

第一部分 编辑仪器控制方法

运行 TotalChrom 色谱工作站软件



双击桌面上

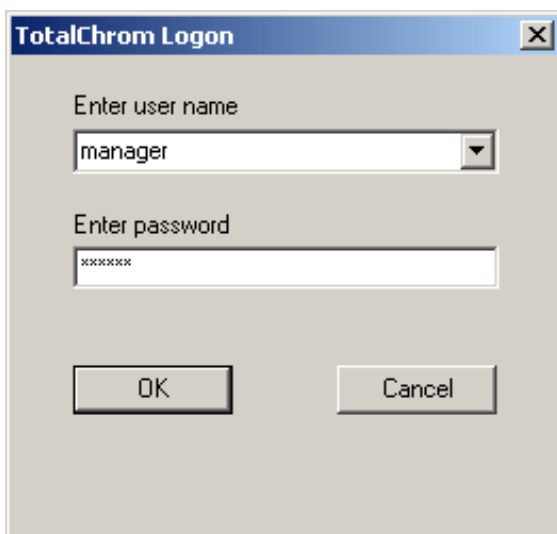
Tcnav.lnk

图标或打开 Totalchrom Workstation 6.2.X 程序组, 双击

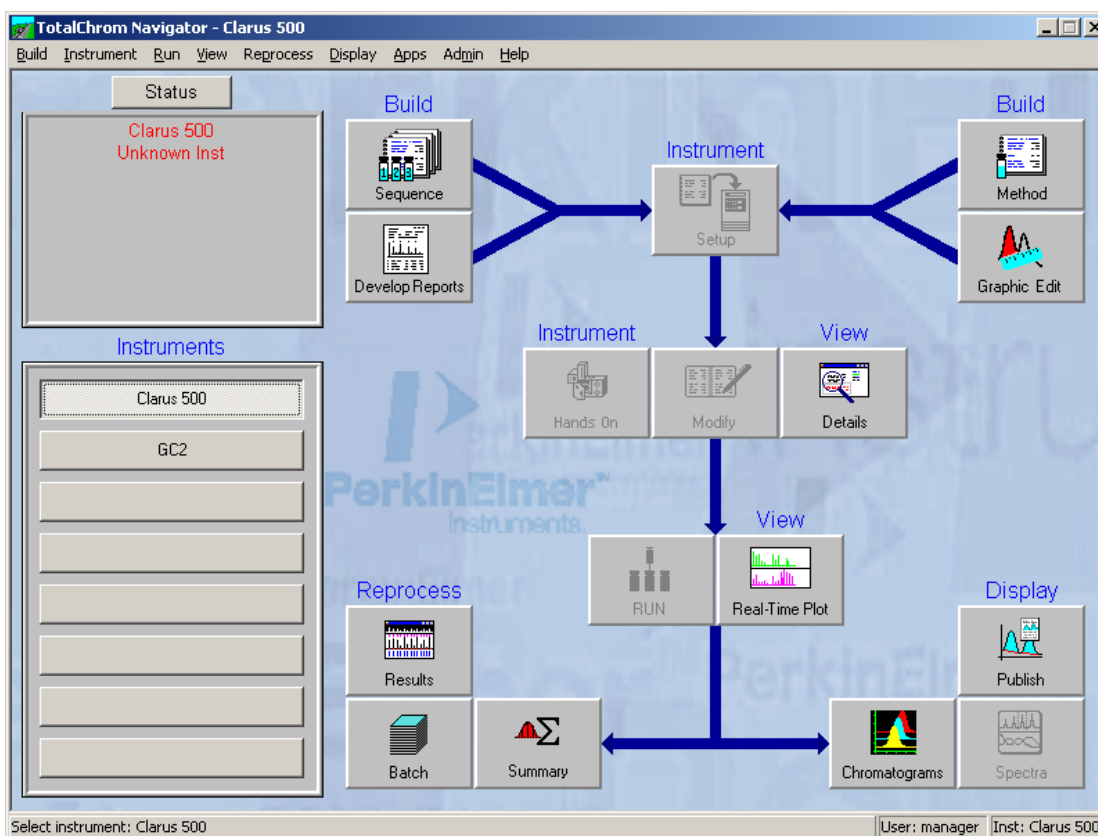


Tcnav.lnk

图标



输入用户名: manager(小写), 密码, 软件运行后界面如下

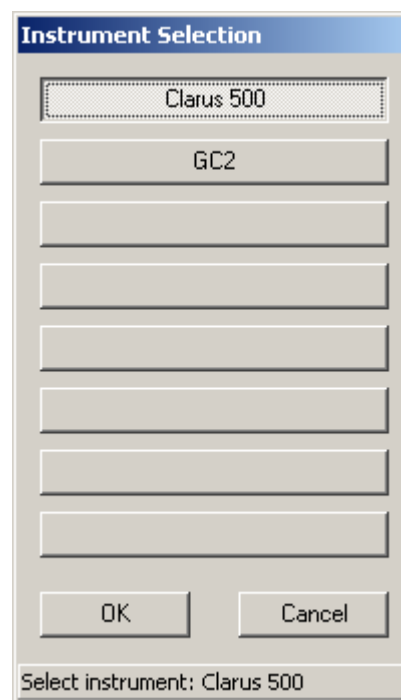
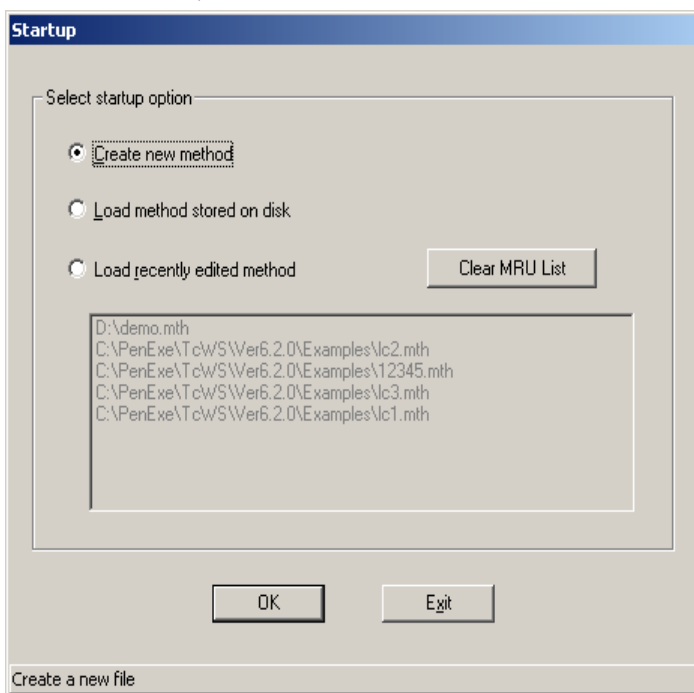


单击 **Method** 图标, 开始编辑方法:

Create new method: 新建方法 Load method stored on disk: 调用已有方法

Load recently edited method: 调用最近使用过的方法

选择一种方式, 点 OK 进入下一步:



选择相应的仪器, 点 OK 进入下一步:

Documentation [X]

Description

Description Logon Name

在这里可以输入关于方法的描述,也可以不输入而直接按"Next"进入下一步

Start audit trail
 Start electronic signature

Next --> Cancel

Enter descriptive text. Use Ctrl+M to start a new line

Instrument Notes [X]

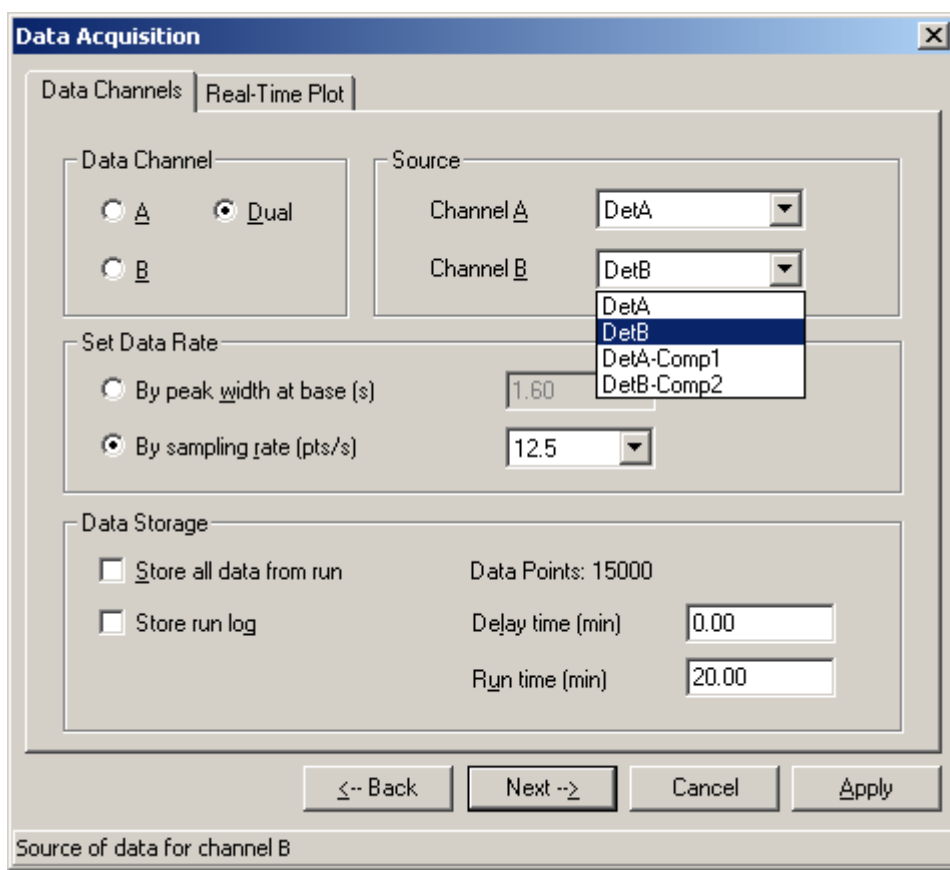
Header text

在这里可以输入仪器的描述信息,也可不输入按"Next"进入下一步

Template
None

<-- Back Next --> Cancel Reset

Enter text - Use Ctrl+M to start a new line



Data Acquisition: 数据采集参数选择:

1. Data Channel: 数据通道选择, 用单一检测器时选 A 或 B, 两个检测器同时使用时选 Dual, 用单一检测器时如果用前进样口最好选 A 通道, 后进样口选 B 通道.

2. Source: 检测器选择: 选择相应的检测器. 前检测器为 DetA, 后检测器为 DetB.

3. Set Data Rate: 数据采样频率的选择(此处可用默认值)

By peak width at base: 根据峰宽来决定采样频率(需要输入大致的峰宽时间, 单位为秒)

By sampling rate: 直接选择采样频率

4. Data Storage: 数据存储(可用默认值)

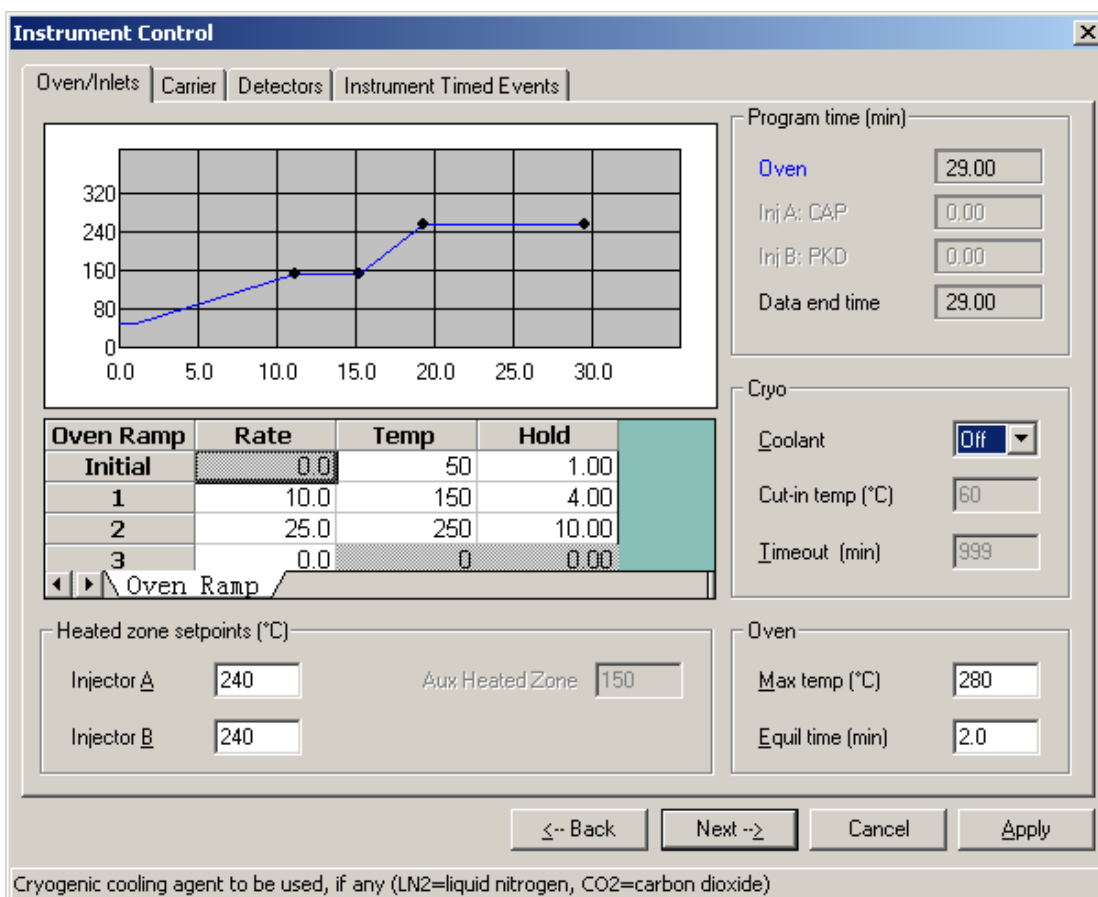
Store all data from run: 存储所有数据

如果只存储部分数据(如方法运行的前几分钟数据不存储), 就不选这个选项, 在 Delay time 处输入不需要采集数据的时间.

Store run log: 存储运行记录

Real time plot / 实时谱图选项: 这一选项可以不修改

然后点 Next 进入下一步:



Instrument Control 仪器控制参数:

1. Oven/Inlets: 柱温箱程序温度/进样口程序温度控制

Oven Ramp: 柱温箱程序温度 Rate: 程序升温速率 Temp: 温度

Hold: 温度保持时间 Initial: 温度/时间初始值

如果不使用程序升温,只需将 Rate1 设为 0, 设置相应的 Initial Temp 和 Initial Hold 即可

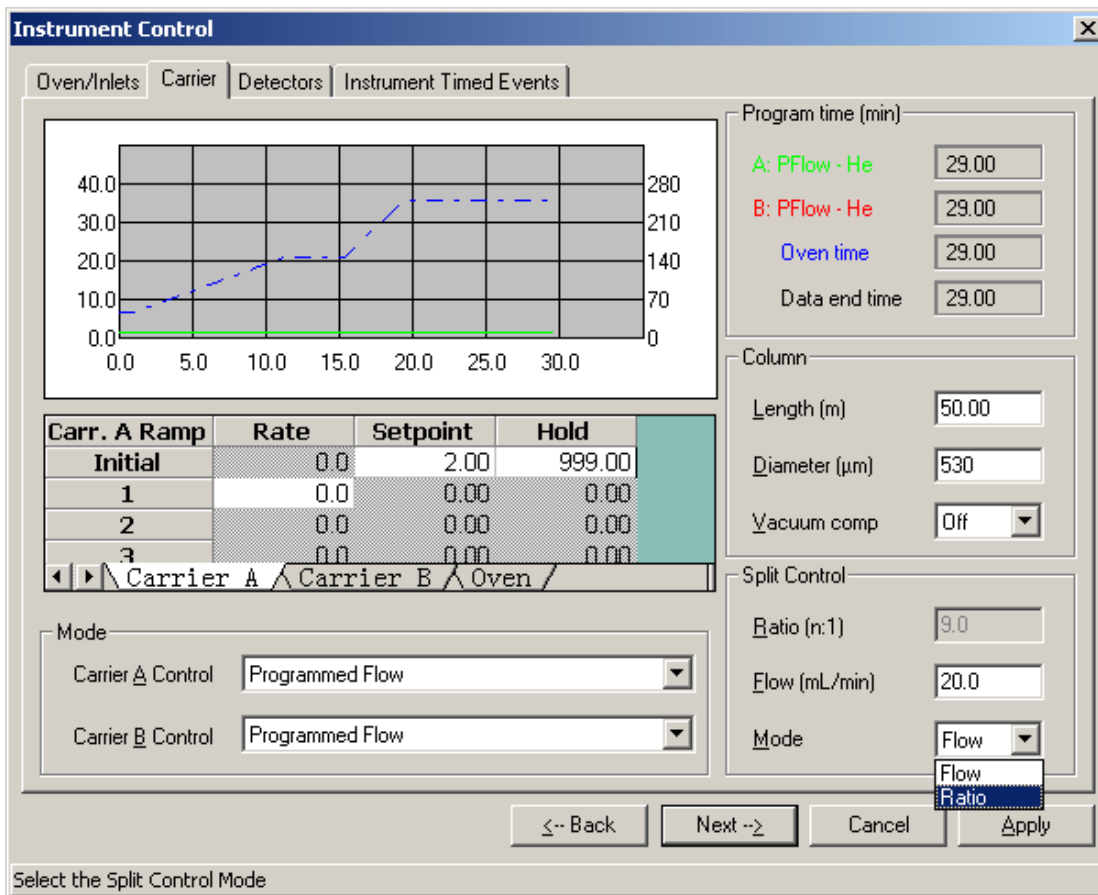
2. heated zone setpoints: 加热区温度设置(即进样口温度设置)

将要使用的进样口温度设置为需要的温度,不使用的进样口温度最好设置为零. 如果进样口为 PSS 程序控制进样口, 此处只能选择温度程序的开/关(on/off), 在 Inlet ramp 处设置温度程序, 设置方法和柱温箱程序升温一样.

3. Oven Max temp: 柱温箱保护温度, 由使用的色谱柱最高温度决定, 设定值应该低于色谱柱允许使用温度 10-20 度.

Equil time: 柱温箱温度平衡时间, 0.5-3 分钟即可

设置完成,点 Carrier 进入载气设置.(不要点 Next,还没有完成方法的设置)



Carrier A Control: 前进样口载气流速控制, CAP 或 PSS 进样口可选择 3 种载气控制模式,分别为: Programmed Flow 程序流速控制

Programmed Pressure 程序压力控制

Programmed Velocity 程序线速度控制

PKD 进样口只能选择控制流量或压力

使用 PSS/CAP 进样口,还需要输入毛细柱的规格

Length: 柱长(m) Diameter: 直径(um) Vacuum comp: 柱子出口是否接真空系统

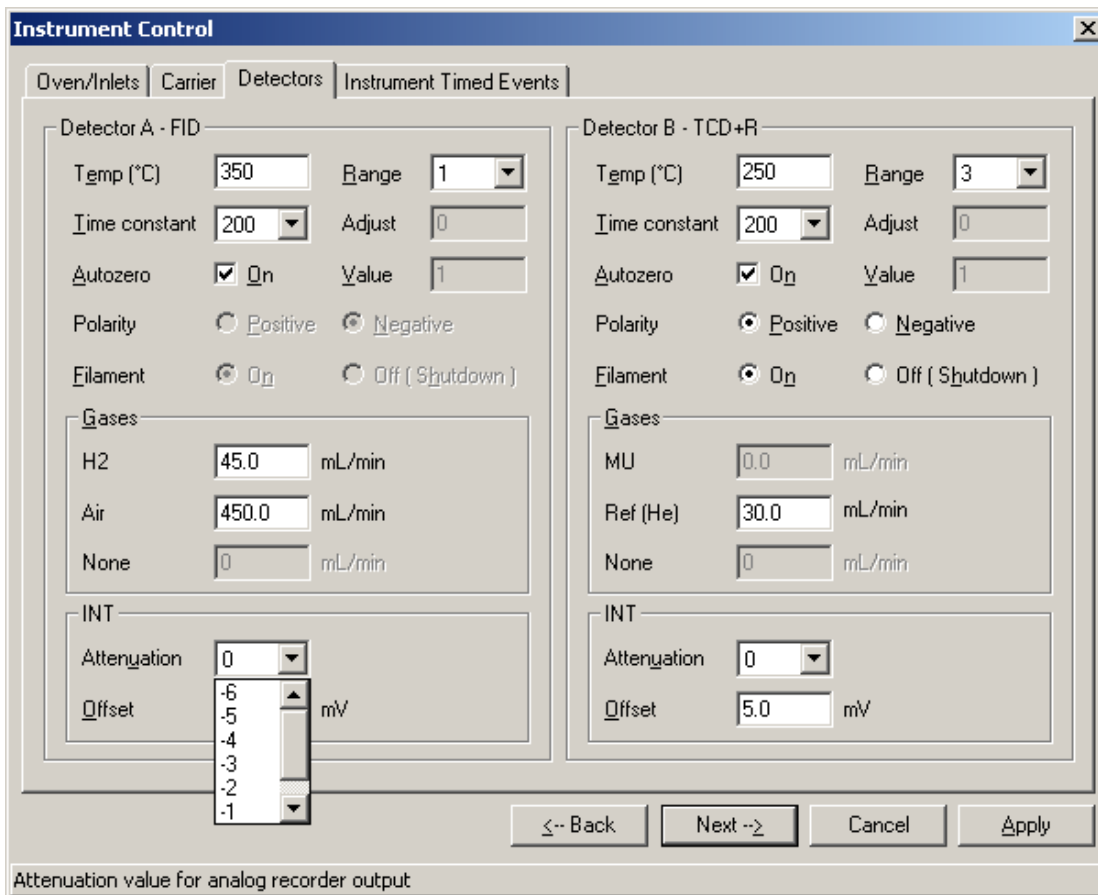
Split Control: 分流控制

Mode: 分流控制模式 flow 控制分流流量 Ratio 控制分流比

如果仪器有两个进样口,要分别设定两个进样口的载气, 如果进样口上没接色谱柱,一定要将载气流量设为零, 而接了色谱柱的进样口,一定要设置相应的流量,否则可能损坏色谱柱.

如果仪器不带 PPC 控制系统, 可以不用设定 Carrier 的参数.

载气设定完成后,点 Detectors 进入检测器参数设置(不要点 Next,还没有完成方法的设置)



Detector A: 前检测器 Detector B:后检测器

FID 氢火焰检测器 H2: 45ml/min Air: 450ml/min

TCD 热导检测器 10-20ml/min

ECD 电子捕获检测器 30-80ml/min

FPD 火焰光度检测器(硫磷检测器) S 模式: H2 80ml/min, Air 95ml/min

P 模式: H2 90ml/min, Air 100ml/min

NPD 氮磷检测器 H2: 2ml/min, Air: 100ml/min

Temp : 温度

Range: 灵敏度

对 FID, 1 为高灵敏度,20 为低灵敏度,

对 TCD, 有 1-4 个选择,对应为 40,80,120,160mA 的桥电流

其余检测器都只有选 1

Autozero: 自动调零开关

Polarity: 极性 Positive 正, Negative 负 次选项只对 TCD 检测器有效,用 H2/He 做载气时选 Positive,N2 做载气选 Negative, Ar/CH4 做载气时根据信号来具体选择.

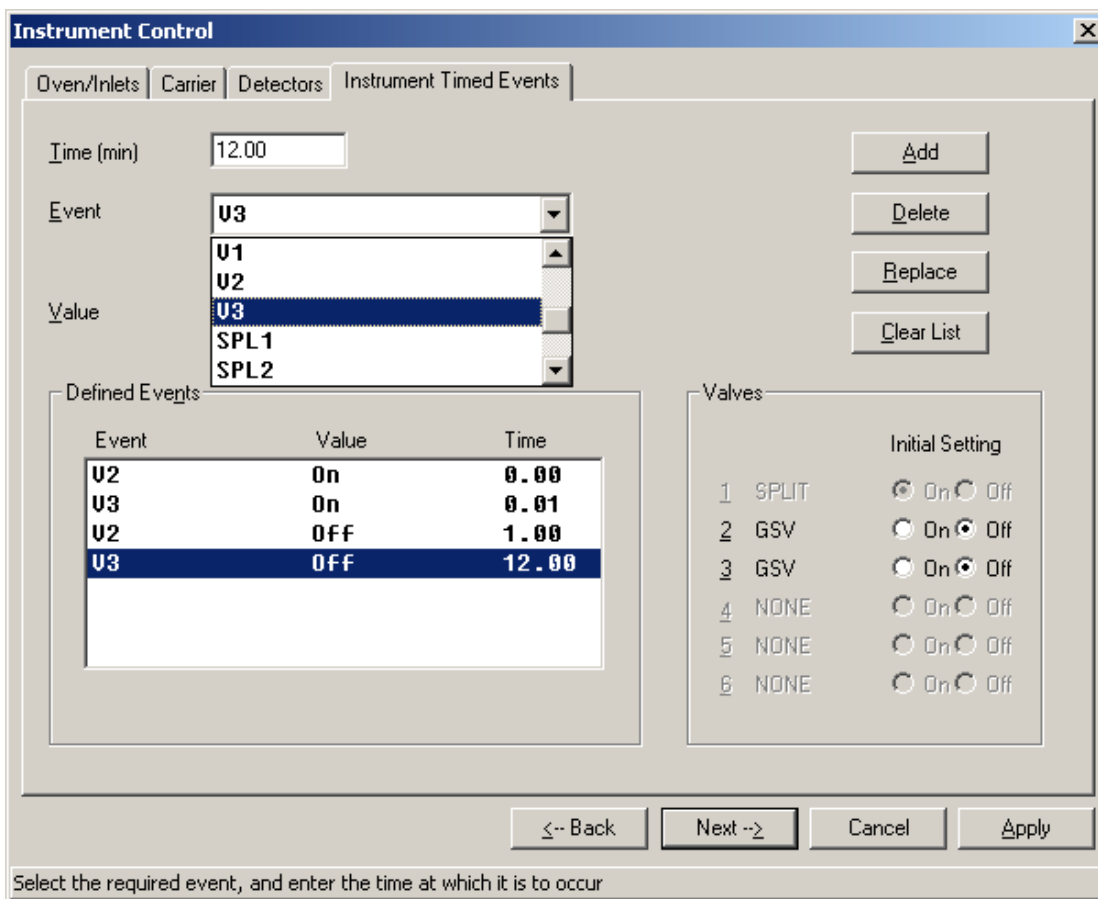
Filament: 电流开关, 选择 on/开 就可以, 关机程序选 off/关

Gas: 检测器的辅助气, 设置合适的流量即可

Int Attenuation 信号衰减: 0=1/64,-1=1/32, ...-5=1/2, -6=1, 即选 0,信号衰减 64 倍,选-1 衰减 32 倍,选-6,信号不衰减

Offset: 调零零点设置

设定完后点 Instrument Timed Events,设置仪器时间程序(不要点 Next,还没有完成方法的设置)



仪器运行时间控制表,可以设定相关的控制参数.如进样阀的控制,信号衰减的改变等.到这里,仪器控制参数就设定完毕,以下为数据处理参数设定.

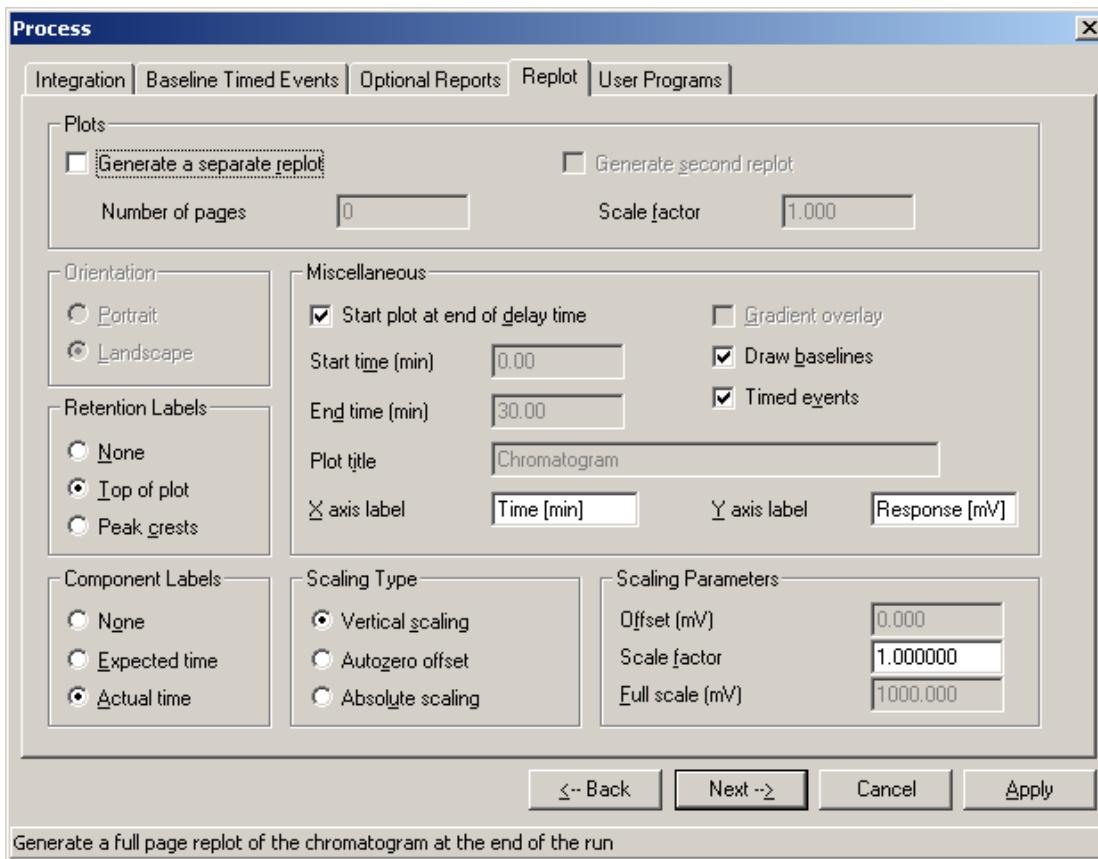
点 Next 进入下一步:

注意:

如果选择编辑已经有的方法,在 Method Editor 界面下,选 Instrument 菜单,选下面的 control option 选项,再选择需要修改的地方,如 oven/inletes, Autosampler 等,都可进入仪器控制方法设置。

Autosample 自动进样器的控制:

大多数情况下,只需要设置进样体积即可。还有就是选择洗针的次数,洗针的溶剂选择



点 replot 选择条, 去掉 Generate a separate replot 选择项,避免打印出单独的色谱图

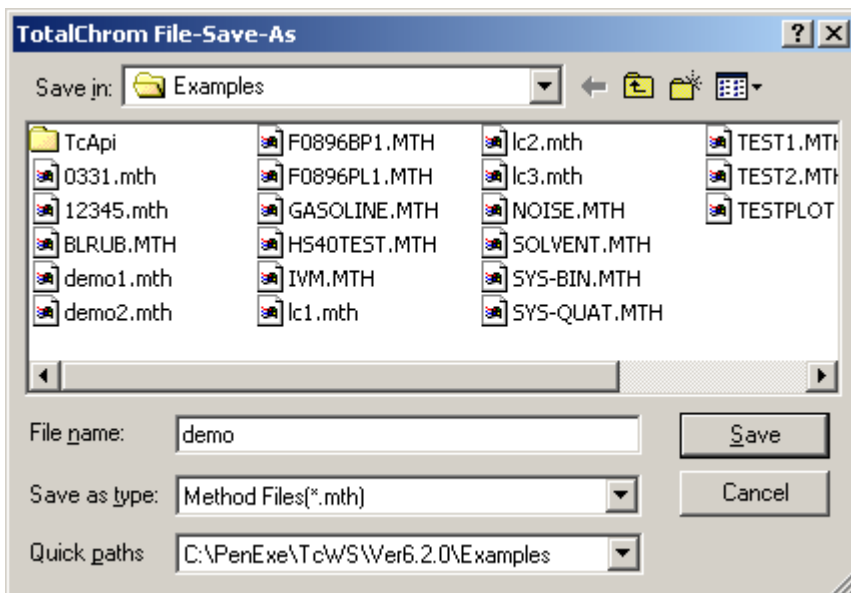
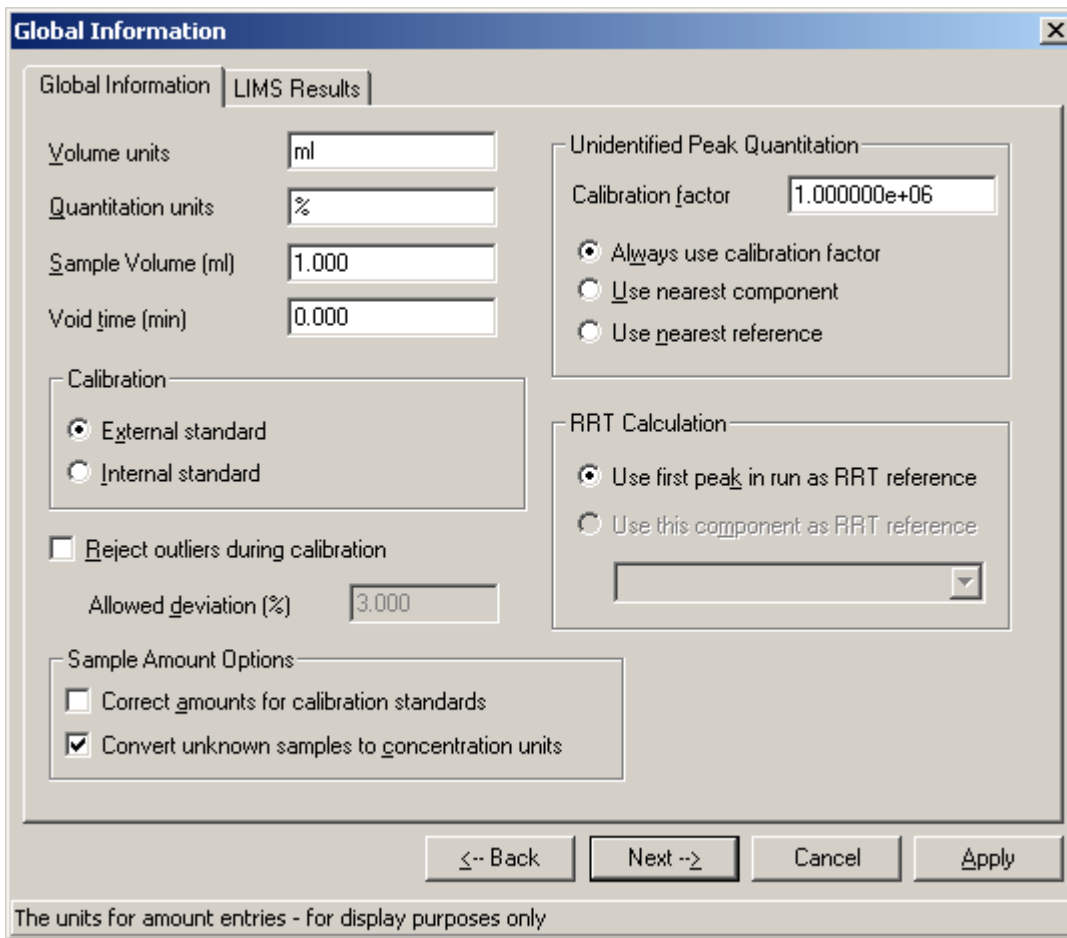
在 Globe information 中,选择定量方法:

External standard: 外标法

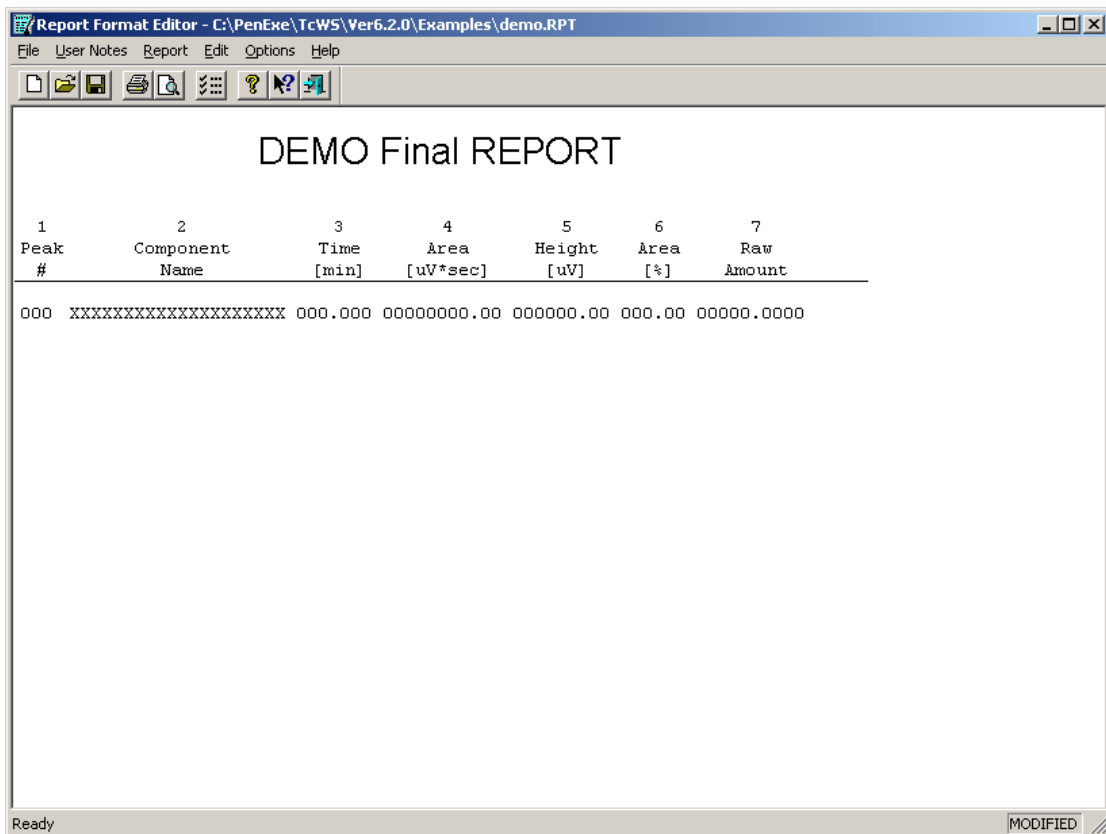
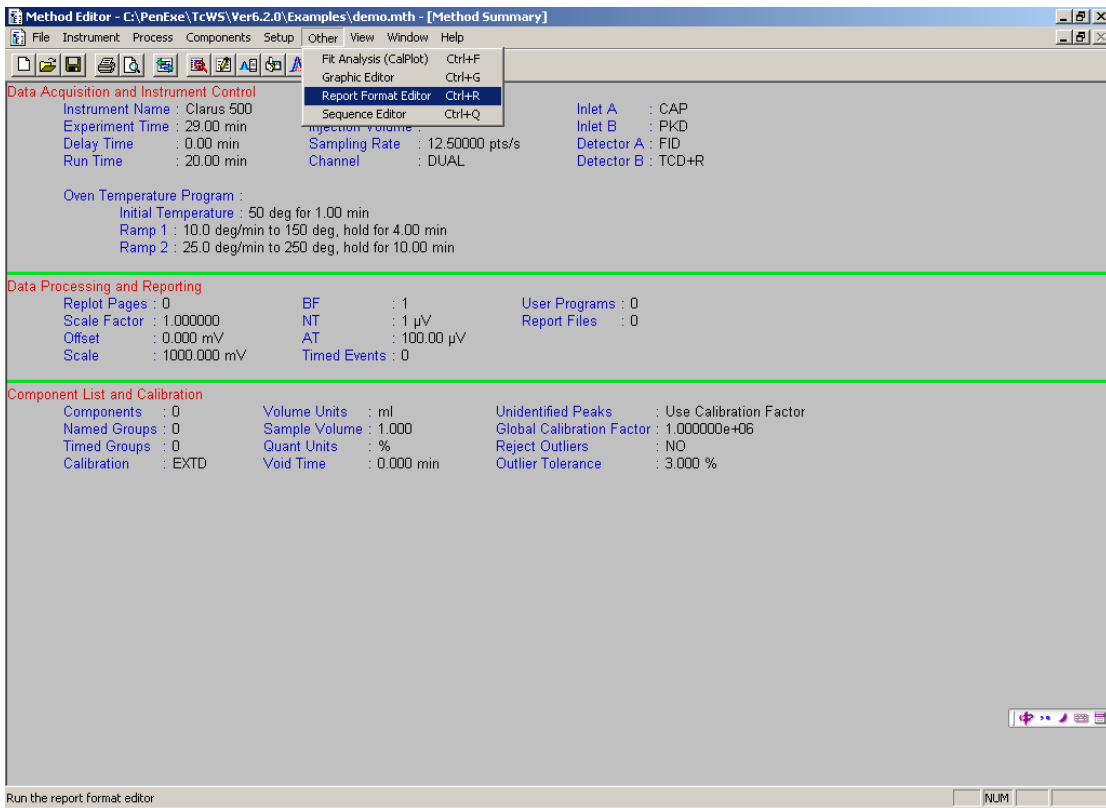
Internal standard: 内标法

输入浓度, 体积单位

然后一直点 Next, 直到点 Finish,完成方法编辑.

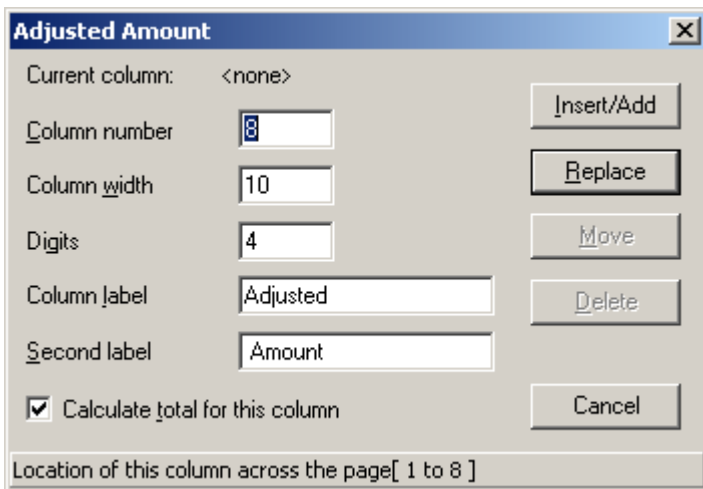
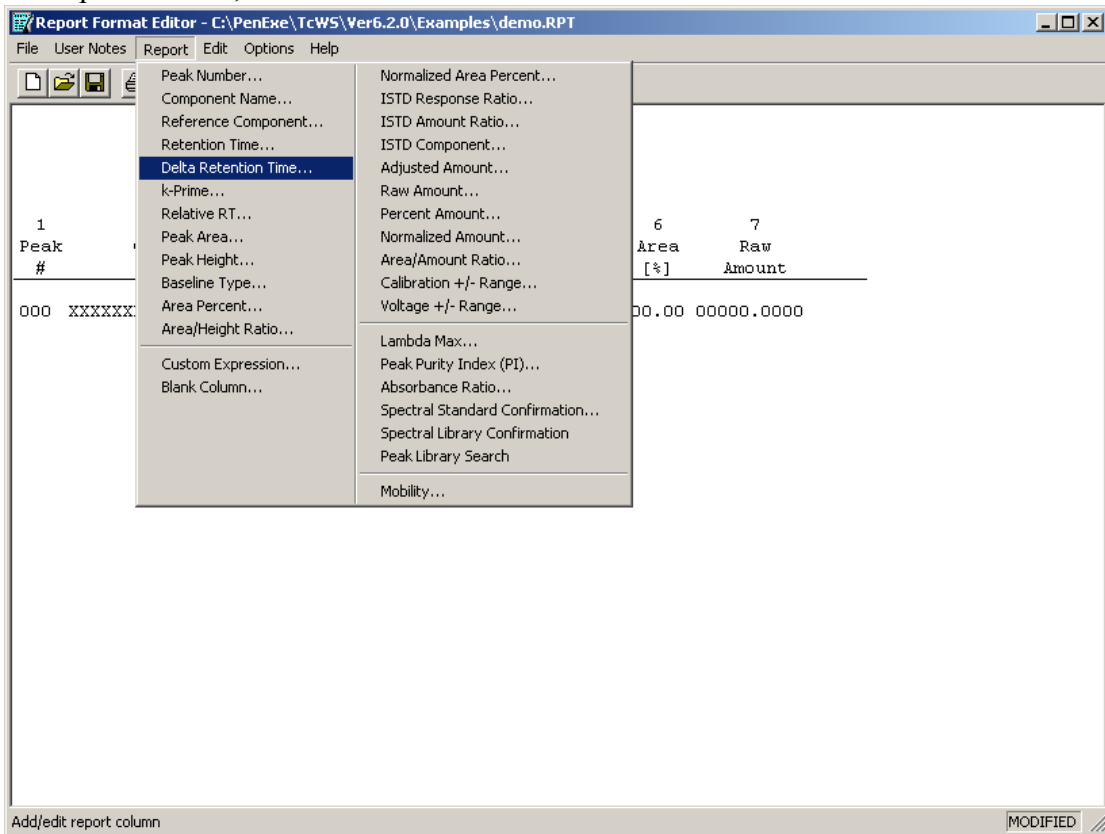


保存方法. 然后在 Method Editor 下 other 菜单选 Report Format Editor(报告格式编辑):
注意: 所有文件名不得使用中文,要使用 Windows 系统合法的文件名

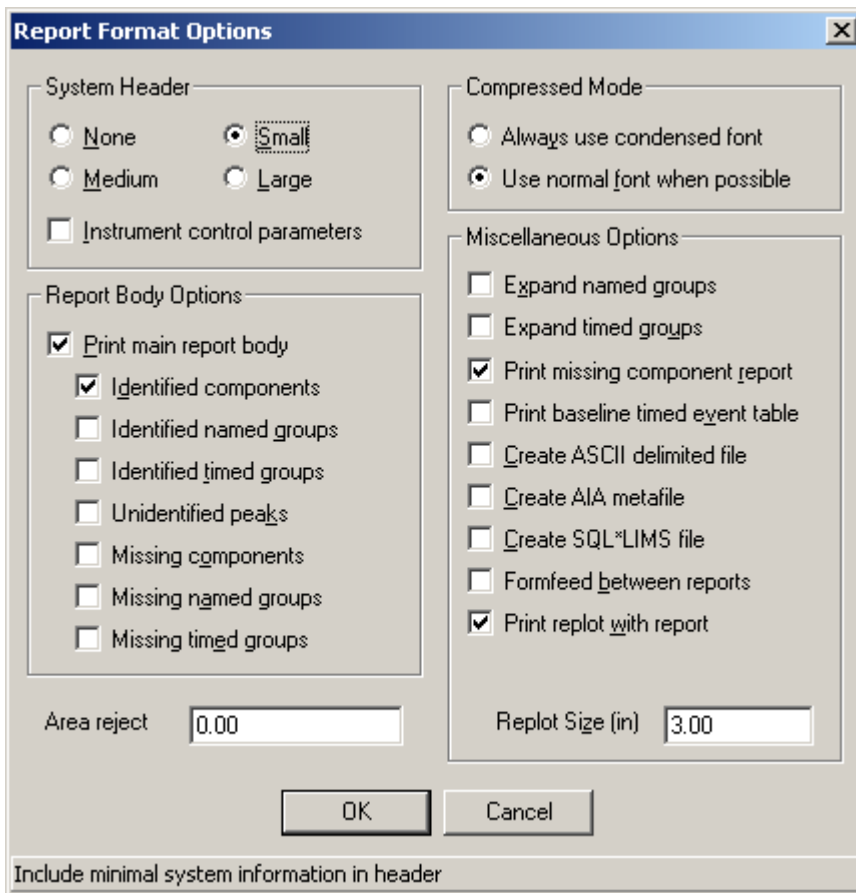


可点击报告头名称,改为合适的名称. 点击报告内容项目,去掉不需要的项目

在 Report 菜单下,选择需要添加的报告内容



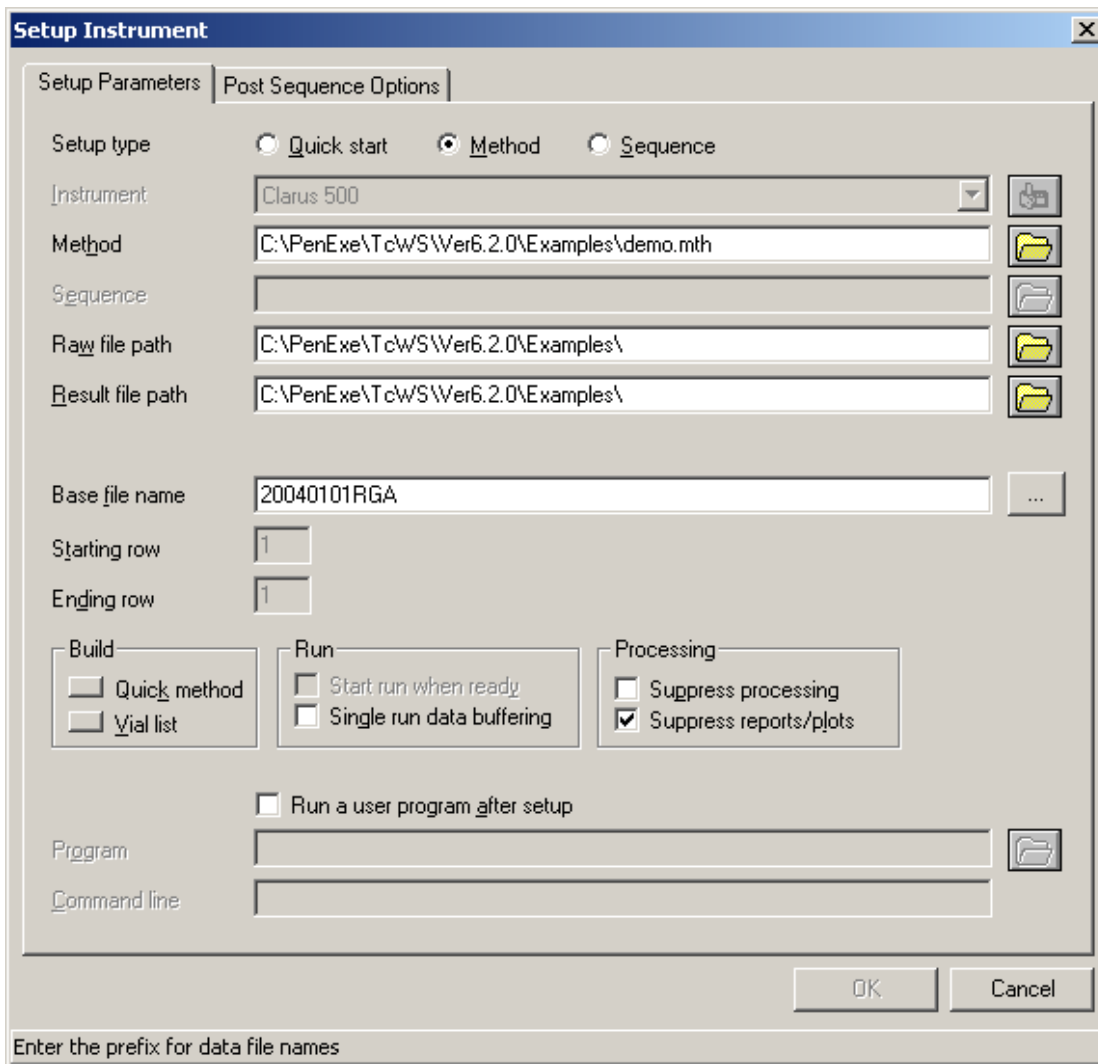
点 Insert/Add,添加该项目
点 Options, 做报告内容,格式的选择,



通常按上面选项选择即可。

选择完后,保存报告格式文件,文件名和方法文件名一样. 关闭报告格式编辑器, 关闭方法文件编辑器,回到工作站初始画面.

单击 Setup 图标, 设置运行方法:



Setup Type: 选 Method 方式

Method: 选择要使用的方法

Raw file path: 数据文件路径,可任意选择

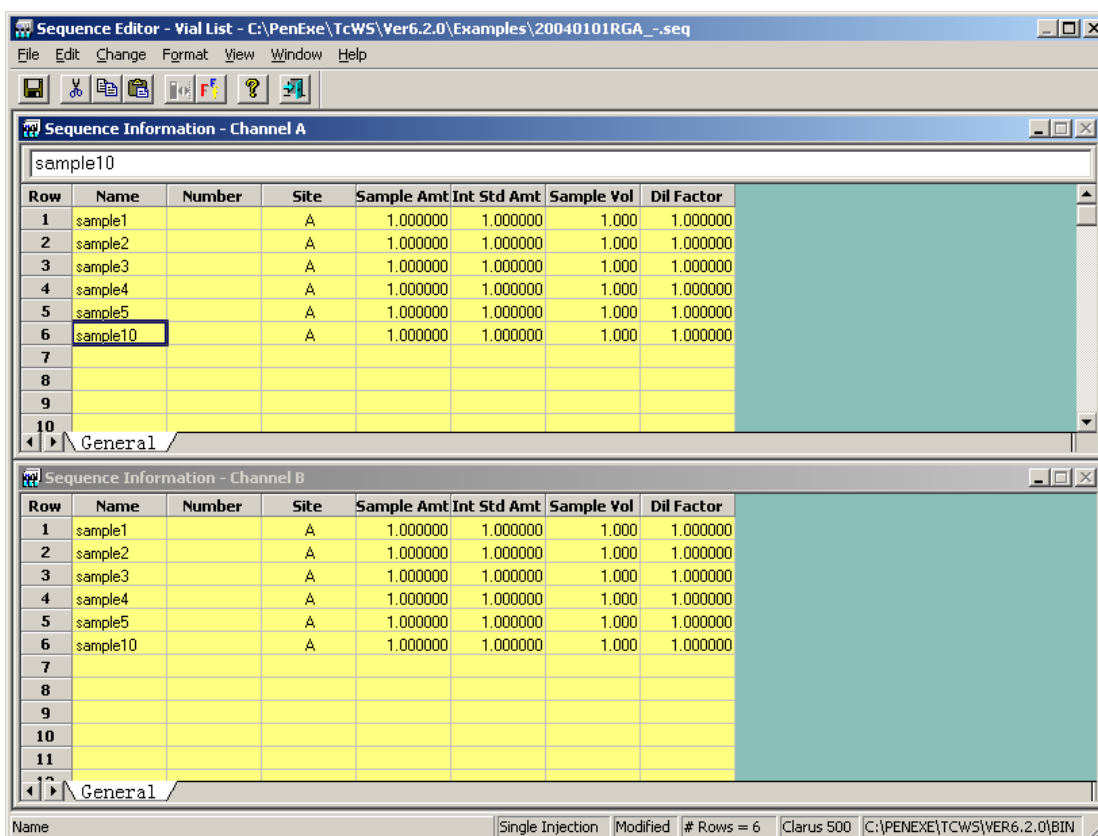
Result file path: 结果文件路径,可任意选择

Base file name: 数据/结果文件前缀, 输入后点后面按钮,再点弹出窗口里面的 OK 键,加上计数器: 上面输入的前缀为 20040101RGA 就变为 20040101RGA_###, 最后生成的数据/结果文件名就变成 20040101RGA_001,20040101RGA_002,...,20040101RGA_999.

如果此处未加上”_###”自动计数器,那生成的数据/结果文件名就会自动在前缀后加上做样时的日期和时间. 如果有相同的文件名,系统也会自动在数据/结果文件名后加上做样时的日期,时间做后缀, 不会覆盖已有的数据/结果文件.

如果不希望在每次做样完成后打印报告文件, 选上 Suppress replots/plots 选项

完成以上选项后,点 Vial list 选项,编辑样品信息(Sequence Editor-Vial list):



在 Name 栏,输入样品名称,在 site 栏,选择要使用的进样口(A 前或 B 后)

在 Vial 栏,输入样品在自动进样器上的位置号(1-80)

如果使用内标法定量,在 Int. Std. Amt 栏,输入内标的浓度

如果要添加样品,在 Edit 菜单下按 append 添加

要删除样品,在 ROW 栏点击要删除的行,按 DEL 键删除.

编辑完成,存储样品列表,退出 Sequence Editor-Vial list.

点 Setup Instrument 界面下的 OK, 完成方法和样品表的设置.

待主界面的 Status 状态栏内容显示仪器准备就绪, 仪器基线正常后就可以进样了.

在进样前还需确认:

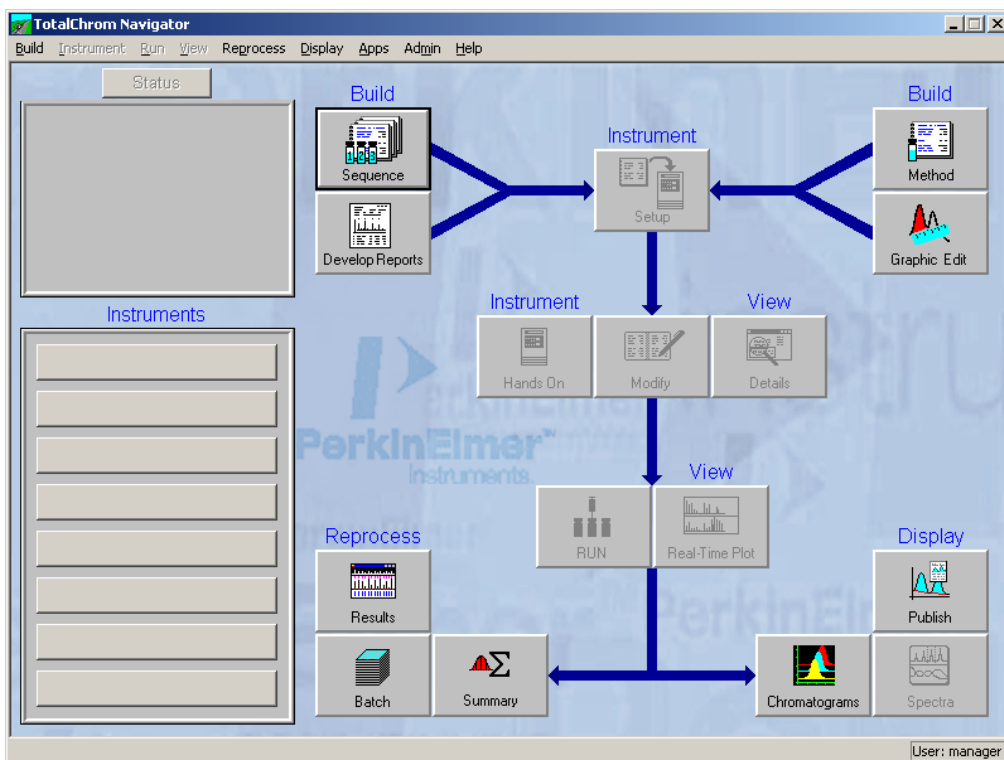
FID 是否点火

TCD 基线是否调到 10-20mV

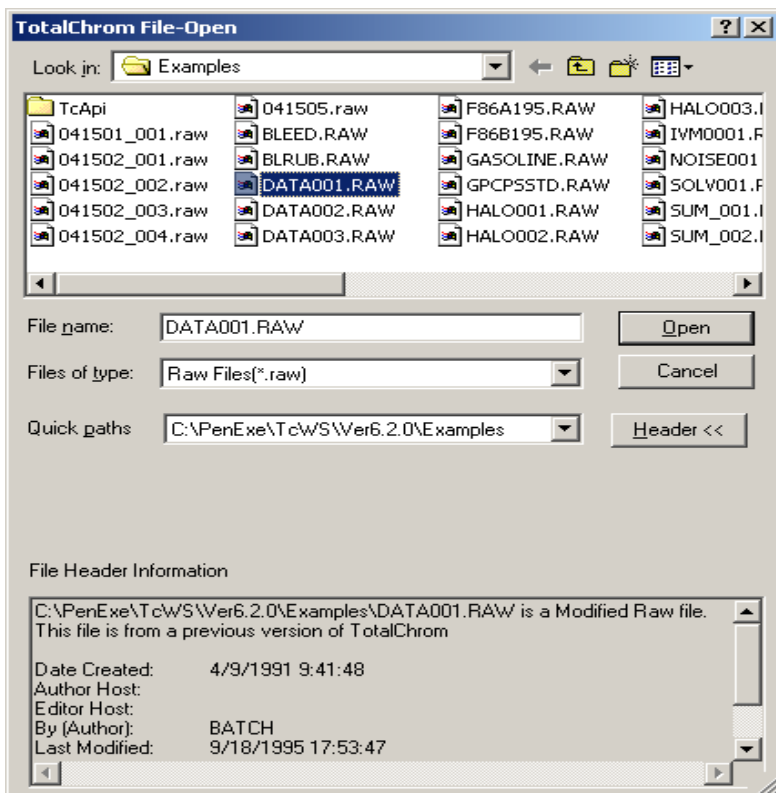
NPD 是否将电压调上来,使基线达到 0.75-1.5mV

FPD 是否点火,是否更换了需要的磷或硫滤光片

第二部分 数据处理

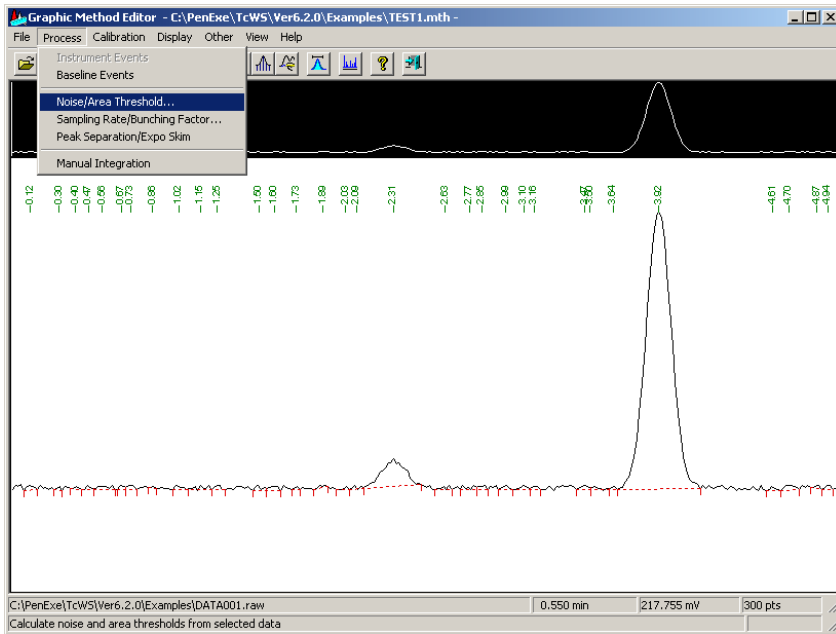


在软件主界面下,单击 Graphic Edit, 进入数据处理:

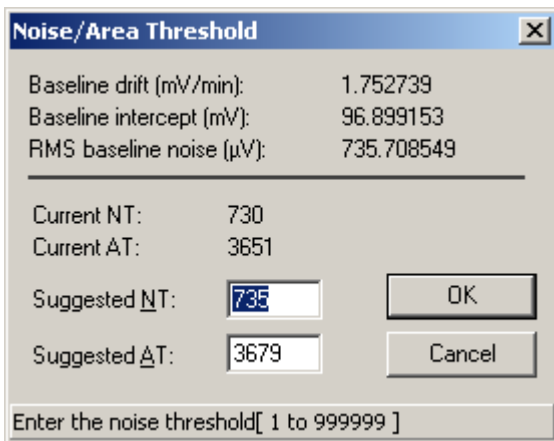


选择要处理的标样的数据文件, 按 open 打开文件

注意: 此时会自动会打开一个方法文件, 这个方法文件就是做标样时使用的方法文件。如果提示只能用只读方式打开文件, 选择确定。在这种情况下在后面保存方法文件时就得选择另外命名保存。

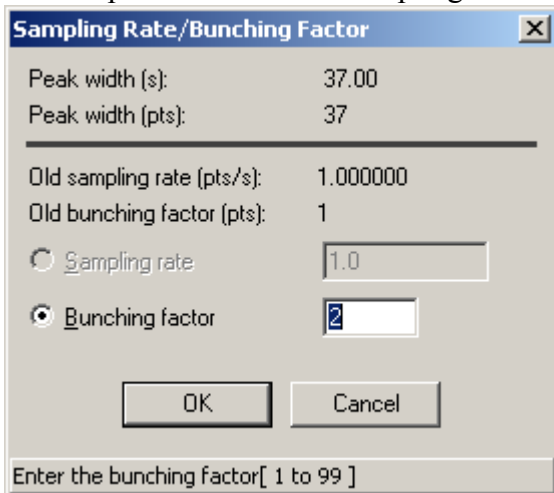


在 process 菜单下选 Noise/Area Threshold, 用鼠标左键在色谱图上选一段噪声比较大的地方, 系统会自动设定一个噪声和峰面积的阈值, 可根据具体情况来设定这两个参数, 直到积分结果满意为止。



Current NT: 当前噪声阈值
 Current AT: 当前峰面积阈值
 Suggested NT: 根据你的选择范围, 系统推荐的噪声阈值, 可在此处自己设定合适的值
 Suggested AT: 根据你的选择范围, 系统推荐的峰面积阈值, 可在此处自己设定合适的值

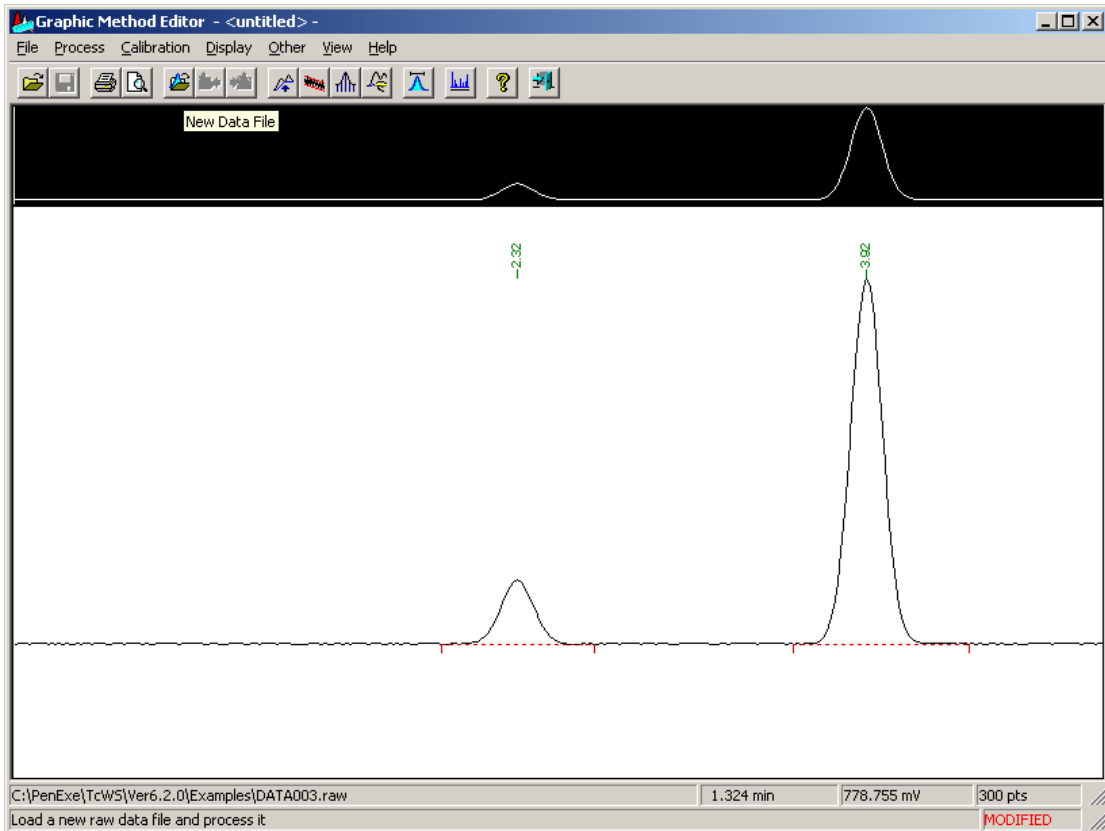
然后在 process 菜单下选 sampling rate/bunching factor... 重新设定采样频率和平滑因子



用鼠标左键选择要处理的峰的范围, 系统自动给出相应的参数。

这一参数注意用来处理峰形不好的峰, 尤其是拖尾比较严重的峰, 可以得到比较好的积分结果

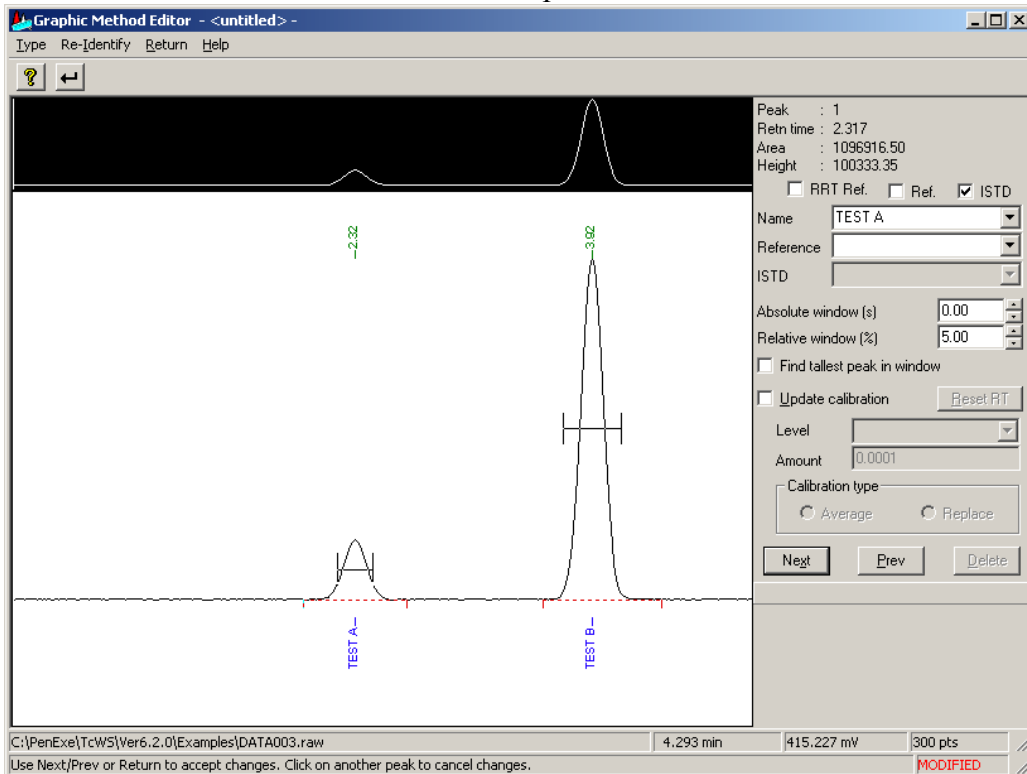
积分处理完毕, 在 file 菜单下选择 Save Result file As..., 保存新的结果文件。



点击 New data file 图标，打开另外的标样数据文件，然后保存结果文件。重复这一过程直到将所以标样数据文件全部重新积分，保存新的结果文件。

注意：保存结果文件时一定要选择覆盖存储到各自相同的文件名

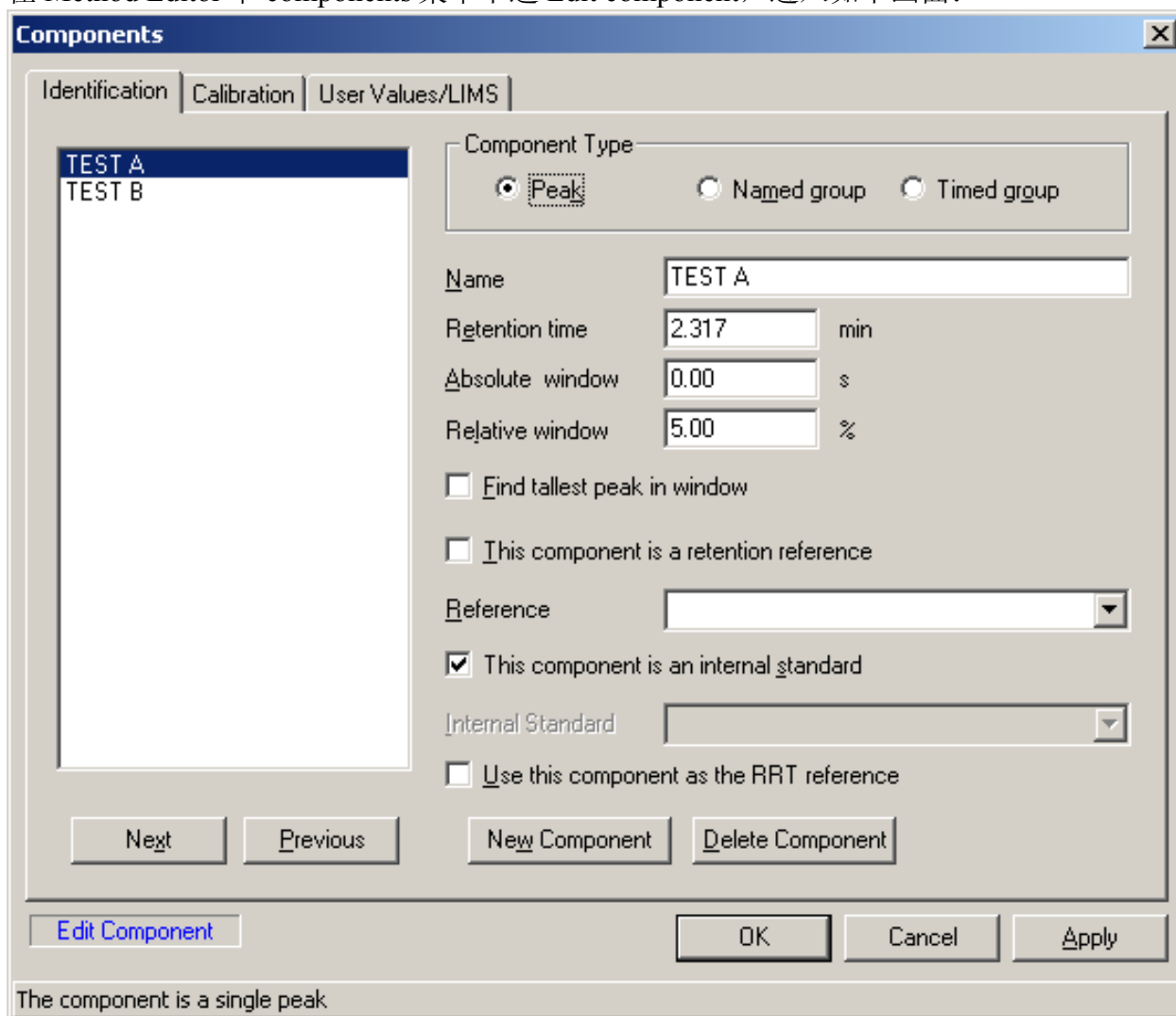
然后在 Calibration 菜单下选择 Edit components...，给要定量计算的化合物命名



在命名时，如果要用内标法定量，应该先用鼠标点击内标物的峰，输入内标物的名称，选上 ISTD 选项，输入合适的时间窗参数（3—10 均可）。然后按 Next 输下一个化合物的名称等参数。**内标法要选择开始设定的内标物！**

所有要定量的组分都输入完毕后，按 return 返回。然后保存或另存方法。然后点 other 菜单下 method，进入 Method Editor 方法编辑器。

在 Method Editor 中 components 菜单下选 Edit component，进入如下画面：



查看每个组分的设置是否正确，如内标物的指定，时间窗口等参数。

确认完后点 Calibration 项目条，设定标样曲线类型，标样浓度等参数

关于积分时间表的使用：

由 Graphic Edit 中，在 Process 菜单下的 Baseline Events 进入：

常用的时间事件：

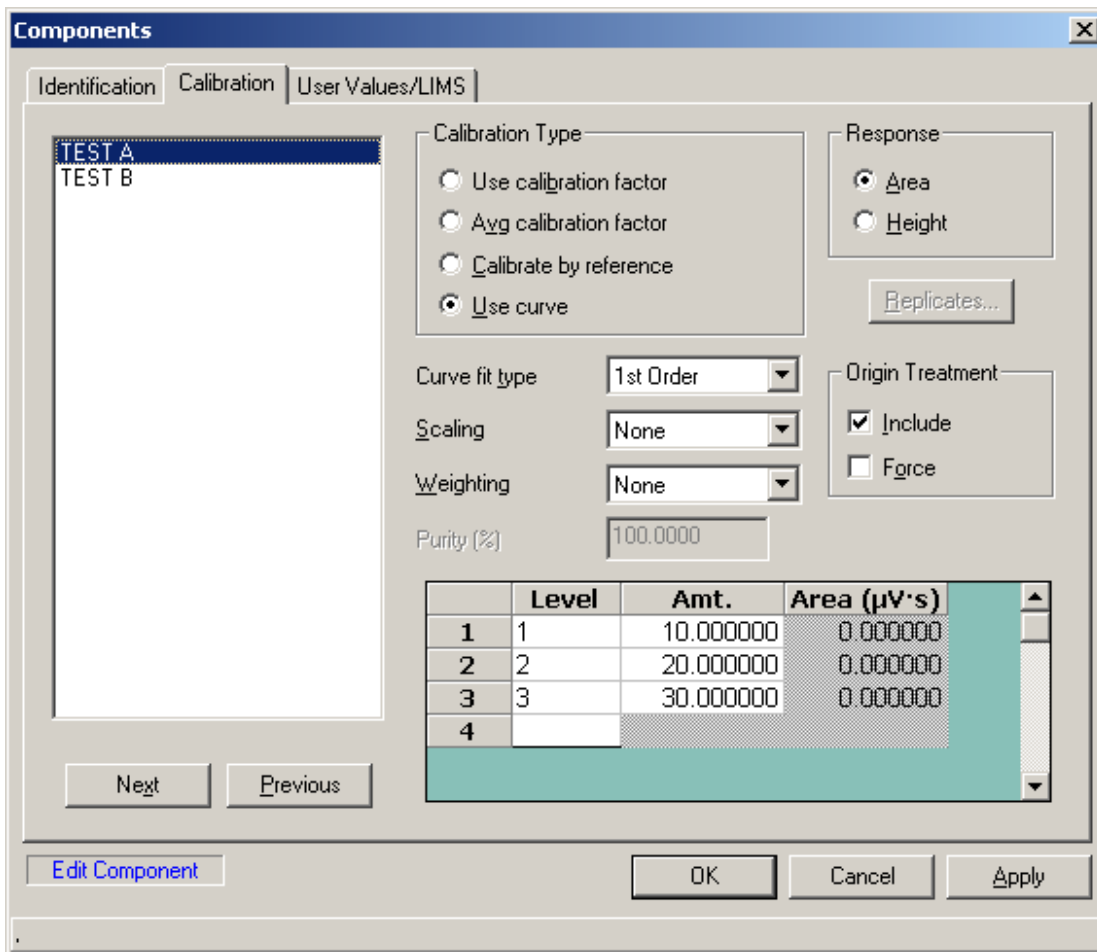
AT: Set Area Threshold 设定峰面积阈值 NT: Set Noise Threshold 设定噪音阈值

BF: Set Bunching Factor 设定平滑因子 +P: Enable Peak Detection 开始积分

-P: disable Peak Detection 关闭积分 +V: Valleys Baselines on 峰谷积分开始

-V: Valleys Baselines off 峰谷积分关闭

在参数表选定功能项以后，再输入相应参数值，然后用鼠标点击要开始的地方定义时间。



Calibration Type 标准类型:

Use calibration factor: 使用已知校正因子

Avg calibration factor: 单点多次平均校正

Calibrate by reference: 参比校正

Use curve: 多点校正

通常主要使用 2 和 4 这两种校正方法

Response: Area: 峰面积定量 Height: 峰高定量

Curve fit type: 在使用 Use curve 时才需选择, 单点选 Point to Point, 多点选 1st Order (线性标准曲线)

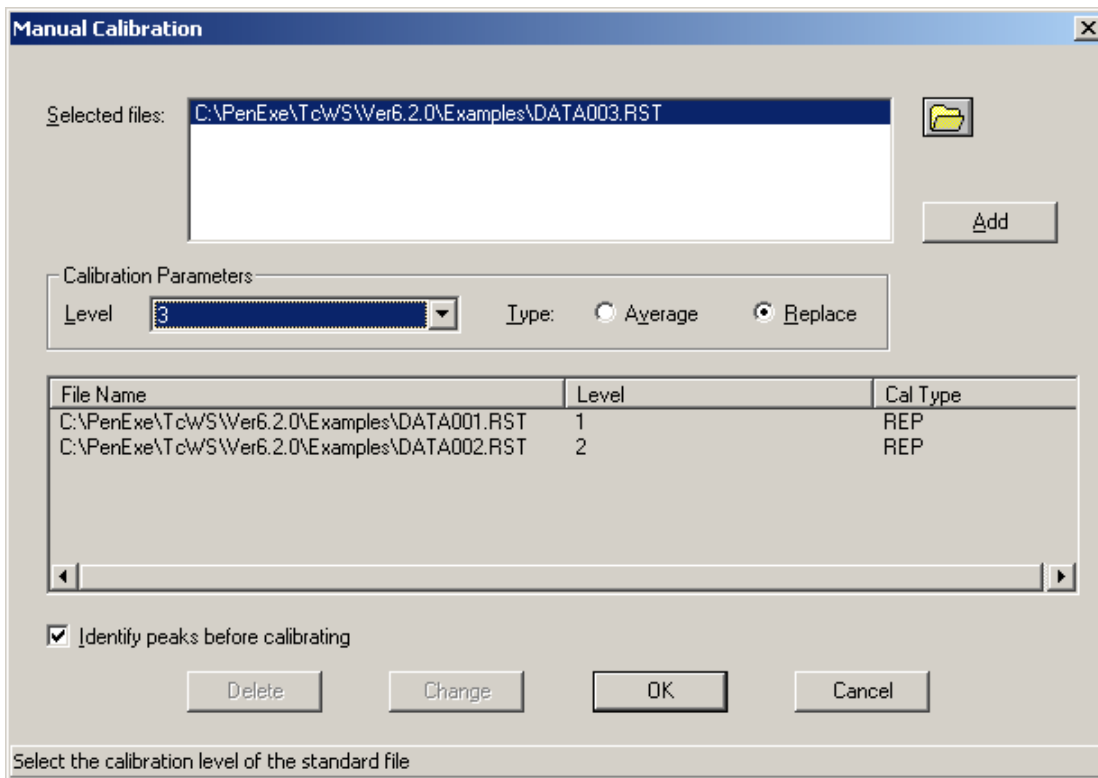
Scaling, purity 和 Weighting 可以不选, 使用默认值即可

Origin Treatment: Include: 零点参与标准曲线回归

Force: 标准曲线通过零点

然后在表格处输入标样点序号和对应的浓度。输完一个组分, 按 Next, 重复以上步骤, 完成所有组分校正参数和浓度输入。

然后点 OK, 回到 Method Editor 主页面。在 Components 菜单下选 Calibrate, 进入如下画面:



点右上角黄色的文件夹图标，打开第一个标样的结果文件，在 Level 栏选择 1，按 Add 键，即选定了第一个数据点。

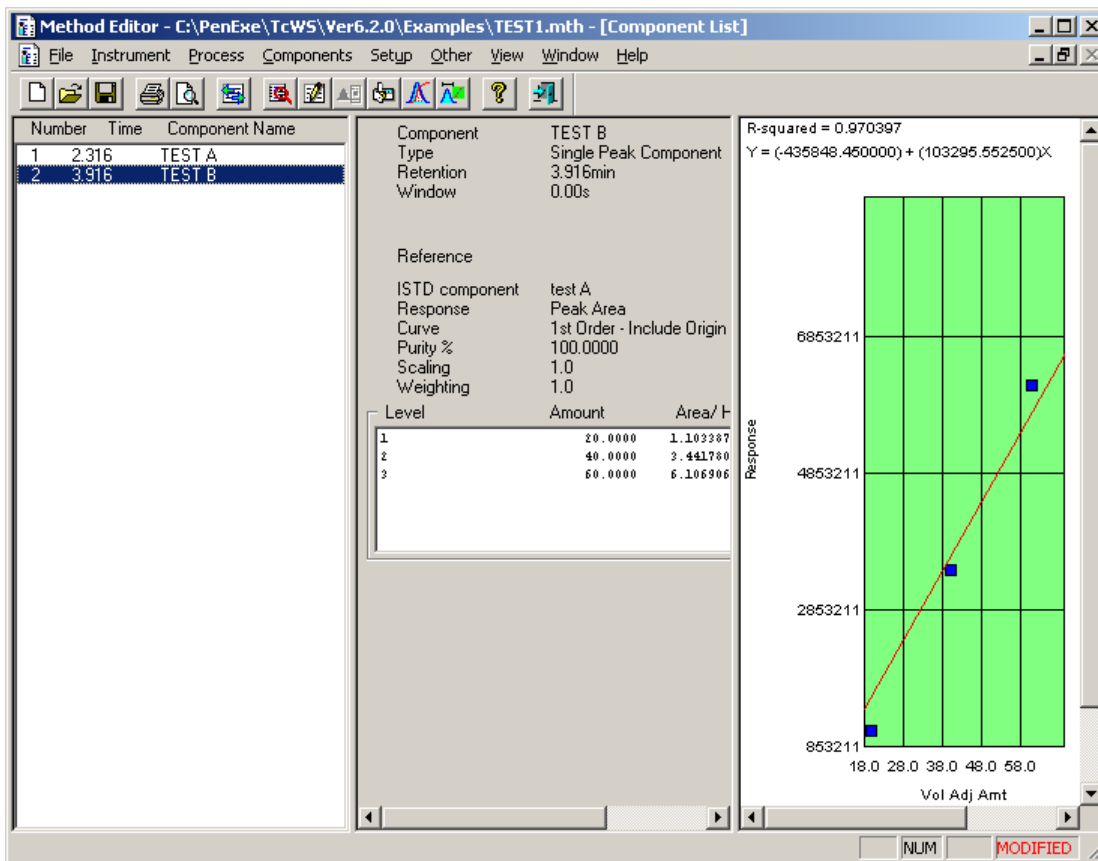
按以上方法选定第二，第三...，直到所以标样数据被选定。

如果为单点多次平均校正，level 都为 1，从第二个数据点开始，在 type 处要选 Average/平均。完成后点 OK 就了标准曲线的处理。回到 Method Editor 主页面。

在 window 菜单下选 1 component list，就可看到生成的标准曲线。

选择对应的组分，可以查看该组分的浓度，标准曲线的相关系数。如果有错误，更改错误的地方，重新进行校正。

如果没有错误，相关系数也在控制范围内，就可以保存方法，然后就可以用这个完整的方法做样品了。做完每个样品，如果选择了打印结果，那就会自动打印出带色谱图的定量结果。如果没选择打印，可在软件主页面下 单击 **Results** 图标，打开相应的数据/结果文件，可以在这里打印或预览结果。

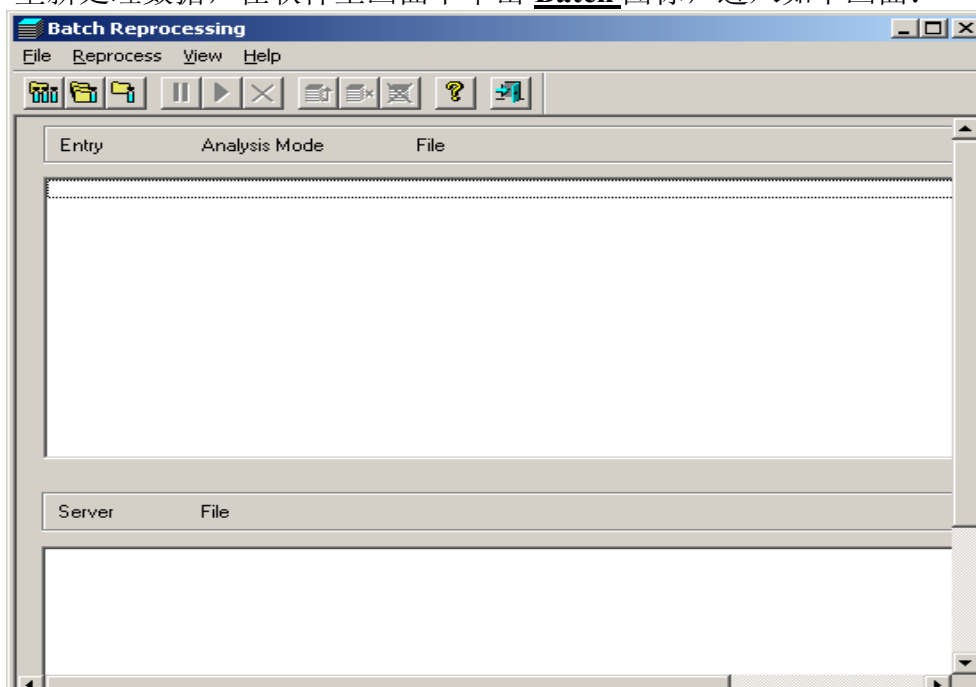


数据重新处理:

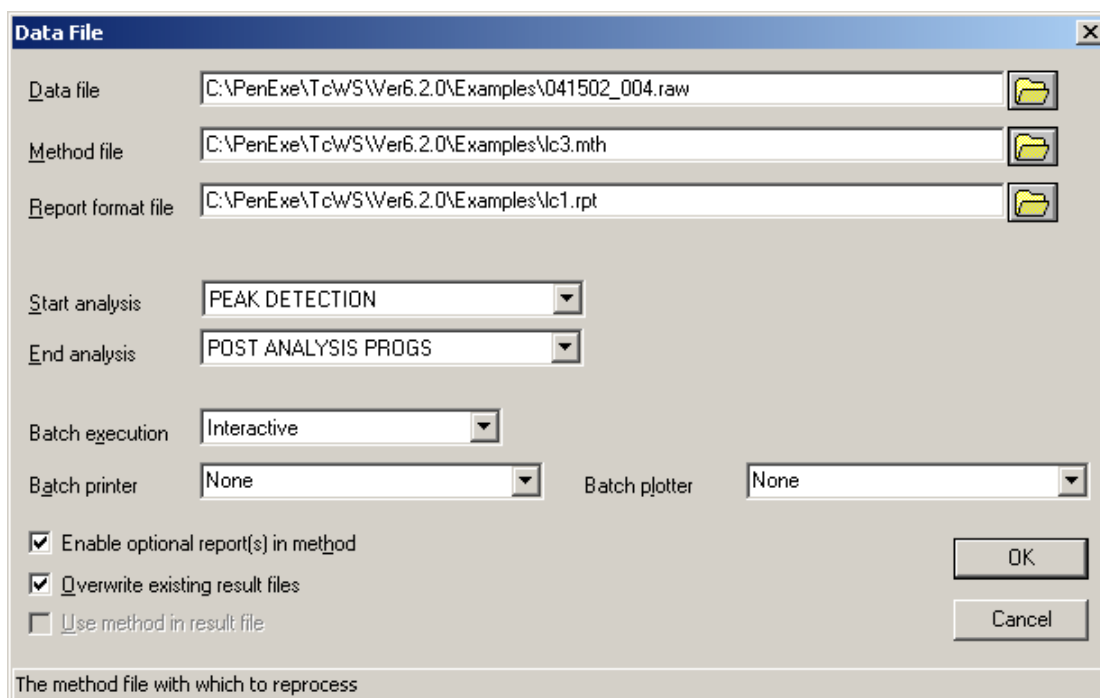
标准曲线有问题或做样时方法文件没标准曲线，或者报告格式不符合要求，要得到定量结果要先处理数据，重新设定报告格式，得到含标准曲线的方法文件，然后重新处理样品数据得到正确的结果和符合要求的报告格式。

格式设定和标准曲线处理如前所述。

重新处理数据，在软件主画面下单击 **Batch** 图标，进入如下画面：



在 file 菜单下选 Data file...，打开要重新处理的样品数据文件，



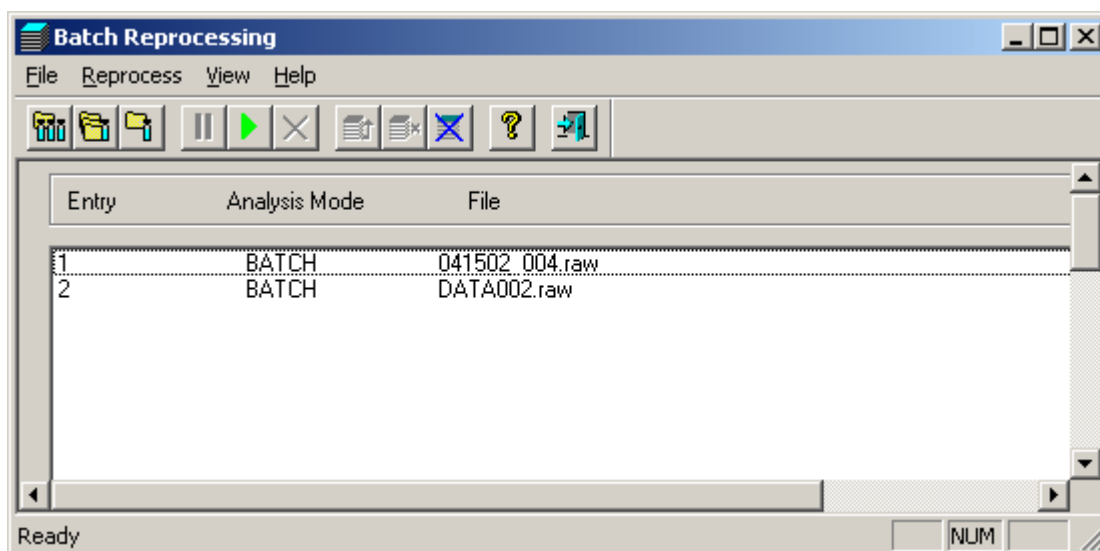
Data file: 要处理的样品数据文件

Method file: 包含标准曲线的方法文件

Report format file: 新的报告格式文件

其余选项如上选择即可，如果在处理时要打印结果，可在 Batch printer 出选择 windows 系统的打印机即可。如果选 None，重新处理完后也可在 **Results** 里面预览或打印结果。选择完后点 OK 即可。

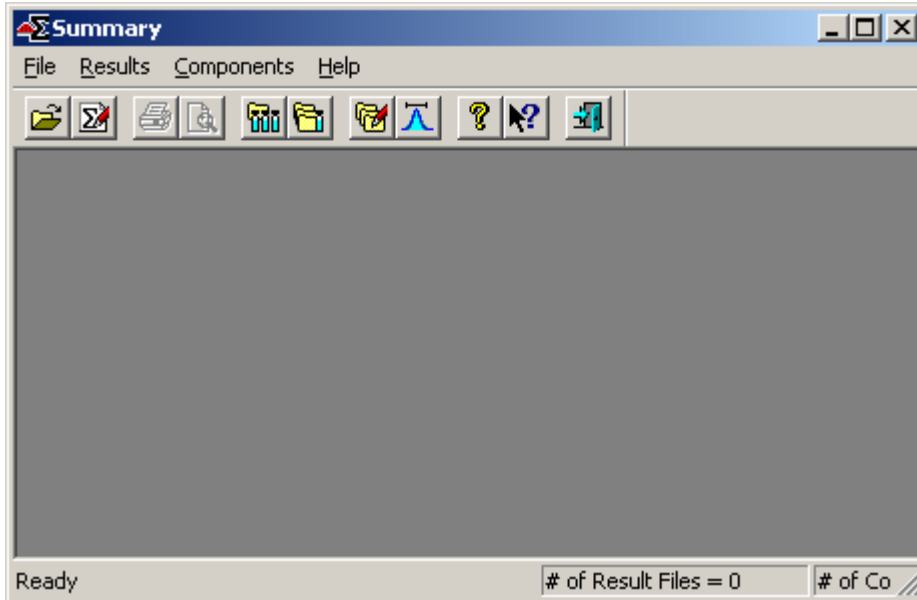
重复以上步骤，选择其它需要重新处理的数据文件。



所有要处理的数据添加完后，点绿色的三角图标（start），开始处理数据。完成后就可以在 **Results** 里面预览或打印结果。

数据统计:

在软件主画面下单击 Summary 图标，进入数据统计处理。

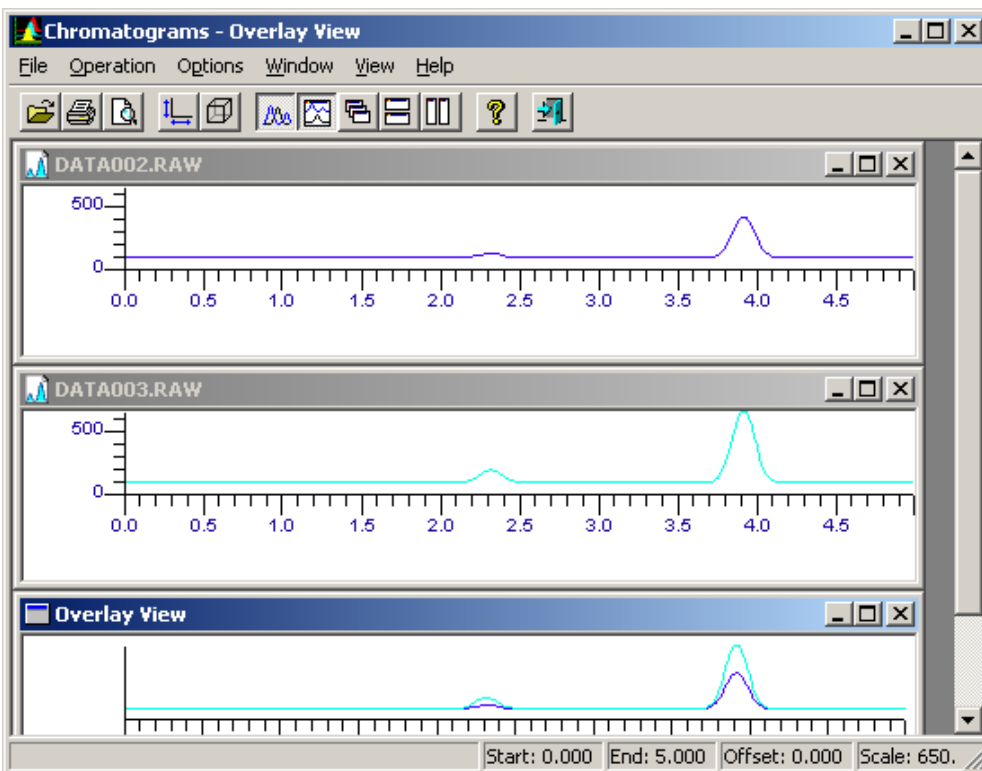


在 File 菜单下选 Open Format..., 打开一个统计结果格式文件，然后在 file 菜单下选 Edit format, 编辑这个格式文件。

在 Results 菜单下选 Edit file list..., 添加所有要统计的结果文件。

在 components 菜单下选 Load from method..., 选择一个生成结果文件的方法文件。

然后就可以预览统计结果了，也可打印统计结果。



谱图比较:

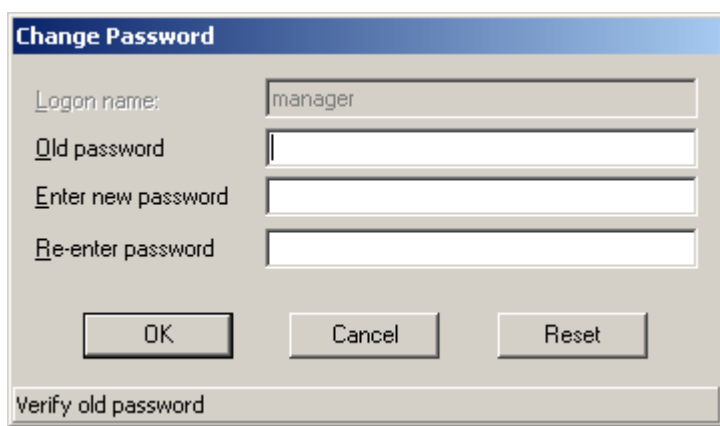
在软件主画面下单击

Chromatograms 图标，就进入了谱图比较画面。

可以同时打开几个色谱图进行比较。

更改系统密码:

在软件主画面下，从 Admin 菜单下选 Change Password，



在第一行输入老密码
在第二行输入新密码
在第三行再输入新密码
点 OK 即可

注意：不可忘记密码，否则不能进入软件系统。在重新安装软件第一次运行时，操作者和密码都是小写的 manager。忘记密码只有重新安装软件系统

本软件操作说明由尹显国根据 PerkinElmer Instruments 公司色谱软件 TotalChrom Workstation V6.2.X 编写，若有不当之处，敬请指正。

美国珀金埃尔默仪器（上海）有限责任公司
成都分公司 尹显国
028-86782887, 028-86782522 (fax)
13808012547 (cellphone) 邮编: 610017
成都市新化大道文武路 42 号 新时代广场 13-I
EMAIL: XIAN-GUO.YIN@PERKINELMER.COM