

岛津高效液相色谱仪

LCSolution软件基本操作



目 录

样品分析和数据采集.....	1
数据结果处理.....	20
附录1：首次使用LCsolution进行仪器配置.....	36
附录2：通过实际样品测试来学习一下参数的设定.....	44
附录3：常用参数介绍.....	48

一、LC使用LCsolution进行样品分析和数据采集

操作界面的进入

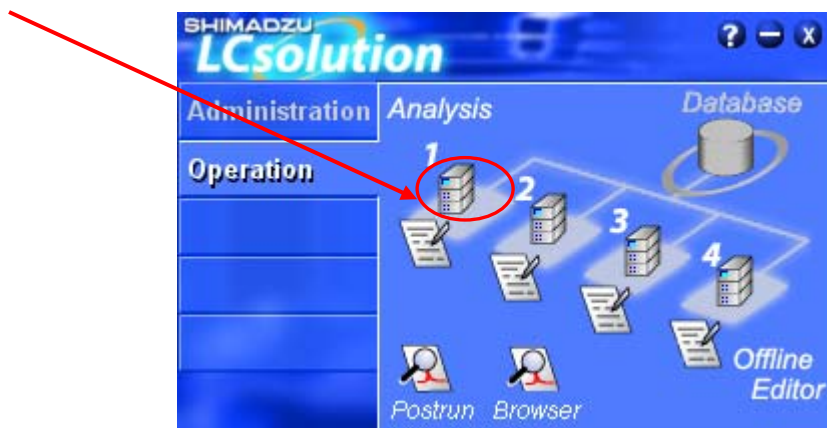
- a. 在开机之前，根据所做样品的方法要求，准备好所用流动相，自动进样器用的清洗液，标样及样品。流动相抽滤后超声脱气 15 分钟，装入溶剂储液瓶，确认吸滤头已置于液面以下，标样和样品均以 0.45um 膜过滤
- b. 打开 LC 电源，其中 SCL 或 CBM 的电源最后打开；对输液泵及自动进样器进行必要的 Purge 操作，排出相应流路中的气泡，使新鲜溶剂在流路中得以置换；检查输液泵在动作前的压力显示值，必要时对此压力值进行调零



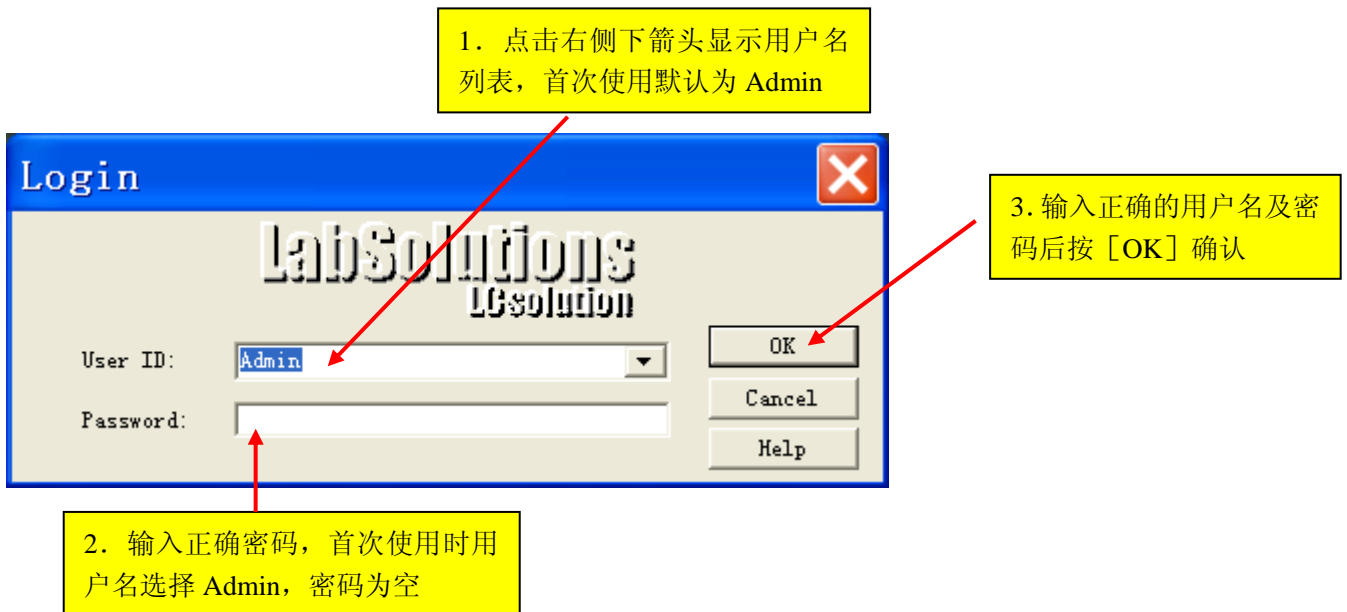
- c. 打开 PC 电源、待正常进入 Windows 操作系统

- d. 双击桌面  图标，此后会弹出以下窗口

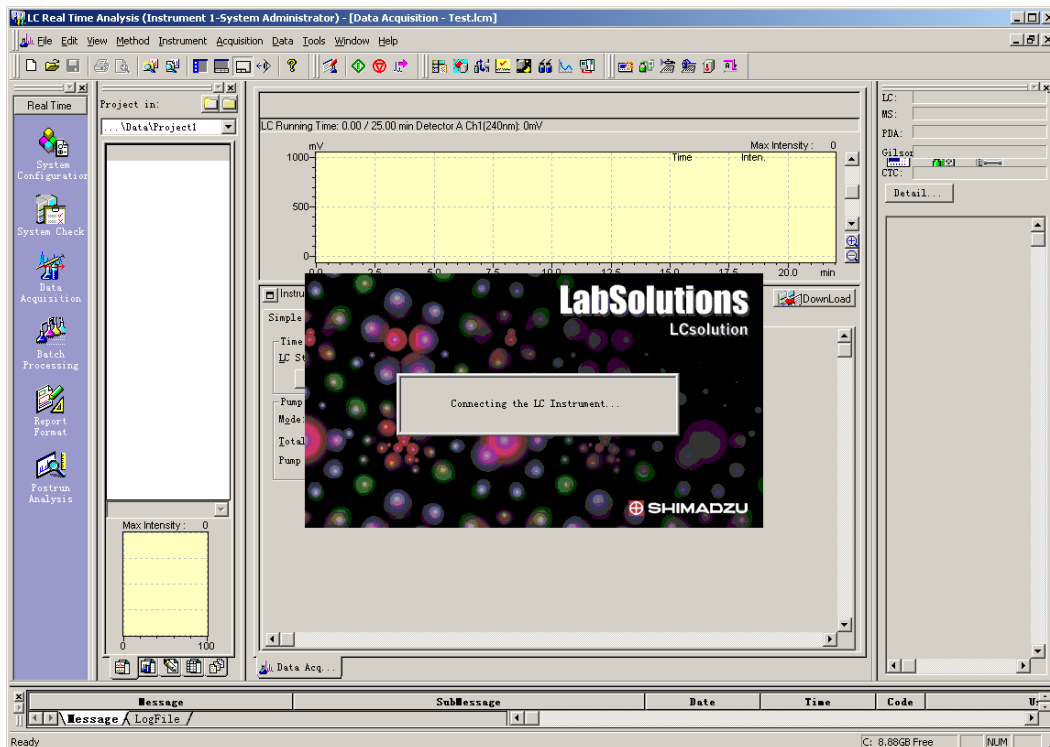
- e. 双击 LC 所对应的图标，弹出 Login（登录）窗口



f. 在 Login 窗口中输入用户名（User ID）及密码（Password）并确认



Login 窗口确认后出现以下画面，同时听见 LC 发出“哔”的声音，表示工作站与 LC 联机正常



此后便进入仪器实时分析界面

LCsolution 操作步骤

图示为实时分析画面
左侧助手栏的分布

The image shows the LC Real Time Analysis software interface. On the left is a vertical sidebar with icons for various functions. A red arrow points from this sidebar to a larger inset window showing the main software interface. The main interface includes a menu bar (File, Edit, View, Meth), a toolbar, a project list, a graph showing 'LC Run' data, and several control panels for data acquisition and instrument parameters.

1. 打开一个已建立的方系统配置
如果首次使用 LCsolution 或变更仪器配置（例如更换进样器或检测器）具体设定参见附录 1

2. 仪器状况检查

3. 数据采集

4. 批处理运行

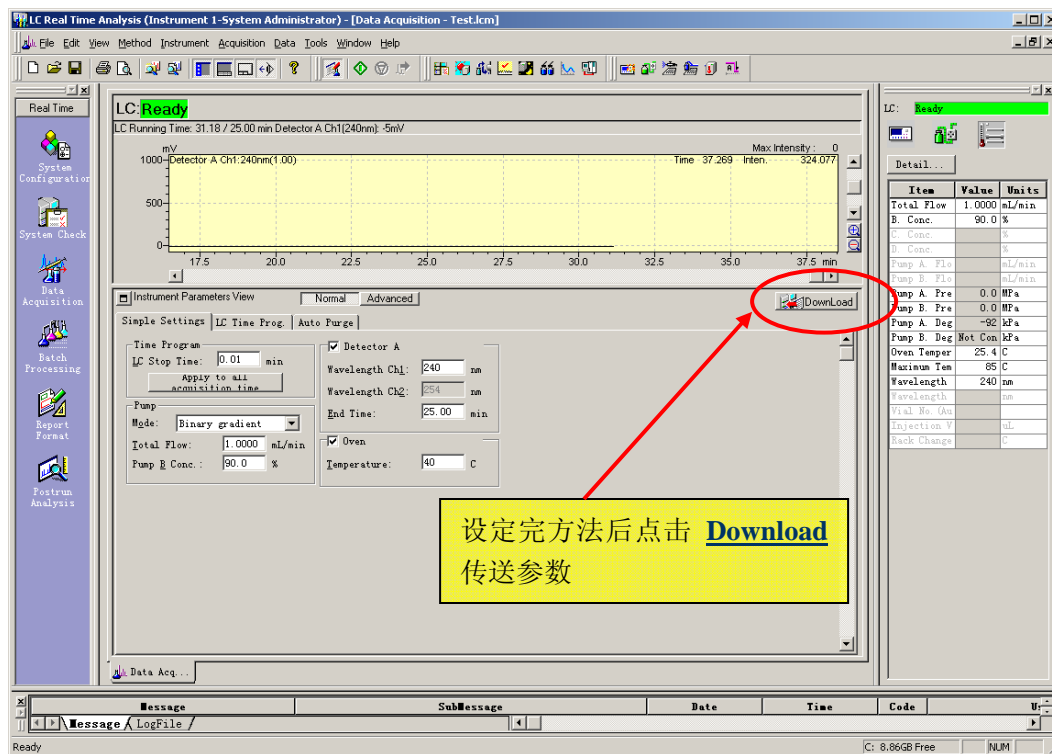
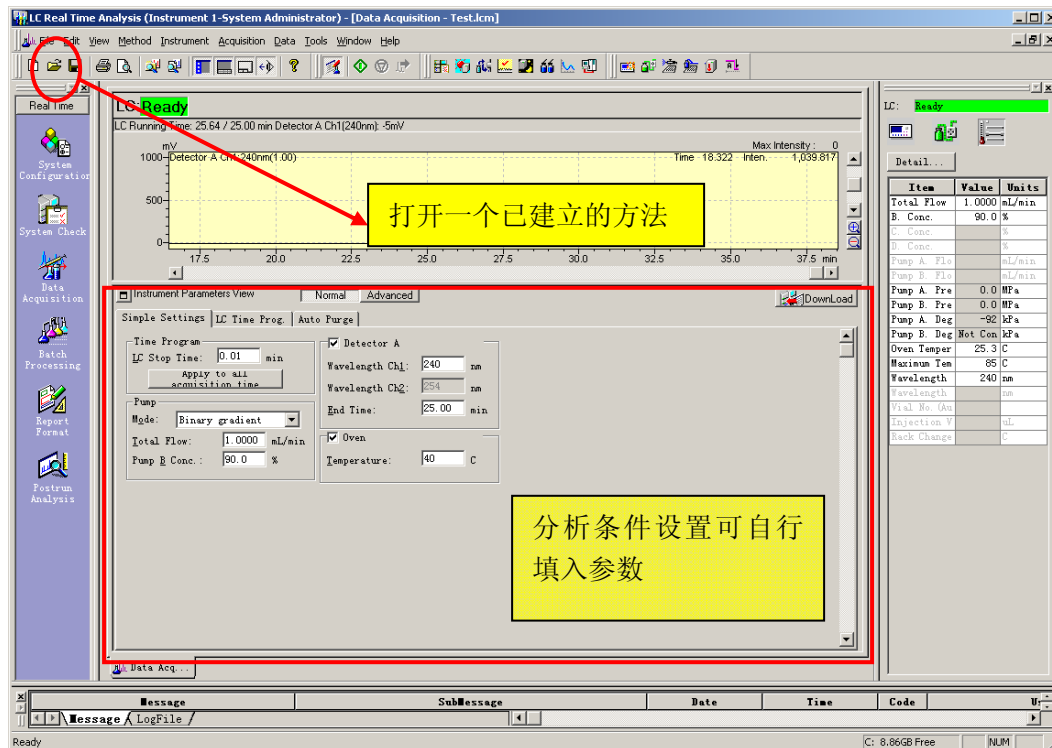
5. 报告格式设定

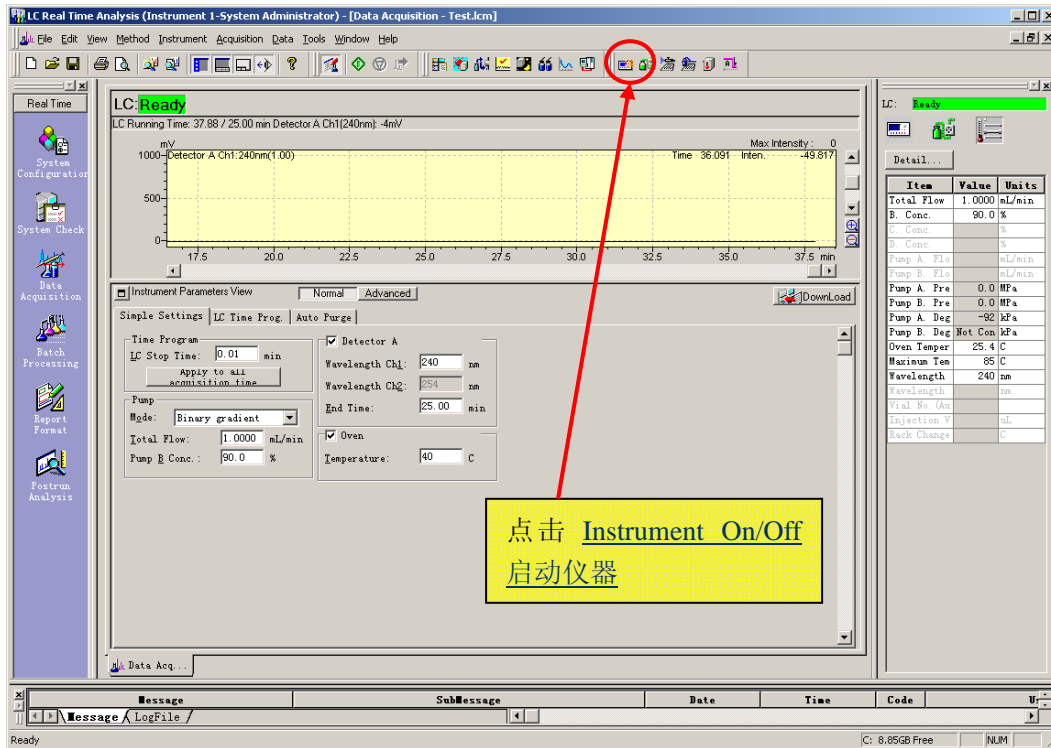
6. 数据后处理

LCsolution 软件基本操作

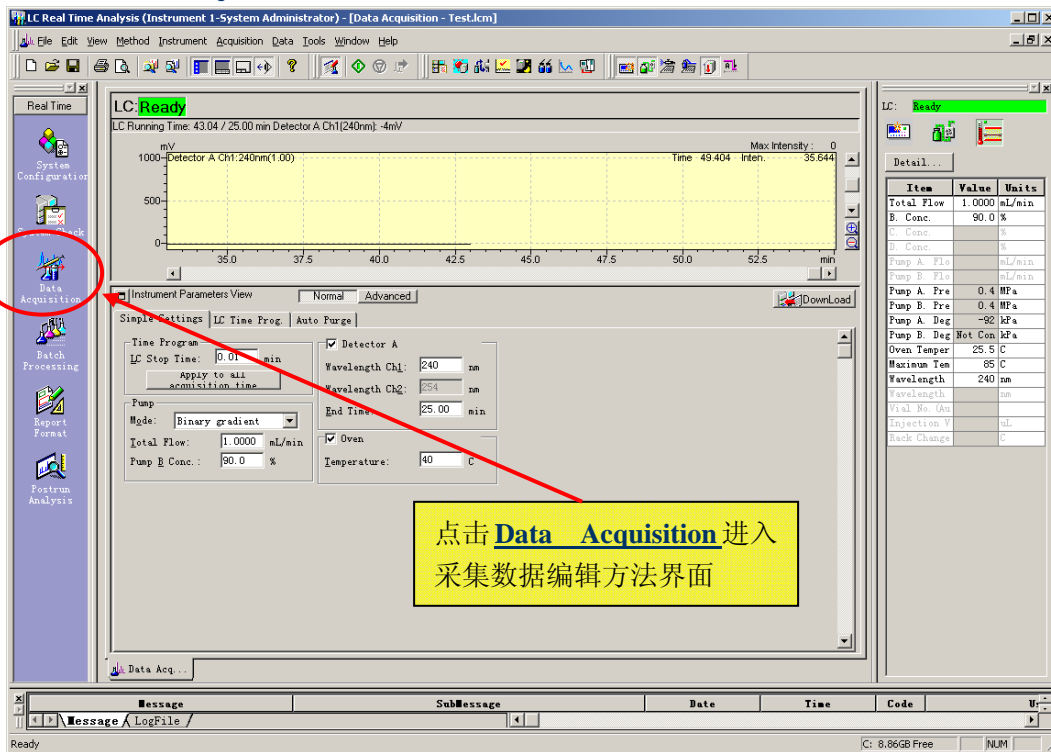
- 仪器参数设定（可自行填写参数或调用方法）

具体参数设定参看附录 2



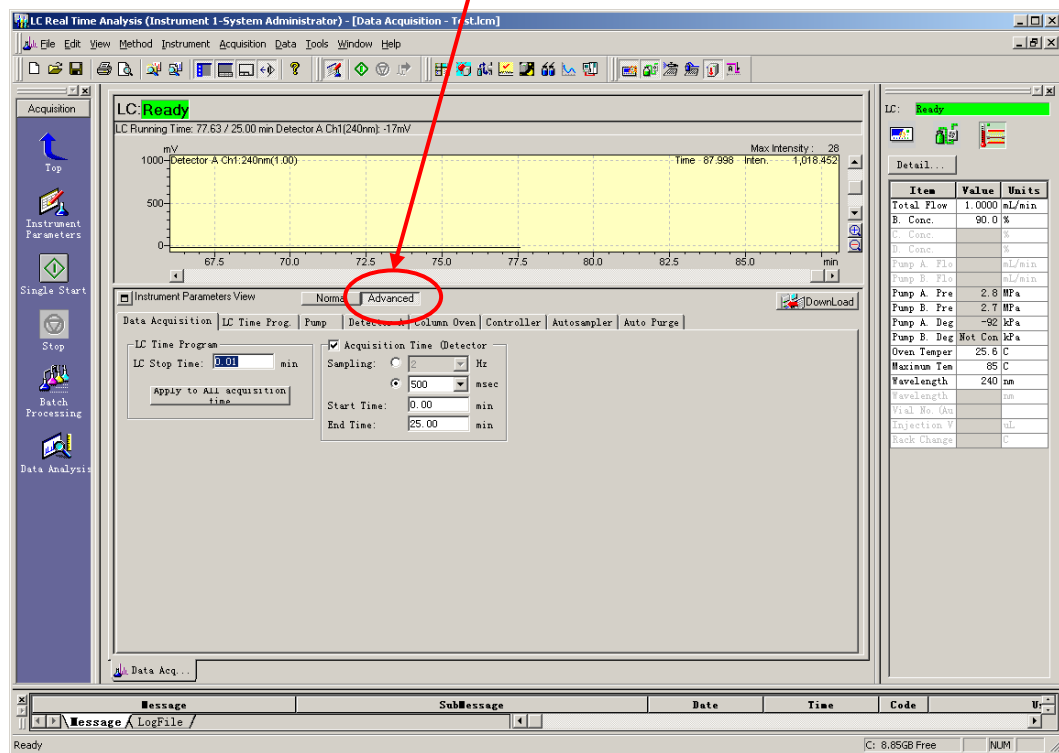
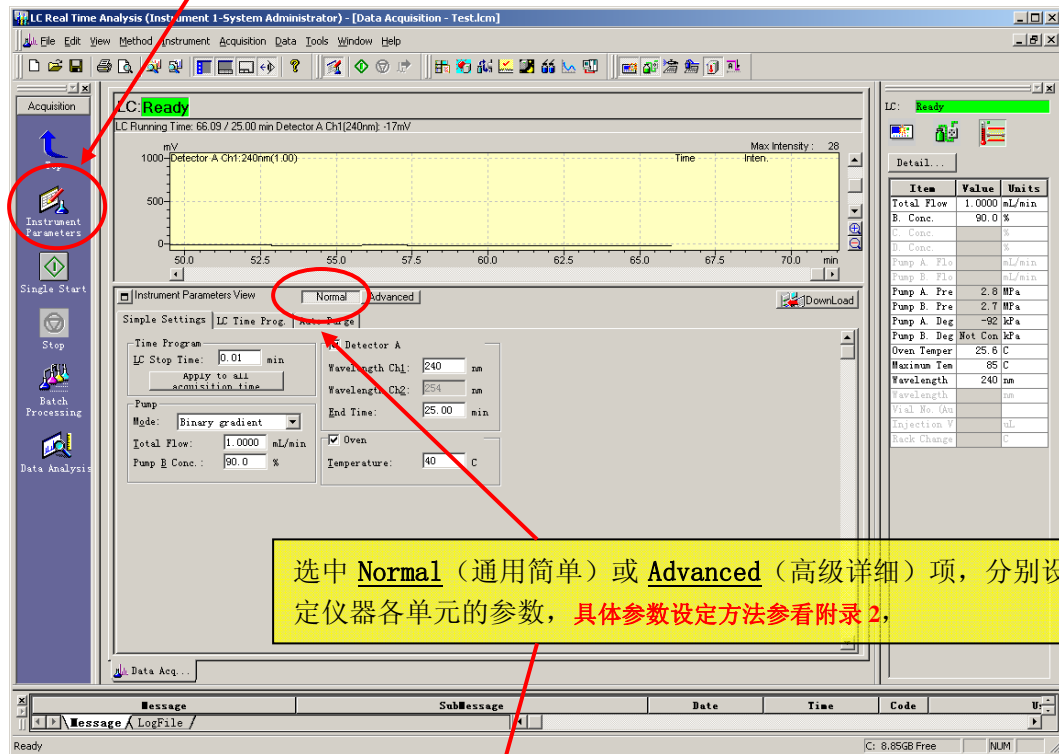


● 点击 Data Acquisition 进入采集数据编辑方法界面

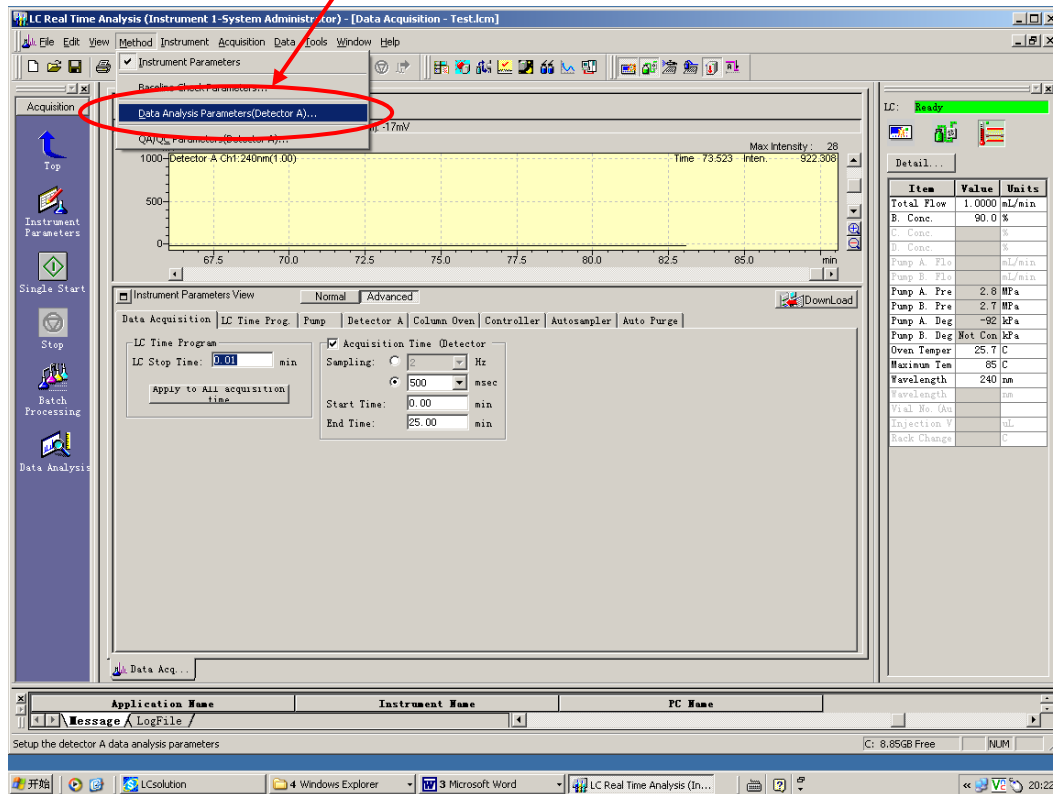


LCsolution 软件基本操作

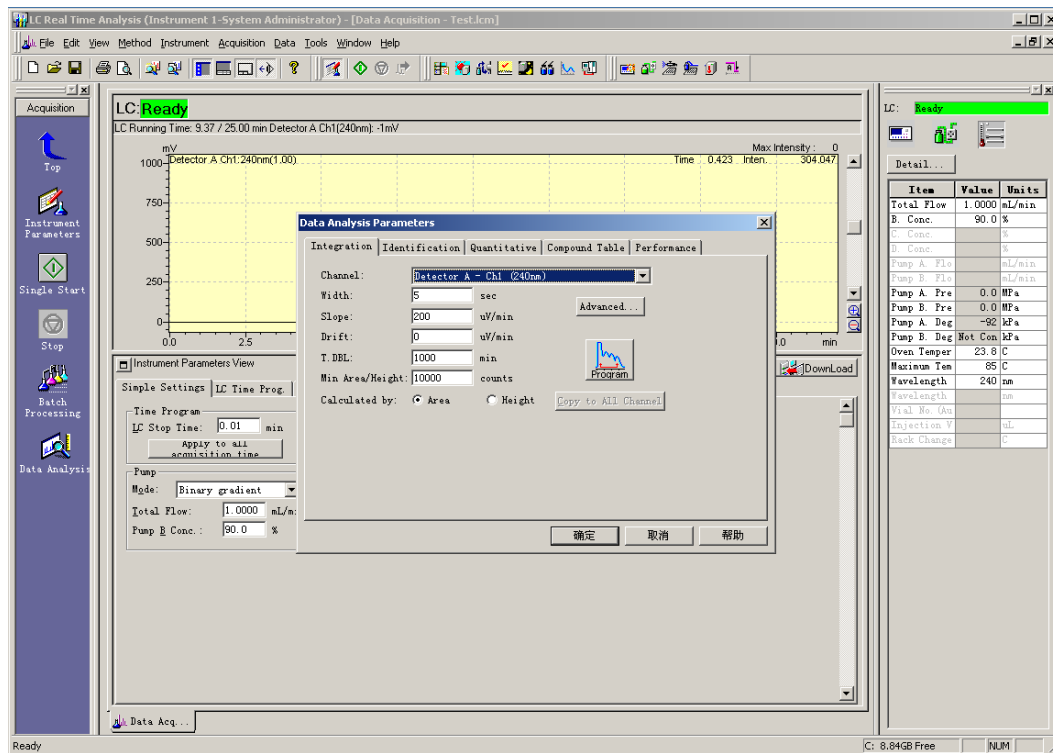
点击 **Instrument Parameter** 进入仪器参数设置界面:

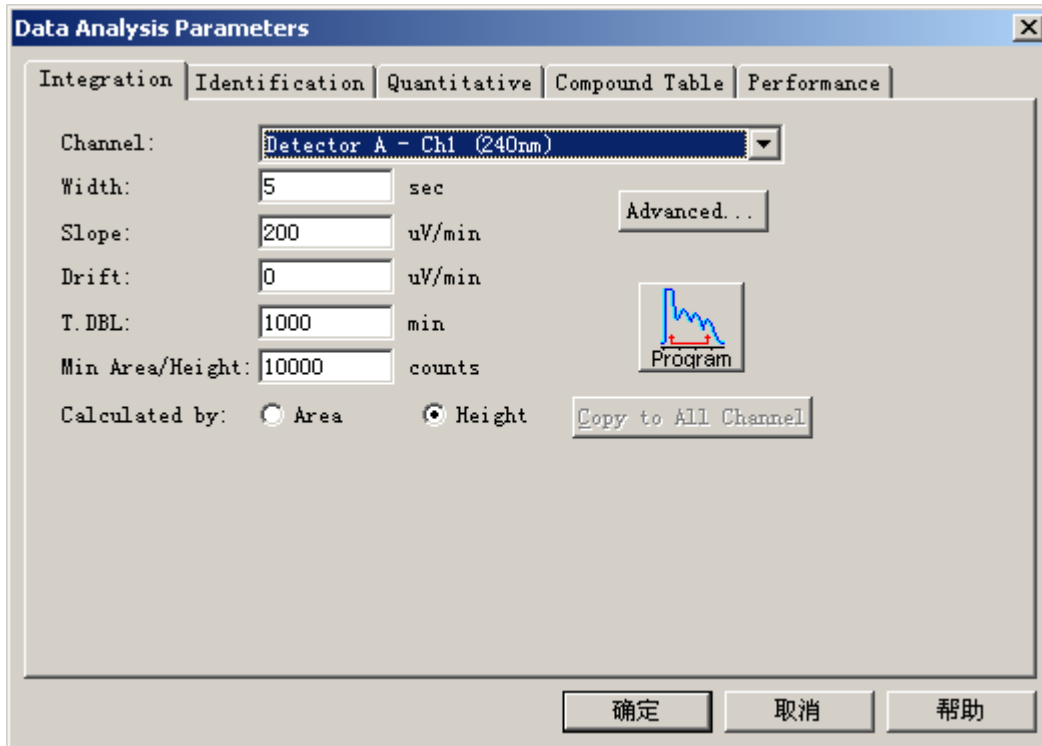


● 点击 **Method** → **Data Analysis Parameter** 编辑积分参数:



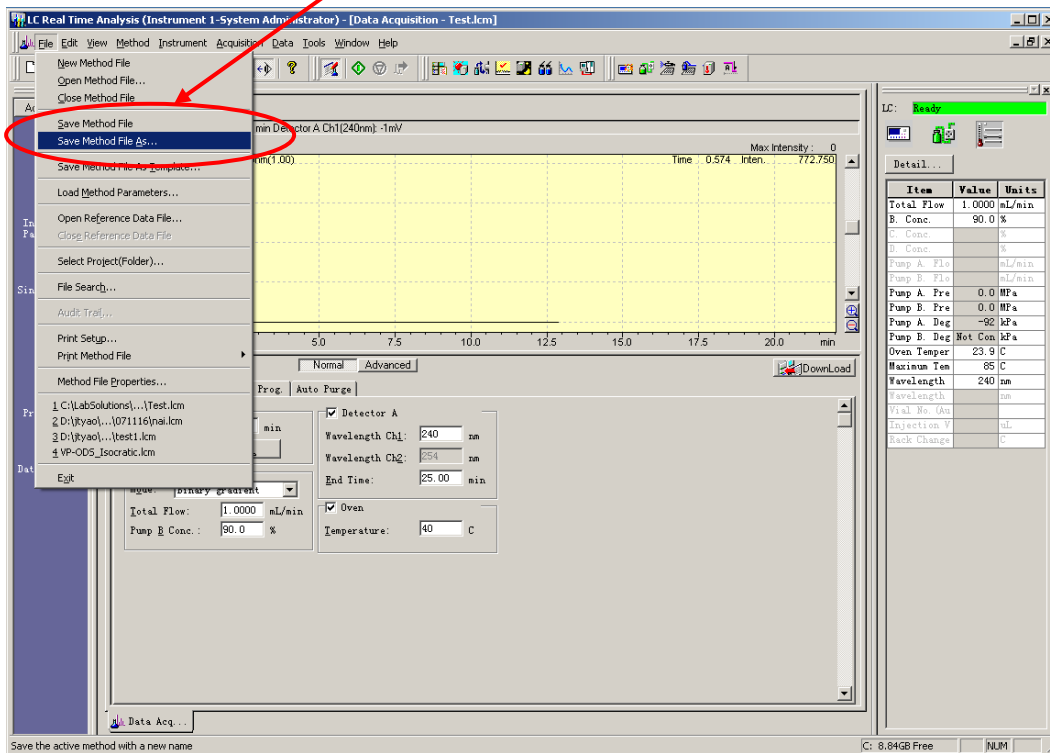
弹出如下界面:

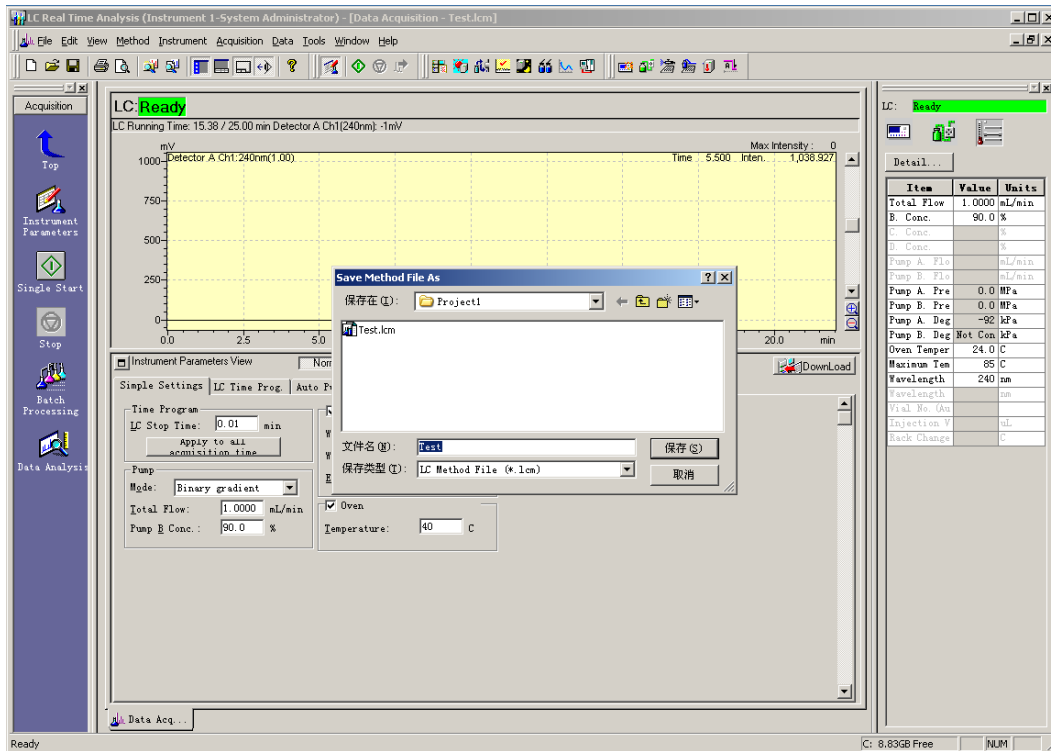




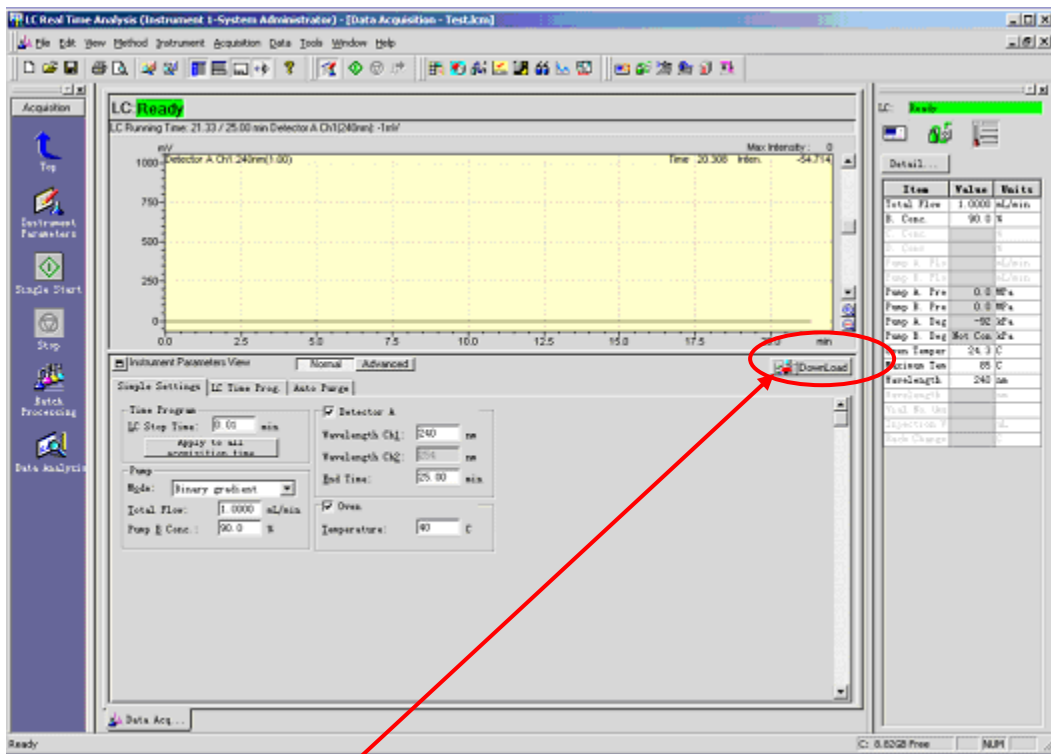
设置 Width 峰宽, Slope 斜率, Min Area 最小峰面积等等。新建方法推荐使缺省值, 待分析完样品后再设置此项参数, 得到优化的色谱数据结果后, 将参数保存在当前方法中。

- 保存方法: 点击 **File** → **Save Method as**





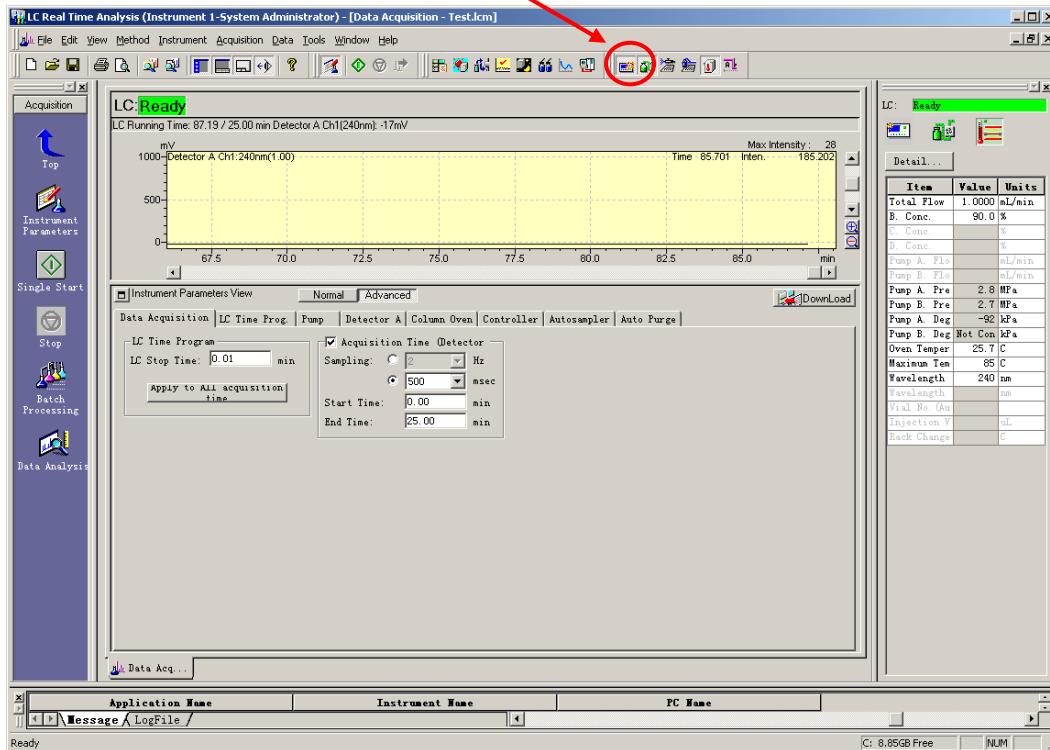
如图：起文件名***.lcm 保存后，该方法即作为当前运行的方法。



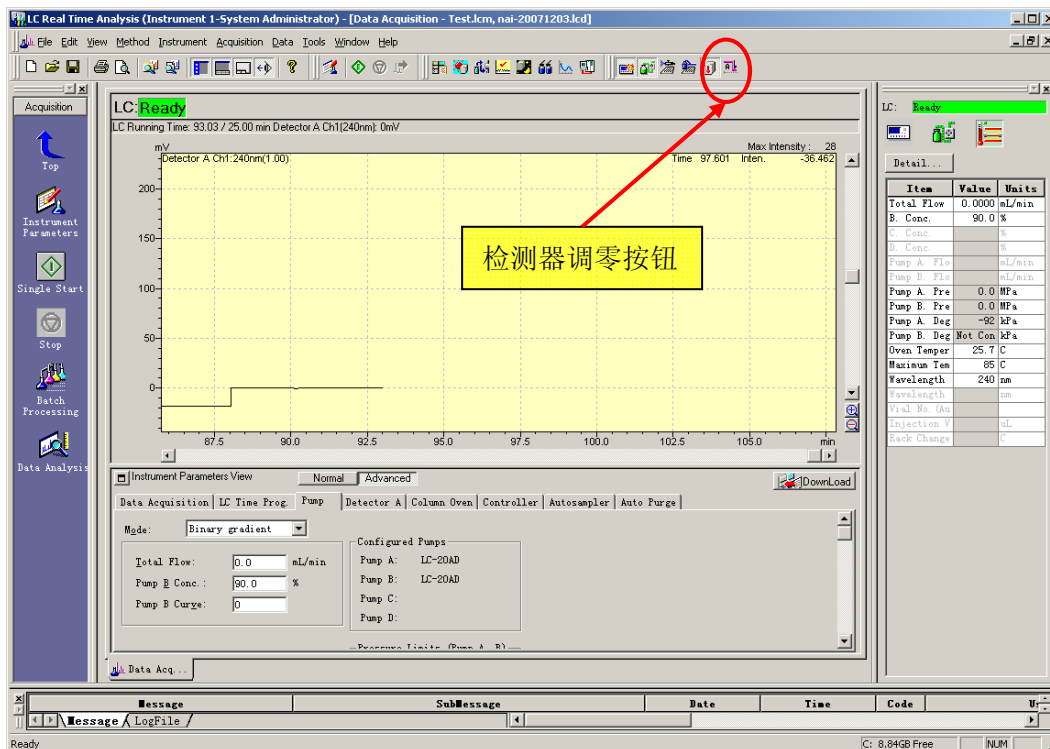
然后下载方法：点击 **Download** 键，向仪器传送参数。



LCsolution 软件基本操作

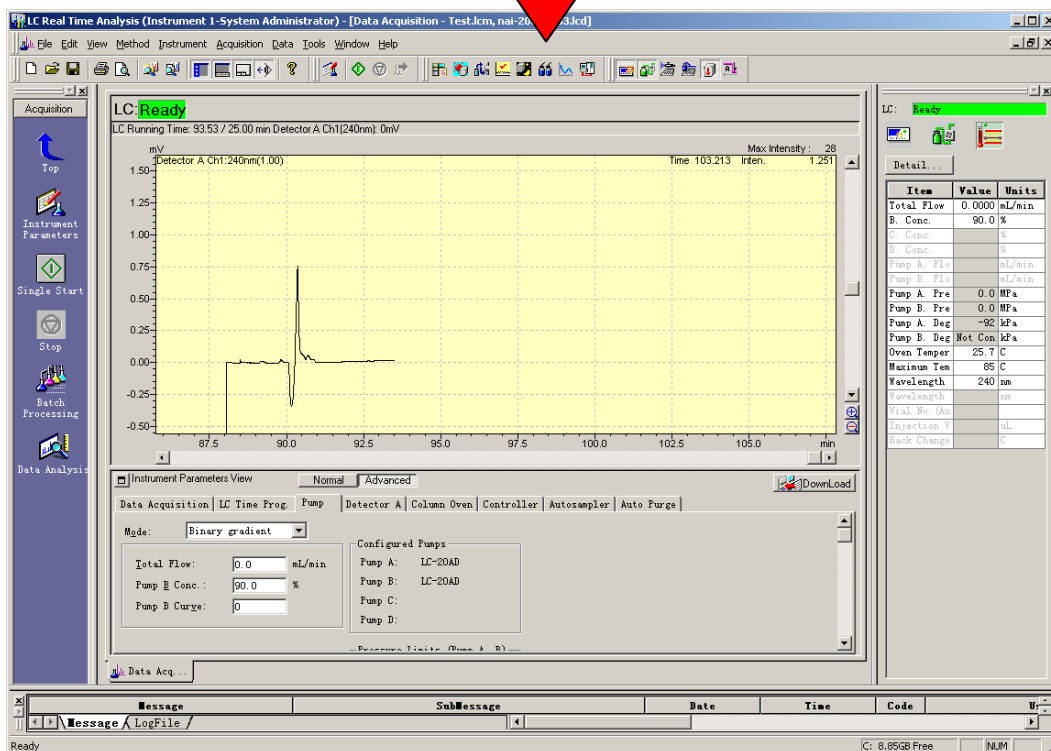
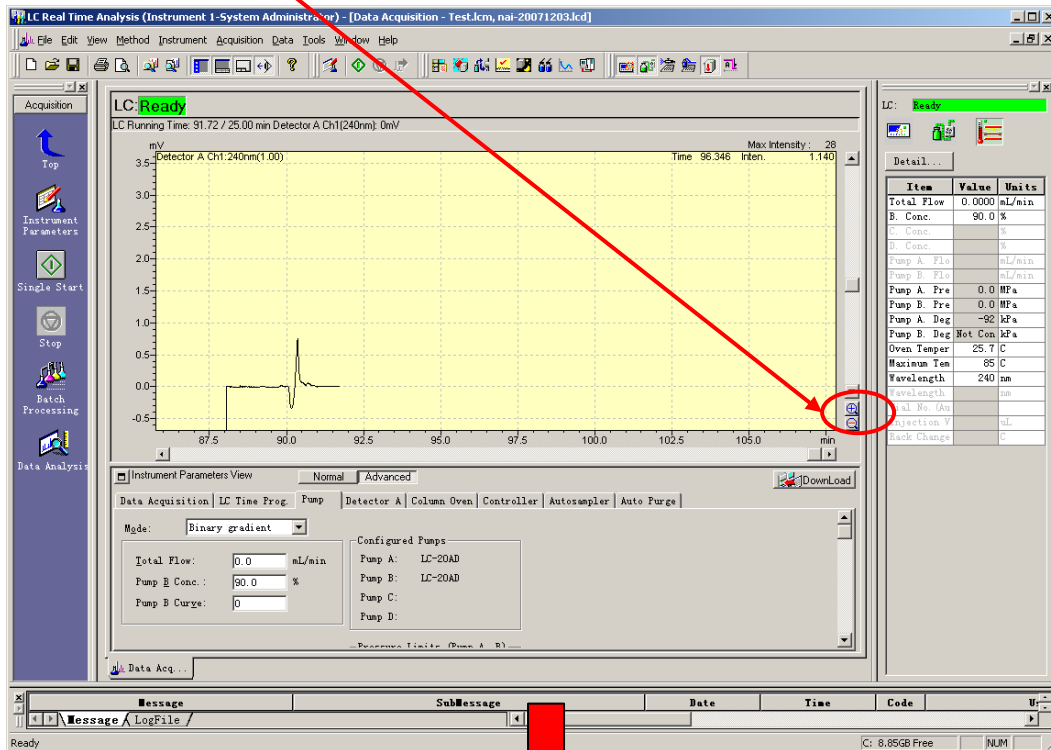
- 执行方法：点击如图图标 **Instrument On/Off** (仪器开/关)，使仪器处于开启状态



系统开始运行，检查各单元参数应与方法设定一致。等待系统平衡。一般情况下，由于流动相不同，交换平衡时间不定。可以观察 **Detector** 检测器输出信号变化，如果输出信号稳定不变，即认为接近平衡，可以调零等待，确认系统平衡后，准备进样分析。



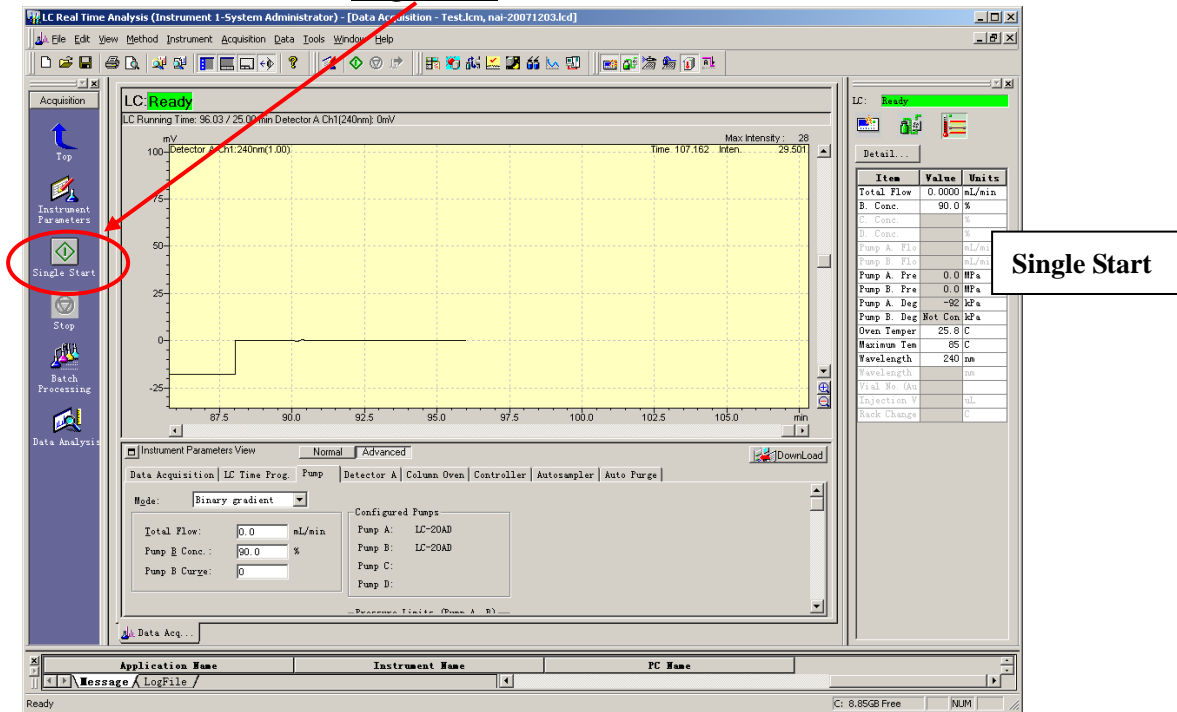
可以通过改变衰减  或  预览基线观察基线变化，待基线平稳，准备进样操作。



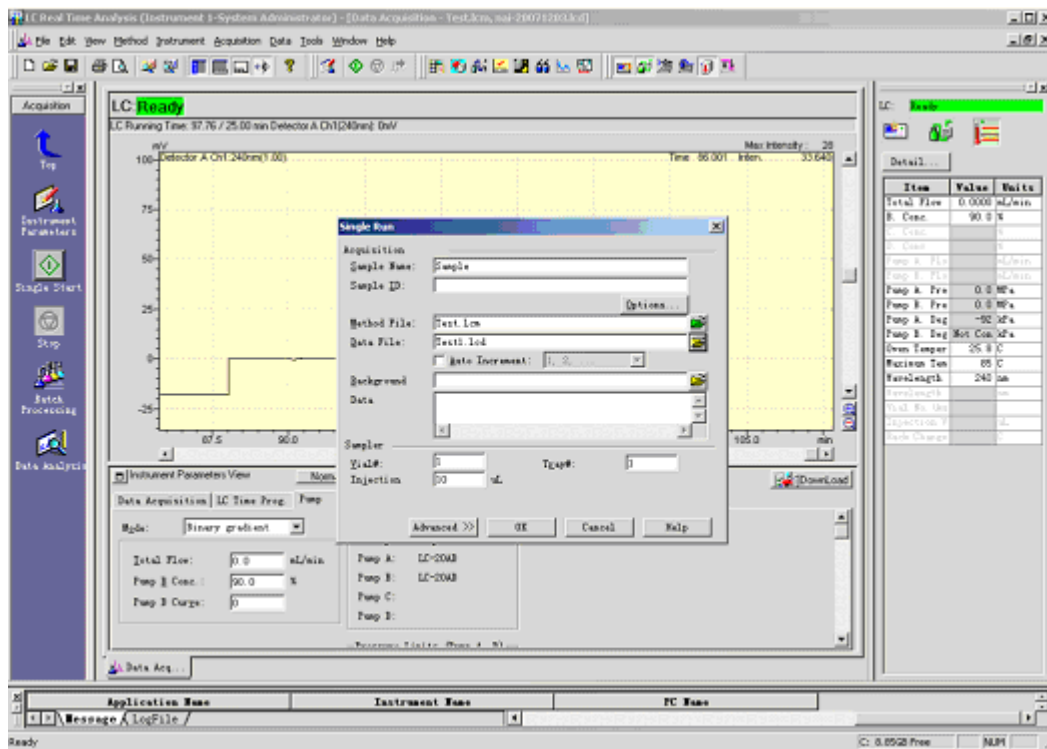
LCsolution 软件基本操作

● 进样分析:

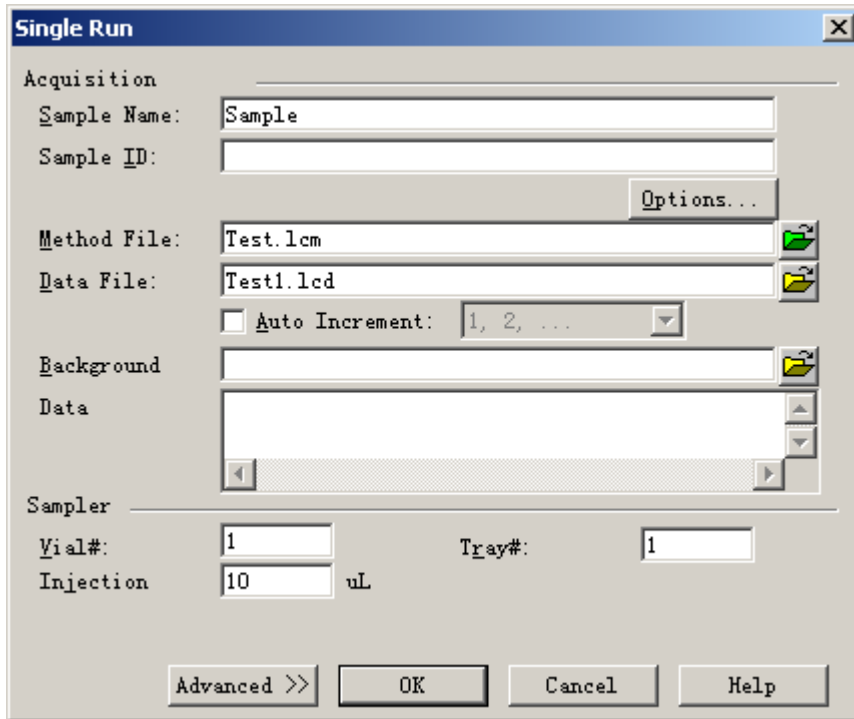
⊙ 单针进样分析: 如图点击 **Single Start** 图标:



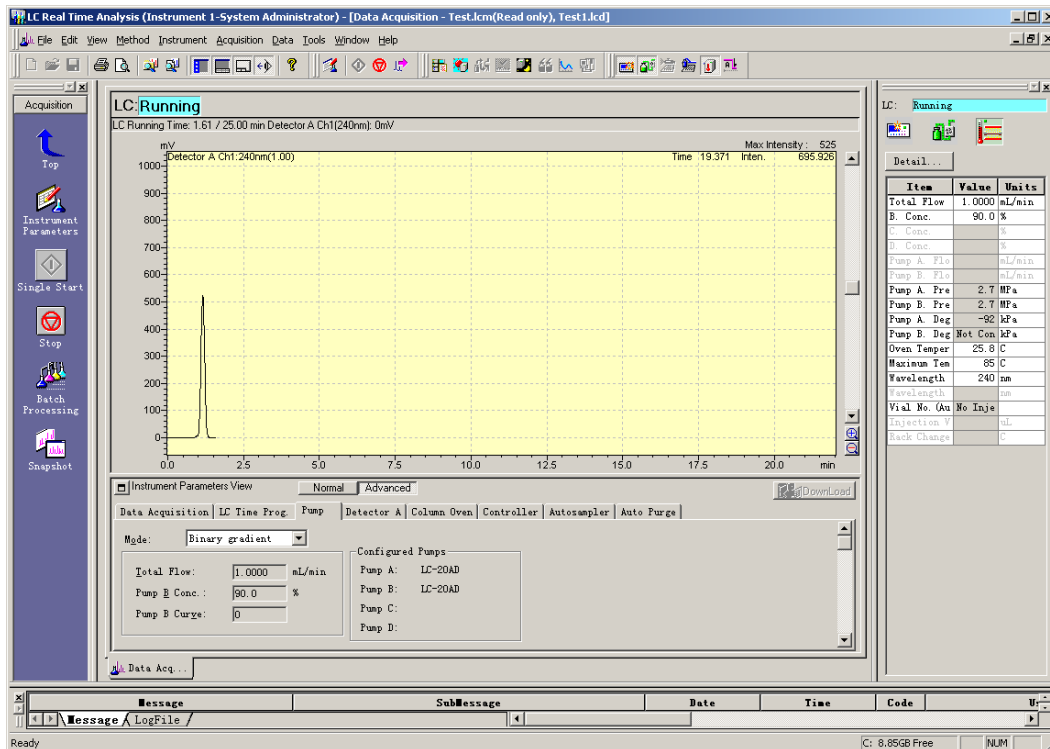
出现如下采样对话框:



⊙编辑样品参数：Sample Name 样品名称，Sample ID 样品信息，Method File 方法文件名，Data File 数据文件名，Vial#样品瓶号，Tray#样品架号，Injection Volume 进样量等。

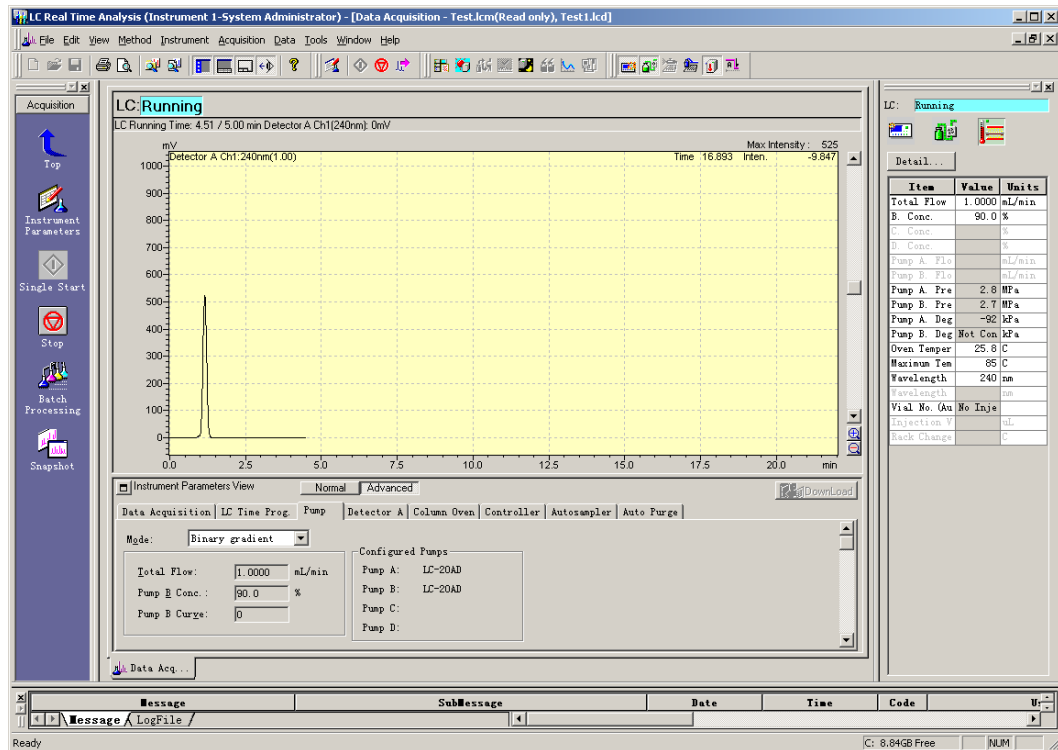


⊙点击 **OK** 后，开始进样操作。（★重复单针进样，重复执行上述步骤即可★）



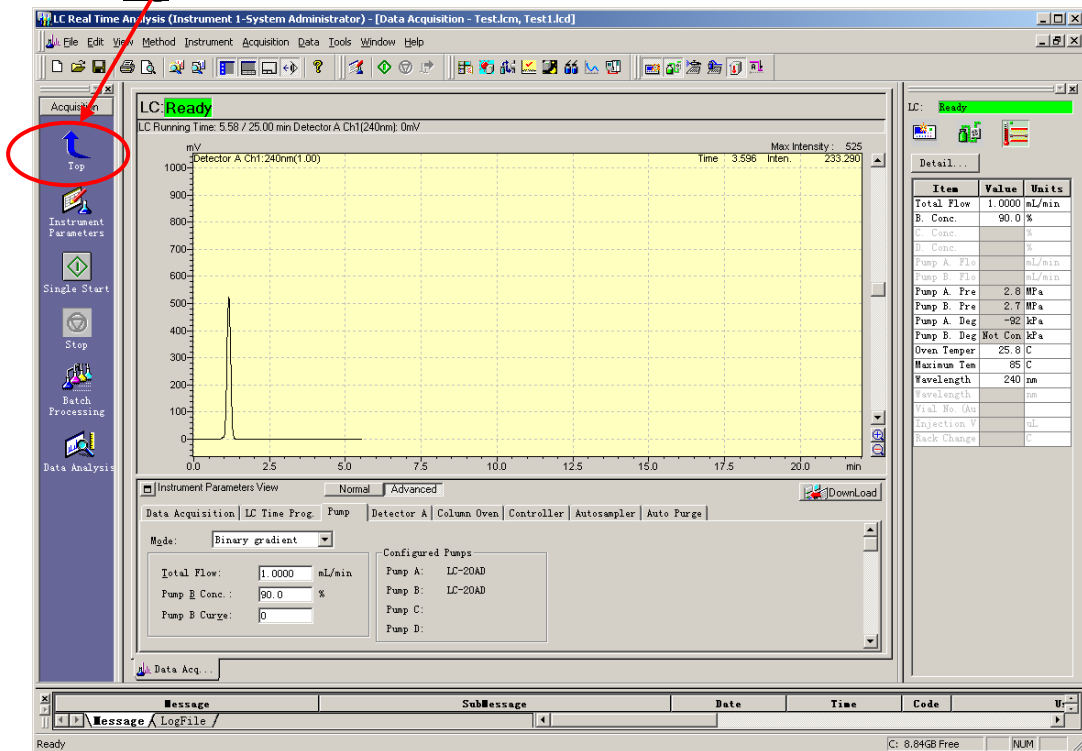
LCsolution 软件基本操作

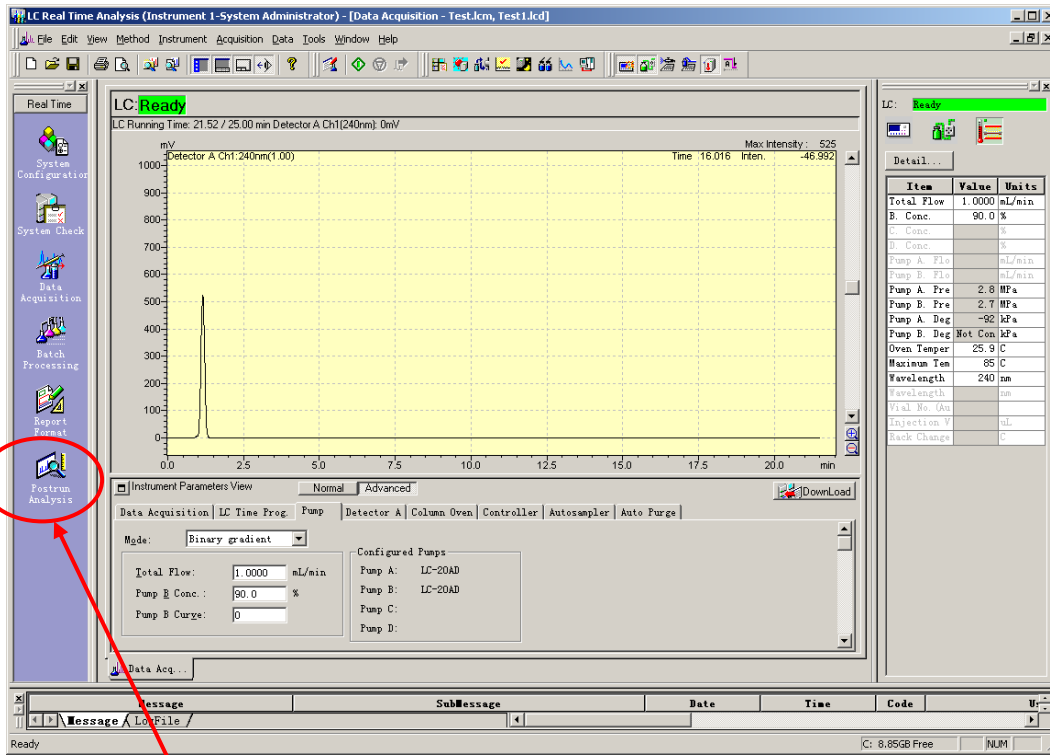
☉ 每个样到时间分析结束，根据方法中的积分参数，所有色谱数据会自动进行积分处理。



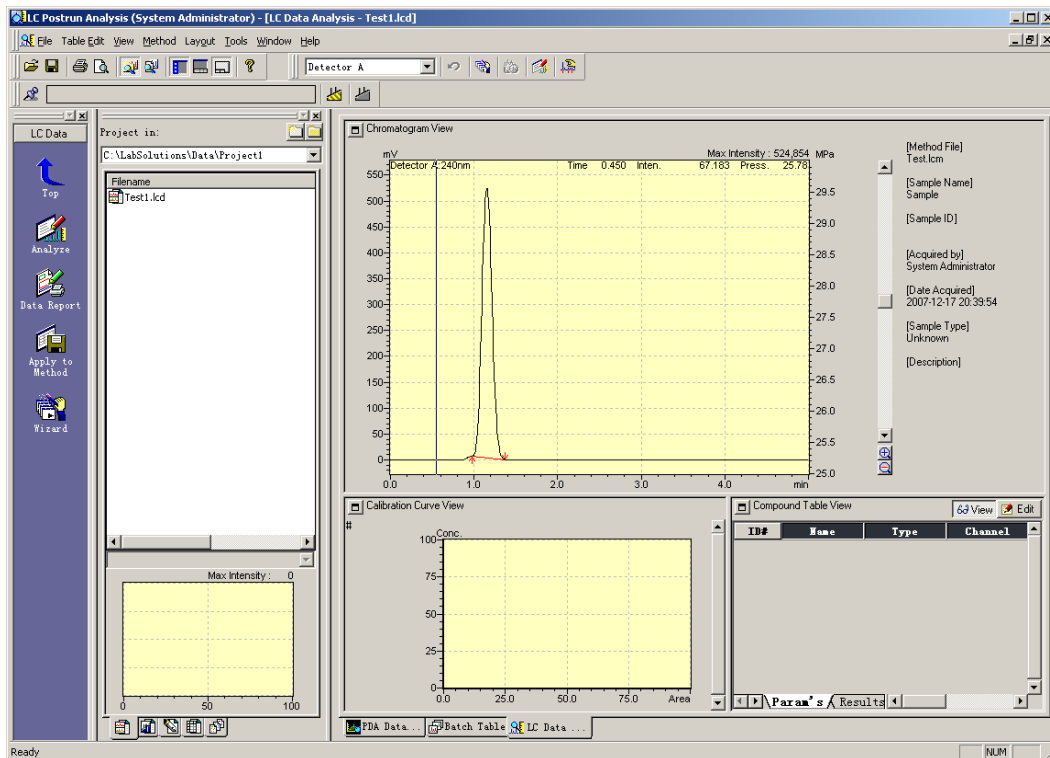
● 报告预览和打印:

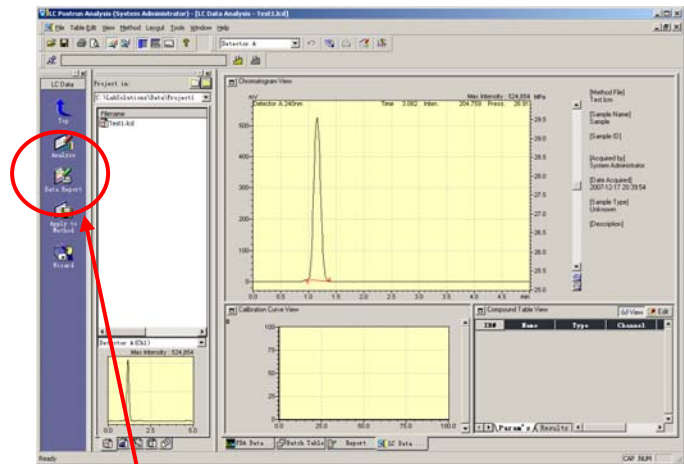
☉ 点击 **Top** 返回上级引导操作栏。



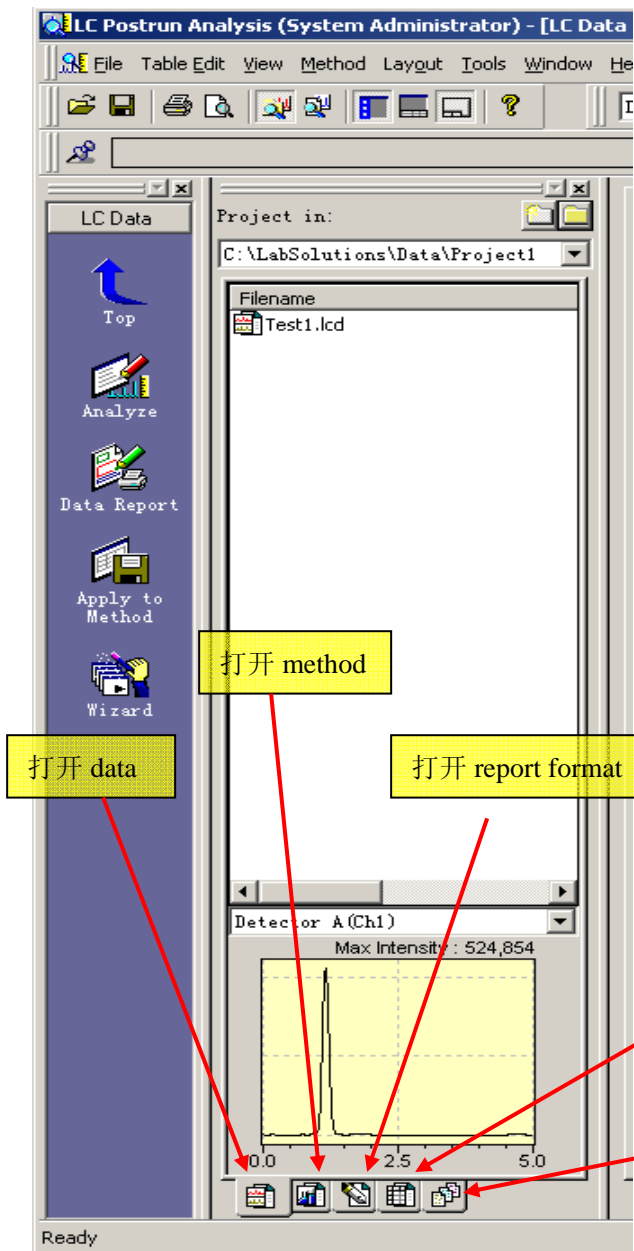


点击 **Post Run Analysis** 进入数据后处理界面:

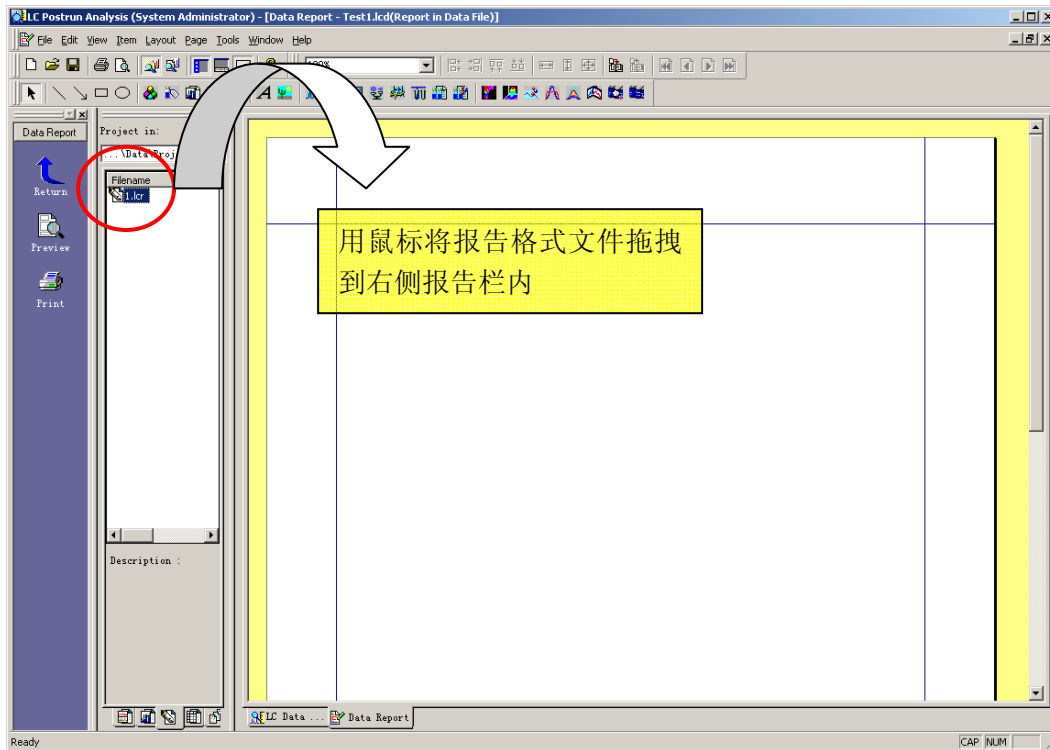




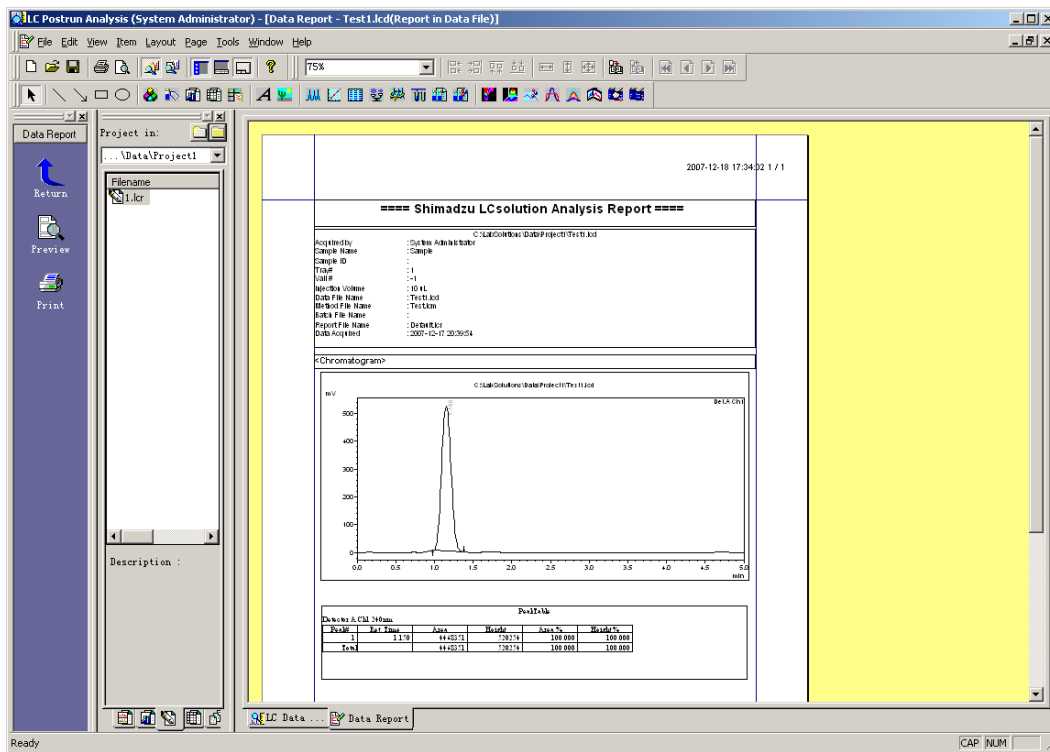
点击 **Data Report** 进入报告界面:



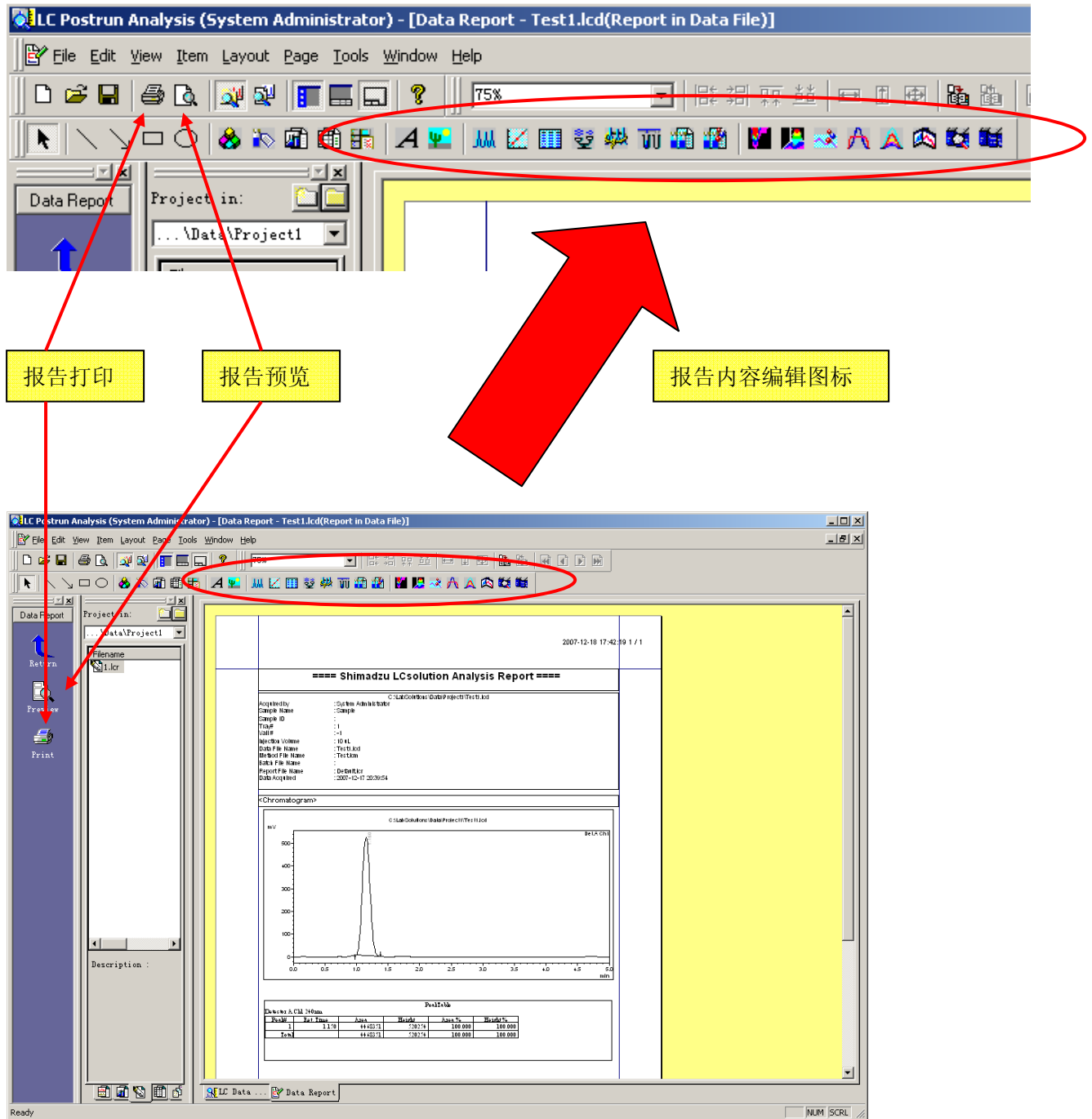
调入报告格式文件



呈现如下效果:

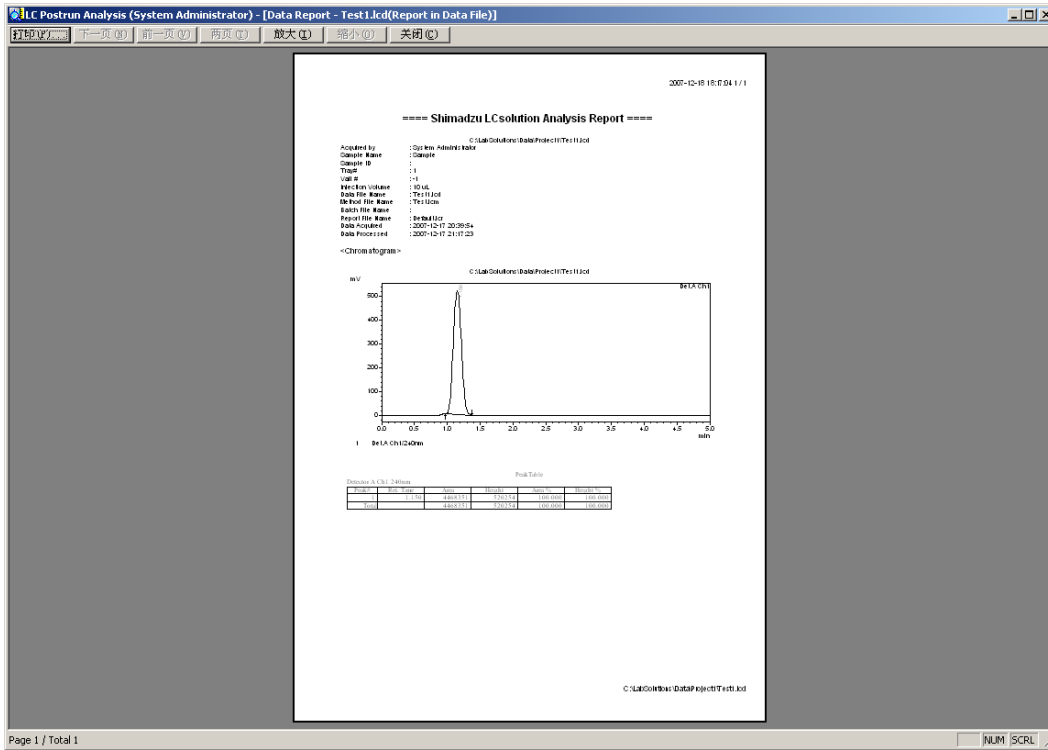


关于报告格式，可以通过内容选择图标（如下图），在报告中确定位置后，添加即可。右键功能很强大，用户可以参考说明书灵活使用。

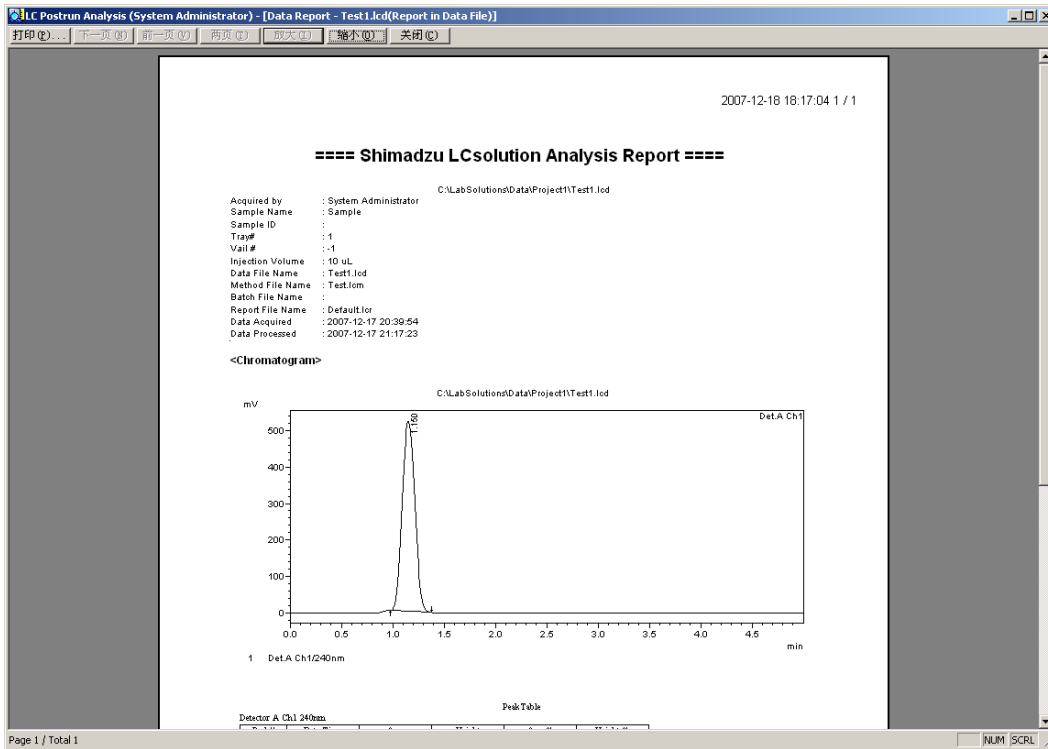


选择快捷图标的打印或预览图标执行报告打印或预览。

下面是预览的效果:



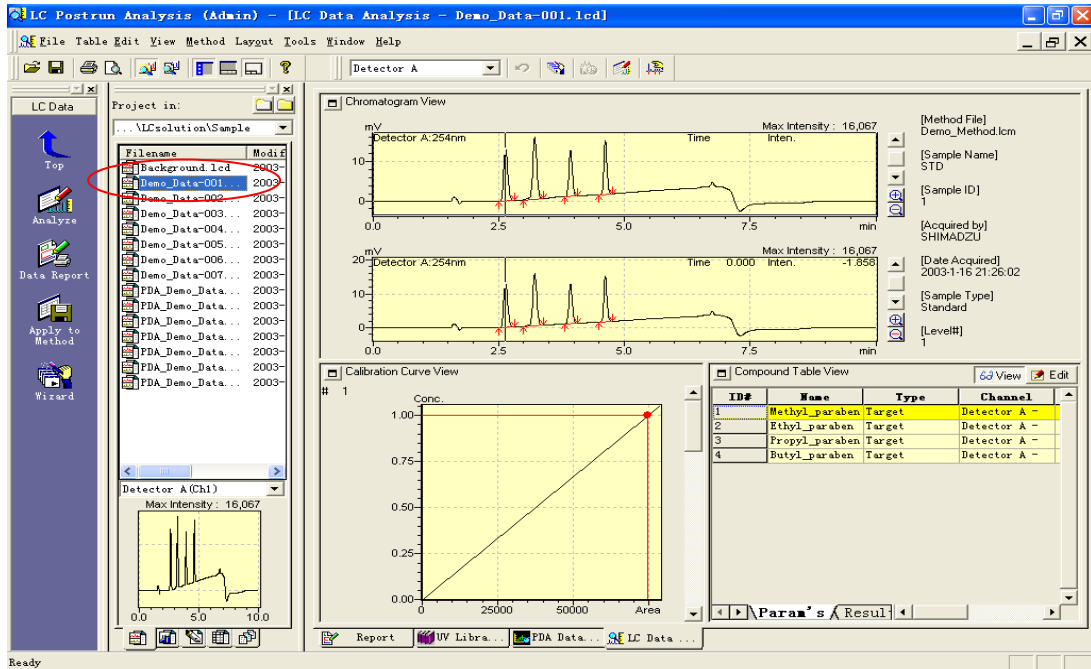
放大后:



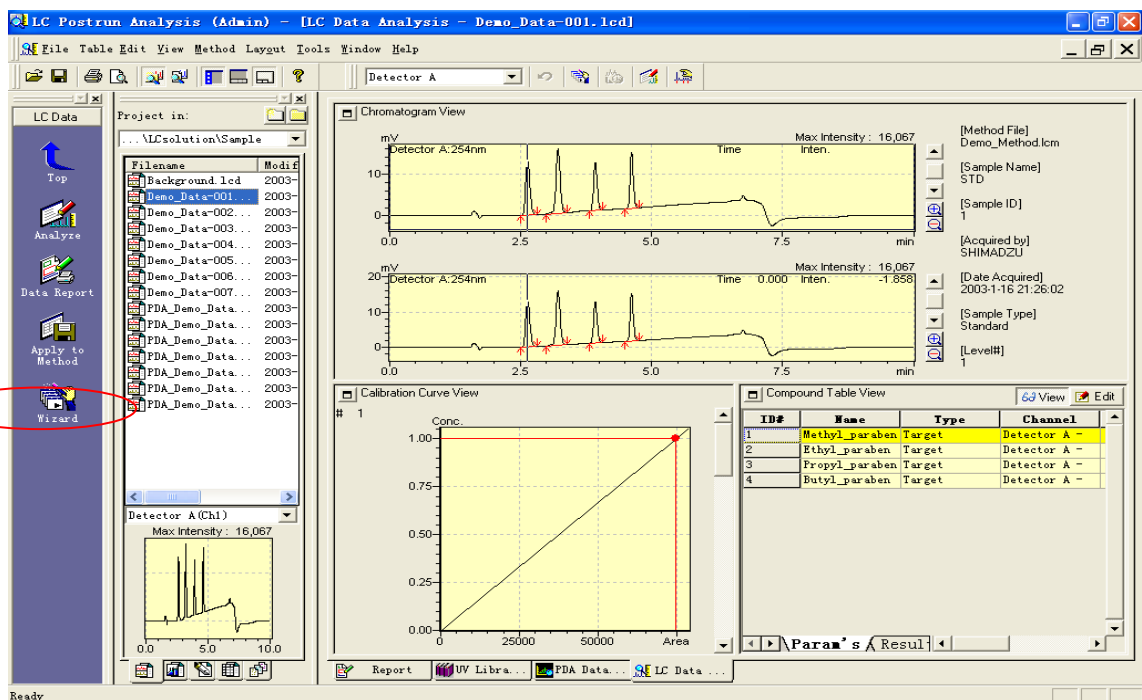
二、LCsolution中样品定量分析, 数据结果处理

1. 外标法

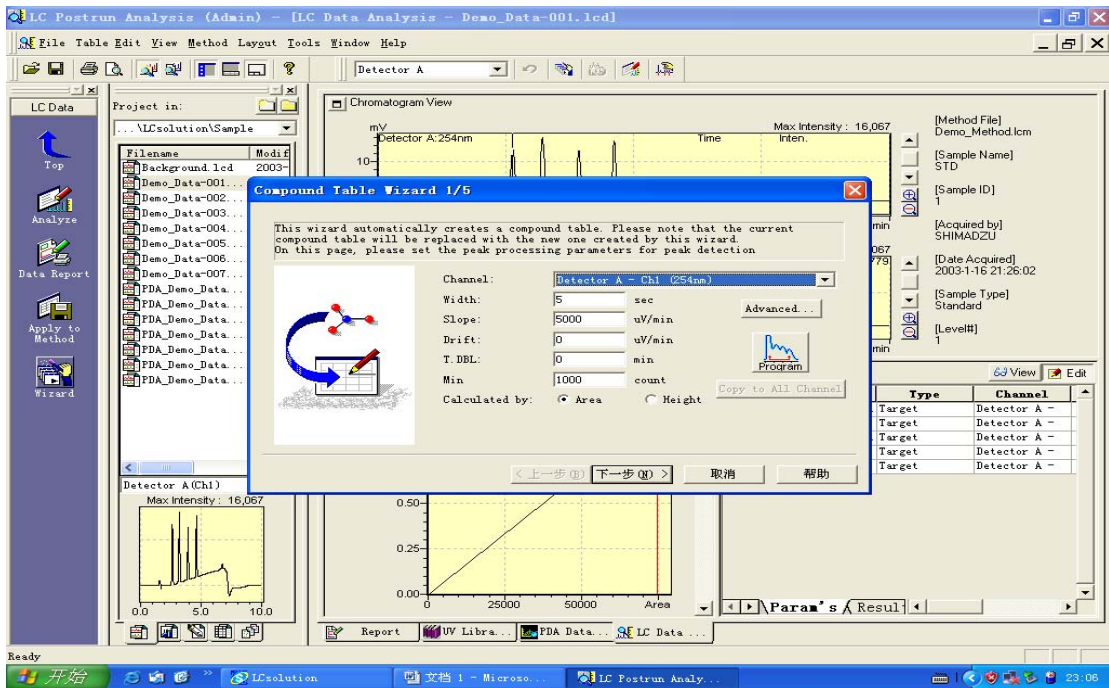
在后处理 **Postrun** 中打开标准品的图谱



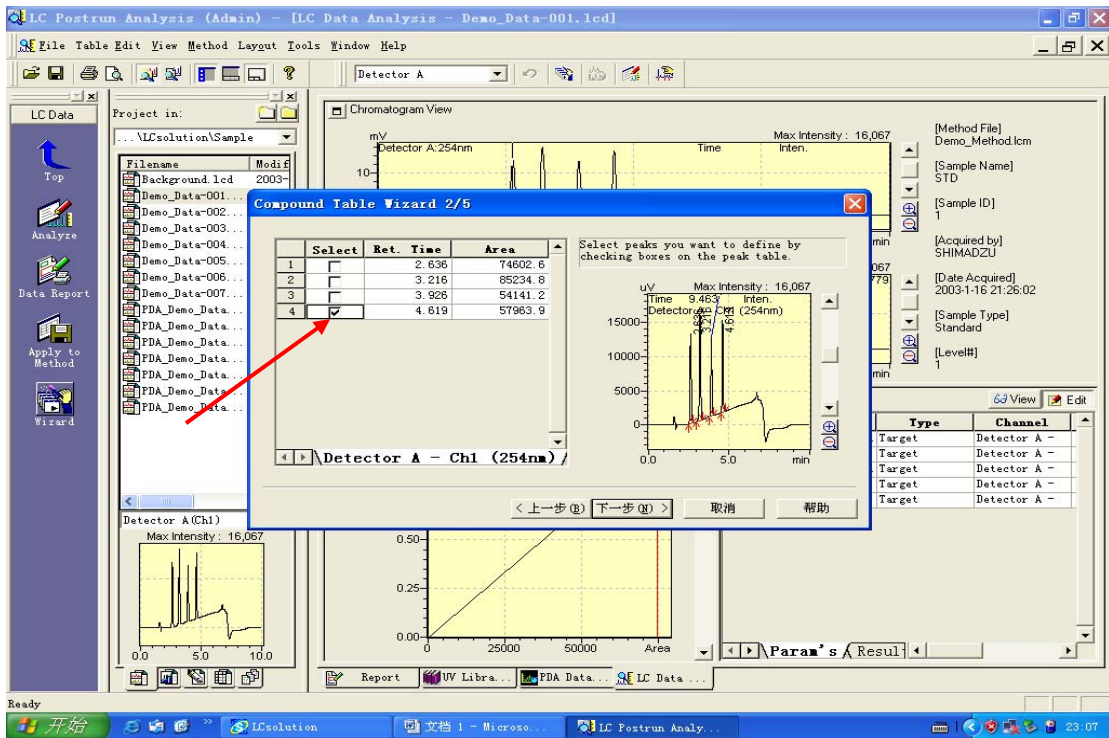
点击 **Wizard**



出现如下窗口，选择好参数后点击下一步

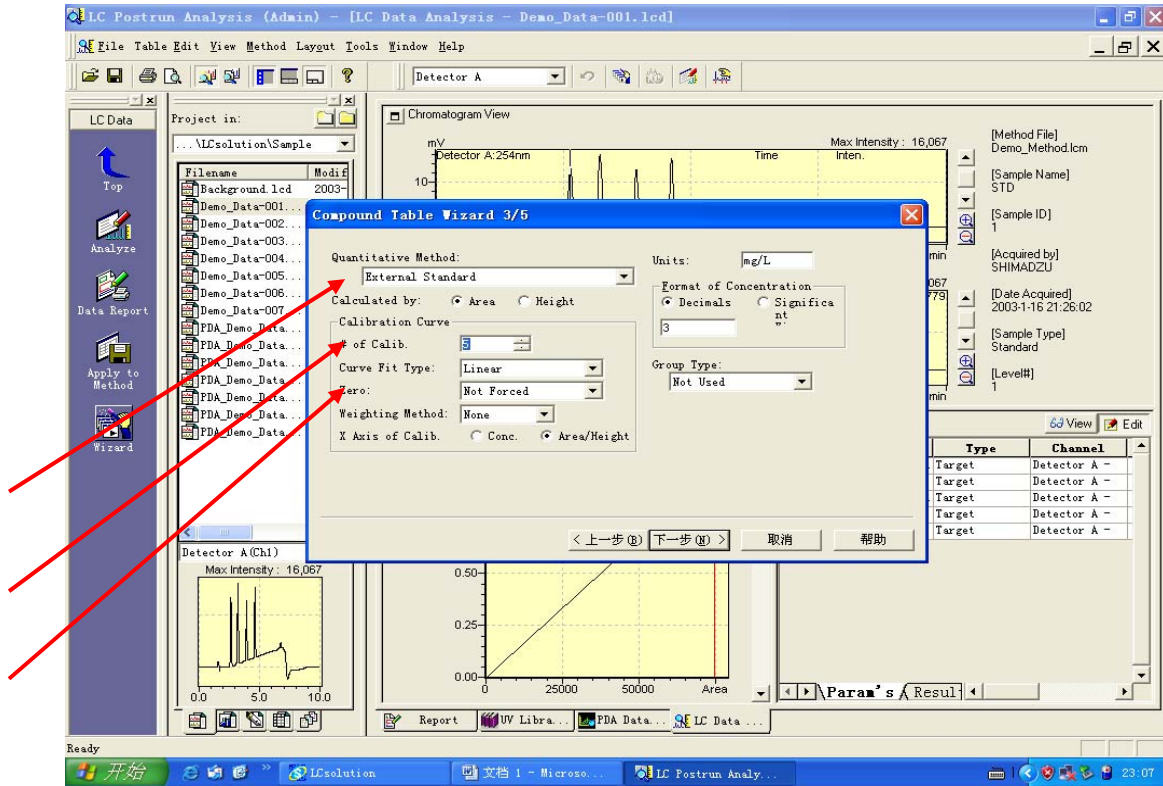


选择要定量的峰后单击下一步

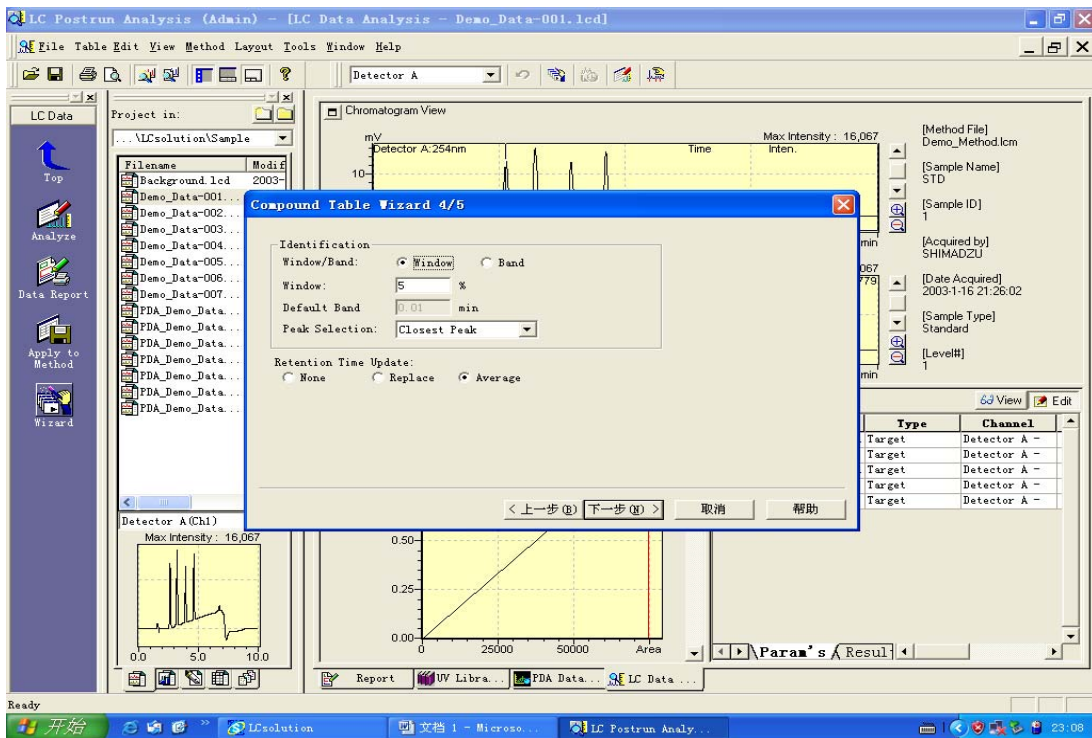


LCsolution 软件基本操作

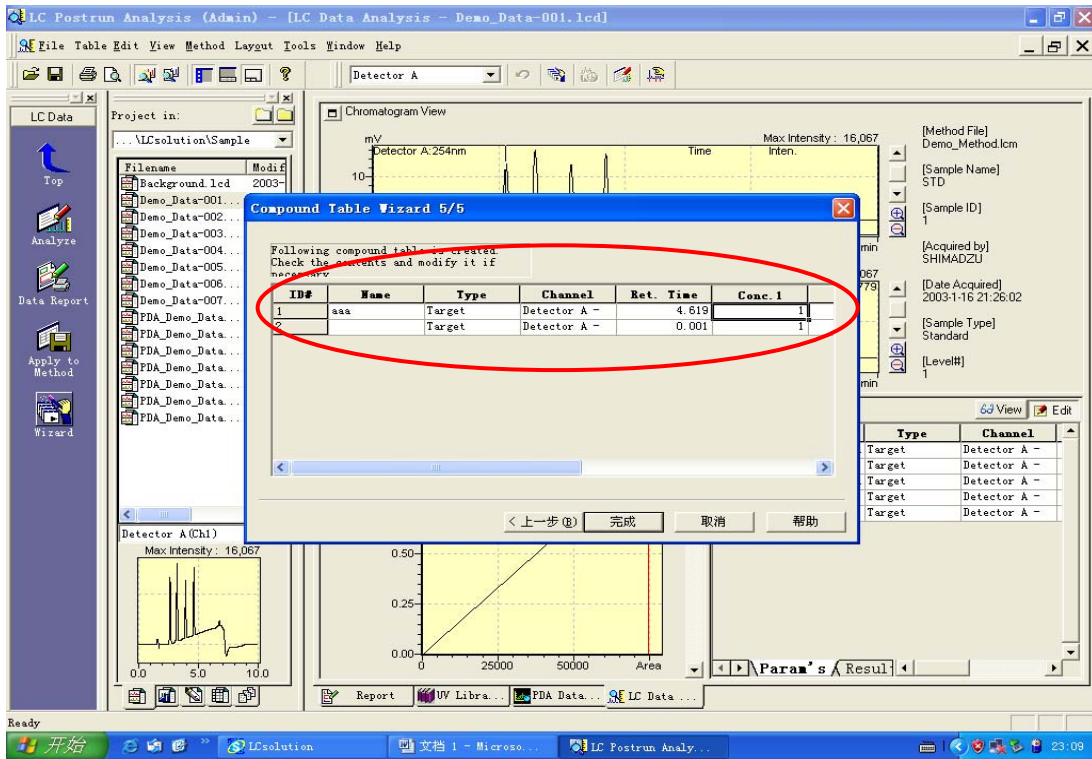
选择定量方法(外标法)及校正的水平数, 校正曲线的种类(直线)等参数, 单击下一步



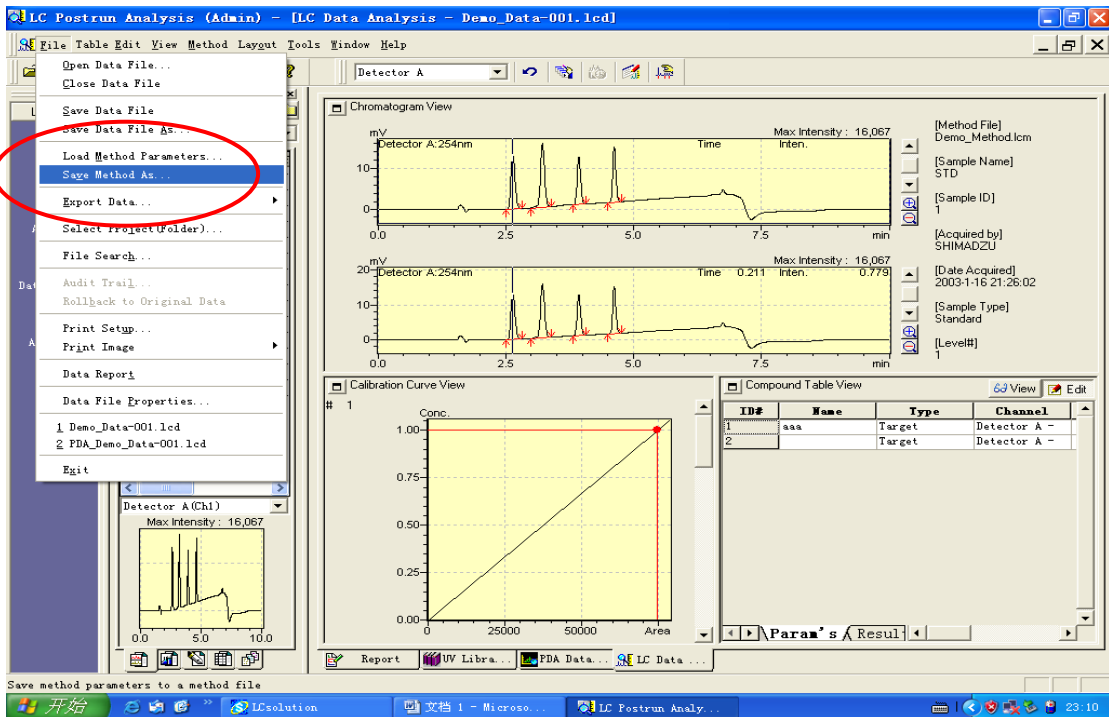
设定峰的鉴定方法后单击下一步

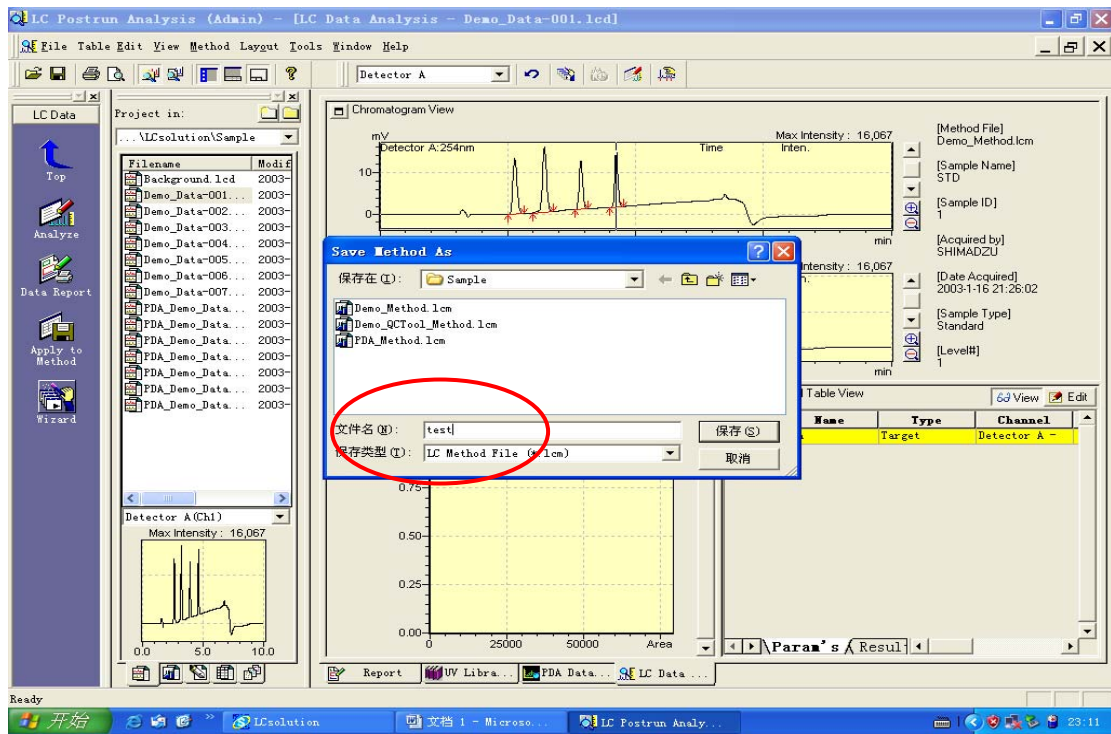
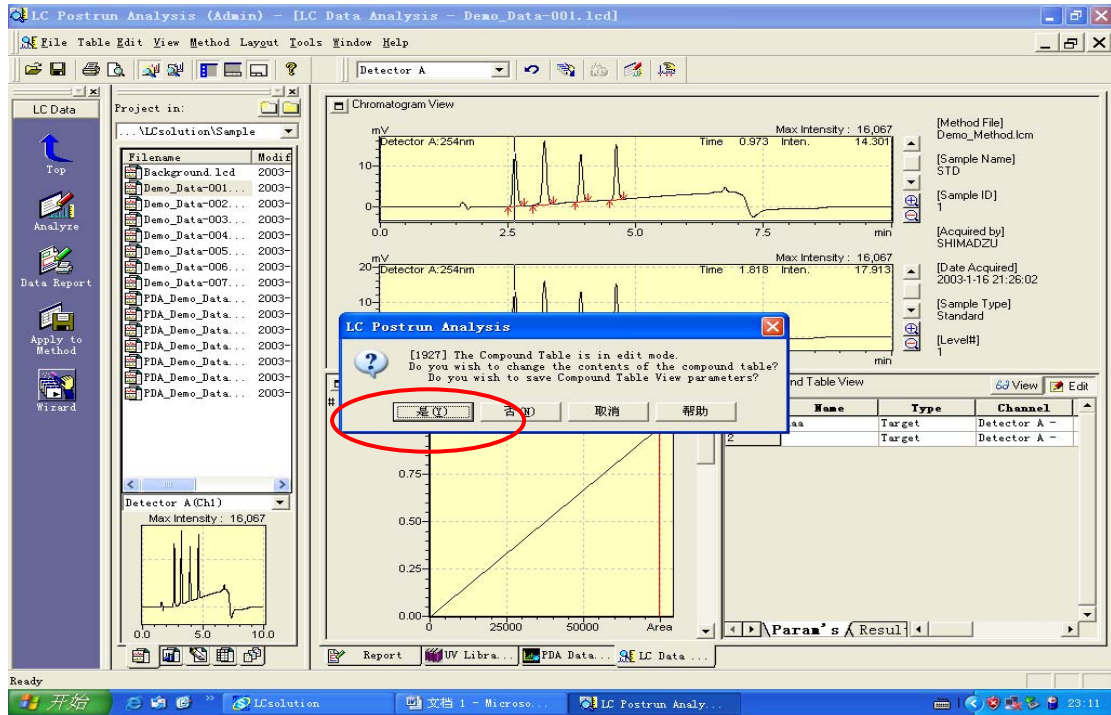


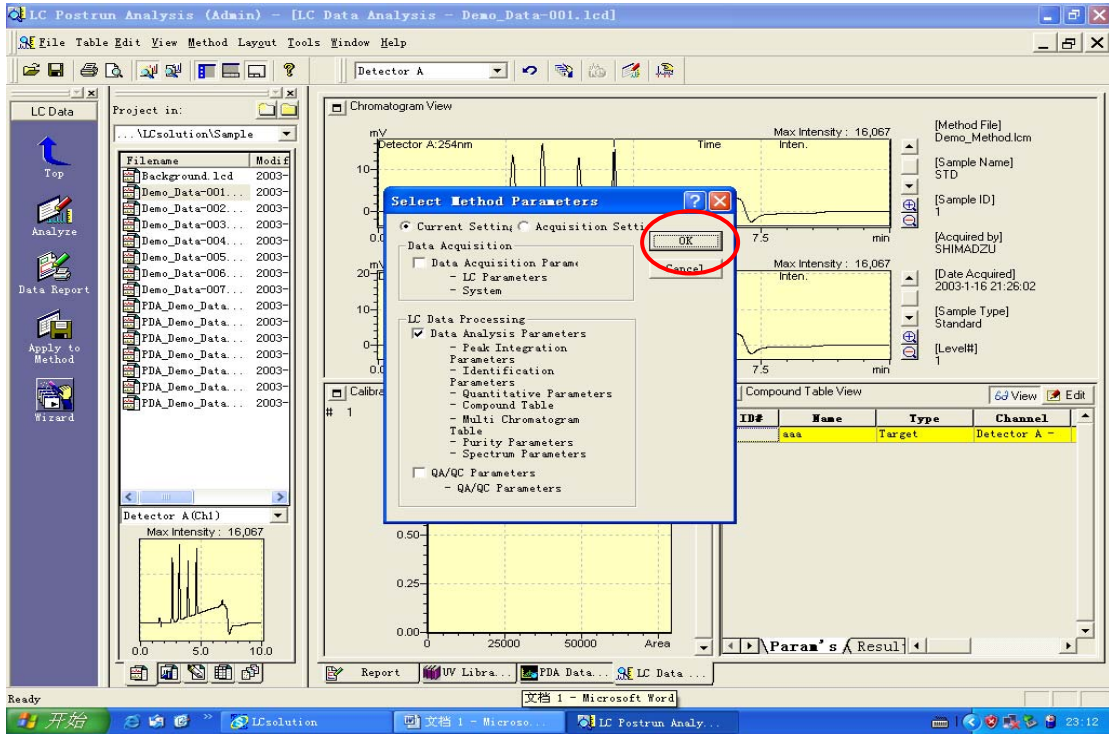
给要定量的物质峰命名，及输入各水平的浓度值，单击完成



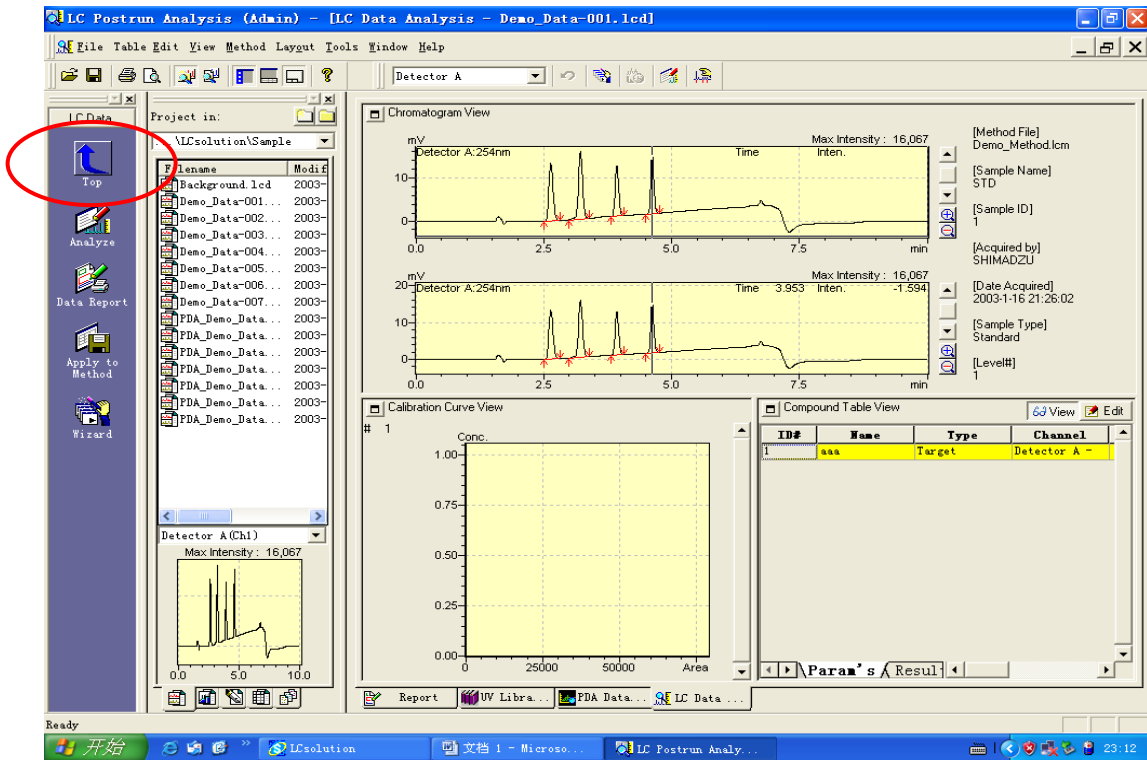
单击 **File** → **Save Method As**，另存方法为 test.lcm



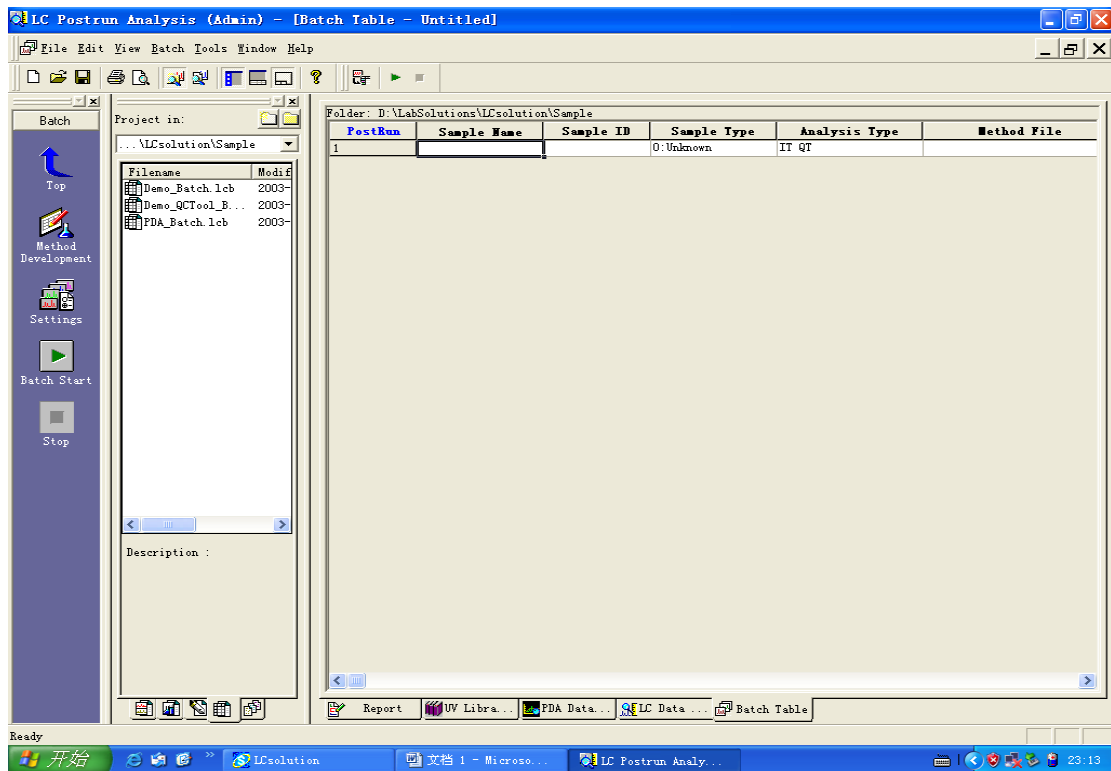
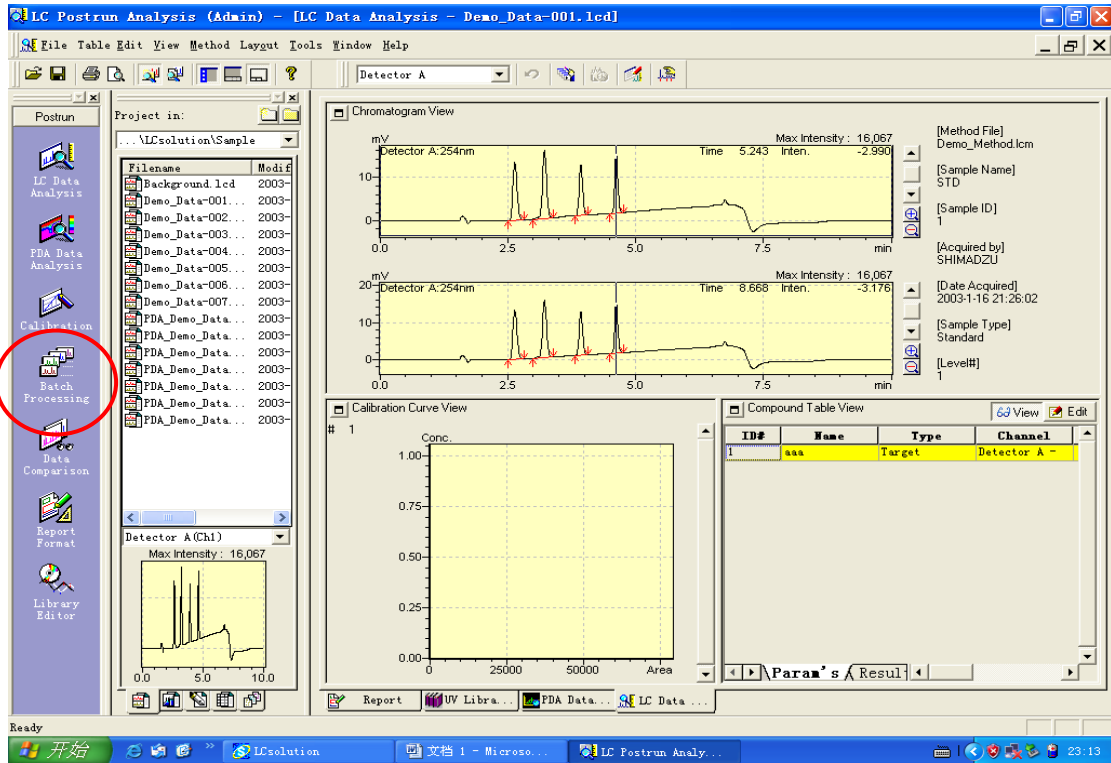




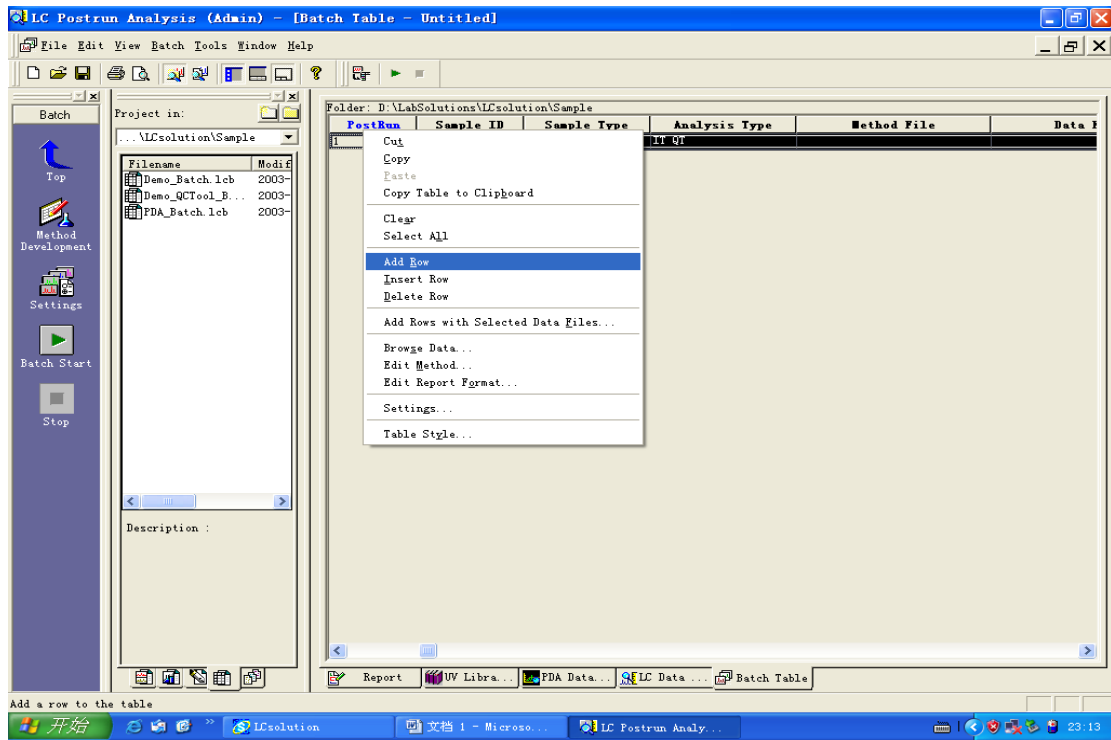
点击 **Top**



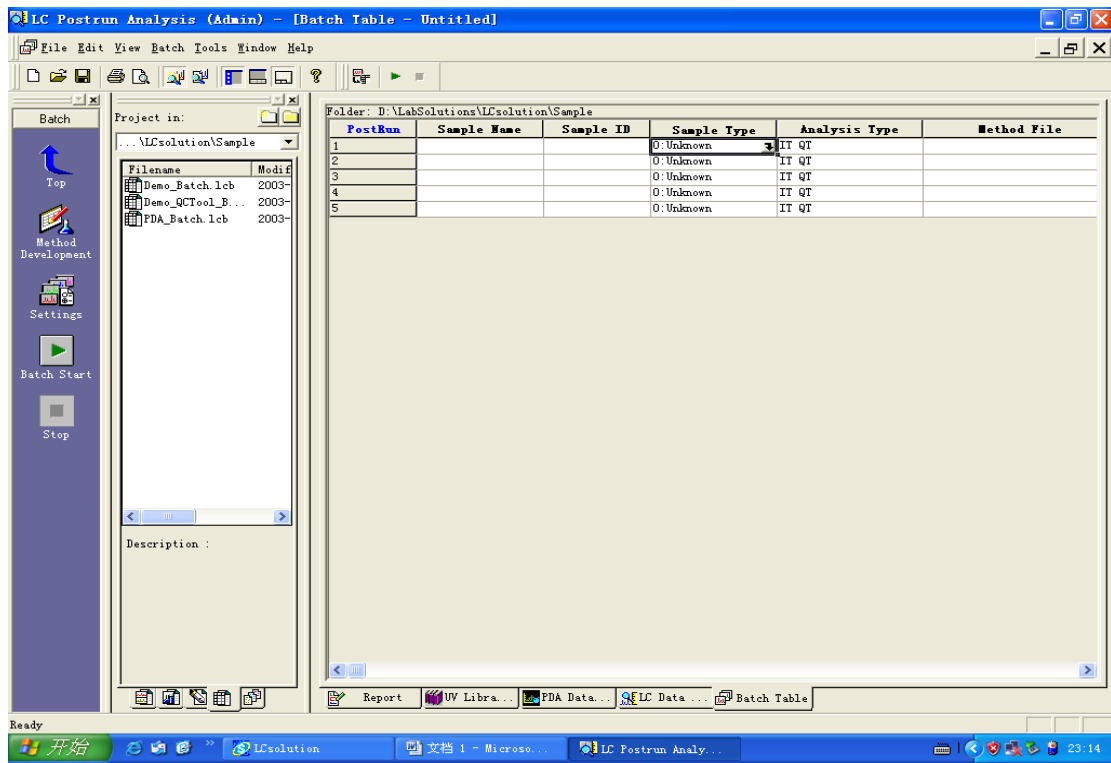
点击 **Batch Processing**



选中第一行，按右键增加五行

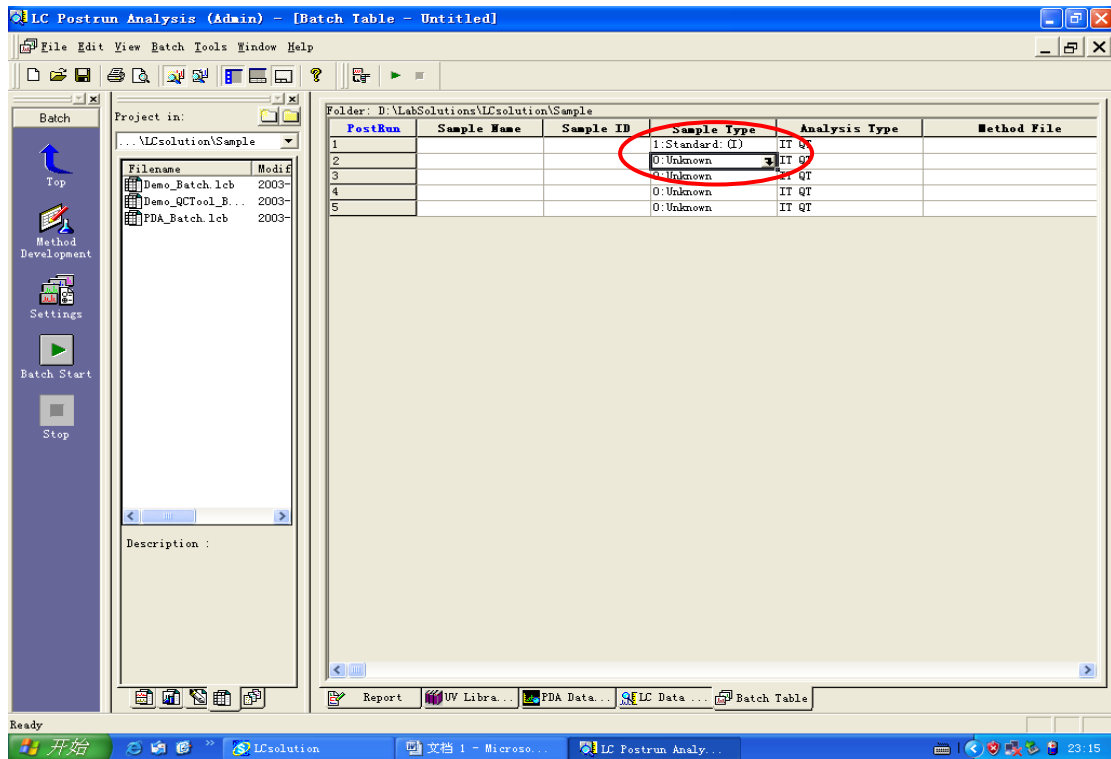
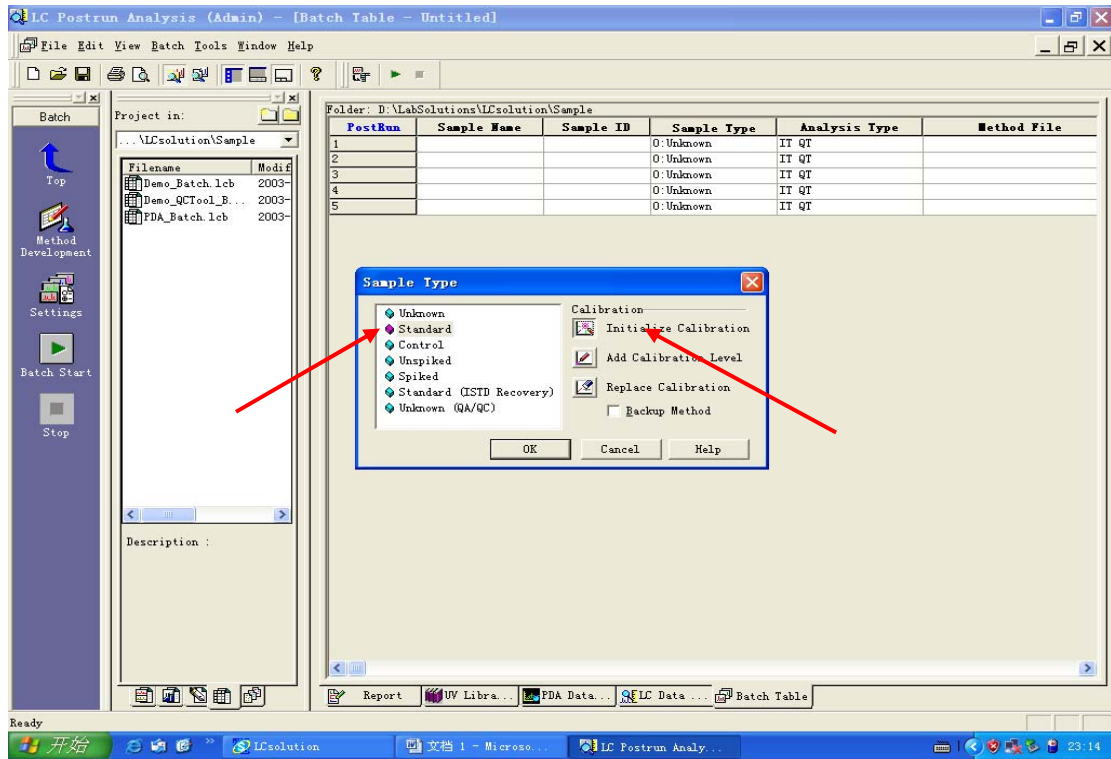


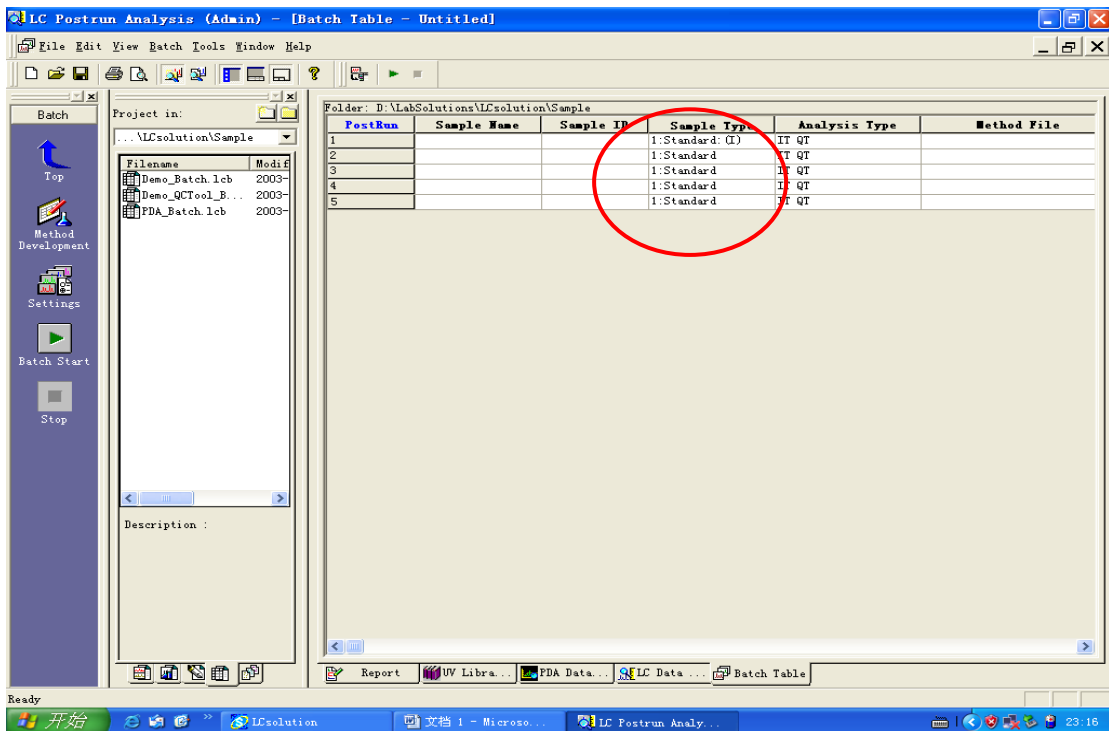
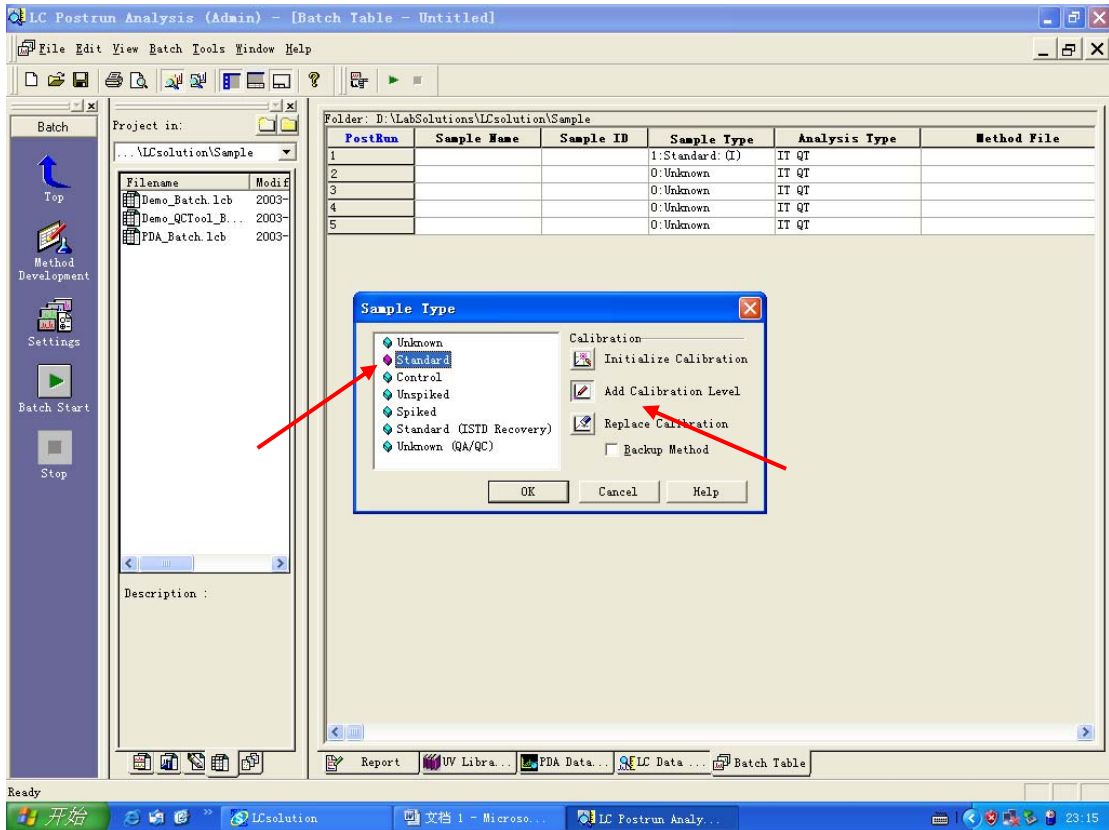
点击 **Sample Type**



LCsolution 软件基本操作

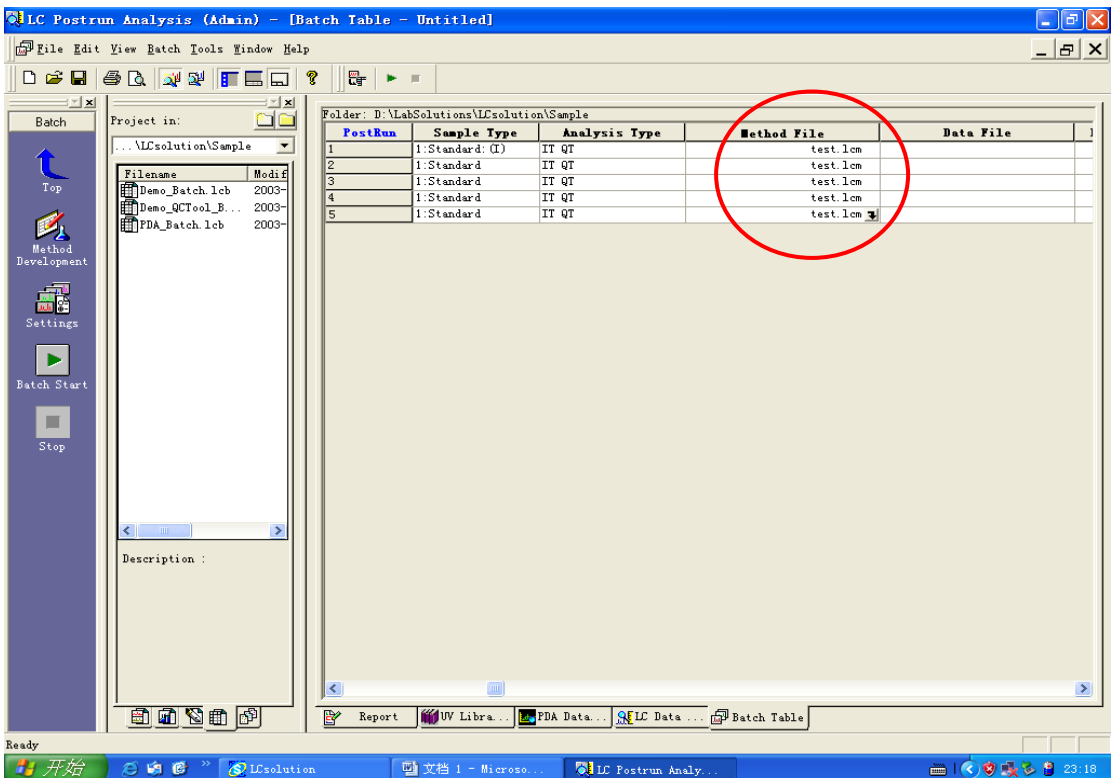
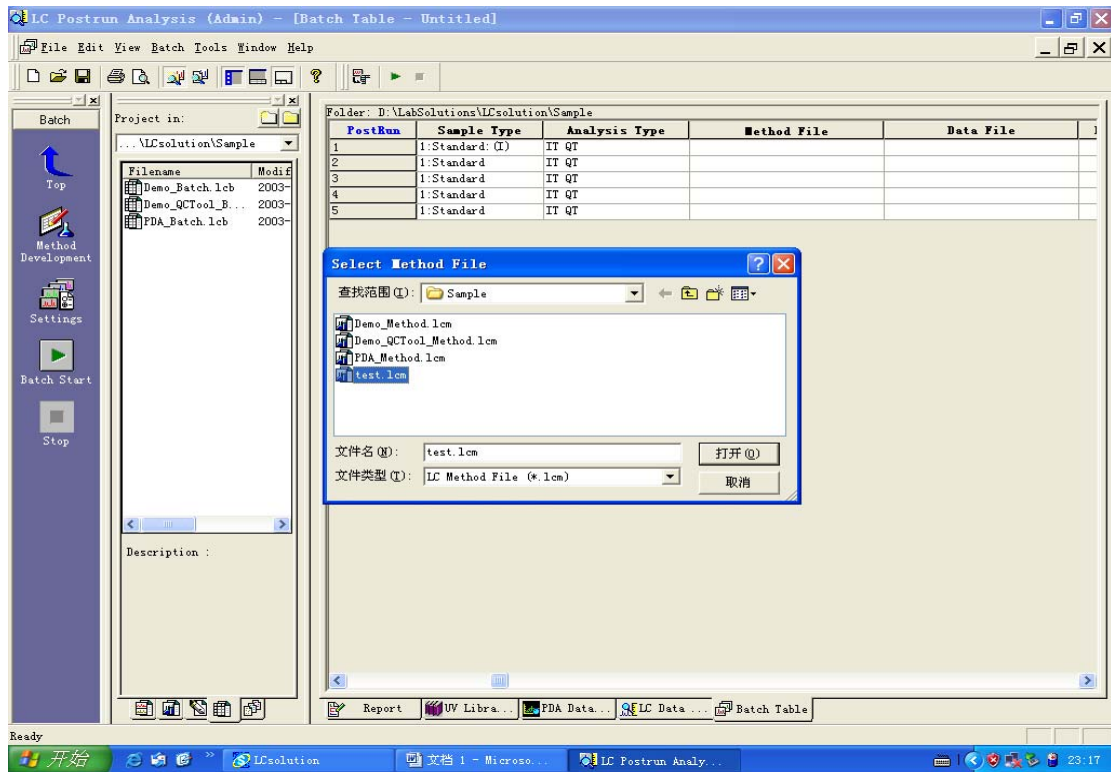
更改样品类型



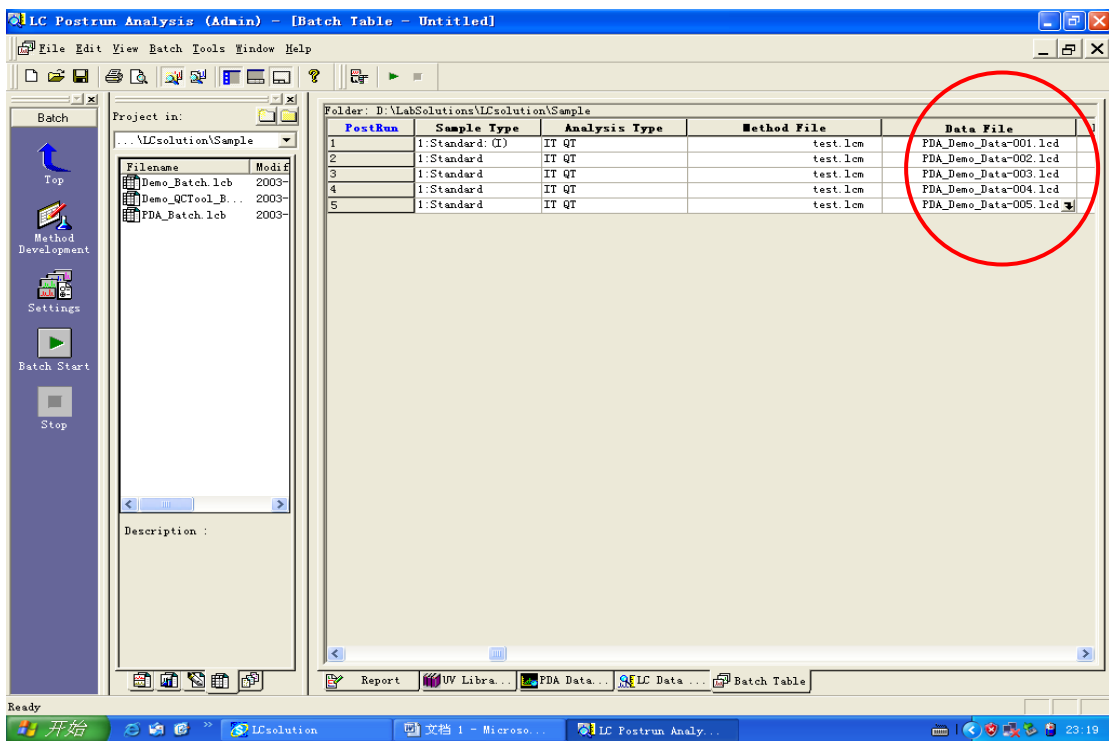
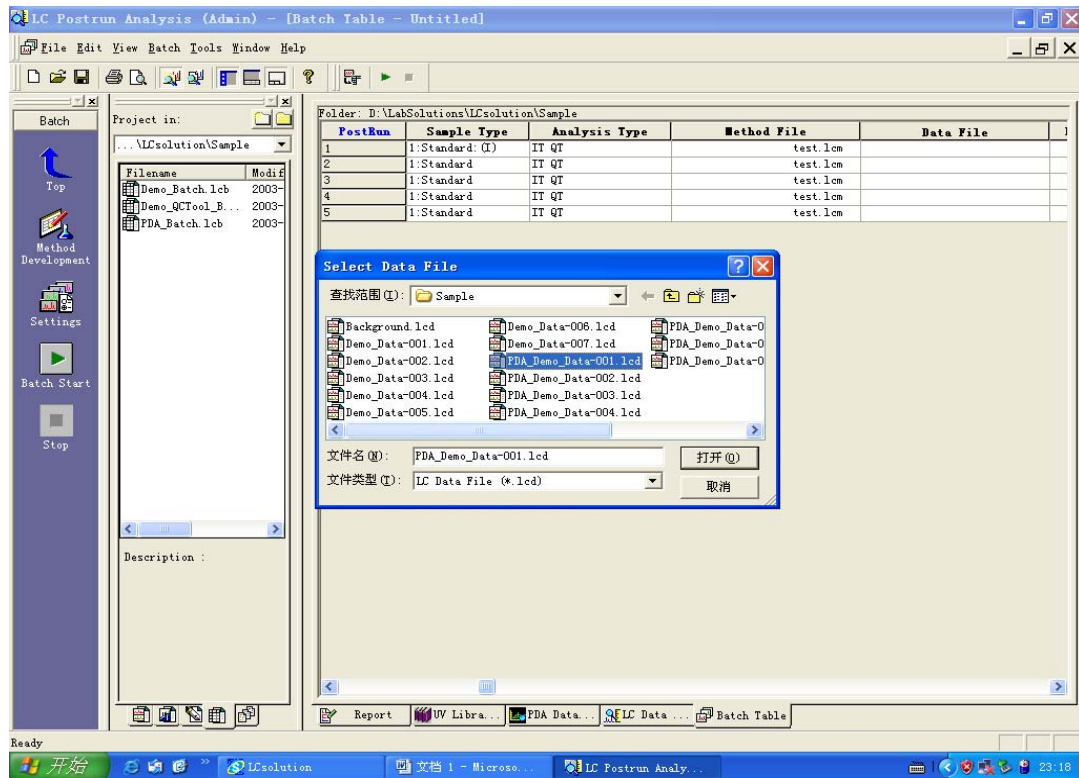


LCsolution 软件基本操作

选择方法文件

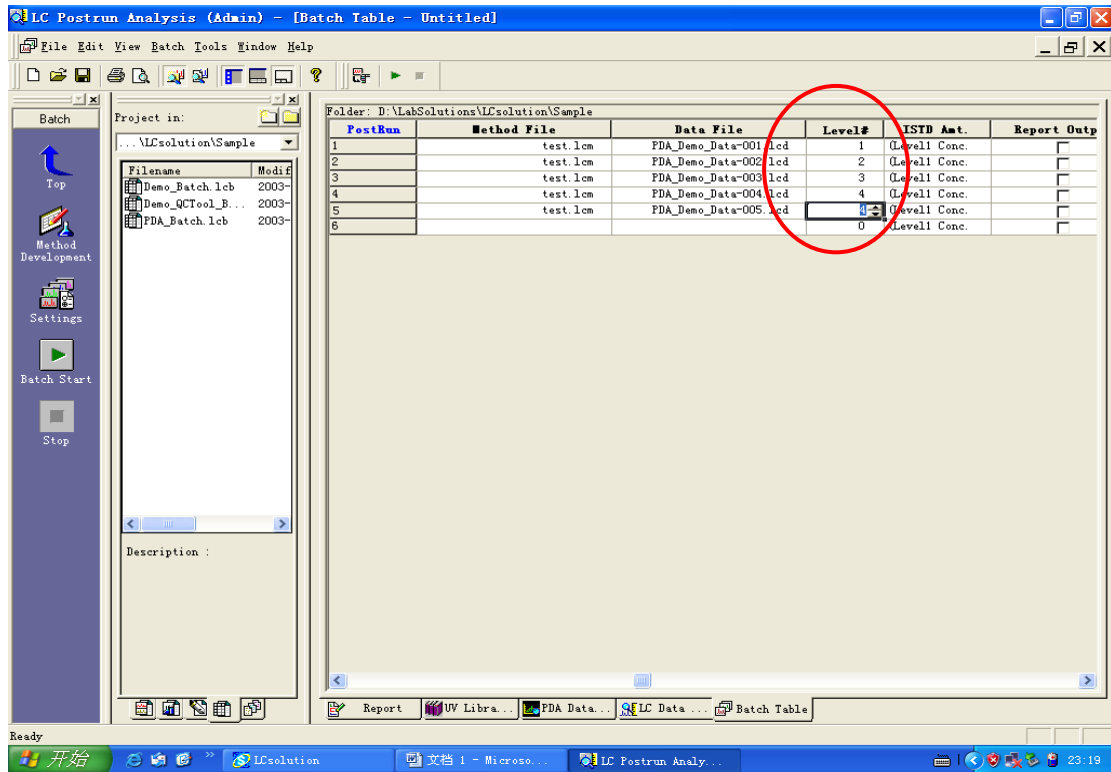


选择数据文件

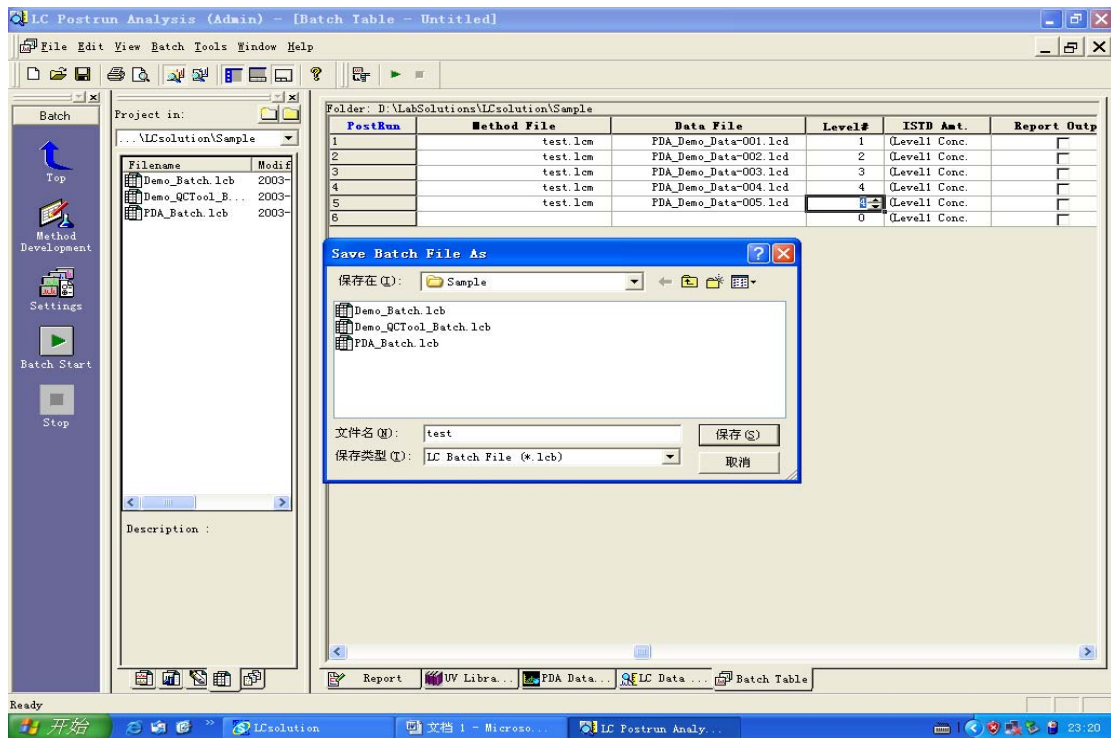


LCsolution 软件基本操作

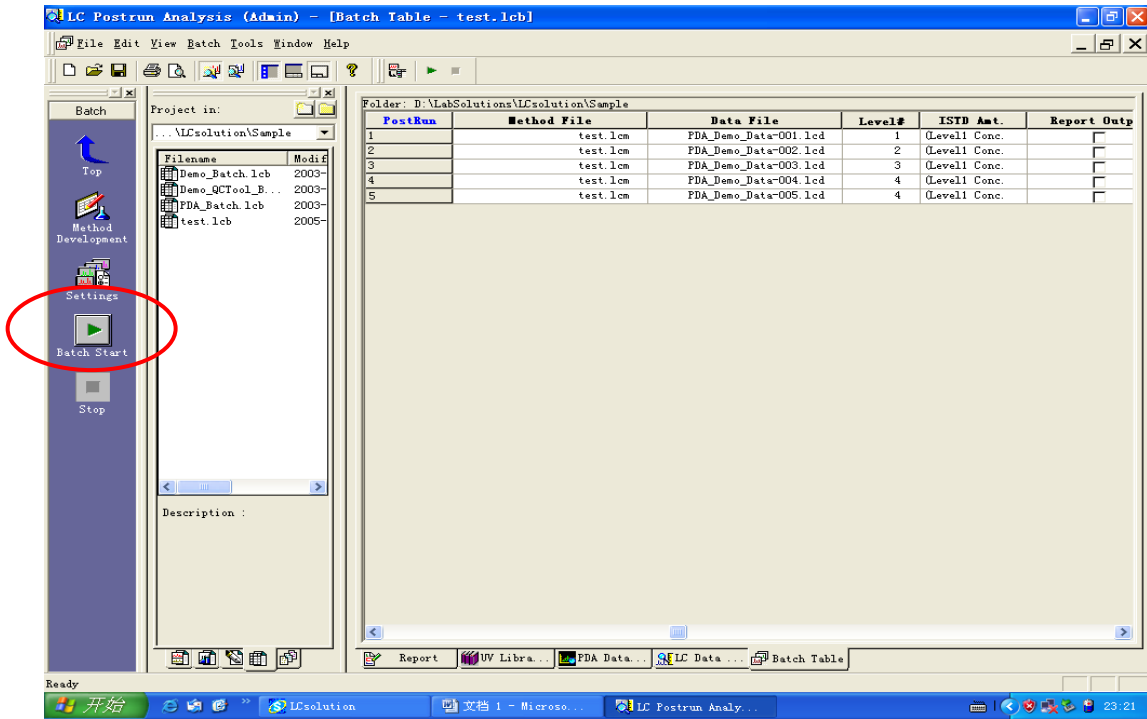
定义水平数



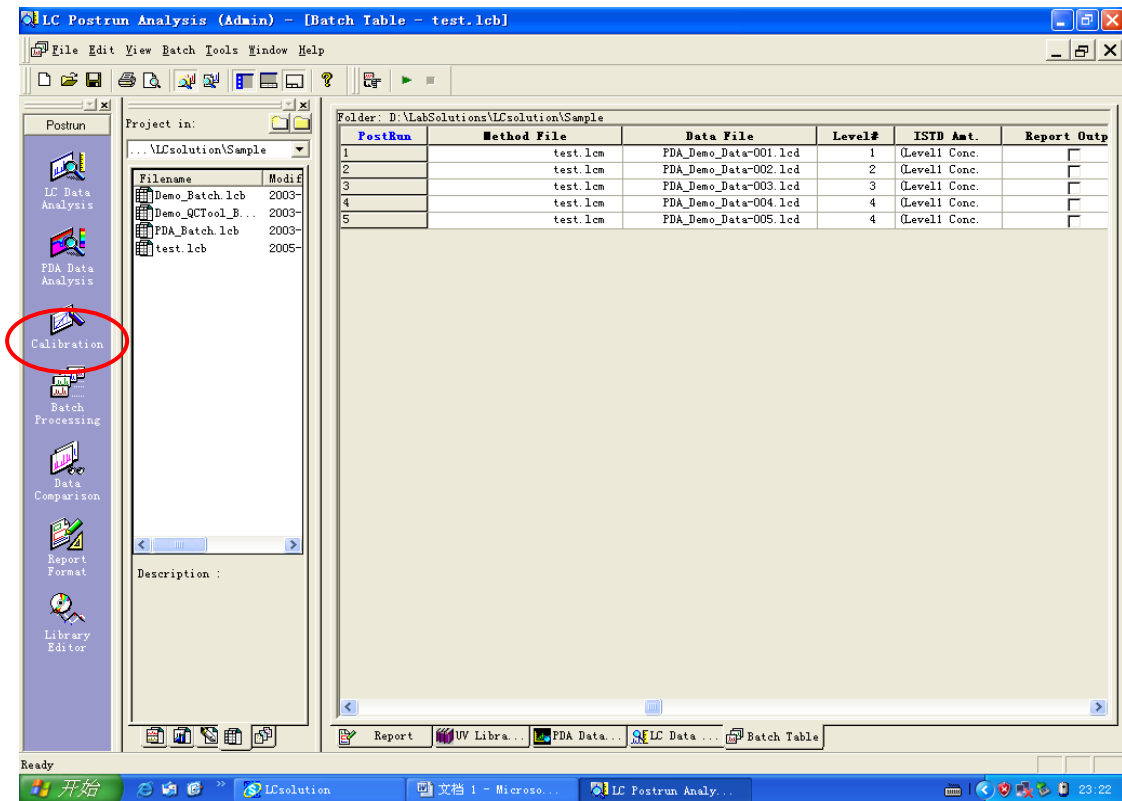
将 Batch 表另存为批处理文件 ***.lcb



点击 **Batch Start** 开始校正

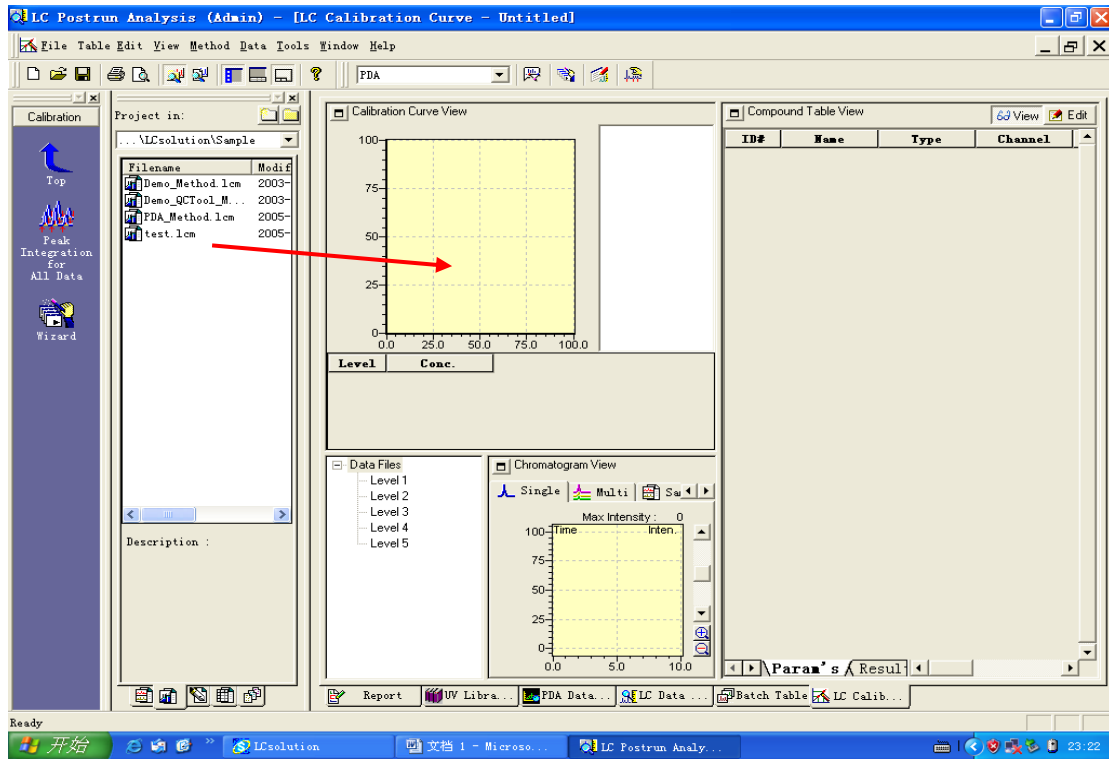


计算完毕后按 Top, 再按 Calibration

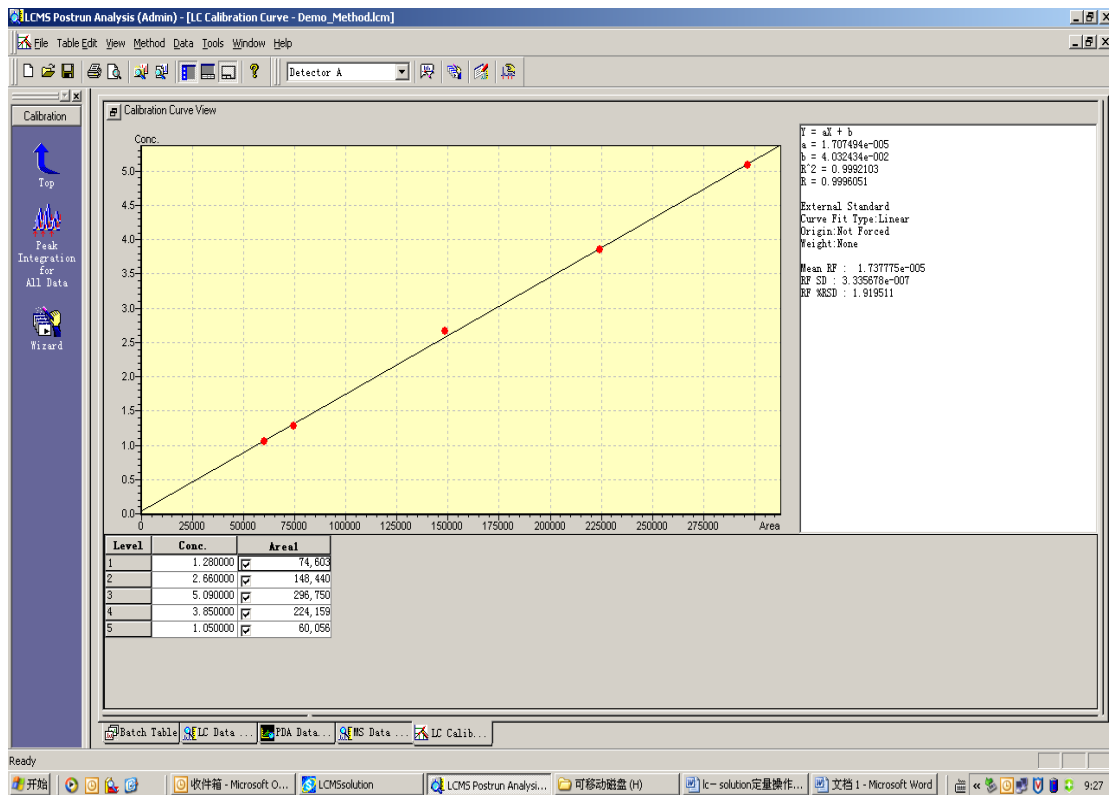


LCsolution 软件基本操作

将方法文件拖至右边窗口中



出现校正结果



最后在此界面上再次覆盖保存 test.lcm 方法文件。以后要处理未知样品的数据, 可以先打开 test.lcm 方法文件, 再拖入数据文件, 就能得到处理结果。当然在后处理里将未知样品的数据文件加入到批处理表中, 再执行**批处理开始**, 运行完打开未知样品的数据文件也能得看到对未知样品的处理结果。

2. 内标法

内标法过程与外标法基本一致, 不同处在 Wizard 3/5 上设定“内标法”时, 须在内标峰的方式 (Type) 上设定 ISTD。另外在化合物设定栏的“ISTD 组”上, 设定内标峰与定量计算峰相同的编号。

附录 1: 首次使用 LCsolution 进行仪器配置

单击 [System Configuration] 进行系统配置
安装完成后首次使用出现以下窗口进行仪器通讯参数设定

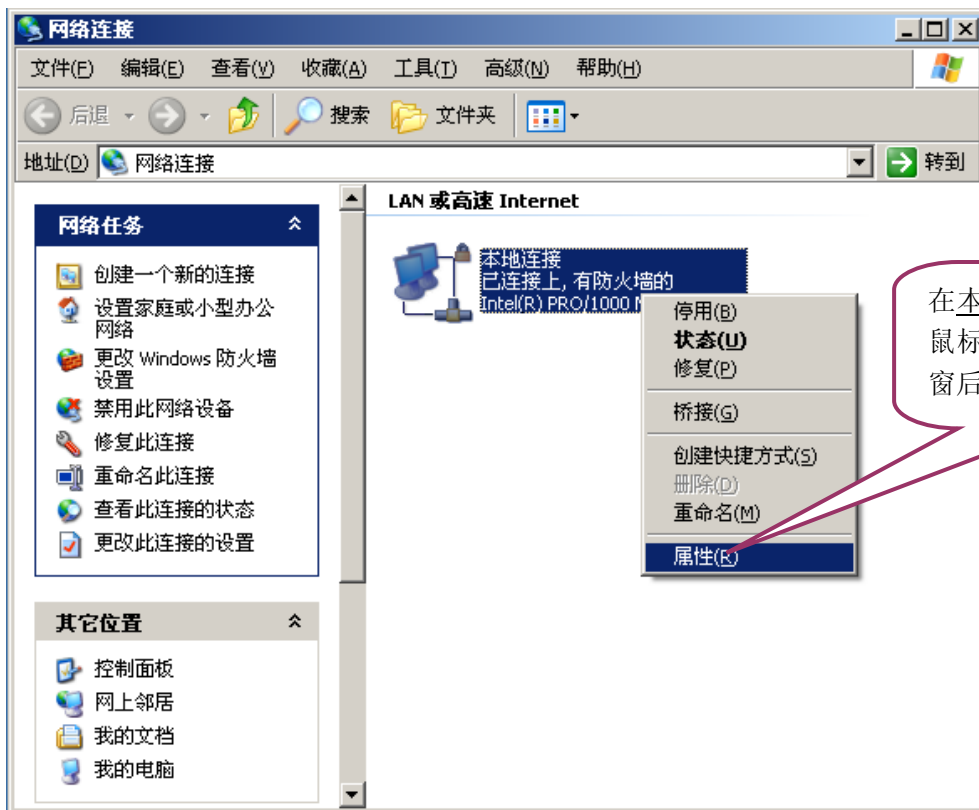
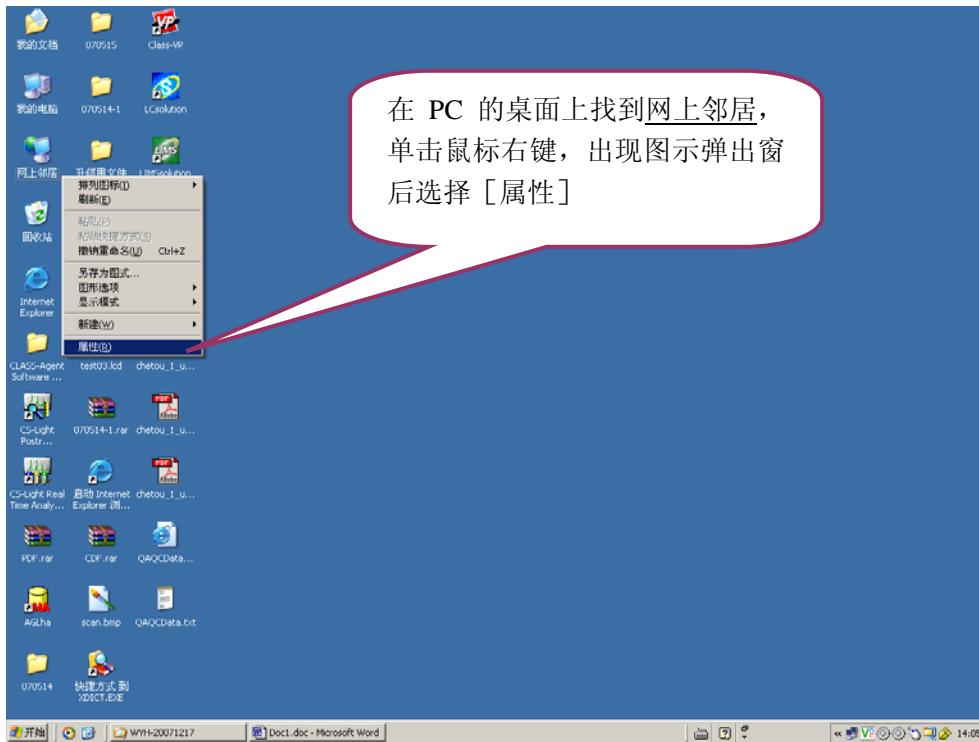
鼠标双击此处

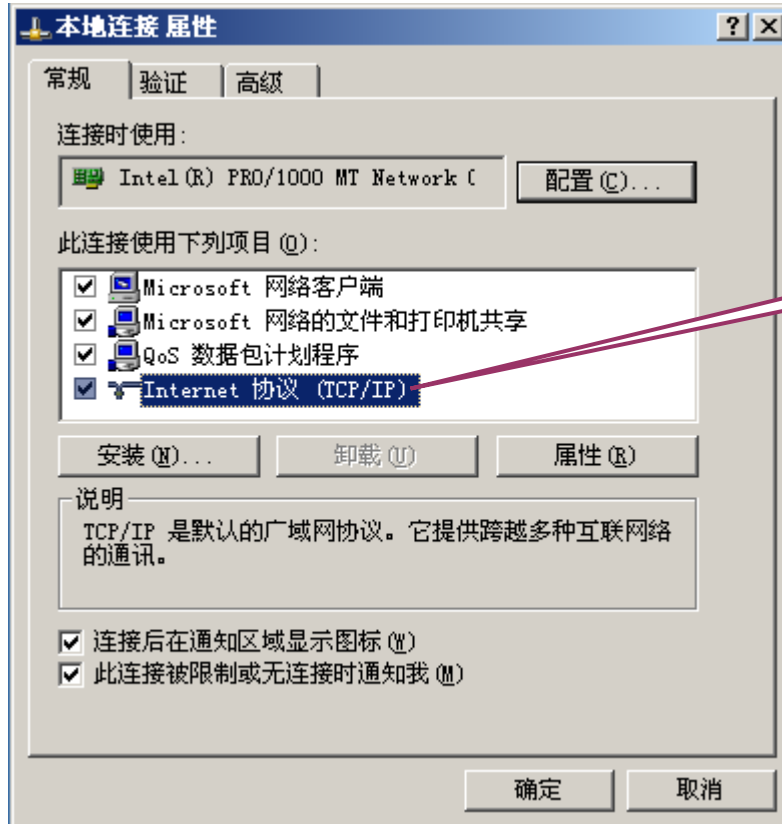
可自定义仪器名称

选择 System Controller 单元的类型

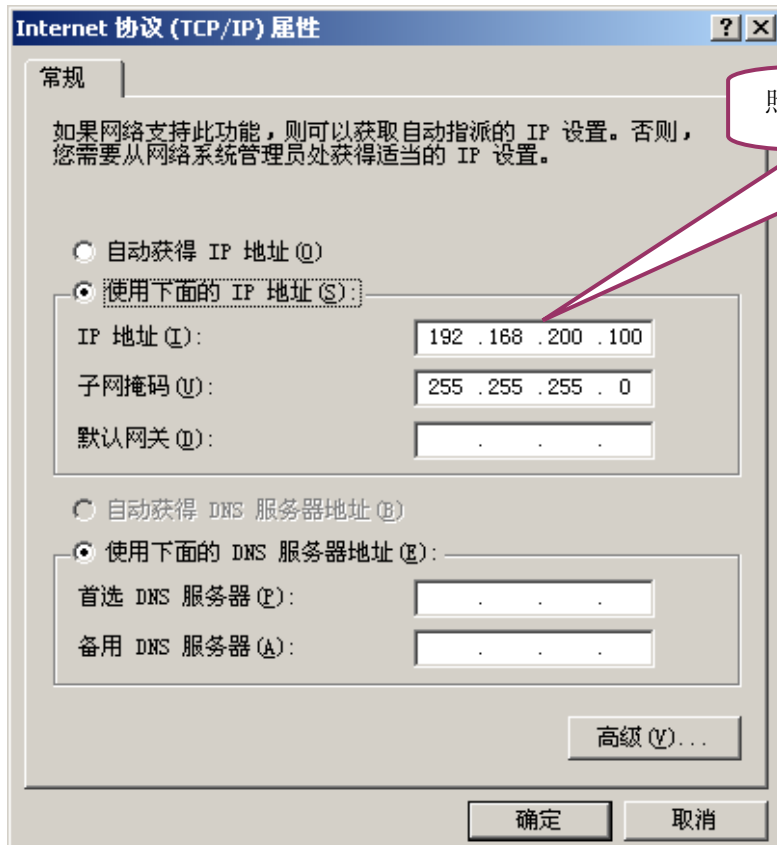
选择通信方式

Instrument	Instrument Type	Communication	Port	IP Address	SCSI Board	SCSI ID	
LC	CBM-20A	Ethernet	None	192.168.200.99	0	5	SCSI List
PDA	None			0.0.0.0	0	7	SCSI List

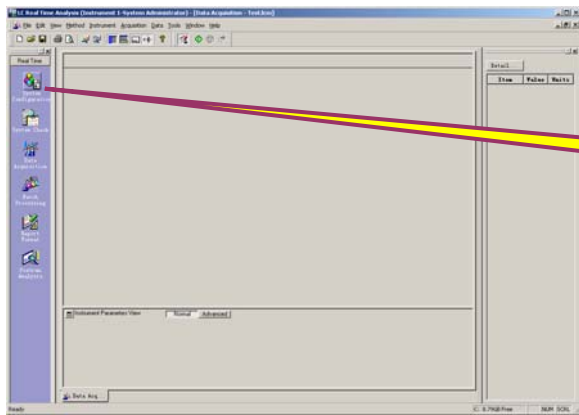




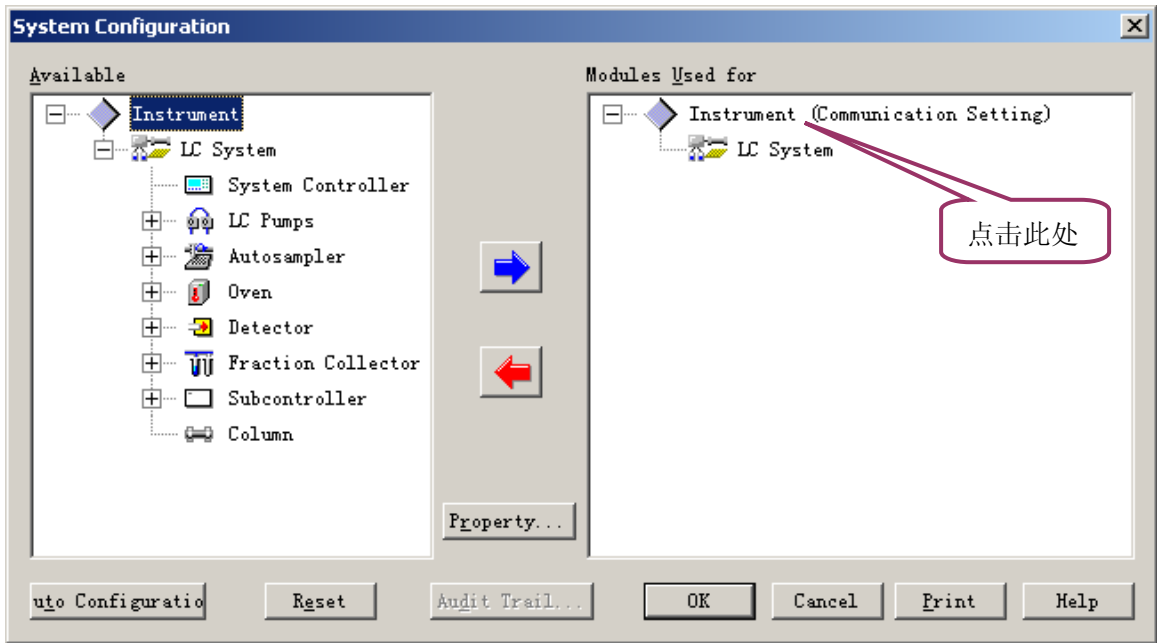
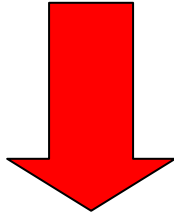
用鼠标双击此处



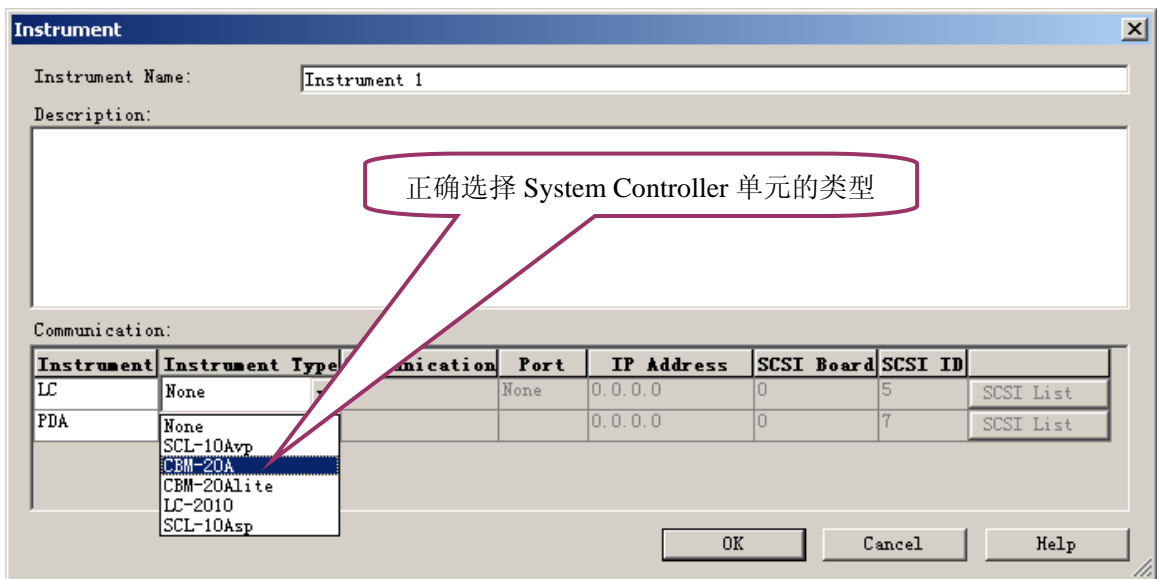
照此设定 IP 地址和子网掩码



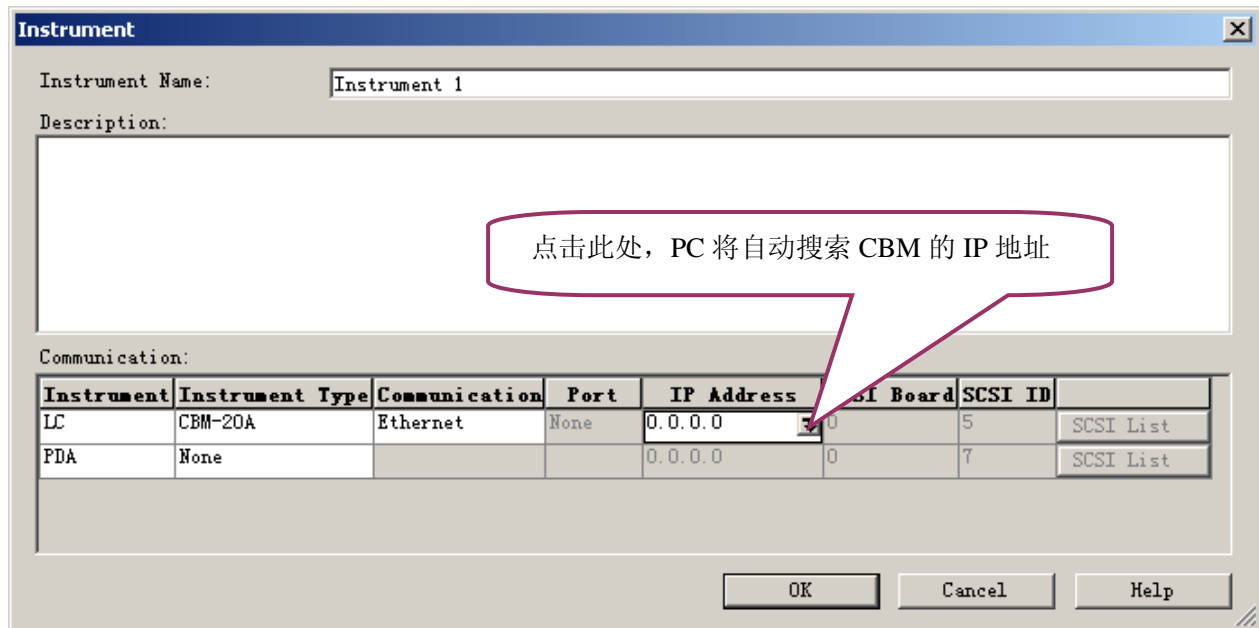
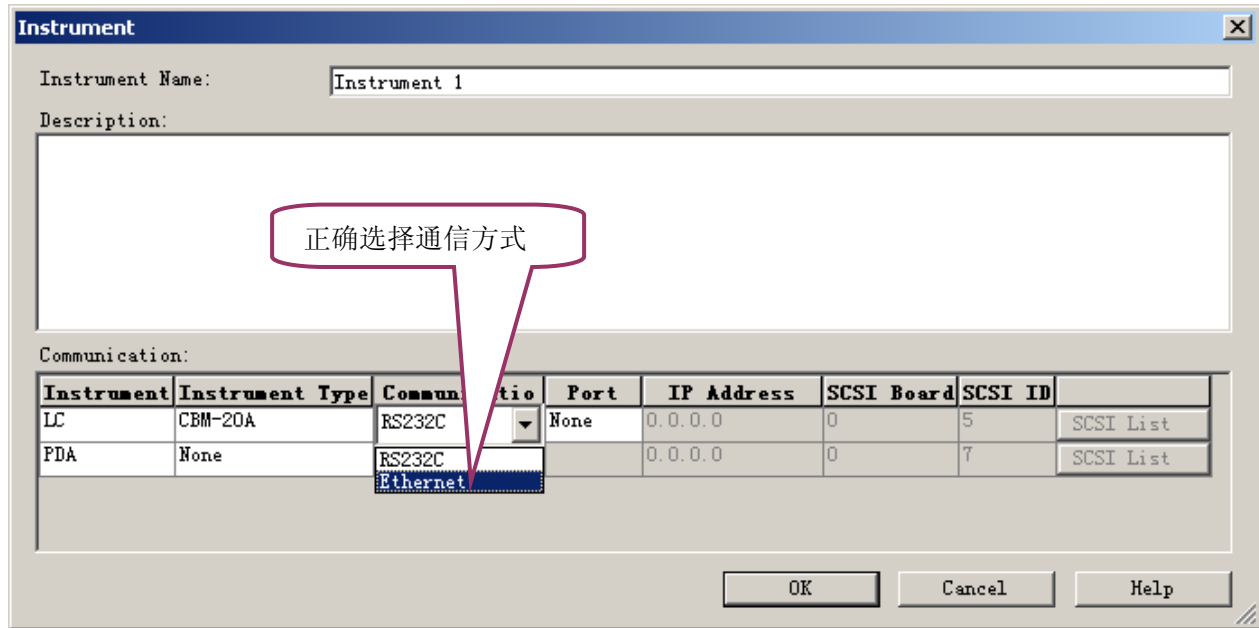
点击 [System Configuration]

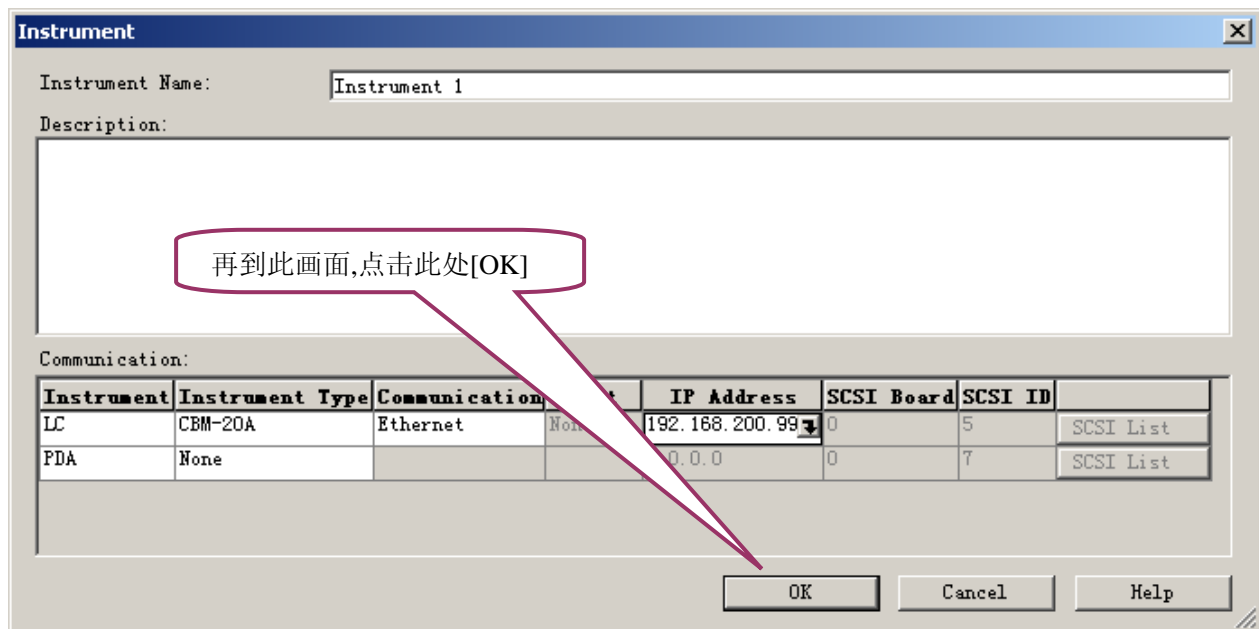
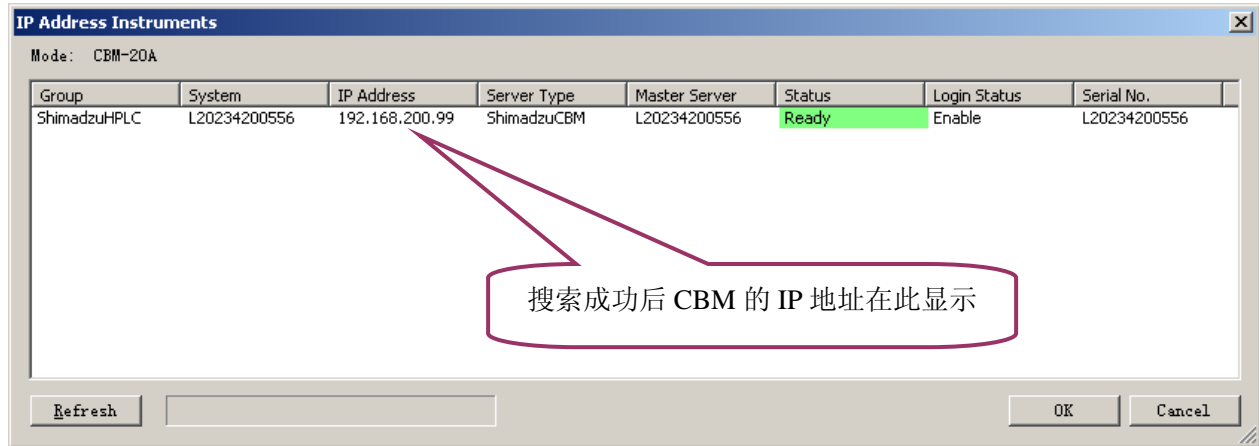


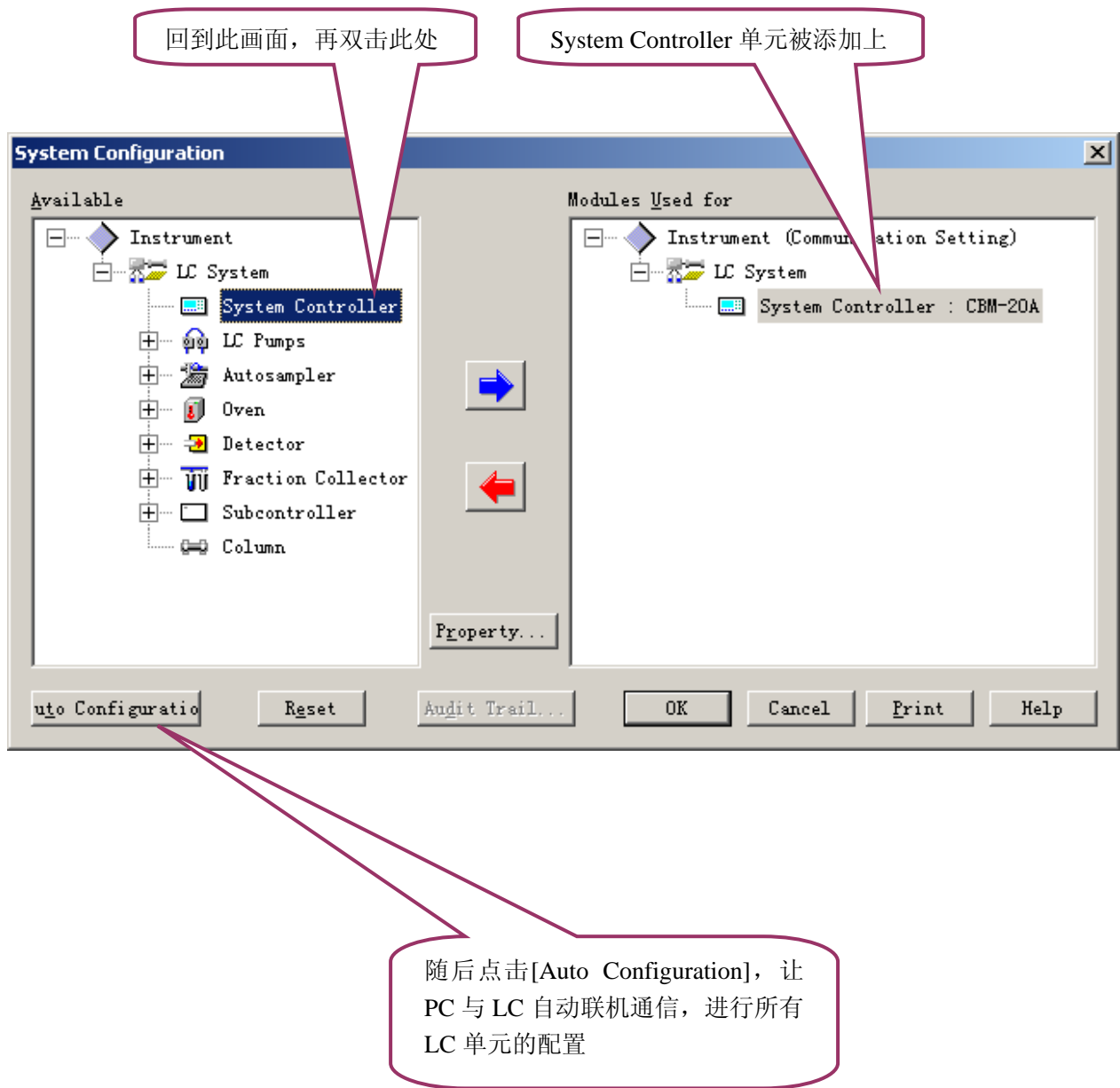
点击此处

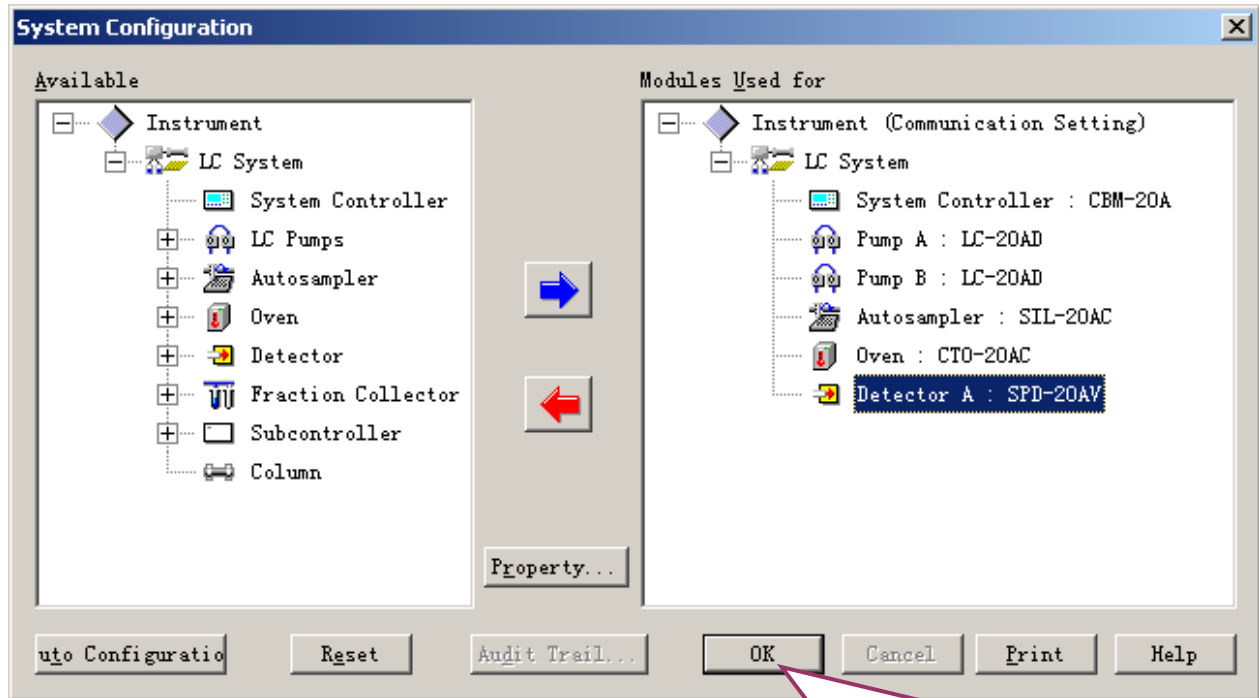


正确选择 System Controller 单元的类型

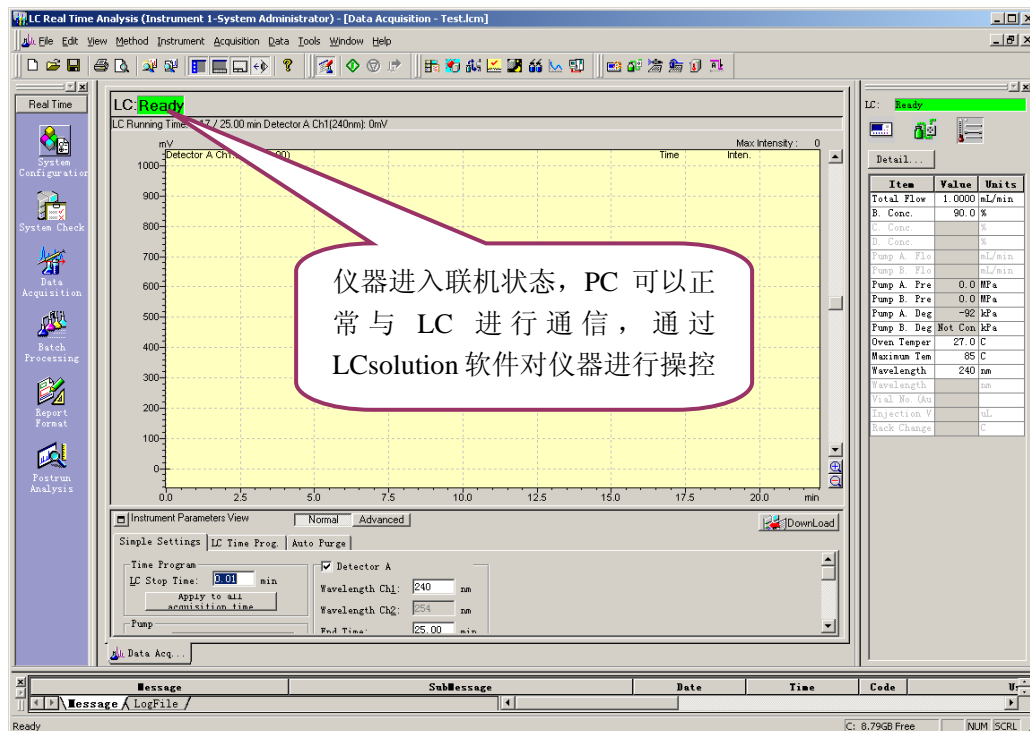








听见 LC 发出“哔”的声音，表示工作站与 LC 联机正常，仪器的配置也已自动完成，仪器各单元的名称在右侧框中列出，单击[OK]，仪器配置即告完成



仪器进入联机状态，PC 可以正常与 LC 进行通信，通过 LCsolution 软件对仪器进行操控

附录 2：通过实际样品测试来学习一下参数的设定

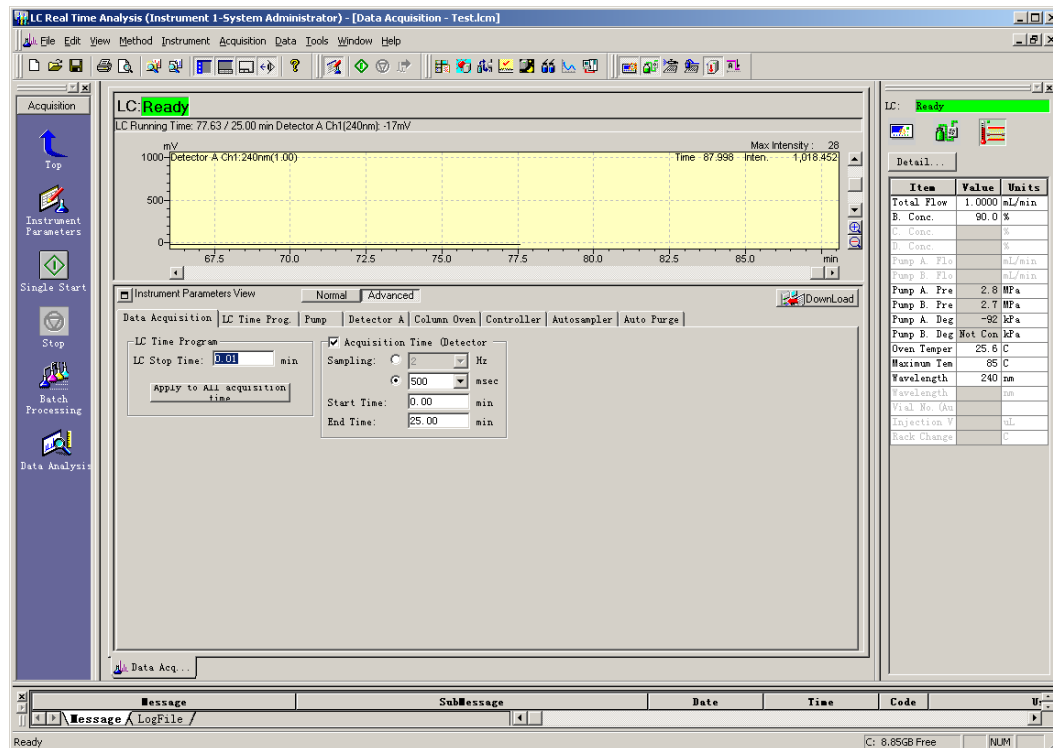
分析条件：

流动相：A 相为水，B 相为乙腈，等度，A 相与 B 相比比例为 10：90，总流速为 1mL/min

UV 检测器，检测波长为 240nm

柱箱温度 40℃

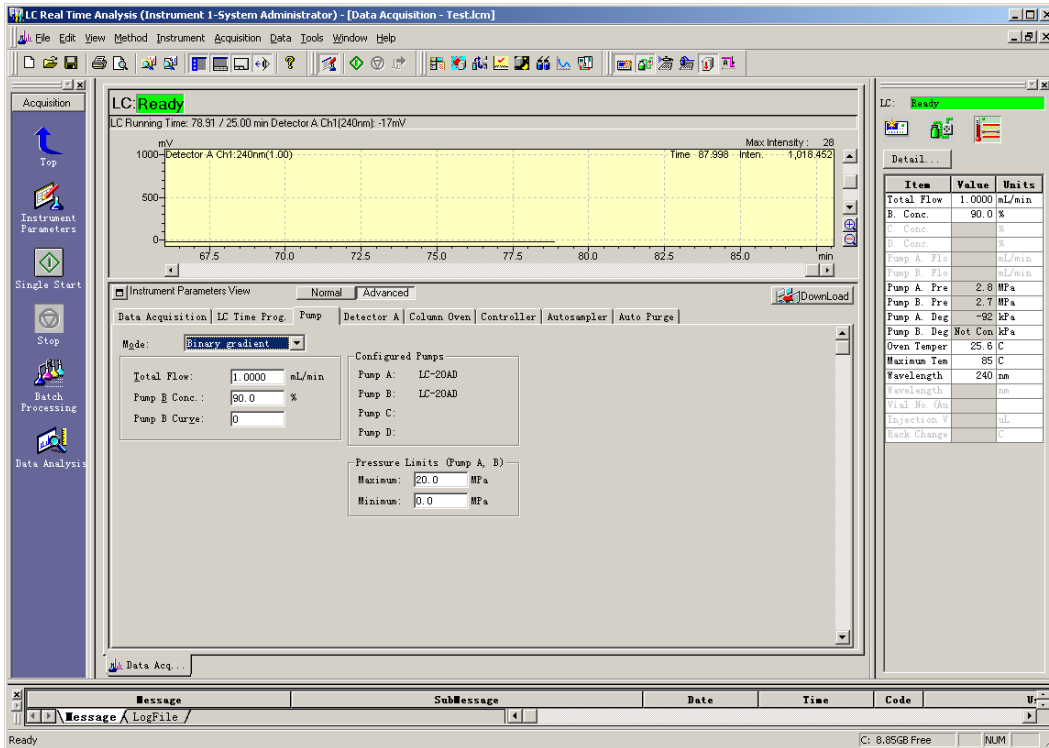
参数设定方法



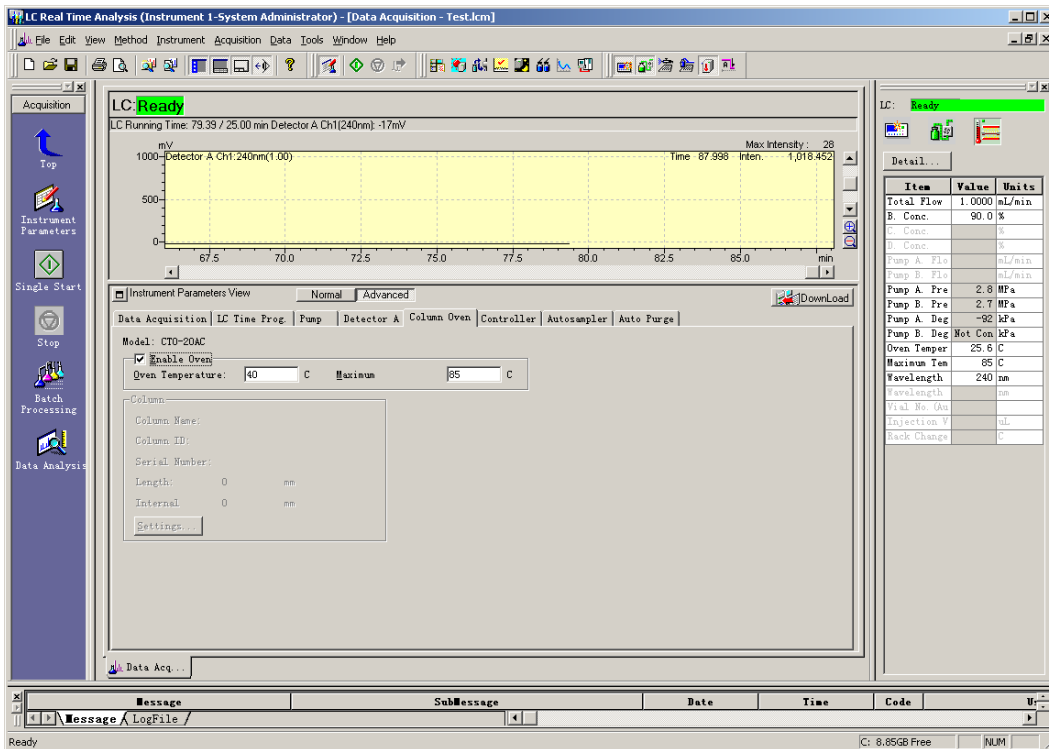
点击 **Instrument Parameter** 进入仪器参数设置界面：

选中 **Normal**（通用简单）或 **Advanced**（高级详细）项，分别设定 **Pumps** 泵参数，**Column Oven** 柱箱参数，**Detector A** 检测器参数，**Controller** 系统控制器参数，**Time Program** 时间程序参数等。仪器配置不同，控制单元项的数目多少不同。

⊙ **Pump** 泵参数: Mode 控制送液模式, Total Flow 设定总流速, B, C, D Conc 为各相浓度, P. Max 为压力上限值, P. Min 为压力下限值



⊙ **Column Oven** 柱箱参数: Oven 设定温度, T.Max 设定最高保护温度



☉ **Detector** 检测器参数: Cell Temperature 设定池温; Wavelength 设定波长。

LC Real Time Analysis (Instrument 1-System Administrator) - [Data Acquisition - Test.lcm]

LC: Ready

LC Running Time: 80.26 / 25.00 min Detector A Ch1(240nm) -17mV

Max Intensity: 28
Time: 85.278 Inten.: 35.644

1000-Detector A Ch1:240nm(1.00)

Instrument Parameters View: Normal / Advanced

Data Acquisition | LC Time Prog | Pump | Detector A | Column Oven | Controller | Autosampler | Auto Purge

Model: SPD-20AV

Lamp: [DC] [v]

Polarity: [+] [v]

Response: [1.0] [sec]

Cell Temperature: [40] [C]

Wavelength

Wavelength Ch1: [240] [nm]

Wavelength Ch2: [254] [nm]

Output

Intensity Unit: [Volt] [v]

Auxiliary: [1.0] [AU/V]

Recorder Range: [1.0000]

Synchronize with Auxiliary R

Recorder Settings...

Item	Value	Units
Total Flow	1.0000	mL/min
B. Conc.	90.0	%
C. Conc.	%	
D. Conc.	%	
Pump A. Flo.		mL/min
Pump B. Flo.		mL/min
Pump A. Pre.	2.9	MPa
Pump B. Pre.	2.7	MPa
Pump A. Deg.	-92	kPa
Pump B. Deg. Hot Con.	kPa	
Oven Temper	25.6	C
Maximum Ten	85	C
Wavelength	240	nm
Wavelength		nm
Vial No. Un		
Injection V		μL
Rack Change		C

Message | SubMessage | Date | Time | Code | U...

Ready | C: 8.86GB Free | NUM

☉ **Controller** 系统控制器参数:

LC Real Time Analysis (Instrument 1-System Administrator) - [Data Acquisition - Test.lcm]

LC: Ready

LC Running Time: 80.63 / 25.00 min Detector A Ch1(240nm) -17mV

Max Intensity: 28
Time: 85.278 Inten.: 35.644

1000-Detector A Ch1:240nm(1.00)

Instrument Parameters View: Normal / Advanced

Data Acquisition | LC Time Prog | Pump | Detector A | Column Oven | Controller | Autosampler | Auto Purge

Model: CBM-20A

Power On

Event1

Event2

Event3

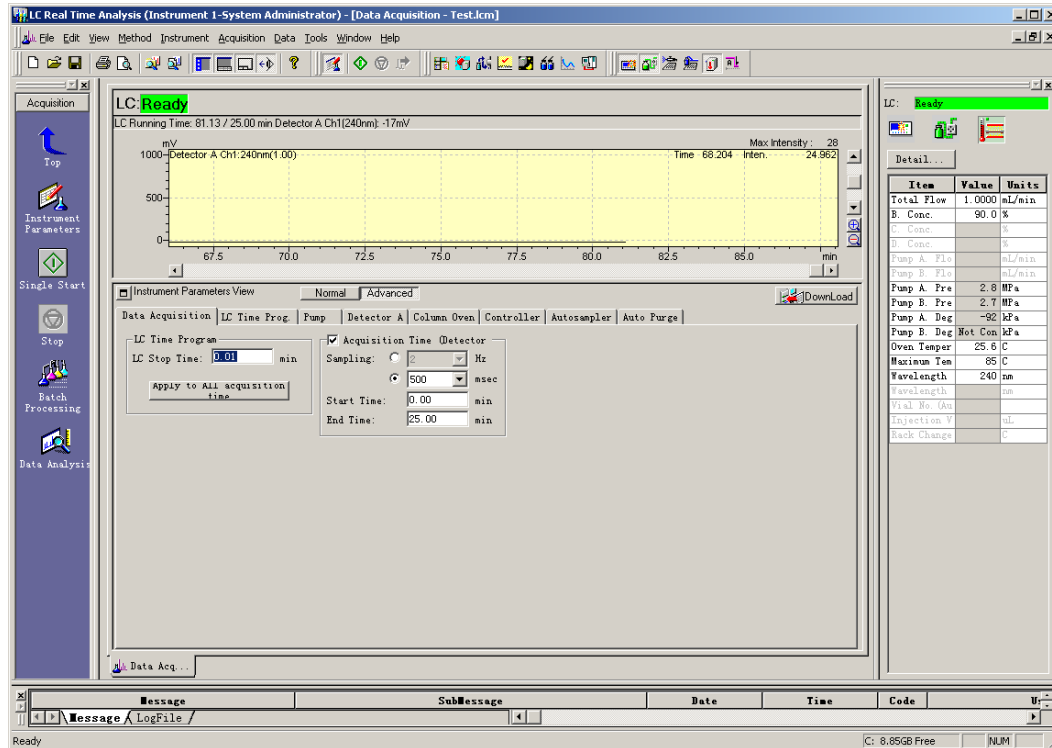
Event4

Item	Value	Units
Total Flow	1.0000	mL/min
B. Conc.	90.0	%
C. Conc.	%	
D. Conc.	%	
Pump A. Flo.		mL/min
Pump B. Flo.		mL/min
Pump A. Pre.	2.9	MPa
Pump B. Pre.	2.7	MPa
Pump A. Deg.	-92	kPa
Pump B. Deg. Hot Con.	kPa	
Oven Temper	25.6	C
Maximum Ten	85	C
Wavelength	240	nm
Wavelength		nm
Vial No. Un		
Injection V		μL
Rack Change		C

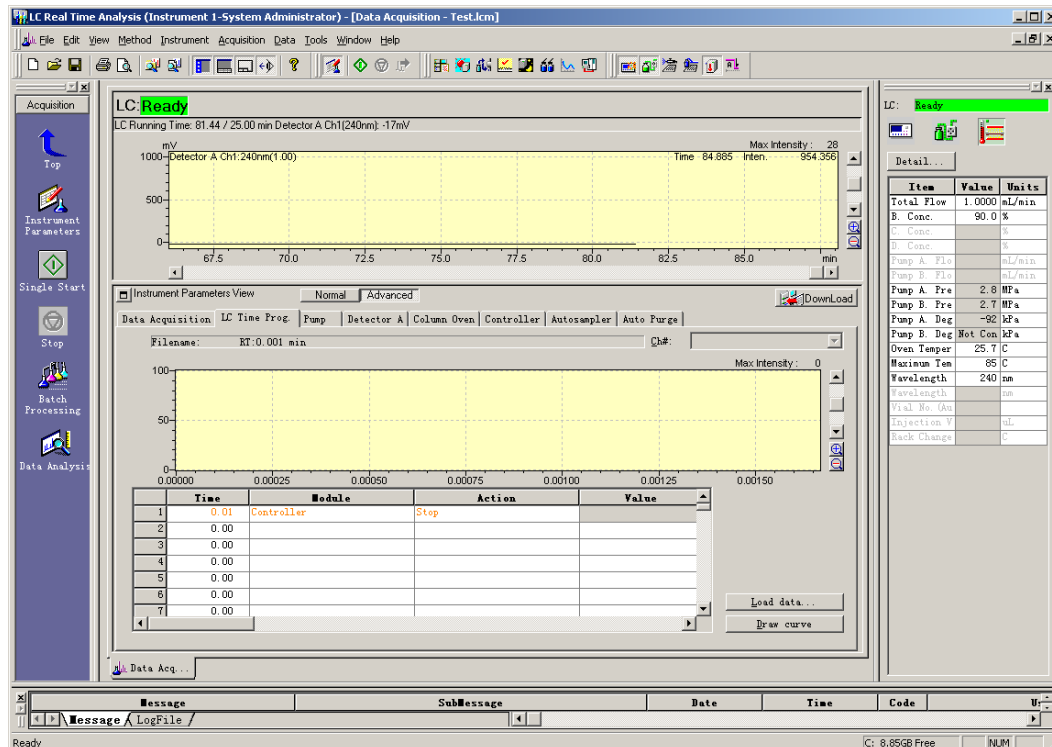
Message | SubMessage | Date | Time | Code | U...

Ready | C: 8.86GB Free | NUM

① **Data Acquisition** 选中 Acquisition Time 后，设置分析时间，等等



② **LC Time Prog** 时间程序参数：如果是梯度洗脱方式，则须编辑泵梯度洗脱程序，也可以通过时间程序控制柱箱，检测器等参数。



参数设定完成，须重新保存方法文件

附录3：常用参数介绍

Slope (斜率)

色谱峰的斜率(切线斜率)用于检测色谱峰的起点,当色谱峰的斜率大于设定值时,该峰被检测;色谱峰的斜率低于设定值时作为峰的终点。

如果色谱峰检测开始,为获得精确的峰面积,色谱峰的起点和终点相应地移动一个半峰宽。色谱峰的斜率设置参数称为峰检测灵敏度(斜率),斜率值单位是 $\mu\text{V}/\text{min}$,斜率增加时,峰检测灵敏度降低;斜率值降低时,峰检测灵敏度提高,可以检测扩展的色谱峰(扁宽峰)。



Width (半峰宽)

峰高1/2 处的宽度 (半高宽)

半峰宽参数对所有峰积分参数都有影响。LCsolution 用半峰宽参数检测色谱峰,使色谱峰在最适条件下进行峰积分。该参数值设定为色谱图中最窄峰的峰高一半时的宽度(或略低),单位为秒。(色谱峰窄于设定的半峰宽的1/4 时,不能被检测。)

注: 该参数可以去掉不需要的色谱峰。噪声宽度通常小于色谱峰,正确设定半峰宽,可以使不需要的窄峰或噪声不积分。

通常 普通液相色谱填充柱设为 5 秒

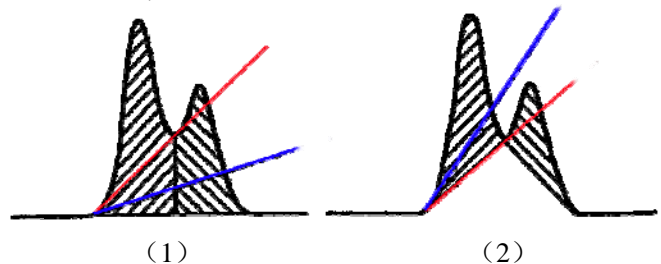


Drift (漂移)

色谱峰作为重叠峰时,

1. 当设定值(蓝线)小于峰谷切线(红线)时,峰面积以垂直分割的方式计算。
2. 当设定值(蓝线)大于峰谷切线(红线)时,峰面积以基线方式计算。
3. 当漂移设定为0时,工作站自动处理

注: 漂移的缺省为0





ISO 9001:2008 U006611Q0476R1M

分析仪器的售后技术服务管理体系
通过了ISO9001:2008标准认证

岛津企业管理(中国)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

北京分公司

北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14F
电话: (010)8525-2324/2373/2374

上海分公司

上海市淮海西路570号红坊E楼
电话: (021)2201-3601/3602/3603

沈阳分公司

沈阳市和平区南京北街161号嘉润·东方香榭里大厦C座14层
电话: (024)2383-2209

四川分公司

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼B座12层
电话: (028)8619-8421/8422/8423

武汉分公司

武汉市汉口建设大道568号新世界国贸大厦I座41层4116室
电话: (027)8555-7910

重庆分公司

重庆市渝中区青年路38号重庆国贸中心1702室
电话: (023)6380-6057

深圳分公司

深圳市福田区福华一路98号卓越大厦15楼1号
电话: (0755)8330-5967

用户服务热线电话: 800-810-0439

广州分公司

广州市流花路109号之9达宝广场703-706室
电话: (020)8710-8631

西安分公司

西安市南二环西段88号老三届世纪星大厦24层G座
电话: (029)8838-6127

乌鲁木齐分公司

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14层H座
电话: (0991)230-6272

昆明分公司

昆明市青年路432号天恒大酒店908室
电话: (0871)315-2987

南京分公司

南京市中山南路49号商茂世纪广场23层A1座
电话: (025)8689-2490

河南分公司

郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室
电话: (0371)8663-2981/2983

400-650-0439 (手机用户)