

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

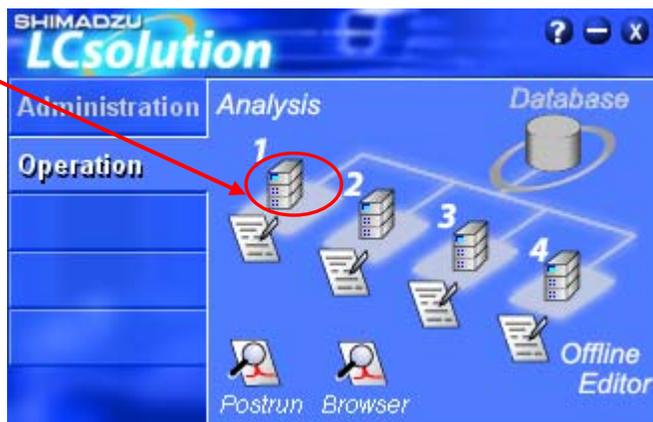
- 在开机之前，根据所做样品的方法要求，准备好所用流动相，自动进样器用的清洗液，标样及样品。流动相抽滤后超声脱气 15 分钟，装入溶剂储液瓶，确认吸滤头已置于液面以下，标样和样品均以 0.45um 膜过滤
- 打开 LC 电源，其中 SCL 或 CBM 的电源最后打开；对输液泵及自动进样器进行必要的 Purge 操作，排出相应流路中的气泡，使新鲜溶剂在流路中得以置换；检查输液泵在动作前的压力显示值，必要时对此压力值进行调零



- 打开 PC 电源、待正常进入 Windows 操作系统

- 双击桌面  图标，此后会弹出以下窗口

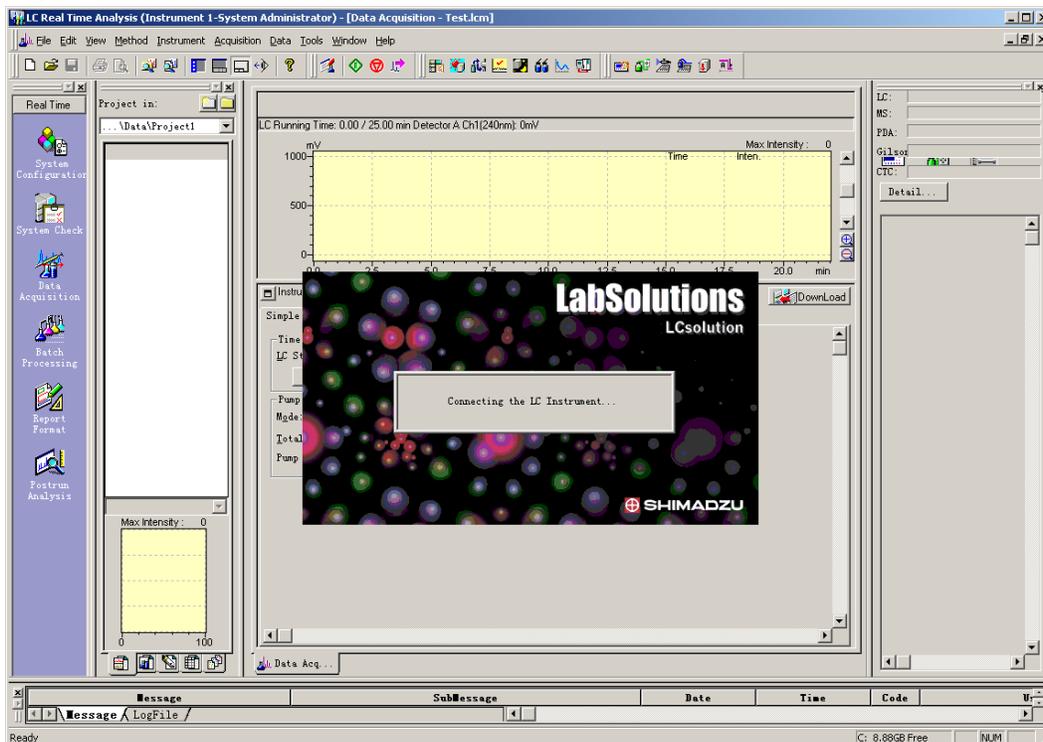
- 双击 LC 所对应的图标，弹出 Login（登录）窗口



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

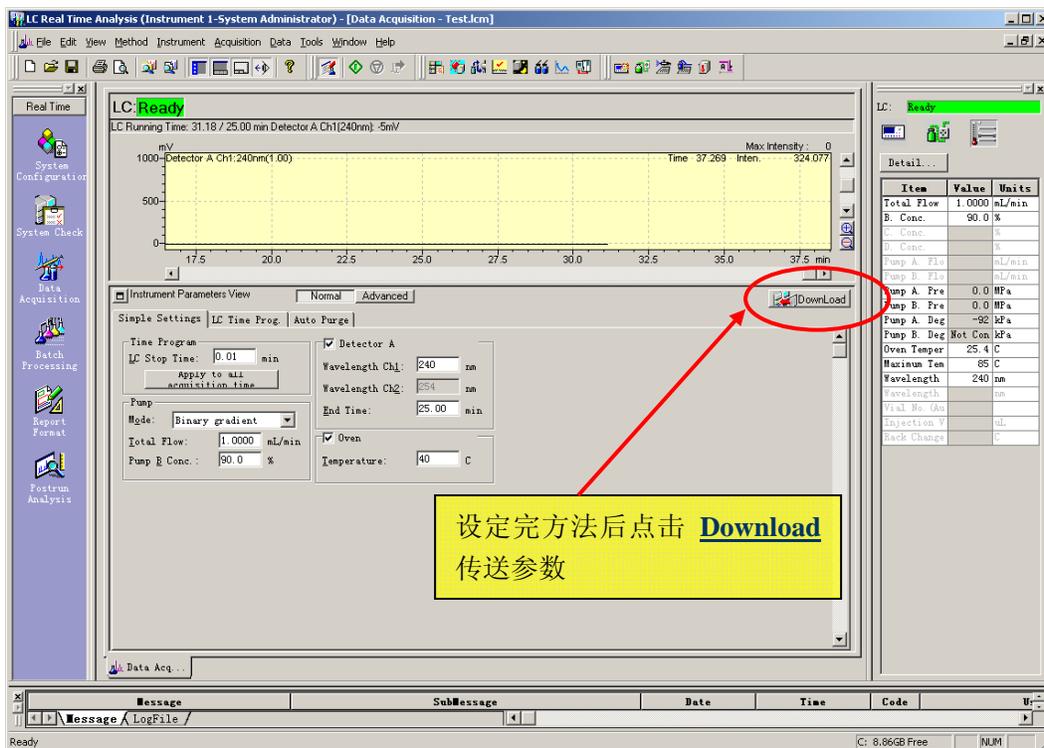
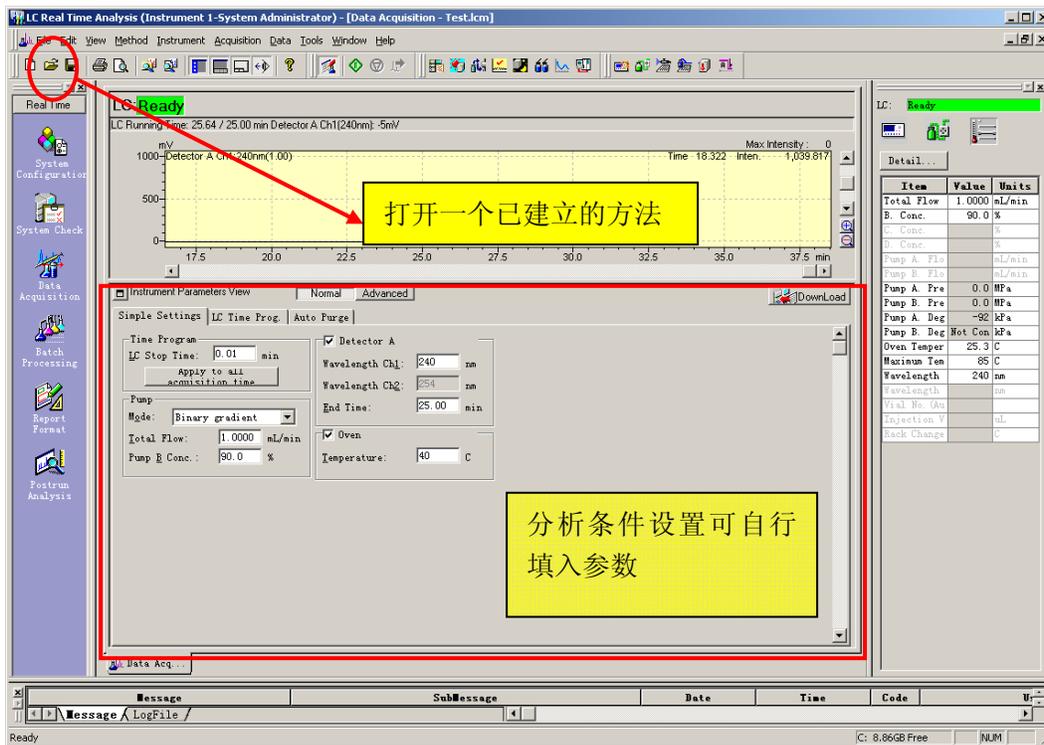
The image shows the LC Real Time Analysis software interface. On the left is a vertical sidebar with icons for: System Configuration, System Check, Data Acquisition, Batch Processing, Report Format, and Postrun Analysis. A red arrow points from this sidebar to a larger screenshot of the software's main window. The main window displays a chromatogram plot, a 'Real Time' status bar, and various control panels for data acquisition and instrument parameters. A red oval highlights the sidebar area in the main window screenshot.

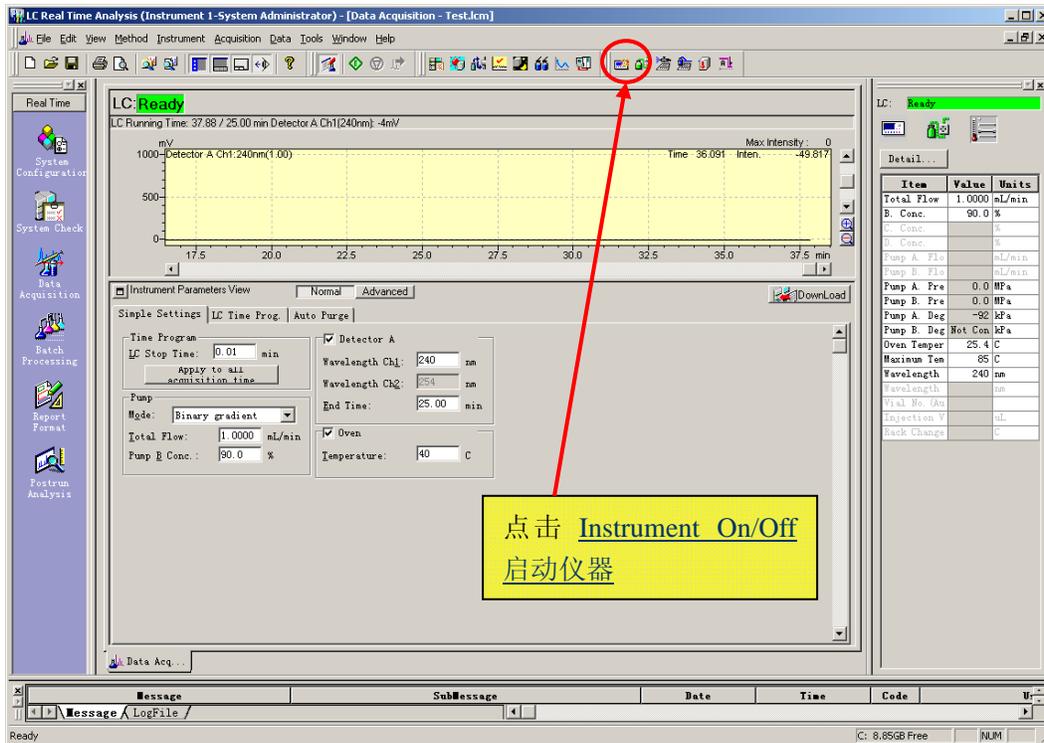
1. 打开一个已建立的方系统配置
如果首次使用 LCsolution 或变更仪器配置（例如更换进样器或检测器）具体设定参见附录 1
2. 仪器状况检查
3. 数据采集
4. 批处理运行
5. 报告格式设定
6. 数据后处理

LCsolution 软件基本操作

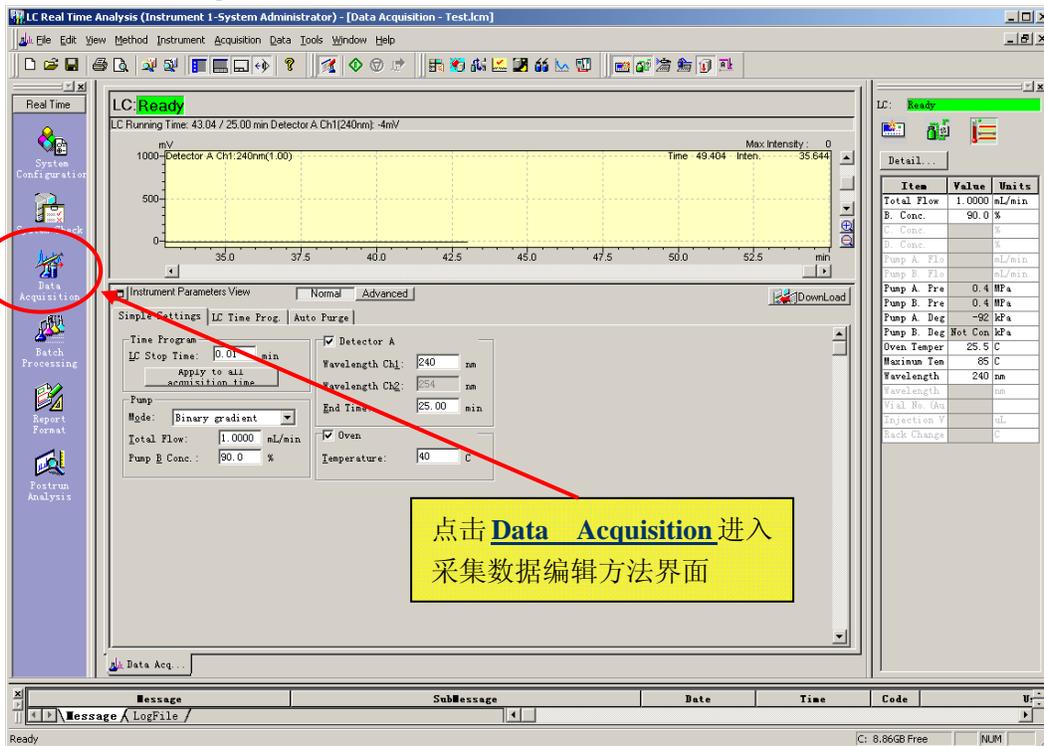
● 仪器参数设定 (可自行填写参数或调用方法)

具体参数设定参看附录 2



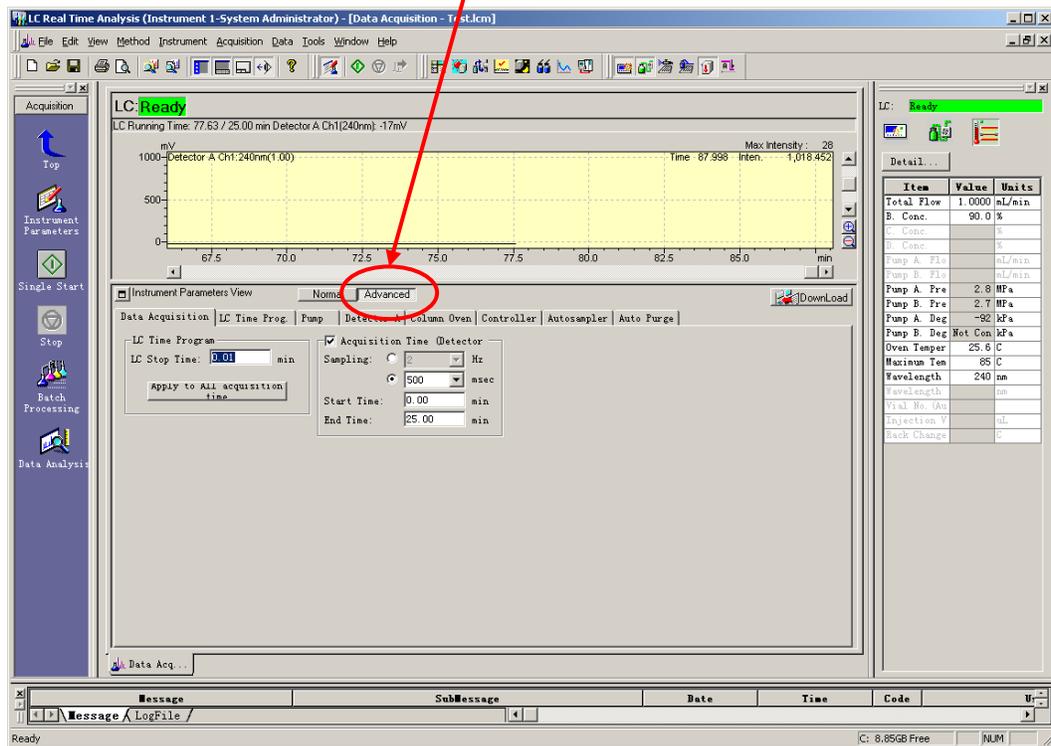
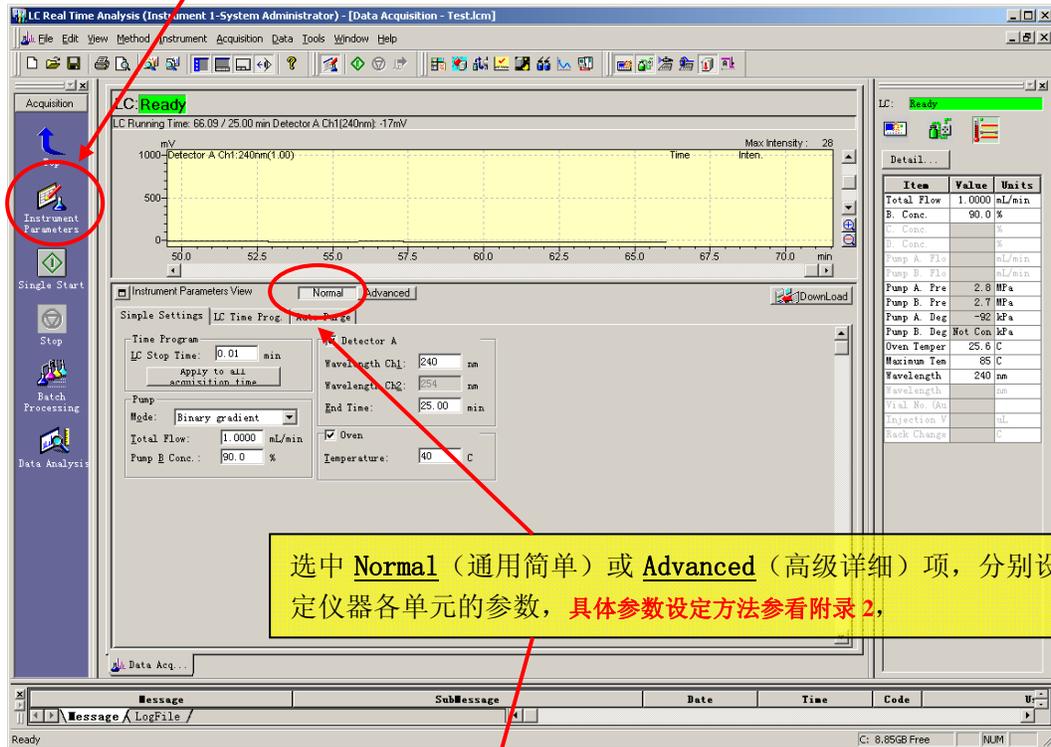


● 点击 Data Acquisition 进入采集数据编辑方法界面

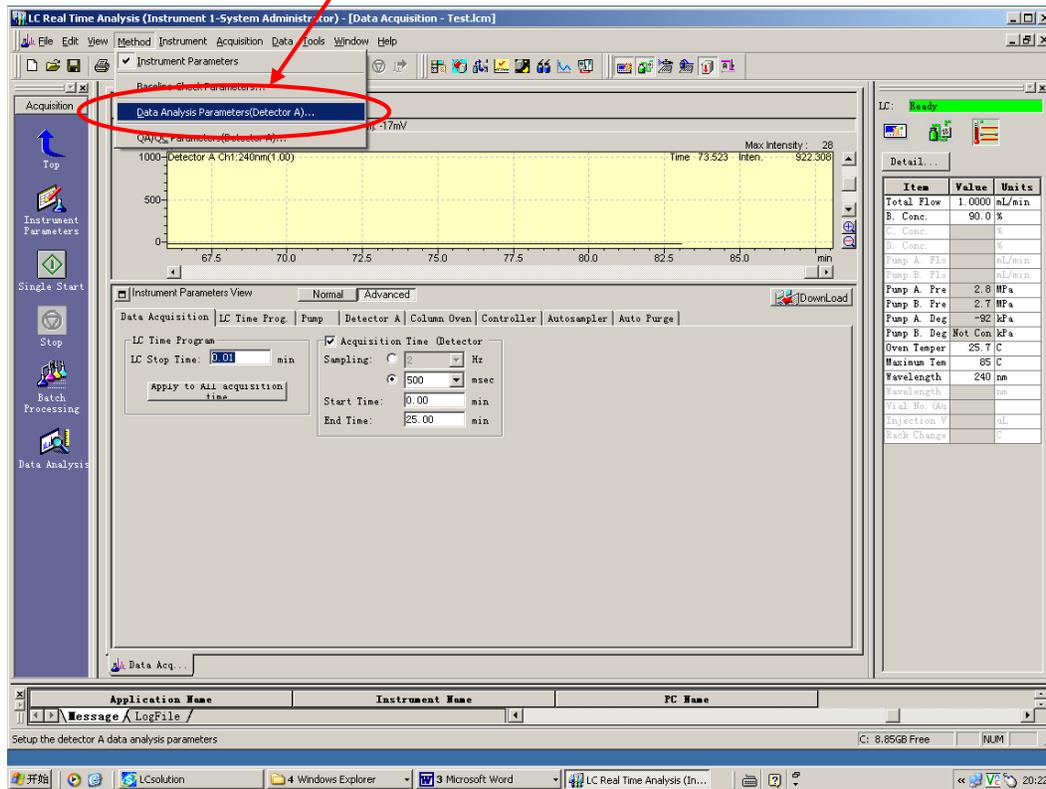


LCsolution 软件基本操作

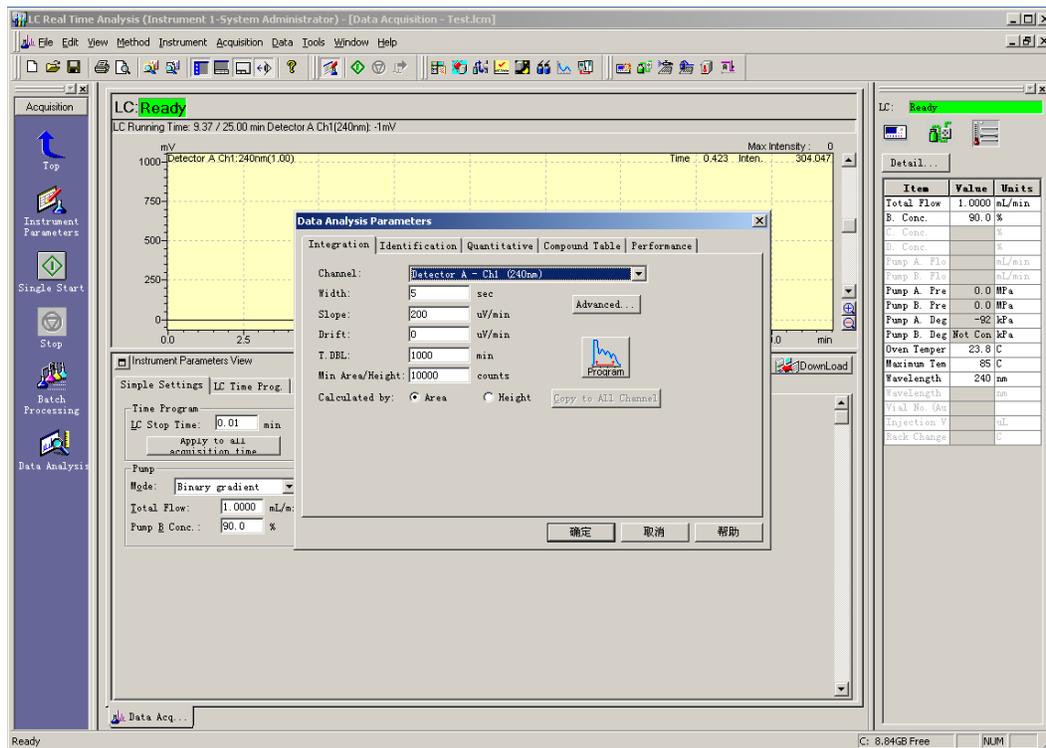
点击 **Instrument Parameter** 进入仪器参数设置界面：

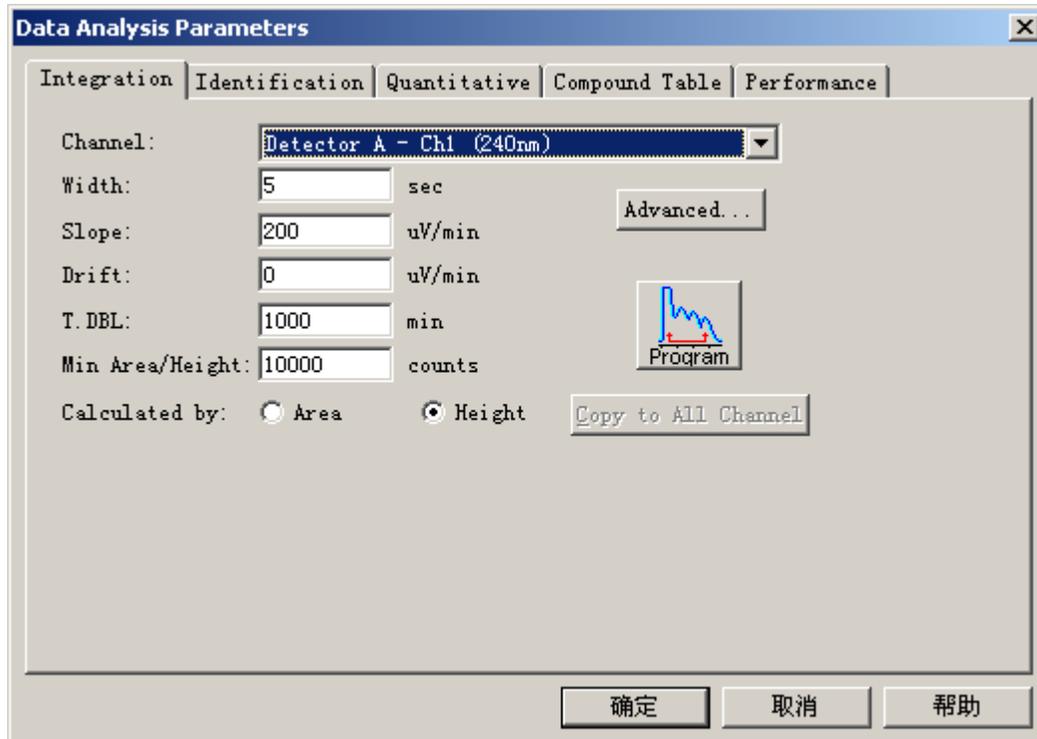


● 点击 **Method** → **Data Analysis Parameter** 编辑积分参数:



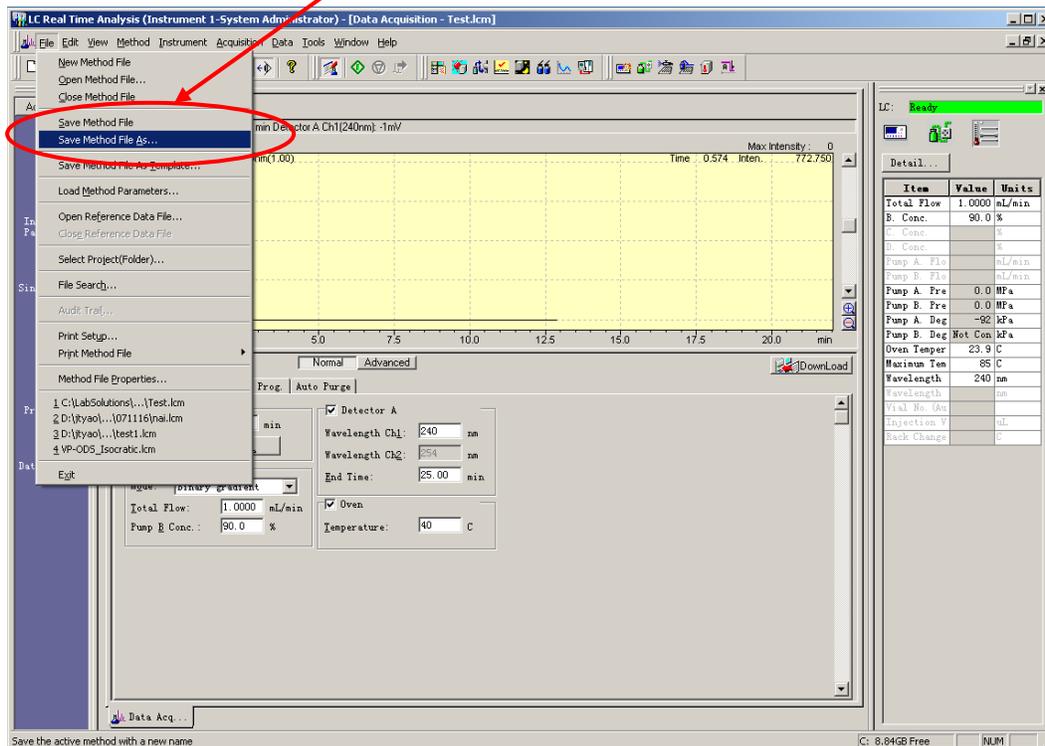
弹出如下界面:

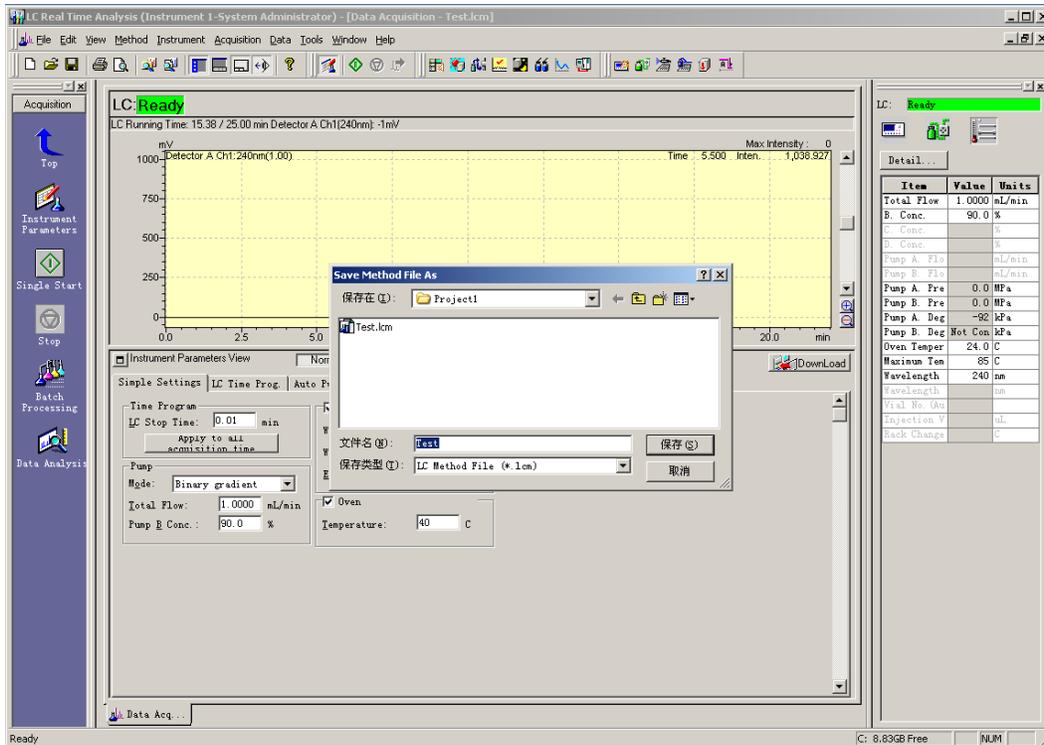




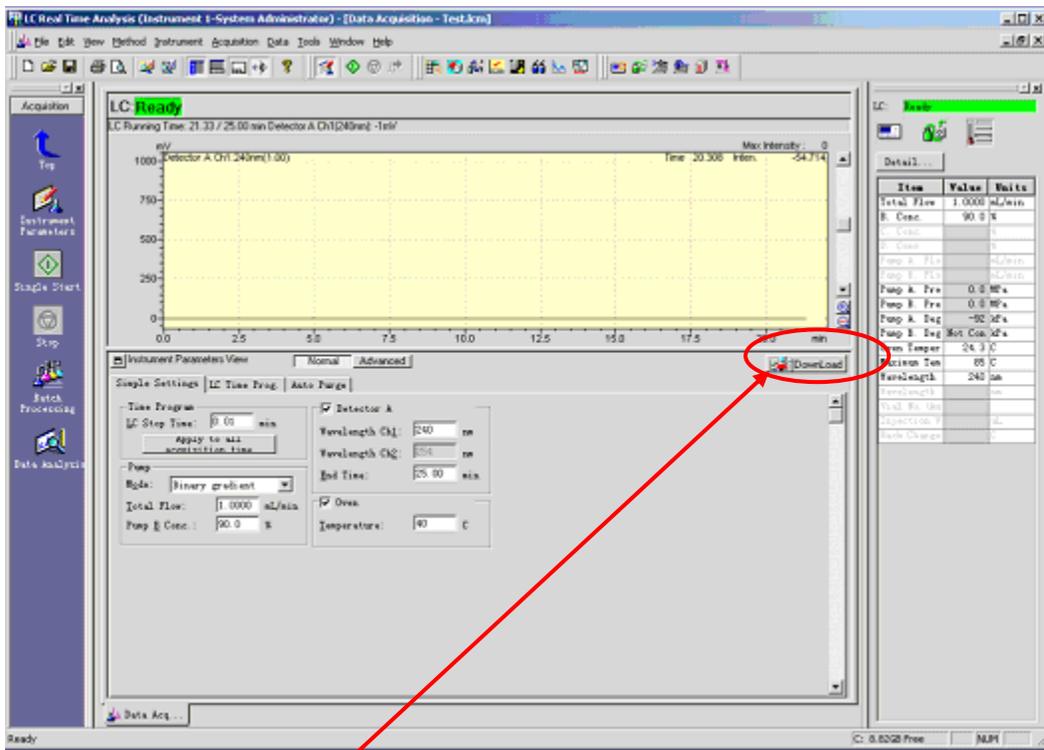
设置 Width 峰宽, Slope 斜率, Min Area 最小峰面积等等。新建方法推荐使缺省值, 待分析完样品后再设置此项参数, 得到优化的色谱数据结果后, 将参数保存在当前方法中。

● 保存方法: 点击 File → Save Method as





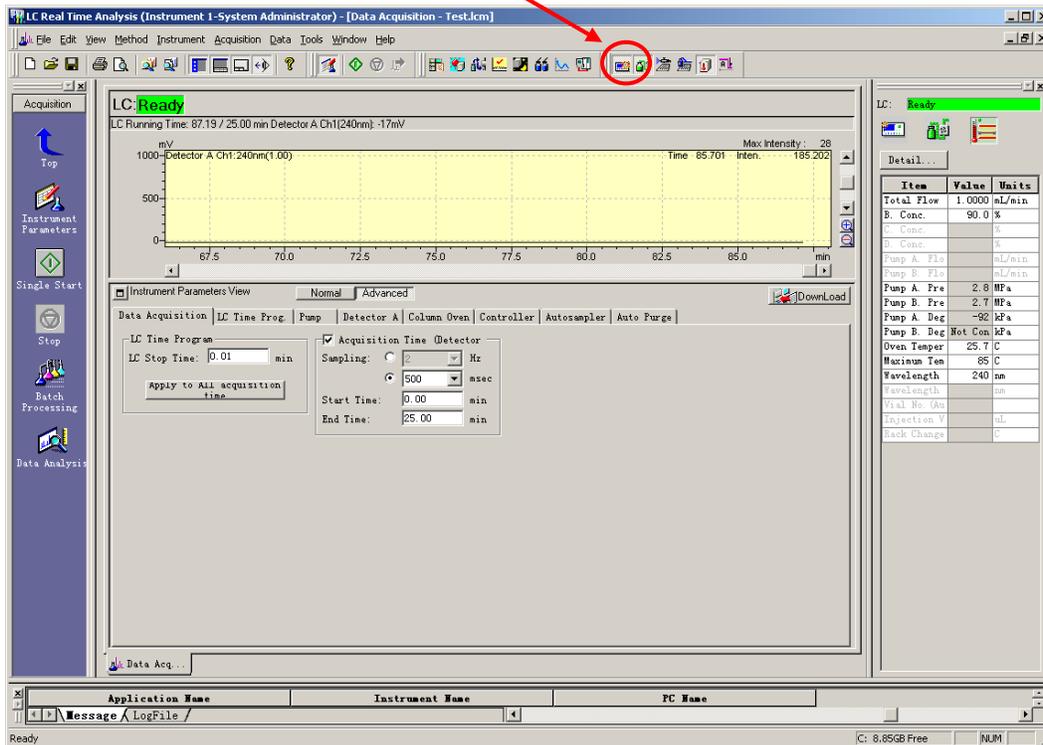
如图：起文件名***.lcm 保存后，该方法即作为当前运行的方法。



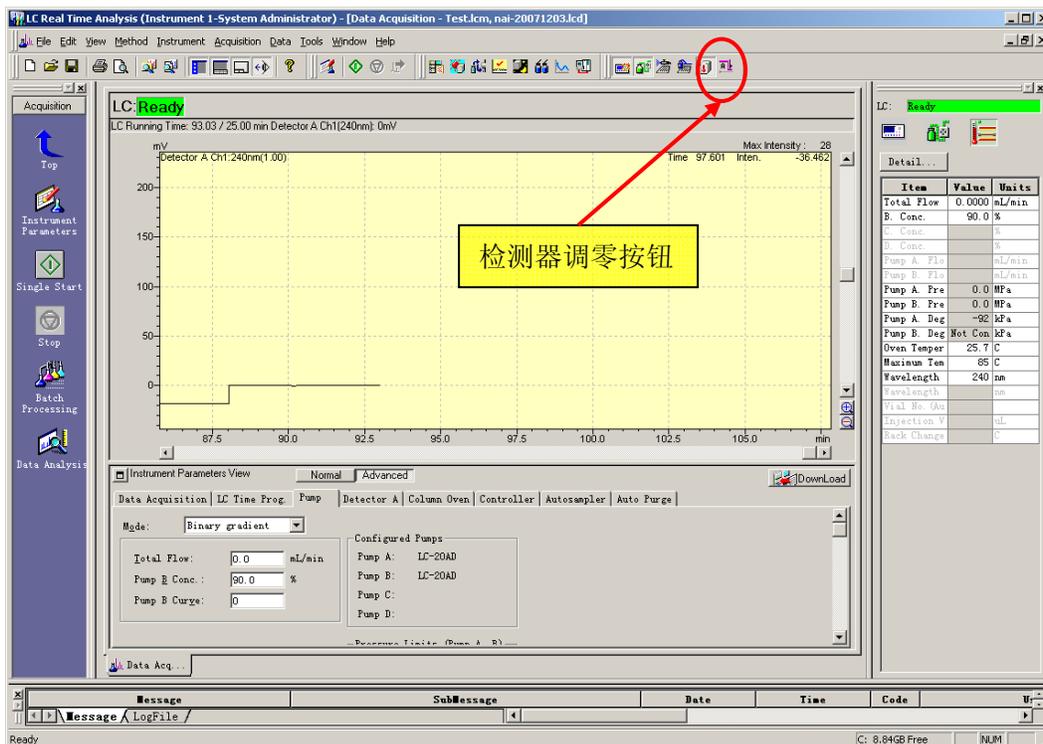
然后下载方法：点击 **Download** 键，向仪器传送参数。

LCsolution 软件基本操作

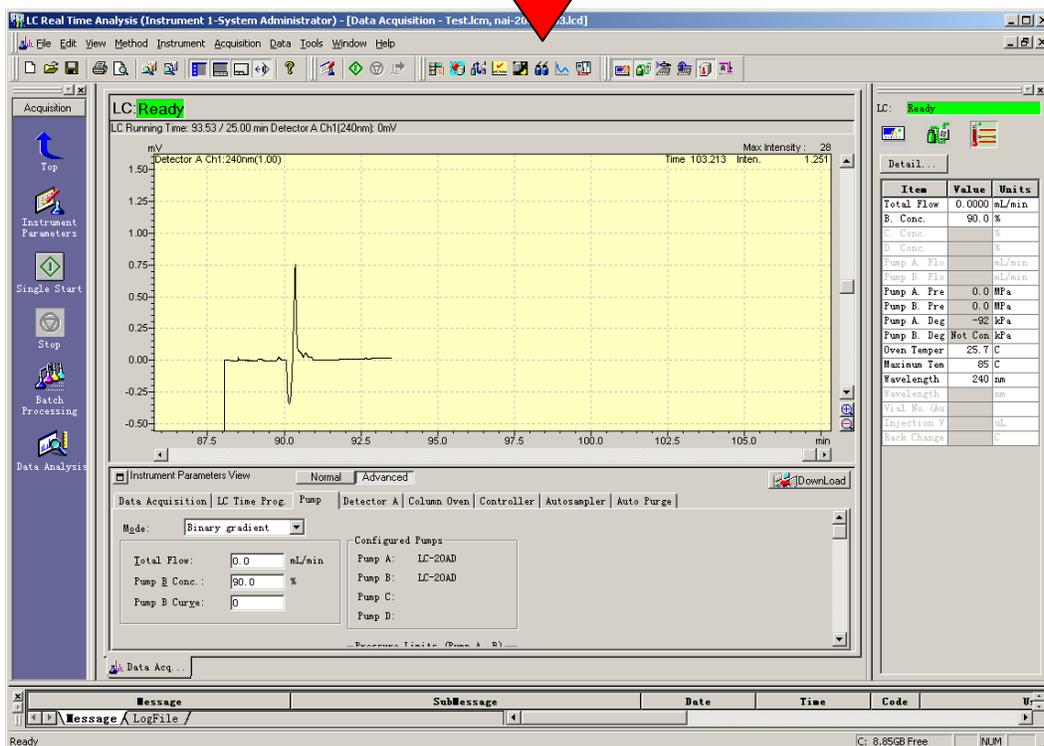
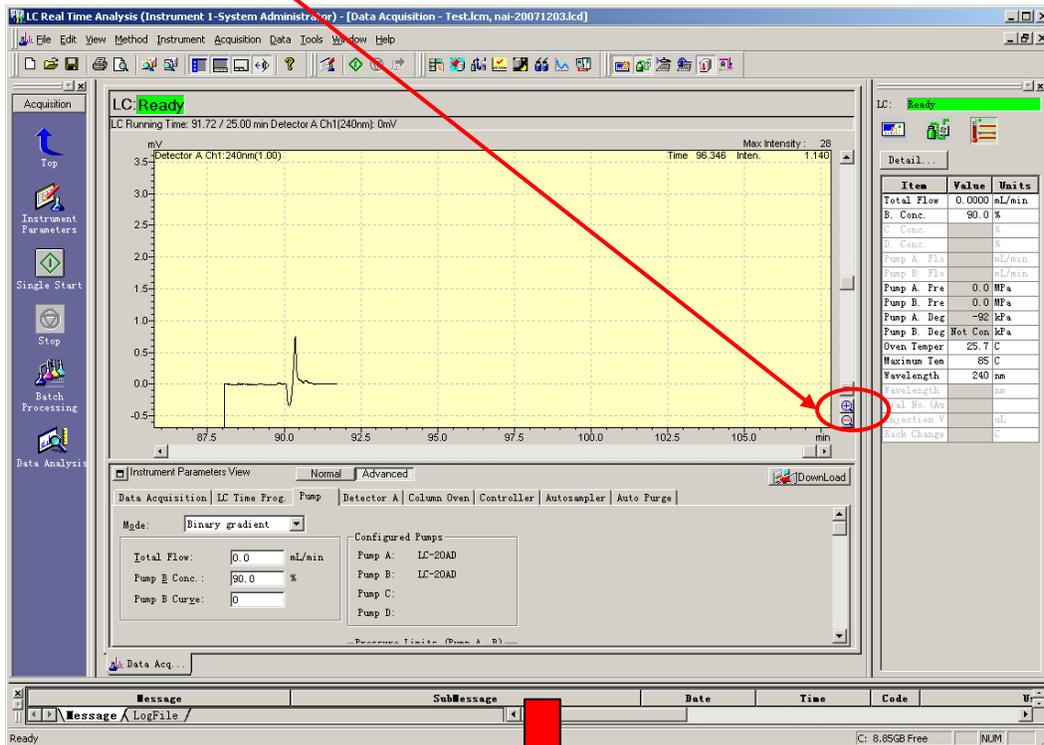
- 执行方法：点击如图图标 **Instrument On/Off**（仪器开/关），使仪器处于开启状态



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。



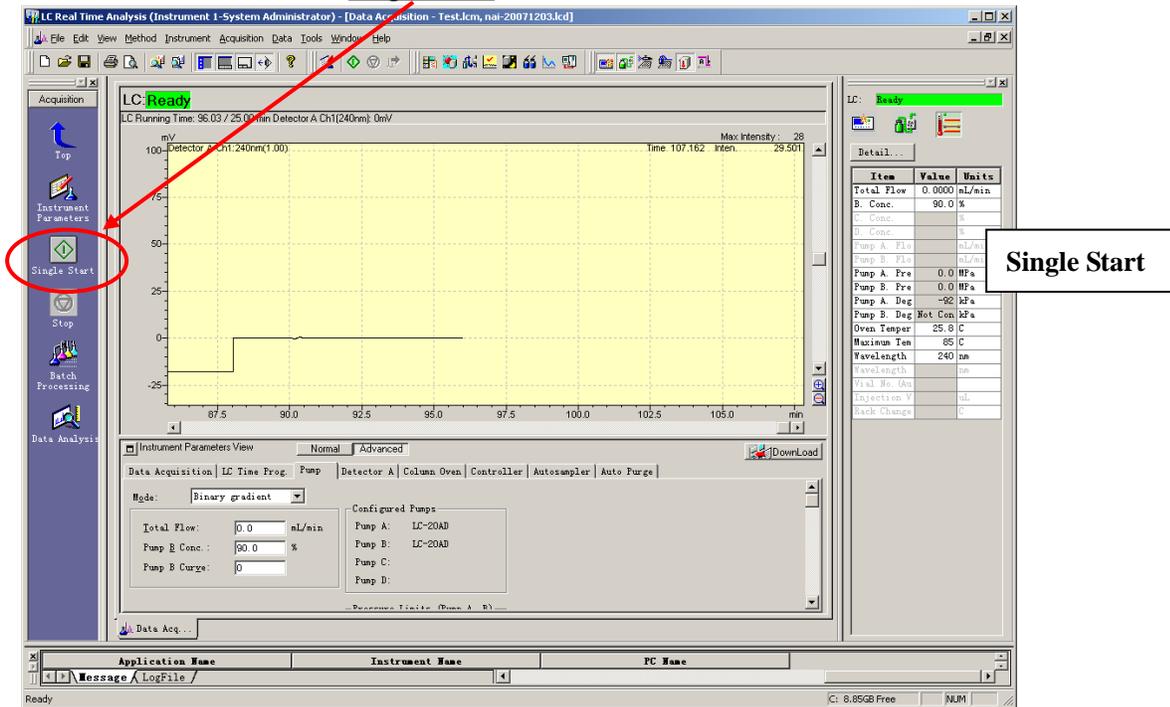
可以通过改变衰减  或  预览基线观察基线变化，待基线平稳，准备进样操作。



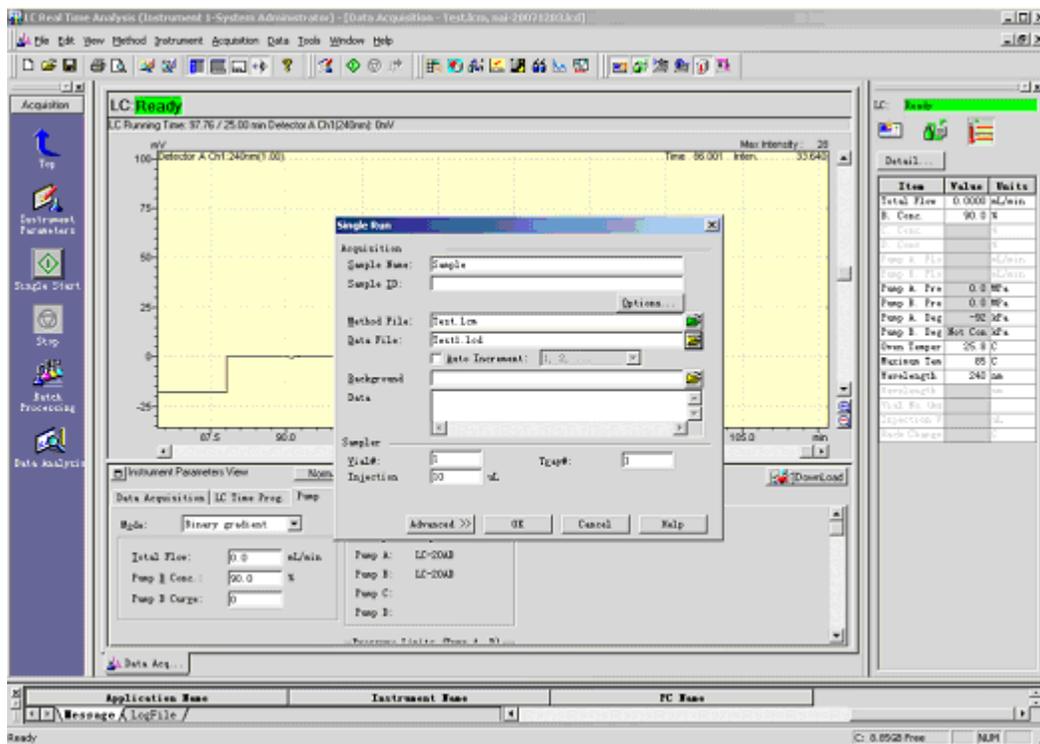
LCsolution 软件基本操作

● 进样分析:

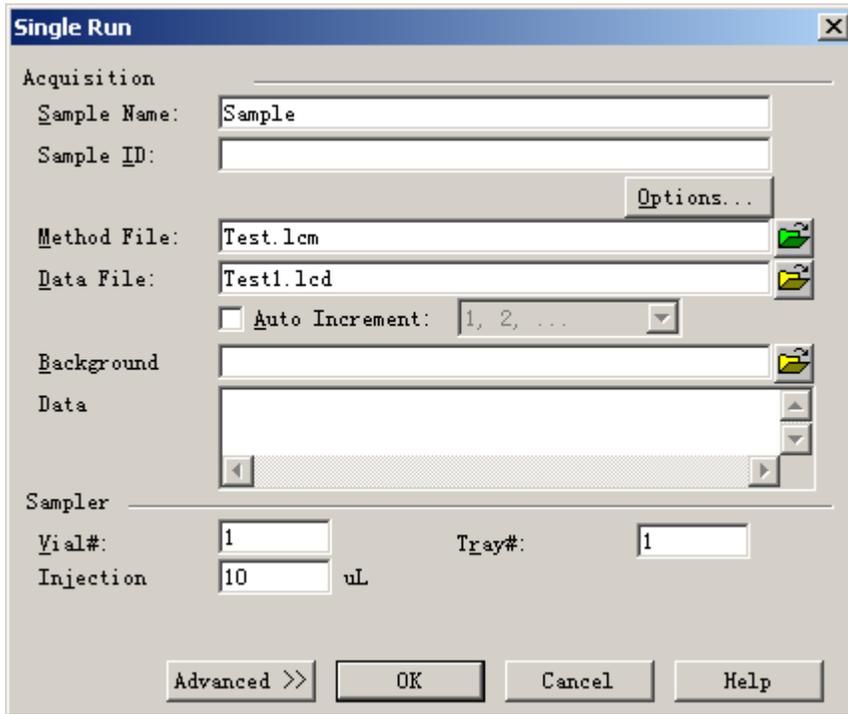
⊙ 单针进样分析: 如图点击 **Single Start** 图标:



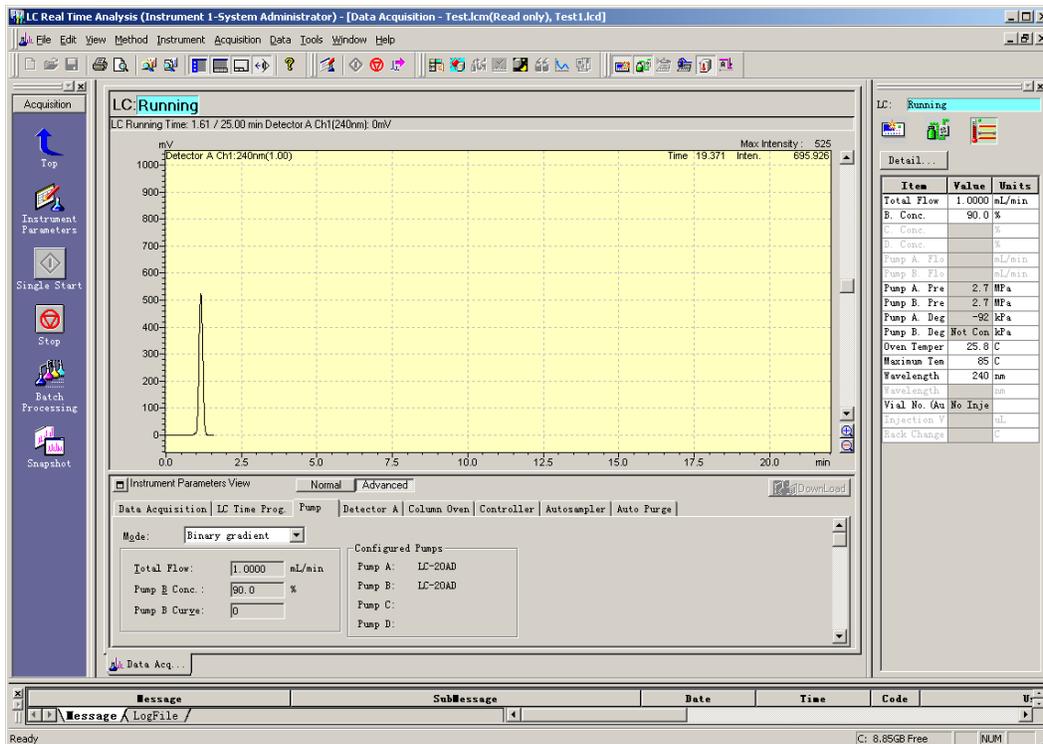
出现如下采样对话框:



⊙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。

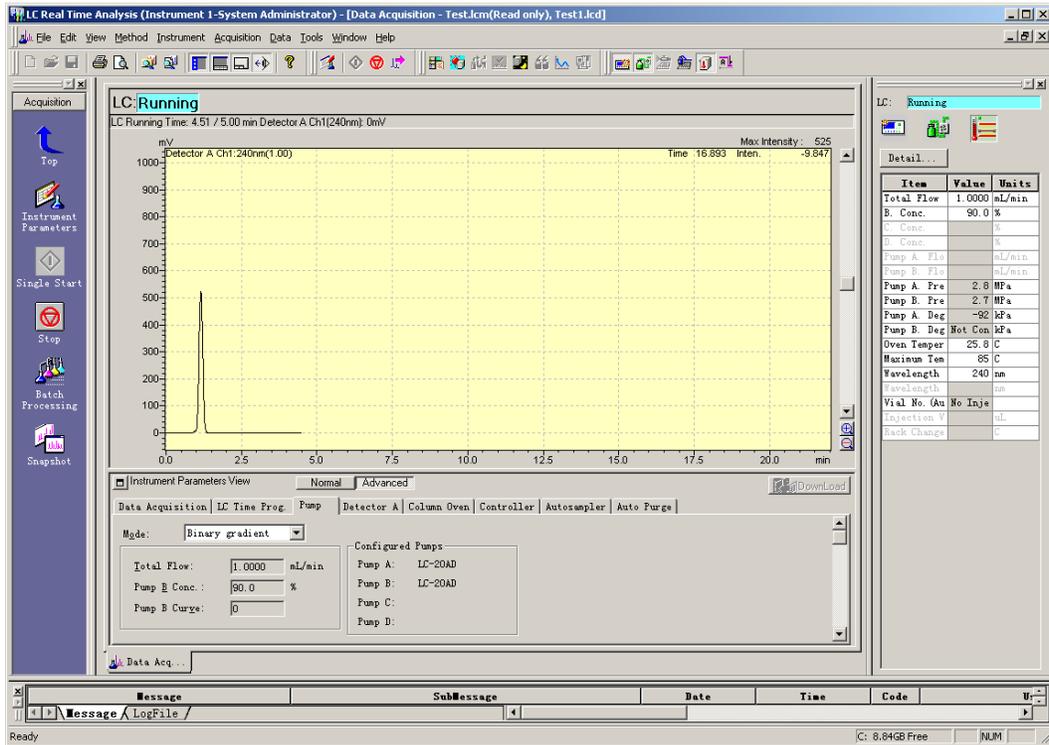


⊙点击 **OK** 后, 开始进样操作。(★重复单针进样, 重复执行上述步骤即可★)



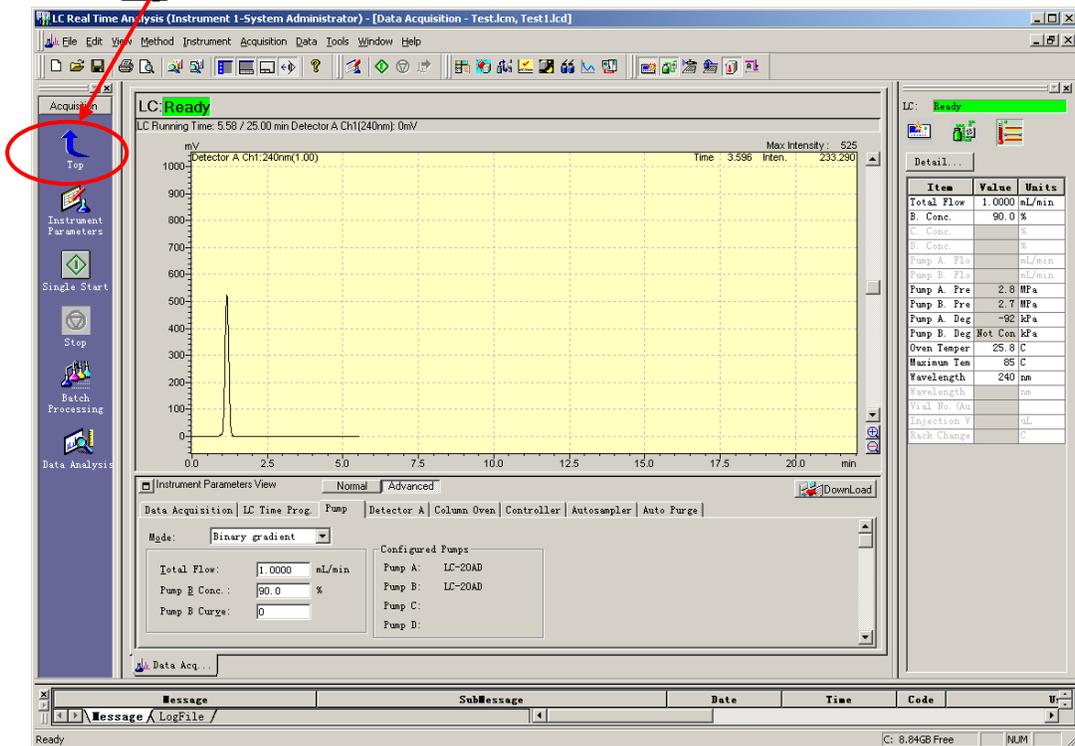
LCsolution 软件基本操作

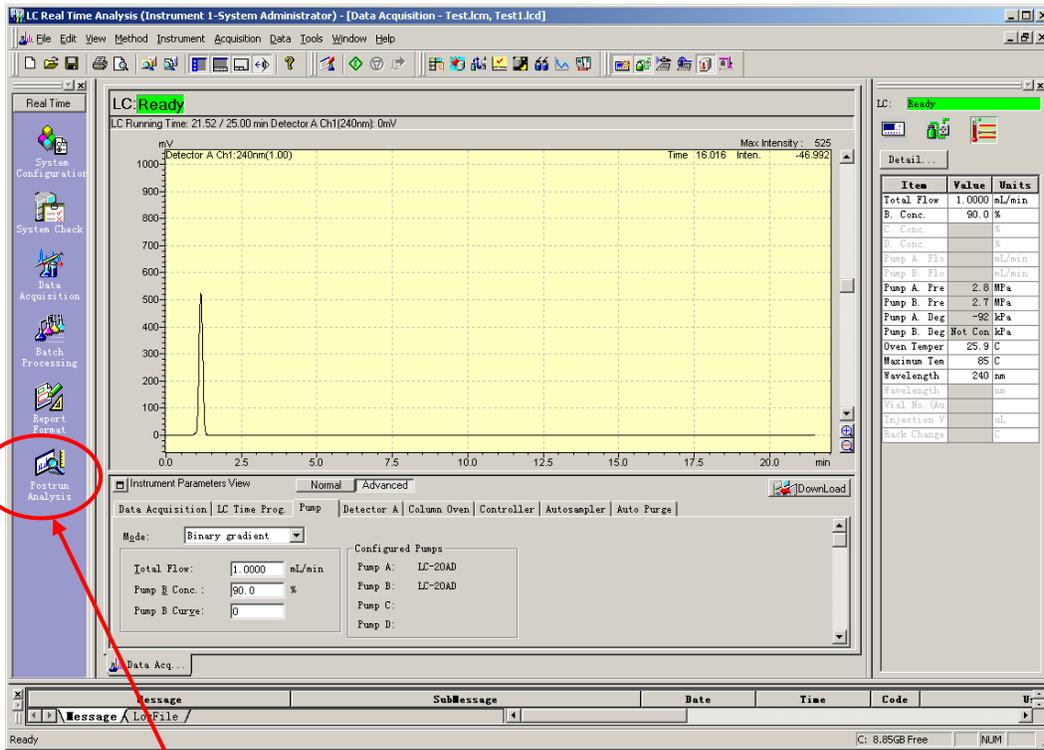
☉ 每个样到时间分析结束，根据方法中的积分参数，所有色谱数据会自动进行积分处理。



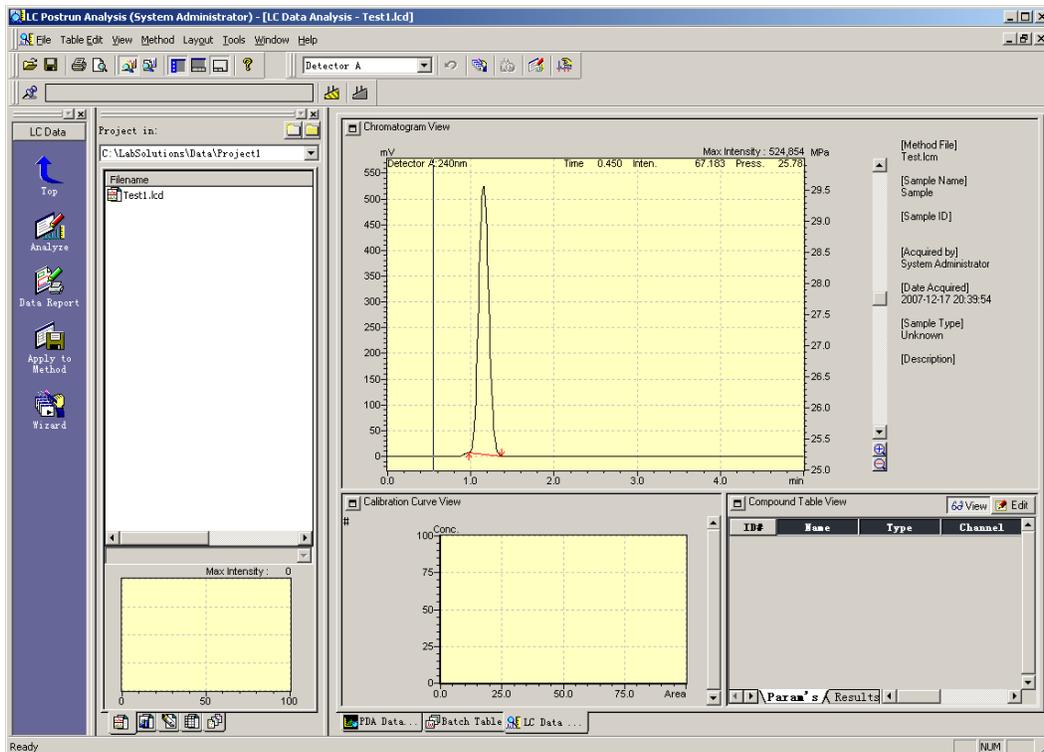
● 报告预览和打印:

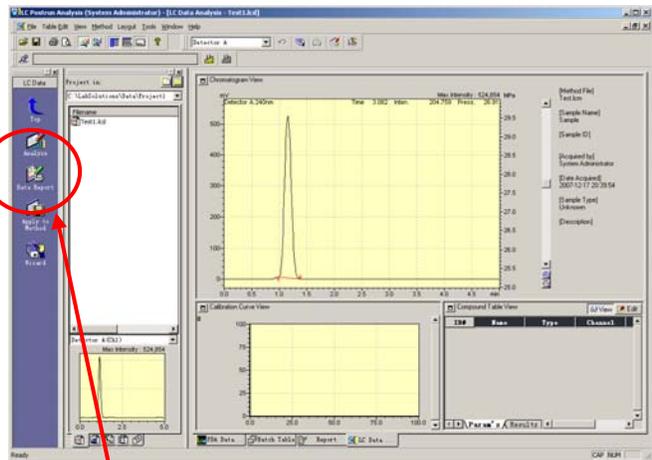
☉ 点击 **Top** 返回上级引导操作栏。



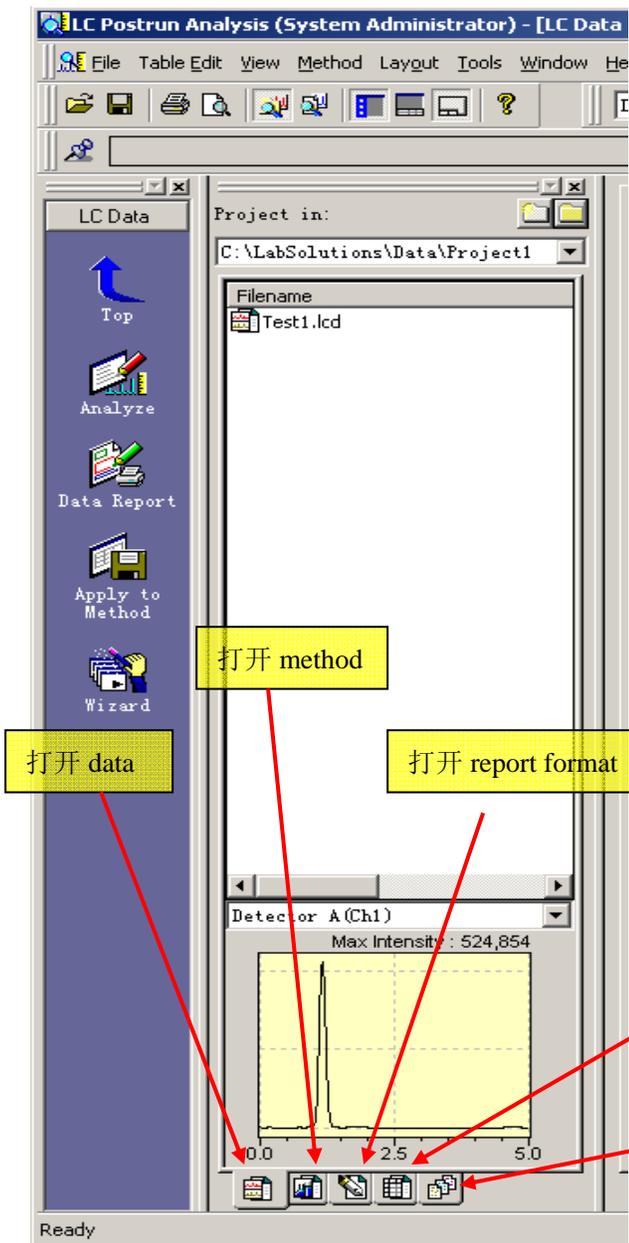


点击 **Post Run Analysis** 进入数据后处理界面:

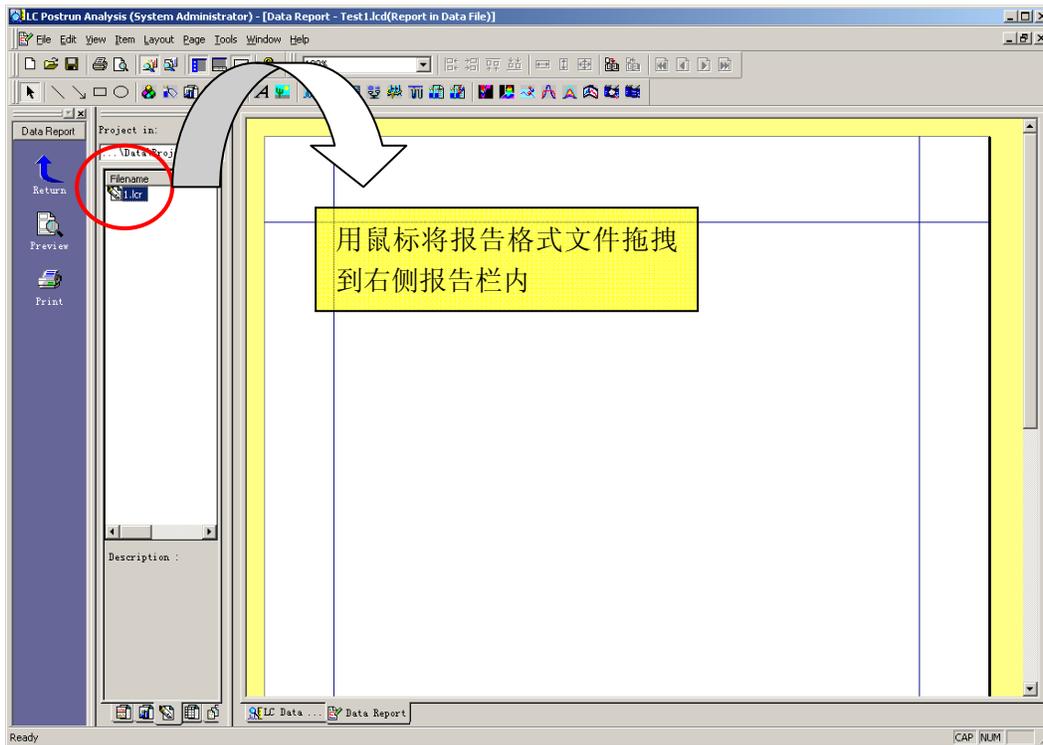




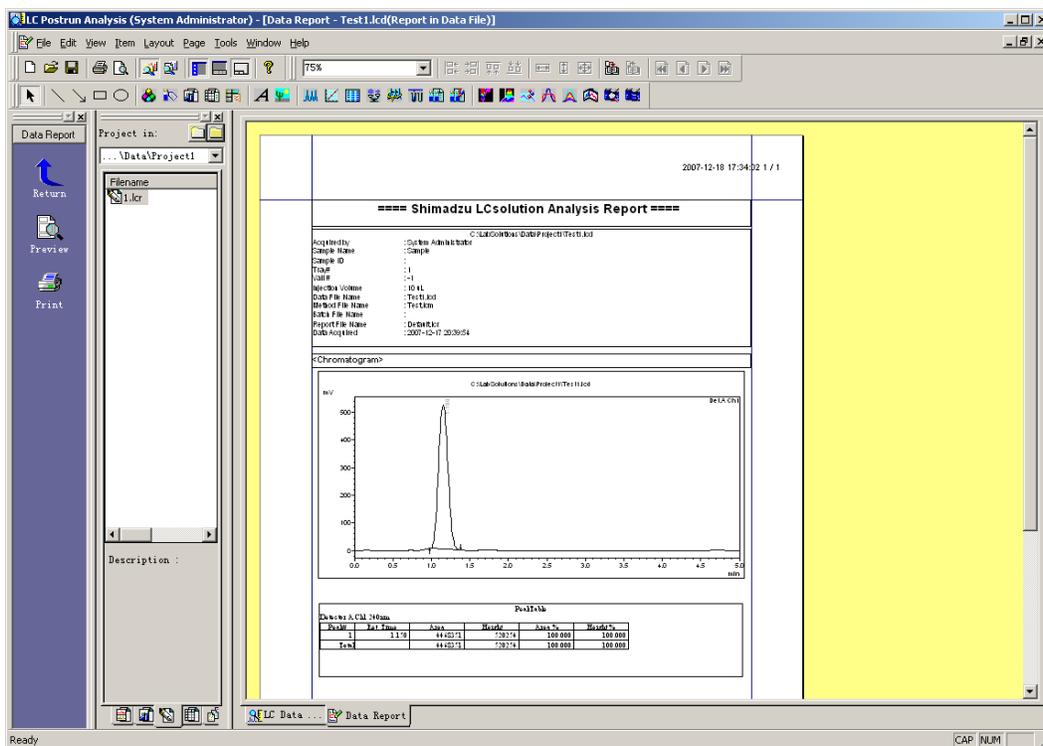
点击 **Data Report** 进入报告界面:



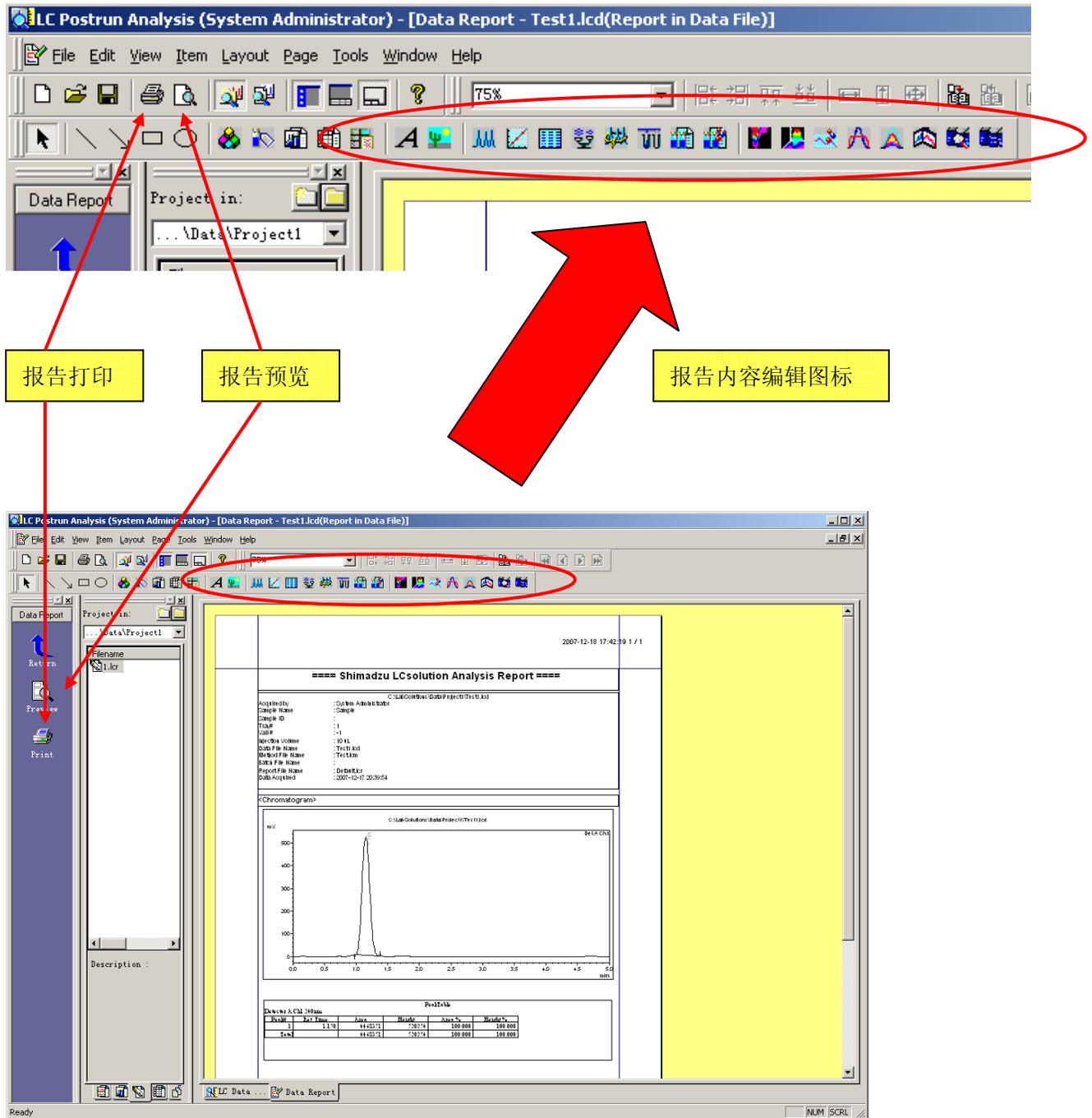
调入报告格式文件



呈现如下效果:

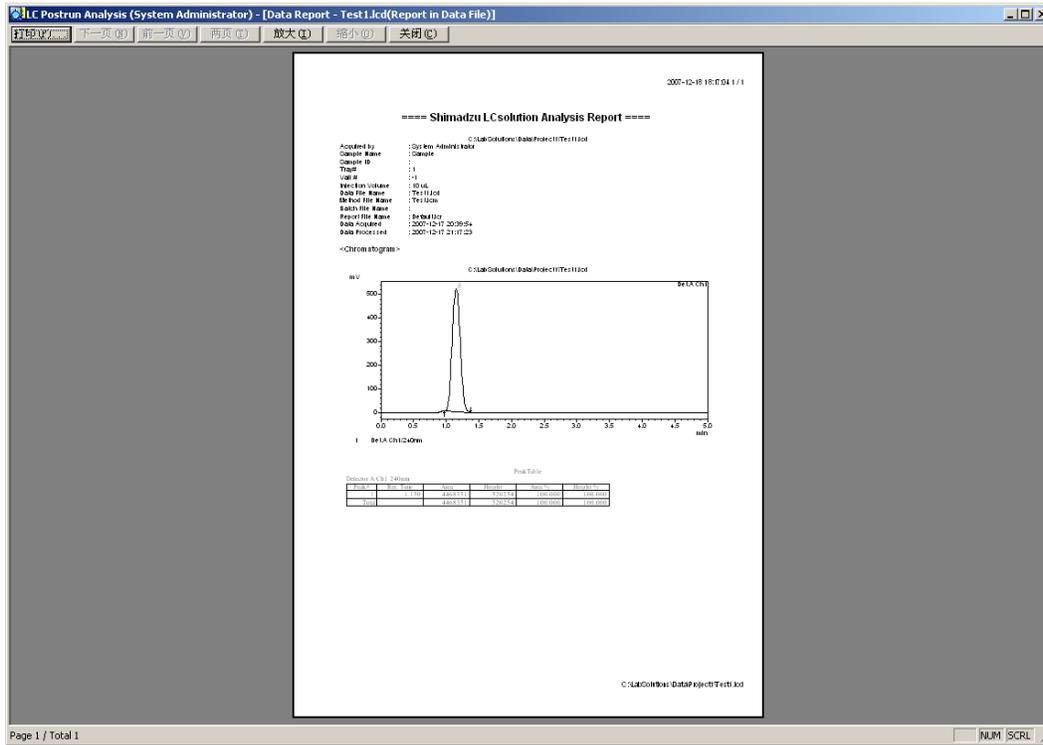


关于报告格式，可以通过内容选择图标（如下图），在报告中确定位置后，添加即可。右键功能很强大，用户可以参考说明书灵活使用。

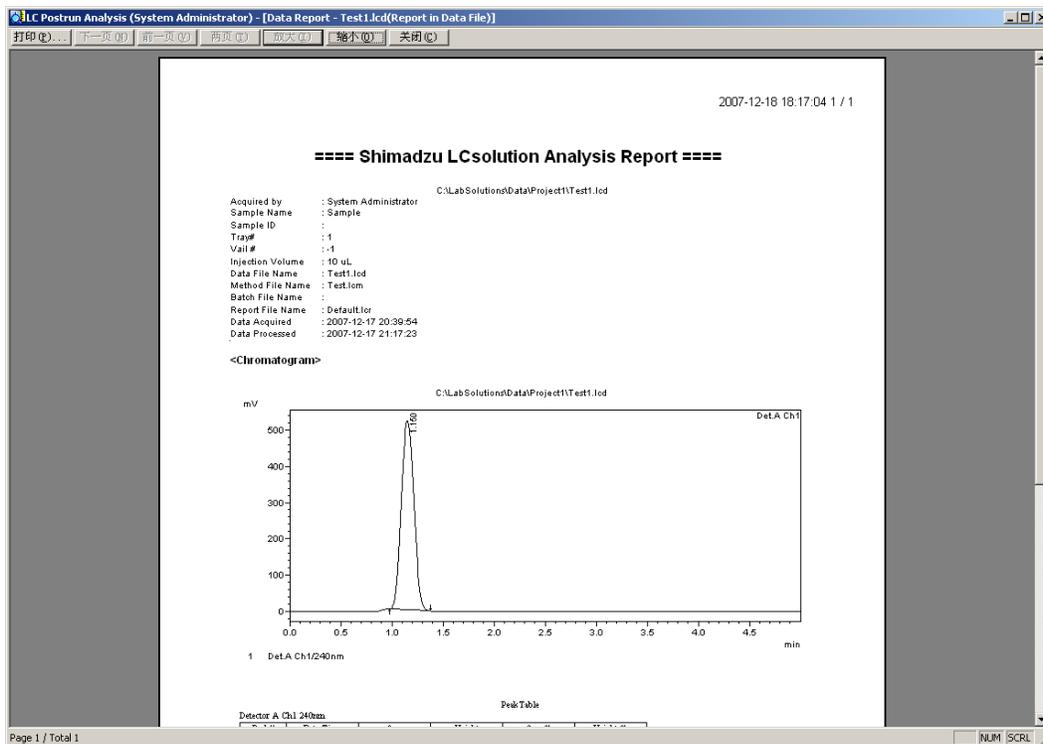


选择快捷图标的打印或预览图标执行报告打印或预览。

下面是预览的效果:



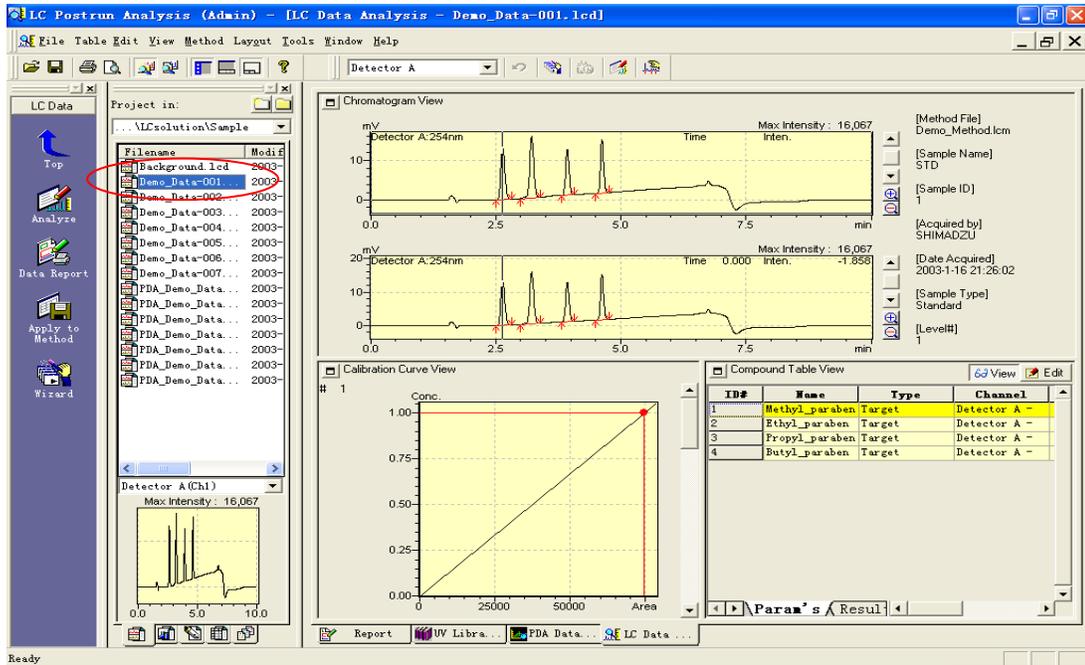
放大后:



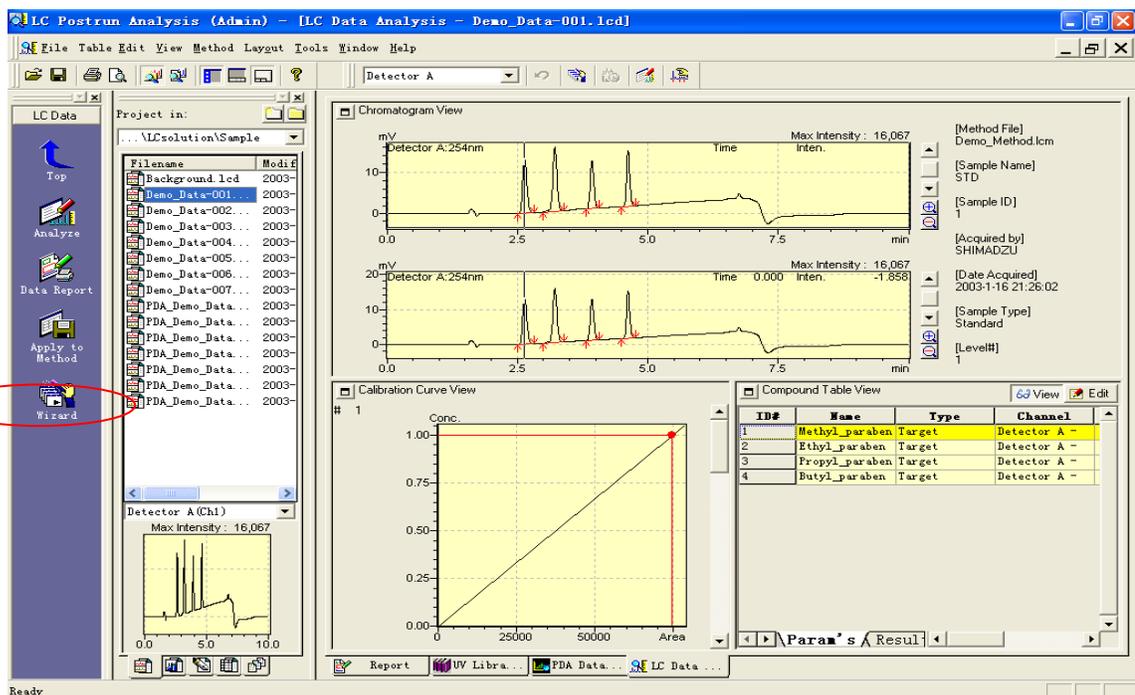
二、LCsolution中样品定量分析, 数据结果处理

1. 外标法

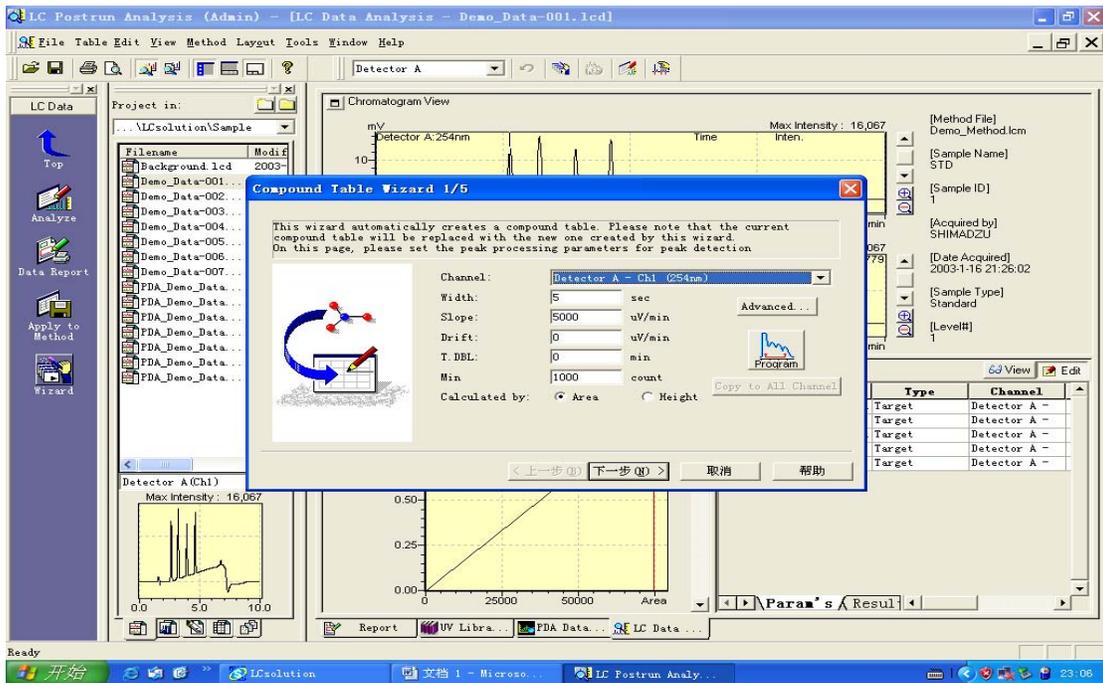
在后处理 **Postrun** 中打开标准品的图谱



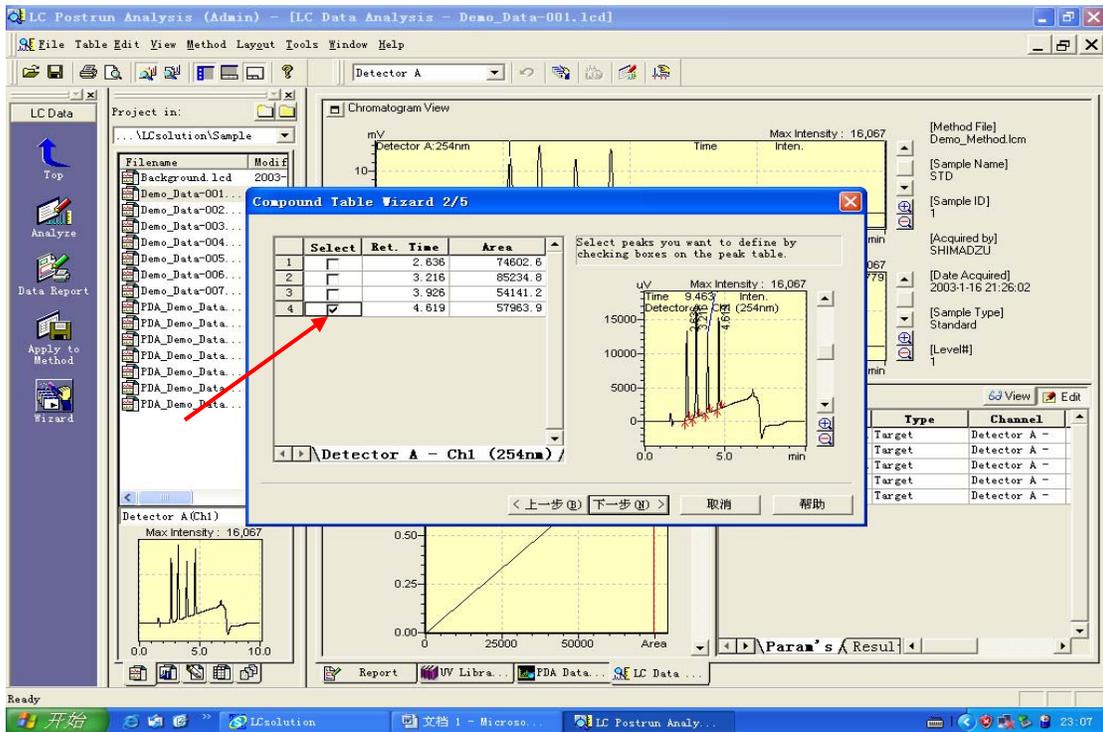
点击 **Wizard**



出现如下窗口，选择好参数后点击下一步

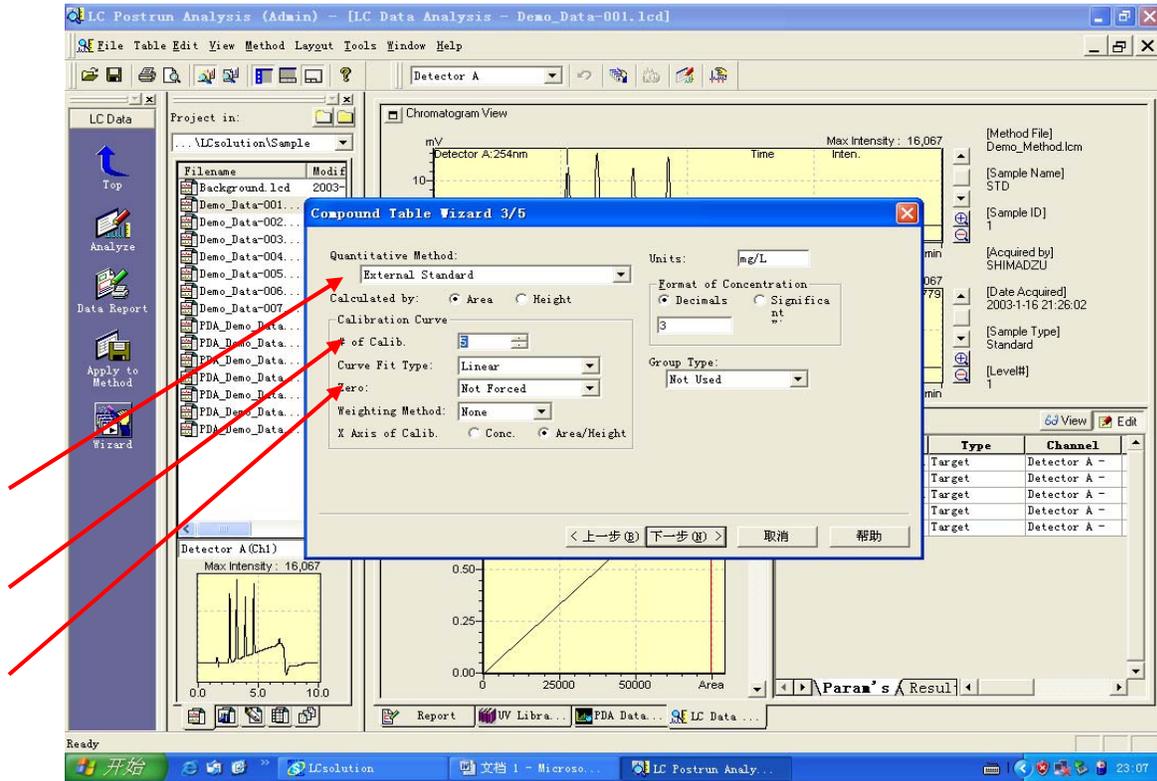


选择要定量的峰后单击下一步

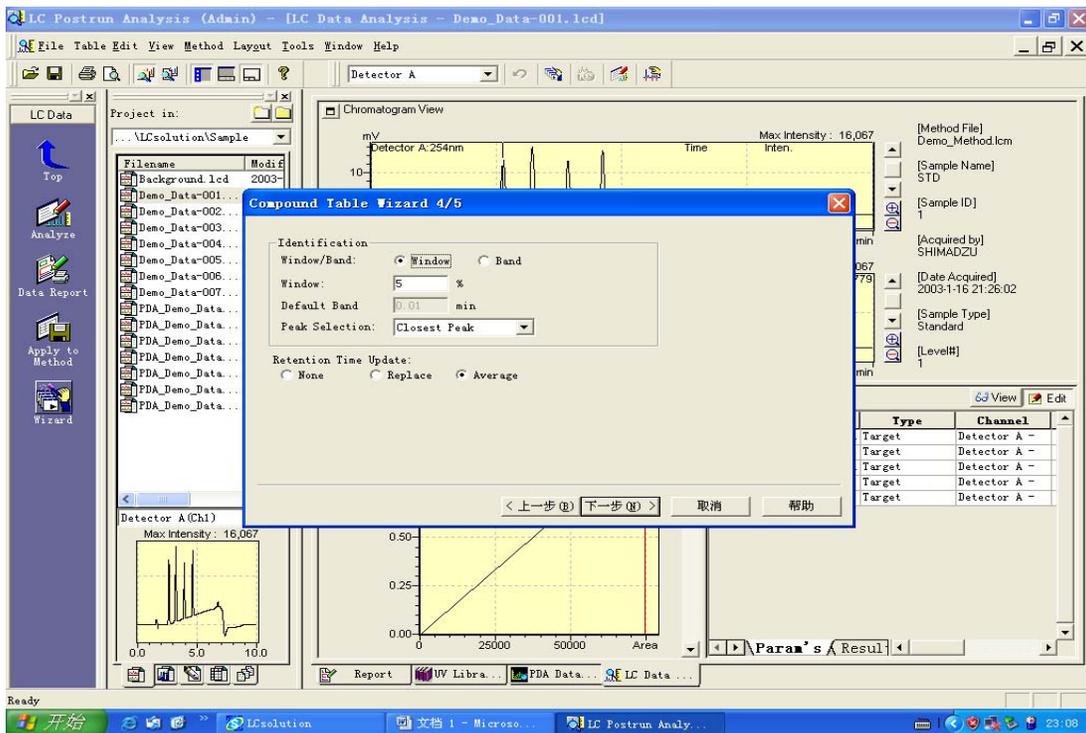


LCsolution 软件基本操作

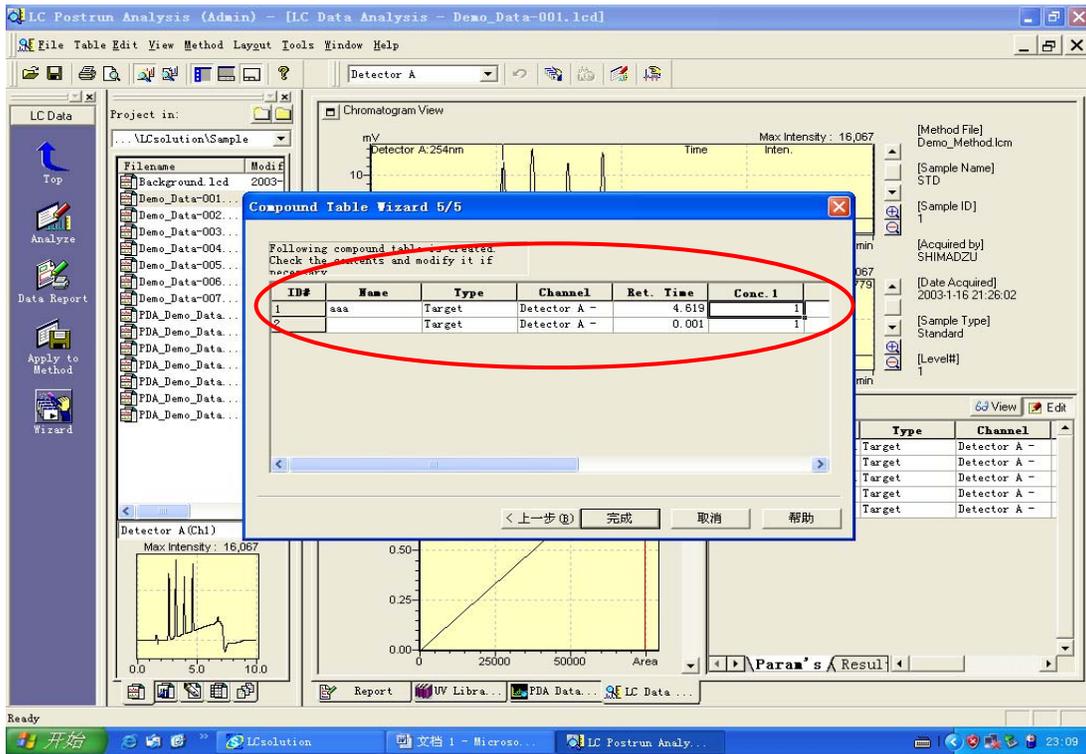
选择定量方法(外标法)及校正的水平数, 校正曲线的种类(直线)等参数, 单击下一步



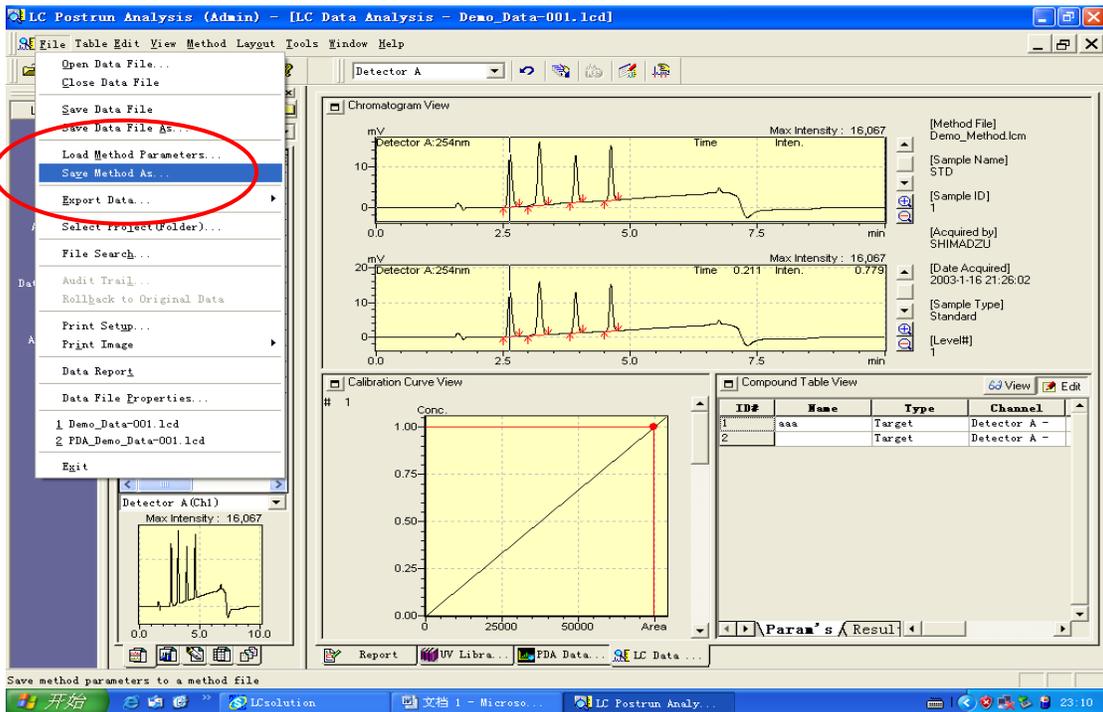
设定峰的鉴定方法后单击下一步

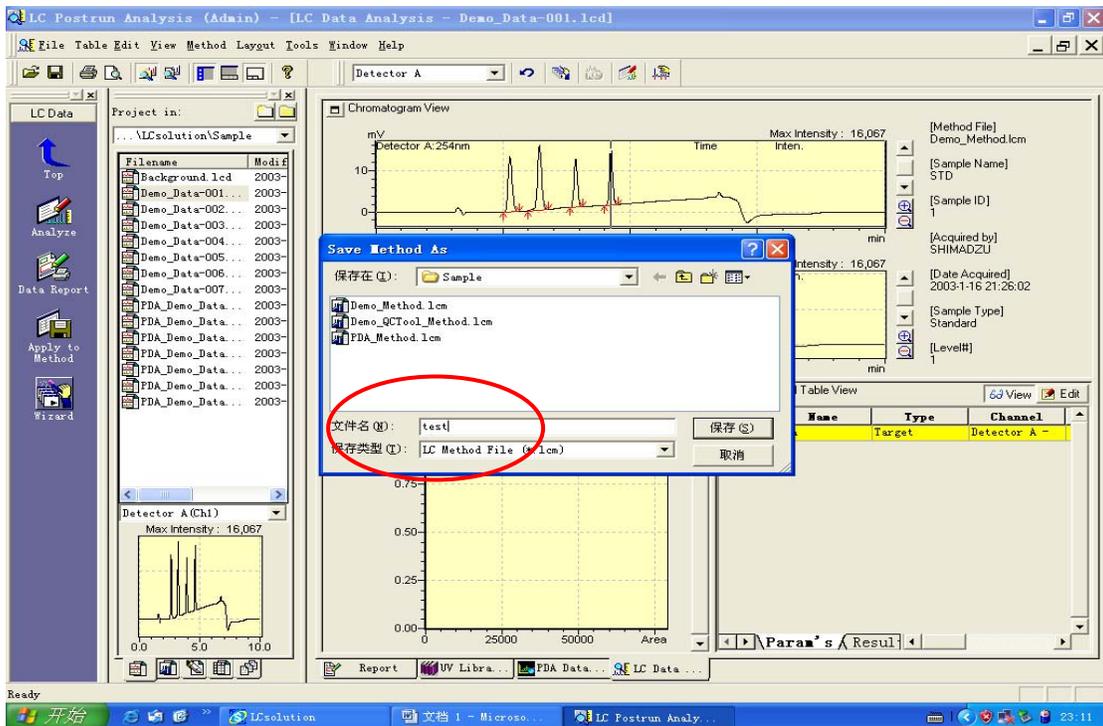
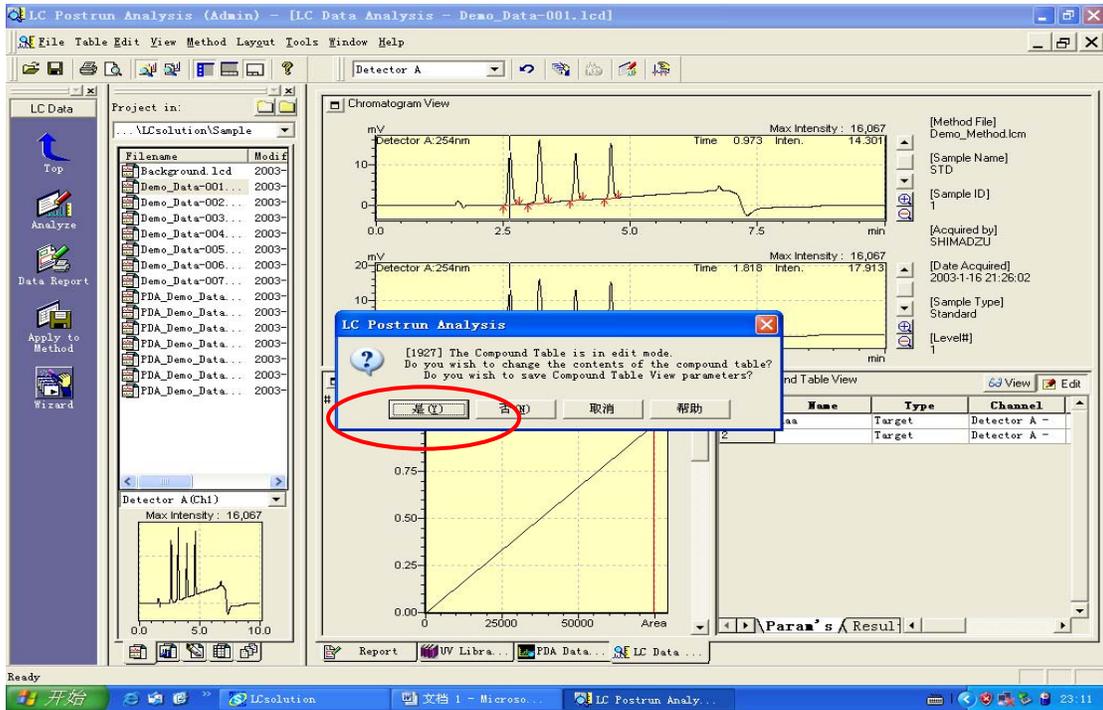


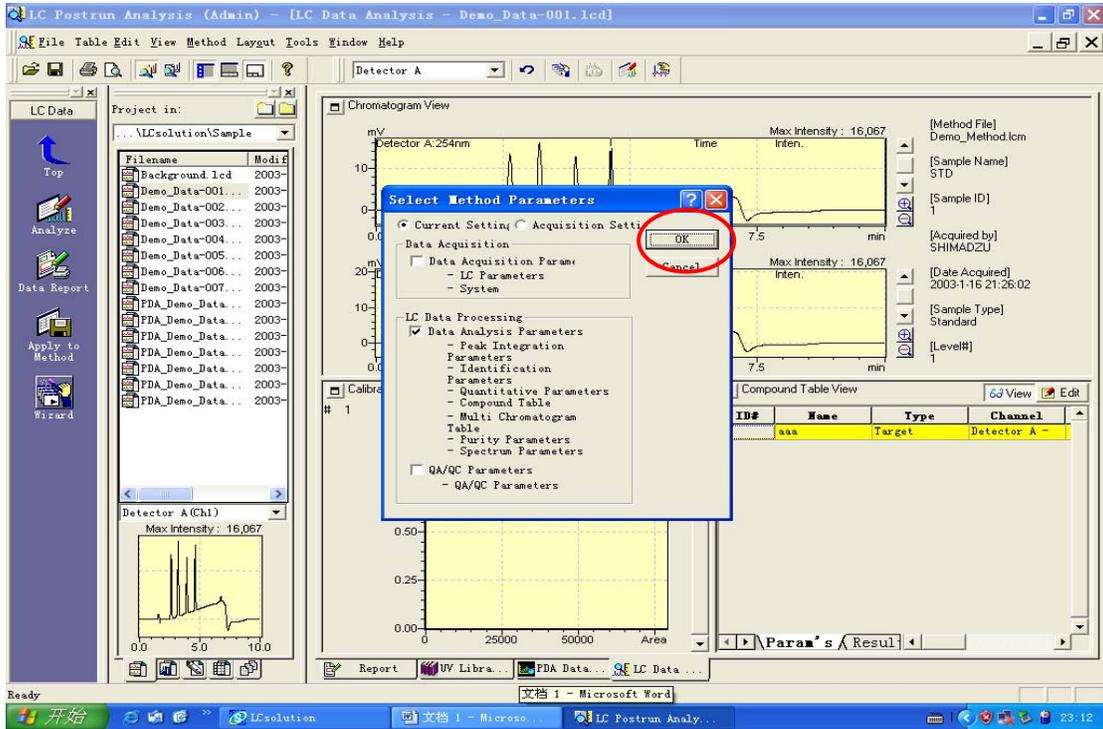
给要定量的物质峰命名，及输入各水平的浓度值，单击完成



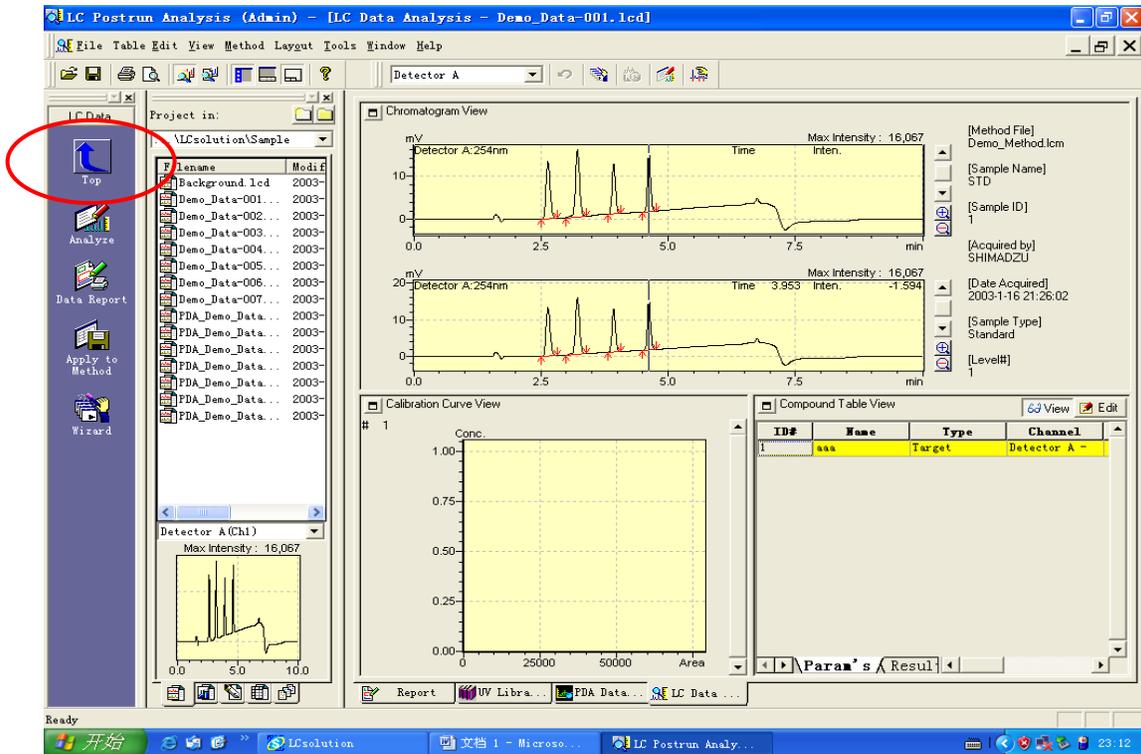
单击 **File** → **Save Method As**，另存方法为 test.lcm



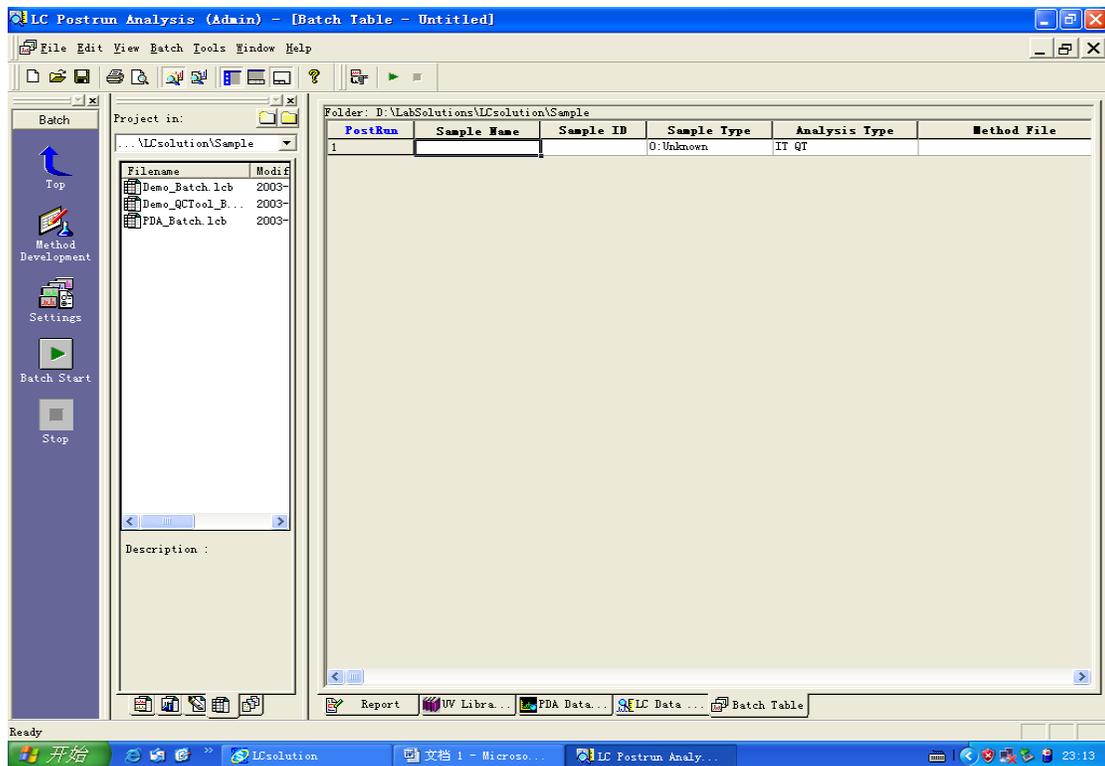
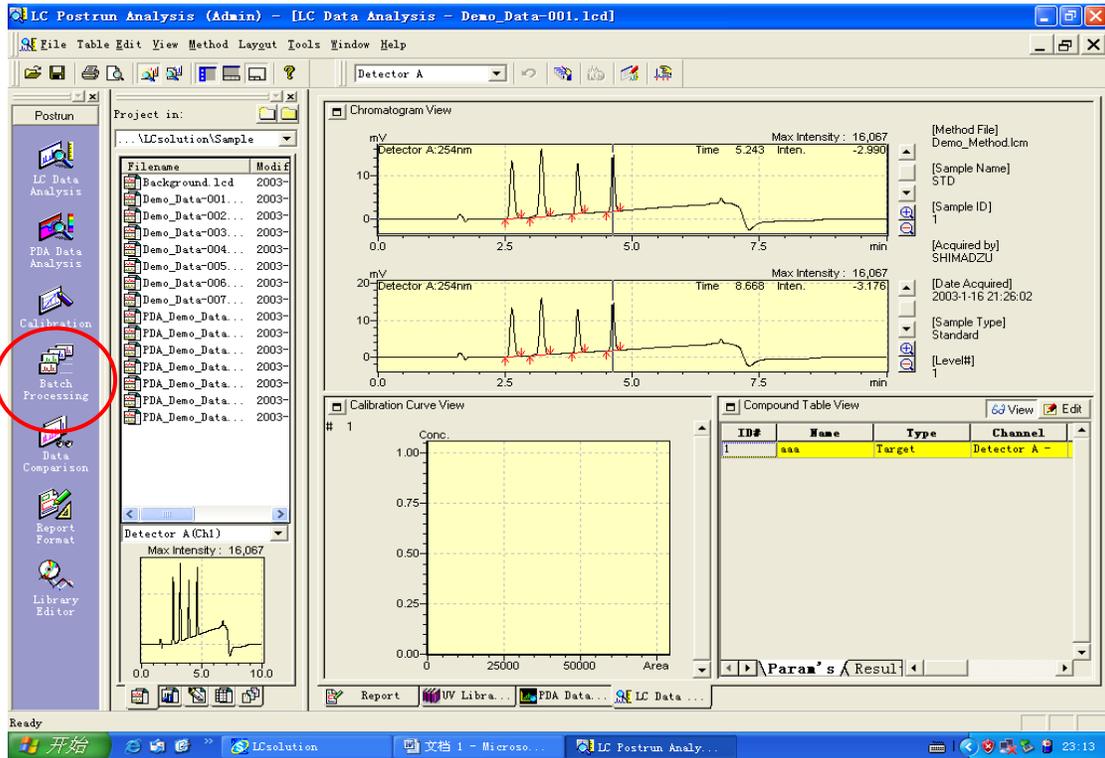




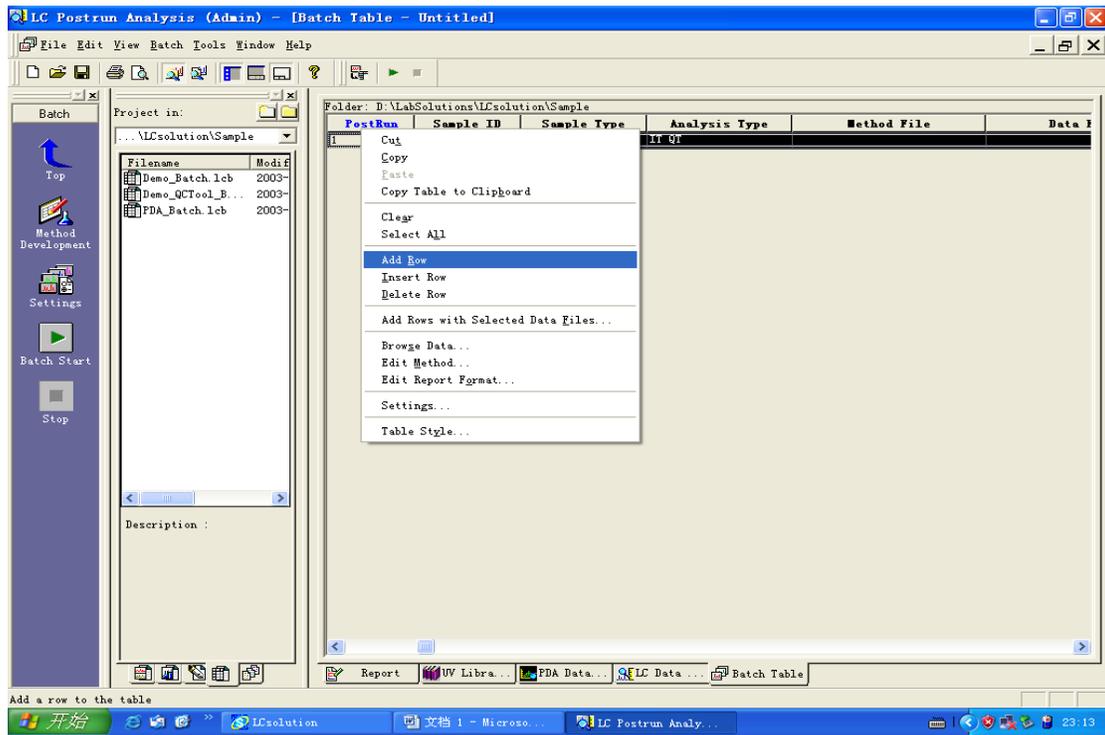
点击 **Top**



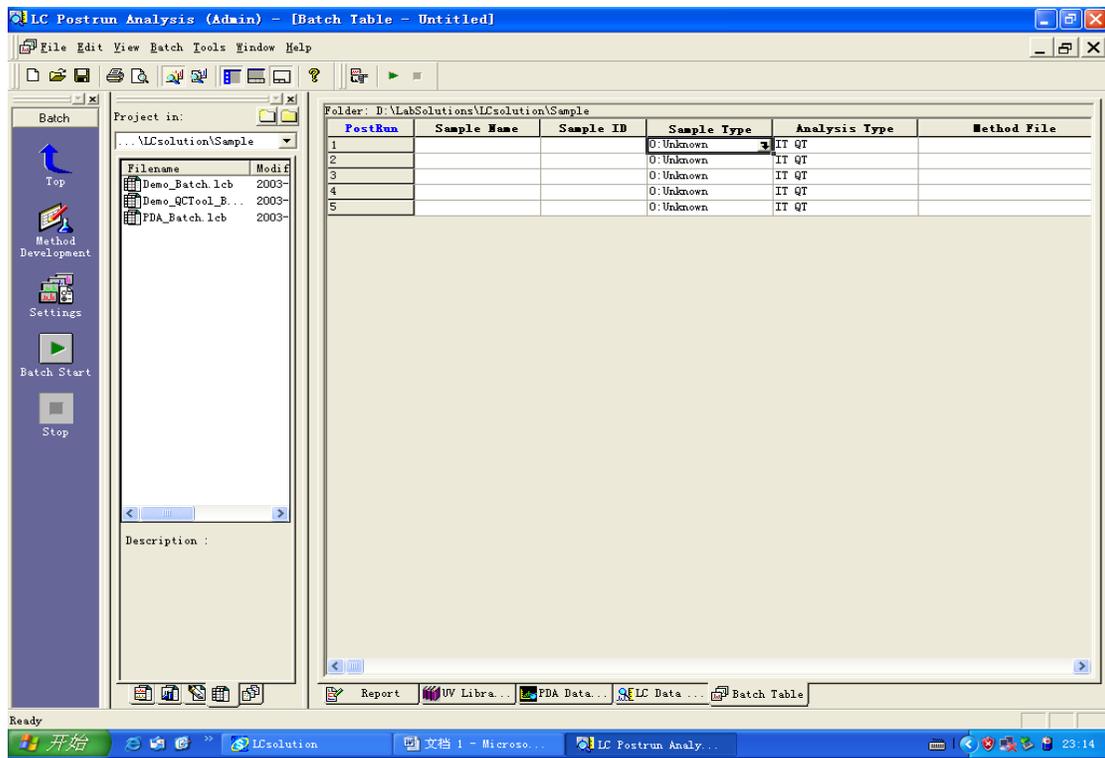
点击 **Batch Processing**



选中第一行，按右键增加五行

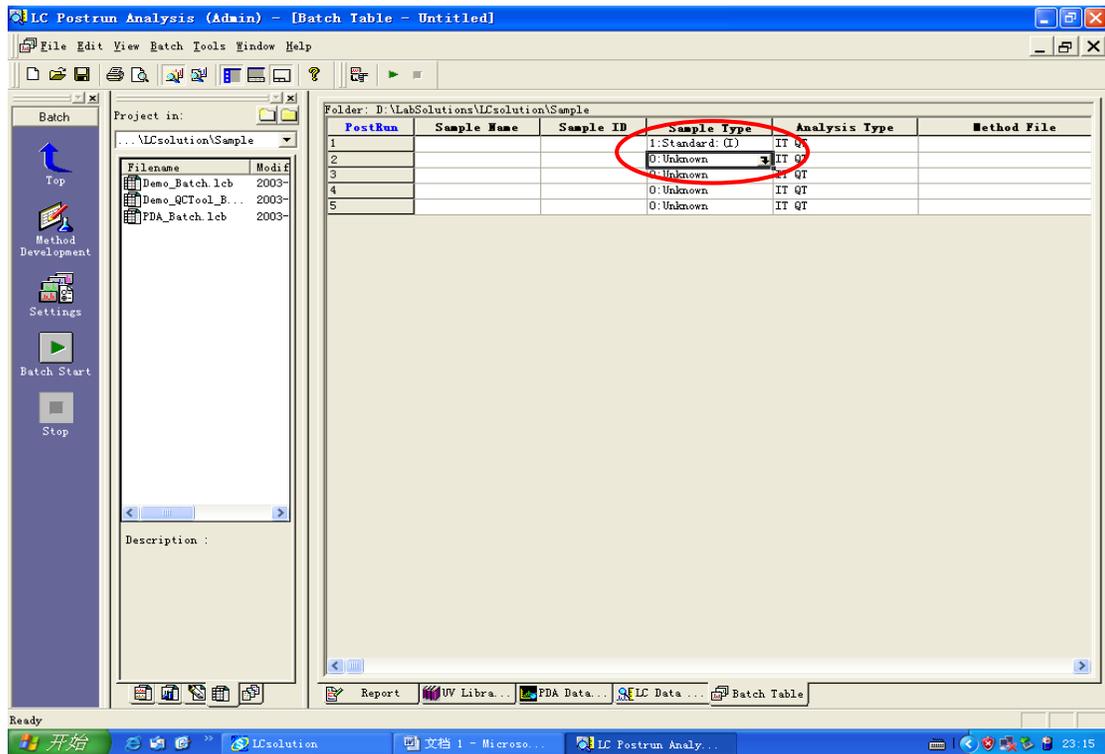
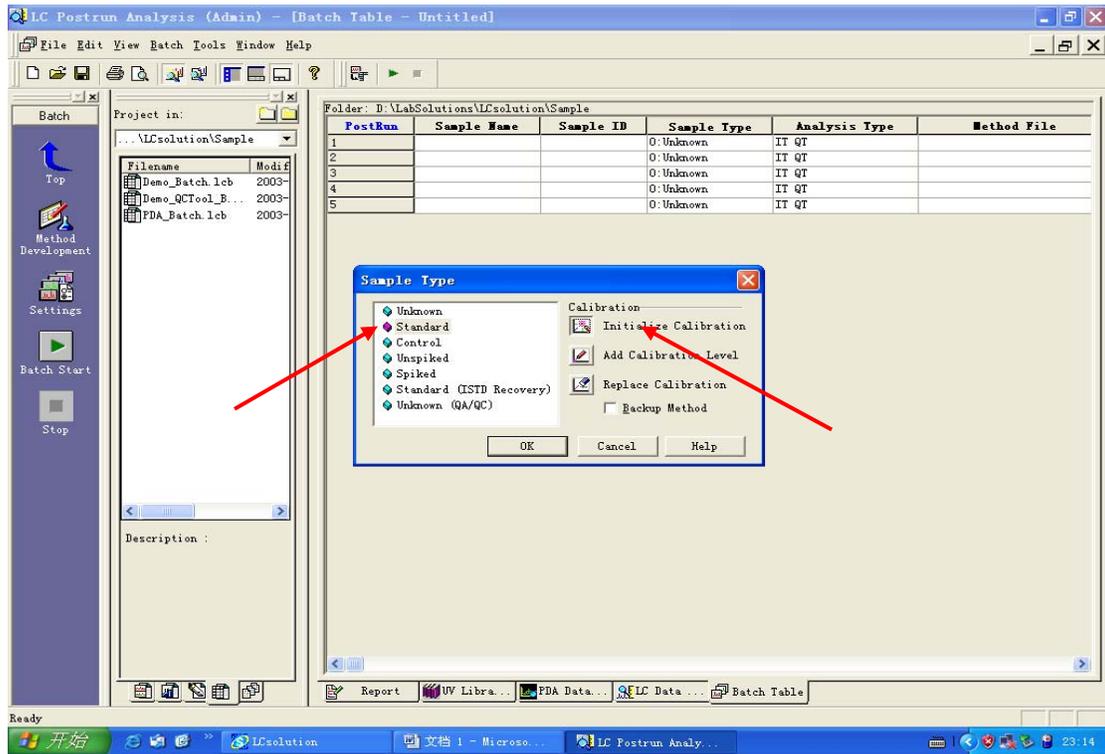


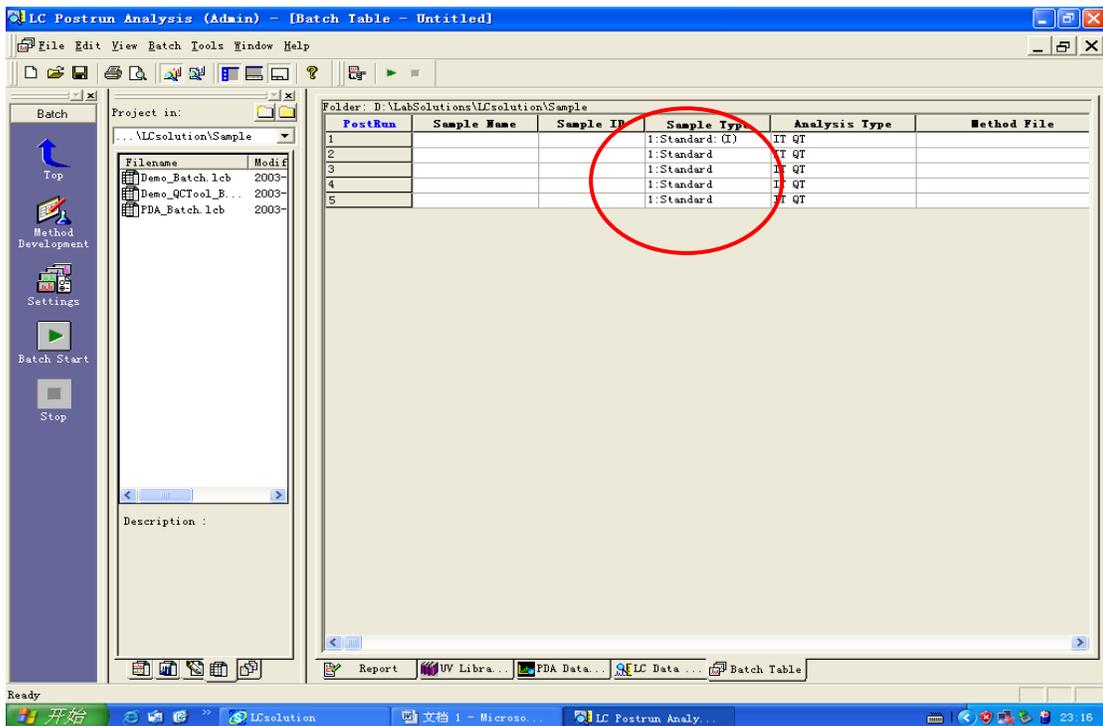
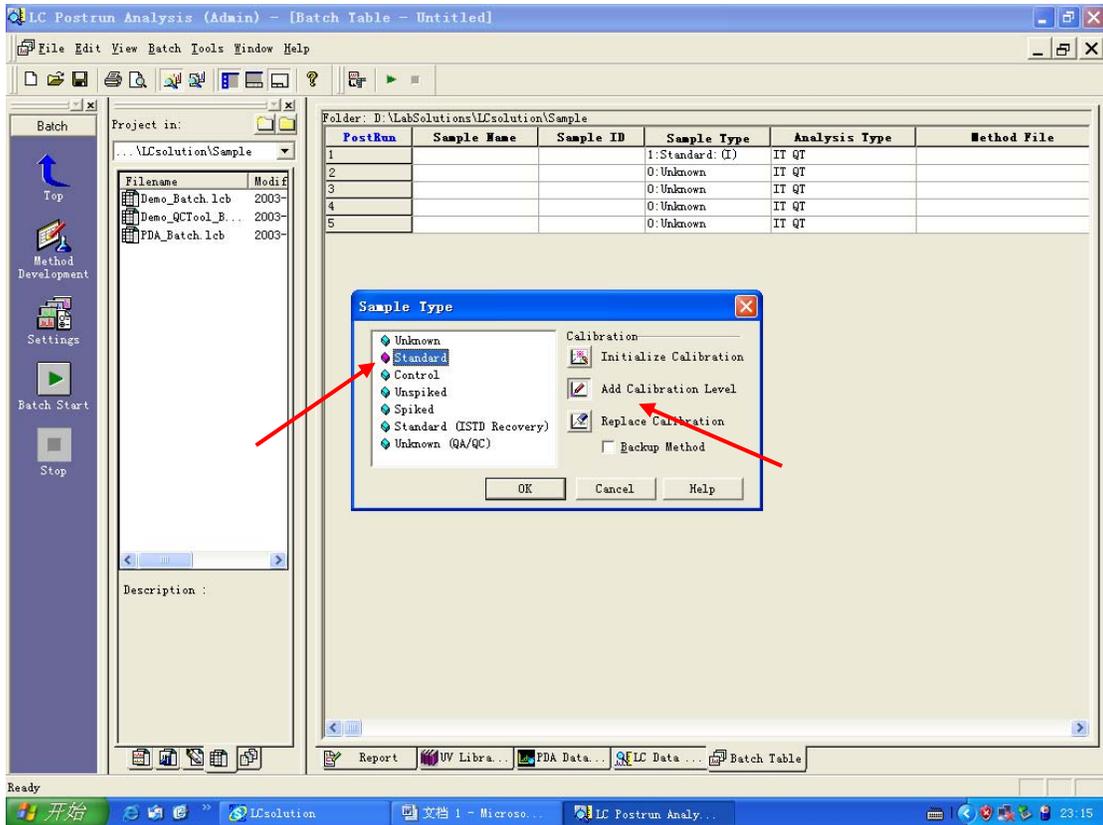
点击 **Sample Type**



LCsolution 软件基本操作

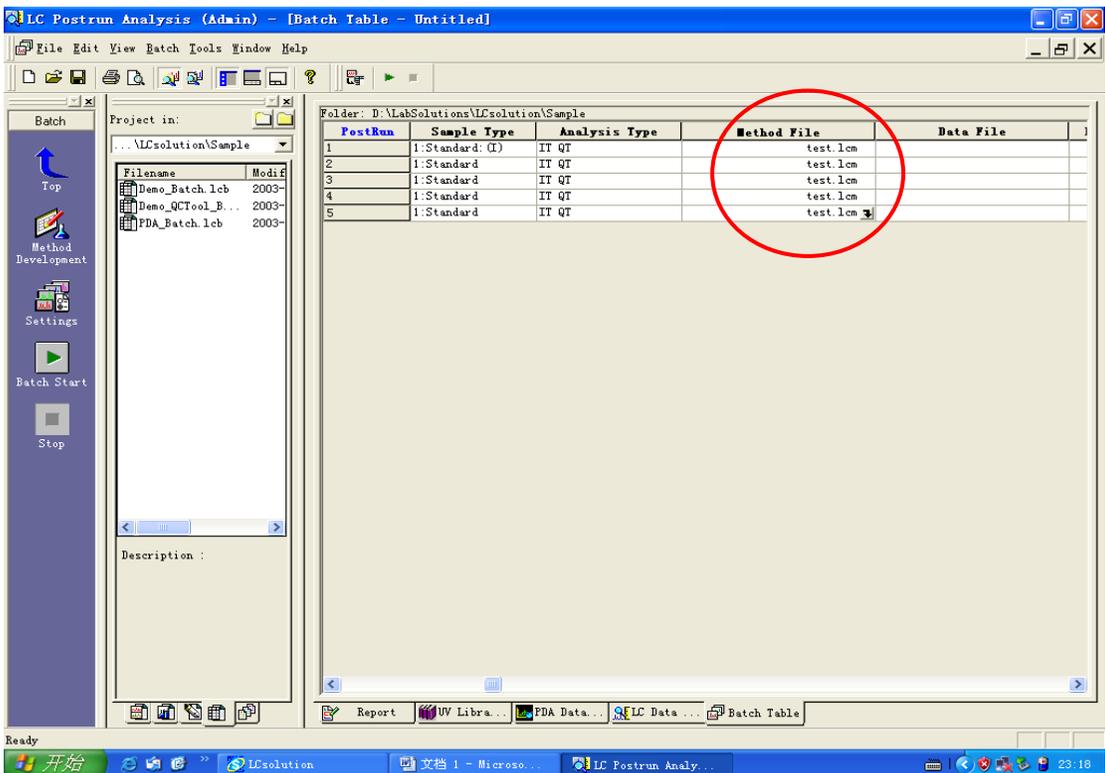
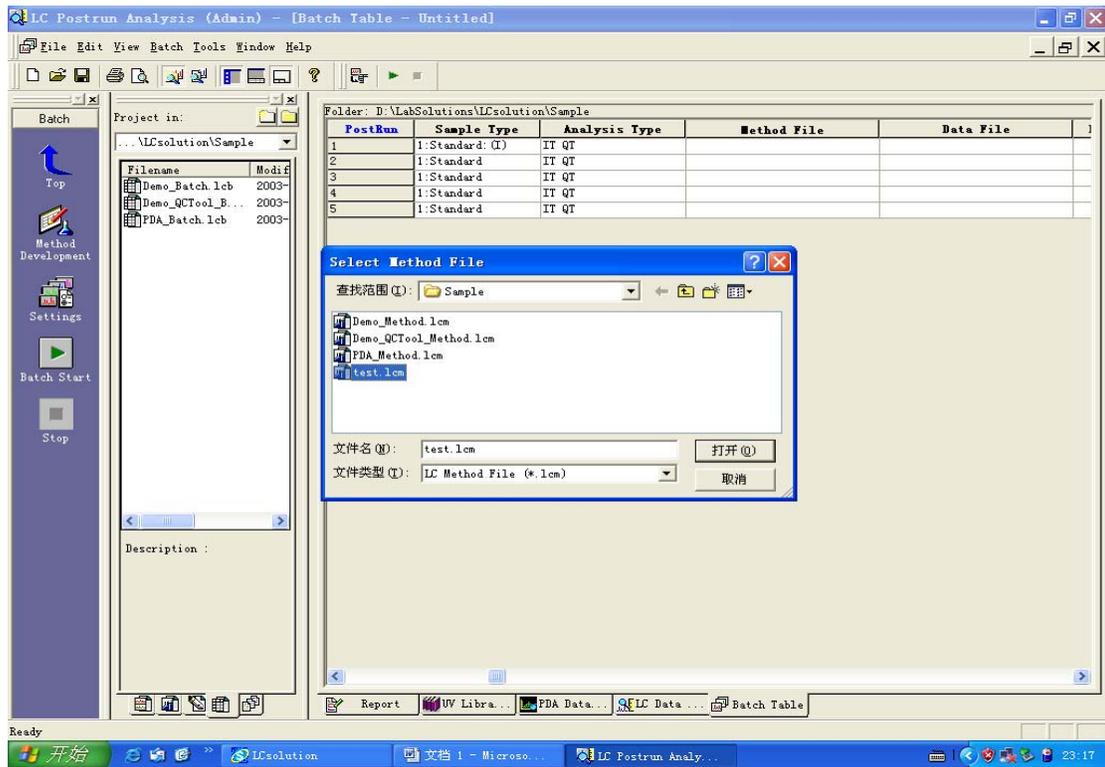
更改样品类型



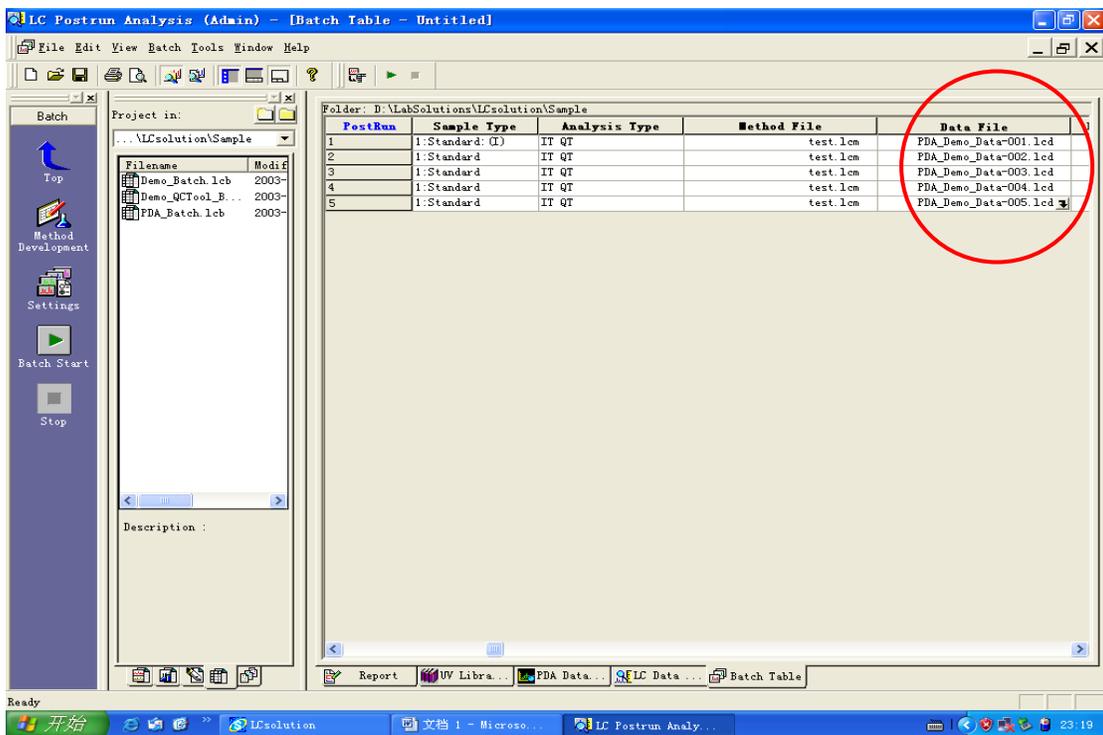
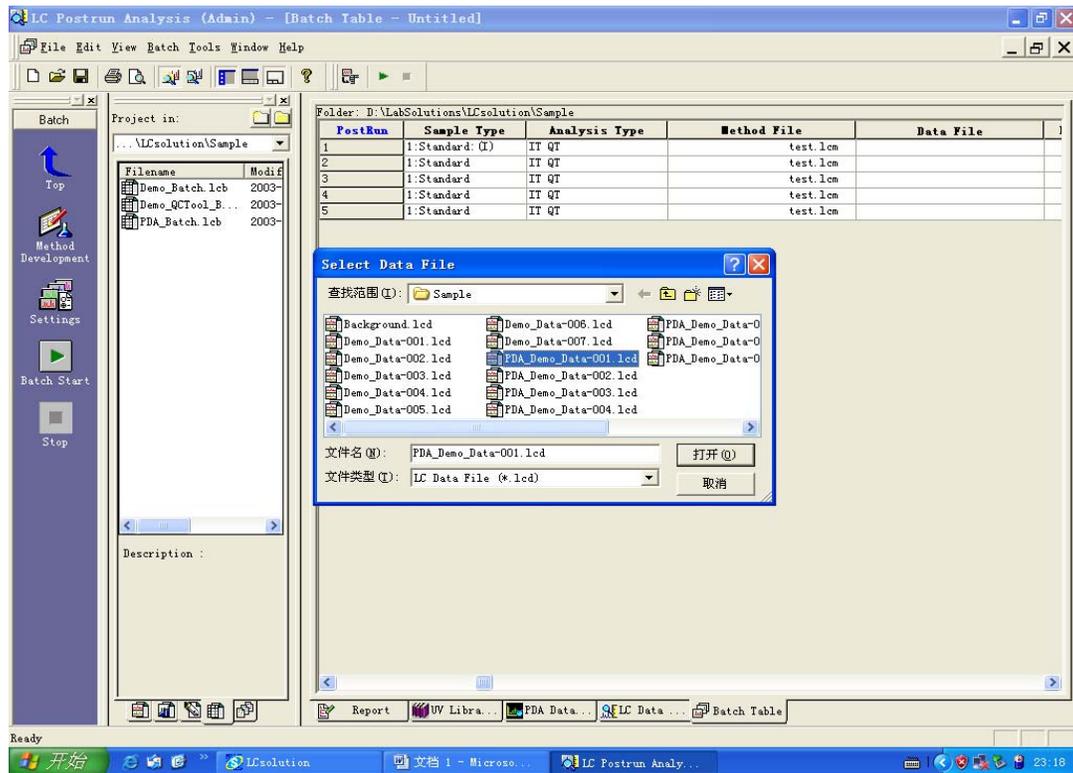


LCsolution 软件基本操作

选择方法文件

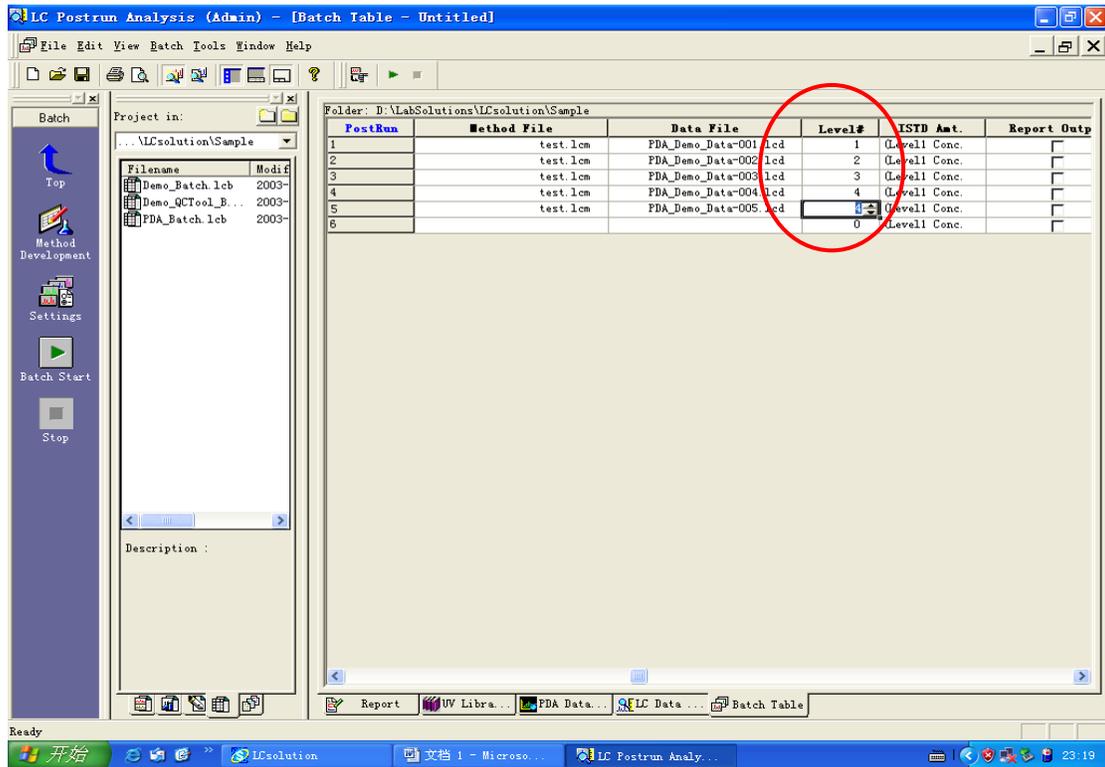


选择数据文件

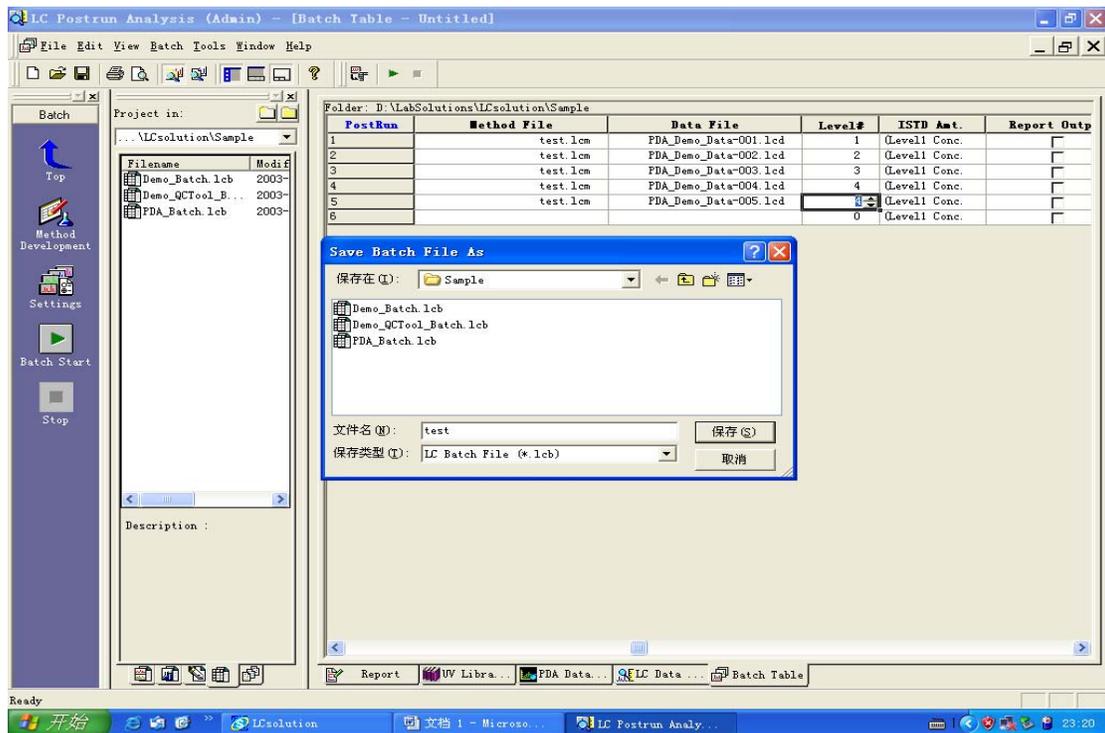


LCsolution 软件基本操作

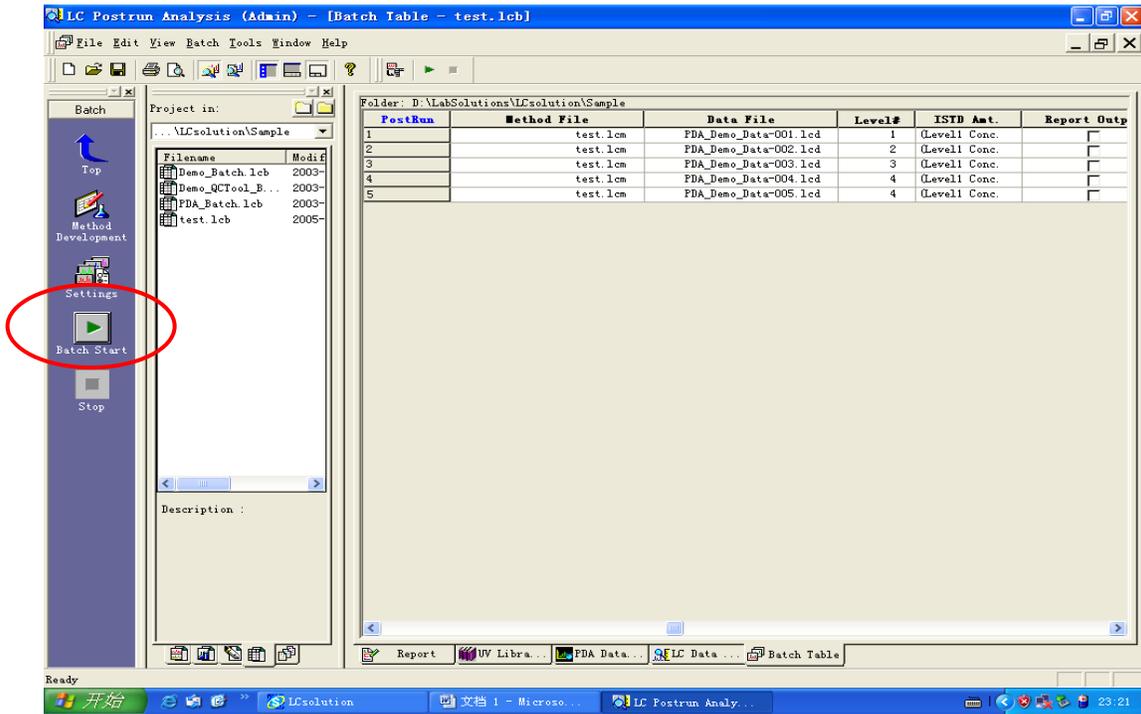
定义水平数



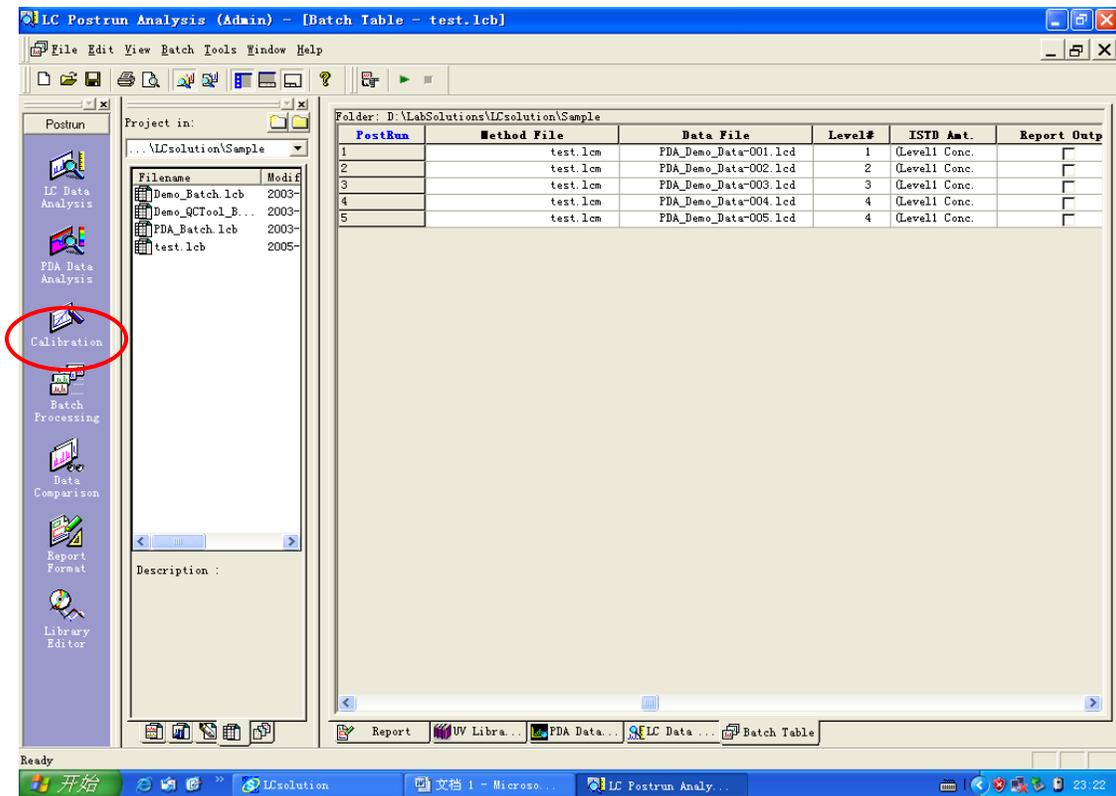
将 Batch 表另存为批处理文件 ***.lcb



点击 **Batch Start** 开始校正

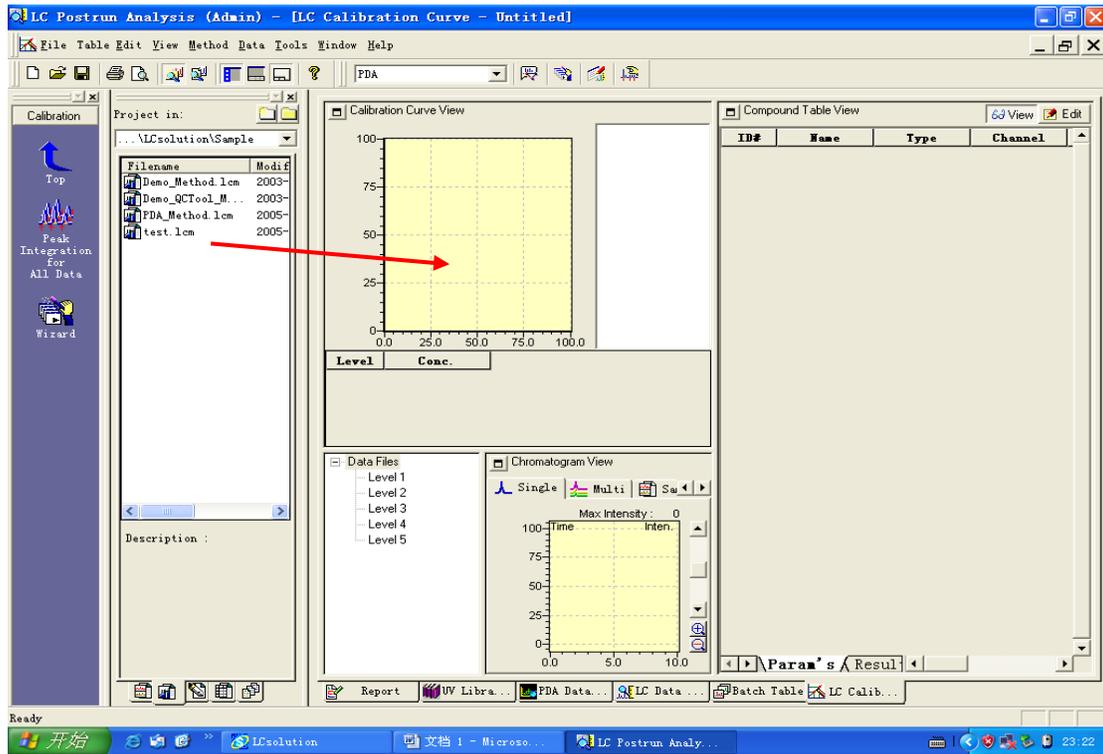


计算完毕后按 Top, 再按 Calibration

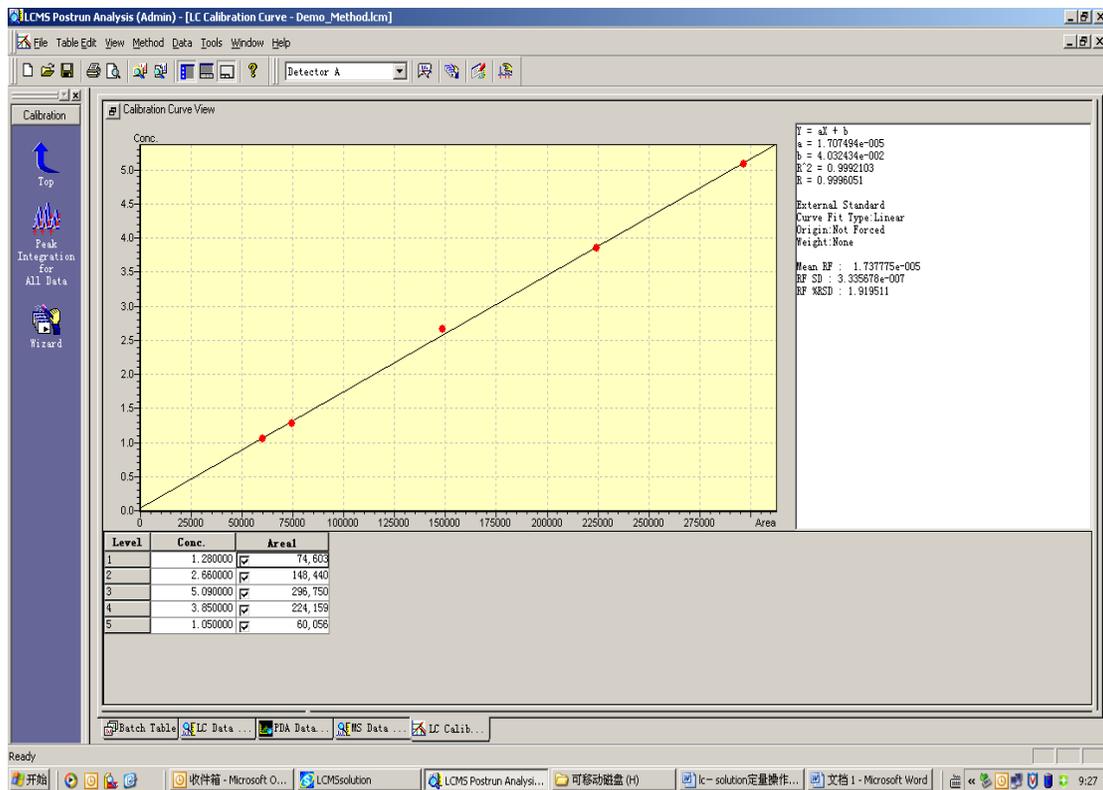


LCsolution 软件基本操作

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

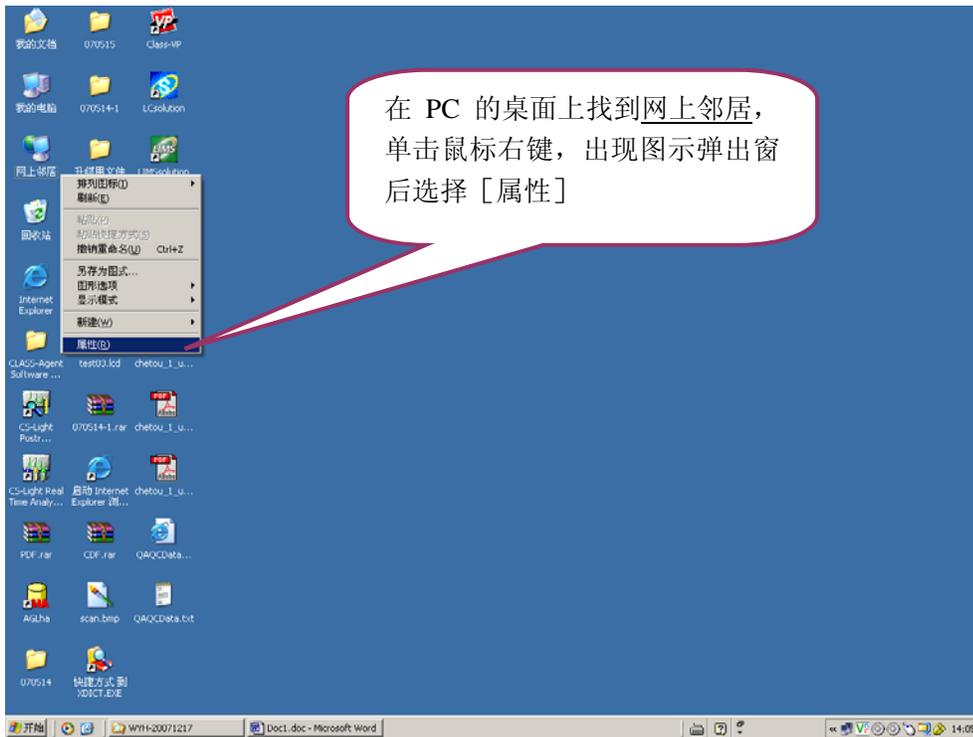
鼠标双击此处

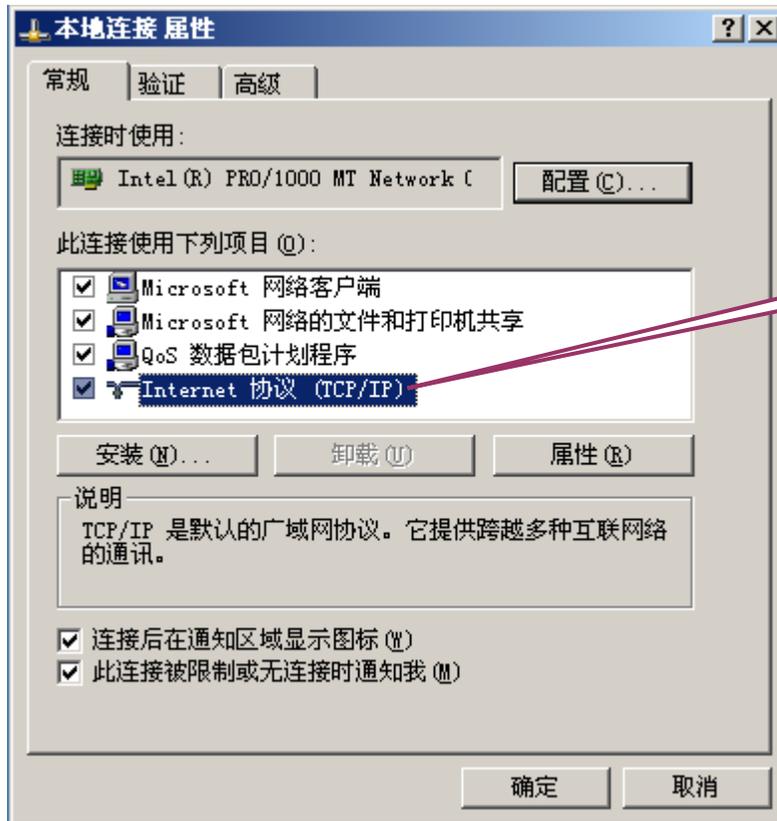
可自定义仪器名称

选择 System Controller 单元的类型

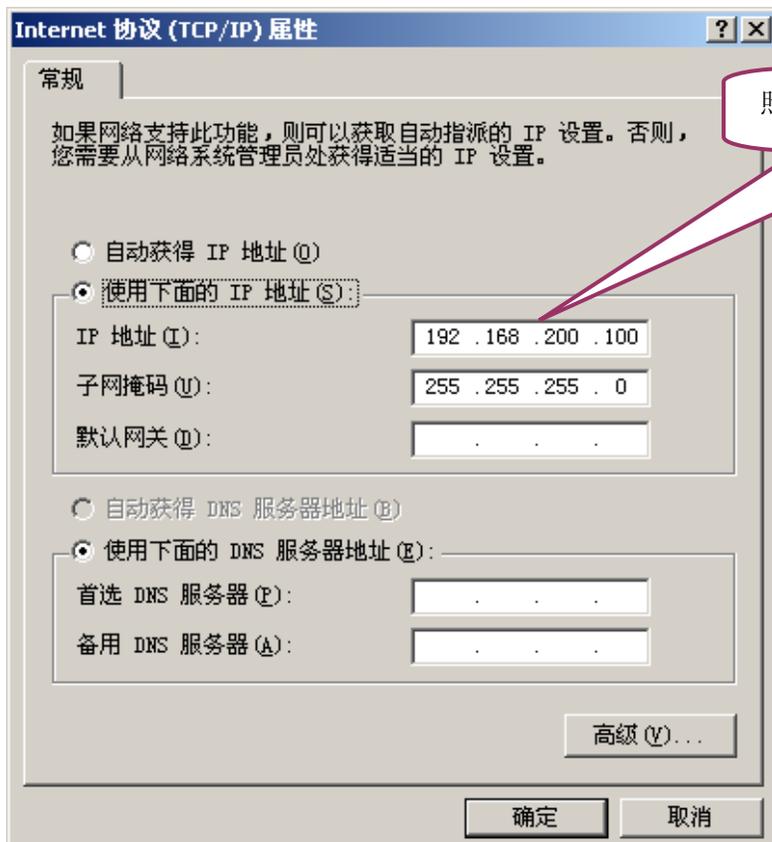
选择通信方式

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

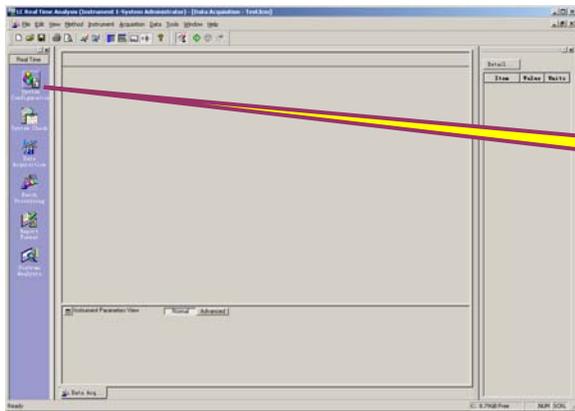




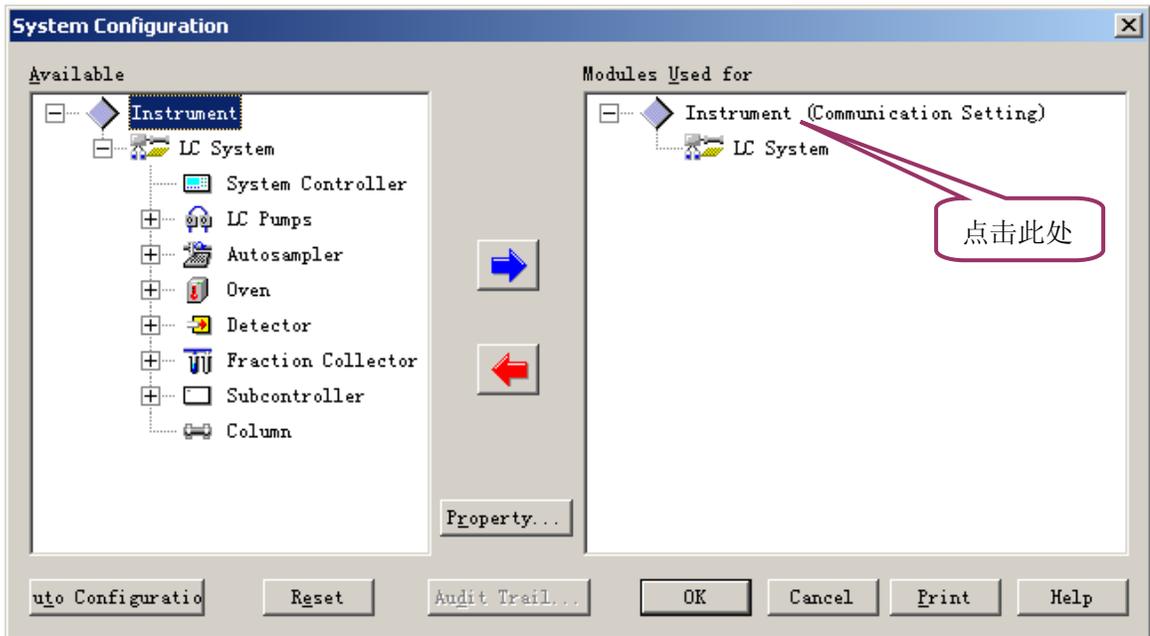
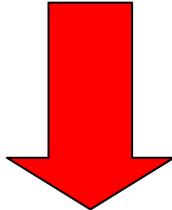
用鼠标双击此处



照此设定 IP 地址和子网掩码



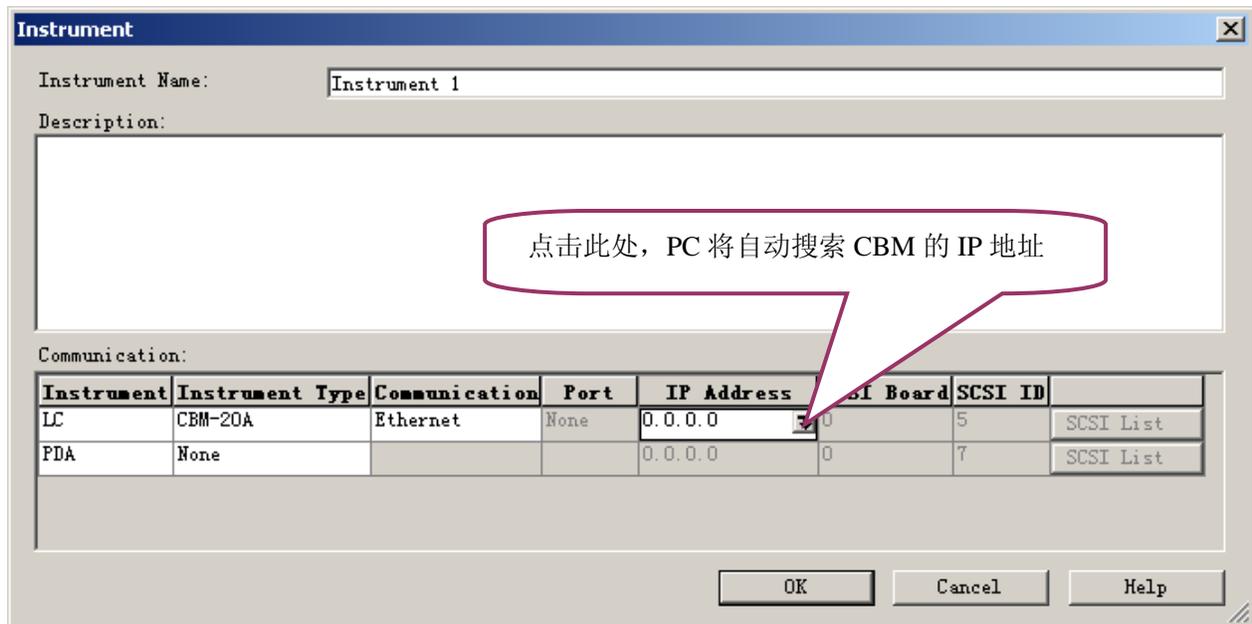
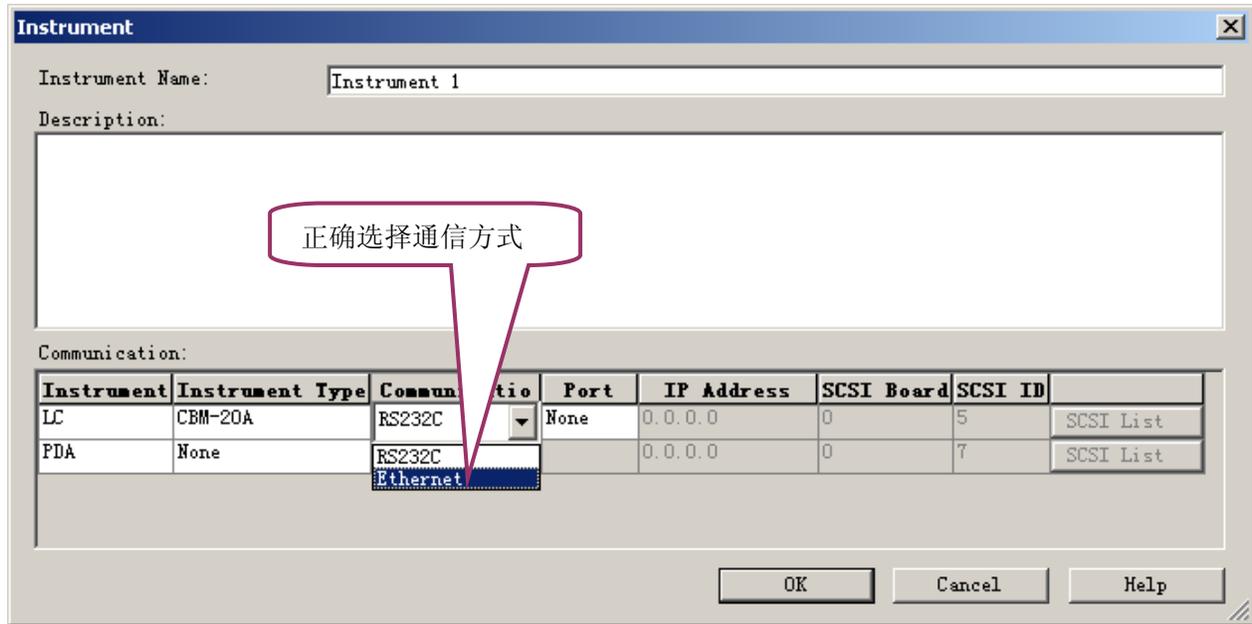
点击 [System Configuration]

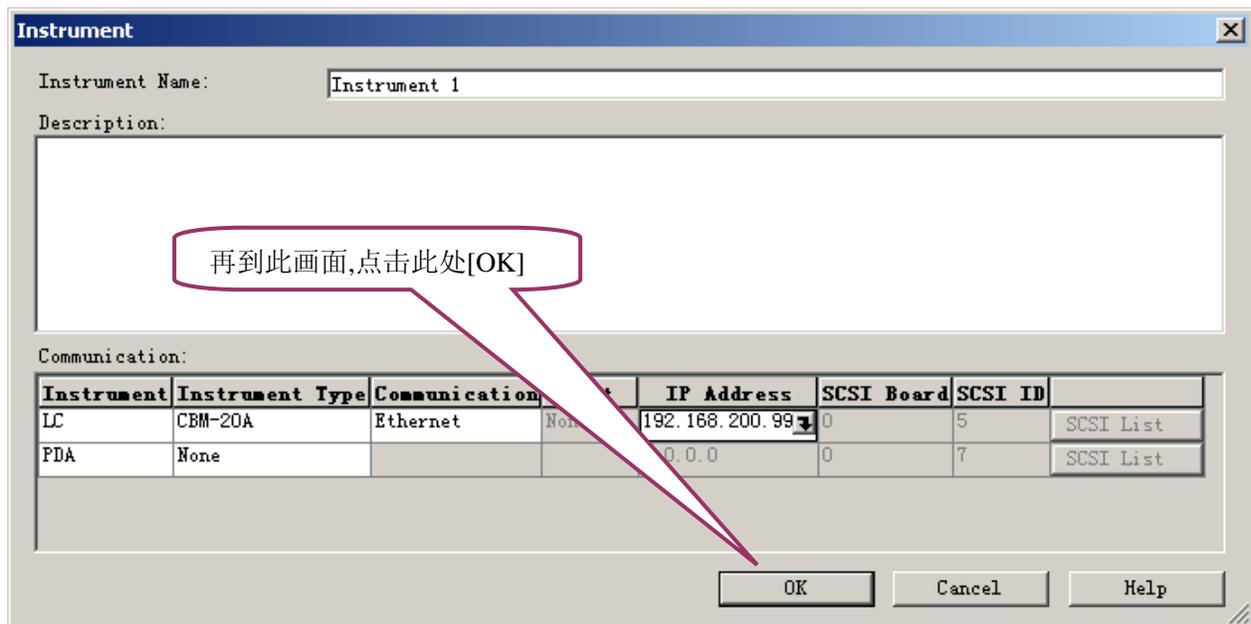
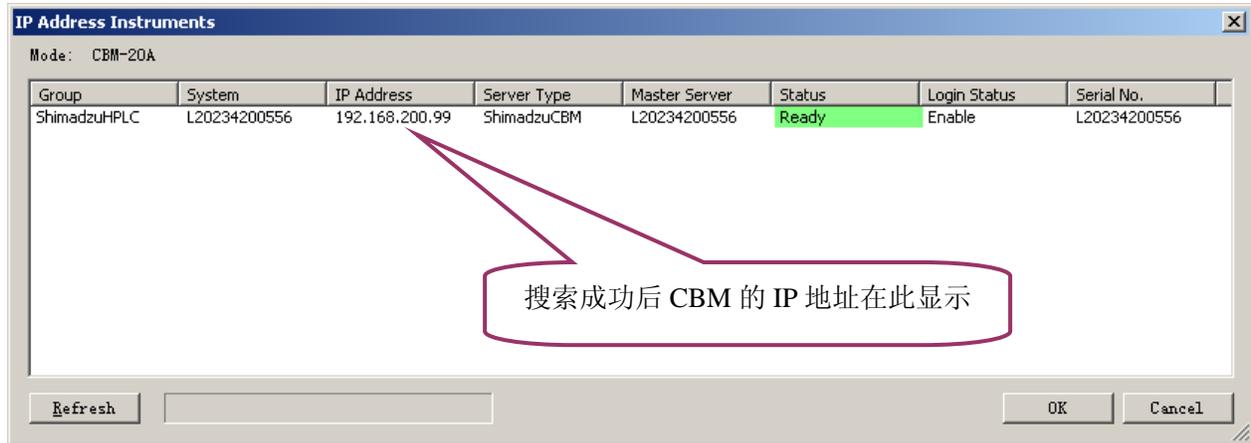


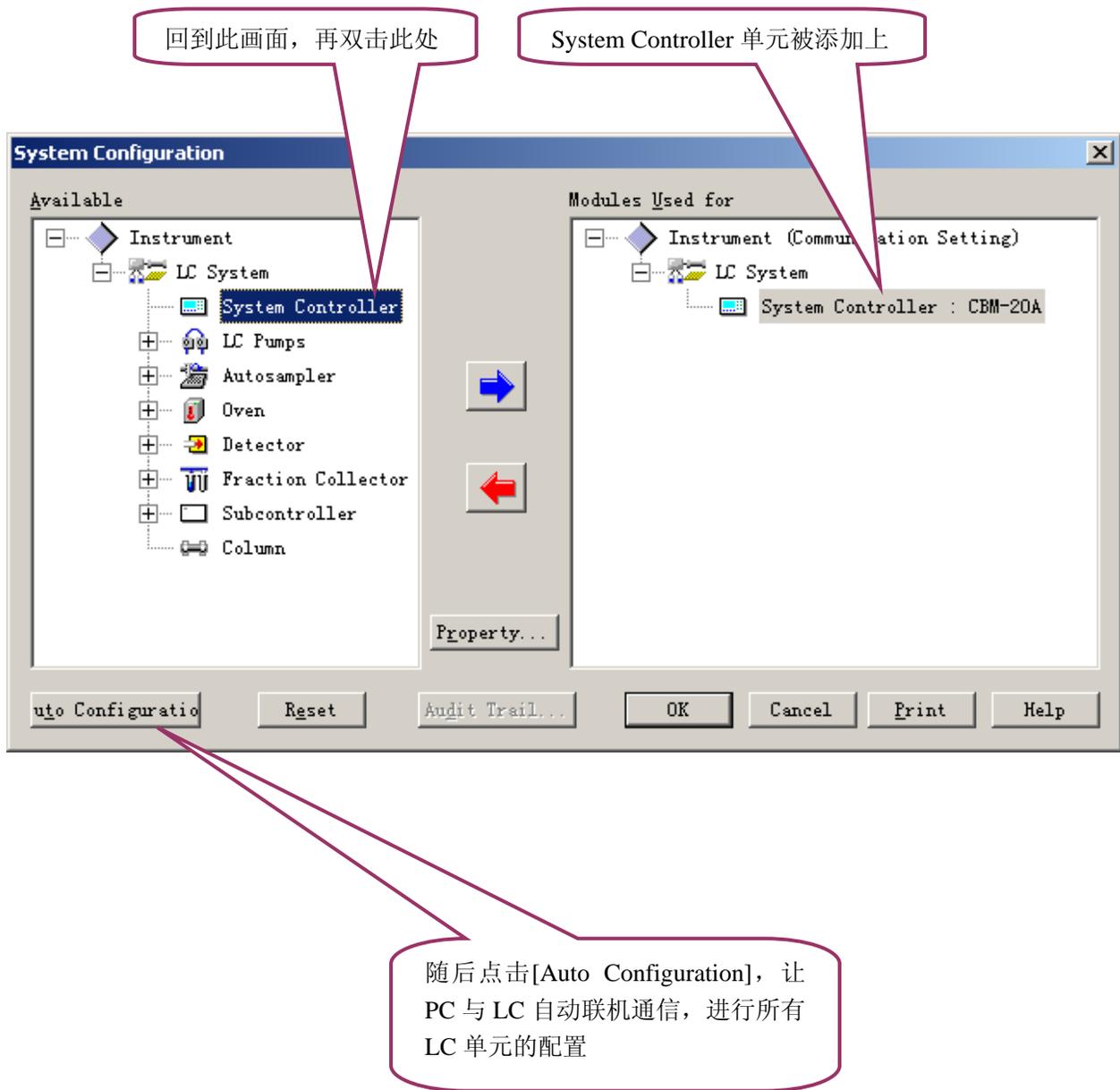
点击此处

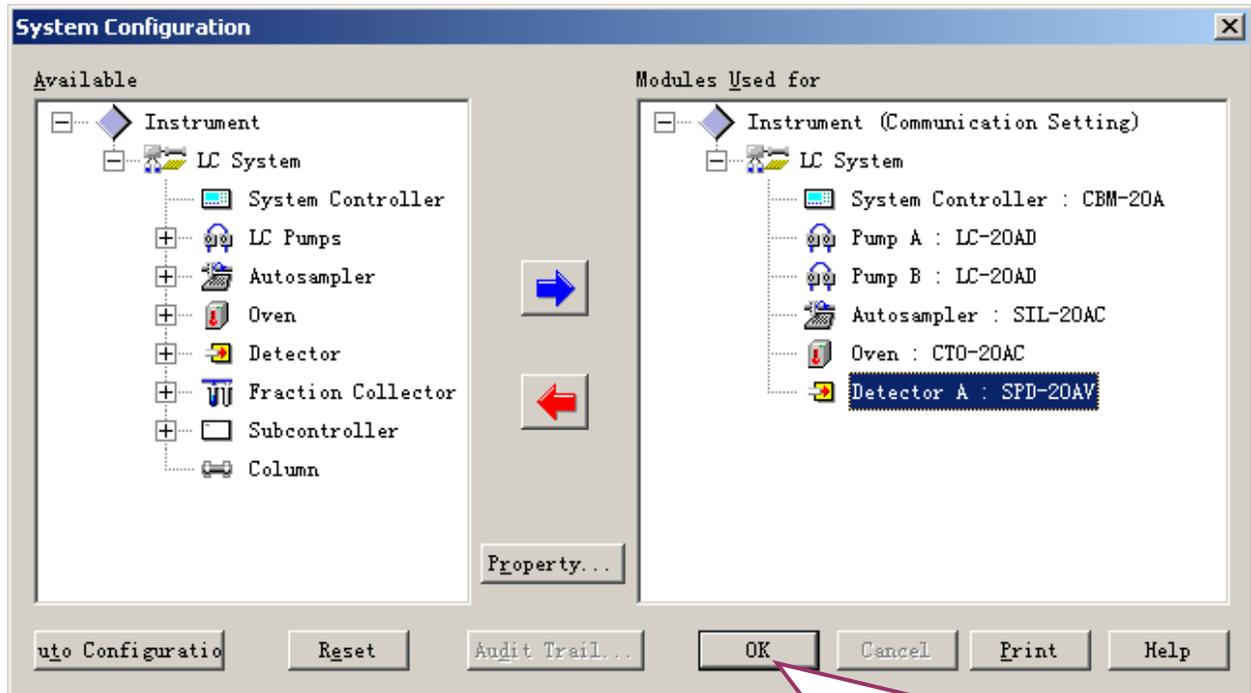


正确选择 System Controller 单元的类型

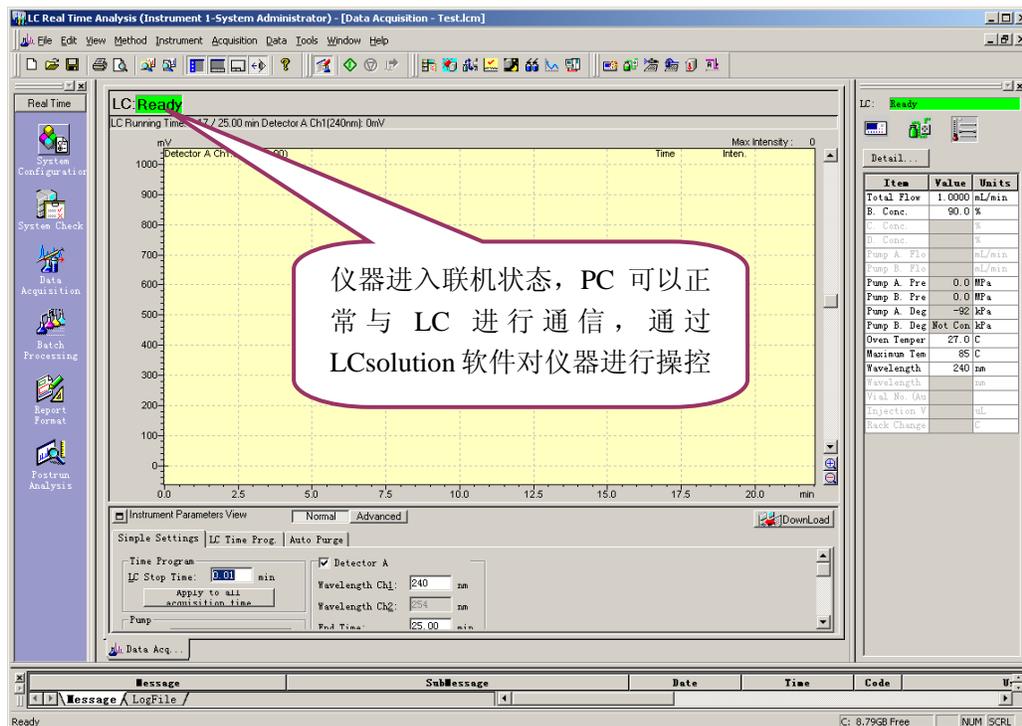








听见 LC 发出“哔”的声音，表示工作站与 LC 联机正常，仪器的配置也已自动完成，仪器各单元的名称在右侧框中列出，单击[OK]，仪器配置即告完成



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

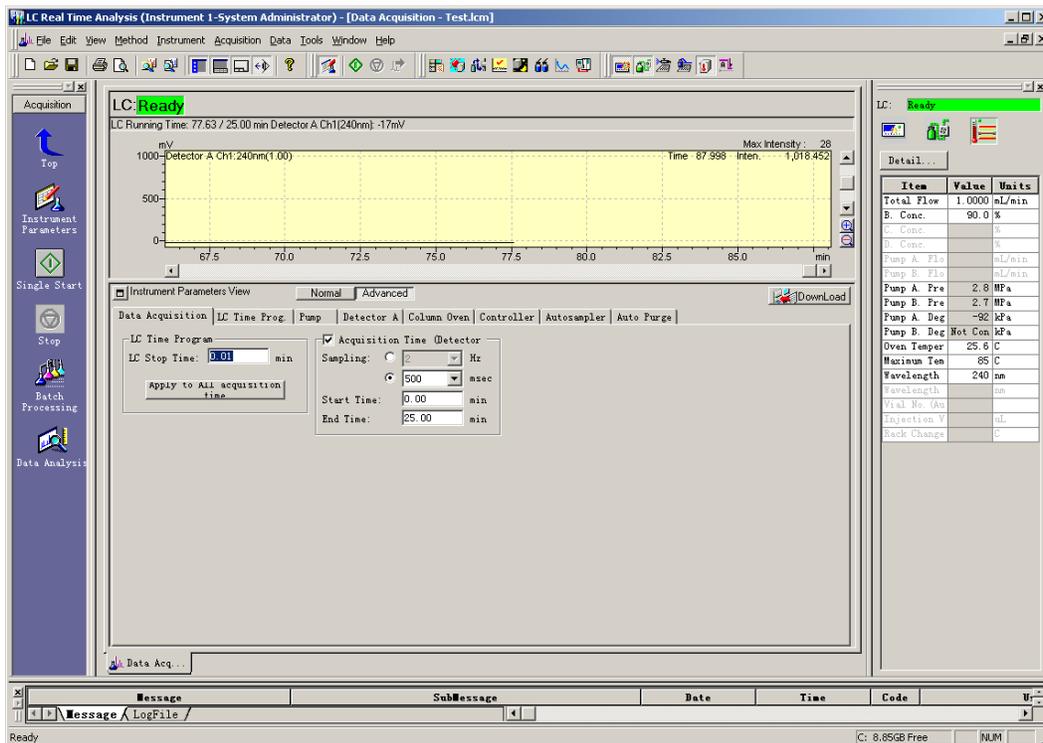
分析条件：

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℃

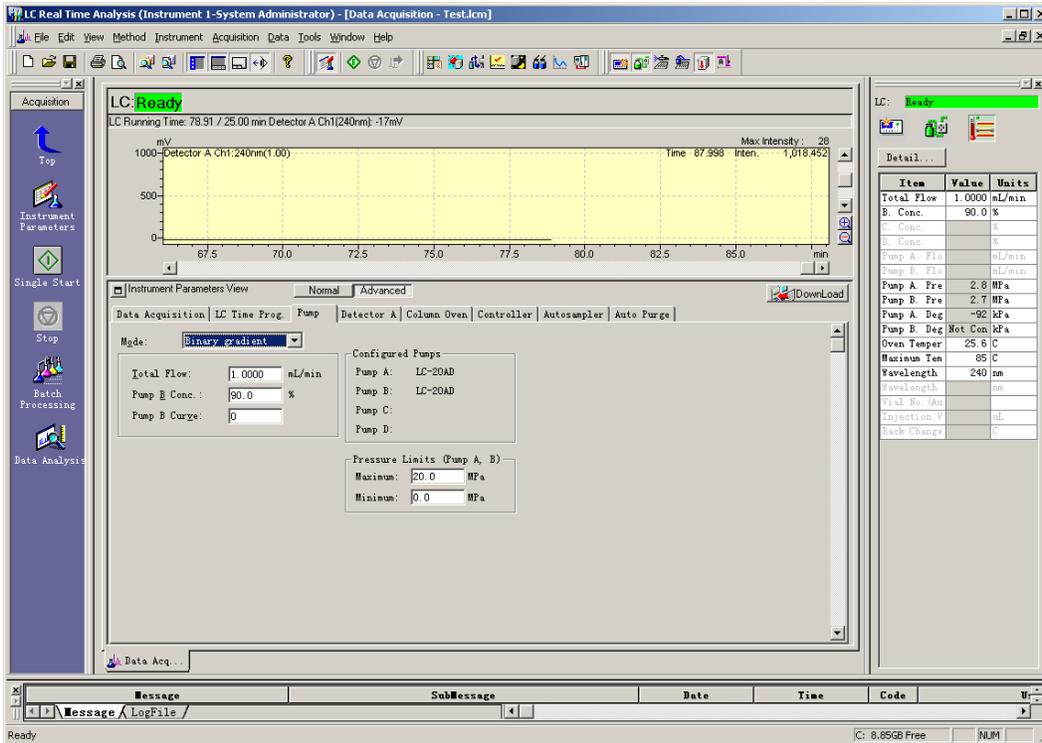
参数设定方法



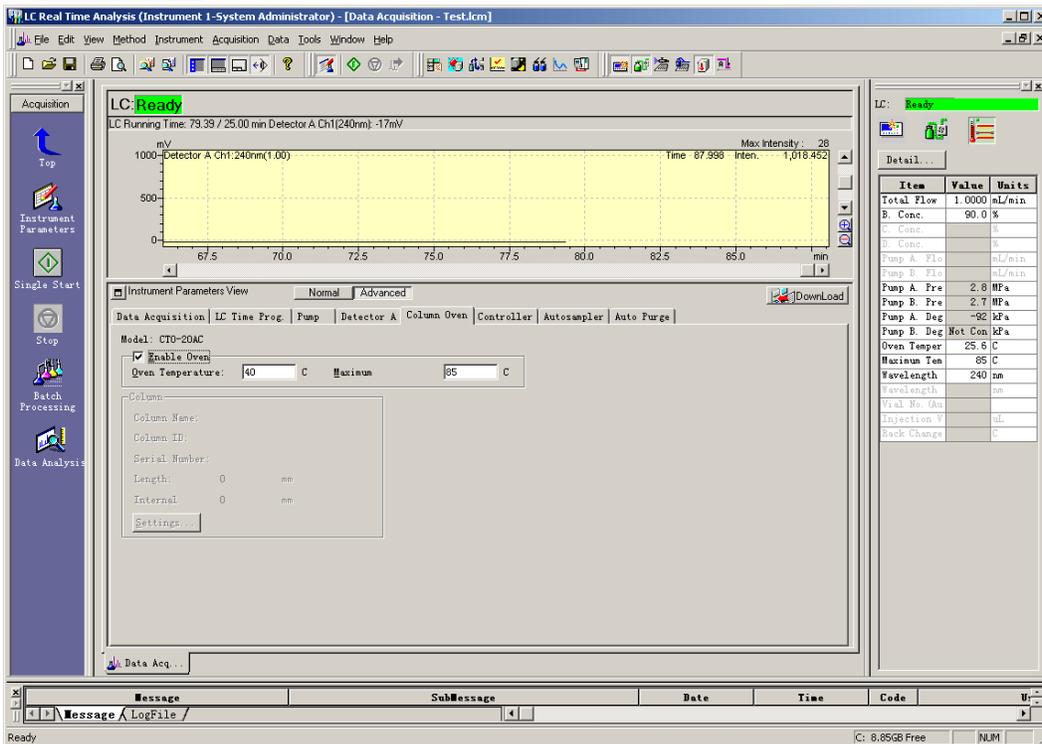
点击 **Instrument Parameter** 进入仪器参数设置界面：

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

Max Intensity: 28
Time: 85.278 Inten.: 35.644

Model: SPD-20AV

Lamp: [Dropdown]

Polarity: +

Response: 1.0 sec

Cell Temperature 40 C

Wavelength

Wavelength Ch1: 240 nm

Wavelength Ch2: 254 nm

Output

Intensity Unit: Volt

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

☉ **Controller** 系统控制器参数:

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

Max Intensity: 28
Time: 85.278 Inten.: 35.644

Model: CBM-20A

Power On

Event1

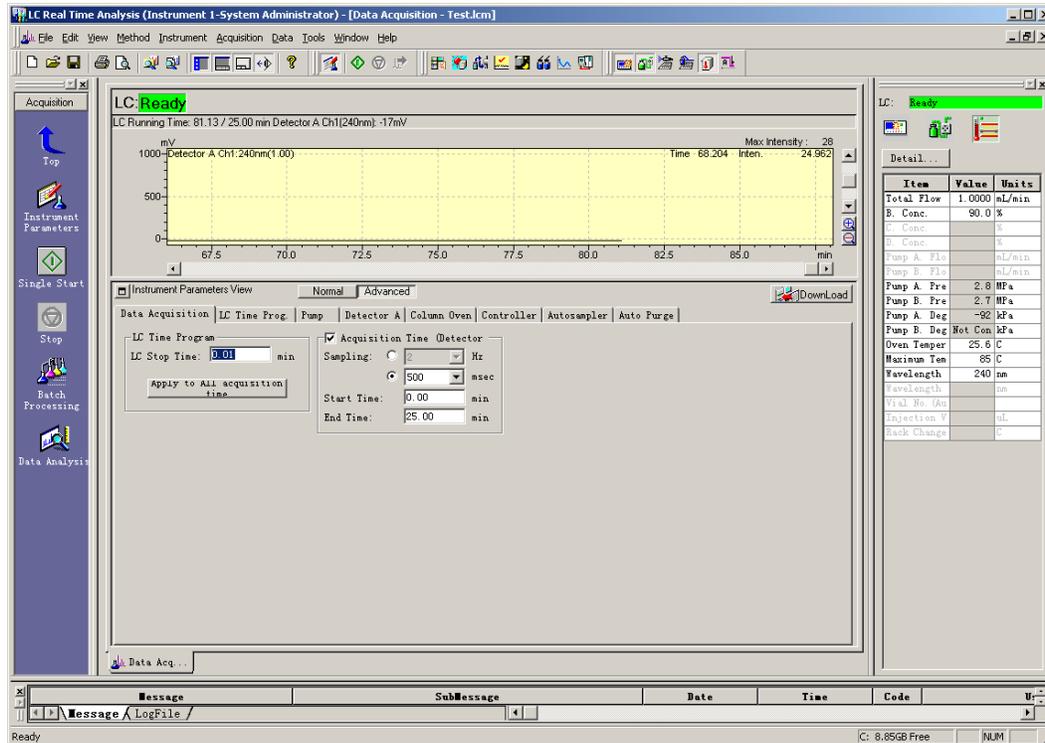
Event2

Event3

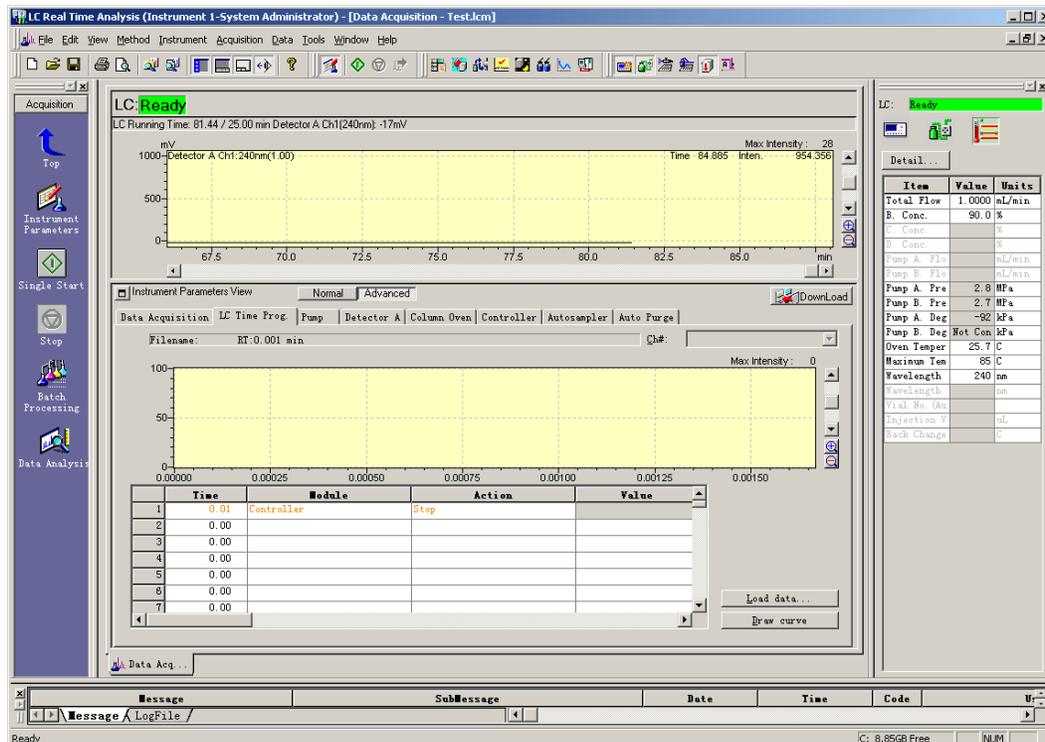
Event4

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

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

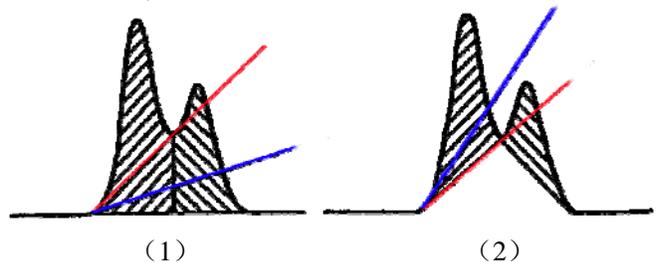


Drift (漂移)

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)