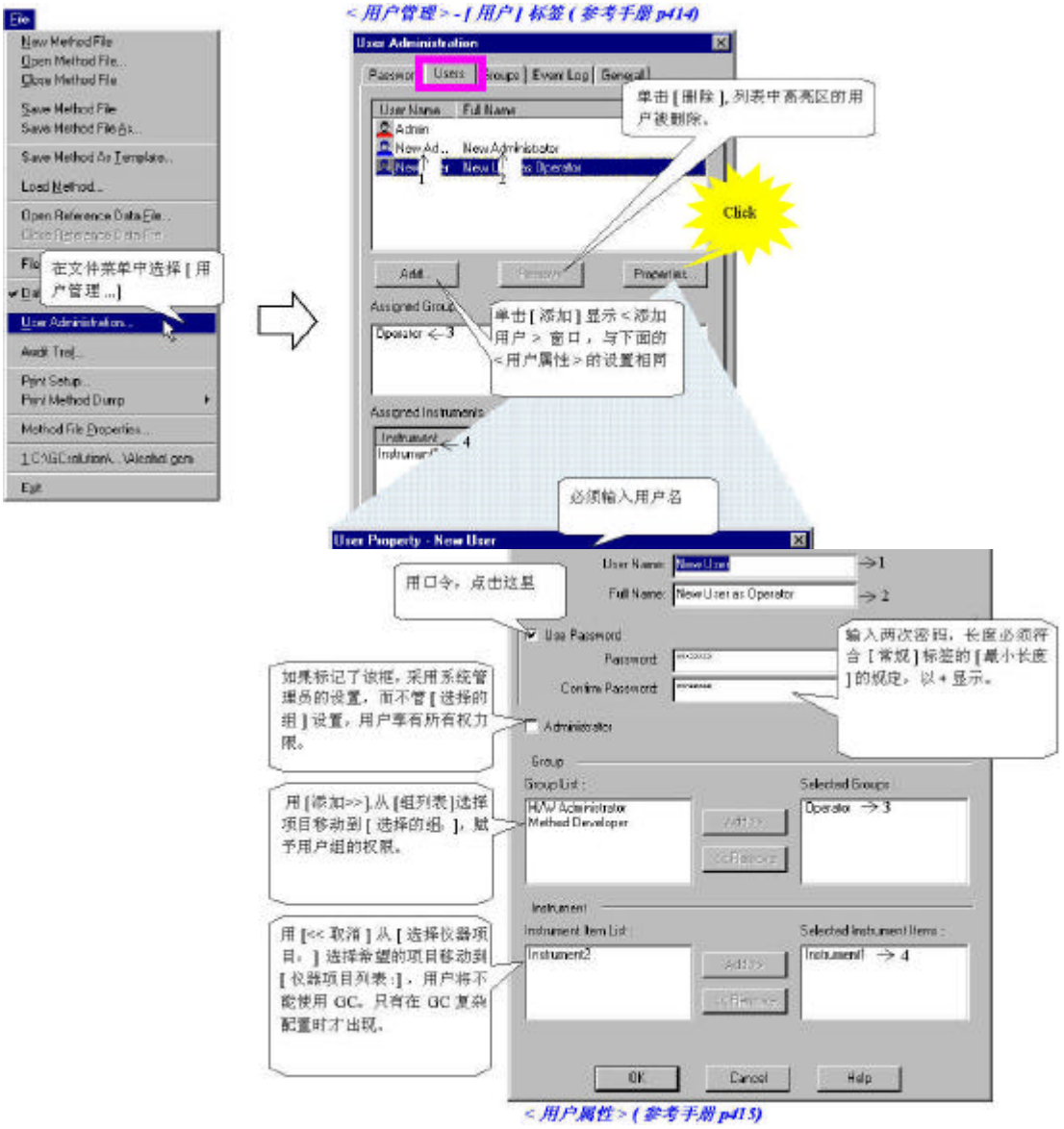
[简单登录] 方式

注：用具有用户管理权限的用户名登录

注：在多用户方式中，如果调出<用户管理>窗口时已经打开多个程序窗口，[单用户]复选框将无效且方式不能改变。需改方式时，先关闭到只留下一个程序窗口，然后再调出<用户管理>窗口。

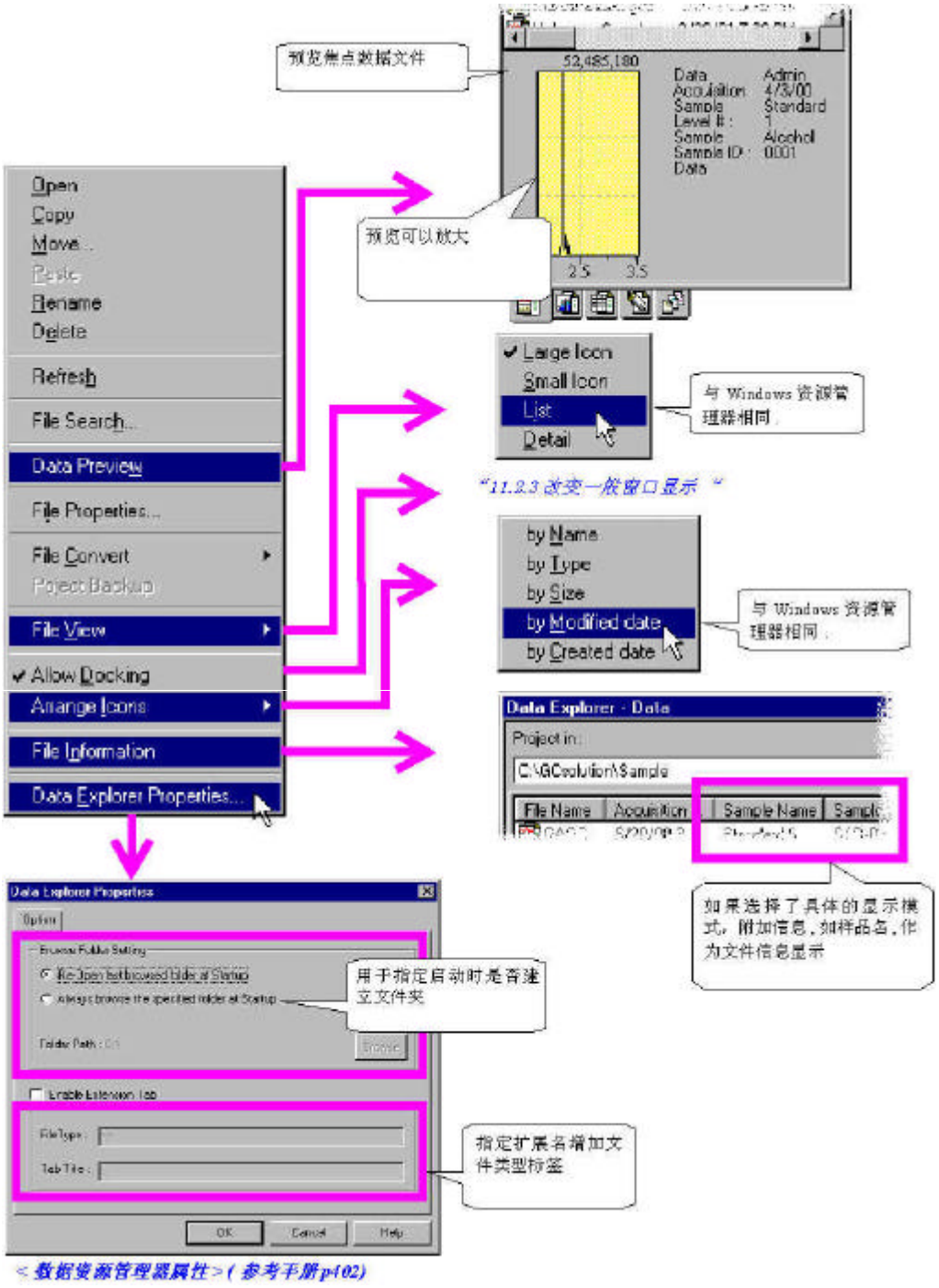
9.4 登录(改变/ 删除) 用户

登录用户不仅能限制使用本软件的人员，而且能了解各用户的程序使用条件。



注：用具有用户管理权限的用户名登录

注：如果企图再次在<新用户>窗口中登录一个已经删除的用户名，将出现一个对话框，询问是否返回原有的用户或该用户名作为新用户登录。

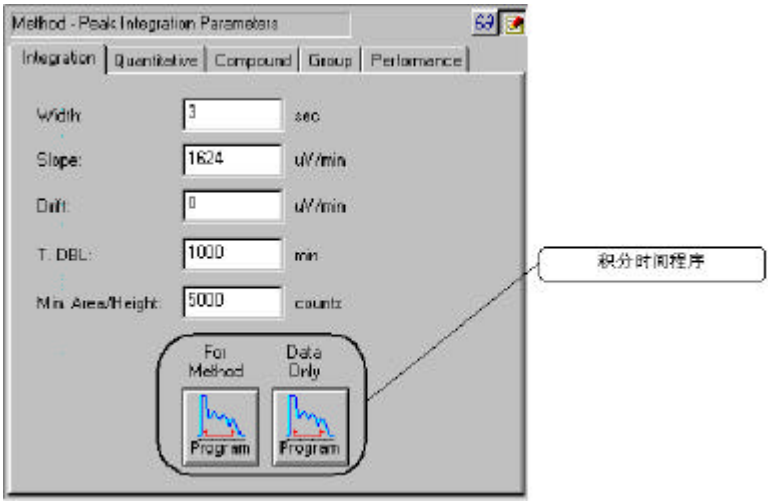


< 数据资源管理器属性 > (参考手册 p102)

10． 峰积分参数综述

10.1.峰积分参数和峰积分

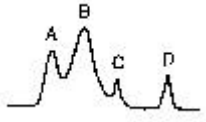
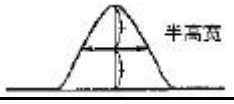
峰积分（如峰检测）分离不完全峰的分割以及峰面积的测量等，都需要根据设置在 GCsolution 软件中的 峰积 分参数进行。
本节说明峰积分参数以及使用这些参数的各种类型峰的积分。

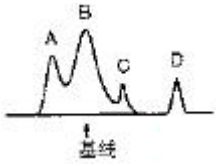
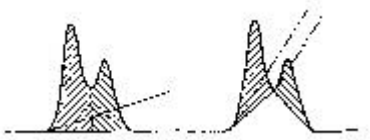
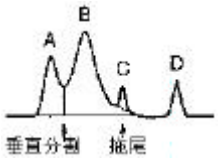
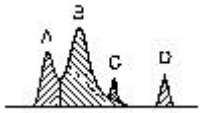


10.2.峰积分参数

下表显示峰积分参数的峰积分规则，< >中的数值为缺省值。[ ] 中的数值为程序允许范围。
大多数色谱图可以用缺省值进行正确的处理，如果积分不正确，需要对参数进行修改

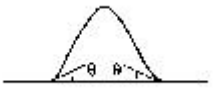
峰积分参数和峰积分规则

峰积分规则	参数	功能 < >： 缺省值 [ ]： 范围	备注
峰检测 	斜率	峰检测灵敏度 <1000> (单位： V/min.) [0 到 4.5 x10^{11}]	峰检测灵敏度。 通过斜率测试自动设定
	宽度	最小峰宽 <3> (单位： 秒) [0.04 到 200]	设定为最尖锐峰的半高宽。 

基线处理  	漂移	基线漂移程度 <0> = 自动 (单位: V/min.) [-10^7到 10^7]	评价色谱峰基线漂移的水平  设定为 0 时，自动判断。 可以设定负值。
分离不完全的色谱峰的分割  峰面积测定  	无	自动	色谱峰可以做垂线分割处理或自动做拖尾处理。
最小峰面积（峰高）	最小峰面积（峰高）	检出的最小峰面积或峰高 <1000> (单位： V.sec) [0 到 10^7]	比设定数值小的色谱峰不被检出。是采用峰面积还是峰高取决于[以...计算]中的设定值。
其他	T.DBL	参数改变时间 <1000> (单位： 分钟) [0 到 1000]	设定变参时间，即斜率降到原来的 1/2（峰检测灵敏度提高一倍），峰宽加倍的时间。 设定为 0 时，自动判断。

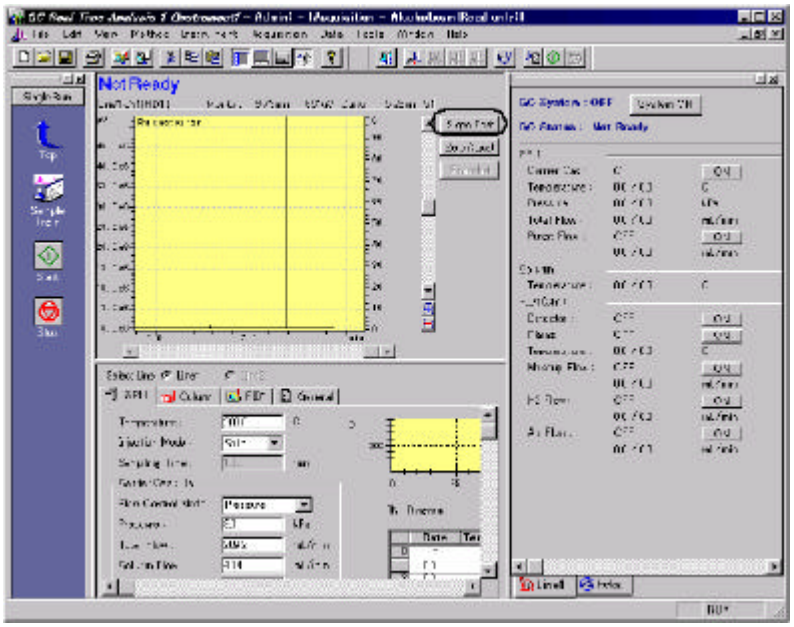
10.2.1 斜率

如表格 7-2 中所示，色谱峰的斜率(切线斜率) 用于检测色谱峰的起点，当色谱峰的斜率大于设定值时，该峰被检测；色谱峰的斜率低于设定值时作为峰的终点。
如果色谱峰检测开始，为获得精确的峰面积，色谱峰的起点和终点相应地移动一个半峰宽。
色谱峰的斜率设置参数称为峰检测灵敏度 (斜率)，斜率值单位是 uV/min，斜率增加时，峰检测灵敏度降低；斜率值降低时，峰检测灵敏度提高，可以检测扩展的色谱峰（扁宽峰）。



峰检测和斜率

斜率值(峰检测灵敏度)可以通过测定基线噪声和漂移自动获得，该处理称为斜率测试。
斜率值也可以输入一个任意数值。

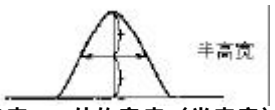


注：通过斜率测试获得斜率值，斜率测试时要注意下列问题：

- **程序升温分析过程中有较大的基线漂移，请不要采用斜率测试获得的数值，要手动设定较大的斜率值（一个大于基线漂移的数值），以免基线作为色谱峰被检出。**
- **如果小色谱峰不能检出时，将斜率设定为斜率测试获得数值约 1/2。**
- **要将蛇行基线上的色谱峰分别计算时，将斜率值设定为斜率测试获得值的 2 倍。**

10.2.2 半峰宽

半峰宽参数对所有峰积分参数都有影响。 GCsolution 用半峰宽参数检测色谱峰，使色谱峰在最适条件下进行峰积分。该参数值设定为色谱图中最窄峰的峰高一半时的宽度（或略低），单位为秒。（色谱峰窄于设定的半峰宽的 1/4 时，不能被检测。）

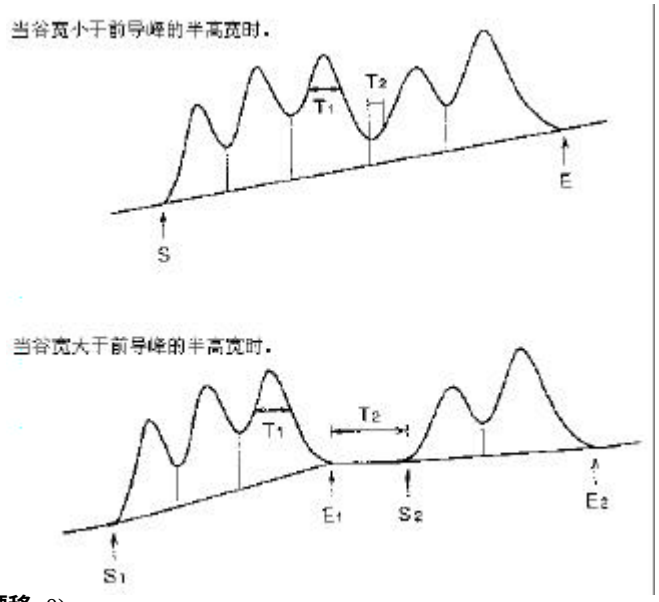


峰高 1/2 处的宽度（半高宽）

注：该参数可以去掉不需要的色谱峰。
噪声宽度通常小于色谱峰，正确设定半峰宽，可以使不需要的窄峰或噪声不积分。

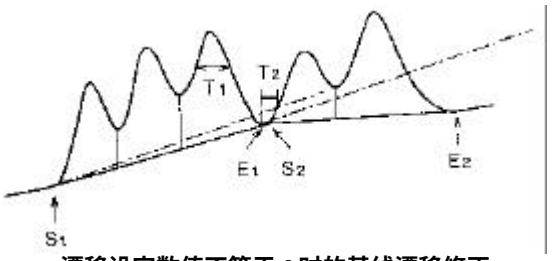
10.2.3 漂移

自动处理模式修正基线漂移(漂移=0)
漂移设定为 0 **时，基线自动修正。 当谷宽度** (T2) **小于前面色谱峰的半高宽**(T1)**时，如下图所示，色谱峰作为重迭峰，峰面积以垂直分割的方式计算。如果峰谷宽度** (T2)**大于前面色谱峰的半高宽**(T1)**时，做基线处理。**



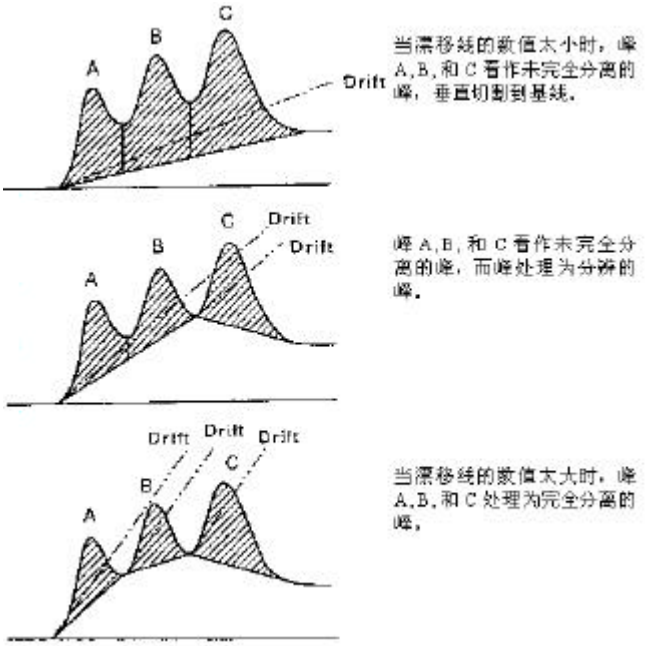
自动处理模式修正基线漂移(漂移=0)

手动修正基线漂移
设定漂移值≠0**，进行手动修正基线。**
谷宽度 (T2)**小的，做基线处理。**



漂移设定数值不等于 0 **时的基线漂移修正**

设置一个不等于零的漂移值，不进行自动基线修正模式。如下图所示，从峰起点(S)**划的斜线（虚线）是由漂移值确定的。如果色谱峰终点**(E)**的位置低于漂移的斜线，基线修正(实线)。**
注：同一张色谱图，根据漂移值基线处理会有所不同，如下图所示：



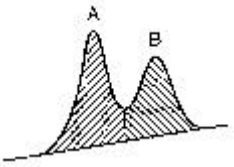
注：漂移值不为 0 时，应该大于分析过程中的基线漂移，如果数值太小，色谱峰的终点都高于漂移线，结果所有色谱峰都按照没有分离的色谱峰进行处理。

10.2.4 未分离峰的积分

两个或两个以上的色谱峰没有完全分离开时，基线通过漂移值进行修正。
这种情况时，首先要判断是进行垂线分割还是做拖尾峰上的小色谱峰处理。
GCsolution **自动判断未完全分离的色谱峰的处理方式。**

- **垂直分割**

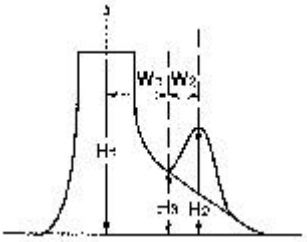
通常，没有分离开的色谱峰做垂直分割。



垂直分割

- **拖尾**

有时侯色谱峰是大色谱峰拖尾上的峰，GCsolution **通过两个色谱峰高度的比值**(H1/H2) **和谷高度比** (H3/H2)**，分离度**(W1/W2) **进行判断，如果条件确定，进行拖尾峰和尾上峰处理。**

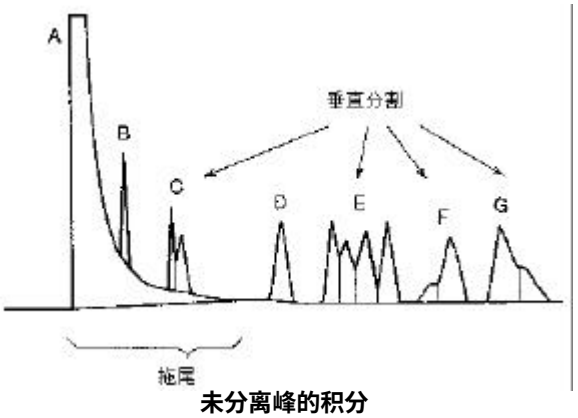


拖尾条件

- **未分离峰的积分实例**

图 7-7 **显示没有分离开的色谱峰的自动处理 ，色谱峰** A **作为拖尾峰处理，而色谱峰** B、C、D **作为色谱峰** A **的尾上峰处理。**

尾上的没有分离开的色谱峰，如色谱峰 C，做垂线分割。
同样，没有分离开的色谱峰 E、 F、 G 也做垂线分割。

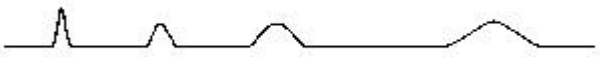


未分离峰的积分

10.2.5 T.DBL

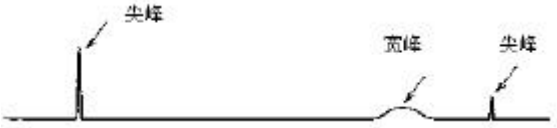
用 T.DBL 自动改变半峰宽和斜率 (T.DBL=0)

T.DBL 设定为 0 时，斜率和半峰宽自动改变。 GC 等温分析时，半峰宽随保留时间延长而变宽，由于先馏出的色谱峰尖锐，峰检测不要求高灵敏度 (斜率)； 后馏出的色谱峰较宽，峰检测灵敏度自动地适当增加(通过降低斜率值)。同样，半峰宽值开始时较低，随保留时间延长自动增加。



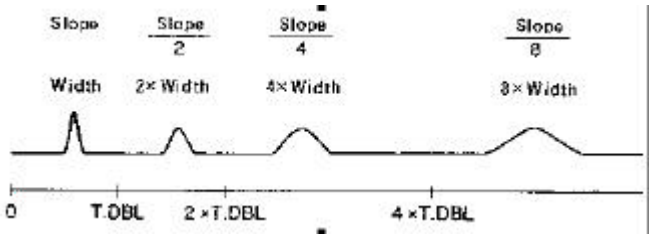
T.DBL=0 时，斜率和半峰宽通过自动判断而改变

自动 T.DBL (设定 到 0) 不适于峰宽不随时间延长而加宽的分析，如 GC 的程序升温分析和 LC 梯度分析。也不适于尖锐峰后长时间无峰，再出现宽峰的情况，如下图所示，或者宽色谱峰后又变成窄峰，这时要设定一个不等于零的 T.DBL 值。



不适用自动 T.DBL 设置的色谱图

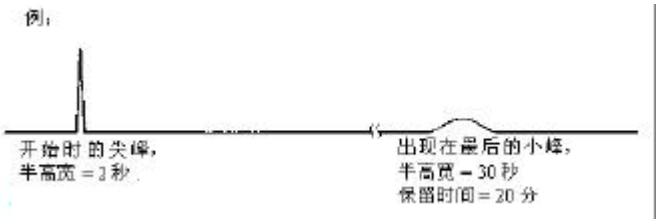
按指定的 T.DBL 时间自动改变半峰宽和斜率
参数改变时间 T.DBL (单位： 分钟)设定一个数值，在该时间，斜率参数减低一半 (峰检测灵敏度提高一倍)，同时半峰宽(最小半高宽)参数加倍，如下图所示。



用 T.DBL 改变斜率和半峰宽

注：每次分析可以最多可以改变 15 次半峰宽，包括用 T.DBL 和时间程序改变半峰宽。关于积分时间程序，参考 15.1.7 通过时间程序进行峰积分。

T.DBL **数值设定为色谱峰宽度增加一倍的时间，如果不能从色谱图上得到，可以按下列方法计算。**



1. **设定最窄峰的半高宽为半峰宽。(常规设置) 假设为** 2 **秒。**
2. **测一个较晚的小色谱峰保留时间和半高宽。 (假如保留时间是** 20 **分钟，半高宽是** 30 **秒)**
3. **由于** 20 **分钟峰宽展宽了** 15 **倍，峰展宽一倍需要的时间按下式计算获得：**

$$\text{峰展宽 1 倍的时间} = \frac{20}{15\text{倍}} \times 2 \approx 2.7\text{分}$$

通用公式

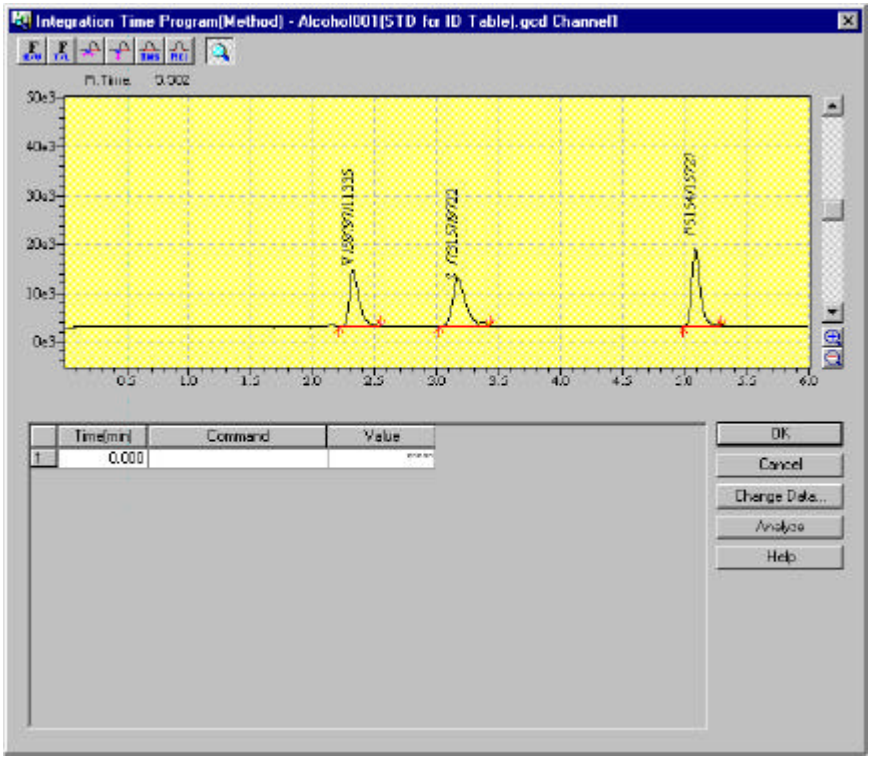
$$\text{T.DBL} = \frac{\text{宽度设置}}{(\text{最后峰的半高宽})} \times \left(\text{最后峰的保留时间} \right) \times 2$$

防止半峰宽和斜率值自动改变

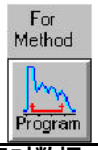
GC **程序升温分析和** LC **的梯度分析过程中，半峰宽不随时间而加宽，为了防止自动参数改变，将** T.DBL **值设定为大于停止时间的数值 (分析终止时间)。**

10.2.6 通过时间程序进行峰积分

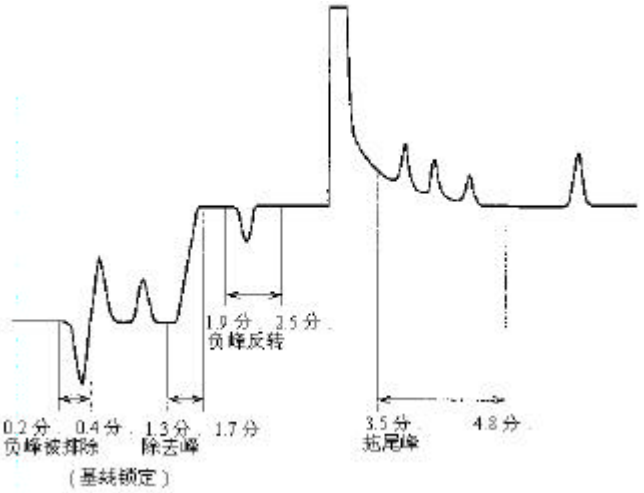
在本节描述的峰积分参数，通过时间程序，消除不需要的色谱峰、 测量负峰的峰面积(峰高)、设定强制拖尾处理，例如：通过积分时间程序除去进样时的漂移、空气峰、无关色谱峰(如溶剂峰及负峰)。



GCsolution **有下列两种积分时间程序：**

对方法 	**设置的积分时间程序用于方法，时间程序保存在方法文件中。如使用该方法文件，按时间程序进行峰积分，该程序应用于日常分析。**
只对数据	**设置的积分时间程序只用于某数据文件，因此该时间程序不影响其他数据文件。**

时间程序积分实例



	Time[min]	Command	Value
1	0.200	NEG Peak Reject On	----
2	0.400	NEG Peak Reject Off	----
3	1.300	Integration Off	----
4	1.700	Integration On	----
5	1.900	NEG Peak Invert On	----
6	2.500	NEG Peak Invert Off	----
7	3.500	Tailing On	----
8	4.800	Tailing Auto	----
9	0.000		----

通过时间程序进行峰积分