

安捷伦液相色谱系统 化学工作站



液相色谱系统化学工作站 入门手册

注意

安捷伦科技有限公司 ©, 2003

根据美国和国际版权法, 事先未经安捷伦科技公司书面许可, 本书的任何部分不得以任何形式复制 (包括存储为电子版、修改和翻译成外文)。

手册部件号

G2170-97200

版本

2003 年 6 月

德国印刷

Agilent Technologies, Deutschland GmbH
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn

Microsoft® 是美国微软公司的注册商标。

软件版本

本手册是用于安捷伦液相色谱系统化学工作站 A.10.xx 版, xx 指软件的修订版, 并不影响手册的技术准确性。

声明

本书内容, 在将来的版本中如有变动, 恕不另行通知。安捷伦科技公司对本材料, 及由此引出的任何商务和特殊用途不承担责任。安捷伦科技公司对本手册中可能有的错误或与装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。如果安捷伦科技公司和用户对本书中的警告术语有不同的书面协议, 这些术语与本书中的警告术语冲突, 则以协议中的警告术语为准。

技术许可

本书对硬件和 / 或软件的介绍已获得特许, 未经许可, 不得使用或复制。

权力限制说明

如果软件用于某一美国政府基本合同或次级合同, 软件的使用将作为下列情况之一被许可: 按照法案 DFAR252.227-7014 (1995 年 6 月) 确定的“商业计算机软件”; 或者按照法案 FAR2.101 (a) 确定的“商业条款”; 或者按照法案 FAR 52.227-19 (1987 年 6 月) 确定的“限制计算机软件”; 或者任何相当机构法规或合同条款。软件的使用, 复制或解密受安捷伦科技标准商业许可条款的管理, 美国政府的非 DOD 部门和机构将获得不比法案 FAR52.227-19 (c) (1-2) (1987 年 6 月) 大的权利。美国政府的用户将获得不比法案 FAR 52.227-14 (c) (1-2) (1987 年 6 月) 或 DFAR 252.227-7015 (b) (2) (1995 年 11 月) 确定的限制权利大的权利, 这一原则适用于任何技术数据。

安全注意事项

小心

小心提示表示危险。提醒您在操作过程中注意, 如果执行不当, 将影响产品或丢失重要数据。不要忽视小心提示, 直到完全理解和符合所指出的条件。

警告

警告提示表示危险。提醒您在操作过程中注意, 如果执行不当, 将导致人身伤害或死亡。不要忽视警告提示, 直到完全理解和符合所指出的条件。

内容提要

本入门手册详细介绍了安捷伦液相色谱系统化学工作站的操作步骤。如果按照本书的章节顺序进行操作，您将学会足以能分析自己样品的化学工作站基本操作。使用本手册单独一部分还可以了解特定的操作，或当您完成一项特定的分析操作时，可使用本手册的相应部分作为操作提示。

1 平衡系统

这一练习将使您掌握用化学工作站运行 Agilent 1100 系统的初始步骤。

2 建立运行校验样品的方法

这一练习将使您学会如何设置系统参数以运行单个样品并获得色谱图。

3 对信号进行积分

在得到一张好的色谱图时，您可按照这些操作说明调用信号并对其进行积分。

4 建立校准表

在本练习中，使用一组演示数据来设置不同类型的校准。

5 自动分析

这一练习将指导您掌握设置序列以进行自动分析。

目录

1	平衡系统	7
	准备工作	7
	配置用户界面	8
	调用缺省方法	10
	配置在线信号图	10
	冲洗泵	12
	设定平衡条件	13
2	建立运行校验样品的方法	15
	准备工作	15
	设置进样器	17
	设置泵	18
	设置柱温箱	19
	设置检测器	20
	二极管阵列检测器与多波长检测器	20
	可变波长检测器	20
	方法的保存	21
	运行方法	22
3	对信号进行积分	23
	对信号进行积分	24
	改变初始积分事件	25
	将信号图上的所选区域放大	25
	设定时控积分事件	26

目录

4	建立校准表	29
	建立单级外标 (ESTD) 校准	30
	对未知样进行定量	33
	在外标 (ESTD) 校准表中加入第二级和第三级校正点	34
	对未知样进行定量	35
	改变校准曲线类型	36
	重新校准一个级别	37
	建立单级内标 (ISTD) 校准	38
5	自动分析	41
	准备工作	41
	设置序列参数	42
	设定序列表	45
	运行序列	47

1 平衡系统

这一练习将指导您掌握 Agilent 1100 系统的平衡过程。在该练习中，将完成以下任务：

第 8 页的“配置用户界面”

第 12 页的“冲洗泵”

第 13 页的“设定平衡条件”

注意

这些操作指导说明了用于安捷伦等梯度样品（部件号为 01080-68702）的平衡步骤。如果您要使用不同的样品，就需要相应地调整条件。

准备工作

开始这个练习之前，要确保已准备好下列事项：

- Agilent 1100 系统组件已正确安装和连接。详细说明请参阅随仪器系统附带的硬件手册。
- 安装了合适的色谱柱。对于安捷伦的等梯度样品，我们推荐使用的色谱柱是 Zorbax Eclipse XDB C-8, 150 mm x 4.6 mm, 5 μ m, 部件号为 993967-906。
- 所有组件的电源均已打开。
- 化学工作站配置正确。关于配置编辑器 (Configuration Editor) 和化学工作站 (ChemStation)，请参看在线帮助。
- 溶剂瓶装满溶剂（A 通道为水，B 通道为乙腈）。



配置用户界面

化学工作站的方法与运行控制 (Method and Run Control) 视窗 (图 1) 允许您显示和控制仪器及运行参数。

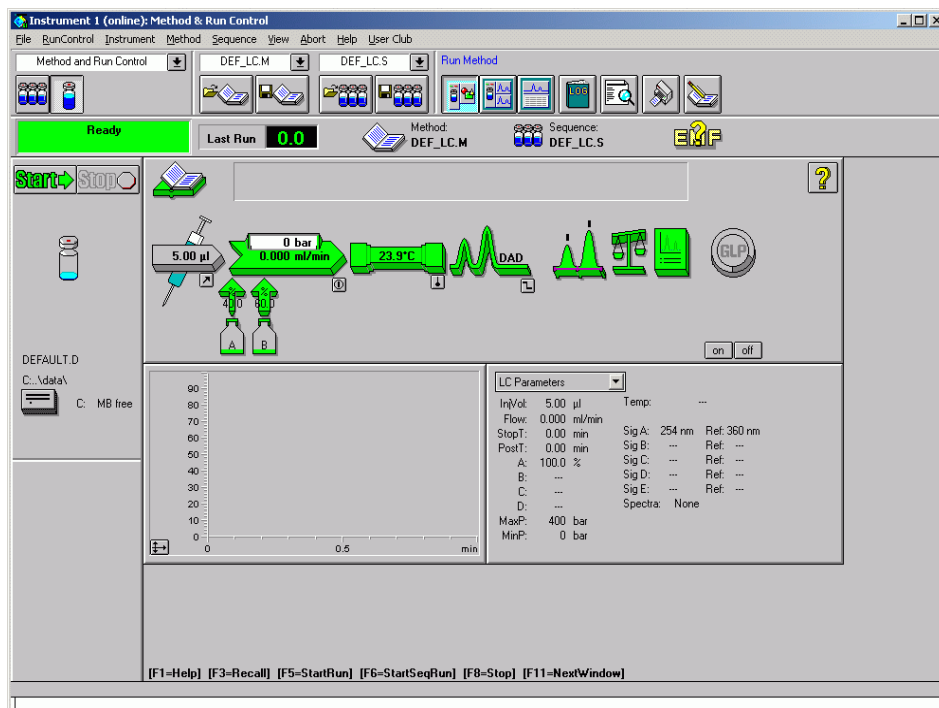


图 1 化学工作站的方法与运行控制 (Method and Run Control) 视窗

- 1 如有必要，切换至方法与运行控制 (Method and Run Control) 视窗：
视窗 (View) > 方法与运行控制 (Method and Run Control) (见图 2)

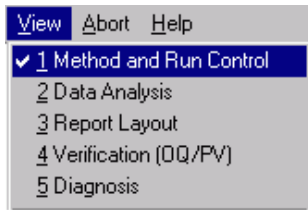



图 2 切换至方法与运行控制 (Method and Run Control) 视窗

- 2 单击  运行方法 (Run Method) 工具条的图标。
- 3 如有必要，切换至全菜单：

视窗 (View) > 全菜单 (Full Menu)

注 意

根据菜单的当前状态，视窗 (View) 菜单的这一命令项在全菜单 (Full Menu) 与短菜单 (Short Menu) 之间切换。

- 4 如果还没有显示进样示意图，按下述方法显示之：
视窗 (View) > 进样示意图 (Sampling Diagram)
- 5 如果还没有显示系统示意图 (System Diagram)，按下述方法显示之：
视窗 (View) > 系统示意图 (System Diagram)

调用缺省方法

- 1 显示**调用方法**对话框：
 文件 (File) > 加载 (Load) > 方法 (Method)
- 2 从方法列表中选择 def_1c.m。
- 3 单击 **OK** 以关闭对话框并调用该方法。

注意

在主工具条最上方的中间复选框中显示激活（调用）的方法名称。

配置在线信号图

- 1 显示信号视窗 (Signal Window):
 视窗 (View) > 在线信号 (Online Signals) > 信号视窗 1(Signal Window 1)
- 2 单击在线绘图视窗 (Online Plot) 中的**更改 (Change)**，以显示**编辑信号图 (Edit Signal Plot)** 对话框（见图 3）：

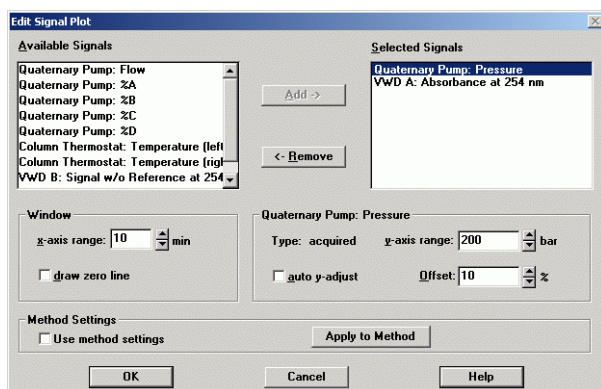



图 3 编辑信号绘图 (Edit Signal Plot) 对话框

- 3 从**可用的信号 (Available Signals)** 面板，根据您已经配置的检测器，选择 DAD 1A, MWD 1A 或 VWD A，然后单击**添加 (Add)**。
- 4 从**可用的信号 (Available Signals)** 面板，根据您已经配置的泵类型，选择二元 / 四元泵压力 (Binary/Quaternary Pump Pressure)，然后单击**添加 (Add)**。
- 5 在**选择信号 (Selected Signals)** 面板，选择**泵压 (pump pressure)**。
 - a 在**视窗 (Window)** 组，设定 **x- 轴范围 (x-axis range)** 为 10 min。
 - b 在**泵压力 (Pump Pressure)** 组，设定**范围 (Range)** 为 200 bar。
- 6 在**选择信号 (Selected Signals)** 面板，选择检测器信号。
 - a 设定 **y- 轴范围 (y-axis range)** 为 1000 mAU。
- 7 单击 **OK**。

冲洗泵


- 1 手工打开泵上的冲洗阀。详细说明请参阅随泵附带的硬件手册。
- 2 在系统示意图 (System Diagram) 中，单击泵图标，，并从菜单中选择**设置泵 (Set up Pump)**。
- 3 在**控制 (Control)** 组，设定**流速 (Flow)** 为 5 ml/min。
- 4 在**溶剂 (Solvents)** 组，设定 50% B（对于二元泵和四元泵）。
- 5 单击 **OK**，关闭该对话框。
- 6 在系统示意图 (System Diagram) 中，单击 ，使泵冲洗 10 分钟。

注 意

如果在系统示意图 (System Diagram) 中不能看见开 (On) 和关 (Off) 按钮，就移动在线绘图 (Online Plot) 视窗，这样就可看见。

- 7 10 分钟后，单击 停止冲洗。

设定平衡条件

- 1 在系统示意图 (System Diagram) 中，单击泵图标，，并从菜单中选择**设置泵 (Set up Pump)**。
 - a 在**控制 (Control)** 组中，设定**流速 (Flow)** 为 1 ml/min。
 - b 在**溶剂 (Solvents)** 组中，设定 80% B（用于二元泵和四元泵）。

注 意

如果要使用的样品不是安捷伦等梯度样品（部件号为 01080-68702），要调整分析的初始条件参数。

- c 单击 **OK**，关闭对话框。
- 2 5 分钟后。在线绘图框中检查是否出现泵压。
 - 3 观察在线压力图，当基线已经稳定后，再让系统持续给压至少 15 分钟以达到平衡。

1 平衡系统

设定平衡条件

2 建立运行校验样品的方法

这一练习将使您学会如何设置从标准样品采集数据的方法。在本练习中，您将完成以下任务：

第 17 页的 “设置进样器”

第 18 页的 “设置泵”

第 19 页的 “设置柱温箱”

第 20 页的 “设置检测器”

第 21 页的 “方法的保存”

第 22 页的 “运行方法”

注 意

这些操作指导说明了设定运行安捷伦等梯度样品（部件号为 01080-68702）的方法，如果您使用不同的样品，请相应地调整条件。

准备工作

在开始练习之前，要确保已准备好如下事项：

- 安装了合适的色谱柱。对于安捷伦的等梯度样品，我们推荐使用的色谱柱是 Zorbax Eclipse XDB C-8, 150 mm x 4.6 mm, 5 μ m, 部件号为 993967-906。
- 系统已经冲洗并达到平衡，参见第 1 章 “平衡系统”。



2 建立运行校验样品的方法

- 溶剂瓶装满溶剂（A 通道为水，B 通道为乙腈）。
- 已经在 2 ml 的样品瓶中准备好了样品，并用带隔垫的瓶盖密封。
- 调用了缺省方法 `def_lc.m`。

设置进样器




- 1 在系统示意图 (System Diagram) 中，单击进样器图标，从菜单中选择**设置进样器 (Set up Injector)**。
 - a 在**进样 (Injection)** 组，单击**标准进样 (Standard Injection)**，并设定**进样量 (Injection Volume)** 为 5.0 µl。
 - b 单击 **OK**，关闭**设定进样器 (Set up Injector)** 对话框。

设置泵


- 1 在系统示意图 (System Diagram) 中，单击泵图标，，并从菜单中选择**设置泵 (Set up Pump)**。
- 2 在**控制 (Control)** 组中，设定**流速 (Flow)** 为 1 ml/min。
- 3 设定**停止时间 (Stoptime)** 为 6 min。
- 4 设定**分析后时间 (Posttime)** 为 2 min。
- 5 在**溶剂 (Solvents)** 组，设定 80% B（对于二元泵和四元泵）。
- 6 在**时间表 (Timetable)** 中，单击**添加 (Append)**。
- 7 设定**时间 (Time)** 为 2.0 min 以及 %B 为 80。
- 8 再次单击**添加 (append)**，并设定**时间 (Time)** 为 6 min 并设定 % B 为 100。

注 意

如果要使用的样品不是安捷伦等梯度样品（部件号为 01080-68702），要调整分析的初始条件参数。

- 9 单击 **OK**，关闭该对话框。
- 10 在系统示意图 (System Diagram) 中，单击溶剂瓶图标，，从菜单中选择**填充溶剂瓶 (Solvent Bottles Filling)**。
- 11 键入溶剂 A 和溶剂 B 中的实际溶剂容积。
- 12 确保要选择“**若溶剂液面降低要防止继续分析 (Prevent analysis if level falls below)**”，以及“**溶剂用完时关闭泵 (Turn pump off if running out of solvent)**”复选框。
- 13 单击 **OK**，关闭该对话框。

设置柱温箱

- 1 在系统示意图 (System Diagram) 中，单击色谱柱图标，，并从菜单中选择**色谱柱温控方法 (Column Thermostat Method)**。

注 意

如果安装柱切换阀，应确保阀的位置设置在使用合适的色谱柱。

- 2 设定**温度 (Temperature)** 为 25°C。
- 3 单击 **OK**，关闭该对话框。

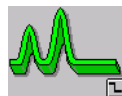
设置检测器


二极管阵列检测器与多波长检测器



- 1 在系统示意图 (System Diagram) 中，单击检测器图标，，从菜单中选择**设置 DAD 信号 (Set up DAD Signals)** 或**设置 MWD 信号 (Set up MWD Signals)**。
- 2 在**信号组 (Signals)** 中，选择**储存 (Store)** 波长 A 和 B。
- 3 在 A 行，设定**样品波长 (Sample)** 为 205 nm，**带宽 (Bw)** 为 10 nm，**参比波长 (Reference)** 为 400 nm，**带宽 (Bw)** 为 80 nm。
- 4 在 B 行，设定**样品波长 (Sample)** 为 280 nm，**带宽 (Bw)** 为 10 nm，**参比波长 (Reference)** 为 400 nm，**带宽 (Bw)** 为 80 nm。
- 5 在**所需灯 (Required Lamps)** 组中，选择**紫外 (UV)** 和**可见 (Vis)**。
- 6 在**峰宽 (响应时间) [Peakwidth (Responsetime)]** 组，显示下拉列表并选择 **>0.1 min (2 s)**。
- 7 在**狭缝 (Slit)** 组，显示下拉列表并选择 **4 nm**。
- 8 在**自动平衡 (Autobalance)** 组，选择**运行前 (Prerun)**。
- 9 单击 **OK**，关闭该对话框。

可变波长检测器



- 1 在系统示意图 (System Diagram) 中，单击检测器图标，，从菜单中选择**设置 VWD 信号 (Set up VWD Signals)**。
- 2 在**信号 (Signals)** 组，选择**波长 (Wavelength)** 为 254 nm。
- 3 在**峰宽 (响应时间) [Peakwidth (Responsetime)]** 组，显示下拉列表并选择 **>0.1 min (2 s)**。
- 4 单击 **OK**，关闭该对话框。

方法的保存

- 1 显示**方法另存为 (Save Method as)** 对话框：
文件 (File) > 另存为 (Save As) > 方法 (Method)
- 2 在**名称 (Name)** 域，键入 `testmeth`，单击 **OK**，关闭该对话框。
- 3 在**保存方法 (Save Method)** 对话框，在该域中键入说明 [例如，用于校验样品的方法 (Method for Checkout Sample)]，单击 **OK**，关闭对话框。

运行方法

- 1 将样品瓶放在自动进样器样品盘的位置 11 处。


注 意

如果您正在使用多孔板自动进样器，就要使用合适的位置，例如，1A1，详细说明请参考在线帮助。

- 2 单击工具条上的**单个样品 (Single Sample)**按钮 。
- 3 显示**样品信息 (Sample Info)**对话框：
运行控制 (RunControl) > 样品信息 (Sample Info)
- 4 在**操作者名称 (Operator Name)**域，键入您的姓名。
- 5 在**数据文件 (Data File)**组，
 - a 选择**前缀 / 计数 (Prefix/Counter)**
 - b 键入**子目录 (Subdirectory)** test (测试)，并按回车(Enter)
如果所输入的子目录不存在，将会显示一个警告信息。
- 6 在**样品参数 (Sample Parameters)**组，
 - a 在**位置 (Location)**域，键入 11，
 - b 在**样品名称 (Sample Name)**域，键入 Test Sample (测试样品)。
 - c 在**注释 (Comment)**域，键入测试样品的说明。
- 7 单击 **OK**，关闭对话框。
- 8 在进样示意图上，单击 。

注 意

也可以通过单击样品信息 (Sample Info) 对话框中的**运行方法 (Run Method)**按钮或按下键盘上的 **F5** 来开始运行方法。

- 9 完成运行后，单击系统示意图 (System Diagram) 上的  以关闭仪器，单击 **Yes**，确认关闭。

3 对信号进行积分

本练习指导您掌握对信号进行积分的过程。在这个练习中，您将完成下列任务：

第 24 页的 “对信号进行积分”

第 25 页的 “改变初始积分事件”

第 26 页的 “设定时控积分事件”

这个练习使用第 2 章 “建立运行校验样品的方法” 所得到的数据文件。不过，您也可使用来自 HPCHEM\n\DATA\DEMO （其中 n 表示仪器编号）文件夹中的演示数据文件 DEMODAD.D。



对信号进行积分

- 1 如有必要，切换至**数据分析 (Data Analysis)** 视窗：
视窗 (View) > 数据分析 (Data Analysis) (见图 4)。

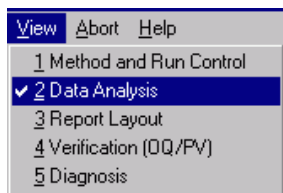



图 4 切换至数据分析 (Data Analysis) 视窗

- 2 在数据分析 (Data Analysis) 工具条上，单击  以切换至积分工作区。
- 3 调用从第 2 章 “建立运行校验样品的方法” 练习中得到的数据文件：
文件 (File) > 调用信号 (Load Signal)
- 4 在**调用信号 (Load Signal)** 对话框，打开 **TEST (测试)** 文件夹并选择文件。
- 5 在积分 / 报告 (Integration/Report) 工具条，单击  以转换至积分事件表。
- 6 在积分事件表中，单击下拉箭头，以显示可用的信号列表，根据采集数据所使用的检测器，选择 **VWD1 A** 信号，**DAD1 A** 信号 或 **MWD1 A** 信号。
如需了解其它可得到的信号信息，参见在线帮助。

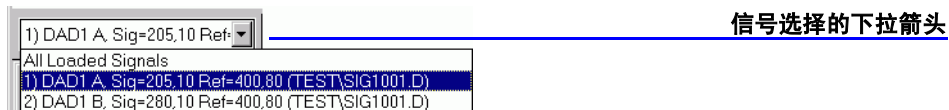





图 5 选择信号

改变初始积分事件

- 1 查看信号视窗下的积分结果表，以便获取有关积分峰的面积信息。
- 2 确定您想要积分的最小峰的面积。
- 3 在积分事件表中，单击**面积截除 (Area Reject)**事件的**数值 (Value)**栏，将数值设定为刚好小于要积分的最小峰的面积值。
- 4 在积分 / 报告 (Integration/Report) 工具条，单击  以对信号进行再积分。

将信号图上的所选区域放大

可以通过放大所选择的信号区域来检查积分基线。

- 1 在工具条，单击  以转换至放大光标。
- 2 在信号视窗，将十字光标置于您要放大区域的左下部（比如，信号基线以下到最小峰的左侧）。
- 3 单击鼠标左键，按住不放并拖动光标至您选择区域的右上角。
- 4 释放鼠标按钮，在信号视窗显示所选择的区域。
- 5 在工具条，单击  以缩小至初始大小。

注 意

您可以进行多次放大，以便聚焦到信号的特定部分。每次单击缩小工具，信号图的大小就返回到前一次的设定值。

设定时控积分事件

- 1 在工具条，单击下拉箭头，以显示积分事件列表（见图 6）。

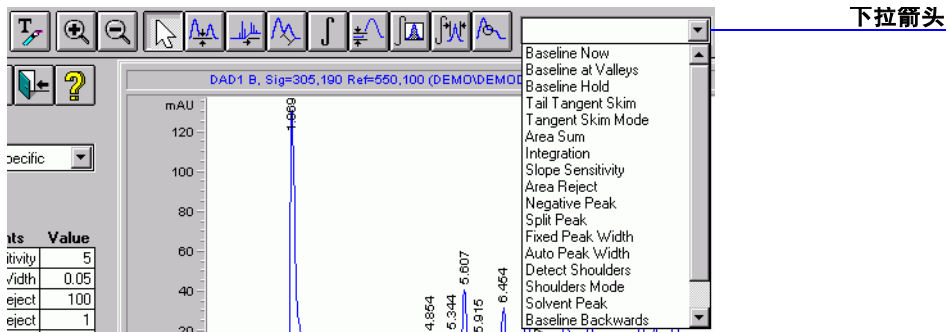





图 6 显示积分事件列表

- 2 从列表中选择积分 (Integration)。
- 3 在信号视窗中，将光标置于溶剂峰的左侧，并单击鼠标左键。
积分事件表中就增加了一行由光标位置选择的事件积分 (Integration)，同时显示 **OFF** 和时间。
- 4 将光标移动至溶剂峰右侧的一个新位置，单击鼠标左键。
积分事件表中又增加了一行由光标新位置选择的事件积分 (Integration)，同时显示 **ON** 和时间。
- 5 在积分 / 报告 (Integration/Report) 工具条，单击  以重新积分该信号。
注意：溶剂峰不再被积分，也不出现在积分结果表中。
如需详细了解可用的积分事件，请参考在线帮助。

- 6 在积分工作区工具条上，单击  以保存已修改的积分事件表，并关闭积分工作区。
- 7 在工具条上，单击  以显示**保存方法 (Save Method)** 对话框。
- 8 在**保存方法 (Save Method)** 对话框中，在文字域内键入说明 [比如，Modified integration events (修改的积分事件)]，并单击 **OK**，关闭对话框。

3 对信号进行积分 设定时控积分事件

4 建立校准表

本练习指导您学习整个建立校准表的操作过程。在这个练习中，您将完成以下任务：

第 30 页的 “建立单级外标 (ESTD) 校准”

第 33 页的 “对未知样进行定量”

第 34 页的 “在外标 (ESTD) 校准表中加入第二级和第三级校正点”

第 37 页的 “重新校准一个级别”

第 38 页的 “建立单级内标 (ISTD) 校准”

本练习采用 HPCHEM\n\DATA\DEMO 文件夹（其中 n 为仪器编号）中的演示数据文件。



4 建立校准表

建立单级外标 (ESTD) 校准

建立单级外标 (ESTD) 校准

- 1 如有必要，切换至数据分析 (Data Analysis) 视窗：
视窗 (View) > 数据分析 (Data Analysis) (见图 7)

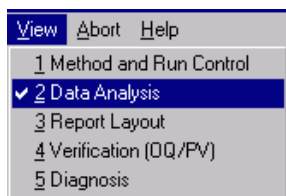



图 7 切换至数据分析 (Data Analysis) 视窗

- 2 在数据分析 (Data Analysis) 工具条，单击  以进入校准工作区。
- 3 调用第一个数据文件 005-0101.D 的信号 A:
 - a 文件 (File) > 调用信号 (Load Signal)
 - b 在调用信号 (Load Signal) 对话框，浏览至文件夹 **HPCHEM\n\DATA\DEMO**，其中 **n** 为仪器编号。
 - c 选择数据文件 005-0101.D。
 - d 单击全部 >> (Full >>) 按钮，显示信号信息 (参见第 31 页的图 8)。
 - e 选择第一个信号，DAD1 A 并单击 **OK**。
 - f 确保选择了调用后积分 (Integrate after load) 复选框。

这一校准样品中每种组分的含量为 100 ng。

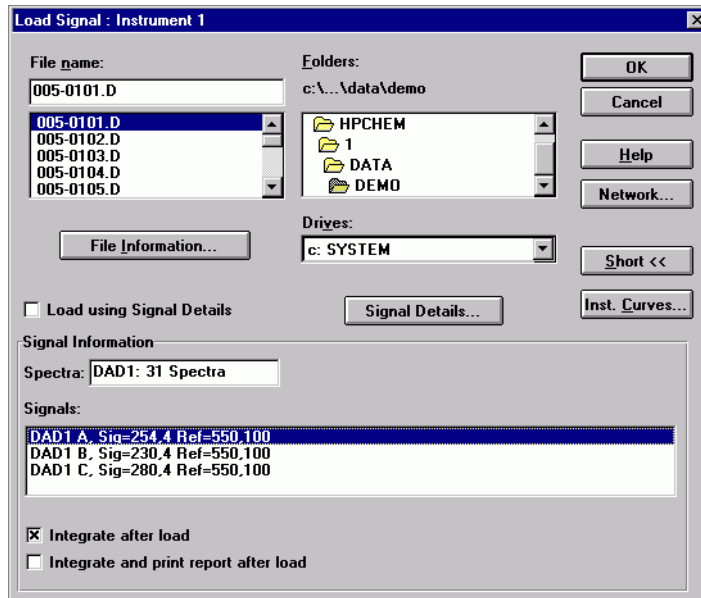


图 8 调用信号 (Load Signal) 的完整对话框

4 显示**校准 (Calibrate)**对话框 (见第 32 页的图 9):

校准 (Calibration) > 新校准表 (New Calibration Table)

4 建立校准表

建立单级外标 (ESTD) 校准

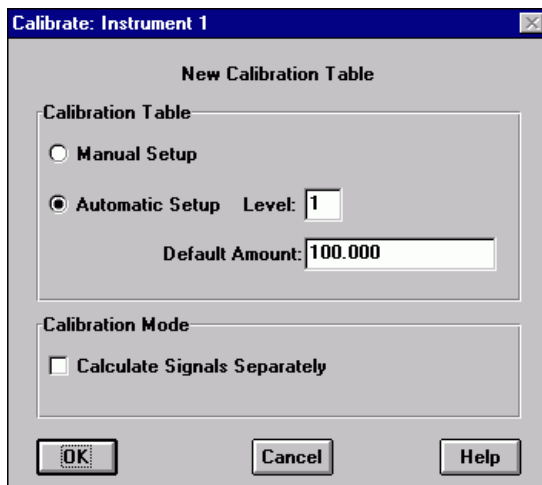


图 9 新校准表的校准 (Calibrate) 对话框。

- 5 在**校准表 (Calibration Table)** 组:
 - a 选择**自动建立 (Automatic Setup)** 选项
 - b 设定**级别 (Level)** 为 1。
 - c 设定**缺省样品量 (Default Amount)** 为 100。
- 6 单击 **OK**，关闭对话框并建立校准表。
- 7 在校准表的**化合物 (Compound)** 栏中，键入这 4 种化合物的名称 [比如：化合物 1 (Compound 1)、化合物 2 (Compound 2)、化合物 3 (Compound 3) 和化合物 4 (Compound 4)]。

对未知样进行定量

- 1 显示**设定报告 (Specify Report)**对话框:
报告 (Report) > 设定报告 (Specify Report)
- 2 在**打印输出方式 (Destination)**组, 选择**打印机 (Printer)**和**屏幕 (Screen)**。
- 3 在**定量结果 (Quantitative Results)**组:
 - a 单击**计算 (Calculate)**复选框的下拉箭头, 并从列表中选择**外标 (ESTD)**。
 - b 确保**基于 (Based On)**项设定为**面积 (Area)**, **排列方式 (Sorted By)**设定为**信号 (Signal)**。
 - c 单击**OK**, 关闭对话框。
- 4 在**类型 (Style)**组, 确保选择了**添加色谱图输出 (Add Chromatogram Output)**。
- 5 单击**OK**, 关闭**设定报告 (Specify Report)**对话框。
- 6 将方法保存为 testcal.m:
文件 (File) > 另存为 (Save As) > 方法 (Method)
- 7 从**演示 (DEMO)**文件夹中的数据文件 005-0102.D 调用信号 DAD1 A:
如需了解详细说明, 请参见第 30 页的“[建立单级外标 \(ESTD\) 校准](#)”步骤 3。
- 8 将定量报告打印到屏幕和打印机:
报告 (Report) > 打印报告 (Print Report)

4 建立校准表

在外标 (ESTD) 校准表中加入第二级和第三级校正点

在外标 (ESTD) 校准表中加入第二级和第三级校正点

- 1 从**演示 (DEMO)** 文件夹中的数据文件 006-0201.D 调用信号 DAD1 A:
如需了解详细说明, 请参见第 30 页的“**建立单级外标 (ESTD) 校准**”步骤 3。
这一校准样品中每种组分的含量为 200 ng。
- 2 显示**校准 (Calibrate)**对话框并选择增加新的一级(add a new level) (见图 10)。
校准 (Calibration) > 增加级别 (Add Level)

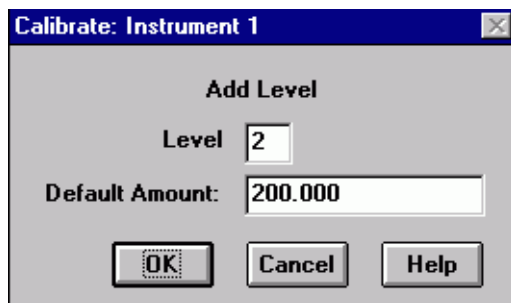


图 10 增加新级别的校准 (Calibrate) 对话框

- 3 确保**级别 (Level)** 是设定为 2。
- 4 在**缺省样品量 (Default Amount)** 域中键入 200。
注意, 校准表将对每个化合物的新级别进行自动更新。
- 5 从**演示 (DEMO)** 文件夹中的数据文件 007-0301.D 调用信号 DAD1 A:
如需了解详细说明, 请参见第 30 页的“**建立单级外标 (ESTD) 校准**”步骤 3。
这一校准样品中每种组分的含量为 300ng。
- 6 显示**校准 (Calibrate)**对话框以选择再增加一级 (见图 10)。
校准 (Calibration) > 添加级别 (Add Level)

在外标 (ESTD) 校准表中加入第二级和第三级校正点

- 7 确认**级别 (Level)** 是设定为 3。
- 8 在**缺省样品量 (Default Amount)** 域中键入 300。
- 9 保存方法
 文件 (File) > 保存 (Save) > 方法 (Method)

对未知样进行定量

- 1 从**演示 (DEMO)** 文件夹中的数据文件 005-0102.D 调用信号 DAD1 A。
如需了解详细说明，请参见第 30 页的“[建立单级外标 \(ESTD\) 校准](#)”步骤 3。
- 2 将定量报告打印到屏幕和打印机：
 报告 (Report) > 打印报告 (Print Report)

4 建立校准表

在外标 (ESTD) 校准表中加入第二级和第三级校正点

改变校准曲线类型

1 显示**校准设置 (Calibration Setting)** 对话框 (见图 11):

校准 (Calibration) > 校准设置 (Calibration Settings)

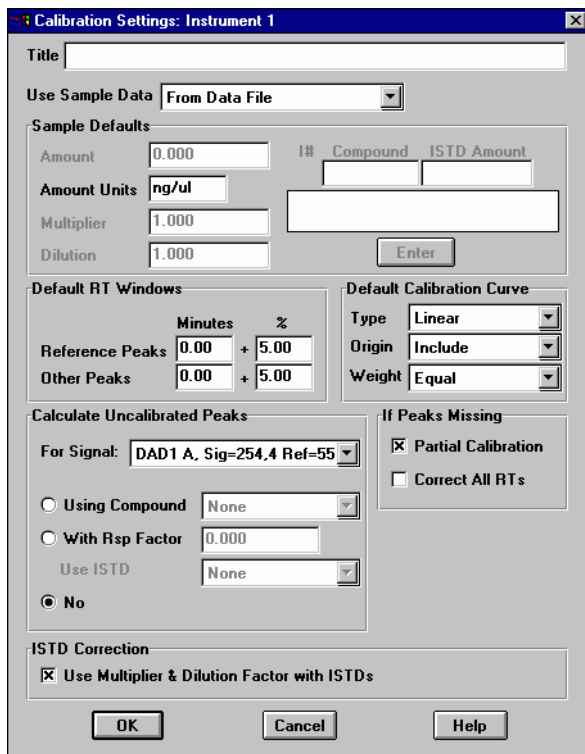


图 11 校准设置 (Calibration Setting) 对话框

2 在**默认校准曲线 (Default Calibration Curve)** 组, 选择**类型 (Type)** 为幂。

注意校准曲线的改变。

3 单击 **OK**, 关闭对话框。

4 重新定量未知样品 (数据文件 005-0102.D), 注意结果的变化:

报告 (Report) > 打印报告 (Print Report)

重新校准一个级别

- 1 从**演示 (DEMO)** 文件夹中的数据文件 005-0103.D 调用信号 DAD1 A。
如需了解详细说明，请参见第 30 页的“**建立单级外标 (ESTD) 校准**”步骤 3。
- 2 显示**重新校准 (Recalibrate)** 对话框（见图 12）。

校准 (Calibration) > 重新校准 (Recalibrate)

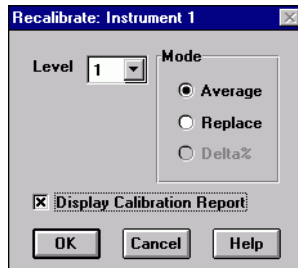


图 12 重新校准 (Recalibrate) 对话框

- 3 在**重新校准 (Recalibrate)** 对话框中，设定**级别 (Level)** 为 1，**模式 (Mode)** 为**平均 (Average)**。
- 4 单击 **OK**，关闭对话框。
- 5 选择**显示校准报告 (Display Calibration Report)**。
- 6 当报告显示出来后，注意数据变化，然后关闭报告并接受重新校准。
- 7 从**演示 (DEMO)** 文件夹中的数据文件 005-0102.D 调用信号 DAD1 A。
如需了解详细说明，请参见第 30 页的“**建立单级外标 (ESTD) 校准**”步骤 3。
- 8 将定量报告打印到屏幕和打印机：

报告 (Report) > 打印报告 (Print Report)

建立单级内标 (ISTD) 校准

本练习采用与外标 (ESTD) 校准相同的数据文件，但将第二个峰确定为内标物。

1 调用缺省方法， def_lc.m:

文件 (File) > 调用 (Load) > 方法 (Method)

2 从**演示 (DEMO)** 文件夹中的数据文件 005-0101.D 调用信号 DAD1 A。

如需了解详细说明，请参见第 30 页的“**建立单级外标 (ESTD) 校准**”步骤 3。

3 显示**校准 (Calibrate)** 对话框（见第 32 页的图 9）：

校准 (Calibration) > 新校准表 (New Calibration Table)

4 在**校准表 (Calibration Table)** 组：

a 选择**自动设定 (Automatic Setup)** 选项。

b 设定**级别 (Level)** 为 1。

c 设定**缺省样品量 (Default Amount)** 为 100。

5 单击 **OK**，关闭对话框，就建立了校准表。

6 在校准表的**化合物 (Compound)** 栏，键入 3 种化合物和内标物的化合物名称 [比如：化合物 1 (Compound 1)、内标 (IntStd)、化合物 2 (Compound 2) 和化合物 3 (Compound 3)]。

7 单击第二个峰的内标 (ISTD) 栏，选择下拉箭头并选择 **Yes**，然后，单击校准表的任何其他位置以显示**校准表 (Calibration Table)** 对话框（见图 13）。

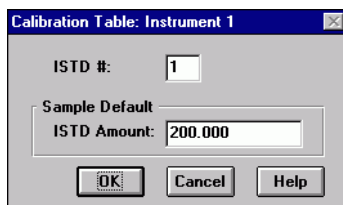


图 13 校准表 (Calibration Table) 对话框

8 在**校准表 (Calibration Table)** 对话框，

a 设定**内标编号 (ISTD #)** 为 1。

- b 设定**内标含量 (ISTD Amount)** 为 200。
 - c 单击 **OK**，关闭**校准表 (Calibration Table)** 对话框。
- 9 在第二个峰的**含量 (Amt)** 栏，设定内标物含量为 200。
- 10 显示**设定报告 (Specify Report)** 对话框：
报告 (Report) > 设定报告 (Specify Report)
- 11 在**打印输出方式 (Destination)** 组，选择**打印机 (Printer)** 和**屏幕 (Screen)**。
- 12 在**定量结果 (Quantitative Results)** 组：
 - a 单击**计算 (Calculate)** 复选框的下拉箭头，并从列表中选择**内标 (ISTD)**。
 - b 确保**基于 (Based On)** 项设定为**面积 (Area)**，**排列方式 (Sorted By)** 设定为**信号 (Signal)**。
- 13 保存方法为 testcal2.m：
文件 (File) > 另存为 (Save As) > 方法 (Method)
- 14 从**演示 (DEMO)** 文件夹中的数据文件 005-0102.D 调用信号 DAD1 A。
如需了解详细说明，请参见第 30 页的“**建立单级外标 (ESTD) 校准**”步骤 3。
- 15 将定量报告打印到屏幕和打印机：
报告 (Report) > 打印报告 (Print Report)

4 建立校准表

建立单级内标 (ISTD) 校准

5 自动分析

本练习指导您学习建立序列的全过程。在本练习中，将要进行如下项目：

第 42 页的 “设置序列参数”

第 45 页的 “设定序列表”

第 47 页的 “运行序列”

准备工作

在开始本练习之前，要确保准备好如下事项：

- 要有一定数量的样品来作自动运行，
- 样品在相同色谱条件（色谱柱、溶剂系统）下运行。



设置序列参数

- 1 如有必要，切换至**方法与运行控制 (Method and Run Control)** 视窗：
视窗 (View) > 方法与运行控制 (Method and Run Control) (见图 14)

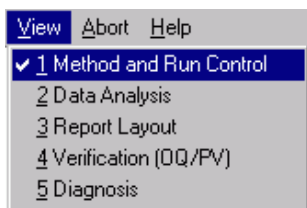



图 14 切换至方法与运行控制 (Method and Run Control) 视窗

- 2 单击  主工具条上的，切换至序列 (Sequence) 面板。
- 3 调用缺省序列， `def_lc.s`：
文件 (File) > 调用 (Load) > 序列 (Sequence)
- 4 显示**序列参数 (Sequence Parameters)** 对话框 (见图 15)：
序列 (Sequence) > 序列参数 (Sequence Parameters)

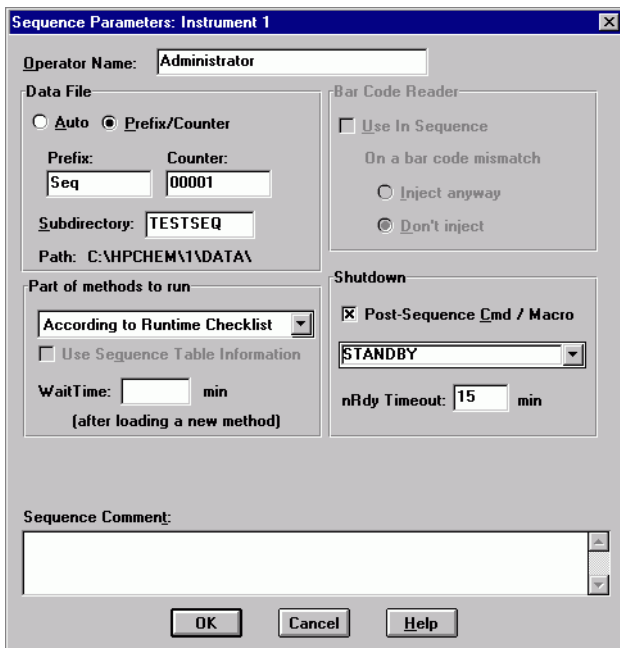


图 15 序列参数 (Sequence Parameters) 对话框

- 5 在序列参数对话框 (Sequence Parameters) 中的操作者姓名 (Operator Name) 域键入您的姓名。
- 6 在数据文件 (Data File) 组:
 - a 选择前缀 / 计数器 (Prefix/Counter)
 - b 键入前缀名, 比如: Seq。
 - c 让计数器设定为默认值 (0001)。
 - d 键入子目录 (Subdirectory) 名, 比如: TestSeq, 在对话框其它部分单击鼠标, 在出现的信息框中单击 **OK** 以创建该子目录。

这些参数将使序列样品分析自动以 Seq0001, Seq0002, ..., Seq000n 生成数据文件名称, 并将它们置于新的子目录 TestSeq 中。

- e 在停机 (Shutdown) 组中, 选择序列后宏命令 (Post-sequence Cmd/Macro)。
- f 单击下拉箭头, 选择待机 (STANDBY)。
- g 设定未就绪暂停 (nRdy Timeout) 为 15 min。

5 自动分析

设置序列参数

这样就确保一旦出现错误条件，如果系统不运行持续 15 分钟后，系统将自动关闭。

单击 **OK**，关闭**序列参数 (Sequence Parameters)** 对话框。

设定序列列表

- 1 显示**序列列表 (Sequence Table)** (见图 16):
 序列 (Sequence) > 序列列表 (Sequence Table)

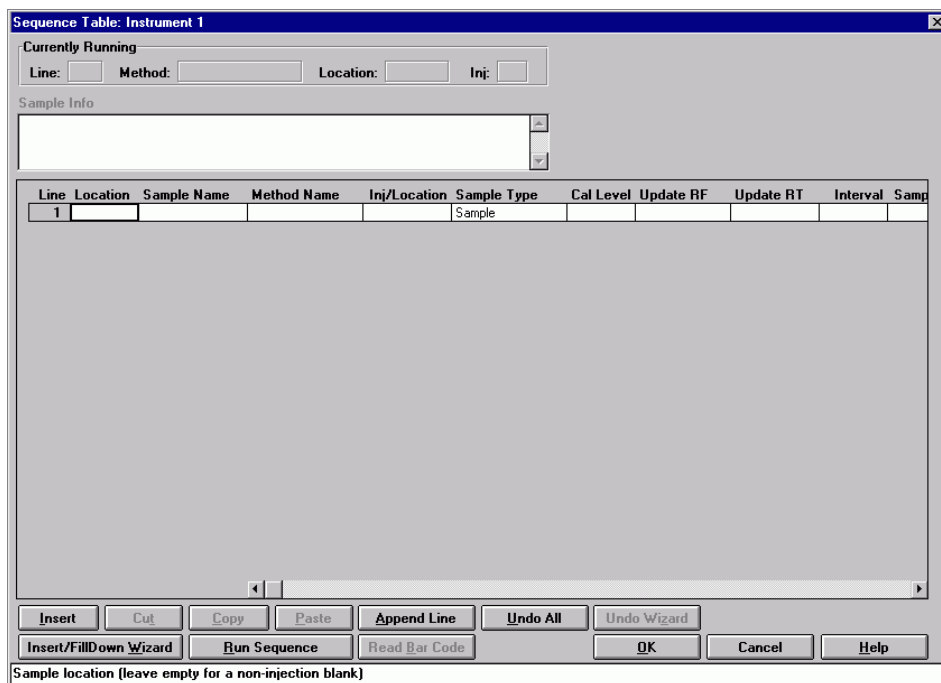


图 16 序列列表 (Sequence Table)

- 2 用强制性信息完成**序列列表**的第一行:
 - a 键入**样品位置 (Sample Location)**。
 - b 单击**方法 (Method)** 单元，从显示的下拉列表中选择一个方法。
 - c 键入这个位置样品的进样次数。


5 自动分析 设定序列表

您还可选择完成其它域。注意用水平滚动条可以使您访问表右侧的栏。如需详细信息请参阅在线帮助和了解您的化学工作站手册。

- 3 单击**添加行(Append Line)**按钮，以在表上加入新行，按照前面的步骤完成该行。
- 4 在**序列表(Sequence Table)**上为每个样品都完成了对应的行时，单击**OK**，关闭**序列表(Sequence Table)**。
- 5 用新的名称保存序列：

序列(Sequence) > 序列保存为(Save Sequence As)

运行序列

- 1 根据在**序列表 (Sequence Table)** 的条目，确保您的样品放在自动进样器的样品盘的正确位置。
- 2 单击  以开始运行序列。

5 自动分析 运行序列

www.agilent.com

内容提要

本书提供安捷伦化学工作站的详细操作指导，使您初步掌握化学工作站的使用。本手册包括以下的内容：

- 平衡系统
- 建立运行校验样品的方法
- 对信号进行积分
- 建立校准表
- 自动分析

安捷伦科技公司 © 2003

德国印刷
2003年6月



G2170-97200



Agilent Technologies