

岛津高效液相色谱仪

LCsolution Ver 1.X

软件操作事例集

岛津国际贸易(上海)有限公司

* 前言	1
1. 关于画面说明	
	3
1. 目的	
2. 探TF	
B. LC. 再分析画面上的画面标尺的调整。	
C. 报告制作画面上的画面标尺的调整	6
2. 纵轴(强度轴)的单位变更	7
1 目的	7
2. 操作	
3. 波形外理	Q
	9
2. 探TF則	
J. 操作 A. SLOPE. DRIFT 等的基本参数的设定	
B. 按时间程序的波形处理的设定、键控的设定。	
4. 状态的显示	
	17
1. 日功	17
2. 承任 A. LC 分析画面上的状态的显示	
B. LC 再分析画面上的状态的显示	
C. 报告制作画面上的状态的显示	
5. 梯度曲线的显示	20
1. 目的	20
2. 操作	20
A. LC 分析画面上的梯度曲线的显示	20
B. LC 再分析画面上的梯度曲线的显示	21
C. 报告制作画面上的梯度曲线的显示	
6. 色谱图粘贴在 WORD 或 POWER POINT 上	23
1. 目的	23
2. 操作	23
7. 峰表和色谱图进行 ASCII 变换,用于其他软件	24
1. 目的	24
2. 操作前	24
3. 操作	

目 录

A. 在文件菜单上进行的方法	24
B. 在数据浏览器上进行的方法	25
C. 在批处理上进行的方法	27
8. 关于色谱图的 AIA 变换方法	
1. 目的	
2. 操作前	
3. 操作	
A-1 AIA 变换方法(用数据浏览器)	
A-2 AIA 变换方法(用批处理)	
B. LCsolution 上的AIA 文件的读取	
9. 制作外标法校准曲线,进行定量计算	
1.目的	
2.操作前	
<i>3. 操作</i>	
A. 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)	
B-1 分析进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)	
B-2 分析进行后,在LC 校准曲线画面上制作校准曲线	51
10.使用多个同一浓度样品,根据重复平均制作外标法准曲线	54
1.目的	
2. 操作前	
3. 操作	
A. 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)	54
B-1 分析进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)	
B-2 分析进行后,在「LC 校准曲线画面上制作校准曲线」	56
4. 注意	
11. 重复注入同一试样,根据其平均值制作校准曲线	58
1.目的	
2. 操作前	
3.操作	
A. 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)	
B-1 分析进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)	60
B-2 分析进行后,在LC 校准曲线画面上制作校准曲线	60
4. 注意	61
12. 使用内准法制作校准曲线进行定量	62
1.目的	
2. 操作前	
3. 操作	
A.分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)	63
B-1 分析进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)	75
B-2 分析进行后,在LC 校准曲线画面上制作校准曲线	

13.插入校准曲线	
1 目的	84
2.操作前	
3. 操作	
A. 插入校准曲线的设定	

* 前言

本书,以使用 LCsolution 的用户为对象,汇集归纳各项事例操作的内容。 阐述由波形处理、校准曲线制作至数据的 AIA 输出的广泛事例的操作方法。

初次使用 LCsolution 的各位和想要了解基本操作的各位,请参阅 LCsolution 操作速成手册和操作说明书操作篇。

1. 关于画面说明

LCsolution 的分析和再分析的软件,由三个应用程序组成。

1. LC 分析

装置的设定、控制、分析(单次分析和批处理分析)在分析时使用的画面。

2. LC 再分析

分析后的波形处理的定量处理,数据采集后需分析时使用的画面。

光电二极管阵列以外的检测器的数据在其中的(LC 数据分析)上处理,光电二极管阵 列检测器的数据在(PDA 数据分析)的应用窗上处理。

3. LC 分析(编辑)

分析中编辑其他方法文件和批文件时使用。

这画面是 LCsolution 启动后的画面 (图1) 点击系图标时,可进入各画面。



图 1 启动后的画面

LC 分析

点击 🕖 图标时,打开 LC 分析画面。

再分析

点击 🛛 图标时,打开 LC 再分析画面。

LC 分析(编辑)

点击 图标时,打开LC分析<编辑>画面。

1. 色谱图的纵轴标尺的调整

1. 目的

- A. 随意变更 LC 分析画面上色谱图的纵轴标尺。
- B. 随意变更 LC 再分析画面上色谱图的纵轴标尺。
- C. 随意变更报告制作画面上色谱图的纵轴标尺。

2. 操作

A. LC 分析画面上的画面标尺的调整

* 基本操作

在 LC 分析画面上显示如图 1 的监视画面。纵轴的调整,可采用点击色谱图显示画面右 下方的[+]、[-]图标。点击[+]图标时,每次放大 2 倍,点击[-]图标时,每缩小 1/2 倍。 用鼠标拖动色谱图显示画面右侧的滚动条时,可上下方向移动色谱图。



图 1 LC 分析画面

* 色谱图的某部分简单放大

色谱图显示画面上色谱图的欲放大部分使用鼠标拖动时进行放大。返回原样时,在色谱 图画面上右击,在显示的对话框上选择[放大初始化]。

* 标尺的自动调整

显示的色谱图使用自动调整的标尺显示,可采用在色谱图画面上右击,在显示的对话框 上选择[强度轴范围的自动设定]。 * 更详细的标尺调整

也可采用适于任意强度轴的标尺显示色谱图。在色谱图画面上右击,在显示的对话框上选择[显示设定],选择[LC]选项后,在[强度范围]上输入任意值。(使用二极管阵列检测时,选择[PDA]选项)。

Display Settings	×
General LC Status	.,
🗖 Baxe Shift	
Chronatogran	
Intensity Sange: 1000 - 1000.000 wV Bormalize	
Left Intensity Anis:	
Channel for Fraction	
	-

图 2 LC 分析画面上的纵轴强度的任意设定

B. LC 再分析画面上的画面标尺的调整

LC 再分析画面的(LC 数据分析)上,如图 3 所示,显示上段为整个显示的色谱图画 和下段为放大显示的色谱图画面。



图 3 LC 再分析的色谱图显示画面

* 基本操作

基本操作与 LC 分析画面相同,请参照 A、LC 分析画面上的画面标尺的调整的基本操作项。

* 色谱图的某部分简单放大

上段的(全色谱图)或下段的(放大色谱图)显示上,用鼠标拖动色谱图的欲放大部分时,在下段显示(放大的色谱图)。返回原样时,在下段的画面上右击,在显示的对话框上选择[放大初始化]。在 PDA 画面上没有所谓的(全色谱图)(放大色谱图)的区别,可用同样的操作放大。

* 标尺的自动调整和详细的标尺调整(LC 数据分析画面)

在色谱图画面上右击,在显示的对话框上选择[显示设定]时,打开图4的画面。 变更上段的(全色谱图)纵轴标尺时,在图4的[全色谱图]上设定。自动标尺调整时, 请在[标尺调整]上选择[自动的调整]。任意标尺调整时,请选择[标尺调整]上的[用户定 义],在范围内输入任意值。

下段的(放大色谱图)请在图4的[放大色谱图]框的[强度范围]内输入任意设定值。这里 设定的放大色谱图的标尺,变更数据时,返回到自动标尺的全显示。如有需要,请选择 [固定轴范围]。

romatogram	View Display Settings	
hrmatogram State	15	
Fall Chronotog	y an	
Area % of Full	190 mm	
Scale to	Autoncals to Largent F *	
Earlies	0.000 - 100.000 nV	
-Zoon Chronatogram		
(* Overlay (St	ck Dtasr Detector +	
Intensity	-1.581 - 36.869 nV	
	0.000 - 0.100	
	0.000 - 0.100	
	0.000 - 0.100	
Time Eage	0.00 - 10.00 min	
T Range Finatio	u.	
		. [mm
	1902 12/18 三次用金	4021

图 4 LC 分析画面上的标尺调整画面

* 参考 ([显示设定]的其他功能)

不需要(全色谱图)时,[全色谱图的高度]变小(最小10%)时,(放大色谱图)增大显示。

C. 报告制作画面上的画面标尺的调整

* 色谱图的调整

1. 报告制作画面上显示色谱图的报告。操作请参照速成手册的 20 页。

2. 双击根据画面上的色谱图。于是,显示如图 5 的特征画面。

3. 选择[范围]选项,在[左Y 轴强度]框的[自动设定]上选择[最大峰基准]后点击[应用]或[确 定]钮时,自动调整为适宜的标尺。选择[手动],输入任意的纵轴的数值范围时,可以按设定 的标尺显示。



图 5 根据制作画面上的画面标尺的变更

2. 纵轴(强度轴)的单位变更

1. 目的

变更纵轴 (强度轴)的单位。

2. 操作

强度轴的单位显示的变更

以 UV-VIS 检测器为便进行说明。

* 关于其他检测器,请参照下页。

1. 点击 LC 分析画面的[装置参数视图]上的[检测器]选项。在[输出]框的[强度单位]项上可选择 Volt 和 AU (图 1)。

2. 选项切换成另外的装置单元的选项时,色谱图画面左上方的单位变更。

*选 Volt 时, 色谱图画面上显示 mV; 选择 AU 时, 显 mAU.

* LC 再分析画面和报告制作画面上的纵轴单位,根据取得数据时设定的强度单位显示。报告制作画面如按下页的<参考>操作时,单位不能变更。



图 1 纵轴强度单位的变更

* 其他检测器时

纵轴单位的切换使用与 UV-VIS 检测器相同的操作进行。

二极管阵列检测器	只显示 mAU
荧光检测器	只显示 mV
示差折光检测器	Volt 和 RIU 可切换(色谱图画面上 mV 或 µ RIU)
电导检测器	Volt 和 S/cm 可切换(色谱图画面上 mV 或 µ S/cm)

参考 报告制作画面上的强度轴单位的变更

- 1. 双击报告制作画面的色谱图,显示[特征]画面。
- 在[刻度/标题]选项的[标题]框内的[Y 轴强度]上输入单位(注变更单位也以取得强度值数 据时强度为准)。[Y 轴强度]成为\$Unit\$时,自动显示数据取得时的单位。

General Chro	matogram 1	Rem	arks	Peak Top Comment
Scale/litle		Range		File
cale	[Title			
🗸 X Scale (Tim)	Top:		Chromat	togram
🗸 Y Scale (Inte	🖵 Bottom	:	Chromat	togram
Y Scale (Temp.	🔽 X Scal	e (Time	min	
Y Scale (Press	V Scal	e (Intei	\$Unit\$	
Y Scale (Flow	T Y Scal	e (Temp.	C	
Y Scale (Conc	T Y Scal	e (Pres:	\$Press.	ureUnit\$
	T Y Scal	e (Flow)	mL/min	
Grid Line	🖵 Y Scal	e (Conc.	8	

3. 波形处理

1. 目的

A. 了解 SLOPE\DRIFT 等的基本的波形处理参数的设定方法。

B. 进行稍复杂的波形处理。了解按时间程序进行波形处理的设定和键控方法。

参考:速成手册11页

操作说明书操作篇 49 页

2. 操作前

波形处理的设定可在 LC 分析画面, LC 再分析画面上进行。这里将波形处理的设定参数与保存地址的关系, 归纳如下。

LC 分析画面上进行时

保存在方法文件上

LC 再分析画面上进行时

保存在数据内方法上。(其他的数据不反映)。

使用[方法上应用]的功能可保存在方法文件上。

因此,像 SLOPE 和 WIDTH 那样,需要设定一连串分析共用的参数时,有必要保存在 方法文件上,所以在 LC 分析画面或 LC 再分析画面上进行。

另一方面,像只移动某一数据的检测点,或进行拖尾处理时那样,实施数据固有的波形处理时由于保存在数据文件上,在 LC 再分析画面上进行。

不熟练时,无论哪种波形处理设定,都在 LC 再分析画面上进行不会有什么困难。

3. 操作

A. SLOPE、DRIFT 等的基本参数的设定

 LC 分析画面是选择[方法]菜单的[数据处理参数],选择[波形处理]选项。LC 再分解画面 是在色谱图视图上右击,出现的对话框上选择[波形处理参数],或者,选择[方法]菜单的[数 据处理参数]后,选[波形处理]选项。于是就打开如图1的画面。

Data Analysis Integration Idea	Paramel	ters (Meth Somtitative	od in Data File) Ferfensare	×
Channel: Width: Slope: Deift: T.DNL:	14442407 4 5 5000 0 0	A - Chi (254na) sec uW/ain uW/ain ain	Admanced	
Min Area/Height: Calculated by:	1000 @ Acres	counts C Neight	Copy to All Channel	
		भेर	取摘 (应用(a)	帮助

图 1 数据处理参数画面

- 2. 使用二极管阵列检测器或 2 台以上检测器时,在 Channel 框上指定目标检测器的通道。 波形处理信息在每个 Channel 上设定。
- 3. 输入 Width、Slope、Drift 等。
- 4. 进行 Slope 试验时,点击[Program]钮时,打开如图 2 的波形处理时间程序,点击[色谱图 参照]钮,选择欲进行 Slope 试验的数据时,画面上显示数据(变更数据的通道,请在画 面右上方的通道框上进行)。接着,点击波形处理时间程序画面左上部的[Slope 试验]图标 (在通常指令栏的最右),在色谱图上点击数据库的最初和结束时 Slope 自动计算。



图 2 波形处理时间程序画面

5. 波形处理信息保存在方法文件上。

LC 分析画面是点击「数据处理参数」画面上的[确定]钮后,按【文件】菜单上的[方 法文件重写保存]或[方法文件附名保存],波形处理信息留在方法文件上。

LC 再分析画面是,保存到方法文件上时,点击【辅助栏】的[LC 数据分析](使用 二极管列阵检测器时[PDA 数据分析]中的[方法的应用]图标,选择欲重写保存的方 法文件后,接着点击出现的「方法参数的选择」画面上的[确定]钮时,波形处理信 息反映在方法文件上。保存到数据文件上时,请参阅 B. <u>按时间程序的波形处理的</u> 设定、键控的设定。

- B. 按时间程序的波形处理的设定、键控的设定。
 - * 时间程序的设定和键控,由于不保存在方法文件上,多在数据文件上保存的情况,所以不在 LC 分析画面上,而在 LC 再分析画面上进行。由于[Integration off/on]等有的保存在方法文件上,这时在 LC 分析画面上进行也可以。这里,假设为 LC 再分析画面进行说明。
- 1. 使用[波形处理时间程序]画面 (参照 A. Slope、Drift 等的基本参数的设定的 4 项) 的左

11

上部显示的波形处理图标,向波形处理时间程序输入指令的方法进行。另外,也可在手动波形处理工具栏上进行设定。就其主要功能进行说明。

[检测点移动(时间轴方向)]

峰检测点在时间轴方向的移动时,点击手动波形处理工具栏的左起第3个的[检测 点 移动(时间轴)]图标,点击欲移动的检测点后挪移动标时,检测点向横方向移动。



图 3 检测点移动 (时间轴)

* 此色谱图例为说明操作用的要知道,在此色谱图上进行这样的基线处理未必合适。

[检测点移动(强度轴)]

峰检测点纵方向移动时,点击手动波形处理工具栏的左起第4个的[检测点移动(强 度轴)]图标,点击欲移动的检测点,接着点击移动标时检测点移动。

[峰插入/峰插入(强度轴设定)]

可对未处理的峰进行强制波形处理,或对已波形处理的峰的识别强行中止。 峰插入时,点击手动波形处理工具栏的左起第3的[峰插入]或第4的[峰插入(强度 轴设定)]图标,点击欲插入峰的检测起点和终点时,峰即可插入。

[峰的分割]

峰按指定点进行分割。

[多数峰的合并]

指定 2 点间的多数峰合并为 1 个峰。

[峰的除去]

可中止强行设定时间以后的波形处理。

选择手动波形处理工具栏上,指定峰的顶端,除去峰。 在表的[时间]列上输入中止波形处理时间,在[处理命令]上选择[Integration off]。按[模 拟]钮时,可确认波形处理的状态。没问题时,点[确定]钮,设定生效。在另外的表 行上输入[Integration on]及其时间时,设定时间以后的波形处理恢复。

[多数峰除去]

选择手动波形处理工具栏 , 除去指定 2 点间的多数峰。

[强制基线]

可设定未分离峰的垂直分割或基线分割。

例如在图 4 左边的色谱图上, 2.3 分附近的波形处理进行垂直分割处理。变更为基线 分割时,点击手动波形处理工具栏的最左的[强制基线图标]。然后欲变更基线处理的 波形处理部(例中的 2.3 分析附近的垂直分割处理部)用鼠标光标,对合进行点击。 于是出现如图 5 的画面,确认设定值为<0:ForceB>,点击[模拟]钮时,变为如图 4 右边的基线处理。没问题时,点击[确定]钮。



进行垂直分割时,使用与现在同样的操作,图5的设定值置于<1:Force V>。



* 此色谱图例为说明操作用的。要知道在此色谱图上这样的基线处理未必合适。

Force E	3/V	×
m ·	0.475	Analyze
lime	2.415 min	Cancel
Value	0:Force 1	Add Table
		Help

图 5 强制基线的设定画面

[拖尾/前延峰处理]

进行未分离峰的拖尾处理、前延峰处理。

未分离峰进行拖尾处理和前延峰处理时,点击手动波形处理工具栏的左起第 2 个的 [强制拖尾、前延峰处理]图标。然后点击拖尾处理或前延峰处理的峰(通常小的一方 的峰),设定值置于<0:Force T>时进行拖尾处理。于<1:Force L>时进行前延峰处理。



图 6 拖尾处理

* 此色谱图例为说明操作作用的。要知道,在此色谱图上进行这样的基线处理未必合适。

[多数峰强制基线 B]

指定的 2 点间的多数拖尾/超前的峰检测点(起点/终点)变更为拖尾/超前的原样 B(完 全分离)的状态。

[多数峰强制基线 V]

指定的 2 点间的多数拖尾/超前的峰检测点(起点/终点)变更为拖尾/超前的原样 V (垂 直分割)的状态。

2. 波形处理信息的保存

根据波形处理信息保存在数据内的方法上,还是保存在方法文件上,而变动顺序。 波形处理信息保存在数据内时,选择【文件】菜单上[数据文件重写保存]或[数据文件上 附名保存]。

保存在方法文件上时,点击【辅助栏】的[LC 数据分析](使用二极管阵列检测器时为 PDA 数据分析)中的[方法的应用]图标,在选择方法文件画面上选择欲重写保存的方法 文件后,接着在出现方法参数的选择画面上点击[确定]钮时,波形处理信息在方法文件 中反映。

4. 状态的显示

1. 目的

- A. 显示 LC 分析画面上的状态 (泵压、柱温箱温度、室温等的实侧值。
- B. 显示 LC 再分析画面上的状态
- C. 显示报告制作画面上的状态。

2. 操作

A. LC 分析画面上的状态的显示

- 在色谱图画面上右击,选择出现的对话框上的[显示设定],选择[状态]选项后,在[状态曲 线的描绘]框上选择欲显示的状态项目(图1)。
- 2. 在[范围]框上点击[自动调整]钮时,自动调整标尺,以此作参考,输入任意的纵轴范围即可。
- 3. 在[右强度轴]框上的可选择纵轴右侧上显示的状态单位中的1种。

⊘Dven Temperature ⊘Boon Temperature ⊘Betector A Cell Temp. ange seperature: image concentration: 0 - 100 S.	Pump & Fresture		-	
Wilsom Temperature Wilsom Temperature Superature: oscentration: 0 - 100 % Normal	Oven Temperature			
ange seperature: E - <u>80</u> C <u>Normal</u> oncentration: D - 100 S. Normal	Wilcom Temperature Wiletector & Cell Temp.			
	emperature: 3	- 80	с ж	Hornalize Hornalize
ressure: 0.0 - 43.1 MPa Bornal	ressure: 0.0	- 43.1	MPa	Normalize
(low: 0.000 - 10.000 aL/nin Esraal	lew: 0.000	- 10.000	aL/nin	Mornalize

图 1 LC 分析画面上的状态设定画面

B. LC 再分析画面上的状态的显示

- 在色谱图画面上右击,选择显示的托菜单的[显示设定],选择[其他]选项后,在[状态曲线的描绘]框上选择欲显示状态的项目(图2)。
- 2. 点击[范围]框上的[自动调整]钮时,标尺自动调整,参考此标尺输入任意的纵轴范围即可。
- 3. 在[右强度轴]框上,可选择纵轴右侧显示的状态单位中的1种。

Draw Status Corrs	/a		- Ire	or Gradient	Curve
Pues A Press		_	F	TA Cone	
Oven Tempera	ture			B. Conc	
Room Tempera	ture				
Sample Cooler	r Temperatu	re			
Ienperature:	3		00	с	Normalize
Concentration:	0	- 1	00	*	Mornalize
Eressure:	0.0	- 3	9.2	MPa	Sornalize
Elow:	10.000	- [1	0.000	aL/sin	Sormalize
Right Intensity	Azis:	Pressur	e	-	

图 2 LC 再分析上的状态设定画面

4. 无论上下哪个视窗的色谱图均可设定。无论哪个视窗上设定,上下两方的视窗上都反映。

C. 报告制作画面上的状态的显示

- 1. 双击报告制作画面的色谱图,显示[特征]画面(图3)。
- 2. 选择[色谱图]选项,在[重写]框内欲显示的状态项目上划上选定。
- 在[刻度/标题]选项的[刻度]框内选择欲显示纵轴右侧上刻度的项目(可多数项目)。可以 变更单位显示,但是,由于是以取得数据时的强度为根据显示状态,除在多数项目的刻 度通用时,一般很少变更。
- 4. 在[范围]选项的[右 Y 轴]框的[自动设定]上设定[手动], 输入欲在下一状态项目上显示的
 任意数值范围。选择[自动]时,标尺自动调整。



图 3 报告制作画面上的状态的设定

5. 梯度曲线的显示

1. 目的

- A. 在分析画面上显示梯度曲线。
- B. 在 LC 再分析画面上显示梯度曲线。
- C. 在报告制作画面上显示梯度曲线。

可显示时间程序上设定的 CONC.(浓度)和 FLOW(流量)的变化。

2. 操作

A. LC 分析画面上的梯度曲线的显示

- 1. LC 分析画面的「装置参数视图」上选择[时间程序]选项。
- 2. 在时间表上设定梯度程序后,点击[梯度曲线]钮时,在「装置参数视图」内的色谱图显示 画面上显示梯度曲线(图1)。

ACTIVATION TOP CORT OF C	I den Dietlichen A. D. Blanni, Bell		100 110 Har	CIVICITY NT
R Johnst Passars In	- Annal [122	A	COLUMN TO THE OWNER	82
Bein Beprinting 201	its breg Berris	d Detection Secondar Sec	in Forget	1000
Sileson 7	11 11 198 a.m.		of I	
220000		Mar 1997		an t
			100	0. F
13-			- 14 H	
			1	
10 10	12 73	144 114 HA	178	
Ties	Britke	Astina	Tells 7	
1 1 1 1	Target	Pog I Les		
1.1	Finar	Pass I Line.		
	reol	Press & Local	-	
and a second	Patrick	11 mg	the second se	
1 1 1 1 1 1			-	Tres sere
		Recently and the second	The second sec	Model Model <th< td=""></th<>

- 图 1 LC 分析画面上的梯度曲线的显示
- 3. 在色谱图显示画面右击,选择显示的对话框上的[显示设定]时,可变更标尺。

Display Set	tings		×
Imperature	D	- 100	c
Concentration	D	- 110	*
Pressure	0.0	- 0.0	HP &
Flow	0.000	- 10.999	nL/min
	OK	Cancel	

图 2 标尺变更画面

* 与现在的色谱图一起显示

- 在色谱图画面上右击,选择显示的对话框上的[显示设定],选择[状态]选项。在[梯度曲线 的描绘]框上选择欲显示的项目,右强度轴选择[浓度](或[流量]。设定结束后按[确定]钮。
 分析开始时与色谱图一起显示梯度曲线(或流量曲线)。
- * 梯度程序和流量程序未在时间程序上设定时,显示设定画面上不显示[梯度曲线的描绘]
 框。另外也不显示梯度曲线(或流量曲线),务请注意。

Pup & Fran	ur e	_		
woven Tempera wRoon Tempera	ture			
Winetector A	cert temp.			
ange				
(enperature:	3	- 80	с	Bernalize
Concentration:	0	- 100	1	Bernaliza
pressure:	0.0	- 43.1	MPa	Bernalize
	0.000	- 10.0	nin In 00	Hermaliza

图 3 色谱图监视上的梯度曲线的显示

B. LC 再分析画面上的梯度曲线的显示

- 在 LC 再分析的色谱图画面上右击,选择显示的对话框中的[显示设定],选择[状态]选项
 后,在[梯度曲线的描绘]框上选择欲显示的梯度项目(图 4)。
- 2. 在[范围]框上,输入任意的纵轴范围。自动调整标尺时,点击[自动调整]钮。
- 在[右强度轴]框上选择[浓度](或[流量])(色谱图画面纵轴右侧上显示单位)。设定结束
 后点击[确定]钮。色谱图画面上重写梯度程序。
- * 没有梯度程序和流量程序时,不显示,务请注意。

Prop & Press Does Toppers	are tare	-	1		
Been Tengers	turs Cell Tesa				
arige	_	_			
amperature .	0	-	BO	c	Formalize
sucentration:	10	- 1	100	- 21	Fermaline
lee:	0.000		10 000	aL/siz	Fernaliza
	and all	-			

图 4 LC 再分析上的梯度曲线设定画面

C. 报告制作画面上的梯度曲线的显示

- 1. 双击报告制作画面的色谱图,显示「特征」画面(图5)
- 2. 选择[色谱图]选项,选定欲在[重写]框上显示的梯度参数。
- 3. 在[刻度/标准]选项的[刻度]框上选定[Y 轴(浓度)](或流量)。在[标题]框上选定[Y 轴(浓度)](或[Y 轴(流量)])。
- 4. 在[范围]选项的[右Y轴]框的[自动设定]上选择[自动]时,自动调整标尺。没问题后点击[确定]钮。色谱图上显示梯度曲线(流量曲线)。
- * 没有梯度程度或流量程度时,不显示,请务必注意。



图 5 报告制作画面上的梯度曲线的设定

6. 色谱图粘贴在 Word 或 Powerpoint 上

1. 目的

色谱图粘贴在 Word 或 Powerpoint 等上。

2. 操作

- 1. LC 再分析画面上显示色谱图。
- 2. 在色谱图画面上右击,选择对话框上的[描绘特征]。
- 点击[常规]选项,选择有无轴的网格、峰标记、基线。峰顶端附注解时,在[峰项注释]的 需要项目上加上选定。
- 4. 在[彩色]选项上,选择色谱图和峰顶注释的颜色。
- 5. 在[字型]选项上,设定峰顶注释的字型。
- 返回到色谱图画面,在色谱图上右击,选择对话框上的[复制],粘贴到 Word 等的其他应用上。



图 1 色谱图的粘贴例

7. 峰表和色谱图进行 ASCII 变换, 用于其他软件

1. 目的

峰表的色谱图在 Excel 等其他软件上的利用。

2. 操作前

ASCII 变换的设定,有在文件菜单上进行的方法,在数据浏览器上进行的方法和在批处理上进行的方法等3种方法。

A. 在文件菜单上进行时

→可选择在剪贴板上复制或作为正文文件输出。

<u>B. 在数据浏览器上进行时</u>

可作为正文文件输出。便于输出任意数据。多数数据也可一次变换。

<u>C. 在批处理上进行时</u>

多数数据可进行一次 ASCII 变换。已存有批处理文件时,具有可利用该文件的优

点。

无论哪种方法都可向 Excel 等应用软件上输出。

3. 操作

A. 在文件菜单上进行的方法

- 1. 在 LC 再分析画面上打开欲进行 ASCII 变换的数据。
- 2. 选择【文件】/[数据的输出][ASCII 数据输出]。
- 打开如图 1 的输出视窗,进行需要的设定。欲输出峰表时,在[输出项目]框上的[LC-峰 表]上加上选定。欲输出色谱图时,选定[LC-色谱图]。[区分记号]选择[选项]。
- 选择输出结果在剪贴板上复制,或作为正文文件输出。正文文件时,请设定文件的保存 址的文件名。
- 5. 点击[确定]钮时,输出。
- 6. 打开 Excel, 在剪贴板上复制时打开粘贴, 作为正文文件保存时, 打开该正文文件。

Output Items	×
Datput Items:	
Data File Froperty Peak Table Identified Result Grouping Result Status Trace Chromatogram	
Fraction Report	
Delimiter 📷 💌	
0E Cancel	

图 1 数据的输出画面



峰报告的向 Excel 的输出 图 3 色谱图的向 Excel 的输出

* 色谱图与输出的数值数据一起在 Excel 上描绘

<u>B. 在数据浏览器上进行的方法</u>

图 2

- 在 LC 分析画面的数据浏览器画面(图 4)上右击欲变换的数据,选择对话框上的[文件 变换]/[LCsolution 数据文件,以ASCII 形式]。
 - * 变换多数据时,点击一个数值,指定后,按着 Shift 键的同时,按 键,指定邻近的数据。另外,按着 Ctrl 键的同时,依次点击欲变换的数据。
- 在图的变换视窗画面上指定保存标头的文件夹。变换的正文文件使用与数据文件相同的 文件名(扩展名.txt)输出。
- 3. 点击[输出项目]钮,在欲ASCII输出的项目上加上选定。[区划记号]选择[选项]。
- 4. 依次点击[确定]钮,关闭如图 5 的变换视窗时,正文文件输出到指定的文件夹中。
- 5. 打开 Excel, 在剪贴板上复制时打开粘贴, 在作为正文文件保存时打开该正文文件。





图 5 变换视窗

C. 在批处理上进行的方法

- 1. 选择辅助栏上的[批处理],打开包括欲 ASCII 变换数据的批处理文件(图 6)。
- 2. 选择【批处理】菜单的[设定],选择[ASCII 变换]选项(图7)。
- 选择[ASCII 文件的输出]。先定[成批结束时输出]时,多数数据输出到一个正文文件上。
 选择[各分析分别输出]时,可以在每个数据上分别制作各 ASCII 变换文件。
- 4. 在[输出文件]上指定保存标头的文件夹和文件名。
- 5. 同名的输出文件已存入同一文件夹时,不欲重写时。选定[自动编号]。每个数据分别制 作 ASCII 变换文件时,选定[自动编号]。
- 6. 批处理开始时,选定欲 ASCII 变换的项目。设定结束后按[确定]钮。
- 7. 批处理开始时,在指定的保存标头上以正文文件输出。设定[自动编号]时,不使与文件
 名后面已存的文件重复,自动地顺号增加。文件的扩展名是.txt。
- 8. 打 Excel, 在剪贴板上复制时打开粘贴, 作为正文文件保存时, 打开该正文文件。



图 6 批处理画面



图 7 ASCII 变换的设定画面

8. 关于色谱图的 AIA 变换方法

1. 目的

- A. 色谱图进行 AIA 变换。
- B. 在LCsolution上读取已AIA 变换的文件。

2. 操作前

色谱图进行 AIA 变换后,有可能使用例如,其他公司生产的工作站读取数据,LCsolution 上进行 AIA 变换有:在数据浏览器上进行方法和采用批处理进行的方法。

<u>A-1 在数据浏览器上进行时</u>

选择任意数据进行变换。也可多数文件同时变换

<u>A-2 采用批处理进行时</u>

多数数据可进行一次 AIA 变换。已存有批处理文件时,具有可利用该文件的优点。

3. 操作

A-1 AIA 变换方法(用数据浏览器)

- 在 LC 再分析画面的数据浏览器上点击欲变换的数据,选择对话框上的[文件变换]/[LCsolution 数据文件以 AIA 形式]。
 - * 多数数据变换时,点击一个数据指定后,按 Shift 键的同时按 键时,可指定邻近的数据。另外,按 Ctrl 键的同时,依次点击欲变换的数据。
- 在图 1 的变换视窗画面上,指定保存标头的文件夹。变换后的 AIA 文件,以在数据文件
 名之后增补的识别检测器通道的文件名(扩展号.cdf)进行输出。

3. 选择[右击]/[更新为最新信息]。



图1 变换视窗

A-2 AIA 变换方法(用批处理)

- 1. 选择【辅助栏】的[批处理],打开包括欲 AIA 变换的数据的批处理文件(图 2)。
- 2. 选择【批处理】菜单的[设定],选择[文件变换]选项(图3)。
- 选定[LC AIA 文件的输出]。选定[重写]时,同一文件名的 AIA 文件已经存在时,进行重 写。不想重写时选择[自动编号]选择结束后按[确定]钮
- 批处理开始时,AIA 文件自动生成。AIA 文件在与数据文件相同的文件夹内生成。文件
 名以追加识别数据文件名后面的检测器通道的文件名(扩展名.cdf)进行输去。

100	Designed in	Mar Chattanian (Coloria)	suls	C ACCOUNTS OF
	Table and the Delivery of the	Puttine Analysis Type	Bethel File	I Sautita Chairman
1	Carrenter and Ca	1 11 41	Balle Low	1.
Te	Filenane Modifier/Date	2 11 4	Beer Streel Betled Los	
1	There bath 2009/078 11/22	t n.e	Base OTtel, Betted Los	
	Damo_QC., 2004-0-27 13:53			
Indad	PDA_3uth 2003/2/5/13/25			
of sector of sector	EDH 2004-0-3 15:25			
虚				
Catterings				

图 2 批处理画面

图 3 批处理的设定画面

B. LCsolution 上的 AIA 文件的读取

- 1. 在 LC 再分析画面上,选择【文件】菜单的[打开数据文件]。
- 2. 在[打开数据文件]画面上,指定保存 AIA 文件的文件夹。
- 3. 在[文件种类]上选择 AIA 文件时,显示该文件夹内的 AIA 文件,选择欲打开的 AIA 文件。
- 4. 在色谱图画面上显示由 AIA 文件上读取的色谱图。

9. 制作外标法校准曲线,进行定量计算

1.目的

LCsolution 上制作外标法校准曲线进行定量计算

参考

化合物表向导:速成手册 15 页 批处理分析:速成手册 23 页 单次分析:速成手册 10 页 LC 校准曲线画面:操作说明书操作篇 55 页 报告的制作:速成手册 20 页

2.操作前

制作绝地校准曲线的时须考虑两种情况。

- 1. 分析的同时制作校准曲线。
- 2. 进行分析, 然后根据再分析制作校准曲线。

各操作方法,大致如下。

A. 分析的同时制作校准曲线时	
根据批处理分析,在分析的同时进行校准曲线制作。	
B. 进行分析, 然后根据再分析制作校准曲线时	
有以下两种方法。	
B-1:分析后,批处理时制作校准曲线	

B-2:分析后,在LC校准曲线画面上制作标准线。

使用批处理文件时由于分析和分析作业也方便,建议采用 A 或 B-1 方法。使用 B-2 的

LC 校准曲线方法虽然可以制作校准曲线,但是晃如作为校准曲线的详细确认画面使用更方便。

这里, 说明了各浓度相应1试样1次分析的外标法校准曲线的制作方法。

3. 操作

A. 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)

前言

制作校准曲线前,作为定量所需的参数,必须设定用于设定什么样峰与什么成分相对的 化合物表和制作校准曲线所需的信息(数据处理参数)。为此,若能事选采集已知欲定量成 分所需洗脱时间的色谱图数据时,便容易设定。这里设想事先已有参考的色谱图为例进行说 明。

另外,化合物表和定量所需的数据处理参数,如能使用向导功能时,可更容易进行设定。

I. <u>定量所需的参数的设定</u>

- 1. 打开 LC 再分析画面上的洗脱时间为基本的数据。
- 在画面左的[辅助栏]上点击[向导],打开化合物表向导(图1)。不显示时,点击[LC数据分析](二极管阵列检测时,[PDA数据分析])时显示[向导]图标。

Tre	Fárrame EPPCA Dansi Datat2	Modifs *	9	1	1	-
	Demo Data 005 Demo Data 007 Demo Data 004 Demo Data 005 Demo Data 005	Das einerd anteest comprud takis eili Da Gas page, pleas	inally creater a new be replaced with the s set the yeak process	querant table. In they only one entring paramet	PLease sots that the ested by this etcard are for peak detect	nerest .a.
	Derro, Data-001 POrro, Data-001 POA, Derro, Data- DOA, Derro, Data- POA, Derro, Data-	Ġ	Chansel FLOD Eleps Drift LIN Kin Calculated by	Batartar B B000 D D D D D D D D D D D D D D D D	A - Od Offen) and diffecs diffecs nik count C Height	Alrucel

图 1 化合物表向导 1/5 画面

 在「化合物表向 1/5」画面的[Channel]框上,选择检测器的 Channel。这里指定的 Channel 的色谱图,根据设定内容进行波形处理。Width、slop 等波形处理上需要变更时,请设 定(参照 3 试看波形处理)。设定完了,点击[下一步]。
[化合物表向导 2/5]画面上,登记在化合物上的峰的洗脱时间等信息在表中显示(自动检测的峰显示出来。其中,欲用于制作校准曲线的峰,在表的[处理]项目选定。设定完了, 点击[下一步]。在表下的 Channel 选项上可变更检测通道,也可选择在每个 Channel 上登记的峰。



图 2 化合物表向导 2/5 画面

5. 设定「化合物表向导 3/5」画面上所需的校准曲线信息。

定量法	选择「外标法」。
使用数据	选择峰面积的校准曲线制作,或峰高的校准曲线制作。
最大级数	选择校准曲线的点数(3 点校准时为「3」)
校准曲线的种类	画不是直线的校准曲线时变更。
原点通过	选择是否强行通过原点。
加权	选择是否加权。通常是「无」。
校准曲线显示的 X 轴	选择标准线显示画面的 X 轴作为浓度 ,还是高度/面积。
单位	输入浓度值的单位。
浓度值的格式	设定显示位数。
分组	通常不使用。只有进行分组处理时使用。

设定结束后点击「下一步」。

Calculated by: Calculated by: Calculated by: # of Calib.	Area C Height	Eornat of Co © Decimals	C Significs	
Curve Fit Type Zero: Weighting Method: X Anix of Calib	Linear Not Forced Not Forced None Conc. Area/Height	Group Type: Rot Uxed		

图 3 化合物表向导 3/5 画面

6. 设定「化合物表向导 4/5」画面上所需的校准曲线信息。

鉴定法
 设定峰鉴定中的洗脱时间的容许幅度。选择视窗,视窗幅度为5%时,土(化合物表上,设定的保留时间×5%)分作为容许幅度。即,洗脱时间为10分时,1分作为容许幅度。不一定要变更。

其他项目为通常,无须特别变更。

设定结束后点击「下一步」。

Tasker/Band	F Tindes C Ban	<u>Hill</u>	
Finite:	<u>B</u> x		
Defucit Band	p		
	1		
C Man C	Replace @ Average		

图 4 化合物表向导 4/5 画面

7. 「化合物表向导 5/5」画面上,表根据此前设定的内容显示。[化合物表]的单元中输入成 分名。在预置值中,输入保留时间。在[浓度]栏上输入校准曲线用标准品的浓度。若是 10ppm、20ppm、30ppm 的 3 点校准时,例如浓度(1)输入「10」,浓度(2)输入「20」, 浓度(3)输入「30」。浓度值的输入顺序不一定由低浓度开始。其他,若有修正的地方 时,进行变更。没问题时,点击[结束]。

	Nume	Type	Channel	Ret. Time	Cone. 1
1	R12.633	Target	Detector A -	2.633	1
2	BT3. 214	Target	Detector A -	3.214	1
3		Target	Detector A -	0.001	1

图 5 化合物表向导 5/5 画面

化合物表在 LC 数据分析画面的右下方显示(使用二极管阵列检测器时,表不显示时,选择【版面】菜单的[定量处理版面])。没问题时,点「化合物表视图」右上方的[显示]钮,固定表的内容(变色)。变更向导上的波形处理等时,采用点击[显示]钮,执行数据分析。



图 6 化合物表的显示

倘若化合表须修正时,点击「化合物表视图」右上方的[编辑]钮,进行修正。变更后按[显示]钮。其他的向导上设定的鉴定信息和校准曲线信息收入【方法】菜单的「数据处理参数」的[波形处理]、[鉴定处理]或[定量处理]中。以后需要变更时,在这些画面上进行。

.方法上的应用

<u>此前的设定,只不过是数据文件内的方法编辑。原样不动的话只能在该数据文件内保存</u> 校准信息。因此,使用[方法的应用]功能,将设定内容保存到分析中使用的方法文件内。

- 点击打开画面左的【辅助栏】上的[方法的应用]。不显示时,点击[LC数据分析](如果 是二级管阵列检测器的数据时,[PDA数据分析])时,显示[方法的应用]图标。
- 选择欲保存的方法(分析中使用的方法)后,接着在出现的「方法参数的选择」画面上 点击[确定]钮时,在此以前的设计在方法文件上反映。

. 批处理文件的制作

按批处理分析进行试样分析,同时制作校准曲线。为此必须制作批处理表(批处理文件)。 这里说明为制作校准曲线的批处理表上所需的设定。

LC 分析画面(分析当中 LC 分析编辑画面)的画面左的[辅助栏]上点击[批处理],点击[向
 导]时,显示[批处理表向导]画面。

Batch Table Wizard	X
Butch Save Append Bethed File Deex Sethed Ice Bethed File	
<u>(1-0)</u> [T-0(0)] NN M	

图 7 批处理表向导画面

- 2. 在[批处理表]项上选择「新建」。选择在[方法文件]分析中使用的(校准曲线制作上使用) 方法文件(输入峰鉴定参数,作为[方法的应用]的文件)。在[开始试样瓶号]上输入装在 自动进样器上的试样瓶中的最小试样瓶号。[样品架号],使用 LC-2010 系列的 HPLC 或 SIL-HT 型的自动进样器时,输入左架(样品架1)或右架(样品架2)。其他装置时,不 特别设定。最后输入进样量。设定结束后,点击[下一步]。
- 显示「批处理表向导标准试样的位置画面」(图8)。[组数]通常为1。标准试样(制作校 准曲线用试样)分析后,接着分析未知试样时,选定[标准试样和未知试样]。只分析标 准试样时选[只标准试样]。设定结束后,点击[下一步]。

Ú.	Number of Samples	3	
Y	C Salmown Only	88888	
	🥂 Standard Only	00000	
	🕫 Standard & Unknown	00800	
- Auto	C Bracket Calibratio		
	Bracheting Jeering	-	
	T the the case with a	in th	
	QA/QC Samples		
	Tincert 04/00 Sample	4	

图 8 批处理表向导标准试样的位置画面

4. 显示「批处理表向导标准试样画面」。在[试样名]、[试样 ID]上附上识别试样的名称(没有也没关系)。在[数据文件名]上附上保存的数据文件名。点击右边的[文件指定]钮时, 打开「数据文件的选择」画面,指定保存标头的文件夹,在[文件名]上输入欲保存的文件名,点击[打开]钮。试样名、试样 ID、数据文件名,在分析多数试样时,在这里设定的名称之后,可自动地附上连续号码。根据需要,分别选定[自动编号]。其他项目如下述输入。

校准的级数	校准曲线的点数(3点校准时为3)
连续的标准试样的瓶数	在此 1。
进样次数	这里 1。
校准曲线初始化	选定。
报告的打印	分析后打印数据时选定,选择报告格式文件
	也要确认打印的设定。

设定结束后,点击[下一步]。

Batch Table Wiza	rd - Standard	Sample	×
	Standard Sample Name: Sample ID: Data File: Create file Demo_Data-001	Standard Sample STD-0001 mames automatically .led	Auto-increment
The section of the se	Humber of Cali Humber of Star Repetitions po Clear all o Use the same	Bration Levels: ndurd sample vials per or Bun: calibrations at the beginn or standard sample vials f	5 1 1 1
	Frint Report Report Fornat	rt File:	- -
	<	上-步® 下-步® >	取消 帮助

图 9 批处理表向导标准试样画面

5. 显示「批处理表向导未知试样画面」。[试样名]、[试样 1D]、[数据文件名]、[报告的打印],与标准试样时的操作相同。在[各组的未知试样的瓶数]上输入未知试样的试样瓶数。
 [进样次数]在此 1。再确认试样瓶的按连续号码装入。

27	Unknown Sample Sample Nume:	Unimovn Sample		Auto-increment
H	Sample ID: Data File: [] Coorte file	UNE-0001	9	Auto-increment
	Demo_Date-007 Number of units Repetitions po Print Report		Auto-increment	
	figert Paraut	nia.		

图 10 批处理表向导未知试样画面

- 6. [批处理表向导总合报告]画面,这里不设定。点击[结束]钮。
- 7. 显示如图 11 的批处理表。

older: C:\Lab	Solution	ns\LCsolution\Samp	le		\frown	
Analysis	Tray	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analys	∎ethod File
1	1	Standard Sample	STD-0001	1:Standard: (I	IT QT	Demo_Method.lcm
2	1	Standard Sample	STD-0002	1:Standard	IT QT	Demo_Method.lcm
3	1	Standard Sample	STD-0003	1:Standard	IT QT	Demo_Method.lcm
4	1	Standard Sample	STD-0004	1:Standard	IT QT	Demo_Method.lcm
5	1	Standard Sample	STD-0005	1:Standard	IT QT	Demo_Method.lcm
6	1	Unknown Sample	UNK-0001	0: Unknown	IT QT	Demo_Method.lcm
		_	1		\backslash	_

图 11 批处理表向导未知试样的画面

修正时,在这里进行。进行校准曲线作业时,请注意下述部分。下列项目的设定不出来时,不能画校准曲线。

标准试样的[试样类型]必须是[1:标准]。另外,标准品试样的最初行为[1:标准(1)]。 这是指如果方法文件内有校准曲线时,须将其初始化,重新画校准曲线。它们的变化, 点击单元部时,在右侧出现[]钮,点击后可在出现的画面上进行。

D	Sample Type	Analys
	1:Standard	IT QT
	1:Standard	IT QT
Î	1:Standard	IT QT
Î	0: Unknown	IT QT
1	0: Unknown	IT QT
	0: Unknown	IT QT

图 12 试样类型

确认选择的是在[方法文件]的分析中使用的(校准曲线作业中使用的)方法。 确认[数据文件]上的数据文件名是否有问题。如有需要,在这里输入,进行变更。 [级别号]特别重要。在化合物表的浓度(1)列上输入的浓度相当于批处理表的级别号 「1」,浓度(2)列上输入的浓度相当于级别号「2」。例如,<u>为进行10ppm、20ppm的</u> 2 点校准,化合物表的浓度(1)上输入「10」,浓度(2)上输入 20。这时,批处理 表上与10ppm试样相当的数据行上的级别号必须是「1」,20ppm试样的级别号是「2」。 即,注入什么样的试样必须设定与化合物表的那个设定浓度一致。不一致时,须在这 里重新输入改正的数值

	Doto Filo	I owalt	
	Data TILE	TeA614	化合物主的边度⑴作为
这个数据是 10mm 的	standared001.lcd		化口初农时水皮(1)作为
数据时	standared002.1cd	2	[10]时,此行的级别号为
	standared003.1cd	3	
	sample001.lcd	0	
	sample002.lcd	0	
	sample003.lcd	0	

图 13 级别号

确认其他试样瓶号、进样量是否有问题。

- 8. 保存批处理文件。选择【文件】的[批处理文件附名保存],进行保存。
- 点击[成批开始]图标时,分析开始,同时制作校准曲线。在 LC 分析[编辑]画面上制成 批处理文件时,首先在 LC 分析画面上打开目标批处理文件后,进行成批开始。

Ⅳ. 校准曲线的确认

 校准曲线简单地确认时,可在 LC 再分析画面的「校准曲线视图」画面上进行。打开批 处理表上制作校准使用的数据中的最后行以后的数据时,在「校准曲线的视图」画面上 显示校准曲线(上位行上,只画面出到该数据的分析时刻的校准曲线)。



图 14 校准曲线视图

切换化合物表的行选择,可显示各成分的校准曲线。

<u>V. 更详细的校准曲线的确认</u>

在 LC 再分析画面的[辅助栏]上选择[校准曲线]图标。打开校准曲线作业使用的方法文件
 时,可确认校准曲线及其详细信息。



图 15 校准曲线画面

在批处理中也进行未知试样分析时,定量也可同时进行。这里说明定量结果的确认方法。 1. 在 LC 再分析画面上,打开欲确认定量结果的数据。选择【显示】菜单的[峰表的显示]时, 显示表形式的结果。

ID#	Name	Conc.	Ret. Time	Channel	Peak#	Area	H
1	RT2.636	2.004	2.636	Detector A - C	1	148730	
2	RT3.217	1.855	3.217	Detector A - C	3	154590	
3	RT3. 927	1.999	3.927	Detector A - C	4	107980	
4	RT4.620	7.025	4.620	Detector A - C	5	115555	

图 16 峰表画面

欲在色谱图的峰顶出现定量结果时,在「色谱图视图」的色谱图上右击,选择打开的对 话框上的[描绘特征],点击[常规]选项。接着,选定峰顶注解栏的[化合物]或[浓度],点击 [确定]钮时,在顶峰上显示。



图 17 峰顶注释

2. 最终结果也可在报告上确认。根据再分析制作校准曲线(利用批处理)

B-1 分析进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)

前言

首先,在批处理分析中包括校准曲线用标准品,进行一连串的分析。接着,设定称为峰 与成分相互对应设定的化合物表和制作校准曲线所需信息(数据处理参数)的定量所需的参数,然后进行批再分析处理,制作校准曲线。

不进行批处理分析时(单次分析等),在制作校准曲线前不必制作批处理文件。这时, 请参照本项末的(参考:不进行批处理分析时)。

I 批处理文件的制作

按批处理分析进行分析。为此,需要制作批处理表(批处理文件)。这里,就批处理表 上所需的设定进行说明。

 点击 LC 分析画面(分析中时是 LC 分析编辑画面)的画面左边的【辅助栏】上的[批处 理],点击[向导]时,显示「批处理表向导」画面。

Batch Table Wizard	×
Rethod File Perge Forces such data and pergine Anto Start Vialé O Trayé I T Injection Velme I the startup sethed and pergine Note Perge Forces such page using the Vertice such and the Vertice set the start data and the Vertice set the start	
<u>0.3-(F.0.)</u> T-F.0. NUM	4725

图 18 批处理表向导画面

 [批处理表]项上选择「新建」。[方法文件]上选择分析中使用的方法文件。[开始试 样瓶号]上输入放在自动进样品上的试样瓶中的最小试样瓶号码。[样品架号],使 用 LC-2010 系列的 HPLC 或 SIL-HT 型的自动进样器时,输入左架(样品架1)或右 架(样品架2)。其他型号,没有特殊的设定。接着,输入进样量。设定结束后, 点击[下一步]。

 显示「批处理表向导」标准试样的位置画面。组数通常为1。接着,选定[知试样]
 (再分析时设定标准试样或者未知试样,在这个阶段是未知试样)。设定结束后, 点击「下一步」。

Batch Table Wizard - Standard Locations	×
Select standard location in the Humber of Sample	
<上一步@)下一步@)> 取消 4	195

图 19 批处理表向导标准试样的位置画面

4. 显示「批处理表向导未知试样画在」。

Batch Table Wiza	ard - Unknown	Sample	×
2	Unimown Sample Sample Hane: Sample ID: Data File: [] Create file	Winknown Sample	← Asts-increment
	Sample Number of under Repetitions po Print Report Report Format	own sample vials in each or Bun: t File:	Auto-increment
) 	上—步回) [10 군—于四)]	■ 取消 低助

图 20 批处理表向导 未知试样画面

在[试样名]、[试样 ID]上附上识别试样的名称(没有也可以)。在[数据文件名]上附上 保存的数据文件名。点击右图标的钮时,打开「数据文件的选择」画面,指定保存址的文件 夹,在[文件名]上输入欲保存的文件名,点击[打开]钮。试样名、试样 ID、数据文件名在 多数试样分析时,可在这里设定名称之后自动地附上连续号码。根据需要分别选定[自动号]。 其他项目按下述输入。

各组未知试样的试样瓶数 输入试样数。

进样次数 在此 1。

报告的打印 分析后打印数据时,进行选定,选择报告格式文件。确 认打印的设定。

设定结束后,点击「下一步」。

5. [批处理表向导总合报告]画面这里不设定,点击[结束]钮。

6. 显示批处理表。需校正时在这里进行。

[试样类型]为[0:未知](指未知试样)。分析后进行标准试样或未知试样的选择,因

此,在这个阶段处理未知试样没问题。

确认[方法文件]上选择的是分析中使用的方法。

确认[数据文件]上的数据的文件名有无问题。根据需要,在这里输入、变更。

确认其他试样瓶号、进样量等有否问题。

Anal	Tray	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analy	rs Bethod File
1	1	Unknown Sample	UNK-0001	0:Unknown	IT QT	Demo_Method.lcm
2	1	Unknown Sample	UNK-0002	0: Unknown	IT QT	Demo_Method.lcm
3	1	Unknown Sample	UNK-0003	0: Unknown	IT QT	Demo_Method.lcm

图 21 批处理表画面

7. 保存批处理文件。选择【文件】的[批处理文件上附名称保存],进行保存。

8.点击[成批开始]图标时,批处理分析开始,进行一连串的分析。欲在 LC 分析编辑画面上制作批处理文件时,在 LC 分析画面上打开目标批处理文件后,进行成批开始。

____ 定量所需的参数的设定

1. 打开 LC 再分析画面上的标准试样的分析数据。需要波形处理等时,进行适当的设定(参照3,试行波形处理)。

2. 按「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」的「I 定量所需的参数的设定」的
 2~9 项进行操作。

<u>. 方法上的应用</u>

以前的设定,只不过是数据文件内的方法编辑。如原样不动的话,只能是在数据文件内保存校准曲线的信息。因此,使用[方法的应用]功能,将设定内容保存到分析中使用的方法文件内。

 点击打开画面左的【辅助栏】上的[方法的应用]。不显示时,点击[LC数据分析](二极 管阵列检测器的数据时[PDA数据分析 I]时,显示[方法的应用]图标。选择欲保存的方法 后(解极中使用的方法<通常与分析中使用的一起>),接着,在出现的「方法参数的选择」 画面上点击[确定]钮时,此前的设定在方法文件上反映。

____ 根据批处理的再分析作业制作校准曲线

 打开 LC 再分析画面上的批处理文件。点击[辅助栏]上的[批处理]图标时,显示批处理表 画面。打开分析中使用的批处理文件。

* 没有分析中的批处理文件时,取代本项的操作是进行 B-12 磁的最后的<参考>的操作, 执行 V 项以后的操作。

2. 为制作校准曲线,修正批处理文件。

标准试样的[试样类型]变更为[1:标准]。特别是,标准品试样的最初行成为[1:标准: (1)]。这是指,如果方法文件中有校准曲线,使其初始化,从一开始画校准曲线。 这些变更采用点击在点击单元部时出现的右侧的[]钮,打开「试样类型」画面进行。 在这里,须选择[标准]。批处理表中的标准试样的最初行,点击[校准曲线初始化]钮。 关于未知试样没有特别设定。设定结束后,点击[确定]钮。

图 22 试样对应的变更

确认在[方法文件]上选择的是制作校准曲线作业使用的方法。

确认[数据文件]上的数据的文件名有无问题。需要时在这里变更。

[级别号]特别重要。化全物表的浓度(1)列上输入的浓度相当于批处理表的级别号 1,浓度(2)列上输入的浓度相当级别号2。例如,进行10ppm、20ppm的2点校准, 化合物表的浓度(1)上输入10,浓度(2)上输入20。这时,批处理表上相当于 10ppm 试样的数据行的级别号必须为1,20ppm 试样的级别号为2。也就是说,注入的 那个试样必须设定与化合物表的那个设定浓度一致。化合物表的浓度须与批处理表 的试样相对应地进行输入。

	Data File	Level#	
		1	」 (化合物表的浓度(1)作为
数据时	standard002.1cd	2	 [10]时,此行的级别号为
	standard003.1cd	3	
	sample001.lcd	0	
	sample002.lcd	0	
	sample003.lcd	0	

图 23 级别号

3. 保存批处理文件。选择【文件】的[批处理文件附名保存]进行保存。在[重写保存] 上也可以。

4. 点击[成批开始]图标时,再分析开始,同时制作校准曲线。

. 校准曲线的确认

参照「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」的「 校准曲线的确认」项。

.更详细的校准曲线的确认

参照「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」的「V 更详细的校准曲线的确认」 项。

<u>___定量结果的确认</u>

参照「A 分析的同时制作校准曲线 (利用批处理分析)」的「 定量结果的确认」项。

<参考>不进行批处理分析时(利用单次分析等时)

不进行批处理分析时,不按「采用批处理的再分析作业制作校准曲线」,参考本项,制作再分析用批处理文件,制作校准曲线。

 1. 点击 LC 再分析画面上的[辅助栏]的[批处理]图标,接着,选择【文件】菜单上的[批处 理文件的新建批处理]。于是,显示批处理表。

Folder: C:\1	abSolutsons\LCs	alution\Sample						
Post Samp	le N Sample I	Sample Type	Analysis Ty	Sethod File	Data File	Level#	ISTD Amt.	1
1		D: Under over	IT QT			0	(Level) Conc.	

图 24 批处理表画面

 只欲分析(欲批处理)试样的部分,确保行数。右击行号,选择出现的对话框上的[行的 增加],增加需要的行。

Sample	N Sample I	Sample Type	Analysis Ty	Sethed File	Bata File	Level#	ISTD Ant.
UNK	1001	0. Unknown	IT QT	Method 1cm	a-004.1cd	0	1111111
UNE	1002	O:Unknown	IT QT	_Method 1cm	a=005.1cd	0	1111111
UNE	1003	0: Unknown	IT QT	_Method.lon	a-006.1cd	0	1111111
UNE	1004	0: Unknown	IT QT	_Method.lon	a-007.1cd	0	1111111

图 25 行增加后的批处理表画面

- 在[数据文件]上选择欲分析的数据。从上行依次,选择标准试样的数据,然后选择未知 试样。点击在点击单元部时出现的右侧的[]钮时,可选择文件。
- 4. 设定试样类型。关于试样类型的变更在「采用批处理的再分析作业制作校准曲线」的
 2 项已有记载,请按该项操作。
- 5. 在[方法文件]上选择校准曲线作业使用的方法(包括波形处理参数 鉴定也结束的方法)。
- 6. 设定级别号。关于级别号的设定在「采用批处理的再分析作业制校准曲线」的2项已有记载,请按该项操作。

Post	Sample B	Sample I	Sample Type	Analysis Ty	Bethod File	Bata File	Level#	ISTB Ant.
1	STD	1	1:Standard	IT QT	_Method.lon	s-001.1cd	1	1111111
2	STD	2	1:Standard	IT QT	_Method lon	a-002.1cd	2	1111111
3	STD	3	1:Standard	IT QT	_Method.lon	a-003.1cd	3	1111111
4	UNK	1001	0:Unknown	IT QT	_Method.lon	e-004.1cd	0	1111111
s	UME	1002	0:Unknown	IT QT	_Method.lon	a-005.1cd	0	1111111
6	UNK	1003	0: Unknown	IT QT	_Method.lon	a-008.1cd	0	1111111
7	UNE	1004	0: Unknown	IT QT	_Method.lon	e-007.1c4	0	1111111

图 26 设定后的批处理表例

- 根据需要,进行其他项目的设定(不设定其它项目,也可画出校准曲线)。设定后的一例 如图 26 时所示,供参考。
- 8. 保存批处理文件。选择【文件】的[批处理文件附名称保存],进行保存。
- 9. 点击[成批开始]图标时,再分析开始,也进行校准曲线制作未知试样的定量。

B-2 分析进行后,在LC校准曲线画面上制作校准曲线

前言

首先,按批处理或单次分析进行包括校准曲线用标准品在内的一系列分析。接着,设定称为峰与成分相对应设定的化合物表和校准曲线制作所需信息(数据处理参数)的定量的参数。然后在 LC 校准曲线画面上制作校准曲线。

I. 试样的分析

按批处理、单次分析进行试样的分析。批处理的顺序,请参照「B-1分析进行后根据再 分析制作校准曲线(利用批处理)」的[I按批处理进行分析]。

____定量所需参数的设定

- 1. 打开 LC 再分析画面上取得的标准试样的分析数据。
 - * 需要波形处理等时,进行相应的设定(参照3试行波形处理)。
- 2. 按「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理)」的「I 定量所需参数的设定」的 2~9 项进行操作。

.方法上的应用

<u>在此以前的设定,最多不过是数据文件的方法编辑。原样不动的话,只能是在该数据文</u> <u>件内保存校准曲线信息。因此,使用「方法的应用」功能,将设定的内容保存到分析使用的</u> 方法文件内。

 点击打开画面左的[辅助栏]上的[方法的应用]。不显示时,点击[LC 数据分析(若是二 极管阵列检测器的数据时,[PDA 数据分析]时)],显示[方法的应用]图标。选择欲保存 的方法后(分析中使用的方法<与通常分析中使用的一起>),接着,点击出现的「方法参 数的选择」画在上的[确定]钮时,在此以前的设定在方法文件上反映。 在 LC 再分析画面上点击[校准曲线]图标时,显示「LC 校准曲线」画面。在这里,打开 设定校准曲线信息的方法文件。在左下的「数据树形」上显示称为[级 1]、[级 2]...... 的校准点。与这个级相应的数据利用在数据浏览器上向级#显示上的拖放,使用鼠标移 动。具体的是,化合物的浓度(1)相当于「数据树形」视图的级 1,浓度(2)相当于 级(2)。例,进行 10ppm、20ppm 试样的数据,级(2)上对应 20ppm 试样的数据。

图 27 校准曲线制作画面

2. 校准曲线制成,保存方法时选择【文件】菜单上的「方法文件重写保存」。

.未知试样的计算

 根据校准曲线,对未知试样(定量用试样)进行定量。有批处理文件时,打开LC再分析 画面上的批处理文件,确认选择的是批处理表的方法文件上制作校准曲线的方法后,开 始批处理。没有批处理文件时,个别打开未知试样数据,读取【文件】菜单的[方法参数 的读取]上的保存校准曲线的方法,进行定量计算。或者,拖放数据浏览器进行计算。没 问题后保存数据。

<u>.定量结束的确认</u>

请参照「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理)。」的「 定量结果的确认」项。

10.使用多个同一浓度样品,根据重复平均制作外标法准曲线

1.目的

准备同一浓度的多个标准品,按其平均值制作校准曲线。 例如,由3个浓度相同的试样配制成5个浓度级别别的试样(共计15个 试样),在每一浓度级别别将各浓度的面积值(高度)进行平均化,制成5 点校准曲线。

2. 操作前

校准曲线的制作方法基本上与通常的外标法校准曲线相同。只须根据试样数的增加部分 的设定,即可制作。

3. 操作

A. 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)

操作请参照「9.制作外标法校准曲线,进行定量计算」的「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」项。

不同点、注意点如下述。

批处理文件的制作

- 在「批处理表向导标准试样」画面的「连续的标准试样的试样瓶数」上输入同一浓度的 试样点数。其他项目与「9.制作外标法校准曲线,进行定量计算」的「A 分析的同时制 作校准曲线(利用批处理分析)」的「 批处理文件的制作」项。
- 制成的批处理表如图 1 所示。同一试样浓度的标准品的级别号为同样。修正时,请参考
 「9.制作校准曲线,进行定量计算」的「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」
 项。

Post	Sample I	Sample Type	Analysis Ty	Sethed File	Bata File	Level#	ISTD Amt.	Report Ou
1	1	1:Standard	IT QT	_Method.lcm	a-001.1cd	1	1111111	
2	2	1:Standard	IT QT	_Nethod.lcm	a-002.1cd	1	1111111	
3	3	1:Standard	IT QT	_Method.lcm	a-003.1cd	2	1111111	Г
4	1001	1:Standard	IT QT	_Method.lcm	a-004.1cd	2	1111111	Г
5	1002	1:Standard	IT QT	_Nethod.lcm	a-005.1cd	3	1111111	
8	1003	1:Standard	IT QT	_Method.lcm	s-005.1cd	3	1111111	Г
7	1004	0: Unknown	IT QT	_Nethod.lcm	a-007.1cd	0	1111111	

图 1 批处理表例

更详细的校准曲线的确认

 1.「LC 校准曲线画面」上可确认校准曲线。「数据树形」视图上,各级选择多数数据。另外, 「校准曲线」视图的表上每个级显示多数面积值及其平均值。校准曲线根据此平均值制 作。其他操作请参照「9.制作外标法校准曲线,进行定量计算」的「A 分析的同时制作 校准曲线(利用批处理分析)」的「更详细的校准曲线的确认」。

图 2 LC 校准曲线的画面

B-1 分析进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)

操作请参照「9.制作外标法校准曲线,进行定量计算」的「B-1 分析进行后,根据再 分析制作校准曲线(利用批处理)」项。

不同点、注意点记述如下。

批处理文件的制作

请参照「9.制作外标法校准曲线进行定量计算」的「B-1 分析进行后,根据再分析制 作校准曲线(利用批处理)」的「I 制作批处理文件」项。关于标准品,与通常的外标法校 准曲线相同,作为未知试样进行分析。

根据批处理的再分析作业制作校准曲线

参考「9.制作外标法校准曲线进行定量计算」的「B-1 分析进行后,根据再分析制作 校准曲线(利用批处理)」的「 根据批处理的再分析作业制作校准曲线」项,进行批处理 文件的修正。这时,同一试样浓度的标准品的级别号为同一号。

更详细的校准曲线的确认

请参照本章的「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」的「更详细的校准曲 线的确认」项及「9. 制作外标法校准曲线,进行定量计算」的「A 分析的同时制作校准曲 线(利用批处理分析)」的「V 更详细的校准曲线的确认」。

B-2 分析进行后,在「LC 校准曲线画面上制作校准曲线」

操作请参照「9.制作外标法校准曲线,进行定量计算」的「B-2 分析进行后,在「LC 校准曲线画面」上制作校准曲线」项。

不同点、注意点记述如下。

根据 LC 校准曲线画面制作校准曲线

1. 操作请参照「9. 制作外标法校准曲线进行定量计算」的「B-2 分析进行后,在 LC

校准曲线画面上制作校准曲线」的「 根据 LC 校准曲线画面制作校准曲线」项。在「数据 树形」视图的称为「级 1」、「级 2」……的校准点上多数的同一浓度的数据,利用在数据浏 览器上分析拖放,用鼠标移动。于是校准曲线制成(图 2)。

4. 注意

批处理中的试样类型,在标准品第一行是[1:标准:(1)],第二行以后是[1:标准], 与通常的外标法校准曲线时相同。[1:标准]为[校准点增加]功能自动设定。此显示变为[1: 标准(1)]时,成为[校准点置换],不能按平均值制作校准曲线。显示为[1:标准(1)时, 请将试样类型变更为[1:标准]]。

11. 重复注入同一试样,根据其平均值制作校准曲线

1.目的

同一试样重复注入,取其平均值制作校准曲线 例如,相当于1个浓度的1种试样重复3次注入,用5个浓度级别的试样时 (共计5个试样进行15次分析),将各浓度级别的面积值(高度)进行平均 化,制作5点校准曲线。

2. 操作前

校准曲线的制作方法基本上与通常的外标法校准曲线相同。只须根据注入次数的增加部 分的设定,即可制作。

3.操作

A. 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)

操作请参照「9.制作外标法校准曲线进行定量计算」的「A 分析的同时制作校准曲线 (利用批处理分析)」项。

不同点、注意点,记述如下。

批处理文件的制作

- 在「批处理表向导标准试样」画面上的「注入次数」上输入标准品的重复注入次数。其 他项目与「9.制作绝对标准线进行定量计算」的「A分析的同时制作校准曲线(利用批 处理分析)」的「 批处理文件的制作」相同地进行输入。
- 制成的批处理表如图 1 所示。重复注入的标准品的级别号为同样。另外,试样瓶号,用 于重复注入时,只设定的次数部分选择同样试样瓶。修正时,请参考「9.制作外标法校 准曲线进行定量计算」的「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」项进行。

Post	Sample I	Sample Type	Analysis Ty	Sethed File	Bata File	Level#	ISTD Ant.	Report Ou
1	1	1:Standard	IT QT	_Method.lcm	a-001.1cd	1	1111111	
2	2	1:Standard	IT QT	_Method.lcm	a-002.1cd	1	1111111	Г
3	3	1:Standard	IT QT	_Method.lcm	a-003.1cd	2	1111111	Г
4	1001	1:Standard	IT QT	_Method.lcm	a-004.1cd	2	1111111	Г
5	1002	1:Standard	IT QT	_Method.lcm	a=005.1cd	3	1111111	Г
8	1003	1:Standard	IT QT	_Method.lcm	a-005.1cd	3	1111111	Г
7	1004	0: Unknown	IT QT	_Method.lcm	a-007.1cd	0	1111111	

图 1 批处理表例

更详细的校准曲线的确认

LC 校准曲线画面上可确认校准曲线。在「数据树形」视图上,各级选择多数数据。另外。
 在「校准曲线」视图的表中各级显示多数的面积值及其平均值。根据此平均值制作校准曲线。其他的操作请参照「9.制作外标法校准曲线进行定量计算」的「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」的「V 更详细的校准曲线的确认」。

图 2 LC 校准曲线的画面

B-1 分析进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)

操作请参照「9.制作外标法校准曲线,进行定量计算」的「B-1 分析进行后,根据再 分析制作校准曲线(利用批处理)」项。

不同点、注意点记述如下。

批处理文件的制作

请参照「9.制作外标法校准曲线,进行定量计算」的「B-1 分析进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)」的「I 批处理文件的制作」项。关于标准品,与通常的外标法校准曲线同样,作为未知试样进行分析。

利用「LC分析画面」向导制作时,在「批处理表向导未知试样」画面上的「注入次数」上设定重复注入的次数。这时,所有的试样均为多次注入,定量中使用的试样(所谓的未知试样)的重复注入次数不用时,可在向导画面结束后出现的批处理表画面上,将此行删除进行修正。

根据批处理的再分析作业制作校准曲线

请参考「9.制作外标法校准曲线,进行定量计算」的「B-1 分析进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)」的「根据批处理的再分析作业制作校准曲线」项,进行批处理文件的修正。这时,重复注入的标准品的级别号为同样。

更详细的校准曲线的确认

请参照本章的「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」的「更详细的校准曲 线的确认」项及「制作外标法校准曲线」的「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」 的「V 更详细的校准曲线的确认」。

B-2 分析进行后,在LC校准曲线画面上制作校准曲线

操作请参照「9.制作外标法校准曲线,进行定量计算」的「B-2分析进行后,在LC校 准曲线画面上制作校准曲线」项。

不同点、注意点记述如下。

根据 LC 校准曲线画面制作校准曲线

操作请参照「9.制作外标法校准曲线进行定量计算」的「B-2 分析进行后,在 LC 校准曲线画面上制作校准曲线」的「 根据 LC 校准曲线画面制作校准曲线」项。在「数据 树形」视图的「级1」、「级2」……的校准点上,多数的同一浓度的数据,利用在数据浏览 器上分析拖放,使用鼠标移动,于是,校准曲线制成。

4. 注意

批处理中的试样类型,在标准品第1行为[1:标准:(1)],第2行为[1:标准],与通 常的外标法校准曲线时相同。[1:标准]是[检校点增加]功能自动设定。此显示变为[1:标 准(1)]时,成为[校准点置换],不能根据平均值制作校准曲线。显示为[1:标准(1)] 时,须将试样类型变更为[1:标准]。

12. 使用内准法制作校准曲线进行定量

1.目的

使用内部标准法制作校准曲线,进行定量。

参考

化事物表向导:速成手册 15 页 成比分析:速成手册 23 页 单次分析:速成手册 10 页 LC 校准曲线画面:操作说明书操作篇 55 页 报告的制作:速成手册 20 页

2. 操作前

基本上与外标法校准曲线的操作相同。可是,内部标准法时须指定作为基准的内部标准物质,设定其浓度。

与外标法校准曲线一样,须考虑两种情况。

10.分析的同时制作校准曲线。

11. 进行分析,然后根据再分析校准曲线。

各操作方法大致如下。

A. 分析的同时制作校准曲线时 根据批处理分析,在分析的同时进行校准曲线制作。
B. 进行分析,然后根据再分析制作校准曲线 考虑以下两种方法
B-1:分析后,在批处理中制作校准曲线。
B-2:分析后,在LC校准曲线画面上制作校准曲线。

使用批处理文件时,也便于分析和分析作业等,建议采用A或B-1的方法。B-2的使用 LC 校准曲线画面的方法,可以制作校准曲线,但是,作为校准曲线的详细确认画面进行应 用更为方便。 这里, 说明各浓度级别的1试样1次分析的内部标准法制作校准曲线的方法。

3. 操作

A.分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)

前言

制作校准曲线前,作为定量所需的参数,须高定峰与成分相对应设定的化合物表和制作 校准曲线所需信息(数据处理参数)。为此,若事先采集已知定量成分的洗脱时间的色谱图 数据时,更便于设定。这里,假设事前有供参考的色谱图,进行说明。

另外,化合物表和定量所需数据处理参数使用向导功能时会更容易设定。

I. 定量所需参数的设定

- 1. 打开 LC 再分析画面上的包括内部标准物质在内的洗脱时间的基本数据。
- 点击画面左的「辅助栏」上的「向导」,打开化合物表向导(图 1)。不显示时点击[LC 数据分析](若是二极管阵列检测器的数据时,[PDA 数据分析 1]时),显示[向导]图标。

	(lersàme	Modifi *	50	11.1	C.L.C. PROT
	PCA_Demo_Deta-D	III some so	Contraction of the local	1711	_
	Demo Data-005	SOLUCIO CONTRACTO	- Margarette Page		
altre E	Demo_Data-004	This signed automat	ically greater a comp	ound table. Flease nate that th	a current.
J 1	Demo_Data-005	On this page, pleas	, be replaced with the to set the peak proces	now one granted by then worm- ning parameters for yeak detect	6. Lian
5 I I I	Demo_Data-009		61		
Espat E	Demo_Data-001		CVuo+1:	Detector A - Chi (Colon)	•
	PDA_Demo_Date		TICA	P	advanced .
	PDA_Demo_Data	C.C.	O'Arges	poor el/aca	-
	PDA_Demo_Data	-	ACCEL.		ing.
	PDA_Demo_Deta		1.000		Program
	Background	Contraction of the	A	pico erent	re to ALL CLASS.
		anadrantica)	Calculated by	in Area Perga	
P	terter ACAL)				

图 1 化合物表向导 1/5 画面

3. 在「化合物表向导 1/5」画面上的[Channel]框同选择制作校准曲线用的检测器的 Channel。需要变更 Width、Slope 等波形处理时进行设定。设定结束后,点击「下一步」。 化合物表向导 2/5」画面上表显示可在化事物表上登记的峰的洗脱时间等的信息(显示自动检测中的峰)。其中欲用作制造校准曲线(欲定量)的峰和内部标准物质,在表的 [处理]项上选定。设定结束后,点击「下一步」。

图 2 化事物表向导 2/5 画面

5.「化合物一向导 3/5」画面上设定需要的校准曲线信息。

定量法	选「内部标准法」。
使用数据	选择校准曲线使用峰面积制作,或使用峰高制作。
最大级数	选择校准曲线的点数(3 点校准时为3)
校准曲线的种类	校准曲线不是直线时进行变更。
原点通过	选择是否强行通过原点。
加权	选择是否加权。通常是「无」。
校准曲线显示的X轴	选择校准曲线显示画面的 X 轴。
单位	输入浓度值的单位。
浓度值的格式	在峰表上设定显示的位数。
分组	通常不使用。只有进行分组处理时使用。

设定结束后,点击「下一步」。

Calculated by: -Calculated by: -Calculation Durve * of Calculation Curves Fit Type: Zero:	* Area C Haight	Group Type: Mot Tred	C Signifies	
I ANIS OF CALLS.	Cose. G Aroutheigh	<u>i</u>		

图 3 化合物表向导 3/5 画面

6.「化合物表向导 4/5」画面上设定需要的校准曲线信息。

鉴定法 设定峰鉴定中的洗脱时间的容许幅度。选择视窗,视窗幅度为
 5%时,±(化合物表上设定的保留时间×5%)分作为容许幅度。洗
 脱时间为10分时,容许幅度为1分。不一定要变更。

其他项目为通常,不须特别变更。

设定结束后,点击「下一步」。

Rindow/Dend:	(* Finder	C Bast		
Rinder:	5 8			
Defailt Band	0.01	19		
Feak Selection	Closest Peak			
	Septement of	NI 1 1 1 1		

图 4 化合物表向导 4/5 画面

7. 在「化合物表向导 4/5」画面上根据此前设定的内容,显示表。

在[化合物名]的单元中输入成分名。

在[类型]上,相当于内部标准物质的化合物指定为[ISTD]。

设定[ISTD 组]。内部标准物质只含 1 个成分时,全部为 1。由于一般是 1 个成分, 因此是 1。内部标准物质含 2 个以上成分时,内部标准物质上附 1 或 2 的识别号码。 另外,在校准曲线化事物上也附上与校正中使用的内部标准物质相同的识别号码。 校准曲线用化合物的[ISTD 组]为 1 时,使用同样为 1 的内部标准物质进行校正,校 准曲线用化合物的[ISTD 组]为 2 时,使用同样为 2 的内部标准物质进行校正。 [浓度]栏上输入校准曲线用标准品的浓度。若是 10ppm、20ppm、30ppm 的 3 点校准 时,例如浓度(1)上输入「10」,浓度(2)上输入「20」,浓度(3)上输入「30」。 浓度值的输入顺序不一定由低浓度开始。内部标准物质也同样输入浓度。使用内部 标准法一般在各校准点的内部标准浓度上相同,例如各校准点上含有 10ppm 的内部 标准物质时,内部标准物质的各浓度栏上都输入「10」。

	. Inne	Туре	Channel	Ret. Time	Conc. 1	
L .	RT2.633	Target	Detector A -	2.633	1	
2	RT3. 214	Target	Detector A -	3.214	1	
3		Target	Detector A -	0.001	1	

图 5 化合物表向导 5/5 画面

 化合物表在 LC 数据分析画面的右下方显示。(使用二极管阵列检测器时,不显示表时, 须选择【版面】菜单的[定量处理版面]。无问题时,点击「化合物表视图」右上方的[显 示]钮,固定表的内容(变色)。变更了向导上的波形处理等时,点击[显示]钮,在数据 上反映。)

图 6 化合物表的显示

 倘若化合物表需要校正时,点击「化合物表视图」右上方的[编辑]钮进行校正。变更后 点击[显示]钮。其他,向导上设定的鉴定信息和校准曲线信息纳入【方法】菜单上的「数 据处理参数」的[波形处理]、[鉴定处理]或[定量处理]的其中之一。其后,需要变更时, 在这些画面上进行。

方法上的应用

<u>在此之前的设定,充其量不过是数据文件内的方法编辑。如原样不动的话,只能在数据</u> <u>文件内保存校准曲线的信息。因此,使用[方法的应用]功能,将设定内容保存到分析中使用</u> <u>的方法文件内。</u>

- 点击打开画面左的【辅助栏】上的[方法的应用]。不显示时,点击[LC数据分析(如 是二极管阵列检测器的数据时[PDA数据分析 I])时,显示[方法的应用]图标。
- 选择欲保存的方法(分析中使用的方法)后,接着点击出现的「方法参数的选择」
 画面上的[确定]钮时,此前的设定在方法文件上反映。

按批处理分析进行试样分析,同时制作校准曲线。为此,须制作批处理表(批处理文件)。 这里,阐述为制作校准曲线,批处理表上所需的设定。

已有分析中使用的批处理文件时,参照7项的操作。

点击 LC 分析画面(分析中时 LC 分析编辑画面)的画面左的【辅助栏】上的[批处理],
 点击[向导]时,显示「批处理表向导」画面。

Batch Table Wizard	x
Batch Pire Append Wethod File: Dame Wethod Ice Anterampler Start Vialf: D Tray#. I Tray#. Tajsetion Volues I of. Ante Startup Set the startup sethod and pusping period Please set the start date and time in the Please Startup Defined Ice Paneline Check Dequired Shutdown Set the shutdren method and cool down	
<u>(上一手(11)</u> 取用 報用 報用	<u>b</u>

图 7 批处理表向导画面

- 2. [批处理表]项上选择[新批处理表文件]。在[方法文件]上选择分析中使用的(校准曲线制作中使用的「方法应用」完毕)方法文件)。在[开始试样瓶号]上输入装在自动进样器上的试样瓶中的最小的试样瓶号。[样品架号],使用LC-2010系列的HPLC或SIL—HT型的自动进样器时,输入左架(样品架1)或右架(样品架2)。其他装置时,没有特殊设定。接着输入进样量。设定结束后,点击「下一步」。
- 显示「批处理表向导标准试样的位置」画面。[组数]通常为「1」。标准试样(制作校准曲线用试样)分析后,接着分析未知试样时,选定[标准试样&未知试样。只分析标准试样时,选定[只标准试样]。设定结束后,点击「下一步」。
| Baber of Dayle ji | # | |
|--------------------------------------|--|---|
| and a second and the | and the second second second | |
| 1 Oktoren Osla | | |
| C Dawlard Billy | 00000 | |
| /F Standard & Balance | 88888 | |
| C Bracket Galibratia | | |
| houseting Decitor - | | |
| The second second second | 1078 | |
| 196 Surgies
T James 90/00 Lingues | | |
| | | |
| | ⁽¹⁾ Standard Edy ⁽²⁾ Standard & Balance. ⁽²⁾ Structure Collification ⁽³⁾ Structure Collification ⁽³⁾ Structure Collification ⁽³⁾ Structure Collification ⁽⁴⁾ Structure Collificati | Standard Baly Standard B Balance Trached & Balance Trached California Trached |

图 8 批处理表向导标准试样的位置画面

4. 显示「成比表向导标准试样」画面。在[试样名]、[试样 ID]上加上识别试样的名称(没有也没关系)。在[数据文件名]上加上保存的数据文件名,点击右边的[文件指定]钮时打开「数据文件的选择」画面,指定保存址的文件夹,输入欲在[文件名]上保存的文件名, 点击[打开]钮。试样名、试样 ID、数据文件名,在分析多数试样时,可在此设定的名称 后自动地顺号附加。根据需要,分别选定[自动编号]。其他项目按下述输入。

校准的级数	校准曲线的点数(3 点校准时为3)
连续的标准试样的试样瓶数	这里设为 1。
进样次数	这里为 1。
校准曲线初始化	选定。
报告的打印	分析后打印数据时选定,选择报告格式文件。
	勿忘确认打印。

设定结束后,点击「下一步」。



图 9 批处理表向导标准试样的画面

5.显示「批处理表向导未知试样」画面。[试样名]、「试样 ID」[数据文件名]、[报告的打印]按与标准试样时相同的操作进行。[各组的未知试样的试样瓶数]上,输入未知试样的试样瓶数。「进样次数」这里为 1。

Sample ID: UNE-0001		Sumple Nume:	Unknown Sampla		Auto-increment
Cerete filement submatically Demo_Data=007.1cd Number of unknown sample wishs in each Repetitions per Num Print Repert Report Format File	V	Sample ID: Data File:	0001	9	Autorincrement
Demo_Data=007.1cd Image: Constraint of the second of the		E Seetle fill	manus automatically		
Repetitions per hun:		Demo_Data=007 Bomber of unio	.lcd nown sample wishs in each		Auto-increment
Trint Report Report Format File		Repetitions pe	er hun:		
mi i		Print Report	rt.		
		Labort Format	ALCO .	- 10 C	
			04		1993 - 19 1993 - 19

图 10 批处理表向导未知试样的画面

- 6.「批处理表向导总合报告」画面,这里不设定,点击[结束]钮。
- 7. 显示如图 11 的批处理表。

Analysis	Tray	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analys	∎ethod File
1	1	Standard Sample	STD-0001	1:Standard: (I	IT QT	Demo_Method.lcm
2	1	Standard Sample	STD-0002	1:Standard	IT QT	Demo_Method.lcm
3	1	Standard Sample	STD-0003	1:Standard	IT QT	Demo_Method.lcm
4	1	Standard Sample	STD-0004	1:Standard	IT QT	Demo_Method.lcm
5	1	Standard Sample	STD-0005	1:Standard	IT QT	Demo_Method.lcm
6	1	Unknown Sample	UNK-0001	0: Unknown	IT QT	Demo_Method.lcm

图 11 批处理表向导未知试样的画面

修正时,在这里进行。校准曲线作业时,注意下述部分。下述项目不能设定时,不能画 出校准曲线。

确认标准试样的[试样类型]是否是[1 标准]。标准品试样的最初行为[1 标准(1)]。 这意味着,方法文件内有校准曲线时,使其初始化,重新画校准曲线。这些变更,

D	Sample Type	Analys
	1:Standard	IT QT
	1:Standard	IT QT
1	1:Standard	IT QT
1	0: Vnknown	IT QT
1	0: Unknown	IT QT
1	0: Vnknown	IT QT

由于点击单元部时右侧出现[]钮,可在点击后出现的画面上进行。

图 12 试样类型

确认在[方法文件]上选择的是分析中使用的(校准曲线作业中使用的)方法。 确认在[数据文件]上的数据的文件有否问题。如有需要,在此输入进行变更。 [级别号]特别重要。化合物表的浓度(1)列上输入的浓度,相当于批处理表的级别 号1,浓度(2)列上输入的浓度(1)输入「10」,浓度(2)输入「20」。这时,成 比表上相当于 10ppm 试样的数据行的级别号必须为1,20ppm 试样的级别号为2。即, 设定须使注入的那个试样与化合物表中的那个设定浓度相一致。不一致时,在此输 入数值进行改正。

	Data File	Level#	
	standard001.lcd	1	
这个数据作为 10ppm	standard002.1cd	2	── 化合物表中的浓度[10]
的数据时	standard003.1cd	3	时,此行的级别号为[1]
	sample001.lcd	0	
	sample002.lcd	0	
	sample003.lcd	0	

图 13 级别号

未知试样(定量用试样)也分析时还要设定[内标量]。这个内标量是对未知试样设 定的。最初时,显示「级1浓度」。这是说,根据化合物表的[浓度(1)]上,设定 的内部标准物质的浓度进行定量计算。如果没有问题,可原样不必变更。未知试样 中所含内部标准浓度,与化合物表的[浓度(1)]上设定的内部标准的浓度不同时, 点击在单元部右侧出现的[],解除[使用方法的化合物表上设定的级1的浓度]的 选定后输入各 ISTD 组(在化合物表的 ISTD 组上设定的值)的内部标准物质浓度。 标准试样时,由于在化合物表的浓度上设定的值作为内部标准物质进行计算,因此, <u>对标准品没有必要设定(显示「级1浓度」原样不动,也没关系)。</u> 确认其他,试样瓶号,进样量等有无问题。

- 8. 保存批处理文件。选择【文件】的[批处理文件附名保存],进行保存。
- 点击[成批开始]图标时,开始分析,同时制作校准曲线,也进行未知试样的定量。在LC 分析编辑画面上已制成比文件时,先打开LC分析画面上的目标批处理文件,然后开始批 处理分析。

. 校准曲线的确认

 简单地确认校准曲线时,可在LC再分析画面的「校准曲线视图」画面上进行。打开批处 理表上制作校准曲线使用的数据中的最后1行以后的数据时,「校准曲线视图」画面上显 示校准曲线(在上位的行上,只绘出至该数据的分析时刻的校准曲线)。



图 14 校准曲线视图

切换化合物表的行选择,可显示各成分的校准曲线。

*在化合物表上即使选择内部标准物质,校准曲线也不显示。

在 LC 再分析画面的【辅助栏】上选择[校准曲线]图标。打开校准曲线作业使用的方法 文件时,可确认校准曲线及其详细的信息。在校准曲线视图的表上显示理论浓度比和面 积比。切换化合物表的行选择,可显示各成分的校准曲线(在化合物表上即使选择内部 标准物质,也不显示校准曲线)。这个画面的详细内容请参照 Lcsolation 操作说明书操 作篇的 55 页。



图 15 校准曲线画面

.定量结果的确认

在批处理中也进行未知试样的分析时,定量也已经进行。这里说明其定量结果的确认方法。 法。

1. LC 再分析画面上打开欲确认定量结果的数据。选择【显示】菜单的[峰表的显示]时,以

表的形式显示结果。

ID#	Hane	Conc.	Ret. Time	Channel	Peak#	Area	
	KT2.636	2.004	2.636	Detector A = C	1	148730	
	KT3.217	1.855	3.217	Detector A = C	3	154590	
	KT3.927	1.999	3.927	Detector A = C	4	107980	
	RT4 620	7.025	4,620	Detector A - C	5	115555	_

图 16 峰表画面

要想在色谱图的峰顶上出现定量结果时,在「色谱图视图」的色谱图上右击,选择打开的对话框上的[描绘特征],点击[常规]选项。接着,选定峰顶注解栏的[化事物]或[浓度], 点击[确定]钮时,在峰顶上显示。



图 17 峰顶注解

2. 最终的结果作为报告确认。关于报告的制作请参照 Lcsolution 操作速成手册的 20 页。

B-1 分析进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)

前言

首先,在批处理分析中包括校准曲线用标准品,进行一连串分析。接着,设定称为峰与成分相互对应设定的化合物表和制作校准曲线所需信息(数据处理参数)的定量所需的参数。 然后进行批再分析处理,制作校准曲线。

不进行批处理分析时(单次分析等),在制作校准曲线前不必制作批处理文件。这时请参照本项末的<参考:不进行批处理分析时>。

<u>| 批处理文件的</u>制作

按批处理分析进行分析,制作校准曲线。为此需要制作批处理表(批处理文件),这里 说明批处理表上所需的设定。

点击 LC 分析画面(分析中时是 LC 分析编辑画面)的画面左的【辅助栏】上的[批处理],
 点击[向导]时,显示「批处理表向导」画面。

	Batch Pile: Deno_Fethed 1cm
A	Traye Infinition Start Viale 0 - Traye 1 - Injection Volume: 1 uL
(<u>- 6</u>)	Auts Startup Startup Auts Purgs Fefform outs purge using the recified
	Baraline Chack Acquire)

图 18 批处理表向导画面

 2. 在[成比表]项上选择「新建」。在[方法文件]上选择分析中使用的方法文件。在[开 始试样税号]上输入装在自动进样器上的试样瓶中的最小试样瓶号。 样品架中,使用 LC-2010 系列的 HPLC 和 SIL-HT 型的自动进样器时,输入左架(样 品架 1)或右架(样品架 2)。其他型,没有特殊设定。接着输入进样量。设定结束 后,点击「下一步」。

 3.显示「批处理表向导标准试样的位置」画面。组数通常为1。接着,选定[未知试样](再 分析时设定标准试样或未右试样,在这个阶段作为未知试样)。设定结束后,点击「下一 步」。

R.	Select standard location in	d.e	
	Bushar of Dargla		
Y I	14 Numero Staley		
	C Standard Oxay	00000	
	C Stanfard & Valueva.	00000	
Contra Co	🗆 Bracket Calibratia		
	Beacheting Trotton		
	The Draw out	d'aiche.	
	Davie: Swepler Convert &A/OE Swepl		

图 19 批处理表向导标准试样的位置画面

4. 显示「批处理表向导 未知试样」画面。



图 20 批处理表向导 未知试样画面

在[试样名]、「试样 ID」上附上识别试样的名称(没有也没关系)。

[数据文件名]上附上保存的数据文件名。点击右边的「文件指定」钮时,打开[数据文件的选择],指定保存标头的文件夹,在[文件名]上输入欲保存的文件名,点击[打开] 钮。试样名、试样 ID、数据文件名,在分析多数试样时,在此设定的名称可自动附上 连续号码。必要是分别选定[自动号码]。其他项目按下述进行输入。

各组的未知试样的试样瓶数	输入试样数。
进样次数	这里为 1。
报告打印	分析后打印数据是选定,选择报告格式文件。
	确认打印的设定。

设定结束后,点击「下一步」。

- 5.「批处理表向导 总合报告」画面这里不设定,点击[结束]。
- 6. 显示批处理表。如需修正,在此进行。

[试样类型]为[0:未知](指未知试样)。分析后选择或标准试样或未知试样,因此, 在这个阶段进行未知试样操作不成问题。

确认[方法文件上]选择的是分析中使用的方法。

确认[数据文件上]的数据文件有无问题,如需变更,在此输入。

确认其他、试样瓶号、进样量等有无问题。

'older: C:\LabSolutions\LCsolution\Sample |

Anal	Iray	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analys	∎ethod File	
1	1	Unknown Sample	UNK-0001	0: Unknown	IT QT	Demo_Method.lcm	
2	1	Unknown Sample	UNK-0002	0: Unknown	IT QT	Demo_Method.lcm	
3	1	Unknown Sample	UNK-0003	0: Unknown	IT QT	Demo_Method.lcm	

图 21 批处理表画面

- 7. 保存批处理文件。选择【文件】的[批处理文件附名保存],进行保存。
- 8. 点击[成批开始]图标时,批处理分析开始,进行一系列试样的分析。

在 LC 分析编辑画面上制作批处理文件时,打开 LC 分析画面的目标批处理文件后,再开始批处理分析。

.定量所需参数的设定

- 1. 打开 LC 再分析画面上的标准试样的分析数据。如需波形处理时,进行相应的设定。
- 请按「A、分析的同时制作校准曲线(利用在批处理分析)」的「I 定量所需参数的 设定」的 2~9 项进行操作。

.方法上的应用

此前的设定,充其量不过是数据文件内的方法编辑。如原封不动,只能在数据文件内保 存校准曲线的信息。因此,使用[方法的应用]功能,将设定的内容保存到分析中使用的方法 文件内。

 点击打开画面左的【辅助栏】内的[方法的应用],不显示时,点击[LC数据分析](如有 二极管阵列检测器的数据时,[PDA 数据分析])时,显示[方法的应用]图标。选择欲保 存的方法后(分析中使用的方法<与通常分析中使用的方法一起>),接着在出现的「方法 参数的选择」画面上,点击[确定]钮时,此前的设定在方法文件上反映。

. 根据批处理上的再分析作业制作校准曲线

 打开 LC 再分析画面上的批处理文件。点击[辅助栏]上的[批处理]图标时,显示批处理表 画面。打开分析中使用的批处理文件。

* 没有分析中使用的批处理文件时,代替本项操作,请按 B-1 基中最后的<参考>进行操作,执行 V 项以后的操作。

2. 为制作校准曲线,修正成比文件。

标准试样的[试样类型]变更为[1:标准]。特别是,标准品试样的最初行作为[1:标 准(1)]。这是指如方法文件内有校准曲线时使其初始化从一开始画出校准曲线。 变更采用点击在点击单元部出现的右侧的[]钮,打开「试样类型」画面进行。在 这里,选择[标准]。批处理表中的标准试样的最初行是点击[校准曲线初始化]钮。

关于未知试样,没有特别的设定。设定结束后,点击[确定]钮。



图 22 试样相应的变更

确认[方法文件]上选择的是分析中制作校准曲线作业用的方法(经过波形处理、鉴 定后的方法文件)。

确认[数据文件]上数据的文件名有无问题。如有需要,在此变更。

[级别号]特别重要。化合物表的浓度(1)列上输入的浓度相当于批处理表上的级别 号1,浓度(2)列上输入的浓度相当于级别号2。例如,<u>10ppm、20ppm的2点校准</u> 时,化合物表的浓度(1)上输入「10」,浓度(2)上输入「20」。这时,批处理表 上相当于10ppm试样的数据行的级别号必须为1,20ppm试样的级别号为2。也就是 说,设定应该是注入的那个试样要与化合物表中设定的那个浓度一致。化合物表的 浓度须与批处理表的试样相对应进行输入。



图 23 级别号

未知试样(定量用试样)也分析时,也设定[内标量]。此内标量是对未知试样而设 定。显示最初的「级1浓度」。这是说,根据化合物表的[浓度(1)]上设定的内部 标准物质的浓度进行定量计算。<u>如无问题,原样不变</u>。含未知试样的内部标准浓度, 与化合物表的[浓度(1)]上设定的内部标准浓度不同时,点击单元部右侧出现的 [],解除[使用方法的倾听全物表上设定的级1 浓度]的选定后,输入每人 ISTD 组(化合物表的 ISTD 组上设定的值)的内部标准物质浓度。 标准试样时化合物表上设定的值作为内部标准物质浓度进行计算,因此,对标准品 没有必要进行设定(「级1浓度」显示不变,也没关系)。

- 3. 保存批处理文件。选择【文件】的「批处理文件附名保存]进行保存。
- 4. 点击[成批开始]图标时再分析开始,同时制作校准曲线,也进行未知试样的定量。

.校准曲线的确认

请参照「A 分析的同时制作校准曲线 (利用批处理分析)」的「 校准曲线的确认」项。

.更详细的校准曲线的确认

请参照「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」的「更详细的校准曲线的确认」项。

. 定量结果的确认

请参照「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理分析)」的(定量结果的确认)项。

B-2 分析进行后,在LC校准曲线画面上制作校准曲线

前言

首先,按批处理或单次分析进行包括校准曲线用标准品在内的一系列分析。接着,设定称为峰与成分相互对应设定的化合物表和制作校准曲线所需的信息(数据处理参数)的定量参数。然后,在 LC 校准曲线画面上制作校准曲线。

1.试样的分析

按批处理或单次分析进行标准试样和未知试样的分析。批处理的顺序请参照「B-1 分析 进行后,根据再分析制作校准曲线(利用批处理)的[1 根据批处理分析]。单次分析请参照 Lcsolution 操作速成手册的 10 页。

____定量所需参数的设定

- 1. 打开 LC 再分析画面上取得的标准试样的分析数据。
 - * 需要波形处理等时,进行相应的设定。
- 2. 按「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理)」的「定量所需参数的设定」的 2~9 项进 行操作。

.方法的应用

此前的设定,最多不过是数据文件内的方法编辑。如原样不动,只能在其数据文件内保 存校准曲线信息。因此,使用[方法的应用]功能,将设定内容保存到分析中使用的方法文件 内。

 点击打开画面左的【辅助栏】上的[方法的应用]。不显示时,点击[LC数据分析](如有 二极管阵列检测器的数据时[PDA数据分析])时,显示[方法的应用]图标。选择欲保存 的方法后(分析中使用的方法<与通常分析中使用的方法一起>,接着点击出现的「方法 参数的选择画面上的[确定]钮时,此前的设定在方法文件上反映。」) . 根据 LC 校准曲线画面制作校准曲线

 点击 LC 再分析画面上的[校准曲线]图标时,显示「LC 校准曲线」画面。在这里,打开 设定校准曲线信息的方法文件。左下的「数据树形」视图上显示称为「级1」、「级2」…… 的校准点。与此级相对应的数据,在数据浏览器上拖放,使用鼠标移动。具体的是,化 合物表的浓度(1)相当于「数据树形」视图的级1,浓度(2)相当于级2。例如,<u>10ppm、</u> <u>20ppm 的2 点校准时,化合物表的浓度(1)上输入「10」,浓度(2)上输入「20」。这</u> 时「数据树形」视图的级1必须与10ppm 试样的数据相对应,级2与20ppm 试样相对应。 校准曲线视图的表上显示理论浓度比和面积比。这个画面的详细操作请参照操作说明书 操作篇的 55 页。

拖放数据文件



图 24 校准曲线画面制作

2. 校准曲线制成后,保存方法时选择【文件】菜单上的[方法文件重写保存]。

.未知试样的计算

 根据校准曲线,对未知试样(定量用试样)进行定量。打开LC再分析画面上进行未知试 样分析的成比文件,确认在批处理表的方法文件上选择的是制作校准曲线的方法。在未 知试样的[内标量]项上也进行输入。

分析未知试样(定量用试样)时,设定[内标量]。此内标量对未知试样设定的。最初显示[级 1 浓度]。这是说,根据化合物表的[浓度(1)]上设定的内部标准物质的浓度进行定量计算。如无问题,原样不变。

含未知试样的内部标准浓度,与化合物表的[浓度(1)]上设定的内部标准的浓度不同时,点击单元部右侧出现的[],解除[使用方法的化合物表上设定的级1浓度]的选定后,输入各ISTD组(化事物表的ISTD组上的设定值)的内部标准物质浓度。标准试样时,化合物表的浓度上设定的值作为内部标准物质浓度进行计算,因此,对标准品没有必要进行设定(在「级1浓度」显示着,也没关系)。

2. 开始批处理。

. 定量结果的确认

请参照「A 分析的同时制作校准曲线(利用批处理)」的「 定量结果的确认」项。

13. 插入校准曲线

1.目的

根据插入校准制作校准曲线,进行定量计算。

2.操作前

Lcsolution 上有三种方法可进行插入校准。

1. [平均]的插入校准

根据未知试样的前后,或在此前的标准试样上算出的响应因数的平均,进行定量

计算。

2. [连续]的插入校准

根据未知试样前后的标准试样上算出的响应因数的平均,进行定量计算。

3. [总括]的插入校准

采用成比分析 (分析)全部的响应因数的平均,进行定量。

为便于了解,举例说明。

[批处理表的设定例]

在批处理表上组成如下所述的分析(分析)进度表,采用插入样准进行未知试样的定量时,计算如下。

	试样名	试样类型
1	S11	1:标准:(1)
2	U1	0:未右
3	S12	1:标准
4	U2	0:未知
5	S13	1:标准

[平均]插入校准时

- · 未知试样 U1 根据(S11+S12)的平均算出的校准曲线进行定量。
- · 未知试样 U2 根据 (S11+S12+S13) 的平均算出的校准曲线进行定量。

[连续]插入校准时

- · 未知试样 U1 根据(S11+S12)的平均算出的校准曲线进行定量。
- · 未知试样 U2 根据(S12+S13)的平均算出的校准曲线进行定量。

[总括]插入校准时

· 未知试样 U1、U2 都是根据(S11+S12+S13)的平均算出的校准曲线进行定量。

进行插入校准时,制成批处理文件,可根据处理情况进行。本章只说明进行插入校准所 需的设定。

3. 操作

A. 插入校准曲线的设定

只阐述进行插入校准所需的设定。其他项目请参照「9.制作外标法校准曲线进行定量 计算」章。

I 批处理表向导上的设定

进行插入校准时,在通常的制作校准曲线作业上需增加下述设定。

- * 不使用批处理表向导制作批处理文件时或想变更已存的批处理文件时,参考本项的顺序6,在图3的画面上进行插入的设定,而且在批处理文件画面上制作标准试样 未 知试样 标准试样.....的进样顺序表。
- 在图 1 的「批处理表向导标准试样的位置」画面的[组数]上设定使用的标准品的组数。
 插入标准上组数为 1 时,设定标准品试样的 2 组 (+1)。

本章最前面的批处理文件例中,存在3组标准试样,因此[组数]上设定为2。

- 2. 在同样画面上选定[插入校准]。
- 3. 在同样画面的[插入]项目上,选择[平均]、[连续]、[总括]的其中之一。
- 选定同样画面的[插入使用同样试样瓶]时,在插入时使用的组间的标准品,自动地设定为同样试样瓶。不要时无须选定。

Humber of Sample 1	3	
C Unknown Only	00000	
← Standard Only	00000	
🤆 Standard & Unknown		
F Bracket Calibratio		
Brocketing Average *		
₩ Wise the same vial(s) in	Da .	
A/QC Samples		
│ Inzert QA/QC Samples		
	 C Standard & Unknown C Standard & Unknown P Bracket Calibratio Bracketing [Average ♥] ♥ Wse the same vial (s) in A/QC Samples ✓ Insert QA/QC Samples 	C Standard Only C Standard & Unknown C Bracket Calibratio Bracket Calibratio Bracketing Average ▼ F Wse the same vial(s) in Be A/QC Samples C L==#Q) T=#Q0 > R/A

图 1 批处理表向导 标准试样的位置画面

Anal	Vial#	Tray	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analys	Sethod File
1	0	1	Standard Sample	STD-0001	1:Standard	IT QT	Demo_Method 1cm
2	1	1	Standard Sample	STD-0002	1:Standard	IT QT	Demo_Nethod 1cm
3	2	1	Waknown Sample	UNK-0001	0:Unknewn	IT QT	Demo_Nethod 1cm
4	0	1	Standard Sample	STD-0003	1:Standard	IT QT	Demo_Method lcm
5	1	1	Standard Sample	STD-0004	1:Standard	IT QT	Demo_Nethod lcm

图 2 批处理表画面

- 批处理表画面上的显示例如图 2。设定标准试样组和未知试样组的交错重复的顺序表。根据需要,进行变更。
- 在插入校准中要想从「平均」变更成其他方法,进行确认时,选择「批处理表画面」菜 单上的[批处理]/[设定]/[插入]时,显示图3的画面。在这里进行变更、确认。

Startup	Shutdown	ASCI	I Conversion
File Conversion	QA/QC	Folder	Option Items
Start Row	Bracket	D	ata Filename
C None			
C <u>O</u> verlap	Í		
C Sequence	Í	88	
🖲 <u>A</u> verage			
		(1

图 3 插入标准的方法的选择画面

- <u>II. 校准曲线的确认</u>
- 想要确认实际上定量计算中使用的校准曲线时,打开 LC 再分析画面上的未知试样的数据。在校准曲线视图上显示该数据定量用的校准曲线。



图 4 校准曲线视图画面

- *标准试样数据时,由于显示该标准品数据的最终的处理时刻的校准曲线,因此,插入 校准时不一定要显示实际定量中使用的校准曲线。想要确认实际定量使用的校准曲线 时,打开未知试样数据进行确认。
- * 在 LC 校准曲线画面上(点击校准曲线图标出现的画面)显示该方法上保存的最终校 准曲线。因此,「平均」和「连续」时,不一定要显示未知试样的定量中使用的校准 曲线,想确认实际上定量中使用的校准曲线时,打开 LC 再分析画面上的未知试样进 行确认。