

岛 津 C-RIA

色 谱 数 据 处 理 机

仪 器 手 册 译 文

广 西 药 检 所 印

1 9 8 5

島津 C-R1A 色譜數據處理機 儀器手冊譯文

丁 濟 譯
張景釗 校

目 录 表

1 一般说明	1
1.1 引言	1
1.2 规格	1
2 检查和安装	3
2.1 标准附件	3
2.2 开箱	3
2.3 联接到分析仪器上	4
2.3.1 不使用监控记录器(独立的记录器)时	4
2.3.2 使用监控记录器(独立的记录器)时	4
2.4 接地	6
2.5 改变电源电压	7
2.6 装记录纸	7
2.7 记录纸的管理	8
2.8 数据保护开关和 Ni-Cd 电池	8
2.9 自我诊断	8
3 控制器板	10
4 参数	15
5 文件	15
6 峰处理和它们的参数	16
6.1 峰检测和面积积分	16
6.2 拖尾峰的处理	17
6.3 基线校正和未分离峰的处理	18
6.4 消除无关峰(包括噪音)	22
6.4.1 用峰宽(WIDTH)消除无关峰	22
6.4.2 用峰面积(或峰高)(最小面积)消除无关峰	22
6.4.3 用事先设定积分止动键消除无关峰	22
6.5 分析终止时间(STOP TIME)的设定	23

6.6 分析运转期间参数的改变	23
6.6.1 WIDTH和SLOPE的自动改变	23
6.6.2 分析运转期间注意参数变化	25
6.7 测量峰高	26
6.7.1 测量峰顶高	26
6.7.2 测量平均峰高	26
6.8 峰处理概括指导	27
7 操作步骤(最简单分析实例)	32
8 键的操作	35
9 当记录器操作	36
9.1 记录	36
9.2 色谱零点核对(电平测定)	36
9.3 温箱温度和热导检测器(TCD)桥路电流的测量	37
10 书写日、时和备忘录	38
10.1 书写日期和时间	38
10.2 书写备忘录	38
11 参数和表目录	40
12 标准操作步骤	41
13 校准和定性	42
13.1 校准的理论	42
13.2 定量方法和方程式	45
14 定性/定量标准和它们的程序	46
14.1 鉴别的理论	46
14.2 ID号码(井)	47
14.3 时间带方法和时间窗方法	47
14.4 相邻峰的鉴定	49
14.5 ID表	49
14.5.1 ID表参数	49

14.5.2 ID表的制备	51
14.6 设定方法	62
15 面积归一法以外方法的完整分析步骤	64
15.1 响应因子是已知的场合	64
15.2 未知响应因子一点校准曲线法	66
15.3 未知响应因子两点校准曲线法	69
16 各种灵敏度和定量计算方法指导	71
16.1 只作鉴定或只有成分名字, 要求使用归一化法时	71
16.2 校正的面积归一化	71
16.2.1 总量不是100%	71
16.2.2 当希望做成 Total 1000% 时(归一化到1000%)	72
16.3 内标方法	72
16.3.1 设定样品重量(SPL WT)和内标物重量(IS WT)	72
16.3.2 要求用绝对重量表示结果时	73
16.3.3 样品重对内标重的比例是常数时	73
16.3.4 样品重量是恒量时	73
16.3.5 使参比值成为100%的方法	74
16.4 外标方法	75
16.4.1 设定样品重量(SPL WT)	75
16.4.2 使参比值成100%的方法	76
16.4.3 使用单一成分标准样品进行校准的方法(1)	76
16.4.4 使用单一成分标准样品进行校准的方法(2)	77
17 时间程序	78
17.1 时间程序的描述	78
17.2 编写时间程序的步骤	81
18 自动程序	83
18.1 自动程序的描述	83
18.2 设定自动程序的步骤	85

19	改正和消除ID表, 时间程序和自动程序步骤	87
19.1	改正步骤	87
19.2	清除全部表的存储步骤	89
20	在运行校准中失误的消除(标准样品分析)	89
21	错误信息(LMT-D Print-out)	90
22	组合法	91
22.1	取同样峰高的组合法	93
22.2	用BAND的相邻峰组合法	94
22.3	校准组合 没有纯组分标准样品时合用	95
23	多垂计标	96
24	峰峰有参量	97
25	适用于各种分析的例子	99
25.1	火焰光度检测器(FPD)上硫化化合物的分析	99
25.1.1	一般操作	99
25.1.2	气味分析	99
25.2	PCB分析	102
25.3	分析城市大气和自然大气(计标大卡和比重)	103
25.4	测定LPG(计标大卡、蒸气压和液体比重)	105
25.5	克分子浓度%和重量浓度%两者都需要数据时	106
25.6	计标从参比值偏离的数据	107
25.7	联合使用一和二点校准曲线法	108
25.8	用添加标准法定量	108
25.9	用多垂内标方法定量	109
25.10	用虚线校准曲线方法定量	110
25.11	用自动进样器操作	112
25.11.1	配用自动进样器AOC-6B.7	112
25.11.2	标准样品和未知样品的自动重复分析	112
25.12	组成自动气相系统	116

26 其它任选附件	120
26.1 输入选择器	120
26.2 遥控开关和遥控接头	120
26.2.1 遥控开关 RSW-100A	120
26.2.2 对 GC 的遥控电缆	120
26.2.3 遥控接头	120
27 维护	121
27.1 更换记录笔	121
27.2 供应品	124
27.3 修理部分	125

島津C-R1A 色譜數據處理機儀器手冊

1 一般說明

1.1 引言

C-R1A色譜處理機是一個作色譜用的數據處理機，和一個熱敏印刷繪圖器相結合的儀器，它能夠印出圖譜（波形），並在同一記錄紙上打印出處理數據（數值）。

1.2 規格

(1) 輸入

輸入通道數： 1

輸入電壓範圍： $-5\text{ mV} \sim +1\text{ V}$

輸入阻抗： $10\text{ M}\Omega$

(2) 峰處理（峰面積和峰高計算）

不論峰面積，峰高或平均高度均可測量。

處理峰的數目：最多 339 個峰。

注：根據存儲器的使用情況，這個數目會酌減的。（見 24 章）

最小峰寬： 0.2 (秒) 。

保留時間： 6 位數（直到 7,999.99 分）。

峰面積： 10 位數（直到 9,999,999,999 微伏·秒）。

峰高： 7 位數（直到 9,999,999 微伏）。

峰處理的方式： 完全自動或手動設定。

峰拖尾的識別： 自動或由時間設定（在任何持續時間）。

(3) 鑒別

保留時間： 可選擇絕對或相對保留時間。

保留時間的容許偏差： 可以選用時間帶或時間窗方法，鑒定的方法也可以配合時間窗和洗脫次序（elution order）。

鑒定峰的能力： 最多 163 個峰（見 24 章）

(4) 記錄

色譜圖和處理數據兩者都打印在同一記錄紙上。

記錄形式： 熱敏打印繪圖器（Thermal sensitive printer plotter）

记录纸宽度: 20 cm (厘米)

记录纸供应速度: 0.02 — 50 mm/min (毫米/分)

笔的速度: 0.89 秒/满刻度, 57 字母/秒。

记录量程: 1 mV (用时间程序能自动改变刻度)。

(5) 定量计算

定量方法: 峰面积归一化 (Area Normalization)。

校正峰面积归一化 (Corrected Area Normalization)。

用校正系数校正峰面积归一化 (Corrected Area Normalization with scale factor)。

内标 (Internal standard)。

外标 (External standard)。

指数计算 (Exponential calculation)。

(用火焰光度计 FPD 分析)

组合: 相邻峰的组合, 组内各组峰的组合, 及选择组合; 具有或者没有同一响应因子峰的组合; 最大 20 组。

多重计算功能: 附加有可能用分步计算程序进行算术计算运行的指令点。

(6) 校准运行

a. 可以使用 2 个不同浓度的标准样品进行校准 (两点校准曲线方法)。

b. 可以使用几个分析的平均值进行校准。

c. 可用指数计算进行校准。

d. 可以自动校正保留时间 (校正测量偏差的设置值)。

e. 如果遇到失败的分析, 可以消除。

(7) 其它功能

a. 文件数目: 8 个 (电源故障时受到保护)。

b. 可打印已存储的样品名称及柱管条件等。

c. 分析开始的月、日、时和分可以打印出来。

d. 可以时间程序 (用时间控制)。

e. 可以自动程序 (作自动分析)。

(8) 性能

动力范围: 10^6 ($1 \mu V$).

积分灵敏度: $1 \mu V \cdot \text{Sec}$ (=面积的1位数).

线性: $\pm 0.1\%$ 内.

重现性: 一天内有 $1 mV$ 峰高和 20 秒半峰宽的重现性.

变异系数(CV): 面积: $\pm 0.1\%$. 峰顶高: $\pm 0.5\%$ 以内.

平均峰高: $\pm 0.1\%$ 以内.

(9) 工作条件, 尺寸和重量

电源: AC $100V \pm 10V$ 或 AC $115V \pm 10V$ (可选用), $1.6 A$, $50/60$ Hz (或 AC $220V \pm 22V$ 或 AC $240V \pm 24V$ (可选用), $0.8 A$).

外界温度: $0 - 40^\circ C$.

相对湿度: $0 - 80\%$.

体积: 阔 $419 mm$, 深 $505 mm$, 高 $177 mm$.

重量: 约 $25 kg$.

2 检查和安装

2.1 标准附件

C-R1A色谱处理机按表 2.1 表明的标准附件供给, 打开包装时注意核对。

NO	Description (说明)	Part No (编号)	Qty (数量)
1	C-R1A 热敏记录纸 (50米)	221-13391-03	1
2	C-R1A 信号电缆	221-17570-03	1
3	记录纸轴	221-14379	1
4	仪器手册	221-20497	1

2.2 开箱

插电源前, 必定照图 2.1 所示除去记录笔保护片, 先拿出图纸部分上面的盖①, 然后除去②两个螺钉, 小心操作不要将螺钉落在仪器里面。翻起前面然后轻轻向后滑动举出主机盖③, 移去 4 块泡沫塑料 (笔的每边有一块, 笔下有一块, 一块在滚轴的右边), 然后按相反的次序, 重新将①、②、③加上, 小心不要使记

录笔和盖子碰撞。

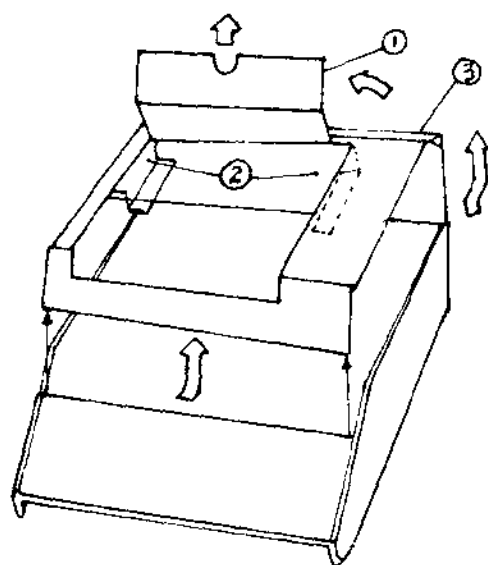


Fig. 2.1 Removal of Pen Protection Pieces.
(除去笔保护片)

2.3 联接到分析仪器上

色谱处理机在其左边提供标有“+”“-”和“E”的三个接头，从分析仪器出来每一个信号+，-和E(GND(地))与相对接头连接，务必使用一个有2个芯的屏蔽电缆作为输入电线，因为弱至 $1\mu\text{V}$ 的电压是可以被传导的。为防止噪音，使用电缆的长度尽可能短，一根有标记的电线供作这个连接。

2.3.1 不使用监控记录器(独立的记录器)时

单独连接色谱数据处理机，接到分析仪器的记录器接头上，仪器的记录器衰减控制器应该开到最高位(一般“1”)，记录衰减的变化必须受色谱数据处理机的操作键的影响，而不受色谱仪的影响。

2.3.2 使用监控记录器(独立的记录器)时

假如分析仪器上具有积分器接头或 1V 输出接头，接色谱处理机到这些接头上，在某些分析仪器中，监控记录器的记录量程和色谱处理机可能不一致，但这样对分析数据没有影响。

如果分析仪器没有供给积分仪或其它接头，信号就必须从分析仪器内部取出，这在下述章节中表明。

1) 热导检测器(TCD)的情况

一般热导检测器的输出电压是在0—1V范围内,不需要输出分路,因此输入电缆如图2.2所示,可在TCD衰减器之前信号线取出。但必须注意此处极性选择开关必须经常放在衰减器前面,因为不论极性选择开关的位置色谱处理机的输入电压必须是正的。

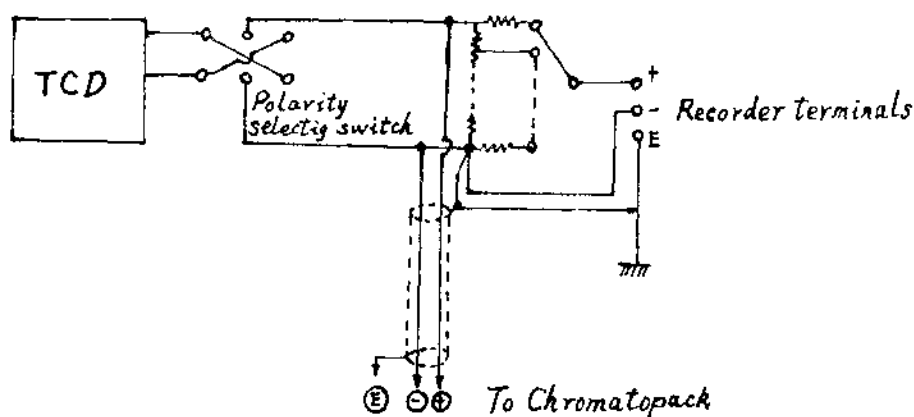


Fig. 2.2 Connection of TCD to chromatopac

注意:

- (1) 假如“-”和“E”在GC一边短路,“E”可以从“-”处取出。
- (2) 假如“-”和“E”在GC一边没有短路,在色谱处理机输入端将它们短路。

2) 火焰电离检测器(FID),电子捕获检测器(ECD),氢离子检测器(AID)和液体色谱仪(LC)的情况

在FID条件下,使用一个测量电表时,输出电压会高于1V,这样的情况下,输出电压必须用电阻分流。取出信号的方法依赖于接地的位置,即是“-”的一边还是“+”的一边的信号线接地,这在图2.3和2.4中表示。

电压分配的比率可以从方程式(2-1)求得,以便记录器的信号水平会与色谱处理机信号水平一致,为1:1。

$$\text{电压分配比率} = \frac{1 \text{ mV}}{\text{最大范围处的电压}} = \frac{R_4}{R_3 + R_4} = \frac{R_2}{R_1 + R_2} \approx \frac{R_2}{R_1} \quad (\text{Eq. 2-1})$$

因此量程GC—3A或4A,最大范围处电压是0.05V (50 mV),从

式(2-1)得到比率是 $R_2/R_1 = 1/50$.

考虑到噪音, R_2 电阻的电阻值应小于 $1\text{ K}\Omega$.

对岛津GC-3A和4A, R_1 用 $50\text{ K}\Omega$, R_2 用 $1\text{ K}\Omega$.

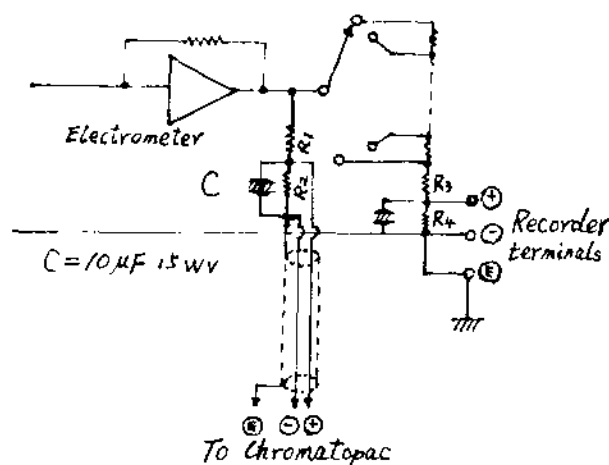


Fig. 2-3 Connection of Electrometer to Chromatopac

(When grounded at the '-' side.)

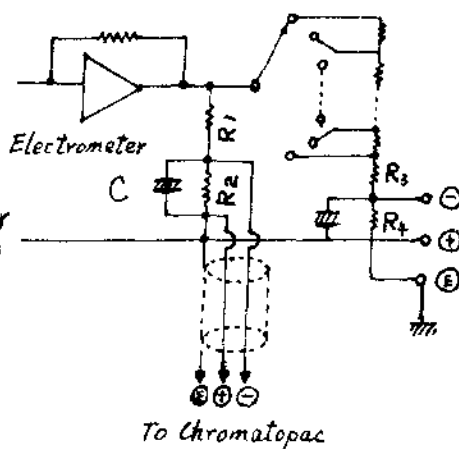


Fig. 2-4 Connection of Electrometer to Chromatopac

(When grounded at the '+' side)

3) 除GC和LC 以外其它仪器的情况

联结到原子吸收分光光度计, 其它分光光度计, CHN 分析仪或薄层色谱扫描仪时, 从记录器接头“+”, “-”和“E”取出信号。可是如岛津CHN分析仪, “-”极不接地时, 且“-”和“E”极的短路不会引起故障, 或者在记录器一边或者在色谱处理机输入边使“-”和“E”短路。

4) 氨基酸分析仪的情况

i) 输出是光吸收度时: 直接接到记录器接头。

ii) 输出是透射% (在 $\log$ 刻度): 因为需要转换到线性刻度, 通过对数转换器 (LOG-1A, 在选附件) 连接。详情见对数转换器仪器手册。

2.4 接地

主机经常保持接地。把AC电线的3P插头插入一个只接地的插座。假如没有专用接地的插头, 在你插进AC插头前, 必须把接到AC插头的接合器接地或者

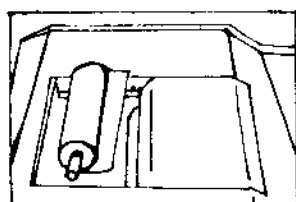
主机后的接地端子接地。

2.5 改变电源电压

装运时，仪器放在工作电压 100 V (220 V) 处。假如你要在 115 V (240 V) 区使用，移出主机背面标有“100 V (220 V)”的字板，将开关反方向拨，重新把字板放回仪器背面标有“115 V (240 V)”处。

2.6 装记录纸

- 1) 仪器插入插头，开右边的电源开关，等候绿色的 READY 灯亮。
- 2) 在一卷记录纸的芯中，穿入一根轴，把这卷纸放入盖下面的箱中。

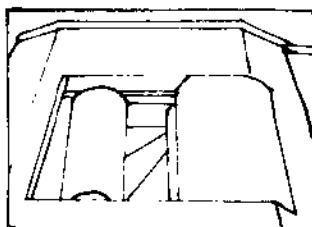


- 3) 照下图所示折叠记录纸的左端。

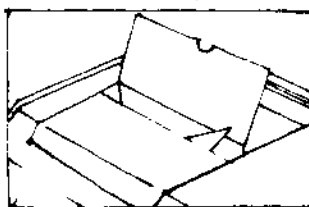


- 4) 按  键。

- 5) 当绘图器橡胶滚轴旋转时，将记录纸末端推进去，直到把它卷进去了。



- 6) 记录纸的末端从顶上出现时，盖上盖，当已经供出需要长度的记录纸时，再按  键。



2.7 记录纸的管理

因为记录纸是一种热敏纸，受热要化学显色，避免下述情况：

- 1) 贮存于高温(超过 70°C)和高湿度环境。
- 2) 长时间暴露于直接阳光。
- 3) 使用含溶剂的粘合剂。
- 4) 与刚复印过的重氮复印纸处于密切接触状态。
- 5) 与含有一定量增塑剂的塑料薄膜(如PVC film 聚氯乙烯薄膜)长时间密切接触。小心使用R/A热敏记录纸。当一捲纸差不多用完时，标记有一种记号。没有装记录纸操作会损坏记录笔和胶滚轴。

2.8 数据保护开关(DATA PROTECT Switch)和Ni-Cd 电池

这种仪器内装有一个可充电的Ni-Cd 电池，操作过程中只有当仪器左边数据保护开关放在up(上面)位置，Ni-Cd 电池才充电。

参数的保护时间是电源除去后约2个月(供给的电池是新充电或充足电的)。即数据保护开关保持在up位置，通电时，电池可充电，并且电源切断时，由于这种充电，参数可以存贮起来。达到充分充电的状态需要200小时，关电源很长一段期间，电池会完全放电。然而根本不要求连续充电200小时，平常的重复工作(使用8小时，关电源16小时)能渐渐将电池充电。(充1小时电，约可防护一天)使用的时候，十分注意在关闭电源时，不要把数据保护开关放在down(下面)的位置，即使电源断一会儿，因为这样会使参数的保护无效。

切断电源，总是关掉仪器右边的电源开关；不要拔出插座，假如拔出插座，拔出来引起振荡使参数不能防护。电源瞬间中断，这种振荡有时会引起参数不能保护。

假如开电源开关，DATA PROTECT 开关在down(下面)位置，每个参数的内容会设置到预先程序的或“防误”值上。

要让仪器检修一段时间，放DATA PROTECT 开关到down位置，以防止电池消耗尽。

2.9 自我诊断

C-R/A含有一个自我诊断功能，在安装时有疑问时必须核对，仪器的心

部分, RAM(暂时存储器)和 ROM(固定存储器)可以按下面提供的步骤加以核对。但是注意,进行自我诊断核对,全部参数回复到防误值,即使主用存储器保护时。

- 1) 关电源开关。
- 2) 设定 KEY 到 OPEN。
- 3) 开电源开关以后立即按下 0
LEVEL 键。
- 4) 此后约 2 秒钟, RAM 核对开始, 同时这 7 个控制板灯在约间隔 1 秒钟时会交替地闪烁起来。
- 5) 放开 0/LEVEL 键。
- 6) 这个核对约进行 34 秒, 假如找出了有缺陷的 RAM, 像下面例子那样打印出 2 个数字。RAM 没有缺陷时, 不打印出来。

例: 18071 2

从下表 2.2, 指出 RAM 10 有缺陷。

Table 2.2 Relation of Printed Data to Defective RAM
(印出数据对 RAM 缺陷的关系)

Left side value (左边值)	Right side value (右边值)							
	1	2	4	8	16	32	64	128
16384 ~ 17407	RAM1	RAM2	RAM3	RAM4	RAM5	RAM6	RAM7	RAM8
17408 ~ 18431	RAM9	RAM10	RAM11	RAM12	RAM13	RAM14	RAM15	RAM16
Left side value	Right side value							
	1 ~ 15				16 ~ 240			
18432 ~ 18587	CMOS 1				CMOS 9			
18688 ~ 18943	CMOS 2				CMOS 10			
18944 ~ 19199	CMOS 3				CMOS 11			
19200 ~ 19455	CMOS 4				CMOS 12			
19456 ~ 19711	CMOS 5				CMOS 13			
19712 ~ 19967	CMOS 6				CMOS 14			
19968 ~ 20223	CMOS 7				CMOS 15			
20224 ~ 20479	CMOS 8				CMOS 16			

- 7) RAM 没有缺陷时, 再核对 ROM, 打印出来的数据像表 2.3 中表示的, 确实你打印的数据与表 2.3 相符合否。因为与表 2.3 中的数据不同, 指

出 ROM 有缺陷。掌握这些数据也作为对外维修的参考。

Table 2-3 Normal Printed Data of ROM

(ROM 的正常打印数据)

1	15	2	168	3	77
4	67	5	180	6	8
7	139	8	1	9	18
10	192	11	178	12	133
13	62	14	125	15	153
16	52	17	101	18	187
19	110	20	102	21	82
22	58	23	45	24	41
25	90	26	157	27	101
28	149				

8) 打印完毕时, 只有 READY 灯仍亮着, 标示自我诊断已经完成, 在这个方式中作标准的运算是不可行的, 要切断电源一次, 使回复到标准方式。

3 控制器板

控制器板在图 3-1 中表示, 左边工作面在图 3-2 中表示, 各种控制器列表于表

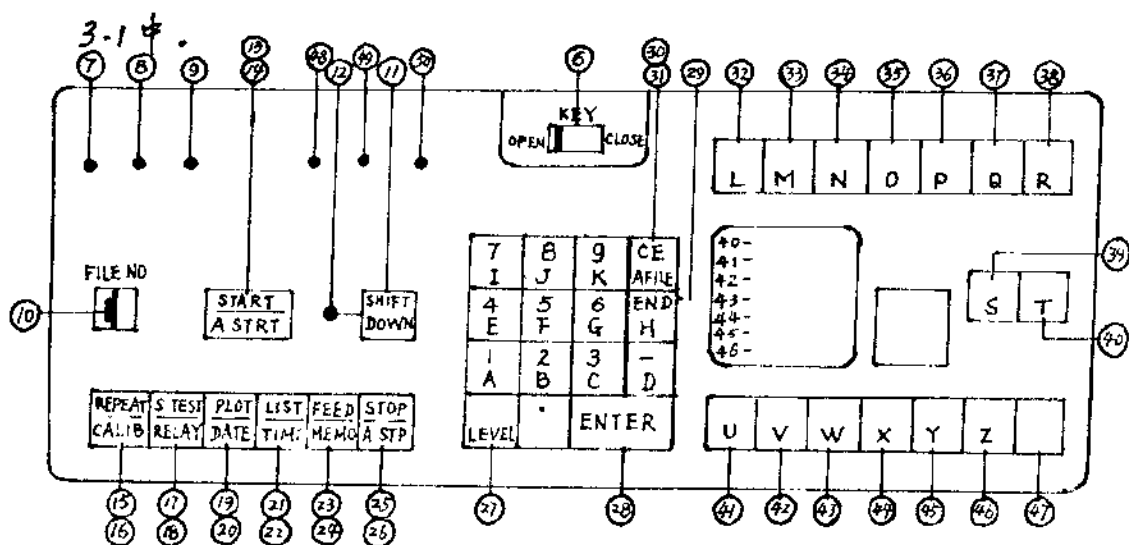


Fig. 3-1 Control Panel