

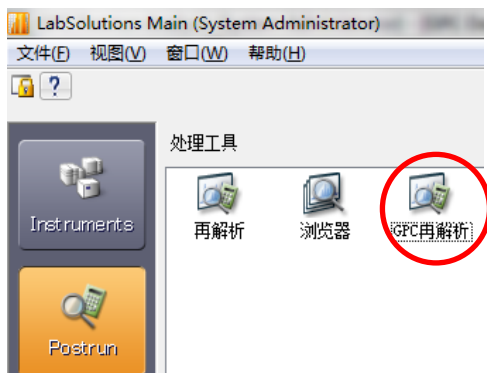
LabSolutions GPC_普适校正法计算步骤

1. 分子量计算过程

以LabSolutions 软件自带的C:\LabSolutions\Sample\LC目录下演示文件为例，介绍分子量校正曲线制作及操作过程。

1.1. 校正曲线制作

首先双击桌面LabSolutions图标，在“处理工具”选项中单击GPC再解析，打开GPC 分析窗口。所有的操作均在该窗口中进行。



操作步骤简述（供参考）：

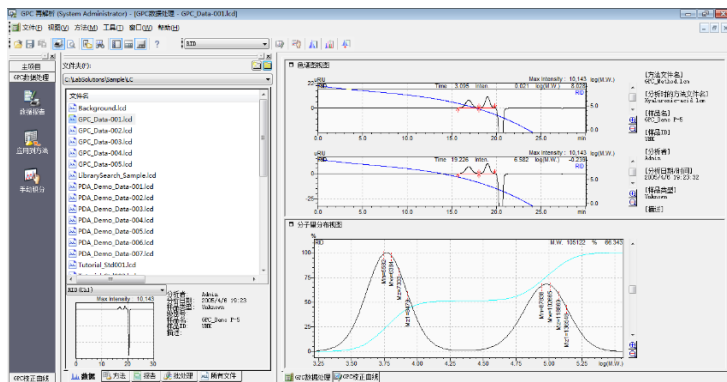
- 1) 在GPC 校正曲线中新建/ 打开已有方法文件。
- 2) 导入标准品数据文件，在“色谱图视图”中查看（推荐“多图”模式查看）
- 3) 编辑积分参数
- 4) 提取保留时间、编辑分子量信息制作校准曲线
- 5) 编辑GPC 校正参数
- 6) 编辑GPC校正曲线参数、完成校准曲线制作。

对应的具体操作步骤如下：

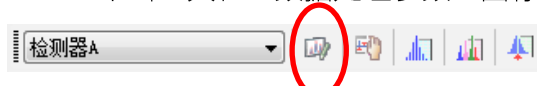
1.1.1. 双击数据资源管理器窗口GPC_Data-001文件，打开GPC标准品数据文件。(GPC_Data-001/002/003/004均为分子量标准品数据文件，每个标准品数据文件中含有两个不同分子量的标准品，因此有两个峰。GPC_Data -005为未知品数据文件

岛津应用云

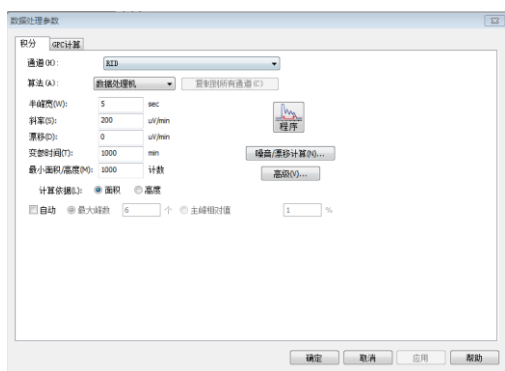




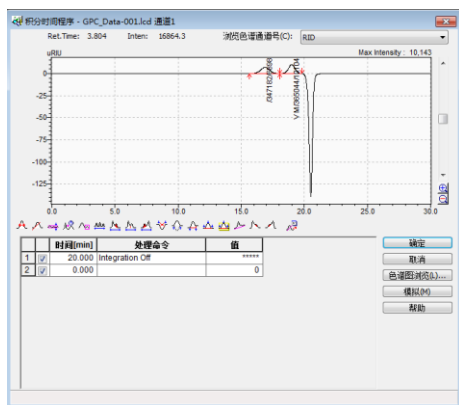
1.1.2. 单击工具栏“数据处理参数”图标



出现“数据处理参数”窗口，使用如图所示的积分参数。



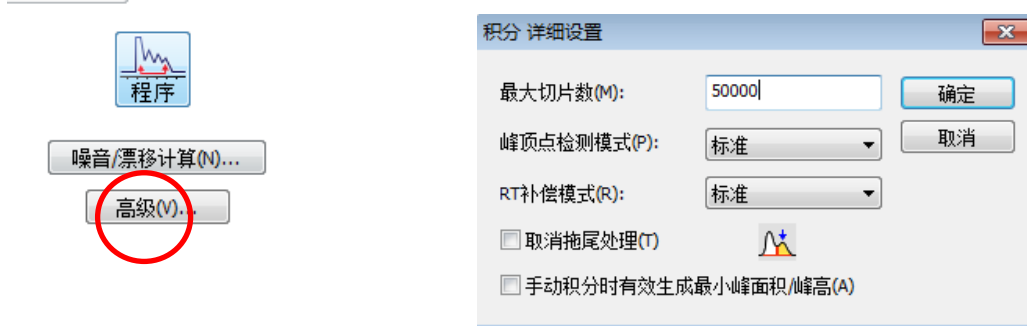
单击窗口中的“程序”图标,设定积分时间程序,确保只有标准品的峰被积分出来。输入积分起始和结束时间,通常将溶剂峰开始时间输入“时间”列,在“处理命令”列中选择“Integration Off”,这样溶剂峰就不被积分。设好后单击“确定”按钮。



岛津应用云



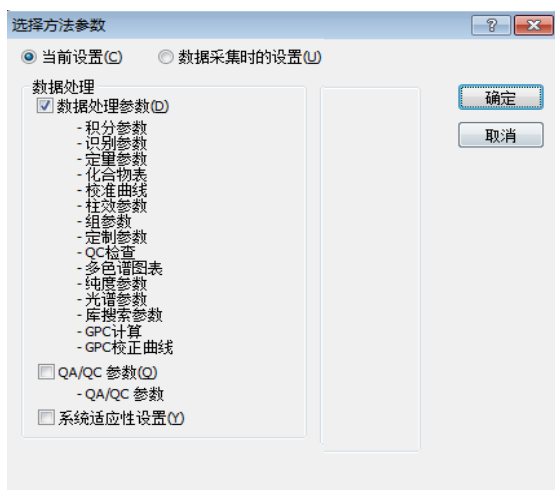
单击“数据处理参数”窗口的“高级”按钮。设定“最大切片数”为50000，单击“确定”按钮。



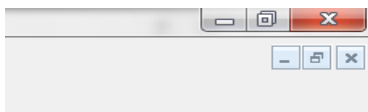
1.1.3. 在“数据处理参数”窗口点击“确定”和“应用”按钮。

将方法文件另存Gpc-test.lcm，单击“保存”按钮。

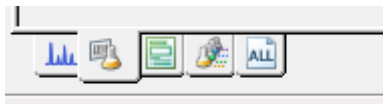
出现“选择方法参数”窗口，直接单击“确定”按钮。



单击界面右上角如图所示的按钮，关闭GPC_Data-001数据文件。提示是否保存数据文件，选择“是”。



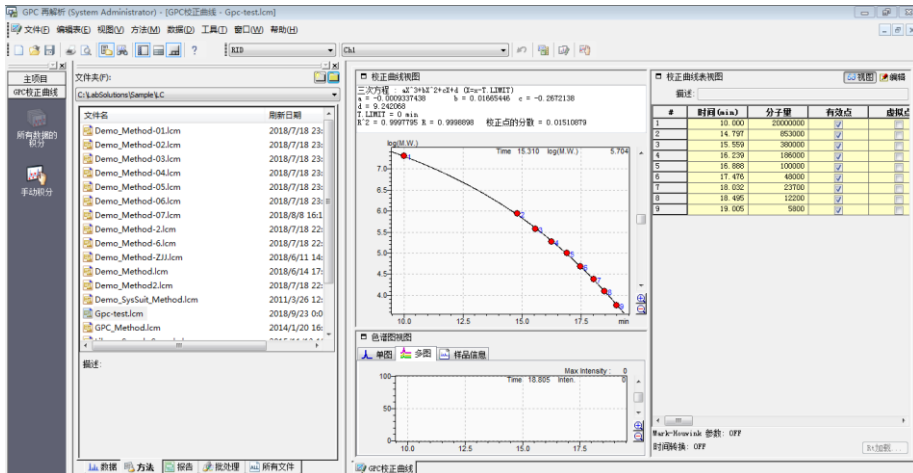
1.1.4. 单击数据资源管理器窗口方法标签，显示方法文件。



岛津应用云



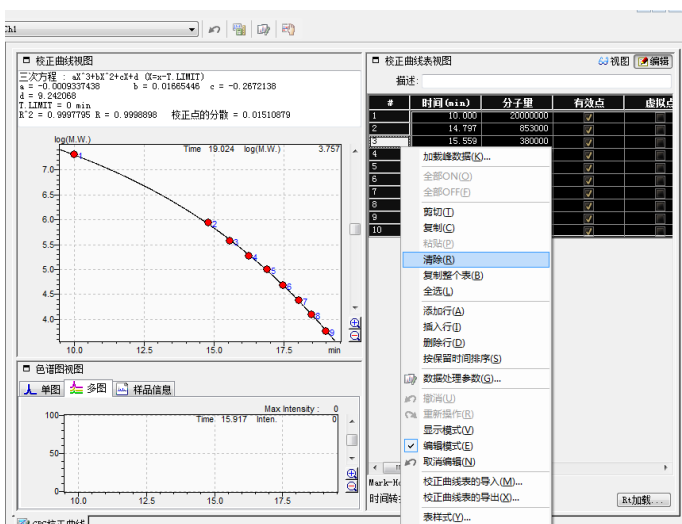
双击刚才保存的Gpc-test方法文件，出现方法文件编辑窗口。



1.1.5. 窗口中显示了以前的分子量校准曲线信息，先将以前的信息清除掉。(如果没有以前的信息，跳过这一步)单击校准表查看窗口“编辑”按钮，切换到编辑模式。



选中所有列，鼠标右键单击，选择“清除”，删除所有行。



岛津应用云



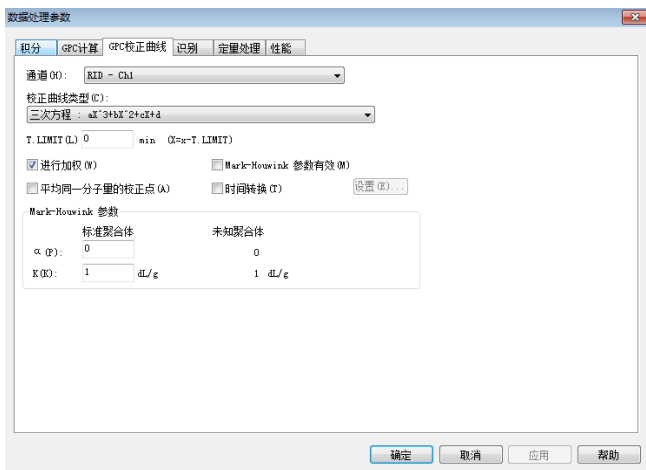
单击“视图”按钮，切换到查看模式。



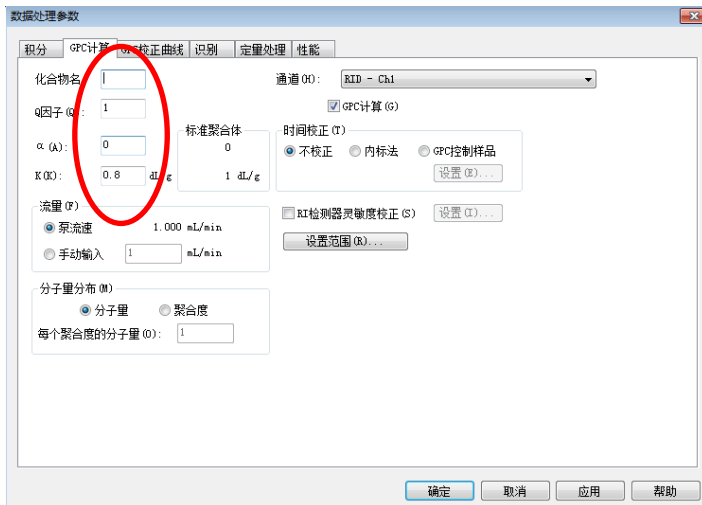
1.1.6. 单击工具栏“数据处理参数”图标。



出现数据分析参数编辑窗口，选择校正曲线类型为“三次方曲线”。



单击“GPC计算”标签。

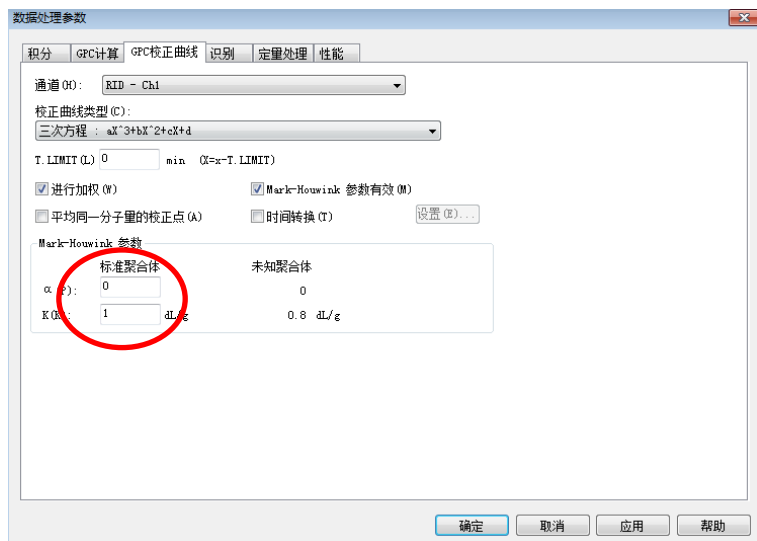


采用窄分布校正法时，在上图Q 因子一栏输入RQF值(Q因子比)。

岛津应用云



采用普适校正法时，在上图中输入所测试聚合物在流动相中的 α 和K值。再点击“GPC校正曲线”标签页面，选中“Mark-Houwink 参数有效 (M)”，输入标准品在同一流动相中的 α 和K值。

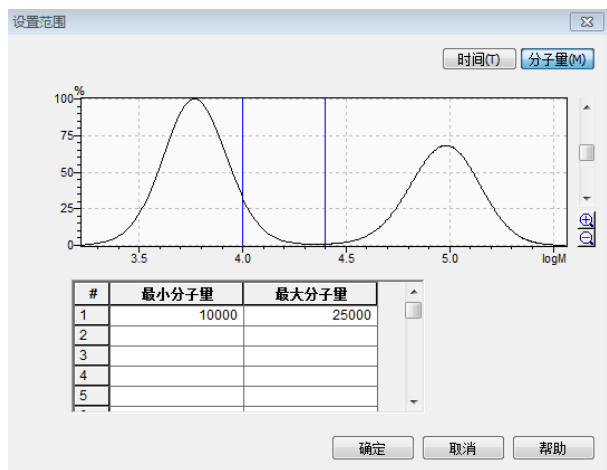


如果需要得到特定重均分子量范围内的百分比含量结果，可以点击“GPC计算--设置范围 (RT/MW)”选项，指定显示相应质量数或是时间区间的分子量范围。

RI检测器灵敏度校正 (S)



进入到RT/MW设置范围，界面如下图。点击右上角的“分子量”选项，则可以在“最小分子量”以及“最大分子量”中输入相应的重均值，点击确定。（如下图设置分子量范围10000-25000）



岛津应用云



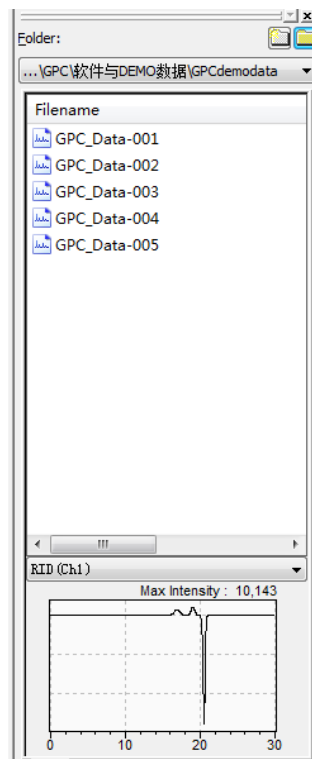
1.1.7. 单击色谱图视图窗口的“多图”标签，切换到显示多色谱图界面。



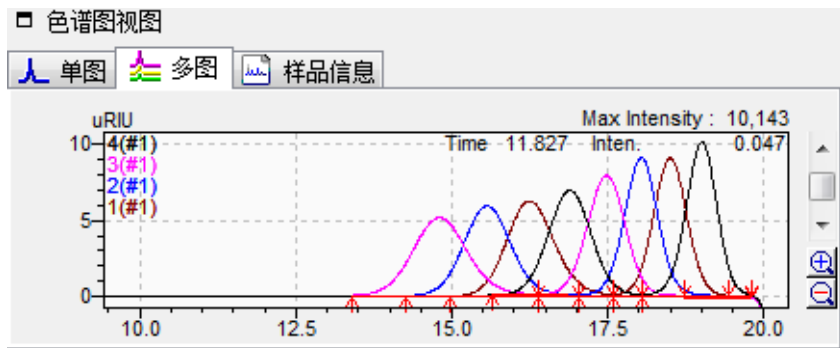
单击数据管理器窗口的数据标签，显示所有的数据文件。



选中GPC_Data-001-004这四个标准品数据文件。



将选中的四个数据文件拖到“多图”窗口中，同时显示四个色谱图的八个峰。



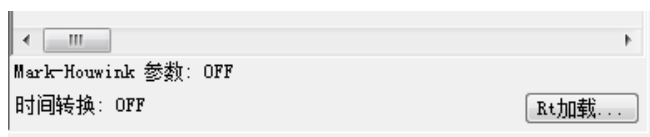
1.1.8. 单击校准表查看窗口的编辑按钮，切换到编辑模式。

岛津应用云

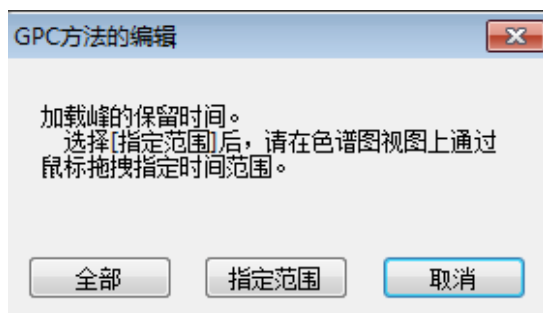




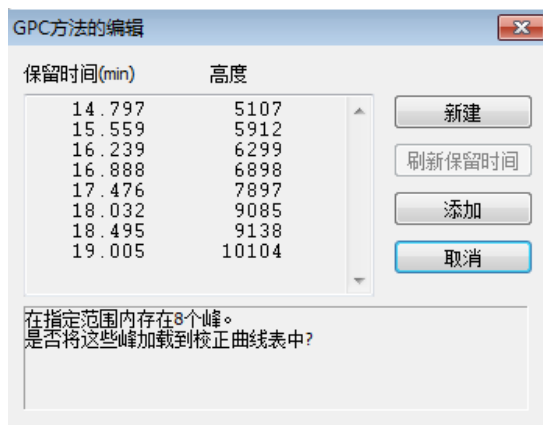
单击校准表查看窗口右下角的“Rt加载”按钮。



出现GPC方法的编辑窗口，单击“全部”按钮选择所有积分出来的峰。



单击新建按钮，新建校准表。



校准表中出现所有峰的保留时间，检查确认是否正确。

并输入各个峰所对应的分子量。

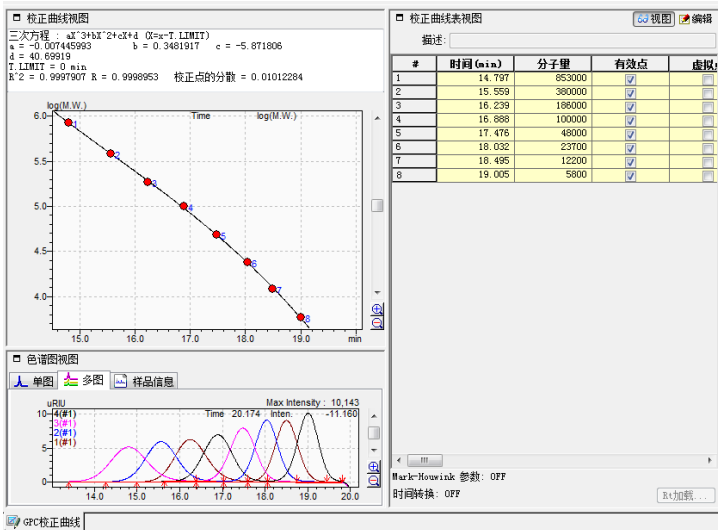


校正曲线表视图 视图 编辑

描述: _____

#	时间 (min)	分子量	有效点	虚拟
1	14.797	853000	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2	15.559	380000	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3	16.239	186000	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4	16.888	100000	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5	17.476	48000	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
6	18.032	23700	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
7	18.495	12200	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
8	19.005	5800	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
9	0.001		<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

单击视图按钮。校正曲线视图出现制作好的校准曲线图谱和方程。



单击工具栏保存按钮，保存方法文件。出现对话框，选择“是”。



1.2. 样品平均分子量计算

1.2.1 双击打开未知品数据文件GPC-Data-005。



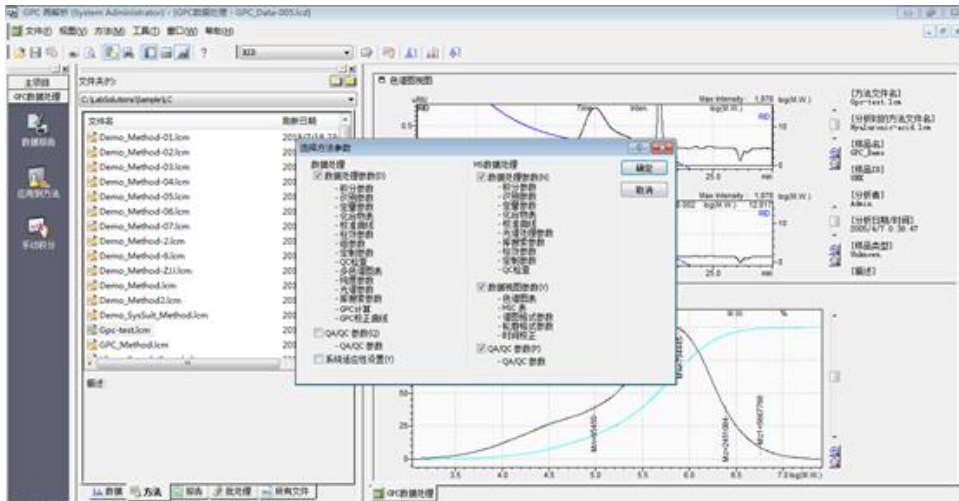
单击方法标签。



岛津应用云



将刚才保存的Gpc-test方法拖到右边的色谱图窗口中，加载方法参数。

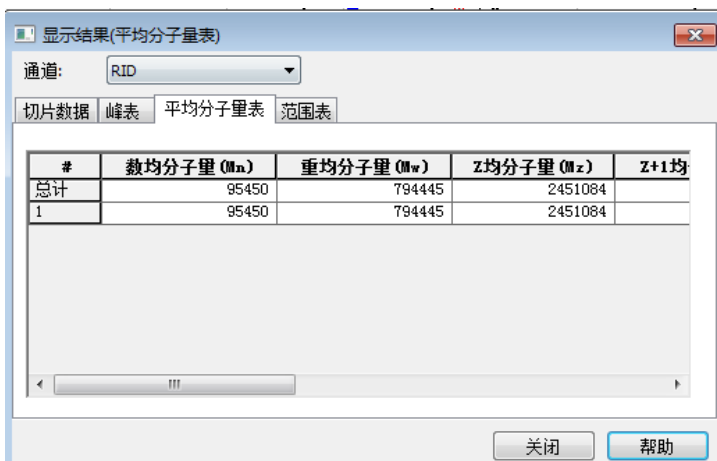


出现选择方法参数对话框，直接单击“确定”。

1.2.2 单击工具栏“显示平均分子量”按钮。



查看分子量计算结果。



点击“范围表”，即可以查看特定重均分子量范围内的百分比含量。

岛津应用云



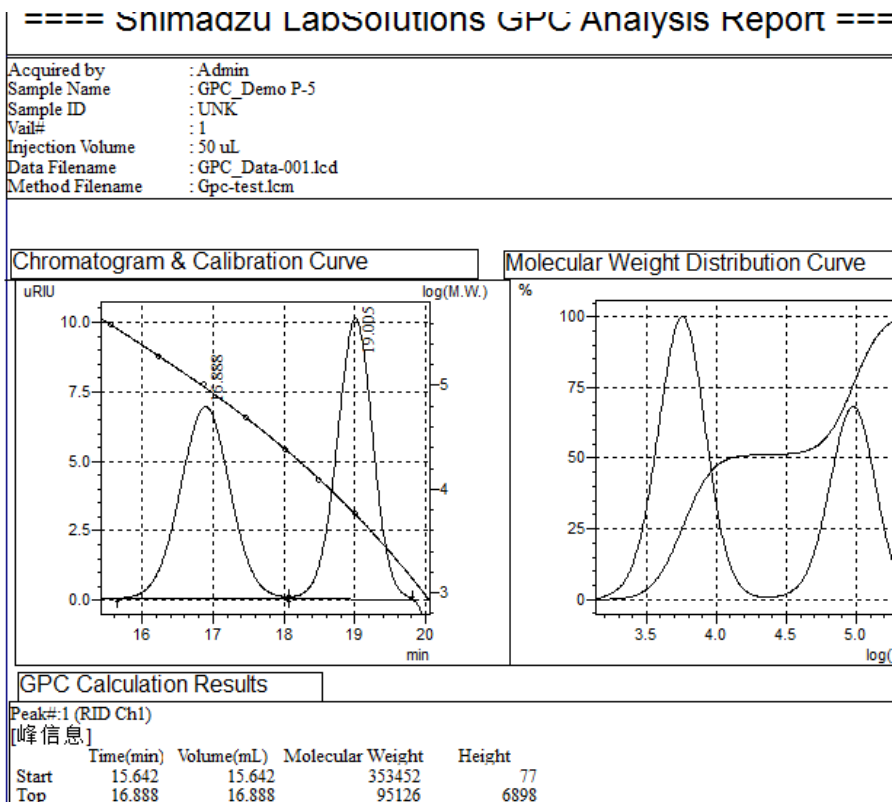


#	开始体积 (mL)	结束体积 (mL)	开始分子量	结束分子量	%	数均分子量 (Mn)	重均分子量 (Mw)
1	17.993	18.641	22222	10000	4.0022	28122	21442

1.2.3 单击助手栏“数据报告”按钮查看数据文件中的报告。



显示包含在数据文件中的报告。



岛津应用云



单击文件菜单，打开报告格式文件，可以修改报告格式,并将该报告格式文件保存。具体报告格式修改和打印方法，请参见《LabSolutions 操作说明书》。

岛津应用云

