

# LabSolutions CL

## Guide de démarrage

Les chapitres portant le suffixe "(LC)" se rapportent au système sans spectromètre de masse.

Les chapitres portant le suffixe "(LCMS)" se rapportent au système avec spectromètre de masse.

1.	Démarrage.....	12
2.	Paramétrage de l'instrument (LC)...	15
3.	Single Run (LC) .....	20
4.	Analyse des données (LC) .....	22
5.	Single Run (LCMS).....	28
5.1	Création d'un fichier de méthode .....	28
5.2	Préparation pour l'optimisation de la méthode...	29
5.3	Contrôle de l'instrument .....	31
5.4	Exécution de l'optimisation de la méthode .....	32
5.5	Définition des paramètres d'exécution du single run ...	39
5.6	Exécution d'un single run pour déterminer le temps...	42
6.	Vérification des résultats du single run (LCMS) .....	44
6.1	Ouverture des résultats du single run dans la fenêtre [MS Data Analysis] .....	44
6.2	Configuration de la table d'identification/quantification...	46
6.3	Impression des résultats .....	51
7.	Séquence en temps réel.....	55
7.1	Création d'un tableau de séquence.....	55
7.2	Traitement séquentiel en temps réel .....	60
7.3	Impression de rapports de traitement séquentiel ...	63
8.	Analyse de données quantitative ...	66
8.1	Vérification des résultats quantitatifs dans la fenêtre [Quant Browser] .....	66
8.2	Modification des paramètres d'intégration et ré-intégration...	68
8.3	Impression d'un rapport de synthèse à partir de la fenêtre [Quant Browser] .....	72
9.	Analyse de données qualitative ...	73
9.1	Affichage de fichiers de données dans la fenêtre [Data Browser].....	73
9.2	Modification des paramètres de présentation de l'affichage...	75
9.3	Comparaison de différents types de chromatogrammes ...	77
9.4	Utilisation de la fonction "Cell Fixed" (Cellule fixe)...	79
9.5	Traitement qualitatif dans la fenêtre [Data Browser]...	81
9.6	Impression à partir de la fenêtre [Data Browser]...	85
10.	Arrêt (LC) .....	87
11.	Arrêt (LCMS) .....	89

# NOTES

---

- Tous droits réservés, y compris les droits de reproduction de ce manuel, en tout ou en partie, sous quelque forme que ce soit, sans l'autorisation de Shimadzu Corporation.
- Les informations de ce manuel sont sujettes à modification sans préavis et ne représentent en aucun cas un engagement de la part du fournisseur.
- Toute erreur ou omission pouvant s'être produite dans le présent manuel en dépit du soin extrême apporté à sa rédaction, sera rectifiée dès que possible, mais pas nécessairement immédiatement après leur détection.
- Les pièces de rechange pour ce produit resteront disponibles sept ans après l'arrêt de la production. Veuillez noter que nous ne serons peut-être plus à même de fournir des pièces de rechange après cette période. Toutefois, en ce qui concerne les pièces qui ne sont pas des pièces Shimadzu d'origine, la durée de disponibilité est déterminée par leur fabricant.
- Le contenu du disque dur d'un PC peut être détruit à la suite d'un accident. Effectuez des sauvegardes de votre disque dur pour protéger vos données importantes.
- Si l'utilisateur ou le lieu d'utilisation change, veillez à toujours conserver ce manuel d'utilisation avec l'appareil.
- Si ce manuel est perdu ou endommagé, prenez immédiatement contact avec votre représentant Shimadzu pour en demander le remplacement.
- Windows est une marque déposée de Microsoft Corporation aux États-Unis d'Amérique et/ou dans d'autres pays.
- Les marques commerciales et les noms commerciaux de tiers peuvent être utilisés dans cette publication pour faire référence aux entités ou à leurs produits/services, qu'ils soient ou non utilisés avec le symbole de marque "TM" ou "®".
- Les captures d'écran de produits Microsoft sont utilisées conformément aux directives de Microsoft Corporation.

©2022 Shimadzu Corporation. Tous droits réservés.

---

Ce manuel est une traduction française d'un document en anglais intitulé « LabSolutions CL Getting Started Guide » (225-45805, Première édition, Avril 2022).

Les noms de modèles spécifiques ne sont pas indiqués dans les descriptions communes aux instruments LCMS.

L'indication "LCMS/MS" est utilisée dans les descriptions communes aux modèles LCMS-8045 CL/LCMS-8050 CL/LCMS-8060 CL/LCMS-8060NX CL.

# Types de manuels

LabSolutions est accompagné de cinq manuels d'instructions.

Vous pouvez également vous reporter au logiciel (menu d'aide [Help]) pour vérifier les paramètres des écrans.

Les pages suivantes vous indiqueront comment tirer le meilleur profit de ces manuels.

## ■ Guide de démarrage

Ce manuel est destiné aux débutants.

Suivez la séquence de procédures détaillées dans ce guide pour vous familiariser avec le fonctionnement de base de LabSolutions.



## ■ Operators Guide

Ce manuel fournit des informations détaillées sur l'ensemble des opérations d'acquisition de données dans LabSolutions, telles que configuration du système, analyse des données, traitement séquentiel et fonctions de génération de rapports.

## ■ System Users Guide

Ce manuel décrit l'administration du système et l'administration des données.

## ■ Data Acquisition & Processing Theory Guide

Ce manuel décrit la théorie de la détection des pics et de l'analyse quantitative des échantillons d'échantillons. Il est destiné aux utilisateurs avancés.

## ■ Help

Utilisez le menu de l'aide interactive du logiciel si vous voulez en savoir davantage sur les paramètres des écrans.

La signification des symboles utilisés dans ce manuel est la suivante.



Conseil utile pour un bon fonctionnement de l'instrument.



Indique la référence à utiliser.



Informations supplémentaires qui peuvent être utiles pour l'exploitation de l'instrument

# LabSolutions-Que peut-il faire ?

Bien qu'intégrant des fonctions très sophistiquées, le logiciel LabSolutions est d'utilisation très facile. Il constitue une aide puissante pour l'automatisation et l'amélioration de l'efficacité des opérations d'acquisition séquentielle des données et d'analyse.

LabSolutions vous permet d'effectuer les opérations suivantes :

- Acquisition de données et commande des instruments d'analyse
- Analyse de données et visualisation des données
- Création et impression de divers rapports personnalisables

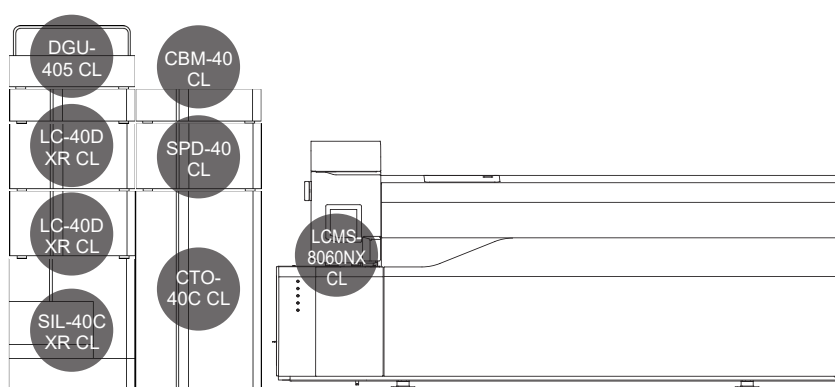
## Structure du système

Ce Guide de démarrage décrit les opérations d'acquisition des données en présupposant que le système comprend les instruments suivants. La disponibilité du spectromètre de masse dépend de la configuration du système.

Les chapitres portant le suffixe "(LC)" se rapportent au système sans spectromètre de masse. Les chapitres portant le suffixe "(LCMS)" se rapportent au système avec spectromètre de masse.

### Système à gradient haute pression

- |                                   |               |                      |                         |
|-----------------------------------|---------------|----------------------|-------------------------|
| • Contrôleur du système .....     | CBM-40 CL     | • Pompe .....        | LC-40D XR CL (2 unités) |
| • Four pour colonne .....         | CTO-40C CL    | • Détecteur .....    | SPD-40 CL               |
| • Échantillonneur automatique ... | SIL-40C XR CL | • Détecteur MS ..... | LCMS-8060NX CL          |
| • Unité de dégazage .....         | DGU-405 CL    |                      |                         |






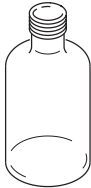

# Conditions d'acquisition

Pour acquérir des données de la manière décrite dans le présent Guide de démarrage, préparez une colonne, une phase mobile et des échantillons conformément aux instructions suivantes.

## LC

<b>Colonne</b>	Shim-pack VP-ODS (150 mm L × 4,6 mm d.i., 5 µm)
<b>Phase mobile</b>	Pompe A = eau, Pompe B = acétonitrile
<b>Débit (phase mobile)</b>	1,0 mL/min
<b>Température de colonne</b>	40 °C
<b>Longueur d'onde de détection</b>	254 nm
<b>Volume d'échantillon à injecter</b>	10 µL
<b>Échantillon</b>	Echantillons standards contenant un mélange d'esters d'acide parahydroxybenzoïque (parabènes), à 10, 20 et 40 ppm, et 2 échantillons inconnus.

## LCMS

<b>Colonne</b>	Shim-pack XR-ODS 30 mm × 2,0 mm d.i., 2,2 µm (Shimadzu Réf. 228-41605-91 ou équiv.)	
<b>Phase mobile</b>	Mode gradient binaire Pompe A: solution d'acide formique 0,1 % Pompe B: solution d'acide formique 0,1 % / 99,9 % d'acétonitrile	
<b>Échantillons</b>	Échantillons utilisés pour l'optimisation des méthodes A (Procaïne) : solution 0,5 ng/µL B (Vérapamil) : solution 0,5 ng/µL C (Warfarin) : solution 0,5 ng/µL Échantillons utilisés pour la création de courbes d'étalonnages A, B, C 0,01 ng/µL, mélange (échantillon standard) A, B, C 0,05 ng/µL, mélange (échantillon standard) A, B, C 0,1 ng/µL, mélange (échantillon standard) A, B, C 0,5 ng/µL, mélange (échantillon standard) Échantillon inconnu (à analyser quantitativement) (A, B, C 0,075 ng/µL, mélange)	

# Types de fichiers

## **Fichier de données (.lcd)**

Ce fichier contient tous les résultats d'analyse et les informations d'acquisition des fichiers suivants.

### **Fichier de méthode (.lcm)**

Conditions d'acquisition, conditions d'analyse, informations de courbe d'étalonnage, etc.

### **Fichier séquentiel (.lcb)**

Ce fichier permet d'assurer l'acquisition de données continue d'échantillons séquentiels.

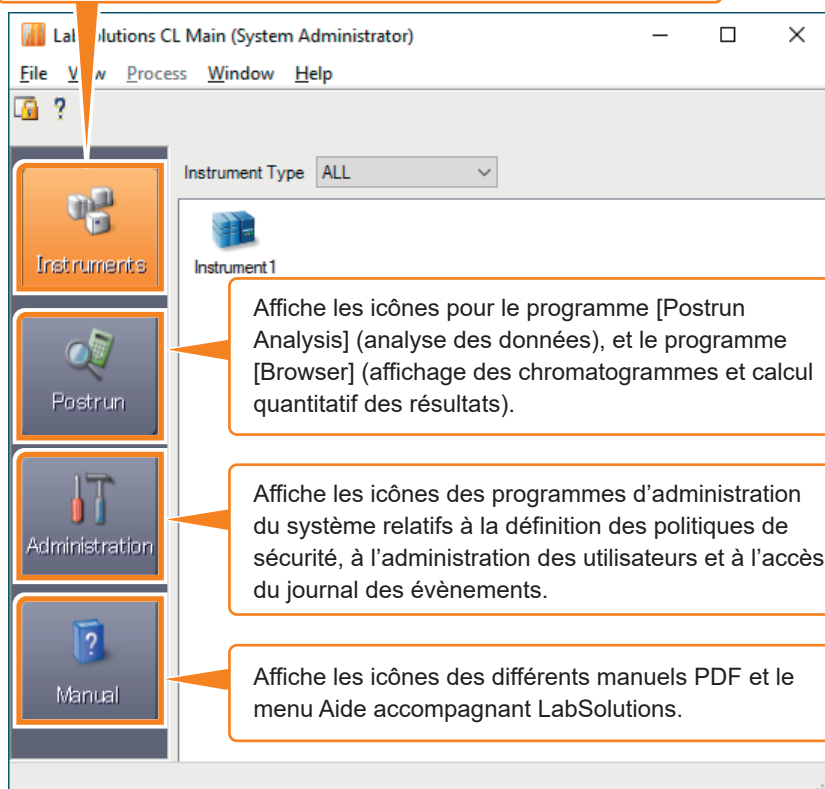
### **Fichier format de rapport (.lsr)**

Ce fichier est utilisé pour imprimer les résultats de l'acquisition des données.

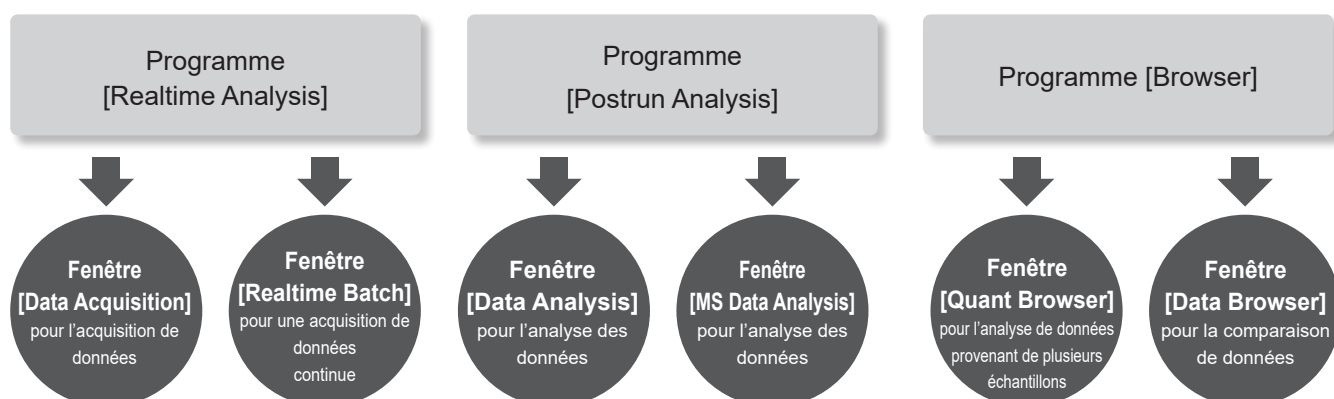
# Fenêtre principale de LabSolutions

Les instruments d'analyse connectés au PC s'affichent sous la forme d'icônes.

Double-cliquez sur un instrument pour lancer le programme [Realtime Analysis] dans lequel les paramètres d'acquisition des données sont définis et où se fait l'acquisition des données.

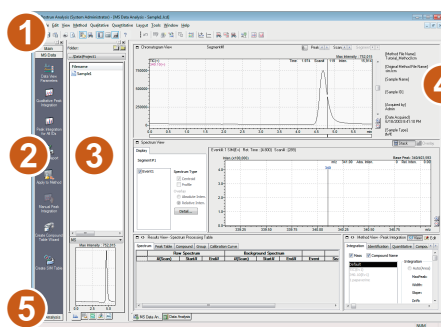


## Programmes principaux et fenêtres principales de LabSolutions



# Fenêtres de LabSolutions

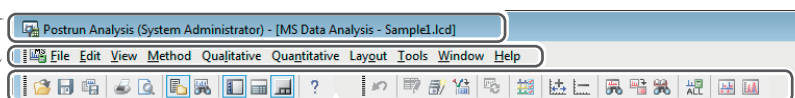
L'exemple suivant décrit la fenêtre du programme [Postrun Analysis].



1

## Barre de titre

Cette barre affiche les noms du programme en cours, de la fenêtre, du fichier chargé, ainsi que d'autres informations.



## Barre de menus

Cette barre affiche la fenêtre en cours et les menus disponibles en fonction des autorisations d'utilisation de l'utilisateur actuel.

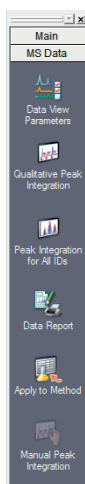
## Barre d'outils

Cette barre regroupe les icônes des options de menu et des icônes de commande des instruments d'analyse les plus utilisées.

2

## Barre d'assistant

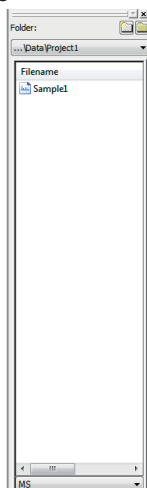
Cette barre regroupe les icônes d'opérations d'acquisition de données fréquemment utilisées.



3

## Exploration de données

Cette sous-fenêtre affiche les noms des fichiers présents dans le dossier sélectionné. Cliquez sur pour changer de dossier.



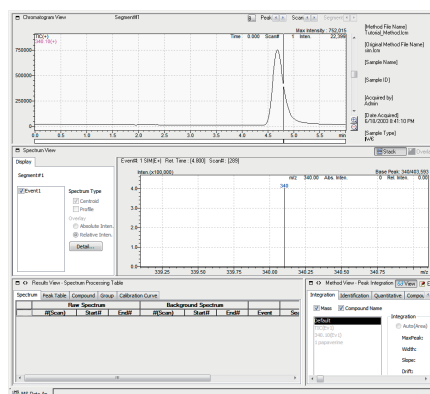
4

## Fenêtre

Dans le programme [Realtime Analysis], les fenêtres [Data Acquisition], [Realtime Batch] et autre s'affichent sous forme d'icônes dans la barre d'assistant.

Dans le programme [Postrun Analysis], les fenêtres [Data Analysis], [Calibration Curve], [Report Format] et autres sont affichées.

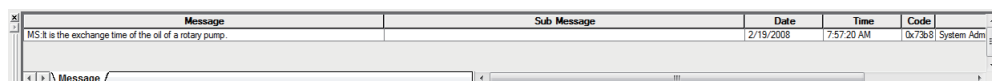
Changez de fenêtre en cliquant sur les icônes de la barre d'assistant.



5

## Output Window (Fenêtre de sortie)

Cette fenêtre affiche un historique des opérations d'acquisition de données et les messages d'erreur générés.



# Ouvrir les fenêtres

## ■ Définissez les paramètres d'acquisition de données et exécuter un single run

Ouvrez la fenêtre [Data Acquisition] à partir de la fenêtre principale.

▼ Fenêtre principale

1. Instruments

2. Instrument1

3. Data Acquisition

▼ Fenêtre [Data Acquisition]

Realtime Analysis (Instrument1-System Administrator) - [Data Acquisition - Method1.lcm]

File Edit View Method Instrument Acquisition Data Tools Window Help

▼ Fenêtre [Data Acquisition]

Realtime Analysis (Instrument1-System Administrator) - [Data Acquisition - Method1.lcm]

File Edit View Method Instrument Acquisition Data Tools Window Help

LCReady MSReady

Sample Name :  
Sample ID :  
Data Comment :

LC MS ALL

MS Running Time: 55.97 / 2.50 min Scan#: 0 Inten.: 0

1.0 (x100,000)

0.5

0.0

46.0 47.0 48.0 49.0 50.0 51.0 52.0 53.0 54.0 55.0 56.0 57.0

Event#: 1 Polarity: + Mode: MPRM

Référence 3. Single Run (LC)

Référence 5. Single Run (LCMS)

## ■ Analyse des données et calculs quantitatifs (LC)

Ouvrez la fenêtre [Data Analysis] à partir de la fenêtre principale.

▼ Fenêtre principale

1. Postrun

2. Postrun Analysis

3. Data Analysis

▼ Programme [Postrun Analysis]

Postrun Analysis (System Administrator) - [Data Analysis - Test.lcd]

File Edit View Method Layout Tools Window Help

▼ Fenêtre [Data Analysis]

Postrun Analysis (System Administrator) - [Data Analysis - Test.lcd]

File Edit View Method Layout Tools Window Help

Chromatogram View

100% Detector A-254nm

Time 8.263 min Max Intensity 41320

100% Detector A-254nm

Time 8.263 min Max Intensity 41320

Results View - Peak Table

Peak#	Ret. Time	Area	Height
1	1.857	4782	1076
2	3.046	502518	1076
3	3.504	634530	110
4	5.595	527123	630
5	8.267	454019	414
Total		2132972	2945

Method View - Peak Integration Pr

Channel: Detector A - Ch1 (254nm)

Width: 5 sec

Slope: 1000 uV/min

Drift: 0 uV/min

T. DBL: 1000 min

Min. Area/Height: 1000 counts

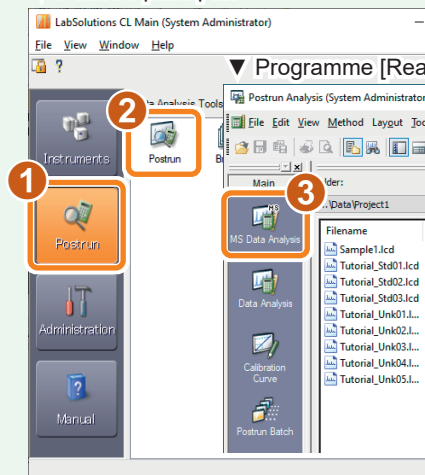
Calculated by: Area Height

Référence 4. Analyse des données (LC)

## ■ Analyse des données MS et calculs qualitatifs (LCMS)

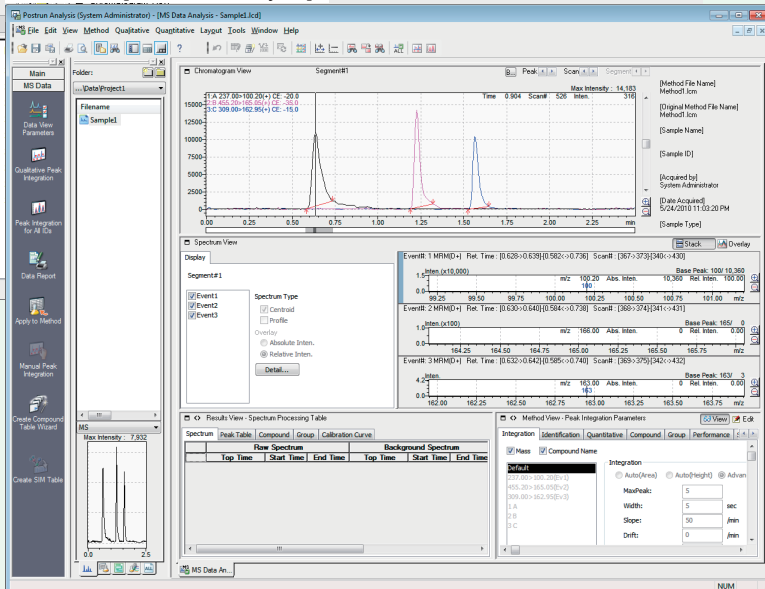
Ouvrez la fenêtre [MS Data Analysis] à partir de la fenêtre principale.

▼ Fenêtre principale



Référence 6. Vérification des résultats du single run (LCMS)

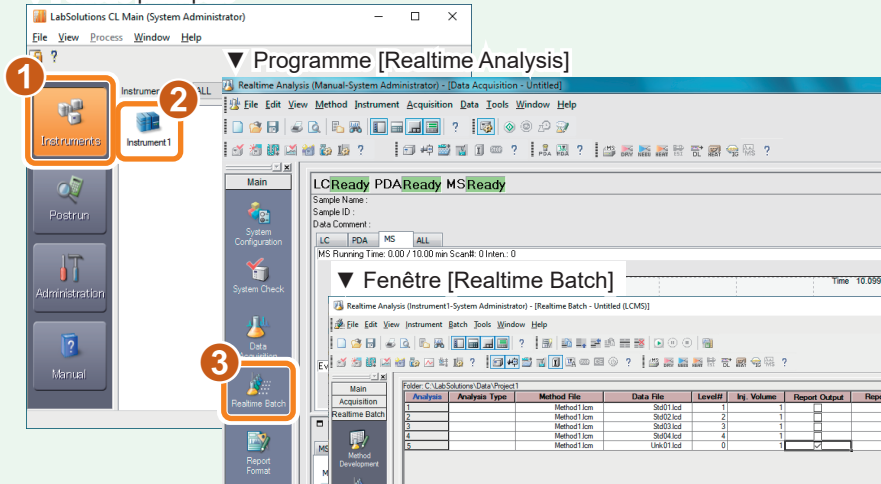
▼ Fenêtre [MS Data Analysis]



## ■ Acquisition de données d'une table d'échantillons

Ouvrez la fenêtre [Realtime Batch] à partir de la fenêtre principale.

▼ Fenêtre principale



Référence 7. Séquence en temps réel

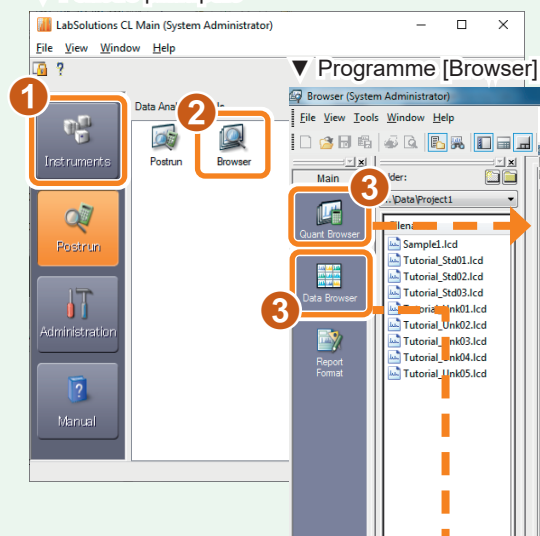
▼ Fenêtre [Realtime Batch]

Analysis	Analysis Type	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume	Report Output	Report Format File	Data Comment
1	Method 1 km	Std01.icd	1	1				
2	Method 1 km	Std02.icd	2	1				
3	Method 1 km	Std03.icd	3	1				
4	Method 1 km	Std04.icd	4	1				
5	Method 1 km	Unk01.icd	0	1			Report 1.r	

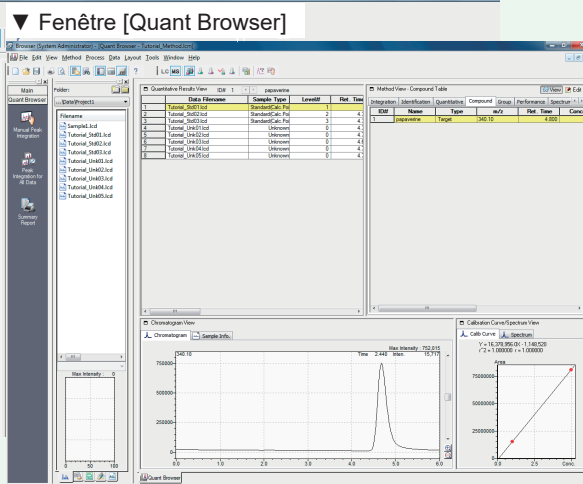
## ■ Vérification des résultats quantitatifs

Ouvrez la fenêtre [Quant Browser] à partir de la fenêtre principale.

▼ Fenêtre principale



8. Analyse de données quantitative

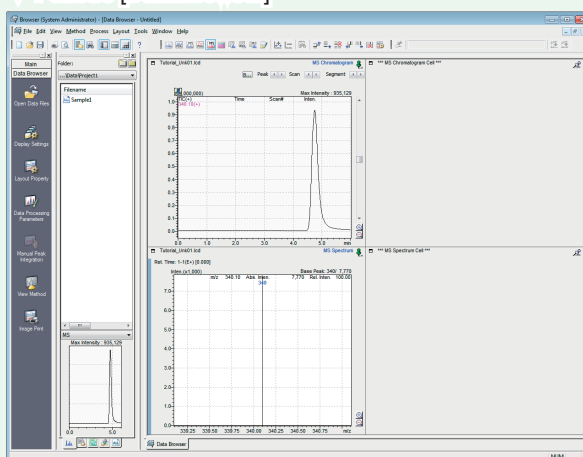


## ■ Comparaison de données

Ouvrez la fenêtre [Data Browser] à partir de la fenêtre principale.

9. Analyse de données qualitative

▼ Fenêtre [Data Browser]

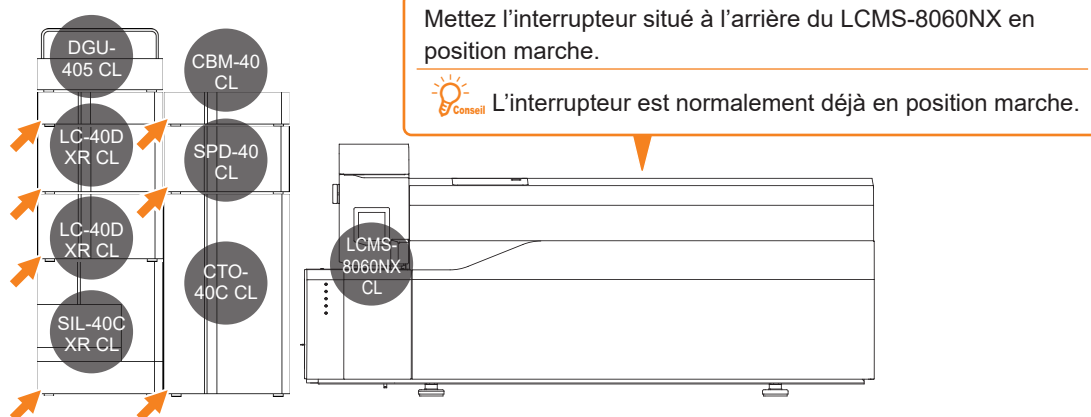


# Chapitre 1. Démarrage

## 1 Vérifiez les branchements.

Assurez-vous que tous les éléments (pompe, échantillonneur automatique, four de colonne et détecteur) des instruments analytiques sont bien branchés au contrôleur du système et aux câbles de liaison optique.

## 2 Allumez tous les instruments.



## 3 Vérifiez que les arrivées des gaz azote et argon se font correctement à l'instrument MS.

## 4 Démarrez le PC.

## 5 Contrôlez que l'icône [LabSolutions Service] dans la zone de notification de la barre des tâches est vert.

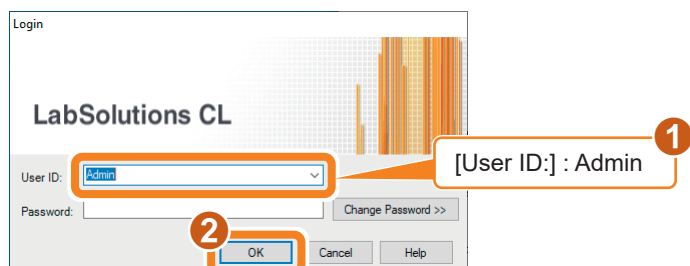


Couleur de l'icône	État de LabSolutions	Opération
Verte	Normal	
Jaune	Démarrage en cours	Patienter
Rouge	Erreur	Veuillez redémarrer le PC.

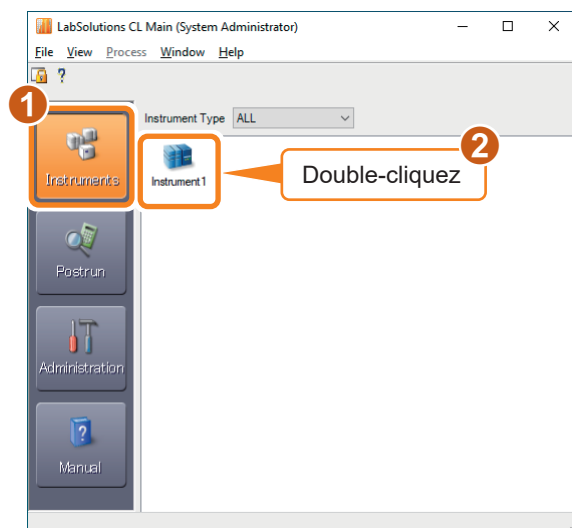


6 Double-cliquez  sur le bureau.

7 Connectez-vous.



8 Lancez le programme [Realtime Analysis].



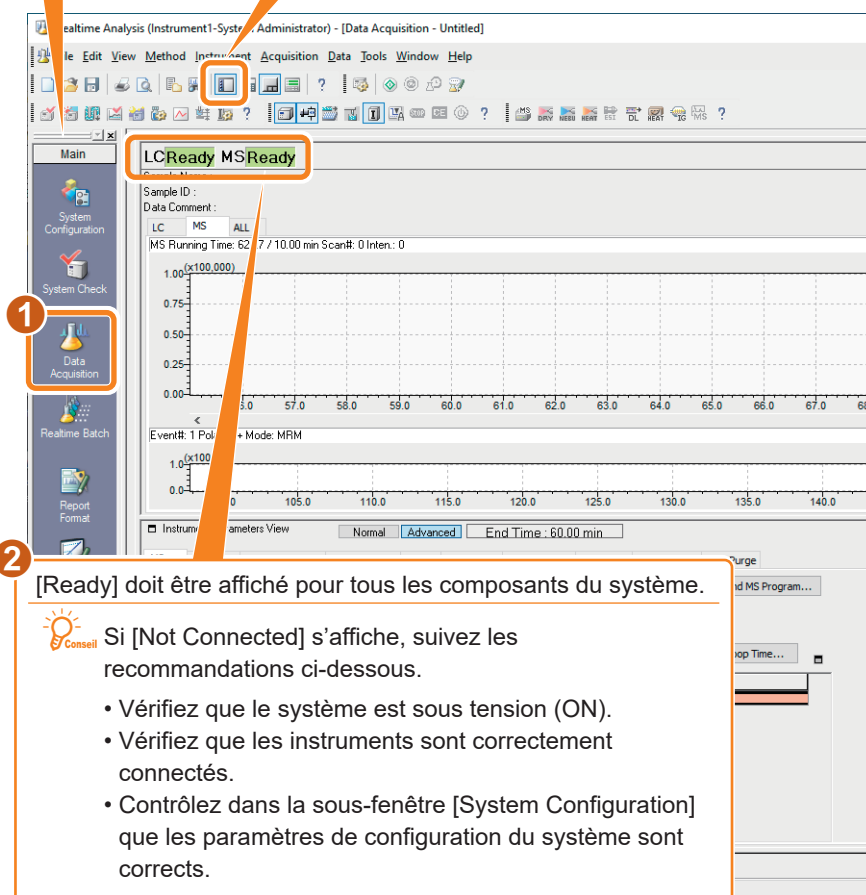
## 9 Ouvrez la fenêtre [Data Acquisition].



Si la barre d'assistant [Main] n'est pas affichée, cliquez sur le bouton [Main].




Cliquez sur  si la barre d'assistant n'est pas affichée.



1

2

[Ready] doit être affiché pour tous les composants du système.

 Si [Not Connected] s'affiche, suivez les recommandations ci-dessous.

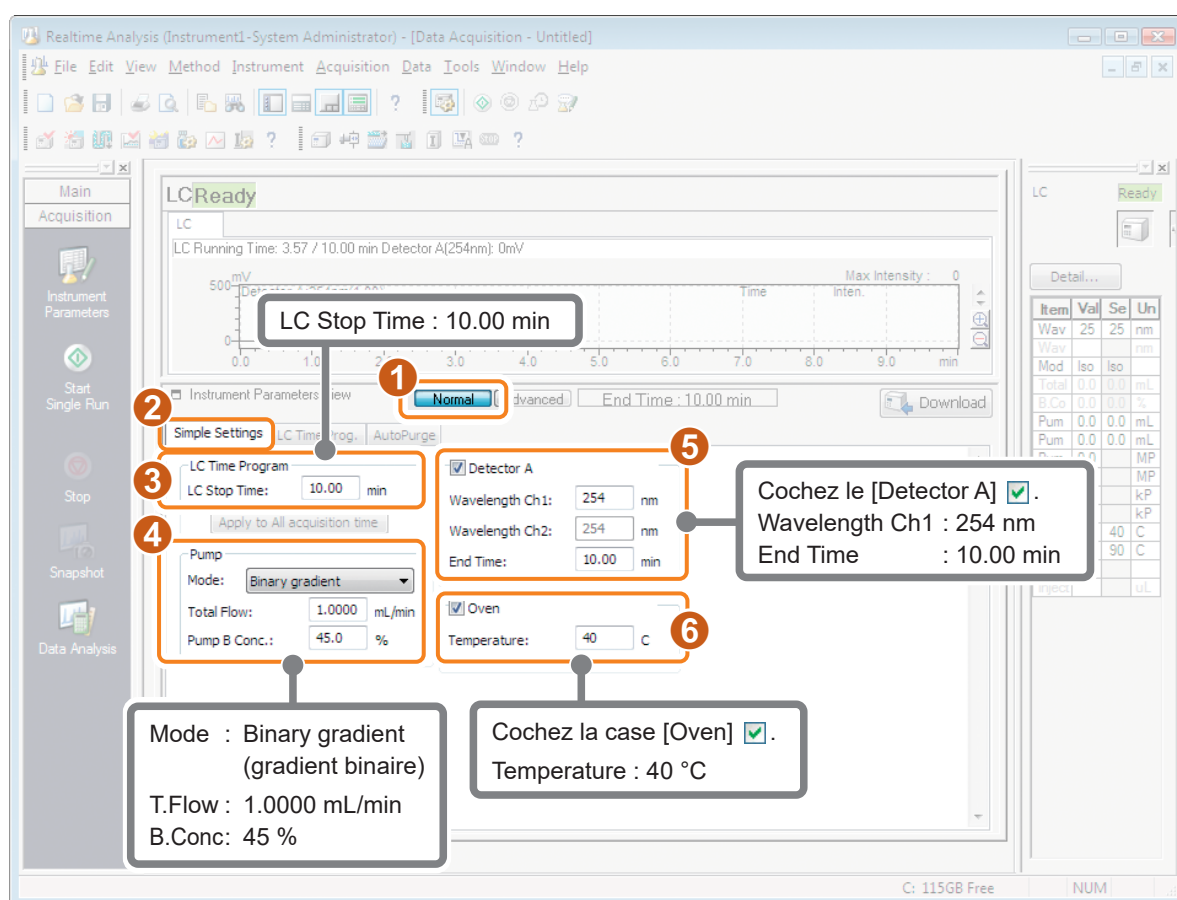
- Vérifiez que le système est sous tension (ON).
- Vérifiez que les instruments sont correctement connectés.
- Contrôlez dans la sous-fenêtre [System Configuration] que les paramètres de configuration du système sont corrects.

## Chapitre 2. Paramétrage de l'instrument (LC)

La méthode d'acquisition des données (paramètres de l'instrument) est sauvegardée dans le fichier de méthode une fois qu'elles ont été définies dans la section [Instrument Parameters View] de la fenêtre [Data Acquisition].

Ce chapitre explique comment définir les paramètres de l'instrument.

- 1 Ouvrez la fenêtre [Data Acquisition].
- 2 Définissez chacun des paramètres au niveau de l'onglet [Simple Settings].



Référence

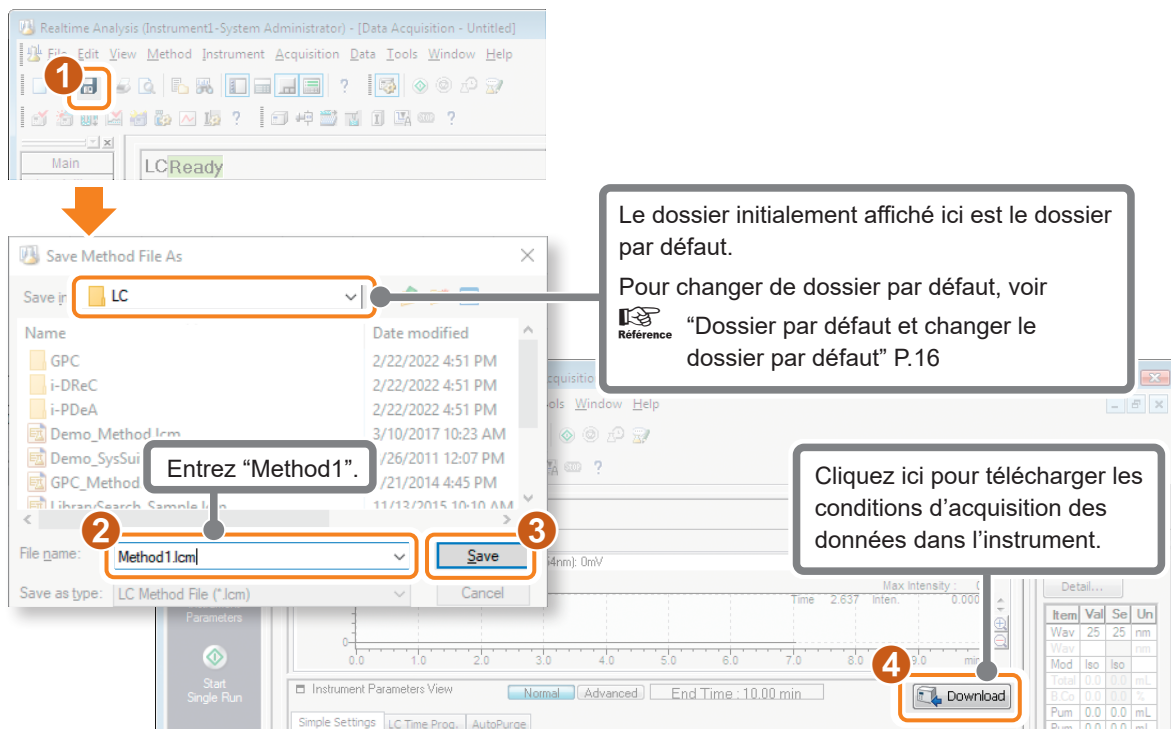
Voir P.5 pour en savoir plus sur les conditions d'acquisition des données.



Référence

Voir "Set the Instrument Parameters" au chapitre "LC Data Acquisition" du manuel *Operators Guide for LC system* pour en savoir plus sur les paramètres de l'instrument.

### 3 Enregistrez les conditions d'acquisition des données.



1

2

3

4

Le dossier initialement affiché ici est le dossier par défaut.  
Pour changer de dossier par défaut, voir  
Référence "Dossier par défaut et changer le dossier par défaut" P.16

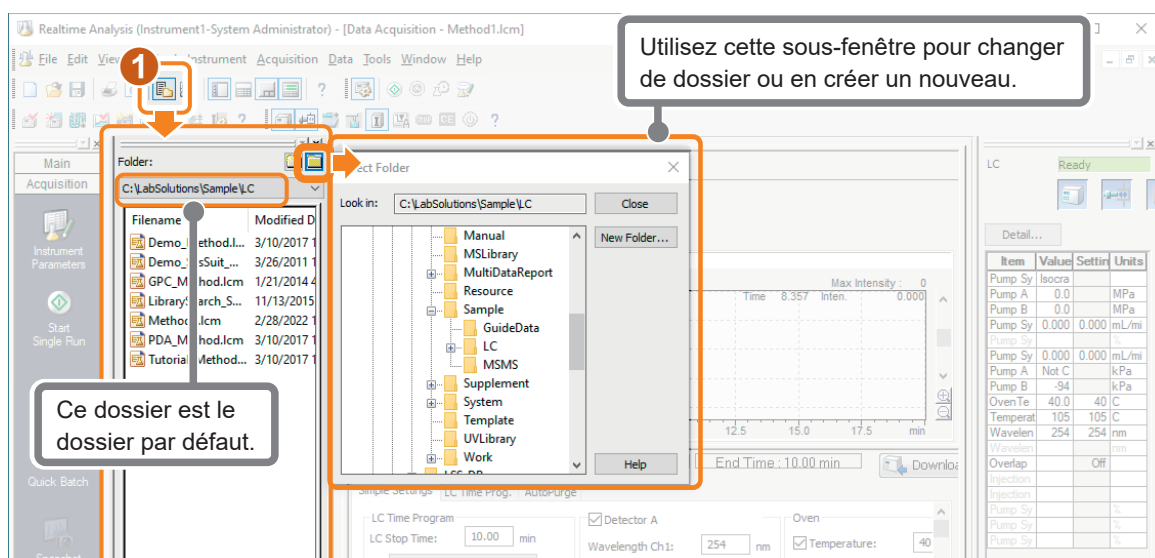
Entrez "Method1".

Cliquez ici pour télécharger les conditions d'acquisition des données dans l'instrument.

LabSolutions

COMPLÉMENT

## Dossier par défaut et changer le dossier par défaut



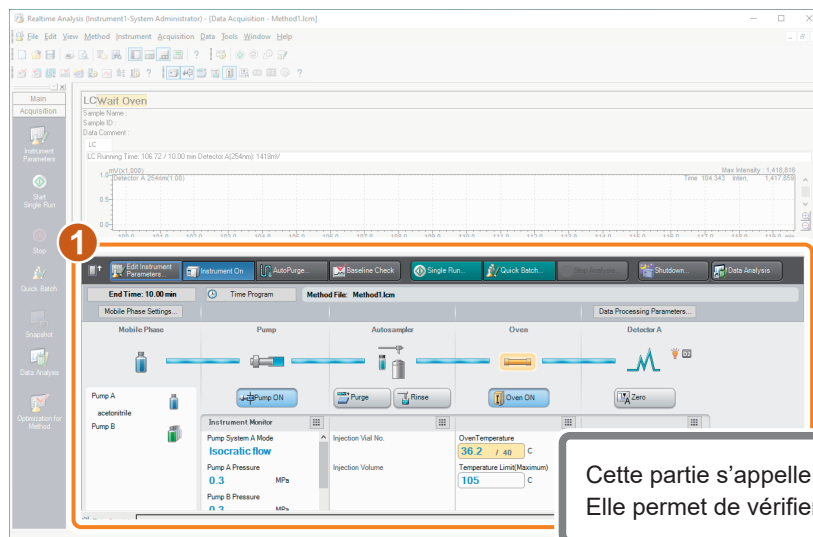
1

Utilisez cette sous-fenêtre pour changer de dossier ou en créer un nouveau.

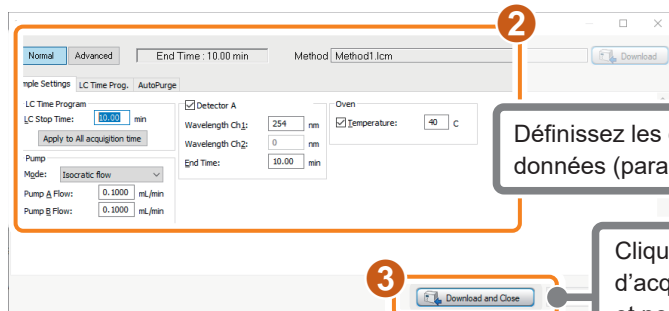
Ce dossier est le dossier par défaut.

# Panneau de commande

Le panneau de commande vous permet de modifier les conditions d'acquisition de données (paramètres de l'instrument), contrôler l'instrument et vérifier son statut. Cette section explique comment définir les paramètres de l'instrument à l'aide du panneau de commande.



Cette partie s'appelle le panneau de commande. Elle permet de vérifier le statut de l'instrument.



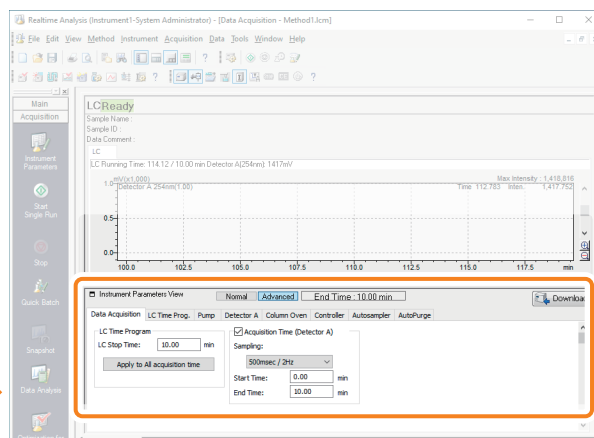
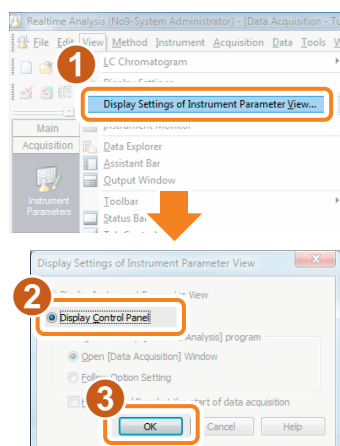
Définissez les conditions d'acquisition des données (paramètres de l'instrument).

Cliquez ici pour télécharger les conditions d'acquisition de données dans l'instrument et pour fermer cette sous-fenêtre.



## Conseil Paramètres du basculement d'écran

Dans la sous-fenêtre [Display Settings of Instrument Parameter View], vous pouvez choisir d'afficher le panneau de commande ou la vue des paramètres de l'instrument.

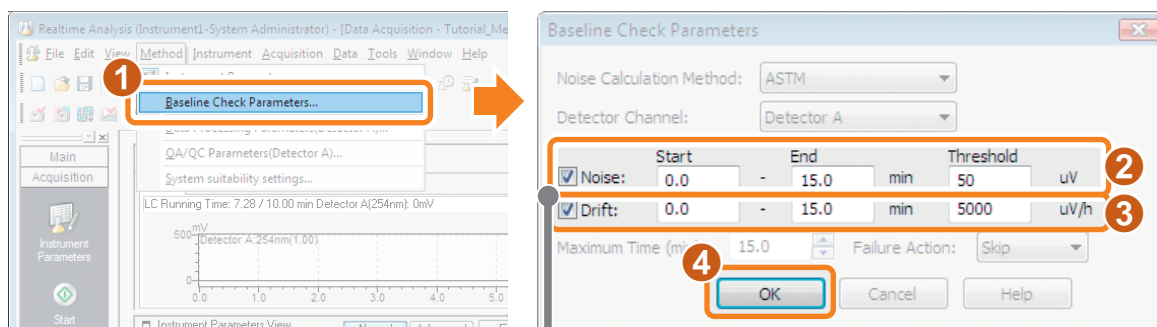


# Contrôle de la ligne de base

Ce contrôle de la ligne de base vous permet de vérifier si, au niveau de la ligne de base, les valeurs du bruit de fond et de la dérive se situent bien dans les limites du temps prédéfini et au niveau du seuil ou en dessous.

Les paramètres de contrôle de la ligne de base sont sauvegardés dans le fichier de méthode.

## 1 Définissez les [Baseline Check Parameters].



Cochez les cases [Noise] et [Drift] ☒, et renseignez les champs [Start], [End] et [Threshold].



**Conseil**

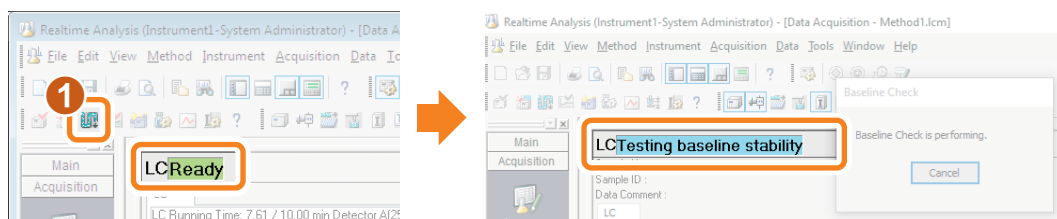
Dans la sous-fenêtre [Baseline Check], il est possible de modifier la méthode de calcul du bruit de fond, ainsi que le délai maximal lorsque le contrôle de la ligne de base échoue [Fail] dans les limites du temps prédéfini.



Voir Help pour en savoir plus.

Référence

## 2 Effectuez le contrôle de la ligne de base.

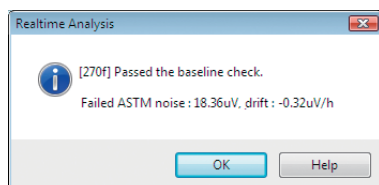


Une fois la mesure terminée, les résultats du contrôle s'affichent dans la sous-fenêtre [Baseline Check Results] et la fenêtre [Output Window].

Fenêtre de sortie [Output Window]

Message	Sub Message
Start the baseline check.	Detector A ASTM noise 0.00-15.00min(Criteria 50.00uV), drift 0.00-15.00min(Criteria 5000.00uV/h)
Passed the baseline check.	Pass ASTM noise : 18.36uV, drift : -0.32uV/h

Résultats du contrôle de la ligne de base

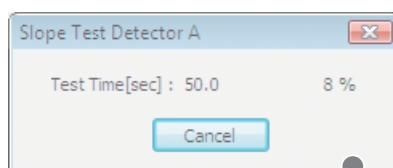
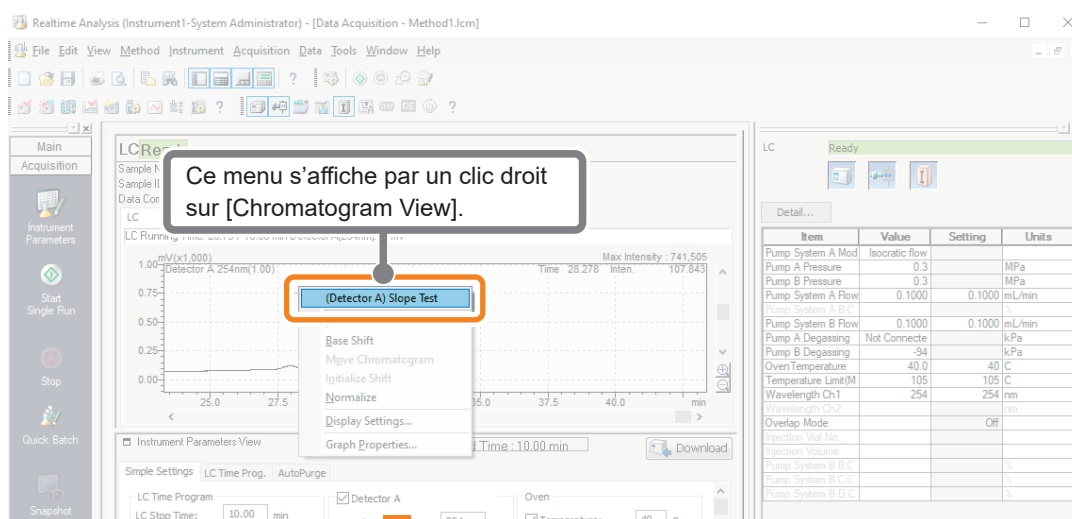


## Test de la pente

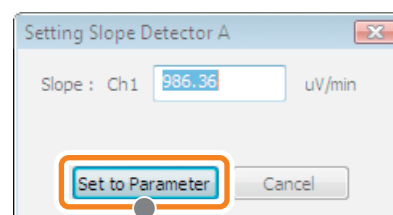
En effectuant le test de la pente (Slope Test), il est possible de définir automatiquement la sensibilité de détection des pics (valeur de pente), à partir du niveau du bruit de fond et de la dérive apparaissant sur le chromatogramme avant l'acquisition des données. Cette section décrit le test de la pente.



- On entend par valeurs de pente les valeurs numériques définissant les points de début et de fin d'un pic. Plus précisément, on considère qu'un pic commence au point où la pente ascendante dépasse la valeur prédéfinie et, à l'inverse, qu'un pic se termine au point où la pente descendante chute sous la valeur prédéfinie.
- Le test de la pente permet d'obtenir des valeurs de pente optimales à partir des données.



Le résultat de la mesure s'affiche à la fin du test.



Pour appliquer le résultat de la mesure aux paramètres d'intégration des pics, cliquez ici.



- Pour simplifier les valeurs prédéfinies, arrondissez-les par excès à l'entier le plus proche de la valeur de pente indiquée. Prenez par exemple "1000" pour 986.36.

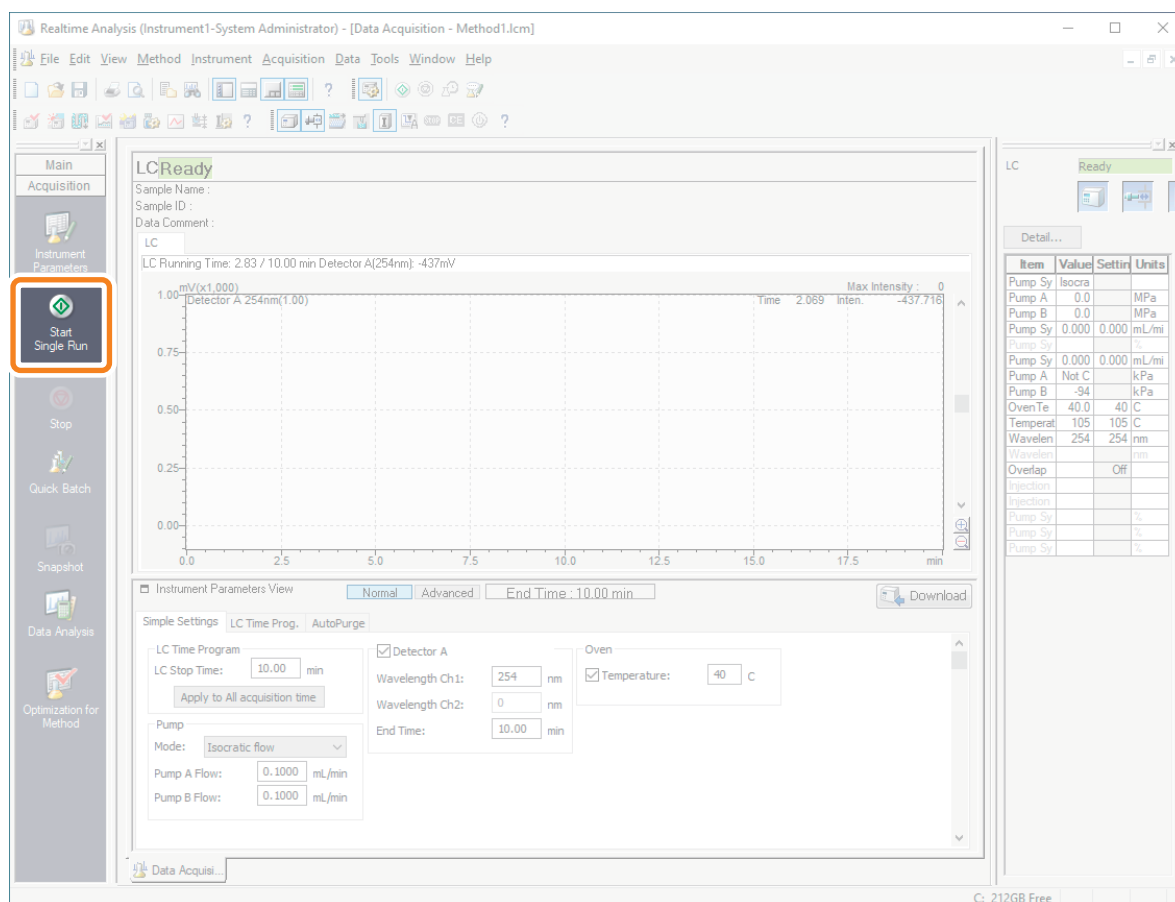
# Chapitre 3. Single Run (LC)

Ce chapitre décrit l'opération consistant à mesurer une seule fois (single run) un échantillon standard en utilisant un fichier de méthode enregistré "Tutorial\_Method.lcm".

Commencez par effectuer un single run sur un échantillon standard.

## 1 Ouvrez la fenêtre [Data Acquisition].

## 2 Ouvrez la sous-fenêtre [Single Run].



La sous-fenêtre [Single Run] s'ouvre.



### 3 Définissez les conditions d'un single run.

Cet exemple montre comment définir les conditions pour verser un échantillon contenant 10 ppm de parabènes dans le flacon n° 1 de l'échantillonneur automatique et injecter 10 µL de cet échantillon.

Single Run

Acquisition Information

Sample Name:

Sample ID:

Method File:

Data File: Create into:   
  
☐ Auto-Increment:

Sampler

Vial #:  Tray:   
Injection Volume:  µL

Advanced >> OK Cancel Help

Entrez "Test".

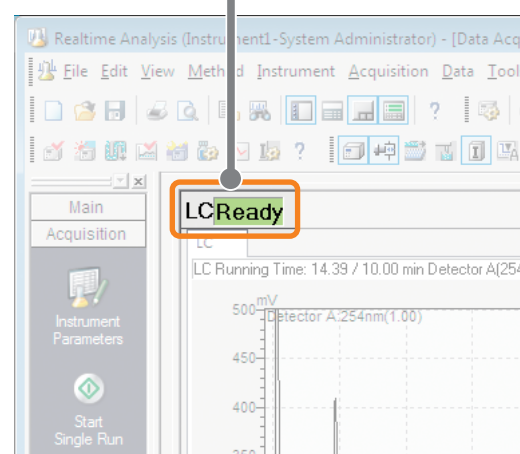
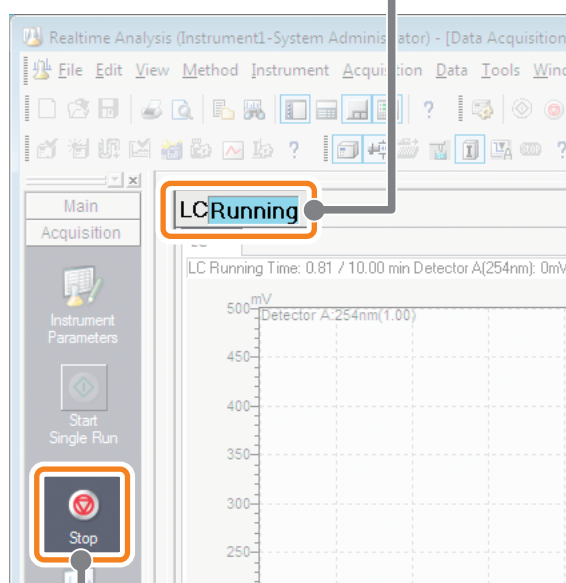
Vial# : 1  
Injection Volume : 10 µL  
Tray : 1

Cliquez ici pour lancer l'acquisition.



L'acquisition des données s'arrête automatiquement lorsque le temps [LC Stop Time] défini dans le fichier de méthode est écoulé.

Le statut devient **Ready** une fois l'acquisition des données terminée.



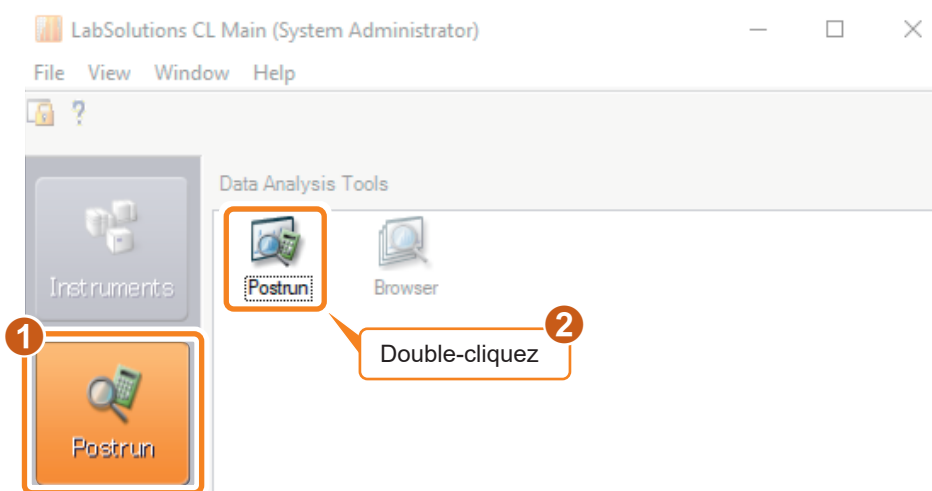
Cliquez ici pour annuler l'acquisition des données en cours de marche.

# Chapitre 4. Analyse des données (LC)

Une fois le single run terminé, contrôlez les données pour vérifier que les pics ont été correctement détectés.

Ce chapitre explique comment modifier les conditions d'intégration des pics du fichier de données "Test.lcd" obtenues en effectuant un single run, afin d'optimiser les paramètres d'intégration des pics.

## 1 Lancez le programme [Postrun Analysis].

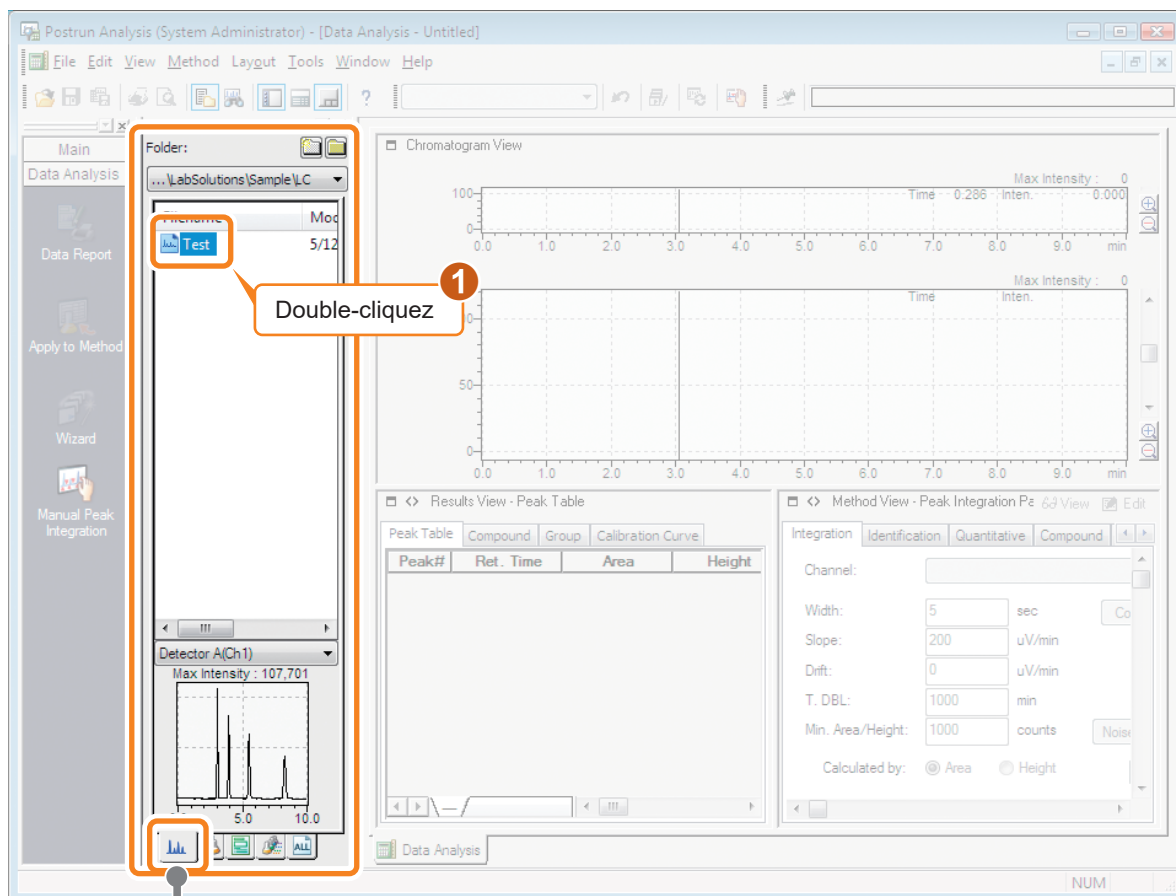


## 2 Ouvrez la fenêtre [Data Analysis].



La fenêtre [Data Analysis] s'ouvre.

### 3 Affichez “Test.lcd”.



Voir le chapitre “Data Analysis” dans le manuel *Operators Guide for LC System* pour en savoir plus sur la fenêtre “Data Analysis”.

Suite page suivante



## 4 Entrez les paramètres d'intégration des pics.

Cliquez sur **Edit** pour modifier la valeur de chaque paramètre.

Cliquez sur **View** pour lancer le traitement des données, dont les résultats s'affichent dans [Chromatogram View] et [Results View - Peak Table].

Peak#	Ret. Time	Area	Height
1	1.657	4782	1
2	3.046	582518	8
3	3.924	524530	8
4	5.505	527123	8
5	8.267	494019	8
Total		2132972	2943

Integration

Channel: Detector A - Ch1 (254nm)

Width: 5 sec

Slope: 1000 uV/min

Drift: 0

Calculated by: ☒ Area ☐ Height



**Conseil** Les largeurs correspondent à la largeur minimale à mi-hauteur (1/2) du pic à détecter.

L'optimisation de la largeur permet d'éliminer les pics de bruit de fond.

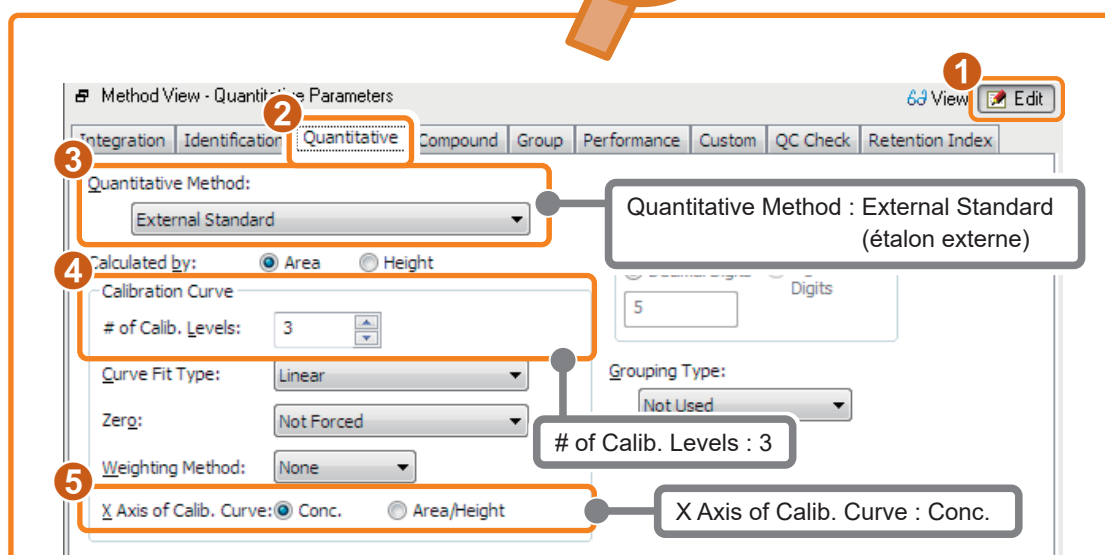
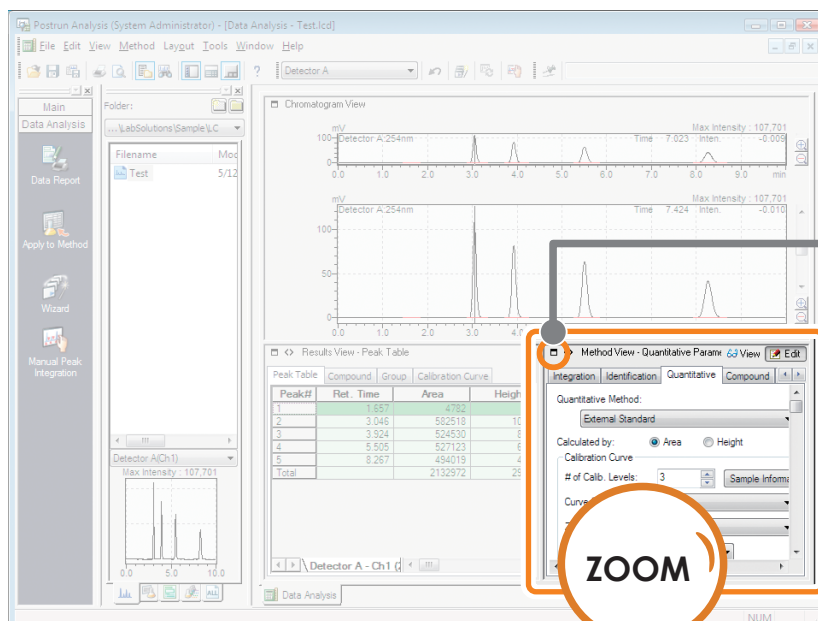
Définissez les points de début et de fin du pic par la valeur de pente.

Les points où les valeurs absolues de la pente de la ligne de base prennent ces valeurs correspondent au début et à la fin du pic.



Voir "Peak Integration Parameters" au chapitre "Data Analysis" du manuel *LC Operators Guide* pour en savoir plus sur les paramètres d'intégration des pics.

## 5 Entrez les paramètres quantitatifs.

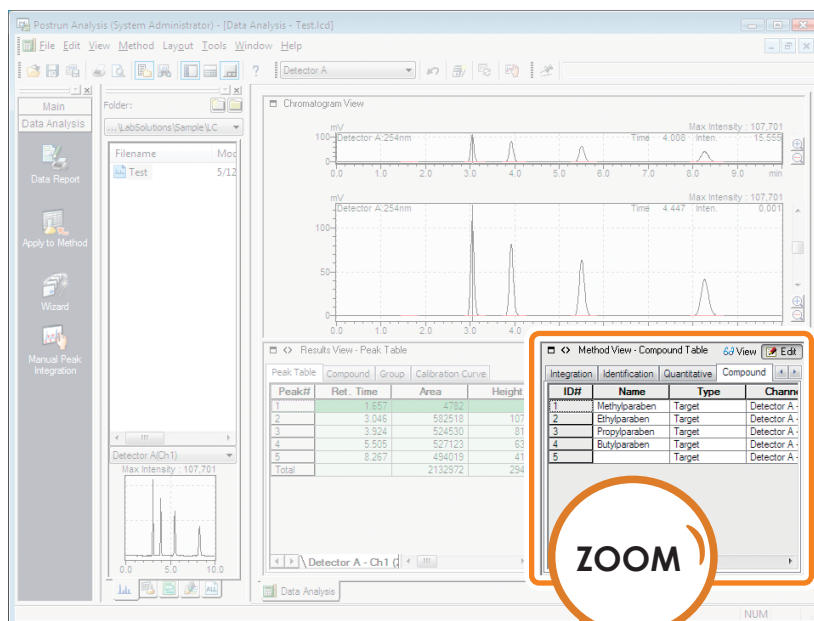


- La méthode [External Standard] consiste à calculer les concentrations à partir de la surface du pic (hauteur) d'échantillons inconnus, en utilisant une courbe d'étalonnage basée sur un échantillon standard.
- Dans le champ [# of Calib. Levels], indiquez le nombre de points de concentration de l'échantillon standard nécessaire à la création de la courbe d'étalonnage.
- Si vous créez des courbes d'étalonnage par la méthode des moindres carrés, cochez [Conc.] à la ligne [X Axis of Calib. Curve].

Suite page suivante



## 6 Complétez la table d'identification/quantification.



1

2

3

63 View

ID#	Name	Type	Channel	Ret. Time	Conc.(1)	Conc.(2)	Conc.(3)
1	Methylparaben	Target	Detector A - C	3.046	10	20	40
2	Ethylparaben	Target	Detector A - C	3.924	10	20	40
3	Propylparaben	Target	Detector A - C	5.505	10	20	40
4	Butylparaben	Target	Detector A - C	8.267	10	20	40

Name	Type	Ret. Time	Conc.(1)	Conc.(2)	Conc.(3)
Methylparaben	Target	3.046	10	20	40
Ethylparaben	Target	3.924	10	20	40
Propylparaben	Target	5.505	10	20	40
Butylparaben	Target	8.267	10	20	40

Cliquez sur **63 View** pour passer la couleur de fond des cellules en jaune afin de mettre en évidence les paramètres récemment modifiés.

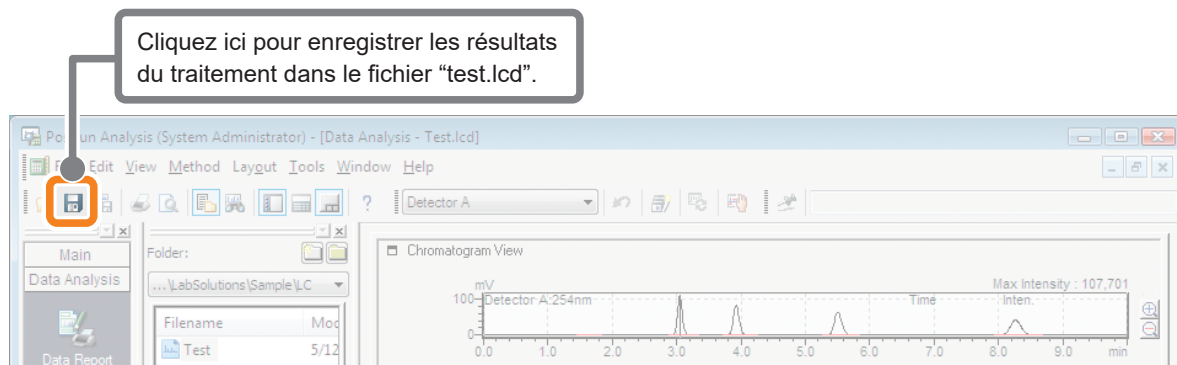


- Le résultat obtenu par l'acquisition des données sert à définir le temps de rétention [Ret. Time].
- Lorsque l'on sélectionne une cellule [Ret. Time] et que l'on clique sur le pic de la vue [Chromatogram View], le temps de rétention de ce pic s'inscrit automatiquement dans la cellule en question de la vue [Chromatogram View].  
Il est possible de définir le temps de rétention d'un simple clic de souris.

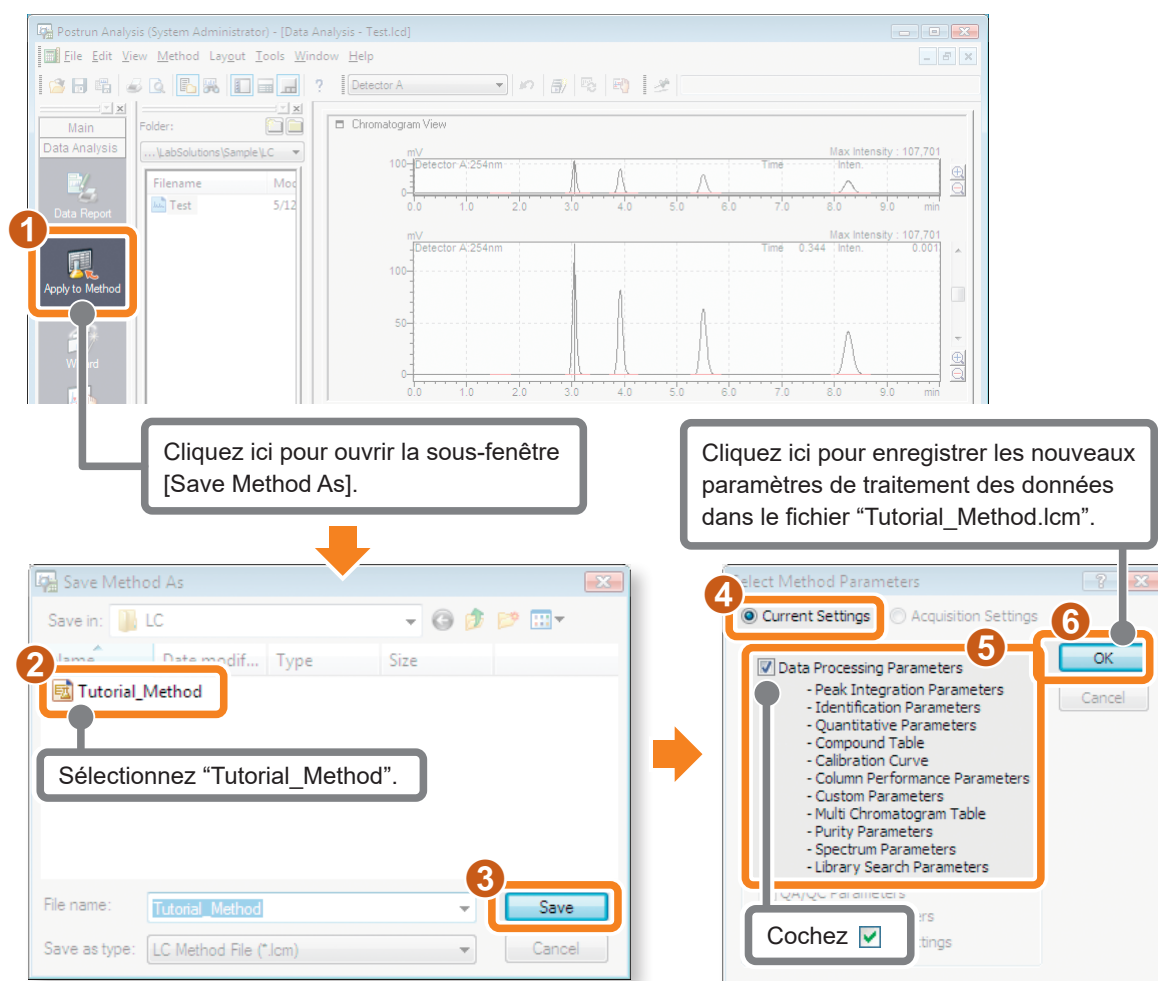


Voir "Compound Table Retention Times Using the Mouse" au chapitre "Data Analysis" du manuel *Operators Guide for LC System* pour en savoir plus sur le paramétrage des temps de rétention.


## 7 Enregistrez les résultats du traitement dans un fichier de données.



## 8 Enregistrez le fichier de méthode.



Pour appliquer à d'autres données les paramètres de traitement sauvegardés, effectuez l'une ou l'autre des opérations suivantes afin d'enregistrer les nouveaux paramètres dans le fichier de méthode ("Tutorial\_Method.lcm" dans cet exemple).

- Cliquez sur [Save Data and Method File] dans le menu [File].
- Cliquez sur  (Appliquer à la méthode) sur la barre d'assistant [Data Analysis] (opération décrite à l'étape 8 ci-dessus).



# Chapitre 5. Single Run (LCMS)

Configurez les paramètres des instruments LC et MS (conditions d'acquisition) dans la fenêtre [Data Acquisition] et effectuez une optimisation de la méthode et un single run.

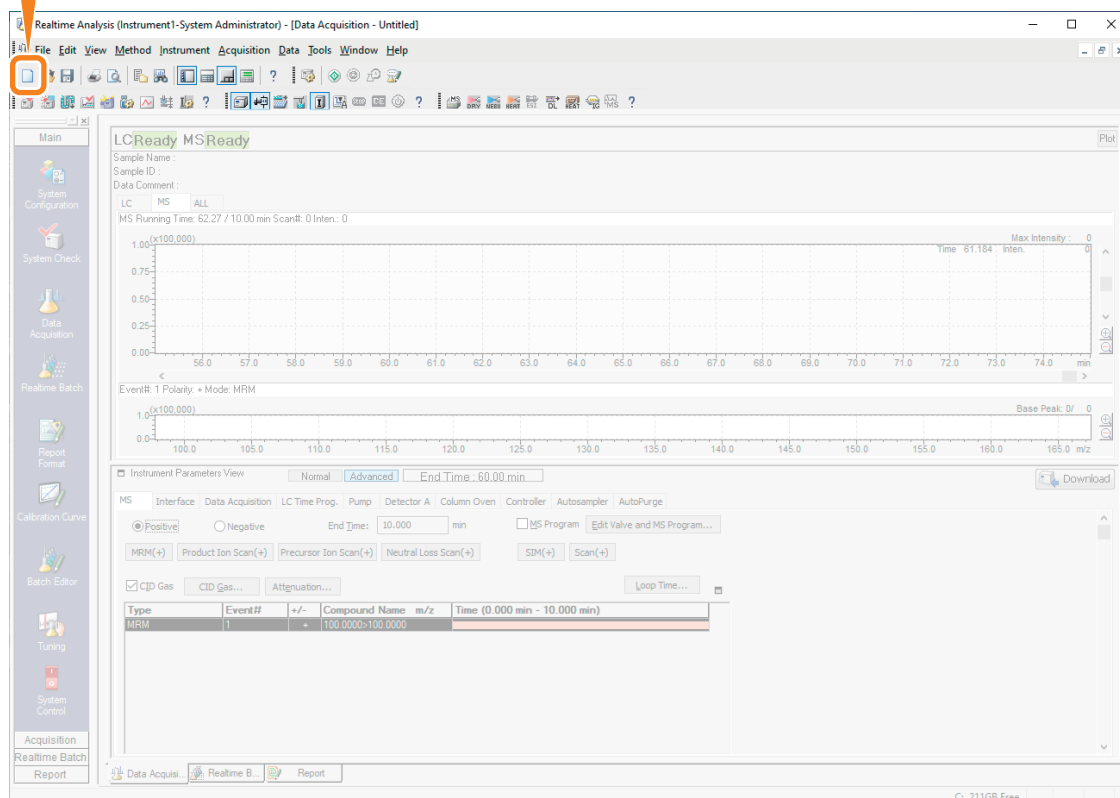
## 5.1 Création d'un fichier de méthode

### 1 Cliquez sur l'icône [New] dans la barre d'outils.

Cliquez sur 



Lorsque le message "Save current Method File?" (Enregistrer le fichier de méthode en cours ?) s'affiche, sélectionnez [No].





## 5.2 Préparation pour l'optimisation de la méthode

La mesure MRM (Multiple Reaction Monitoring) sur le LCMS/MS permet une acquisition de données quantitative à haute sensibilité.

Il est possible de déterminer automatiquement les conditions optimales d'acquisition de données MRM en effectuant une optimisation de la méthode.

Dans cet exemple, nous entrons les précurseurs  $m/z$  de 3 composés à utiliser pour l'acquisition de données quantitative et définissons les paramètres d'exécution de l'analyse en infusion (FIA) pour exécuter l'optimisation de la méthode.



“8 Method Optimization” dans le *Operators Guide for LCMS/MS system*.

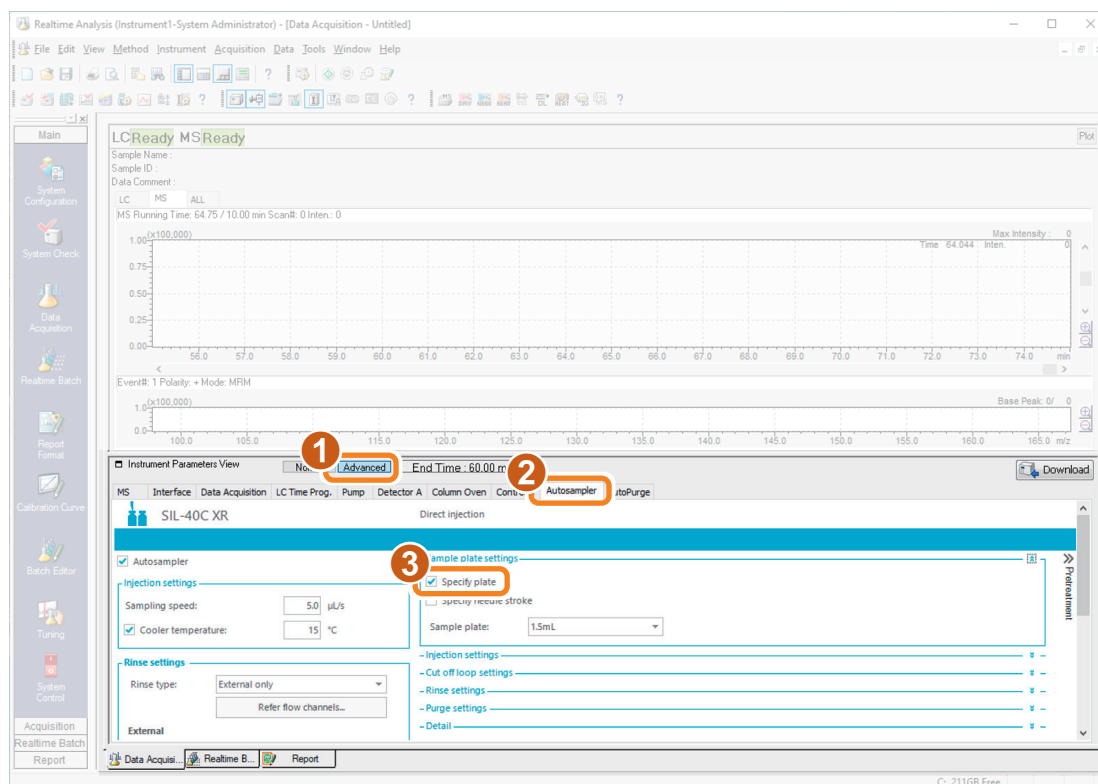
# 1

### Retirez la colonne.

Retirez la colonne si elle est montée sur le CTO-40C CL.

# 2

### Définissez le type de rack du passeur automatique d'échantillons.



### 3 Définissez les paramètres de l'instrument LC.

1. Normal

2. LC Stop Time: 0.50 min

3. [LC Stop Time] : 0,5

4. [Mode] : Gradient binaire  
[Total Flow] : 0,2  
[Pump B Conc.] : 70

5. [End Time] : 0,5

6. Download

#### ▼ Tips

#### Limites de pression de la pompe

La valeur de pression maximale de la colonne (résistance à la pression) est spécifiée dans le manuel d'instructions de la colonne. Utilisez la procédure suivante pour définir le seuil de pression (généralement, la résistance à la pression de la colonne) auquel la pompe cesse automatiquement de pomper pour protéger la colonne. Cette procédure change la valeur de la pression supérieure à 70 MPa, par exemple.

1. Advanced

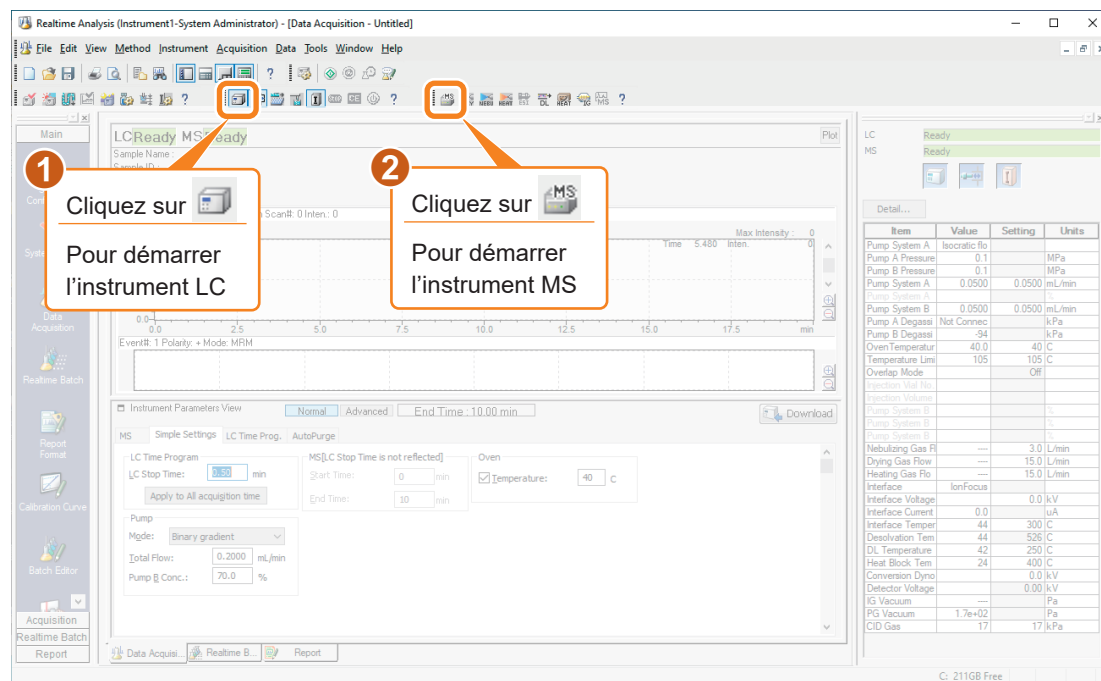
2. B.GE1

3. [Maximum] : 70

## 5.3 Contrôle de l'instrument

### 1 Prenez le contrôle de l'instrument.

La fiche DL doit être retirée avant de commencer l'analyse.



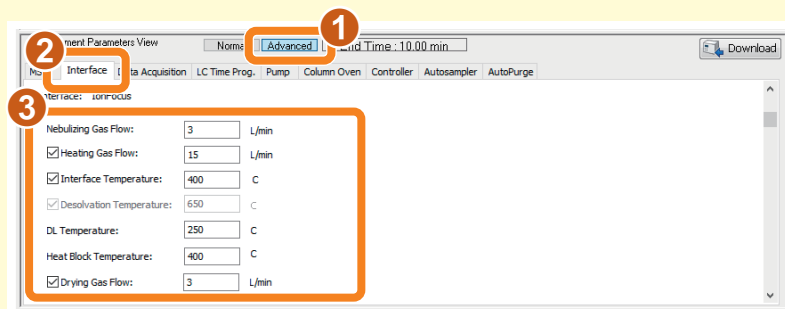
### 2 Purgez la pompe LC et l'injecteur automatique.

Purgez toujours la pompe après changement de la phase mobile.

#### ▼ Tips

Réglez la température de l'interface et le débit de gaz

La température de l'interface et le débit de gaz sont réglés conformément à la procédure suivante.



## 5.4 Exécution de l'optimisation de la méthode

Déterminez les paramètres optimaux pour l'acquisition de données MRM de chaque échantillon en exécutant une optimisation de la méthode.

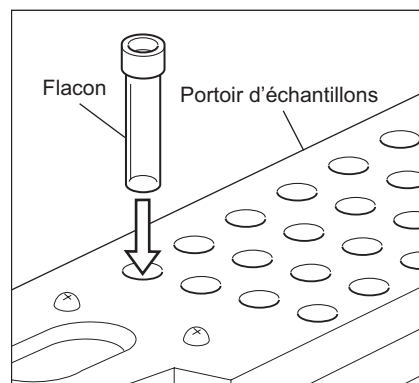


“8 Method Optimization” dans le *Operators Guide for LCMS/MS system*.

1

### Placez les échantillons dans l'échantillonneur automatique.

Flacon 1, échantillon A 0,5 ng/μl de solution  
Flacon 2, échantillon B 0,5 ng/μl de solution  
Flacon 3, échantillon C 0,5 ng/μl de solution



2

### Cliquez sur [Optimization for Method] dans la barre d'assistant [Acquisition].

**Optimization for Method**

**LCReady MSReady**

Sample Name:   
Sample ID:   
Data Comment:   
LC MS ALL   
MS Running Time: 0.00 / 10.00 min Scan#: 0 Inten: 0

Event#: 1 Polarity: + Mode: MRM

Instrument Parameters View

MS Simple Settings LC Time Prog. AutoPurge

MRM(+), Product Ion Scan(+), Precursor Ion Scan(+), Neutral Loss Scan(+), SIM(+), Scan(+)

Ch1 Precursor m/z Product m/z Dwell Time (msec) CE

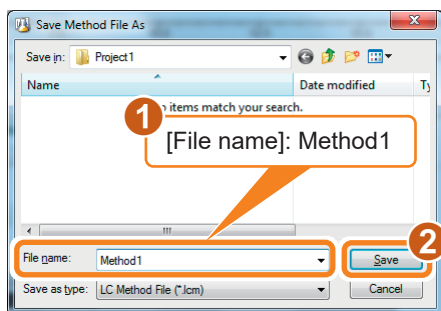
Ch	Precursor m/z	Product m/z	Dwell Time (msec)	CE
Ch1	100.0000	100.0000	100.0	35.0
Ch2				
Ch3				
Ch4				
Ch5				

Realtime Batch Report

Item Value Setting Units

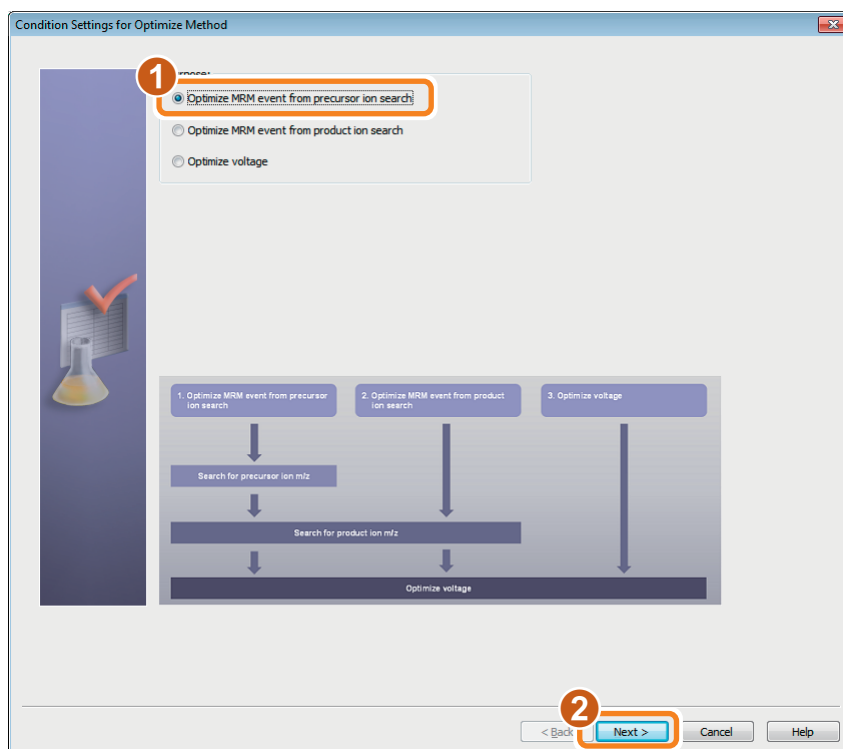
Item	Value	Setting	Units
Pump System A	Isocratic flo		
Pump A Pressure	0.0		MPa
Pump B Pressure	0.0		MPa
Pump System A	0.0500	0.0500	mL/min
Pump System B	0.0500	0.0500	mL/min
Pump A Degassi	Not Connect		kPa
Pump B Degassi	-34		kPa
Oven Temperature	40.0	40	C
Temperature Lim	105	105	C
Overlap Mode		Off	
Injection Vial No.			
Injection Volume			μL
Pump System B			μL
Pump System B			μL
Pump System B			μL
Nebulizing Gas R		3.0	L/min
Drying Gas Flow		15.0	L/min
Heating Gas Flo		15.0	L/min
Interface	IonFocus		
Interface Voltage		0.0	kV
Interface Current	0.0		uA
Interface Temper	44	300	C
Desolvation Tem	44	325	C
DL Temperature	42	250	C
Heat Block Tem	24	400	C
Conversion Dyno		0.0	kV
Detector Voltage		0.00	kV
IG Vacuum			Pa
PG Vacuum	1.7e+02		Pa
CID Gas	17	17	kPa

### 3 Enregistrez le fichier de méthode.



Cette sous-fenêtre ne s'affiche pas lorsqu'un fichier de méthode est déjà enregistré.

### 4 Sélectionnez [Optimize MRM event from precursor ion search].



## 5 Définissez les paramètres.

The screenshot shows the 'Condition Settings for Optimize Method' dialog box. Numbered callouts indicate the following steps:

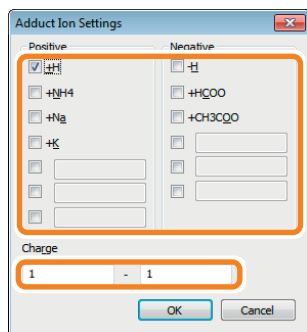
- 1**: Check 'Optimize Voltage' in the 'Search Precursor ion' section.
- 2**: Configure 'Precursor Ion Search Parameters', specifically 'Min Intensity' (20000) and 'Select the Precursor m/z from All Candidate'.
- 3**: Fill in the table for compound information.
- 4**: Click 'Adduct Ion...' to set 'Positive: +H' and 'Charge: 1 - 1'.
- 5**: Click 'Auto Selection Condition...'.
- 6**: Set 'Output Folder' to 'C:\LabSolutions\Data\Project1\'.
- 7**: Select 'Apply to method file' under the 'Save new method file' section.
- 8**: Click the 'Next >' button at the bottom right.

	Compound Name	Molecular weight	+/-	Start(min)	End(min)	Sample ID	Vial#	Tray	Inj Vol.
1	A	236.10	+/-	0.000	0.500	1	1	1.0	
2	B	454.20	+/-	0.000	0.500	2	1	1.0	
3	C	308.10	+/-	0.000	0.500	3	1	1.0	

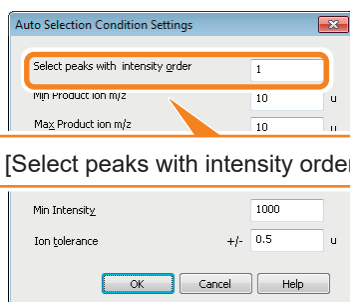
- 1 Cochez [Optimize Voltage].
- 2 Configurez les paramètres pour la sélection des ions précurseurs.
- 3 Configurez les informations des composants à rechercher.

	#1	#2	#3
[Compound Name]	A	B	C
[Molecular weight]	236,10	454,20	308,10
[+/-]	+/-	+/-	+/-
[Start (min)]	0,0	0,0	0,0
[End (min)]	0,5	0,5	0,5
[Vial#]	1	2	3
[Tray]	1	1	1
[Inj Vol.]	1,0	1,0	1,0

- 4 Configurez les ions d'addition et la plage de charge.



- 5 Configurez les conditions de sélection automatique pour le m/z du produit.



[Select peaks with intensity order] : 1

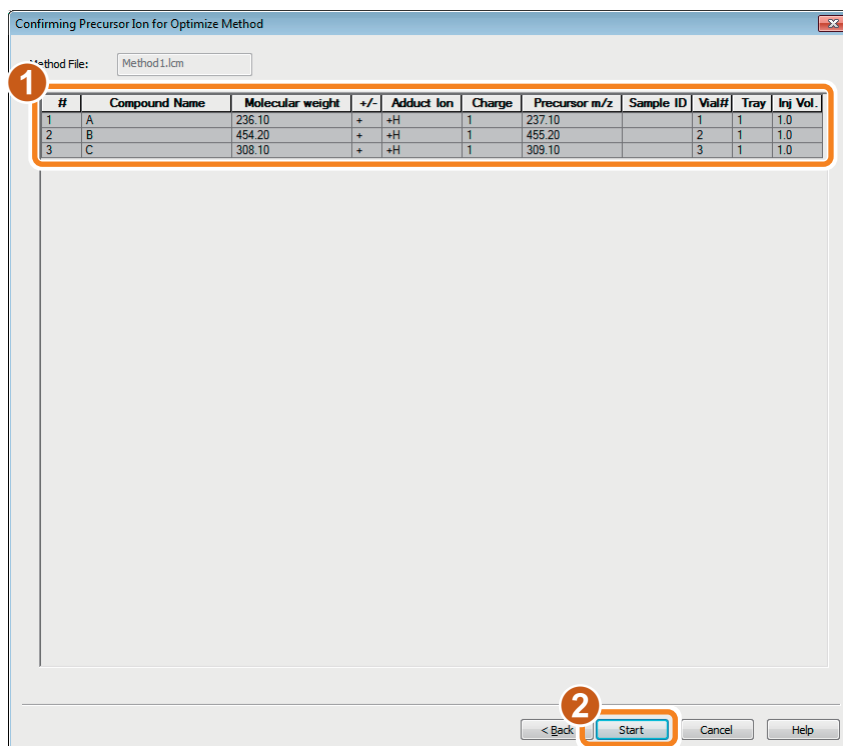
- 6 Un sous-dossier est créé sous le dossier précisé ici. Le nom du sous-dossier est déterminé par la date et l'heure. Les fichiers automatiquement créés pendant l'optimisation sortent dans ce dossier.



Pour contrôler le détail des résultats, ouvrez le fichier de données cible dans la fenêtre [MS Data Analysis].

- 7 Sélectionnez [Apply to method file].
- 8 Ouvrez la sous-fenêtre [Confirming Precursor Ion for Optimize Method].

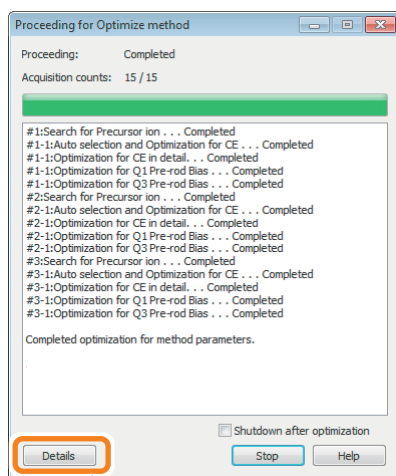
## 6 Confirmez le m/z du précurseur calculé et lancez la méthode d'optimisation.



Les mesures ayant un temps d'acquisition des données de 0,5 min. sont répétées 15 fois.



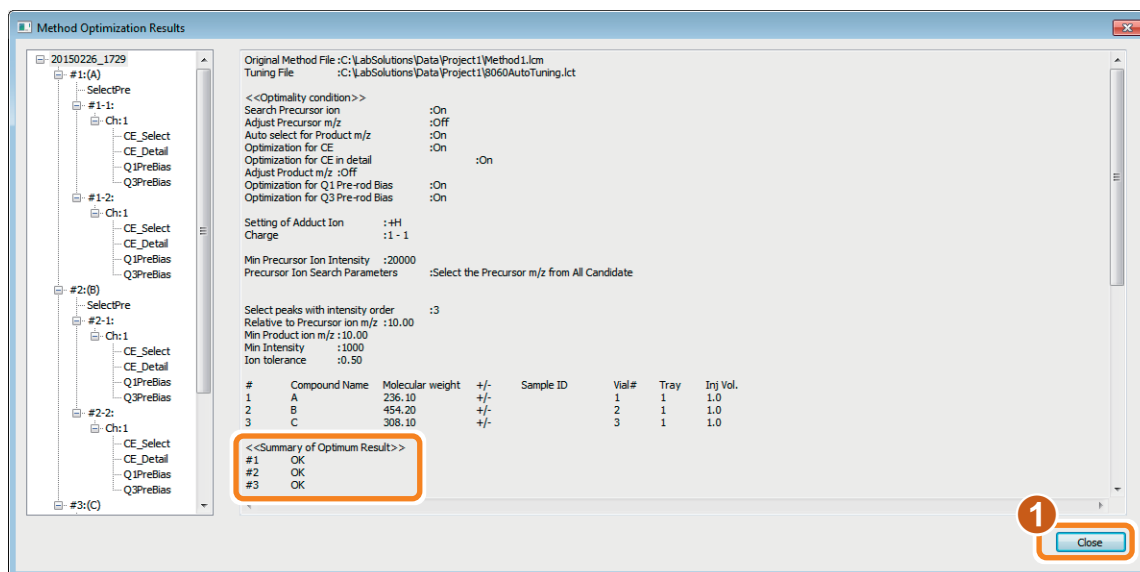
Une fois la méthode d'optimisation terminée, le mot "Completed" s'affiche sur la fenêtre.



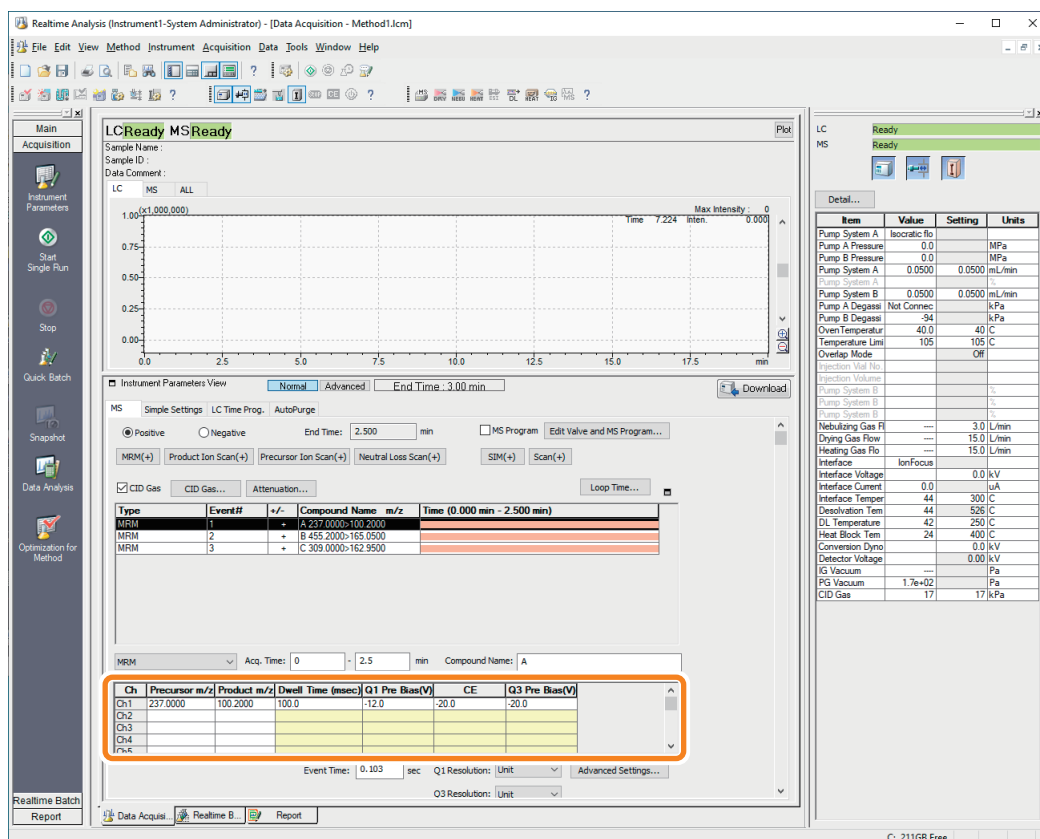
3 Pour contrôler les résultats de l'optimisation, cliquez sur le bouton [Details].



## 7 Vérifiez que les résumés de l'optimisation de la méthode sont OK et fermez la sous-fenêtre [Method Optimization Results].



Les résultats sont reflétés dans les paramètres de la méthode.



## ▼ Tips

Les valeurs m/z du précurseur peuvent être facilement calculées en combinant le poids moléculaire configuré dans la sous-fenêtre [Condition Settings for Optimize Method] et les ions d'addition, les polarités et les charges définies dans la sous-fenêtre [Adduct Ion Settings].

Lorsque des crêtes d'ions précurseurs sont observées, les valeurs m/z (poids moléculaire + additif) sont utilisées. De plus, les m/z d'ions précurseurs à utiliser ne sont pas les valeurs mesurées réelles lors de l'observation de crêtes mais des valeurs théoriques découlant d'un calcul.

Condition Settings for Optimize Method

Method File: Method1.lcm

Max Loop Time: 1.80 sec  
Predicted end time: 7.50 min

☒ Search Precursor ion  
☐ Adjust Precursor m/z  
☒ Optimize Voltage  
☒ Auto select product m/z  
☐ Adjust Product m/z

Advanced Setting...  
Auto Selection Condition...

Adduct Ion... Positive: +H  
Charge: 1 - 1

Precursor Ion Search Parameters  
Min Intensity: 20000  
☒ Select the Precursor m/z from All Candidate  
☐ Select the P...

#	Compound Name	Molecular weight	Start(min)	End(min)	Sample ID	Vial#	Tray	Inj Vol.
1	A	236.10	0.000	0.500		1	1	1.0
2	B	454.20	0.000	0.500		2	1	1.0
3	C	308.10	0.000	0.500		3	1	1.0



Adduct Ion Settings

Positive: ☒ +H ☒ H  
Negative: ☐ +NH4 ☐ +HCOO  
☐ +Na ☐ +CH3COO  
☐ +K ☐

Charge: 1 - 2

OK Cancel



Les valeurs m/z des ions précurseurs calculées sont affichées sur la liste.

Confirming Precursor Ion for Optimize Method

Method File: Method1.lcm

#	Compound Name	Molecular weight	+/-	Adduct Ion	Charge	Precursor m/z	Sample ID	Vial#	Tray	Inj Vol.
1	A	236.10	+	+H	1	237.10		1	1	1.0
2	A	236.10	+	+H	2	119.05		1	1	1.0
3	A	236.10	-	-H	1	235.10		1	1	1.0
4	A	236.10	-	-H	2	117.05		1	1	1.0
5	B	454.20	+	+H	1	455.20		2	1	1.0
6	B	454.20	+	+H	2	228.10		2	1	1.0
7	B	454.20	-	-H	1	453.20		2	1	1.0
8	B	454.20	-	-H	2	226.10		2	1	1.0
9	C	308.10	+	+H	1	309.10		3	1	1.0
10	C	308.10	+	+H	2	155.05		3	1	1.0
11	C	308.10	-	-H	1	307.10		3	1	1.0
12	C	308.10	-	-H	2	153.05		3	1	1.0

## 5.5 Définition des paramètres d'exécution du single run

Préparez un single run pour déterminer le temps de rétention de l'échantillon.

### 1 Installez la colonne.

Ouvrez la porte du CTO-40C CL et installez la colonne.

### 2 Définissez les paramètres de l'instrument MS.

Sélectionnez l'évènement n°1 et affichez le menu contextuel à l'aide d'un clic droit de la souris.

Entrez le temps d'acquisition de l'évènement n° 1.  
[Acq. Time]: 0 - 2,5

Sélectionnez [Set same measurement time].

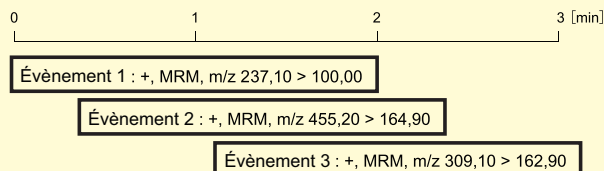
[784c] MS: Measurement time of all events are set value of the selected event. Do you wish to continue?

OK Cancel Help

## ▼ Tips

### Commutation de polarité pour chaque évènement

Sur le LCMS/MS, les conditions MS sont commutées successivement au cours d'une acquisition de données unique. Chaque condition MS individuelle est appelée "évènement" et il est possible de définir la polarité pour chaque évènement. Lorsque "MRM" est sélectionné comme type d'acquisition pour un évènement, définissez une combinaison [Precursor m/z] et [Product m/z] pour chaque canal (Ch) dans la table MRM. Pour l'optimisation des méthodes, créez un évènement pour chaque composant. Dans ce guide, trois évènements "MRM" sont préparés pour l'acquisition quantitative de trois composants et l'optimisation de la méthode est exécutée pour déterminer le [Product m/z] optimal. Si plusieurs évènements sont enregistrés, lorsque le "temps d'évènement" défini pour l'évènement en cours d'exécution est écoulé, l'évènement programmé suivant s'exécute. Lorsque le dernier évènement enregistré pour un temps spécifique se termine, le premier évènement démarre. (Dans le cas de 1 [min] dans l'exemple de l'illustration ci-dessous, Évènement 1 → Évènement 2 → Évènement 1 et, dans le cas de 2 [min], Évènement 2 → Évènement 3 → Évènement 2, etc.) Le temps nécessaire à exécuter un cycle unique est appelé le "temps de boucle".



**Sélectionner la polarité de l'évènement.**

**Cliquer sur le type d'acquisition de l'évènement.**

**La table des évènements s'affiche.**

**Entrer une combinaison de [Precursor m/z] et [Product m/z] pour chaque canal (Ch) dans la table MRM.**

Type	Event#	z/-	Compound Name	m/z	Time (0.000 min - 2.500 min)
MRM	1	+	A 237.0000-100.2000		
MRM	2	+	B 455.2000-165.0500		
MRM	3	+	C 309.0000-162.9500		

Ch	Precursor m/z	Product m/z	Dwell Time (msec)	Q1 Pre Bias(V)	CE	Q3 Pre Bias(V)
Ch1	237.0000	100.2000		-12.0	-20.0	-20.0
Ch2						
Ch3						
Ch4						



"237,10 > 100,00" indique une transition MRM. Le terme à gauche du signe ">" est exprimé comme [Precursor m/z] et le terme à droite comme [Product m/z].



Lorsque les composés sont différents, veuillez modifier et définir le nombre de l'évènement.



Ch1 est utilisé pour le calcul quantitatif.



"2 Data Acquisition" dans le *Operators Guide for LCMS/MS system*.

## ▼ Tips

### Vérifiez le temps de la boucle

Cliquez sur **Loop Time...** pour afficher l'heure de la boucle.

**Maximum Loop Time(sec): 0.309**

Start - End Time(min)	Event	Loop Time(sec)	Dwell Time(msec)
0.000 - 10.000	3	0.309	100.0

Maximum Event: 3  
Minimum Dwell Time(msec): 100.0  
Maximum Dwell Time(msec): 100.0

Le temps de boucle maximum est fixé à environ 1/20 de la largeur du pic en ajustant le temps de dépression (Dwell Time).

### 3 Définissez les paramètres de l'instrument LC.

1. End Time: 3.00 min

2. LC Stop Time: 3.00 min

3. [LC Stop Time] : 3,0

4. [Mode] : Gradient binaire  
[Total Flow] : 0,4  
[Pump B Conc.] : 8

5. [End Time] : 2,5  
[Temperature] : 40

6. Download

Item	Value	Setting	Units
Pump System A	Isocratic flow		
Pump A Pressure	0.0		MPa
Pump B Pressure	0.0		MPa
Pump System A	0.0500	0.0500	mL/min
Pump System B	0.0500	0.0500	mL/min
Pump A Degass	Not Connected		kPa
Pump B Degass	Not Connected		kPa
Oven Temperature	40.0	40	C
Temperature Limit	105	105	C
Overlap Mode		Off	
Direction Valve No.			
Injection Volume			
Pump System B			
Pump System B			
Nebulizing Gas B		3.0	L/min
Drying Gas Flow		15.0	L/min
Heating Gas Flow		15.0	L/min
Interface	IonFocus		
Interface Voltage		0.0	kV
Interface Current		43	uA
Interface Temp		300	C
Desolvation Temp		43	526 C
DL Temperature		42	250 C
Heat Block Temp		24	400 C
Conversion Dyno		0.0	kV
Detector Voltage		0.00	kV
IG Vacuum			Pa
PG Vacuum	1.7e+02		Pa
CID Gas	17	17	kPa

### 4 Définissez les conditions de gradient.

Changer le rapport de mélange de la phase mobile.

1. End Time: 3.00 min

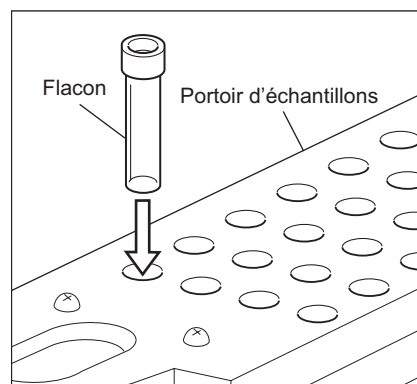
2. Définissez les paramètres [Time], [Flow], [A.Conc], [B.Conc] et [B.Curve] comme indiqué.

Time	Flow	A.Conc	B.Conc	B.Curve
1	0.4000	92.0	8.0	0
2	1.50	0.4000	10.0	90.0
3	2.50	0.4000	10.0	90.0
4	2.60	0.4000	92.0	8.0
5				

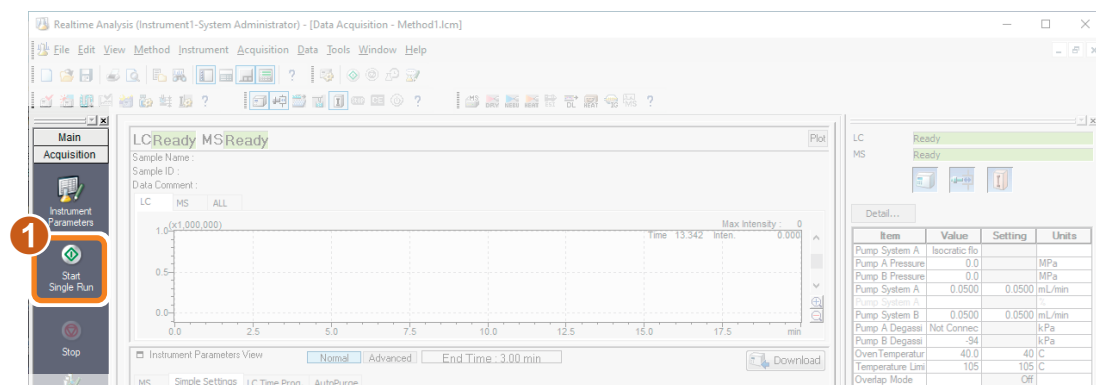
## 5.6 Exécution d'un single run pour déterminer le temps

### 1 Placez les échantillons dans l'échantillonneur automatique.

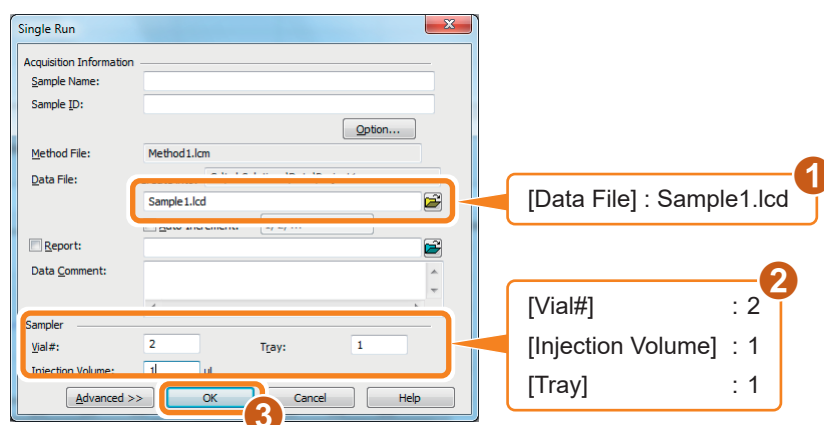
Flacon 2, analytes mélange A, B, C 0,05 ng/μL



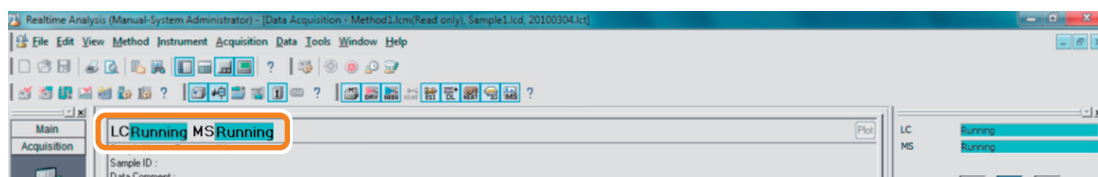
### 2 Ouvrez la sous-fenêtre [Single Run].



### 3 Définissez les conditions pour un single run.



3 Cliquez sur [OK] pour démarrer l'acquisition.



L'acquisition de données se termine automatiquement dès que le temps d'acquisition [Acquisition Time] défini dans le fichier de méthode est écoulé.

### ▼ Tips

#### Changer le chromatogramme affiché

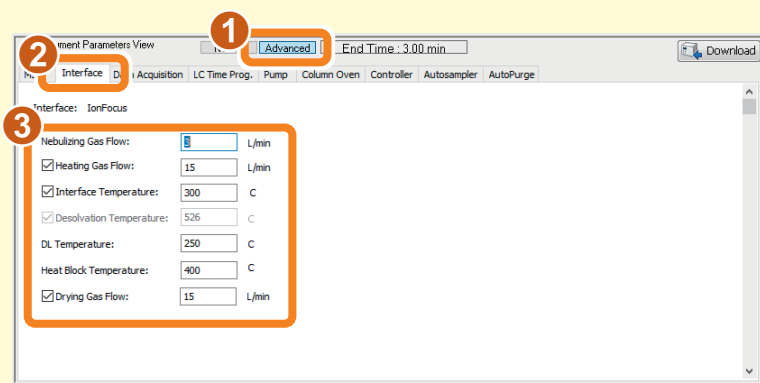
Pour changer le chromatogramme à afficher dans la fenêtre [Data Acquisition], cliquez sur le chromatogramme avec le bouton droit de la souris et sélectionnez [Display Settings].



### ▼ Tips

#### Régler la température de l'interface et le flux de gaz

La température de l'interface et le flux de gaz sont réglés en fonction de la procédure suivante.

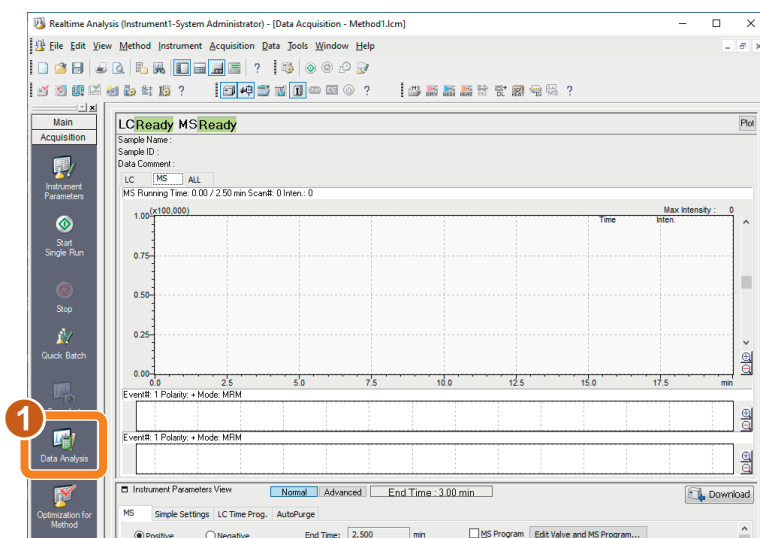


# Chapitre 6. Vérification des résultats du single run (LCMS)

## 6.1 Ouverture des résultats du single run dans la fenêtre [MS Data Analysis]

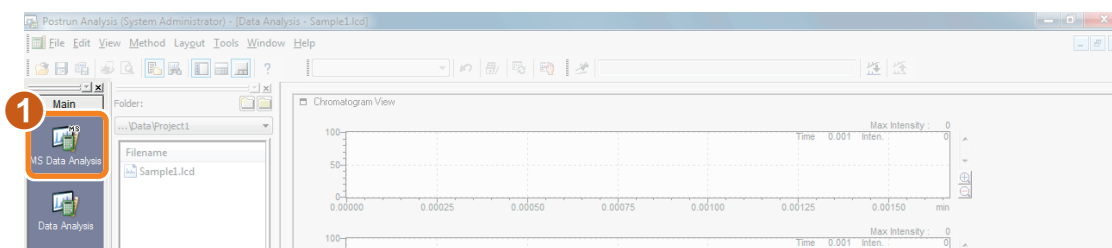
Affichez les résultats du single run dans la fenêtre [MS Data Analysis] et définissez les paramètres de l'acquisition des données quantitative.

### 1 Cliquez sur [Data Analysis] dans la barre d'assistant [Acquisition].

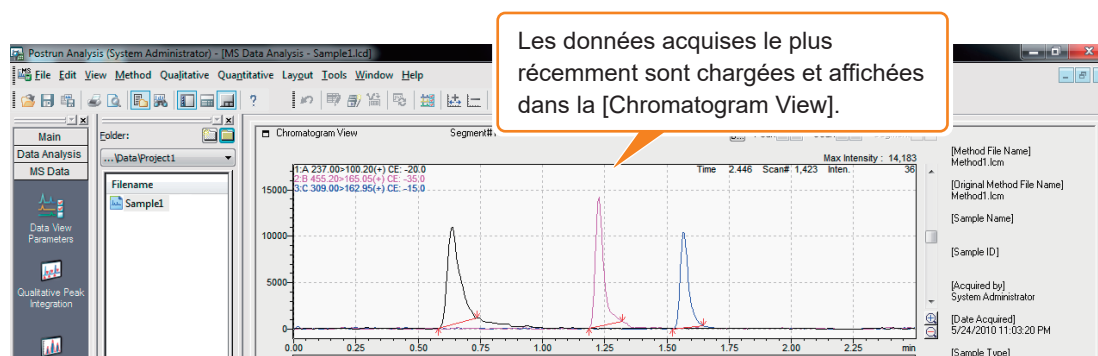


Le programme [Postrun Analysis] démarre.

### 2 Cliquez sur [MS Data Analysis] dans la barre d'assistant [Main].



La fenêtre [MS Data Analysis] s'ouvre.



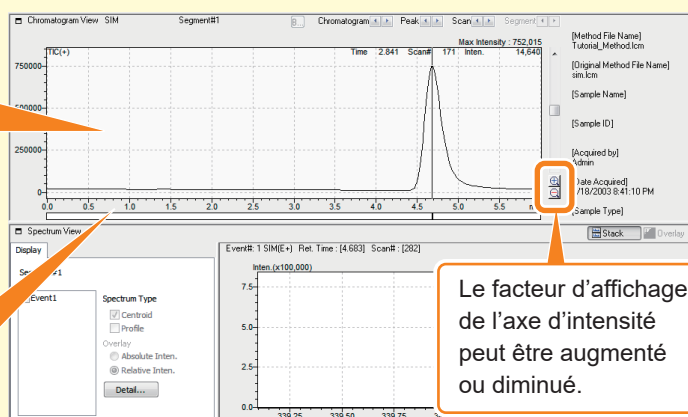


## ▼ Tips

## A propos de la visualisation

Il est possible d'effectuer un zoom sur une zone d'un graphique et de l'afficher en la sélectionnant et en étendant la sélection à l'aide de la souris. Un clic droit de la souris sur le graphique donne accès aux menus [Initialize Zoom], [Redo Zoom] et [Undo Zoom].

Faites glissez la bordure du cadre pour modifier la taille relative de chaque vue.



Le facteur d'affichage de l'axe d'intensité peut être augmenté ou diminué.

## 6.2 Configuration de la table d'identification/quantification

Pour un traitement quantitatif, utilisez un "échantillon standard" de concentration connue pour créer une "courbe d'étalonnage".

Utilisez cette courbe d'étalonnage pour calculer la concentration des composants dans l'échantillon inconnu.

Dans cet exemple, nous créons une courbe d'étalonnage en injectant 1 µl de 0,01, 0,05, 0,1 et 0,5 ng/µl d'échantillon standard contenant les échantillons à analyser A, B et C.

### 1 Définissez les paramètres d'intégration de pics dans la fenêtre [MS Data Analysis].

1. Cliquez sur l'icône **Edit** (à droite de la fenêtre).

2. Cliquez sur l'onglet **Integration**.

3. Sélectionnez **Advanced** dans la section **Integration**.

4. Entrez la valeur **100** dans le champ **Slope**.

[Slope] : 100

**Conseil** Entrez un millième de l'amplitude de pic attendue. Si aucun pic n'est détecté, divisez par deux le paramètre de la pente et réessayez.



Les icônes **Edit** et **View** permettent de basculer entre le mode d'édition [Edit Mode] et le mode de visualisation [View Mode]. Il est impossible de modifier les paramètres dans le mode vue [View Mode]. Le passage du mode d'édition [Edit Mode] au mode de visualisation [View Mode] enregistre les modifications et exécute les opérations correspondantes.

## 2 Entrez les paramètres quantitatifs.

**1** [Quantitative Method] : étalonnage externe

**2** [# of Calib. Levels] : 4

**3** [Curve Fit Type] : Linear

## 3 Entrez le temps de rétention de l'échantillon dans la table d'identification/quantification.

**1** Cliquez sur le pic dans la [Chromatogram View].

**2** Cliquez

**3** Cliquez

**4** Cliquez

Le temps de rétention est entré automatiquement.

## 4 Entrez la concentration de l'échantillon standard dans la table d'identification/quantification.

1

[Type] : Cible  
[Conc. (1)] : 0,01  
[Conc. (2)] : 0,05  
[Conc. (3)] : 0,1  
[Conc. (4)] : 0,5

ID#	m/z	Ret. Time	Conc. (1)	Conc. (2)	Conc. (3)	Conc. (4)
1	237.00-100.20	0.633	0.01	0.05	0.1	0.5
2	455.20-165.05	1.229	0.01	0.05	0.1	0.5
3	309.00-162.95	0.630	0.01	0.05	0.1	0.5
4	TIC	0.001	0.01	0.05	0.1	0.5

## 5 Cliquez sur l'icône View pour quitter le [Edit Mode] et exécuter l'intégration des pics quantitative.

2

1

Integration	Identification	Quantitative	Compound	Group	Performance	Spectrum	Library	Check
ID#	m/z	Ret. Time	Conc. (1)	Conc. (2)	Conc. (3)	Conc. (4)		
1	237.00-100.20	0.633	0.01	0.05	0.1	0.5		
2	455.20-165.05	1.229	0.01	0.05	0.1	0.5		
3	309.00-162.95	0.630	0.01	0.05	0.1	0.5		

## 6 Vérifiez les résultats de l'intégration des pics quantitative et enregistrez le fichier de méthode.

**1** Cliquez pour enregistrer la modification. Ceci remplacera les paramètres de quantification dans la méthode actuelle.

**2** Contrôlez la présence du repère du pic identifié (▼) sur le pic du chromatogramme pour vous assurer que l'échantillon standard est identifié correctement.

**3** Les repères ↑ et ↓ indiquent les points de départ et de fin de la détection du pic. Si l'intégration échoue, ajustez la valeur de pente parmi les paramètres d'intégration du pic.

ID#	Name	Ret. Time	Conc.
1	A	0.637	0.010
2	B	1.226	0.009
3	C	1.566	0.010

**4** Assurez-vous que la "Method1" (méthode 1) est sélectionnée.

**5**

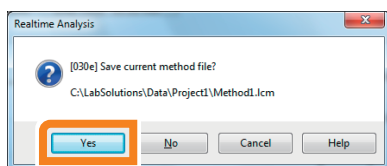
**Conseil** Si un pic est détecté mais pas identifié, vérifiez le temps de rétention dans la table d'identification/quantification et la largeur de la fenêtre dans les paramètres d'identification.

**6**

Le fichier de méthode est écrasé et enregistré.



Le message suivant s'affiche lorsque le champ [Method1] de la fenêtre [Data Acquisition] est en cours d'édition.



Cliquez sur [Yes] pour poursuivre le traitement.

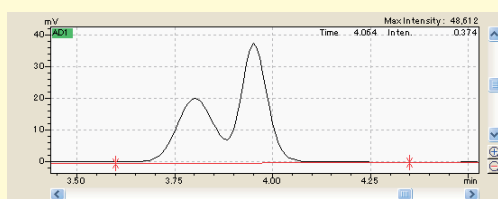
## ▼ Tips

### Paramètres d'intégration d'un pic unique

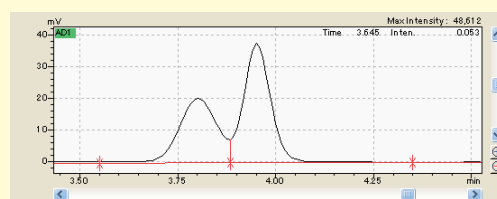
Pour commencer, définissez des valeurs plus petites pour la largeur et la pente. Doublez ensuite les valeurs pour contrôler l'état de détection du pic.

La définition d'une valeur de largeur importante empêche la détection de pics dans le bruit environnant. De même, la définition d'une valeur de pente importante empêche la détection de pics dans les ondulations lentes de ligne de base. Répétez les ajustements de paramètres ci-dessus jusqu'à ce que plus aucun pic non désiré ne soit détecté puis utilisez ces paramètres comme paramètres d'intégration du pic.

#### Exemple de définition de la largeur

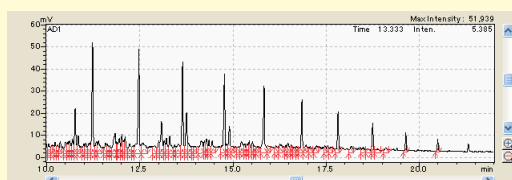


Avec une [Width] fixée à 30, les données sont traitées comme un pic.

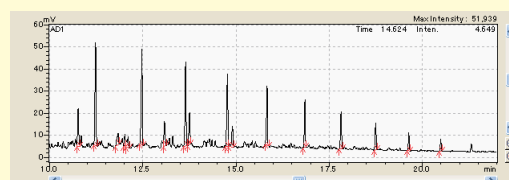


Lorsque la largeur [Width] est fixée à 10, les données sont traitées comme deux pics.

#### Exemple de définition de la pente



Lorsque la pente [Slope] est fixée à 1000, même les petits pics parasites sont détectés.

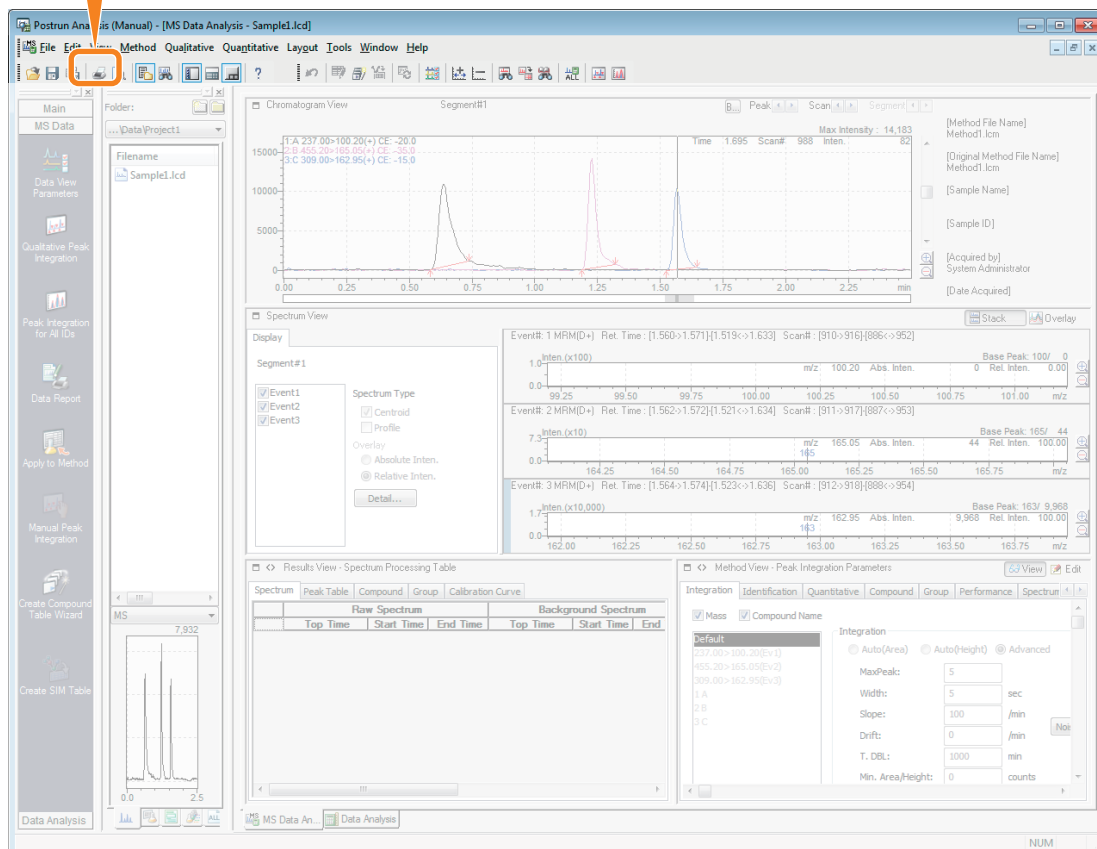


Lorsque la pente [Slope] est fixée à 100000, seuls les pics supérieurs au paramètre de la pente sont détectés.

## 6.3 Impression des résultats

### ■ Impression des informations affichées dans la fenêtre

1 Cliquez

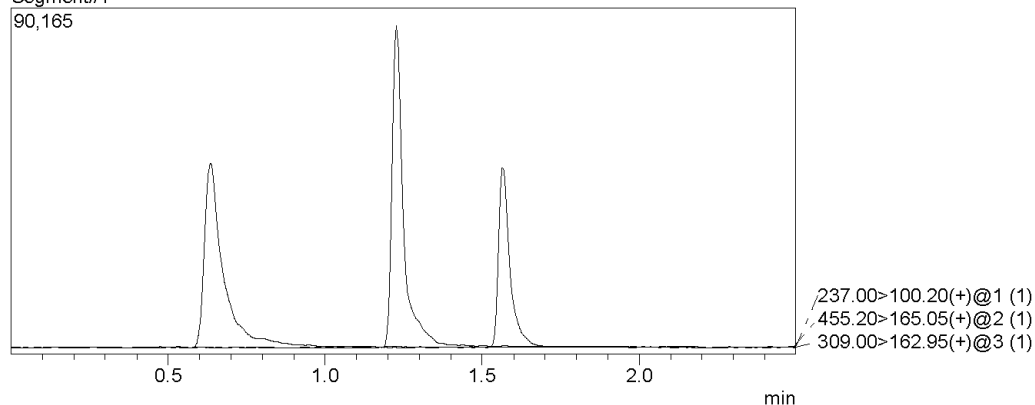


# ==== Shimadzu Labsolutions Data Report ====

Sample ID :  
Data Filename : Sample1.lcd  
Date Acquired : 5/25/2010 2:38:05 PM

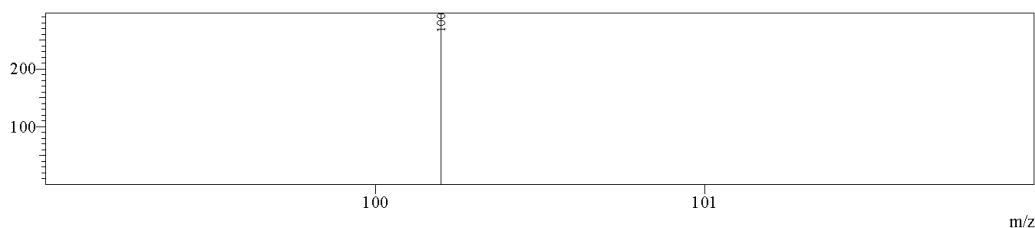
## <Chromatogram>

Segment#1

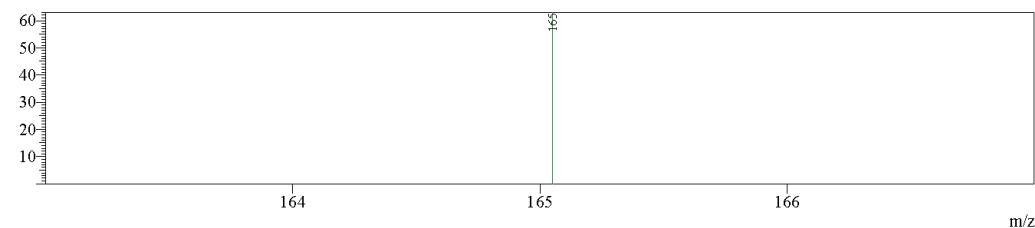


## <Spectrum>

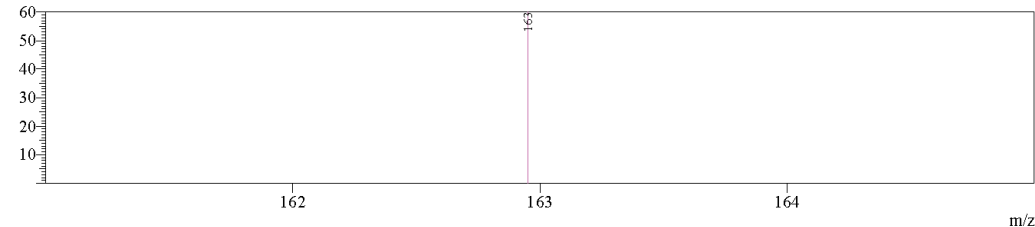
R.Time:0.999(Scan#:583)  
MassPeaks:1 BasePeak:100(297)  
Polarity:Positive Segment 1 - Event 1



R.Time:1.001(Scan#:584)  
MassPeaks:1 BasePeak:165(63)  
Polarity:Positive Segment 1 - Event 2



R.Time:1.003(Scan#:585)  
MassPeaks:1 BasePeak:163(60)  
Polarity:Positive Segment 1 - Event 3

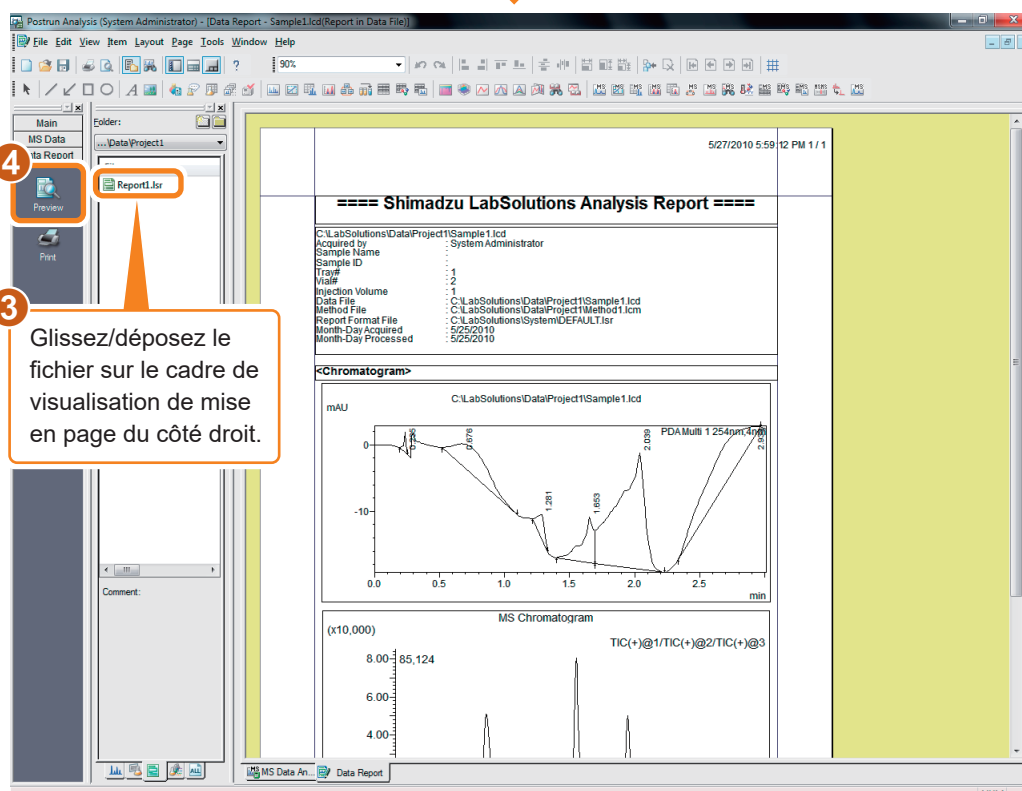
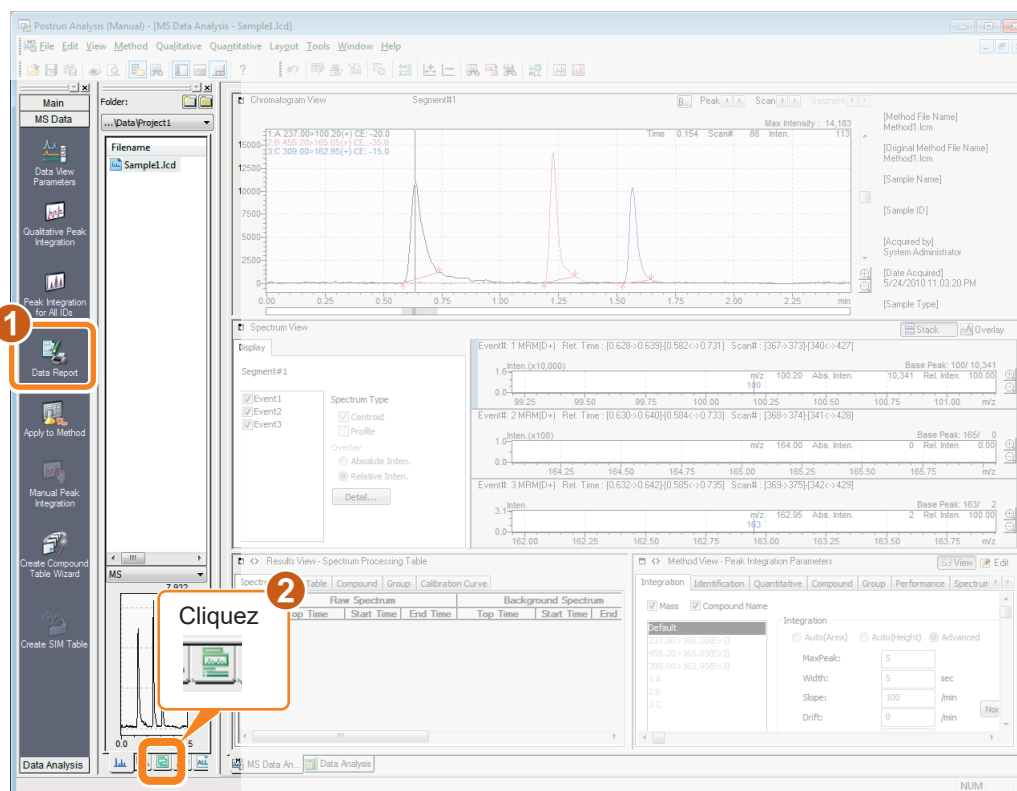




## Procédez à la mise en page du rapport

Il est possible de modifier la mise en page des rapports de données.  
La procédure charge et imprime le rapport du fichier Report.Isr.

### 1 Sélectionnez [Data Report] pour ouvrir la fenêtre [Report].

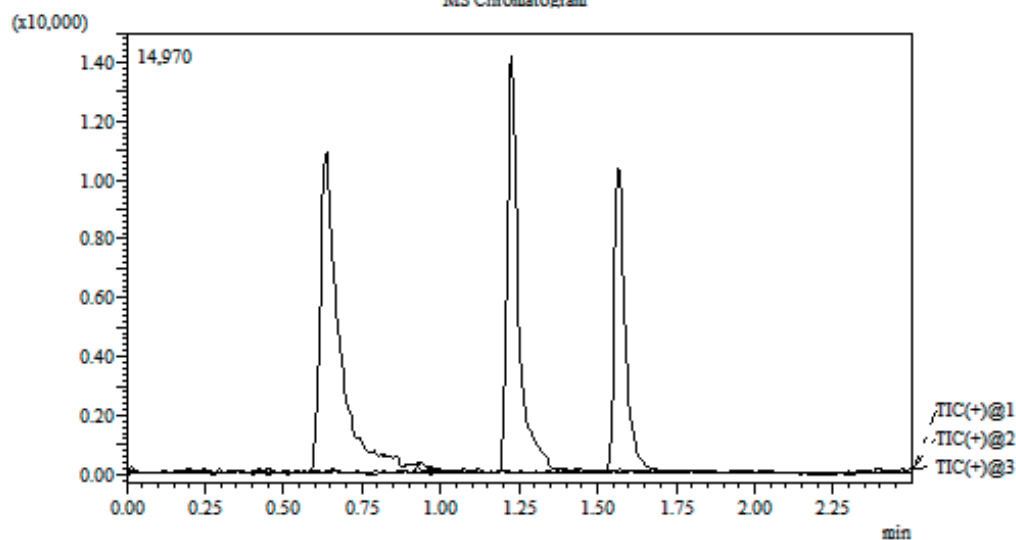


## Exemple d'impression de format de rapport

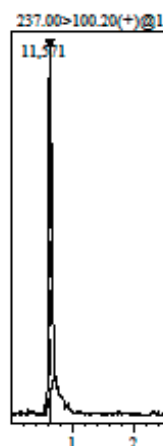
Acquired by : System Administrator  
 Date Acquired : 5/24/2010 11:03:20 PM  
 Sample Type : Standard  
 Level# : 1  
 Sample Name :  
 Sample ID :  
 ISTD Amount : (Level1 Conc.)  
 Sample Amount : 1  
 Dilution Factor : 1  
 Tray# : 1  
 Vial# : 1  
 Injection Volume : 1  
 Data File : Sample1.lcd  
 Method File : Method1.lcm  
 Original Method File : Method1.lcm  
 Report Format File : DEFAULT.rpt  
 Tuning File : Tuning.lct  
 Processed by : Manual  
 Date Processed : 6/14/2013 3:09:25 PM

### Sample Information

### MS Chromatogram

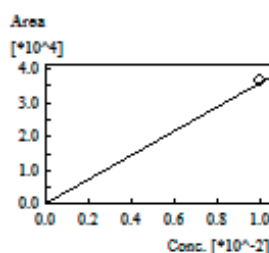


### Mass Quant Graph



ID# : 1  
 Type: Name:  
 RetTime: 0.637  
 Area: 35904  
 Conc.: 0.010ppm  
 Event: 1

m/z: 237. ID# : 1 m/z : 237.00>  
 Name : A  
 Target Function :  $f(x) = 3.61950e+006 \cdot x + 0$   
 R<sub>1</sub>=1.000000 R<sub>2</sub>=1.000000  
 MeanRF: 3.619502e+006 RF SD: 0.000000e+000 RF %RSD: 0.000000  
 FitType : Linear  
 ZeroThrough : Not Through  
 Weighted Regression : 1/C<sup>2</sup>  
 Quantitation Method : External Standard



#	Conc./Ratio
1	0.01

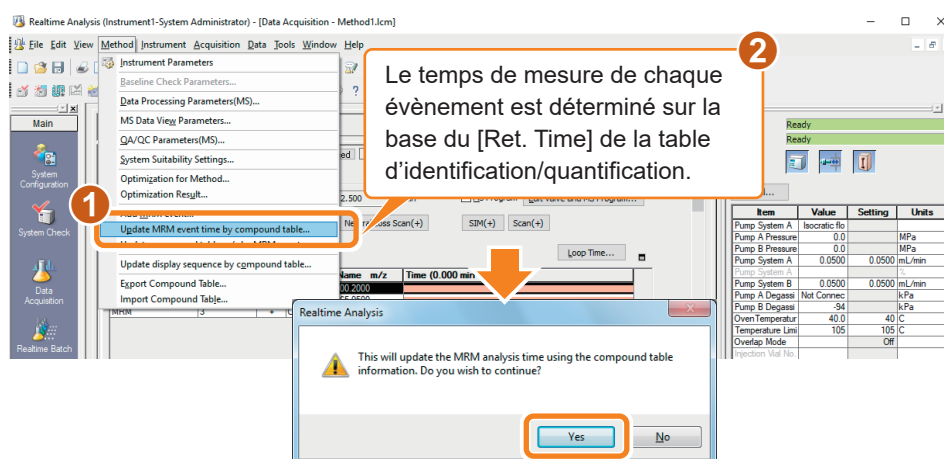
MeanArea	Area
36195	36195

# Chapitre 7. Séquence en temps réel

## 7.1 Création d'un tableau de séquence

Sélectionnez un tableau de séquence à l'aide du fichier de méthode créé pour l'analyse séquentielle en temps réel. Nous effectuons ici un calcul quantitatif pour un échantillon contenant A, B et C à 0,075 ng/μl chacun.

### 1 Dans la fenêtre [Data Acquisition], changez le temps de mesure pour chaque évènement.



Le temps de mesure de chaque évènement est déterminé sur la base du [Ret. Time] de la Table de Position.

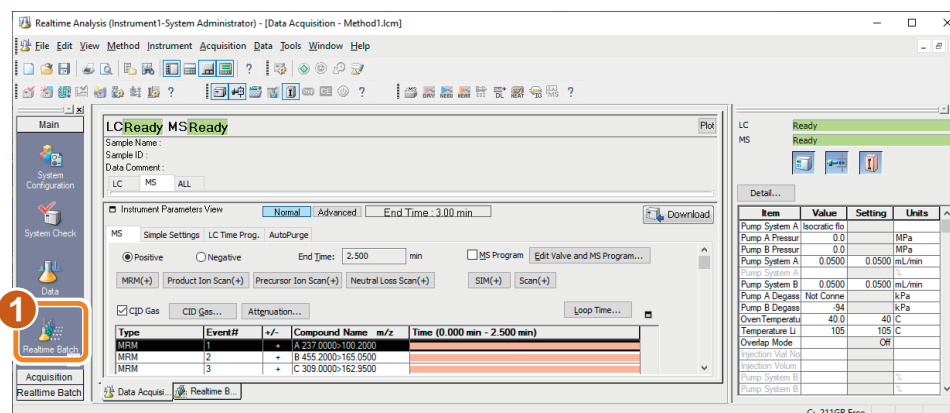
L'heure de début de la mesure = [Ret. Time]

- [process time in the identification parameters]

L'heure de fin de la mesure = [Ret. Time]

+ [process time in the identification parameters]

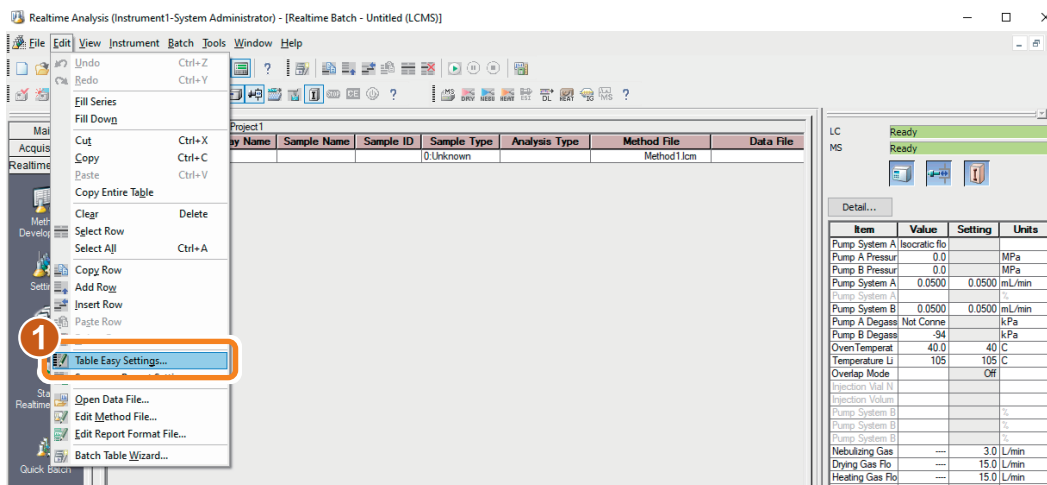
### 2 Cliquez sur l'icône [Realtime Batch] dans la barre d'assistant [Main].



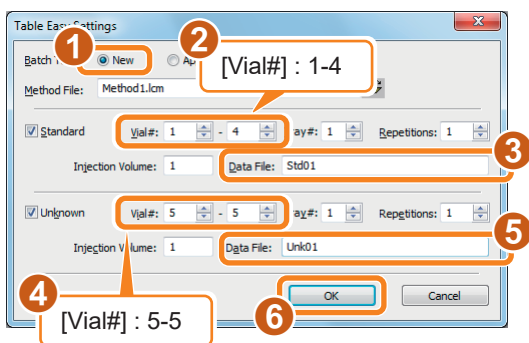
La fenêtre [Batch Table] s'affiche.

Créez le tableau de séquence à l'aide de la procédure suivante. Utilisez les quatre premières lignes pour l'échantillon standard et la cinquième ligne pour l'échantillon inconnu.

### 3 Sélectionnez [Table Easy Settings] dans le menu [Edit].

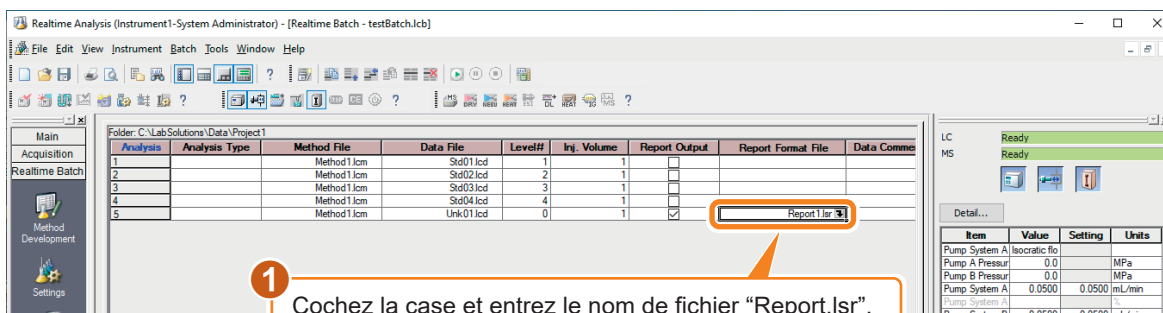


### 4 Faites les réglages suivants dans la sous-fenêtre [Table Easy Settings].



Un tableau de séquence à cinq lignes est créé.

### 5 Indiquez la cinquième ligne (échantillon inconnu) comme objet du rapport.

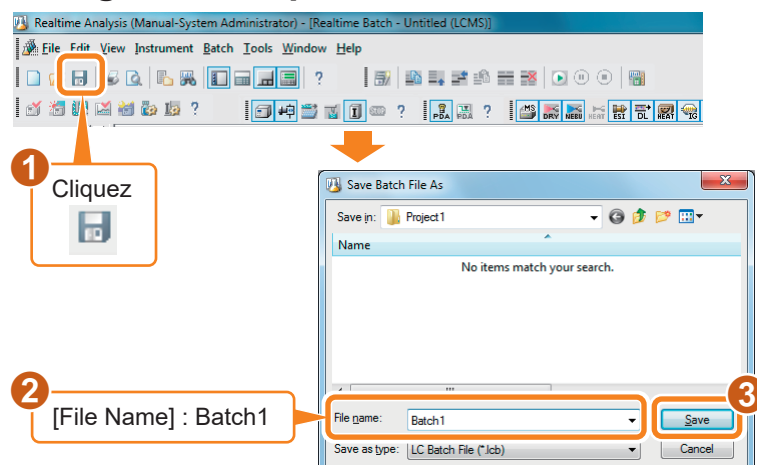


Cochez la case et entrez le nom de fichier "Report.lsr".



Si aucun chemin d'accès n'est spécifié pour le nom du fichier, le rapport sera enregistré dans le dossier ouvert dans le [Data Explorer].


## 6 Enregistrez les paramètres du tableau de séquence.

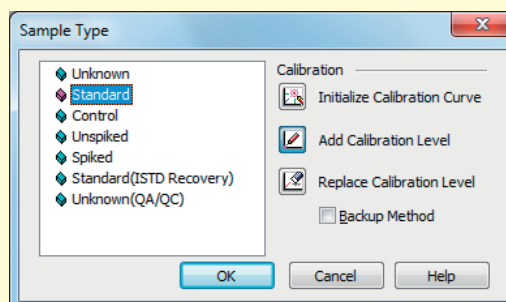


### ▼ Tips


#### Paramètres du tableau de séquence

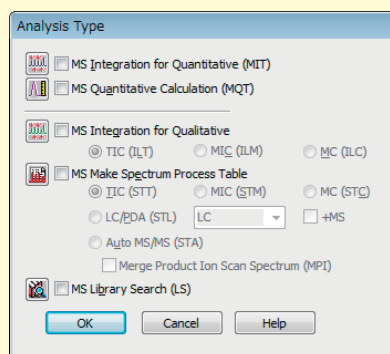
##### Type d'échantillon

Cliquez sur l'icône  dans une cellule pour ouvrir la sous-fenêtre [Sample Type]. Dans cette sous-fenêtre, sélectionnez le type d'échantillon. Sélectionnez [Standard] pour les standards de calibration ou [Unknown] pour utiliser un échantillon aux fins d'analyse quantitative. Activez [Initialize Calibration Curve] pour le premier échantillon standard de calibration.



##### Type d'analyse

Sélectionnez le type d'analyse pour les données MS. Indiquez si l'analyse doit être effectuée ou non sur les données MS. Cliquez sur l'icône  dans une cellule pour ouvrir la sous-fenêtre [Analysis Type]. Dans cette sous-fenêtre, cliquez sur les éléments à exécuter. L'intégration de pic et les calculs quantitatifs sont automatiquement effectués sur les données LC.




##### Numéro de niveau

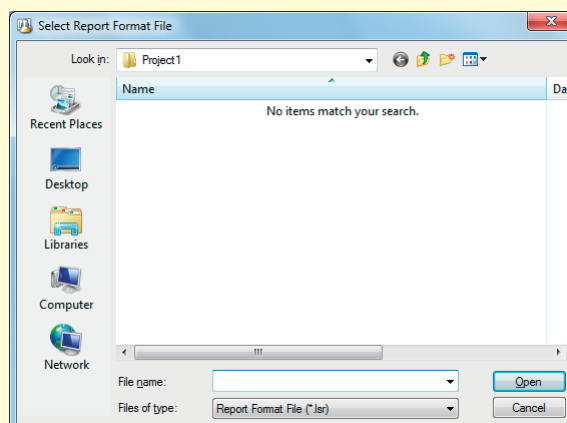
Entrez un numéro de niveau pour tous les échantillons standard.

##### Sortie de rapport

Cochez cette case pour imprimer automatiquement un rapport d'analyse.

##### Fichiers de format de rapport

Cliquez sur l'icône  dans une cellule pour ouvrir la sous-fenêtre [Select Report Format File]. Les rapports d'analyse sont imprimés dans le format spécifié.



Voir Help pour en savoir plus

## ▼ Tips

### Entrées du tableau

#### Fenêtres contextuelles (pour paramètres complexes)

Après avoir sélectionné une cellule, cliquez sur le bouton situé à droite de la cellule pour ouvrir la fenêtre contextuelle permettant de définir les paramètres de cette cellule.

#### Liste déroulante (liste de choix pour sélection)

Après avoir sélectionné une cellule, cliquez sur la flèche vers le bas située à droite de la cellule pour afficher une liste de choix. Sélectionnez un élément de la liste.

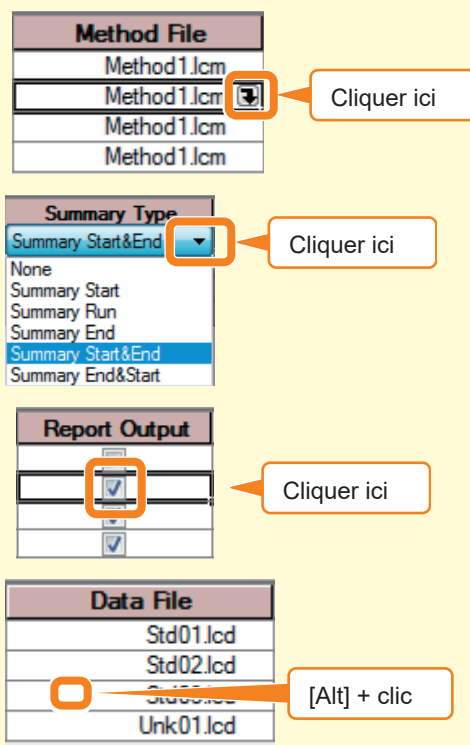
#### Case à cocher (activer ou désactiver)

Cliquez sur la case à cocher affichée pour ajouter ou supprimer une coche.

#### [Alt] + clic (pour ouvrir un fichier)

Dans les fenêtres associées à un fichier, cette fonction ouvre le fichier spécifié.

Les données ou le fichier de méthode relatifs à la ligne sélectionnée d'un tableau de séquence peuvent également être ouverts à partir du menu [Edit].

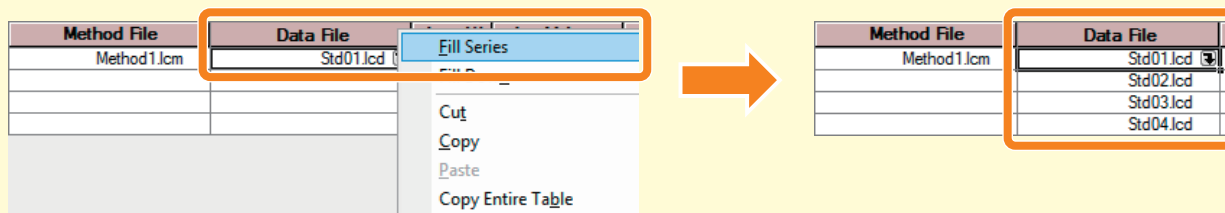


## ▼ Tips

### Incrémenter une série et Recopier vers le bas

Utilisez le menu contextuel du tableau de séquence pour sélectionner [Fill Series] ou [Fill Down] pour copier une entrée de cellule donnée dans le reste des cellules de la colonne.

#### Pour entrer une série numérotée



Entrez "Std01.lcd" dans la ligne supérieure de la colonne [Data File] puis faites un clic droit de la souris et sélectionnez [Fill Series] pour remplir chaque cellule de la colonne avec "Std01.lcd" à "Std04.lcd".

#### Pour copier une cellule



Entrez "Method1.lcm" dans la ligne supérieure de la colonne [Method File] puis faites un clic droit de la souris et sélectionnez [Fill Down] pour copier "Method1.lcm" dans toutes les cellules de la colonne [Method File].



Pour ajouter des lignes, sélectionnez l'option [Add Row] du menu contextuel du tableau de séquence.

LabSolutions



# Créer une Table de lots avec Quick Batch

Vous pouvez également créer une Table de lots avec quick batch.

1 Cliquez sur **Quick Batch...** (F6).

2 Entrez les informations de l'échantillon.

3 Sélectionnez un type d'échantillon et des flacons.

4 Cliquez ici pour les ajouter à une Table de lots. Avec les paramètres indiqués sur cette illustration, une Table de lots est créée pour l'échantillon standard. Vous pouvez également ajouter l'échantillon inconnu à la Table de lots en effectuant les procédures (2) et (3) indiquées sur cette illustration.

5 Démarrez le lot en temps réel.

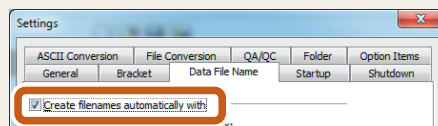
Editor	Val#	Tray Name	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume	Report Output
1	1	1	Paraben Mixture	Standard 10pp	1-Standard (I)	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	1	10	✓
2	1	1	Paraben Mixture	Standard 10pp	1-Standard (I)	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	1	10	✓
3	1	1	Paraben Mixture	Standard 10pp	1-Standard (I)	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	1	10	✓
4	2	1	Paraben Mixture	Standard 20pp	1-Standard (I)	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	2	10	✓
5	2	1	Paraben Mixture	Standard 20pp	1-Standard (I)	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	2	10	✓
6	2	1	Paraben Mixture	Standard 20pp	1-Standard (I)	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	2	10	✓
7	3	1	Paraben Mixture	Standard 40pp	1-Standard (I)	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	3	10	✓
8	3	1	Paraben Mixture	Standard 40pp	1-Standard (I)	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	3	10	✓
9	3	1	Paraben Mixture	Standard 40pp	1-Standard (I)	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	3	10	✓
10	4	1	Sample A	Unknown01	0-Unknown	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	4	10	✓
11	5	1	Sample B	Unknown02	0-Unknown	LC:Tutorial_Method.lcm	(Auto Filename)	5	10	✓



Veillez consulter l'Aide pour en savoir plus sur les opérations et les modèles applicables.



Lorsque [(Auto Filename)] s'affiche dans le champ [Data File Name], vous ne pouvez pas entrer directement un nom de fichier de données. Pour entrer directement un nom de fichier de données, cliquez sur [Settings] dans la sous-fenêtre [Quick Batch]. Sur la page de l'onglet [Data File Name] de la sous-fenêtre [Settings] ouverte, décochez la case [Create filenames automatically with].



## 7.2 Traitement séquentiel en temps réel

Exécution du traitement des données par séquence.

### 1 Placez les échantillons dans l'échantillonneur automatique.

Flacon 1, solution d'échantillon contenant A, B, C à

0,01 ng/µl chacune (échantillon standard)

Flacon 2, solution d'échantillon contenant A, B, C à

0,05 ng/µl chacune (échantillon standard)

Flacon 3, solution d'échantillon contenant A, B, C à

0,1 ng/µl chacune (échantillon standard)

Flacon 4, solution d'échantillon contenant A, B, C à

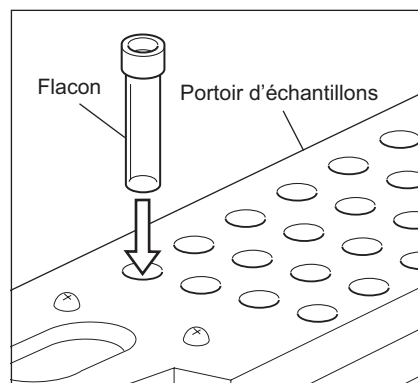
0,5 ng/µl chacune (échantillon standard)

Flacon 5, échantillon inconnu (à quantifier)

Dans cet exemple, une solution d'échantillon contenant

A, B, C à 0,075 ng/µl chacune est choisie comme

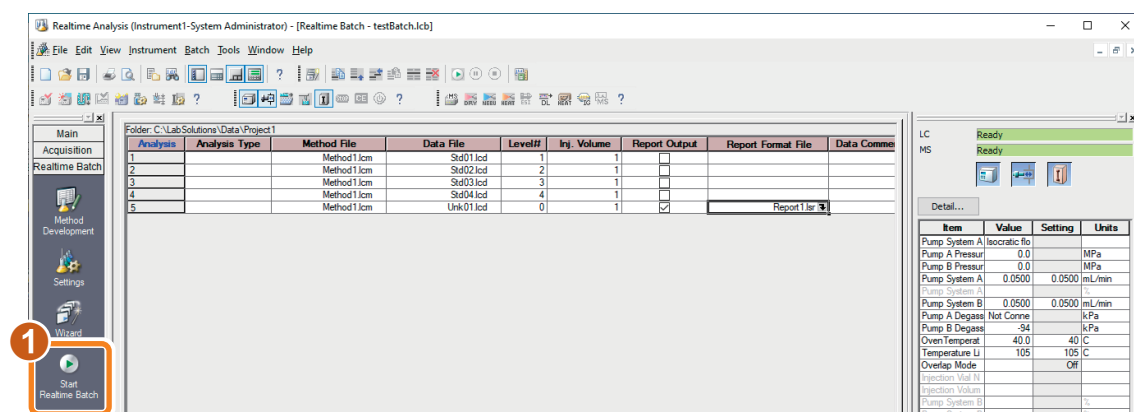
échantillon inconnu.




### 2 Démarrez le traitement séquentiel en temps réel.

Pendant le traitement séquentiel en temps réel, les fenêtres [Realtime Batch] et [Data Acquisition] sont affichées côte à côte.

Une fois terminée l'analyse de l'échantillon inconnu, un rapport est imprimé.




Cliquez sur l'icône  pour arrêter le traitement séquentiel.



En mettant le tableau de séquence en mode pause, il est possible d'apporter des modifications tandis que les mesures de l'analyse en cours se poursuivent.



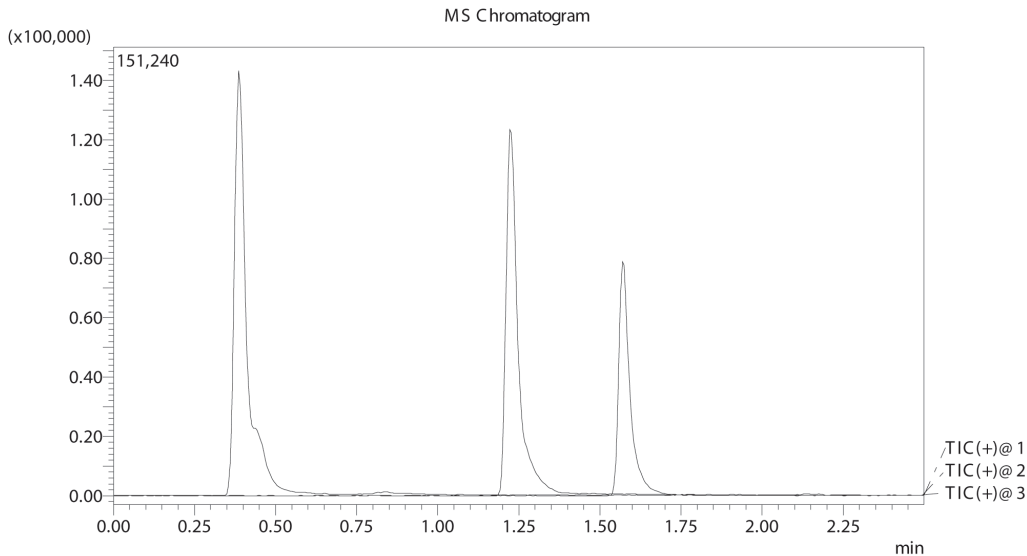
Vous pouvez prendre un instantané pour visualiser les données pendant l'acquisition. Pour prendre un instantané, cliquez sur l'icône  dans la barre d'assistant [Data Acquisition] pendant l'acquisition.



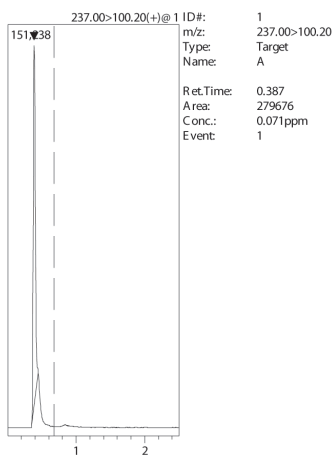
Exemple d'imprimé de rapport séquentiel en temps réel

Acquired by : System Administrator  
Date Acquired : 5/25/2010 7:45:59 PM  
Sample Type : Unknown  
Level# : 0  
Sample Name :  
Sample ID :  
Sample Amount : 1  
Dilution Factor : 1  
Tray# : 1  
Vial# : 5  
Injection Volume : 1  
Data File : Unk01.lcd  
Method File : Method1.lcm  
Original Method File : Method1.lcm  
Report Format File : Report1.lsr  
Tuning File : Tuning.lct  
Processed by : System Administrator  
Date Processed : 7/5/2010 5:01:46 PM

Sample Information



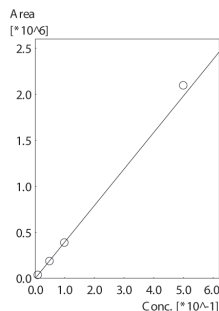
Mass Quant Graph



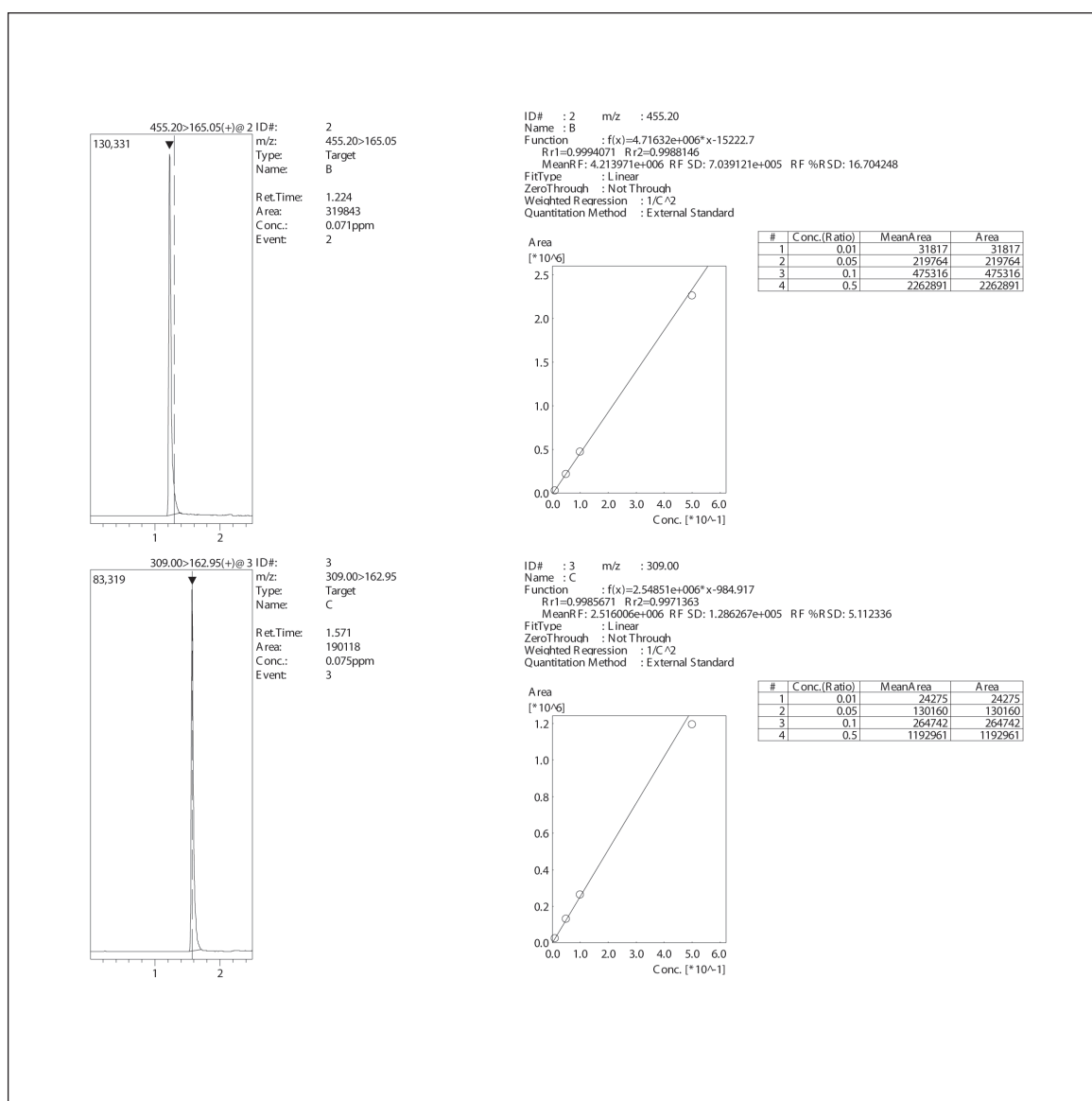
ID# : 1  
m/z : 237.00>100.20  
Type: Target  
Name: A  
Ret.Time: 0.387  
Area: 279676  
Conc.: 0.071ppm  
Event: 1

Calibration Curve

ID# : 1 m/z : 237.00  
Name : A  
Function :  $f(x) = 3.98377e+006 \cdot x - 4014.10$   
 $R^2 = 0.9988958$   $R^2 = 0.9977929$   
MeanRF: 3.851308e+006 RF SD: 2.457992e+005 RF %R SD: 6.382226  
FitType : Linear  
ZeroThrough : Not Through  
Weighted Regression : 1/C^2  
Quantitation Method : External Standard



#	Conc.(Ratio)	MeanArea	Area
1	0.01	36195	36195
2	0.05	187076	187076
3	0.1	385310	385310
4	0.5	2095553	2095553



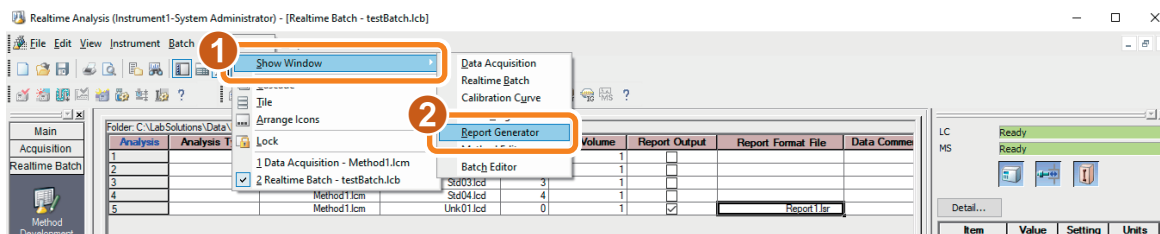
Cet exemple de rapport pour un échantillon inconnu (flacon 5) montre les valeurs quantitatives calculées de A, B et C. Il indique également les courbes d'étalonnage de la méthode pour A, B et C.

Les informations d'étalonnage de la méthode sont les résultats de l'intégration de la méthode des pics A, B et C dans les flacons 1-4.

## 7.3 Impression de rapports de traitement séquentiel

Imprime un rapport de synthèse du traitement séquentiel (un simple rapport combiné de deux ou plusieurs jeux de résultats d'analyse).

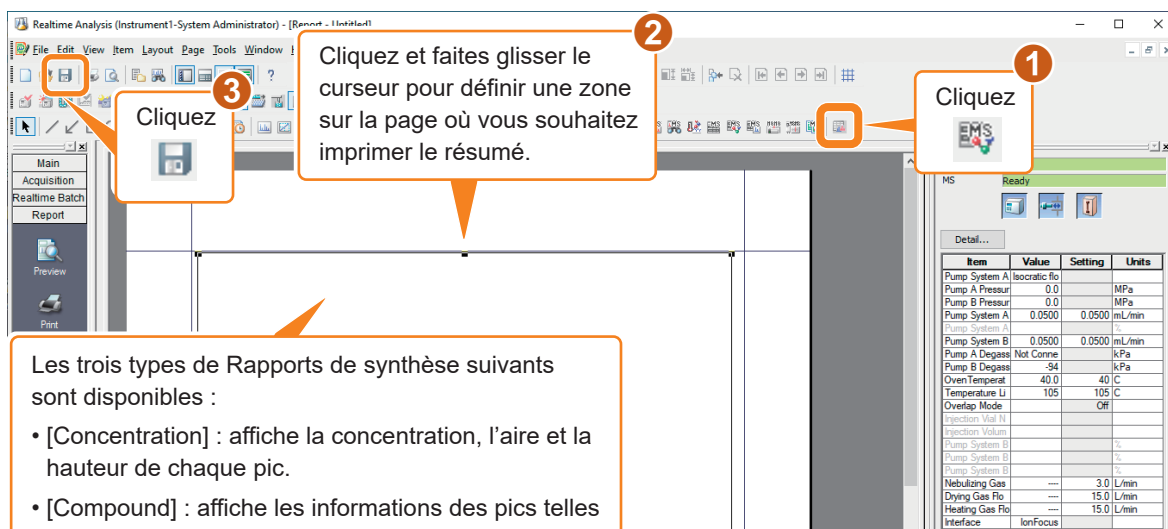
### 1 Ouvrez la fenêtre [Report].



### 2 Créez un format de rapport de synthèse à l'aide de l'élément de rapport [MS Summary (Compound)].

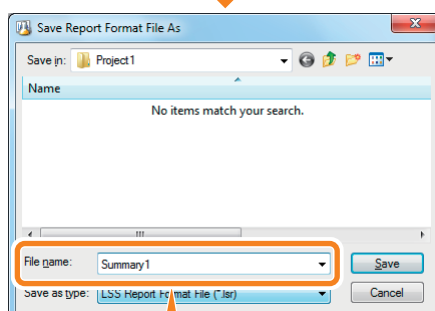


“6.4 Create a Report Format File” dans le *Operators Guide for LCMS/MS system*.



Les trois types de Rapports de synthèse suivants sont disponibles :

- [Concentration] : affiche la concentration, l'aire et la hauteur de chaque pic.
- [Compound] : affiche les informations des pics telles que la concentration et la performance de colonne pour chaque pic.
- [Data] : affiche un chromatogramme et un tableau des pics pour chaque jeu de données.



[File name] : Summary1

### 3 Configurez le rapport de synthèse.

- 1 Entrez [Summary Start] dans la première ligne de données à inclure dans le rapport de synthèse.  
Entrez [Summary Run] dans toutes les lignes de données suivantes qui doivent être incluses dans le rapport de synthèse.  
Entrez [Summary End] dans la dernière ligne de données à inclure dans le rapport de synthèse.

Analysis	Level#	Inj. Volume	Report Output	Report Format File	Data Comment	Summary Type	Summary Report Format File
1	1	1				Summary Start	Summary1.lsr
2	2	1				Summary Run	
3	3	1				None	
4	4	1				None	
5	0	1				Summary End	

- 2 Immettre le nom du file nella colonna con l'intestazione [Summary Report Format File].



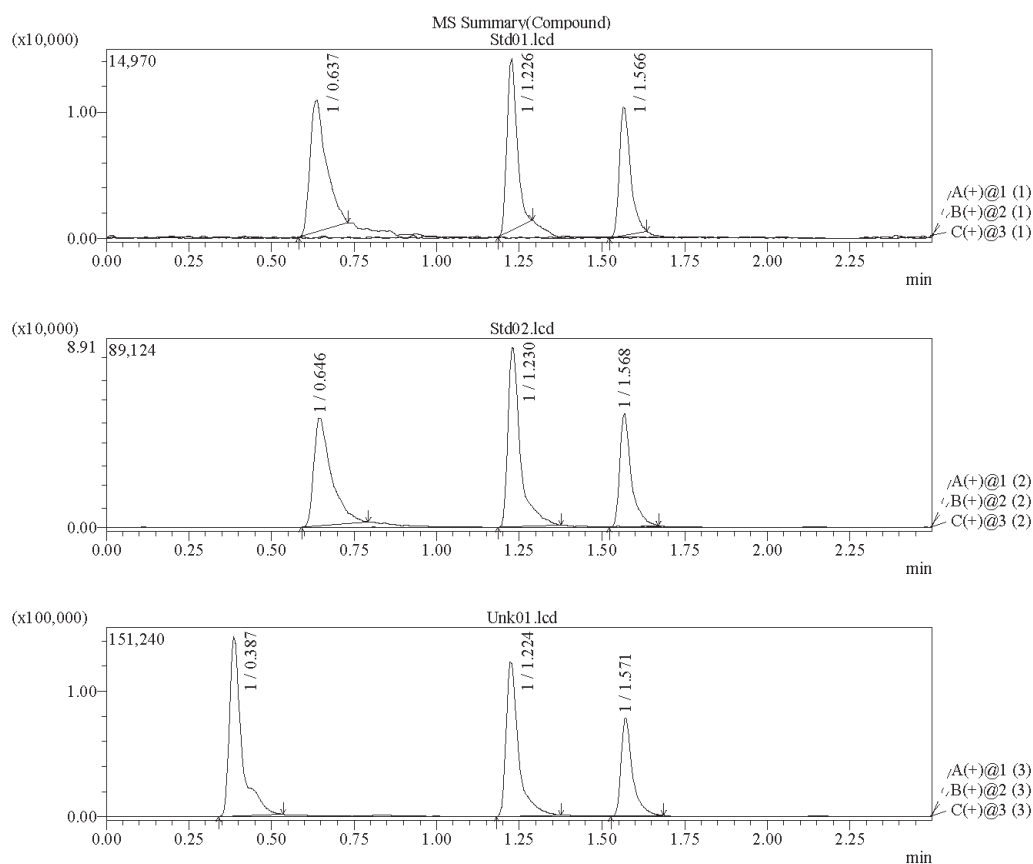
Si [Summary Type] et [Summary Report Format File] ne sont pas affichés dans le tableau de séquence, utilisez le menu contextuel pour sélectionner l'option [Table Style] et autoriser l'affichage de ces éléments.

### 4 Démarrez le traitement séquentiel en temps réel.

Analysis	Level#	Inj. Volume	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#	Inj.
1	1	1			1-Standard (I)		Method1.lcm	Std01.lcd	1	
2	2	1			1-Standard		Method1.lcm	Std02.lcd	2	
3	3	1			1-Standard		Method1.lcm	Std03.lcd	3	
4	4	1			1-Standard		Method1.lcm	Std04.lcd	4	
5	5	1			0-Unknown		Method1.lcm	Unk01.lcd	0	

Le rapport de synthèse spécifié s'imprime lorsque le traitement séquentiel est terminé.

## Exemple d'impression de rapport de synthèse



ID#1 Compound Name: A

Title	Sample Name	Sample ID	Ret. Time	Area	Height	Conc.
Std01.lcd			0.637	35904	10454	0.009
Std02.lcd			0.646	186026	50731	0.045
Unk01.lcd			0.387	371763	142787	0.089
Average			0.557	197897	67991	0.048
%RSD			26.366	85.016	99.770	83.399
Maximum			0.646	371763	142787	0.089
Minimum			0.387	35904	10454	0.009
Standard Deviation			0.147	168244	67834	0.040

ID#2 Compound Name: B

Title	Sample Name	Sample ID	Ret. Time	Area	Height	Conc.
Std01.lcd			1.226	28590	13560	0.008
Std02.lcd			1.230	219416	84130	0.049
Unk01.lcd			1.224	318970	123206	0.069
Average			1.227	188992	73632	0.042
%RSD			0.229	78.078	75.472	74.140
Maximum			1.230	318970	123206	0.069
Minimum			1.224	28590	13560	0.008
Standard Deviation			0.003	147561	55572	0.031

ID#3 Compound Name: C

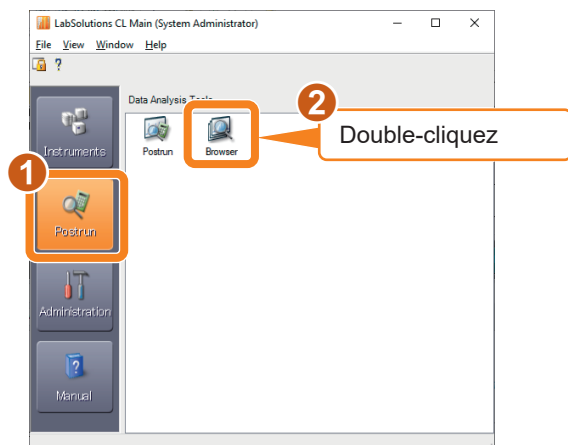
Title	Sample Name	Sample ID	Ret. Time	Area	Height	Conc.
Std01.lcd			1.566	23534	10163	0.009
Std02.lcd			1.568	127900	53366	0.049
Unk01.lcd			1.571	186467	78613	0.073
Average			1.568	112634	47381	0.044
%RSD			0.164	73.275	73.058	73.335
Maximum			1.571	186467	78613	0.073
Minimum			1.566	23534	10163	0.009
Standard Deviation			0.003	82532	34616	0.032

# Chapitre 8. Analyse de données quantitative

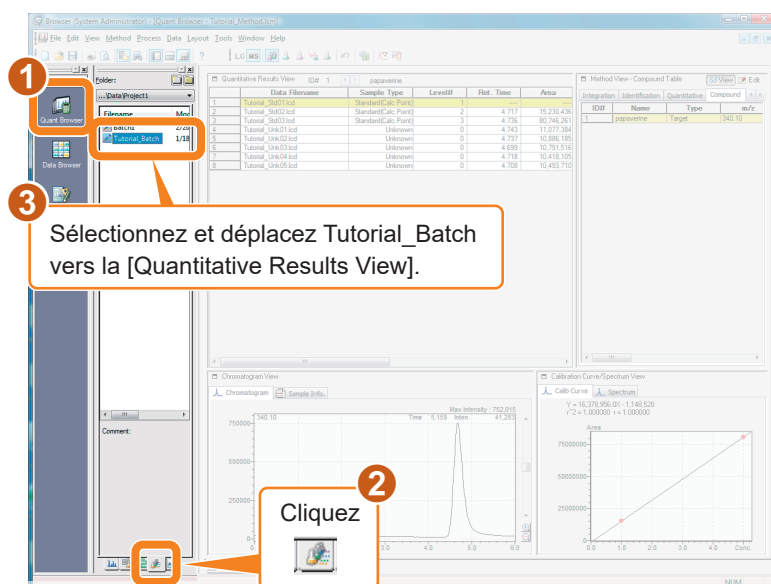
## 8.1 Vérification des résultats quantitatifs dans la fenêtre [Quant Browser]

Utilisez la fenêtre [Quant Browser] pour appliquer facilement le calcul quantitatif à plusieurs jeux de données.

### 1 Lancez le programme [Browser].



### 2 Chargez les données d'exemple.



Les données d'exemple (Tutorial\_Std01.lcd à Tutorial\_Std03.lcd et Tutorial\_Unk01.lcd à Tutorial\_Unk05.lcd) enregistrés dans le fichier séquentiel s'ouvrent. Vous pouvez sélectionner plusieurs fichiers dans la sous-fenêtre [Data Explorer] et les glisser-déplacer simultanément.

### 3 Vérifiez les résultats quantitatifs.

2

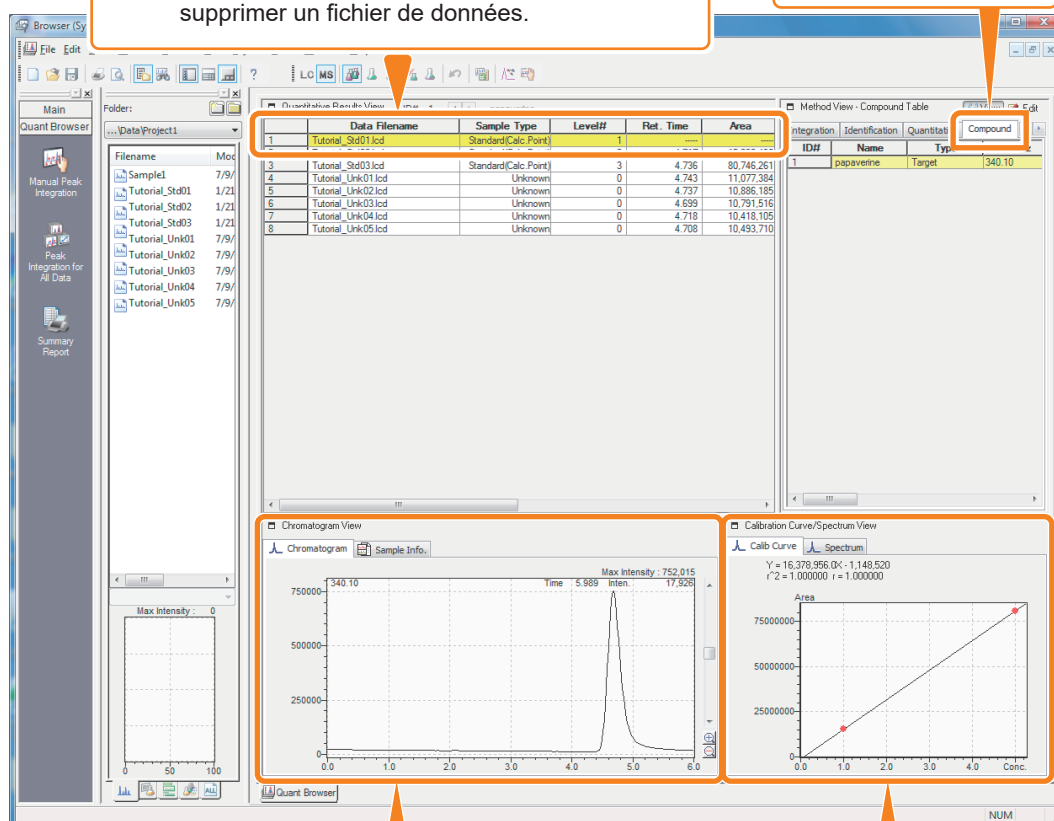
Les résultats quantitatifs et la courbe d'étalonnage du composé figurant sur la ligne sélectionnée en 1 s'affichent.



Sélectionnez [Delete] dans le menu contextuel de la [Quantitative Results View] pour supprimer un fichier de données.

1

Dans l'onglet [Compound], cliquez sur le composé à vérifier.



3

Vérifiez le chromatogramme.

Le chromatogramme des données sélectionnées dans la [Quantitative Results View] s'affiche.

4

Vérifiez la courbe d'étalonnage.

La courbe d'étalonnage du composé sélectionné dans la [Method View] s'affiche.

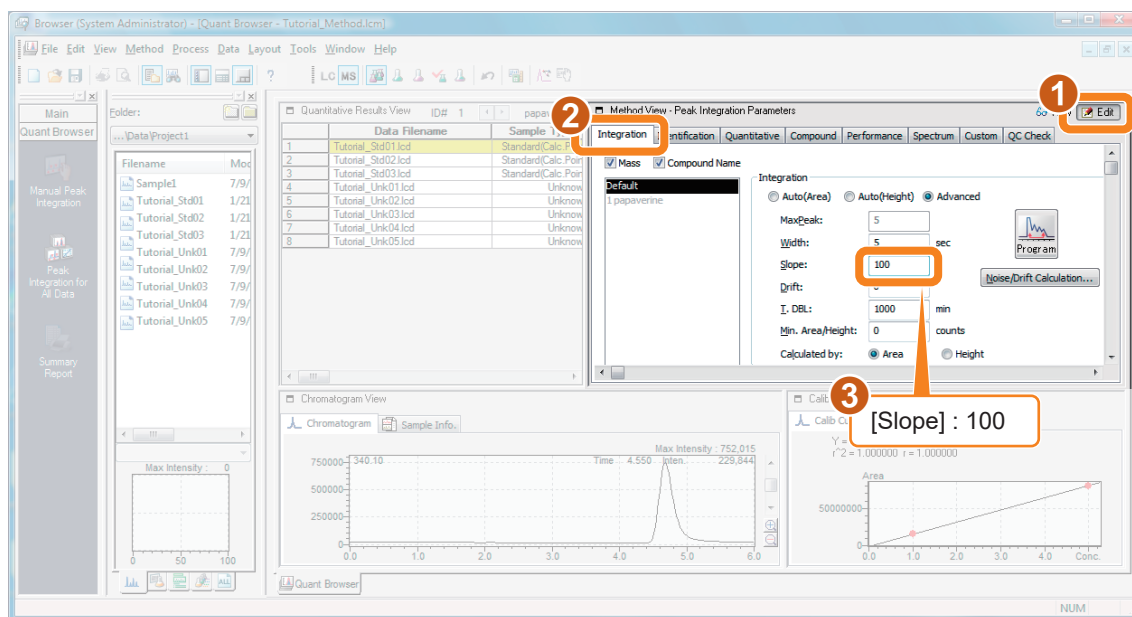
## 8.2 Modification des paramètres d'intégration et ré-intégration

Les données d'exemple de la page précédente sont les données quantitatives associée à une courbe d'étalonnage absolue à trois points. Toutefois, si la valeur de la zone correspondant à la première ligne de données (Tutorial\_Std01.lcd) dans la vue [Quantitative Results View] est "----", ou si la vérification de la vue [Chromatogram View] révèle que l'intégration des pics n'a pas été effectuée, modifiez les paramètres d'intégration des pics pour obtenir une courbe d'étalonnage adéquate.

### 1 Modifiez les paramètres quantitatifs.

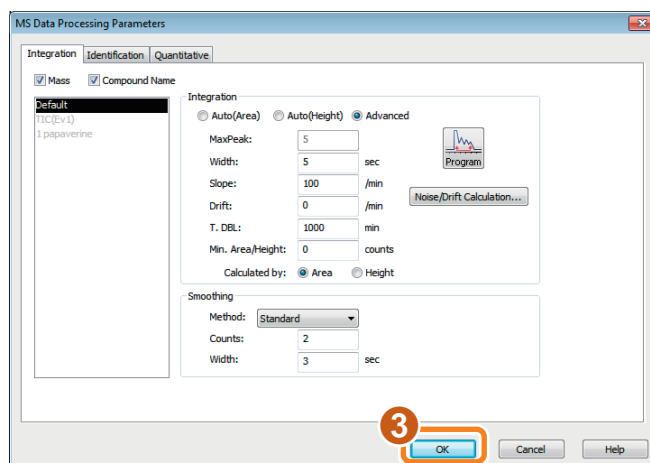
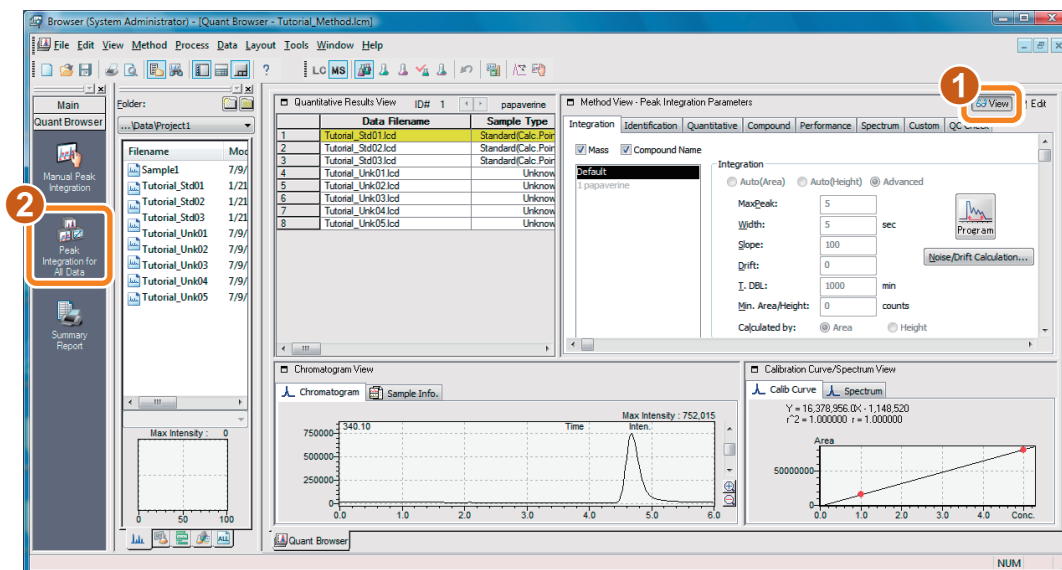


Référence "10.3 Postrun Analysis of Multiple Data" dans le *Operators Guide for LCMS/MS system*.





## 2 Ré-intégrez.



### Résultats originaux

	Data Filename	Sample Type	Level#	Area	Conc. (ppm)	Std. Conc.
1	Tutorial_Std01.lcd	Standard(Calc. Point)	1	15,230.4	1.000	0.500
2	Tutorial_Std02.lcd	Standard(Calc. Point)	2	80,746.2	5.002	1.000
3	Tutorial_Std03.lcd	Standard(Calc. Point)	3	11,077.3	0.746	5.000
4	Tutorial_Unk01.lcd	Unknown	0	10,886.1	0.735	-----
5	Tutorial_Unk02.lcd	Unknown	0	10,791.5	0.729	-----
6	Tutorial_Unk03.lcd	Unknown	0	10,418.1	0.706	-----
7	Tutorial_Unk04.lcd	Unknown	0	10,493.7	0.711	-----
8	Tutorial_Unk05.lcd	Unknown	0			

### Résultats modifiés

	Data Filename	Sample Type	Level#	Area	Conc. (ppm)	Std. Conc.
1	Tutorial_Std01.lcd	Standard(Calc. Point)	1	11,591.4	0.518	0.500
2	Tutorial_Std02.lcd	Standard(Calc. Point)	2	19,447.0	0.980	1.000
3	Tutorial_Std03.lcd	Standard(Calc. Point)	3	87,729.7	5.002	5.000
4	Tutorial_Unk01.lcd	Unknown	0	14,816.1	0.707	-----
5	Tutorial_Unk02.lcd	Unknown	0	14,840.6	0.709	-----
6	Tutorial_Unk03.lcd	Unknown	0	14,803.8	0.707	-----
7	Tutorial_Unk04.lcd	Unknown	0	14,238.4	0.673	-----
8	Tutorial_Unk05.lcd	Unknown	0	14,084.3	0.664	-----



Conseil

Dès que les données d'échantillonnage standard sont intégrées, la courbe d'étalonnage est recrée et le calcul quantitatif s'exécute sur toutes les données.



Conseil

L'intégration peut être lancée manuellement dans la [Chromatogram View]. Sélectionnez l'option [Manual Integration Bar] dans le menu contextuel.

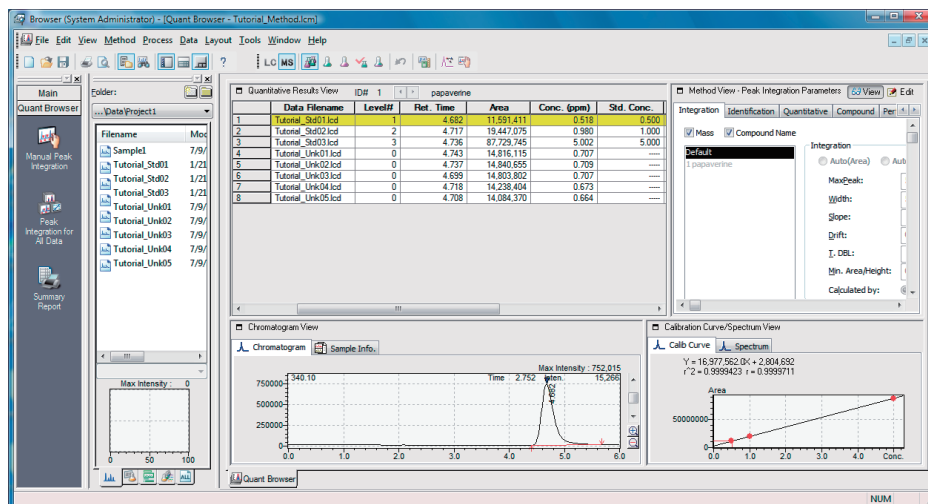


Référence

"5.5.6 Manual Quantitative Peak Integration" dans le *Operators Guide for LCMS/MS system*.

Le pic est détecté.

La courbe d'étalonnage à 3 points s'affiche et la valeur quantitative correcte est déterminée.



## ■ Annulation d'un point d'étalonnage

S'il est impossible d'analyser correctement un échantillon standard, il est possible d'annuler le point d'étalonnage.

Décochez la case [Cal. Point] de la vue [Quantitative Results View] pour annuler le point d'étalonnage. Les résultats sont recalculés immédiatement.

Vous pouvez activer/désactiver le point d'étalonnage pour chaque composé enregistré dans la [Compound Table].

Quantitative Results View ID# 1 papaverine					
	Data Filename	Conc. (ppm)	Std. Conc.	Accuracy[%]	Cal. Point
1	Tutorial_Std01.lcd	0.518	0.500	103	<input checked="" type="checkbox"/>
2	Tutorial_Std02.lcd	0.980	1.000	98	<input checked="" type="checkbox"/>
3	Tutorial_Std03.lcd	5.002	5.000	100	<input checked="" type="checkbox"/>
4	Tutorial_Unk01.lcd	0.707	-----	-----	<input type="checkbox"/>
5	Tutorial_Unk02.lcd	0.709	-----	-----	<input type="checkbox"/>
6	Tutorial_Unk03.lcd	0.707	-----	-----	<input type="checkbox"/>
7	Tutorial_Unk04.lcd	0.673	-----	-----	<input type="checkbox"/>
8	Tutorial_Unk05.lcd	0.664	-----	-----	<input type="checkbox"/>

## ■ Modification du numéro de niveau

La vue [Quantitative Results View] permet de modifier le numéro de niveau affecté à un échantillon pendant l'analyse.

Lorsque des modifications sont apportées et qu'une autre cellule est choisie, les résultats quantitatifs sont immédiatement recalculés.



La zone [Level#] peut être modifiée indépendamment du type d'échantillon ([Sample Type]).

1 Sélectionner la cellule du [Level#] à modifier et saisir un nouveau numéro.

Quantitative Results View ID# 1 papaverine					
	Data Filename	Sample Type	Level#	Ret. Time	Area
1	Tutorial_Std01.lcd	Standard(Calc. Point)	1	4.682	11.591.411
2	Tutorial_Std02.lcd	Standard(Calc. Point)	2	4.717	19.447.075
3	Tutorial_Std03.lcd	Standard(Calc. Point)	3	4.736	87.729.745
4	Tutorial_Unk01.lcd	Unknown	0	4.743	14.816.115
5	Tutorial_Unk02.lcd	Unknown	0	4.737	14.840.655
6	Tutorial_Unk03.lcd	Unknown	0	4.699	14.803.802
7	Tutorial_Unk04.lcd	Unknown	0	4.718	14.238.404
8	Tutorial_Unk05.lcd	Unknown	0	4.708	14.084.370

## ■ Modification du type d'échantillon

La vue [Quantitative Results View] permet de modifier le [Sample Type] affecté à un échantillon durant l'analyse.

Lorsque des modifications sont apportées, les résultats sont immédiatement recalculés.



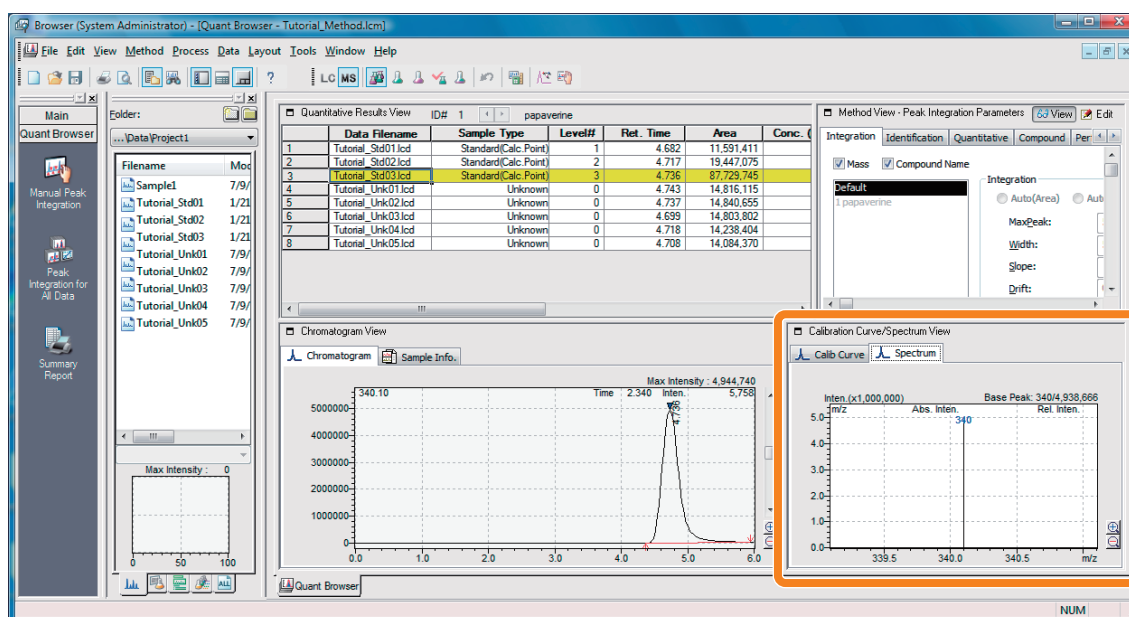
Les modifications apportées au type d'échantillon [Sample Type] sont intégrées aux fichiers lors de leur enregistrement.

1 Sélectionner le [Sample Type] de l'échantillon à modifier et sélectionner le type approprié dans la liste déroulante.

Quantitative Results View ID# 1 papaverine					
	Data Filename	Sample Type	Level#	Ret. Time	Area
1	Tutorial_Std01.lcd	Standard(Calc. Point)	1	4.682	11.591.411
2	Tutorial_Std02.lcd	Standard(Calc. Point)	2	4.717	19.447.075
3	Tutorial_Std03.lcd	Standard(Calc. Point)	3	4.736	87.729.745
4	Tutorial_Unk01.lcd	Unknown	0	4.743	14.816.115
5	Tutorial_Unk02.lcd	Standard(No Calc. Point)	0	4.737	14.840.655
6	Tutorial_Unk03.lcd	Standard(No Calc. Point)	0	4.699	14.803.802
7	Tutorial_Unk04.lcd	Control	0	4.718	14.238.404
8	Tutorial_Unk05.lcd	Spiked Standard(ISTD Recovery)	0	4.708	14.084.370

## ■ Vérification d'un spectre

Double-cliquez sur le chromatogramme MS dans la [Chromatogram View] pour afficher le spectre MS à l'endroit où vous avez cliqué dans la vue [Calibration Curve/Spectrum View].



### ▼ Tips

#### Fichiers traités dans la fenêtre [Quant Browser]

La fenêtre [Quant Browser] est une application permettant d'éditer un fichier de méthode individuel et d'effectuer une analyse post-run sur plusieurs jeux de données chargés en utilisant les paramètres de traitement de données de cette méthode.

Les fichiers sont chargés conformément aux règles suivantes.

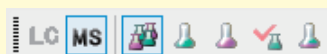
#### Fichier de méthode

Chargement à partir de l'onglet [Method] de la sous-fenêtre [Data Explorer]. Si aucun fichier de méthode n'est spécifié, le fichier de méthode utilisé pour traiter le premier fichier de données chargé est automatiquement chargé.

Lorsque le fichier de méthode chargé contient des informations d'étalonnage, les fichiers de données de l'échantillon standard utilisés pour créer sa courbe d'étalonnage sont également chargés.

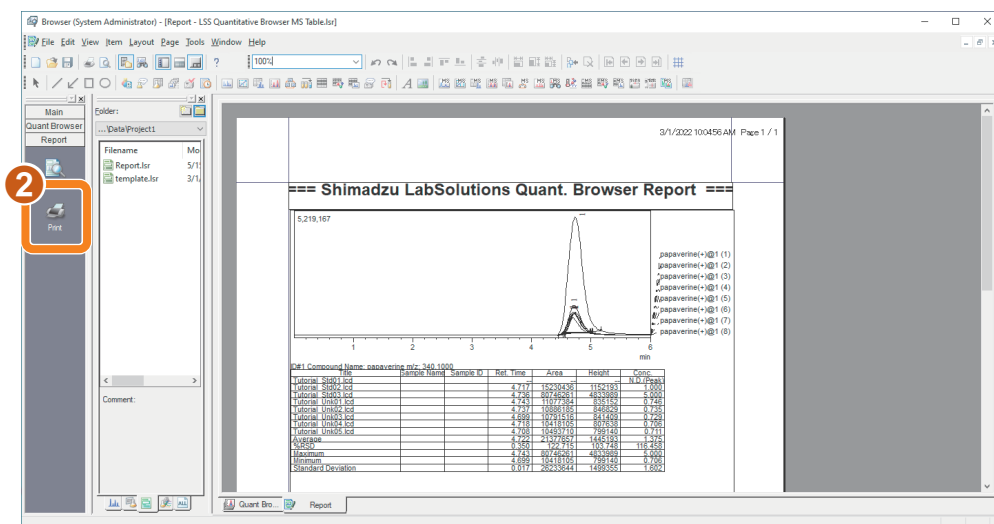
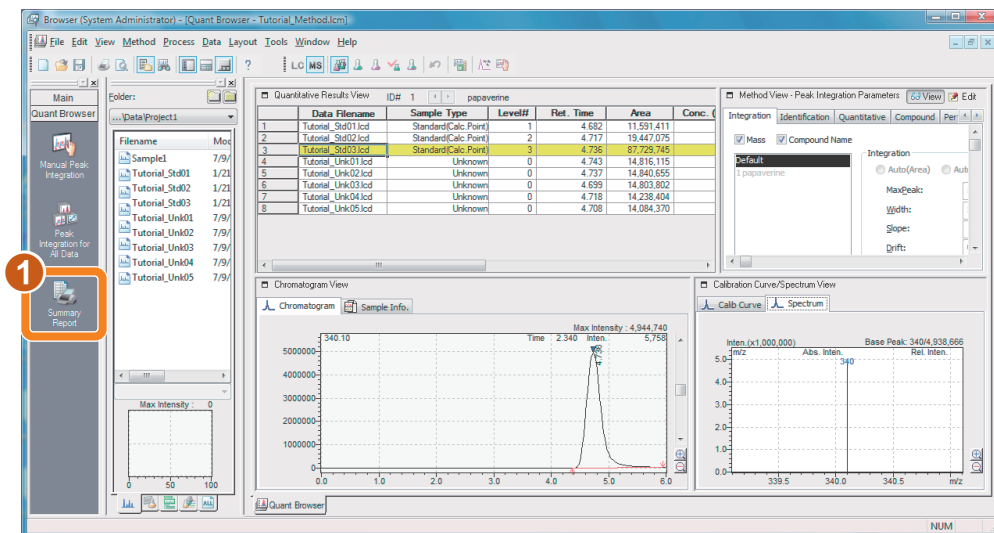
#### Fichiers de données

Chargement à partir de l'onglet [Data] de la sous-fenêtre [Data Explorer]. (Il est possible de charger plusieurs jeux de données.) Sélectionnez les boutons de la barre d'outils pour déterminer le type d'échantillon à afficher.



## 8.3 Impression d'un rapport de synthèse à partir de la fenêtre [Quant Browser]

La fenêtre [Quant Browser] dispose d'une fonction "Summary Report" (Rapport de synthèse) permettant de créer un rapport combiné à partir de plusieurs jeux de données chargés.



Les informations associées à chaque composé sont imprimées dans le rapport.

# Chapitre 9. Analyse de données qualitative

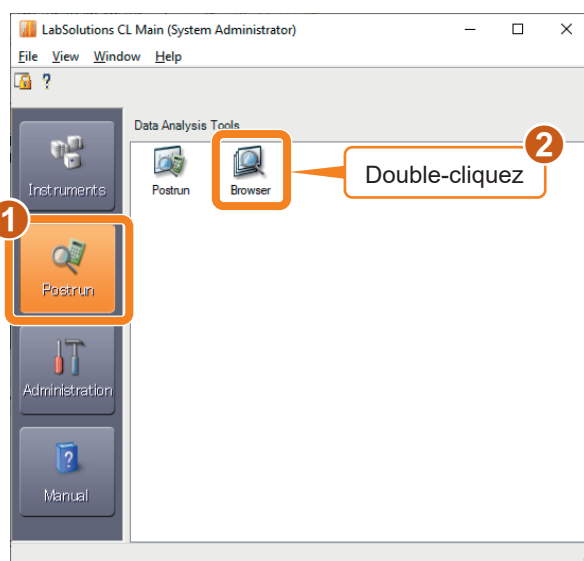
## 9.1 Affichage de fichiers de données dans la fenêtre [Data Browser]

La fenêtre [Data Browser] peut être utilisée pour afficher des chromatogrammes, des spectres et des informations de fichiers de données multiples provenant de détecteurs différents.

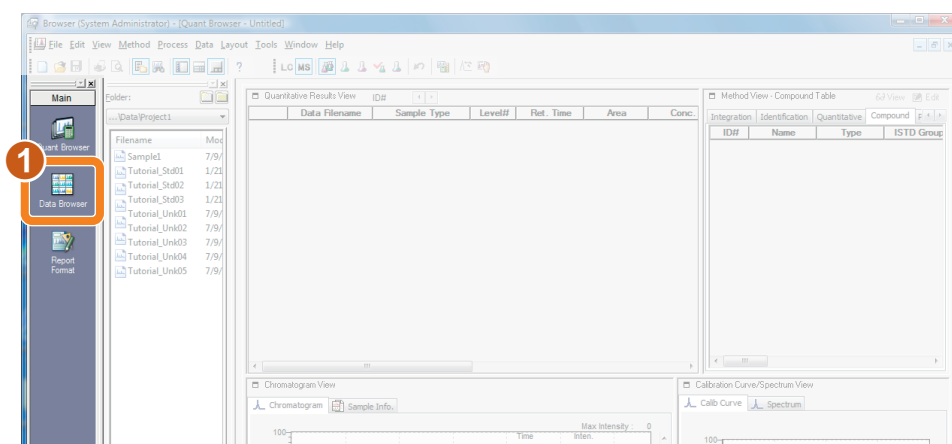


“11.4 Compare Data” dans le *Operators Guide for LCMS/MS system*.

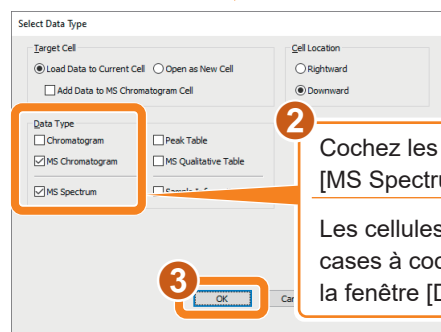
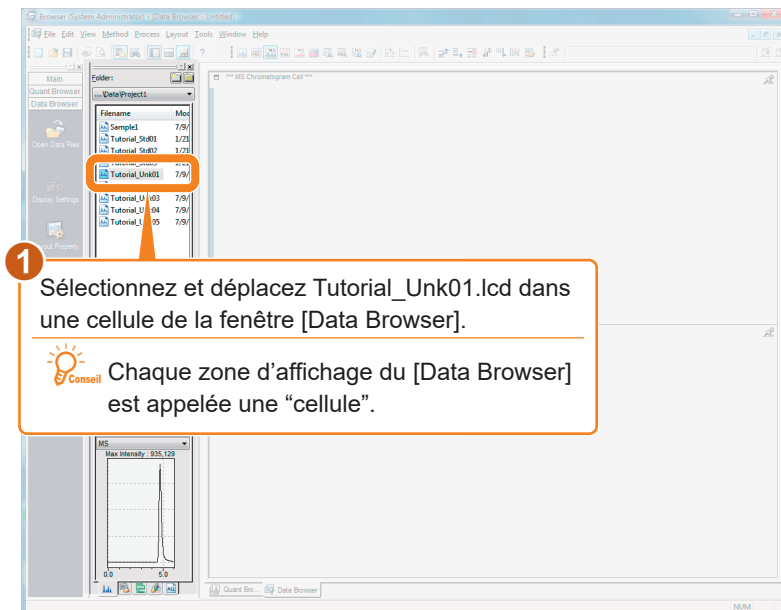
### 1 Lancez le programme [Browser].



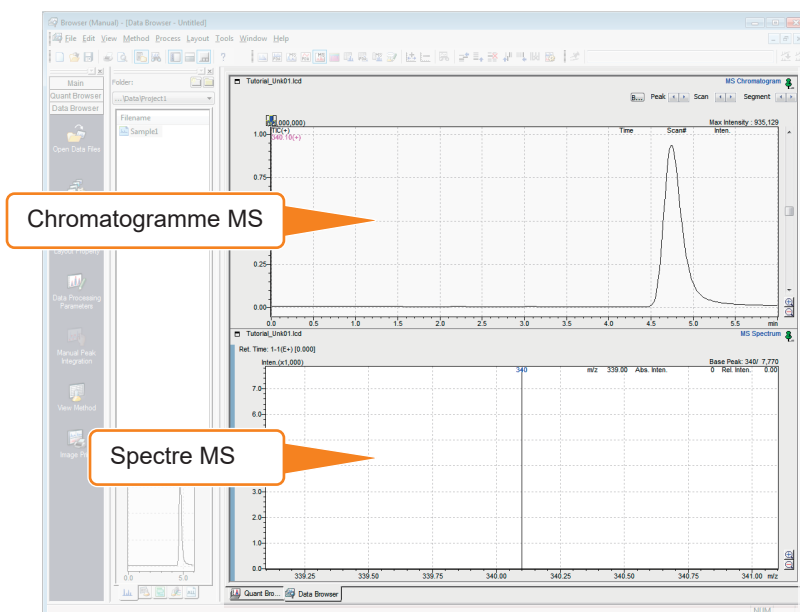
### 2 Ouvrez la fenêtre [Data Browser].



### 3 Sélectionnez un fichier de données.



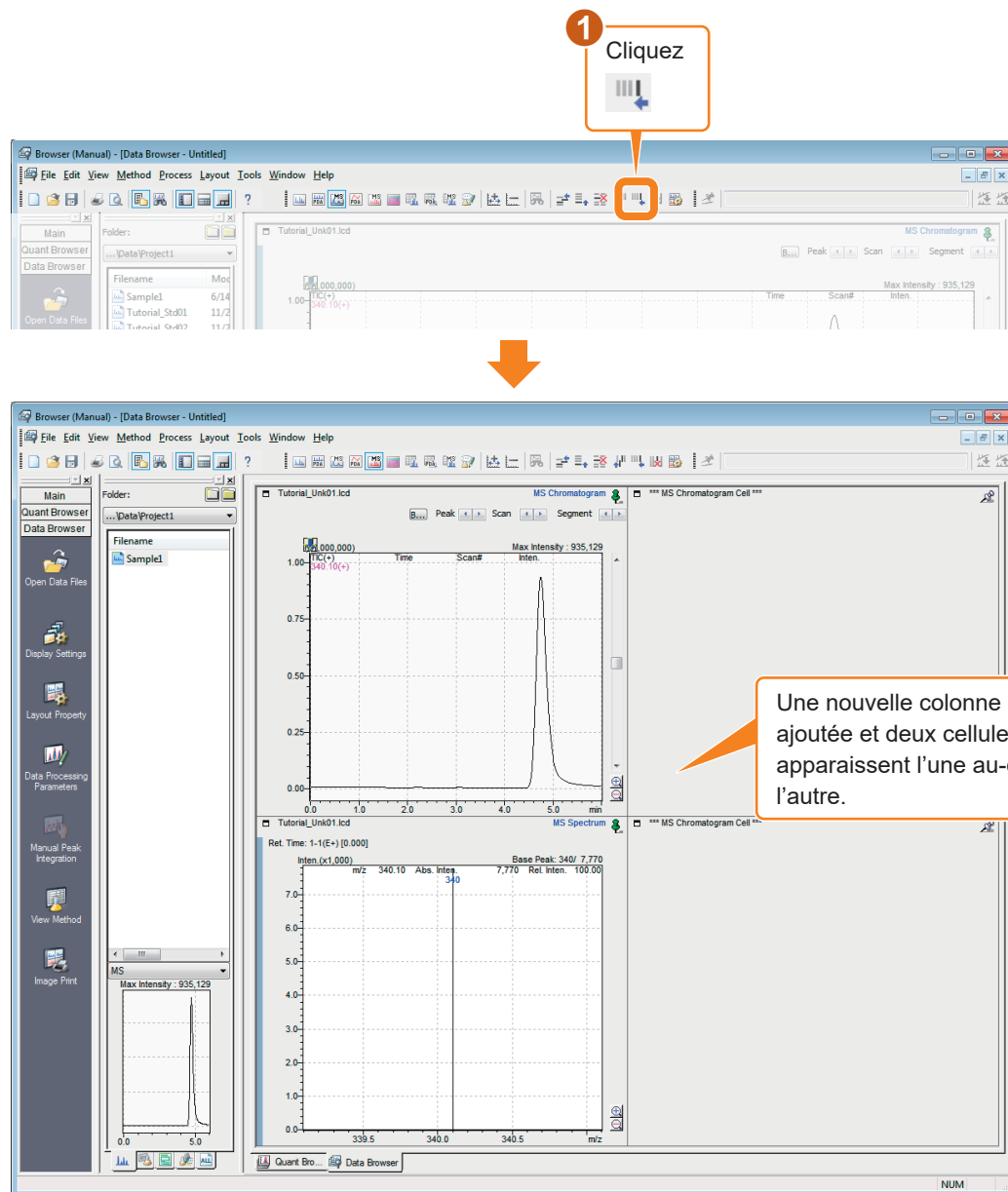
Le chromatogramme MS et le spectre MS s'affichent.  
Double-cliquez sur un point du chromatogramme MS pour afficher le spectre MS en ce point.



## 9.2 Modification des paramètres de présentation de l'affichage

### 1 Ajoute d'une colonne.

Il est possible d'augmenter le nombre de cellules en ajoutant des lignes ou des colonnes dans la fenêtre [Data Browser]. La procédure permettant d'ajouter une colonne est décrite ici.



## 2 Copie et collage du contenu de cellules.

Vous pouvez copier des informations d'une cellule à l'autre.

1

Faites un clic droit de la souris sur la cellule source de copie et cliquez sur [Copy Cell].

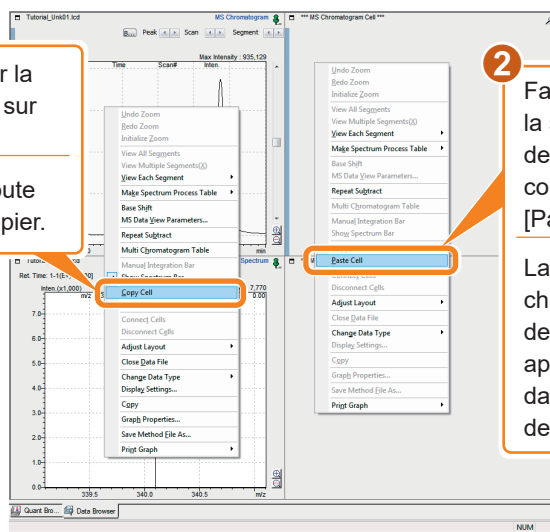


Procédez de même pour toute cellule que vous désirez copier.

2

Faites un clic droit de la souris sur la cellule de destination de la copie et cliquez sur [Paste Cell].

La copie du chromatogramme MS de la cellule source apparaît maintenant dans la cellule de destination.





## 1 Comparaison des données de différents chromatogrammes.



Conseil



Conseil



Conseil

2

3

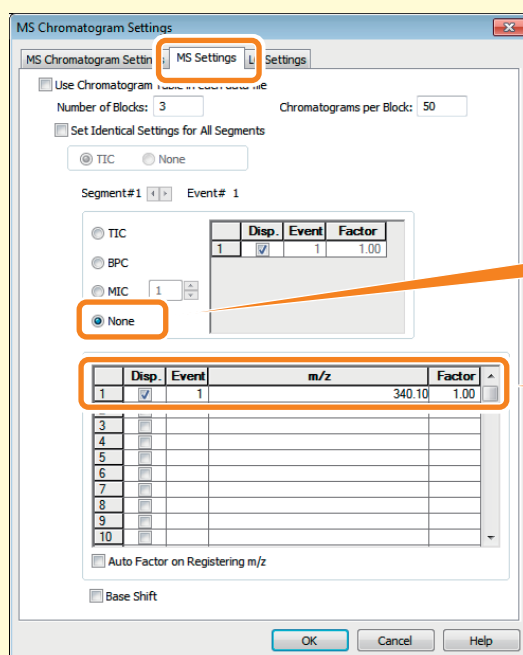
Les noms  
des fichiers  
ouverts sont  
affichés.

- ❑ Tutorial Unk02 lod

## ▼ Tips

### Modification du Chromatogramme MS

La sous-fenêtre [MS Chromatogram Settings] permet de modifier le  $m/z$  du chromatogramme MS à afficher dans la cellule [MS Chromatogram].



Lorsque l'option choisie est [None], seul MC s'affiche.

Entrez le  $m/z$  à afficher et cochez la case à cocher [Disp.].



Dans le cas de données d'analyse SIM ou MRM, sélectionnez  $m/z$  dans la liste déroulante qui s'affiche lorsque vous cliquez sur la colonne [m/z].

## 9.4 Utilisation de la fonction "Cell Fixed" (Cellule fixe)

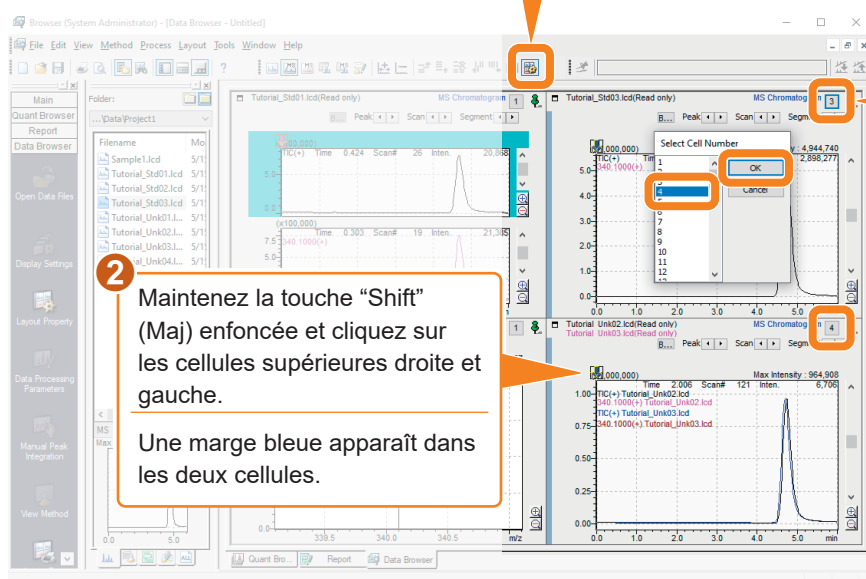
### 1 Affectation de numéros de cellules.

La fonction "Cell Fixed" (Cellule fixe) permet d'ouvrir les mêmes données dans différentes cellules auxquelles le même numéro de cellule a été attribué.

1

Cliquez 

L'ensemble de la fenêtre [Data Browser] passe en mode [Cell Fix] et le numéro de cellule [Cell Number] s'affiche dans le coin supérieur droit de chaque cellule.



2 Maintenez la touche "Shift" (Maj) enfoncée et cliquez sur les cellules supérieures droite et gauche.


Une marge bleue apparaît dans les deux cellules.

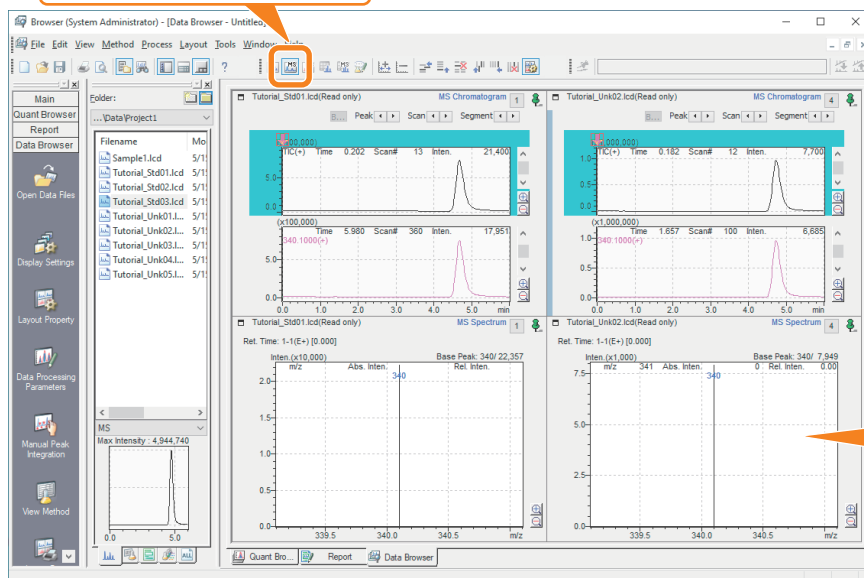
3 Tout en appuyant sur la touche [Shift], cliquez sur [Cell Number], sélectionnez la cellule n° 4 et cliquez sur [OK].

Les numéros de cellule de deux cellules deviennent tous deux 4.

## 2 Affichage d'un chromatogramme MS et du spectre MS.

1

Cliquez sur le bouton  (Chromatogramme MS)



2

Maintenez la touche "Shift" (Maj) enfoncée et cliquez sur les deux cellules inférieures.



Lorsque les deux cellules sont actives, elles peuvent être sélectionnées simultanément à l'aide des boutons de la barre d'outils.

À gauche, les deux cellules portent le numéro 1, et le même fichier de données (Tutorial\_Unk01.lcd) est affiché dans les deux cellules. À droite, les deux cellules portent le numéro 4, et le même fichier de données (Tutorial\_Std01.lcd) est affiché dans les deux cellules. Lorsque le mode "Cell Fixed" (Cellule fixe) est activé, le même fichier de données est affiché dans toutes les cellules portant le même numéro de cellule.

## 3 Vérification pendant la comparaison de données.

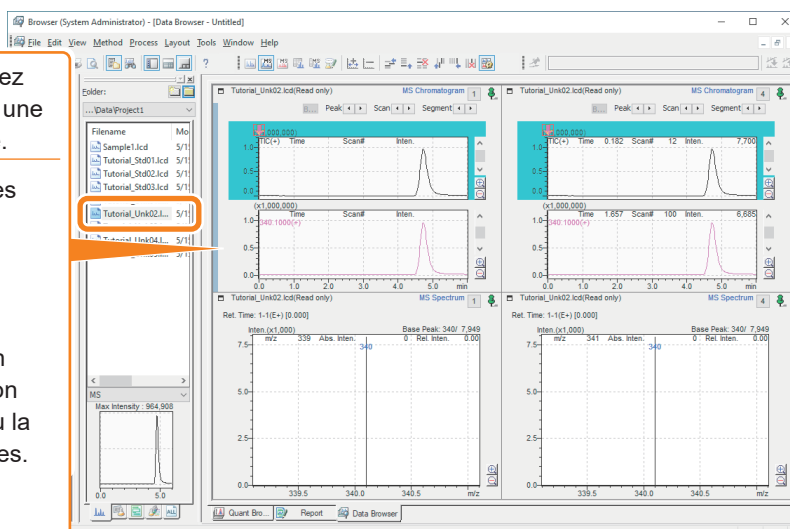
À ce stade, les fichiers de données peuvent facilement être permutés pour faciliter la comparaison des données.

1

Sélectionnez et déplacez Tutorial\_Unk02.lcd sur une des cellules de gauche.

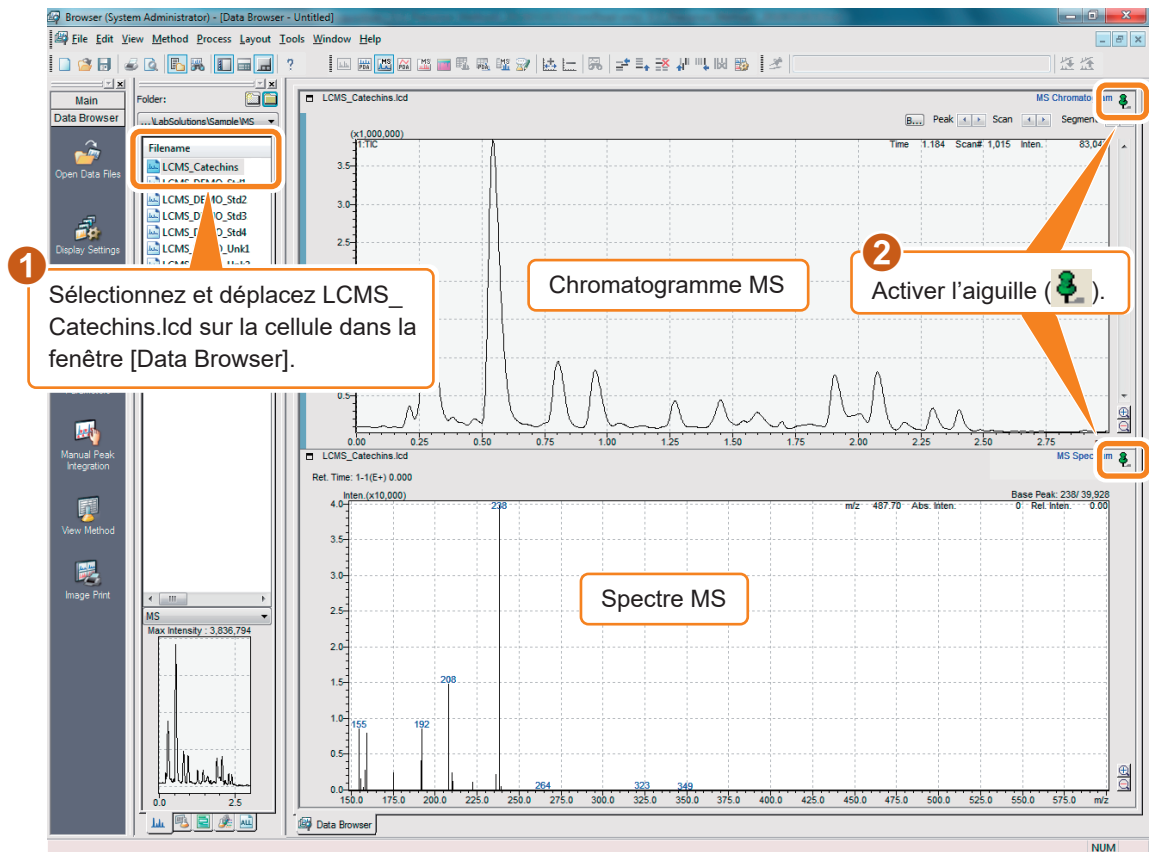
Les deux cellules situées à gauche changent simultanément.

Lorsque vous déplacez le fichier sur la cellule [MS Chromatogram], un message de confirmation s'affiche avant l'ajout ou la modification des données. Sélectionnez [No] pour modifier les données.



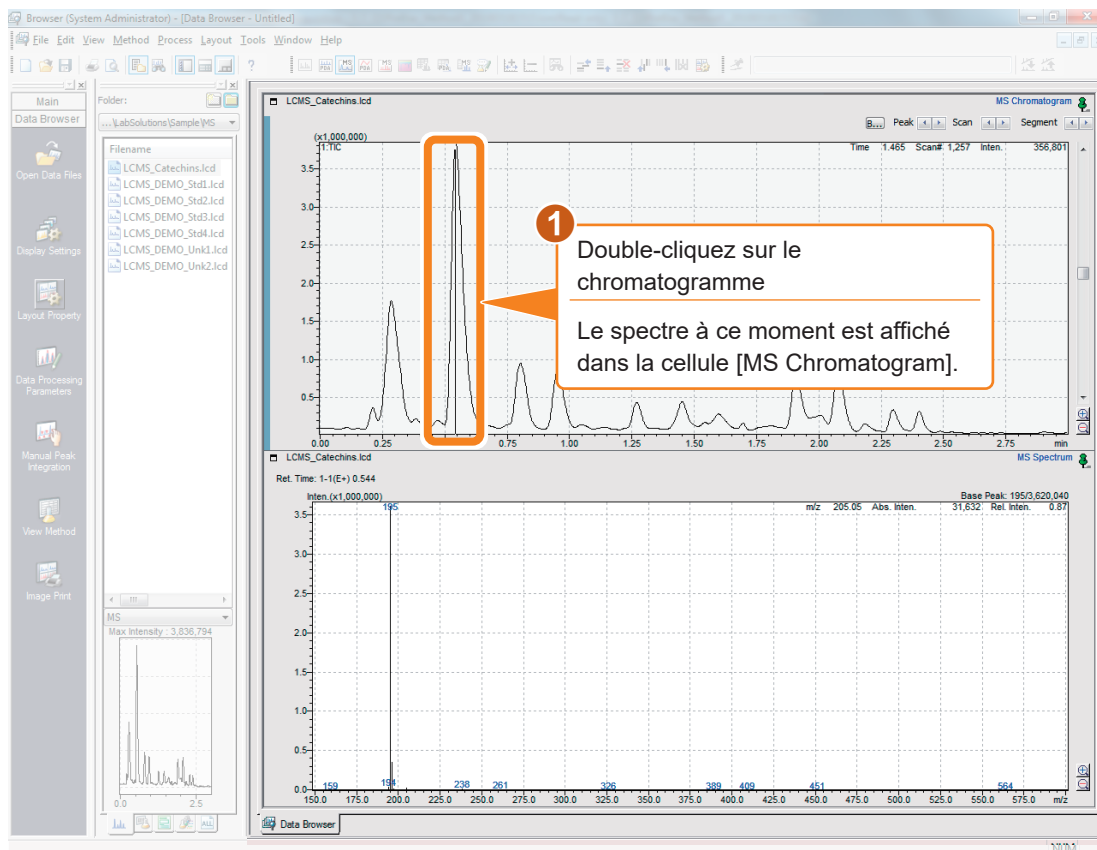
## 9.5 Traitement qualitatif dans la fenêtre [Data Browser]

### 1 Chargement du fichier de données.



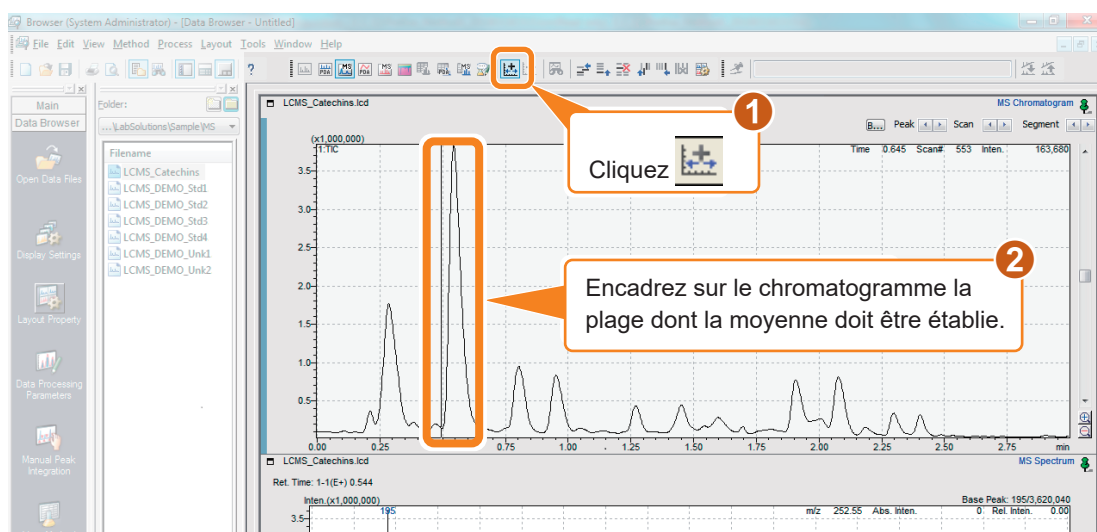
Un clic sur l'aiguille permet de l'activer et de la désactiver. Lorsque l'aiguille est activée, les cellules sont verrouillées. Les fonctions de l'explorateur appliquées à une cellule épinglée sont exécutées dans toutes les cellules épinglées.

## 2 Affichage du spectre MS.



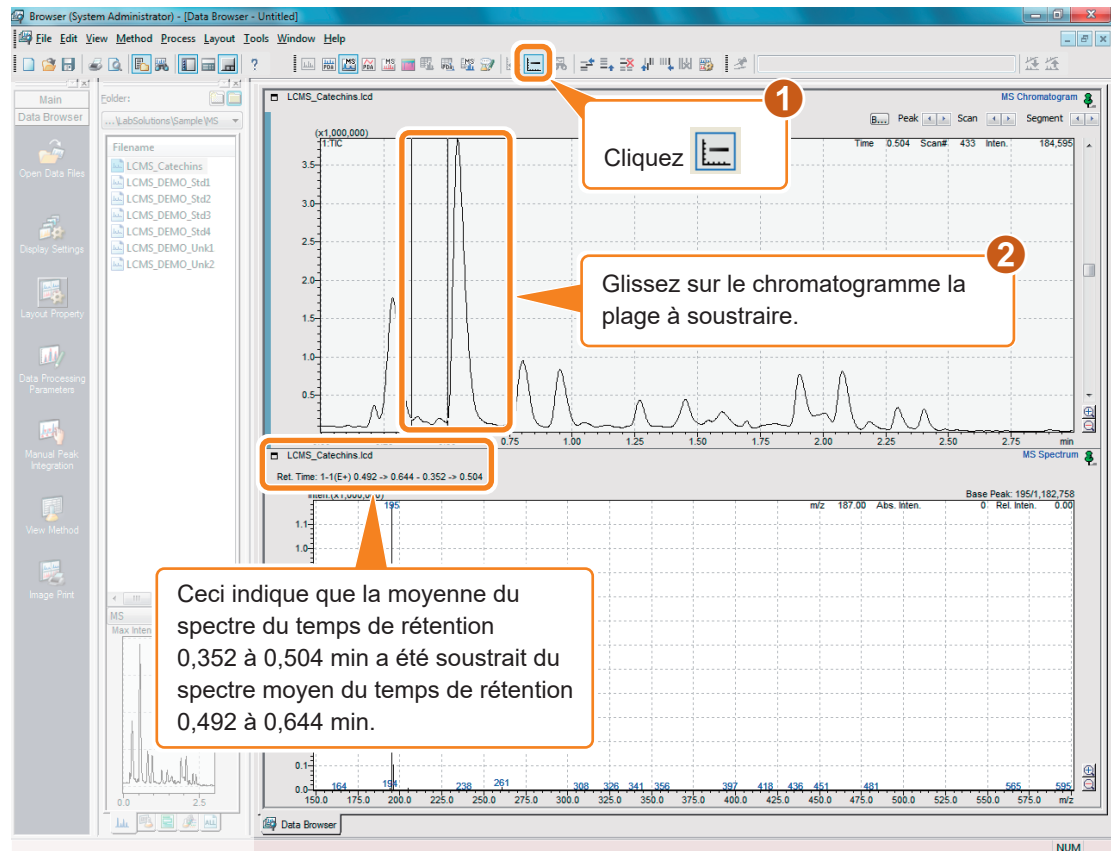
## 3 Moyenne du spectre MS.

Il est possible d'afficher un spectre moyen corrigé en effectuant le total et la moyenne des spectres dans une certaine fourchette de temps.



## 4 Effectuez une soustraction sur le spectre MS.

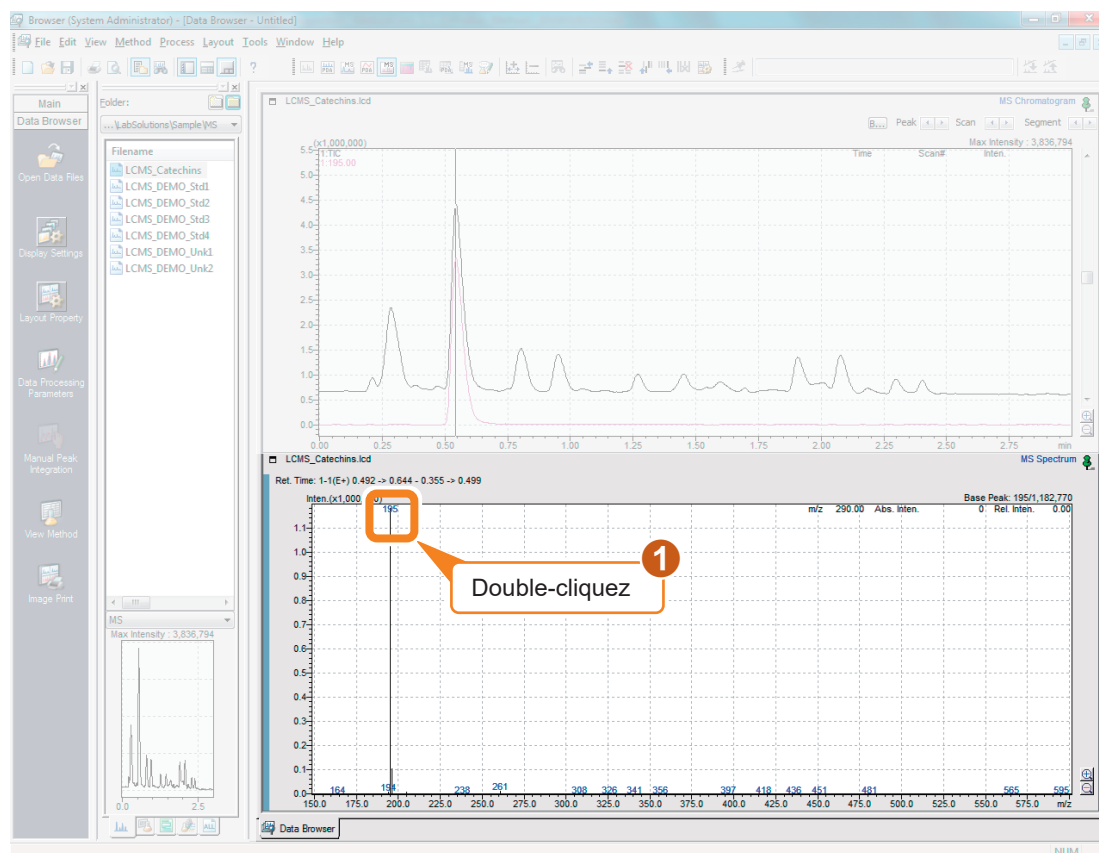
Il est possible d'afficher un spectre d'apparence plus net en soustrayant le spectre MS du bruit de fond de la moyenne du spectre.



**Conseil** Lorsque le bouton de soustraction a été sélectionné, un double clic sur le chromatogramme soustrait le spectre à l'endroit du clic.

## 5 Affichage du chromatogramme MS.

Double-cliquez sur le pic du spectre MS. Le chromatogramme du  $m/z$  à l'endroit du double-clic dans la cellule [MS Chromatogram] s'ajoute à l'affichage.

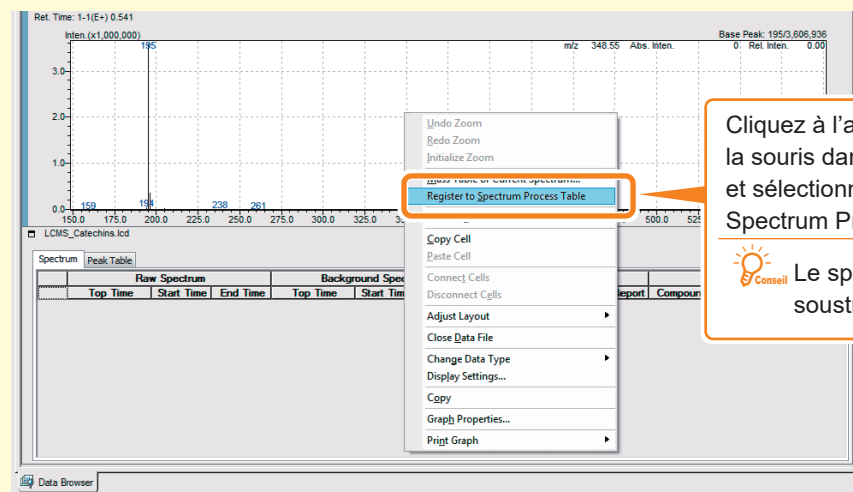


### ▼ Tips


Enregistrement d'un spectre moyen/calculé dans le tableau de traitement de spectre

Lorsqu'un spectre a été soumis à un calcul de la moyenne/à un calcul, les résultats peuvent être enregistrés dans le tableau de traitement de spectre pour permettre de rappeler facilement le spectre calculé ultérieurement.

Il est également possible d'imprimer le spectre dans la fenêtre [Report].



Cliquez à l'aide du bouton droit de la souris dans le graphe de spectre et sélectionnez l'option [Register to Spectrum Process Table].

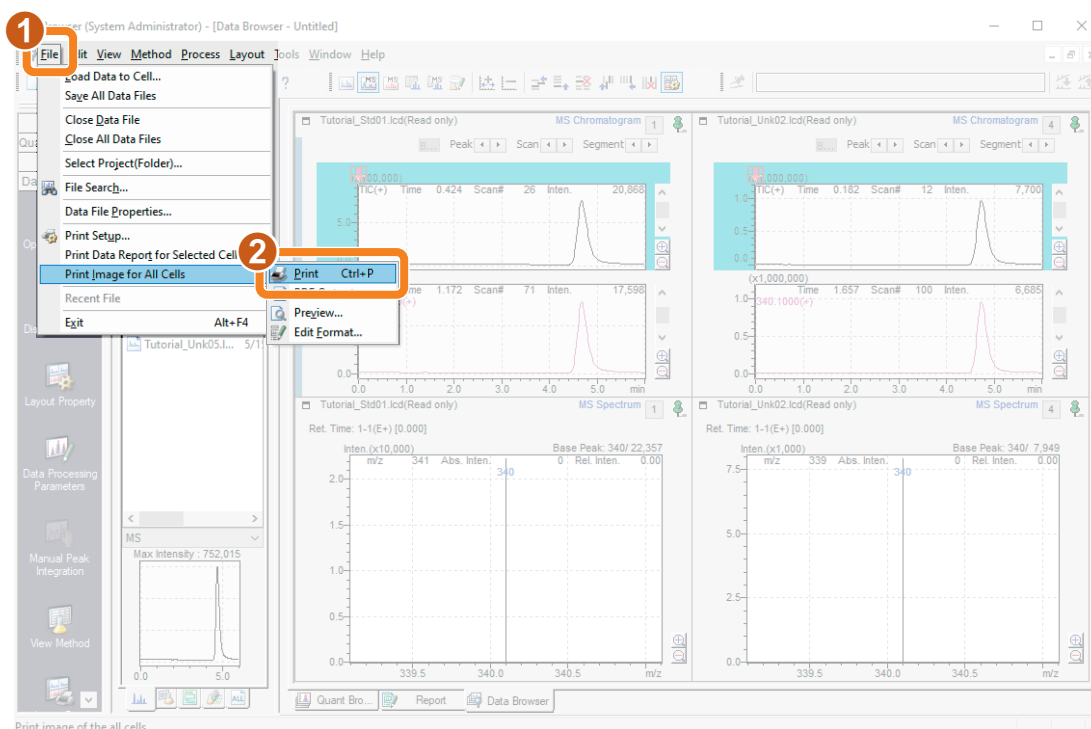
 **Conseil** Le spectre MS moyen et/ou soustrait est enregistré.



## 9.6 Impression à partir de la fenêtre [Data Browser]

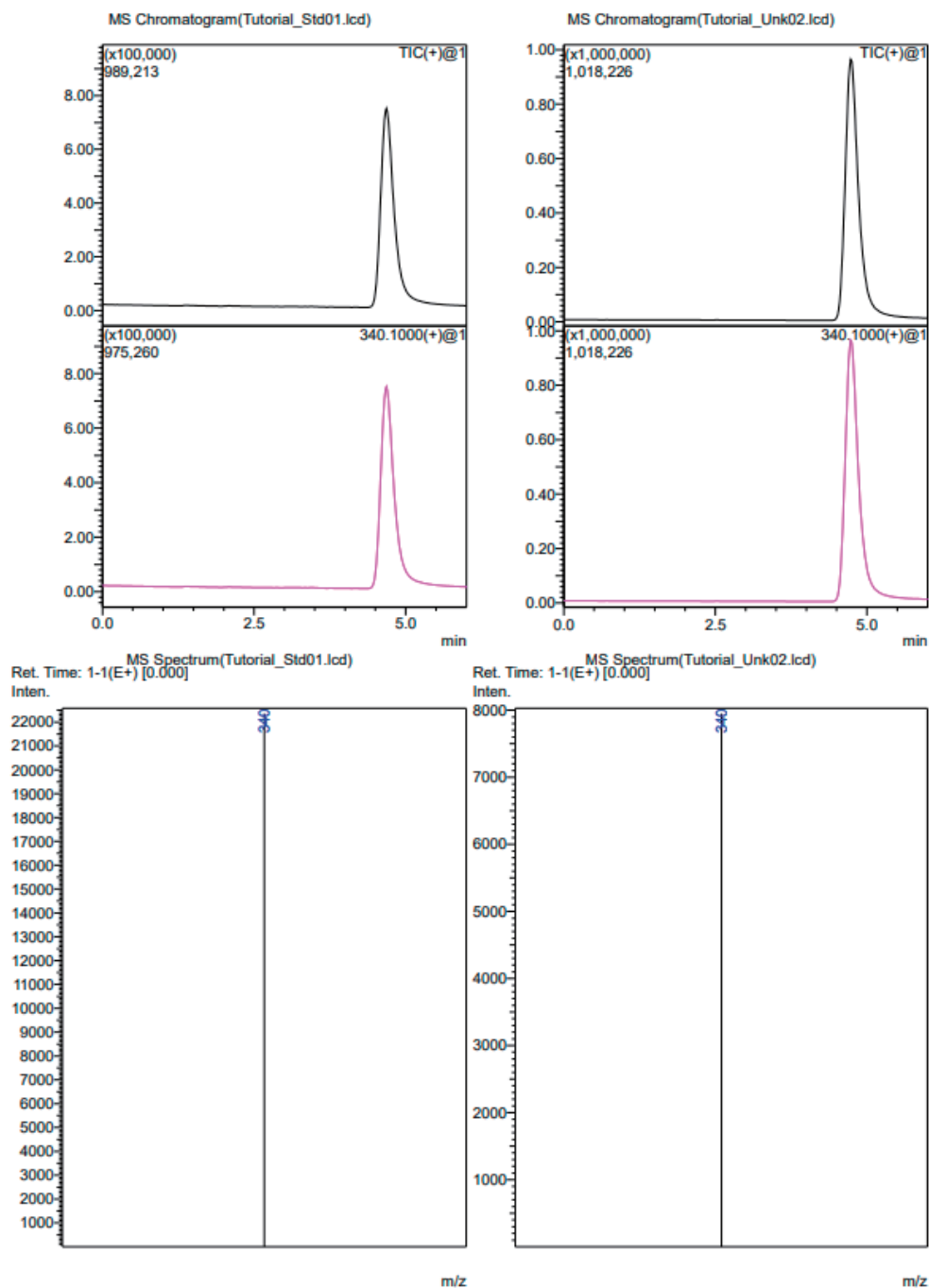
### 1 Impression d'une image de l'écran.

Il est possible d'imprimer dans leur format d'affichage les cellules affichées dans la fenêtre [Data Browser].



Sélectionnez l'option [Print Data Report for Selected Cell] dans le menu [File] pour imprimer selon le format de rapport enregistré dans le fichier de données.

# ==== Shimadzu LabSolutions Browser Report ====



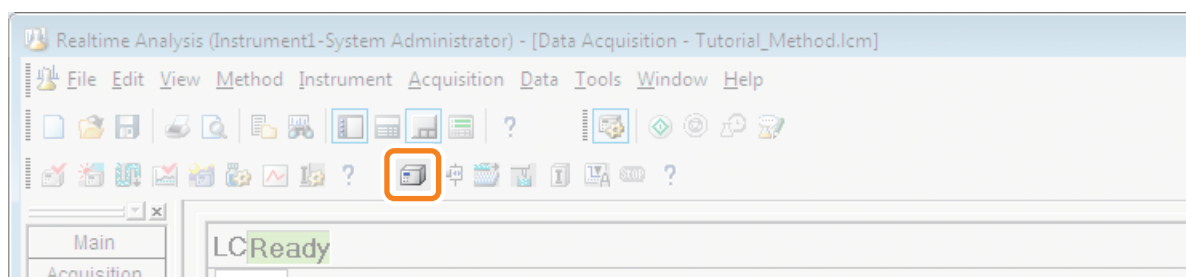
# Chapitre 10. Arrêt (LC)

Ce dernier chapitre explique comment quitter LabSolutions.

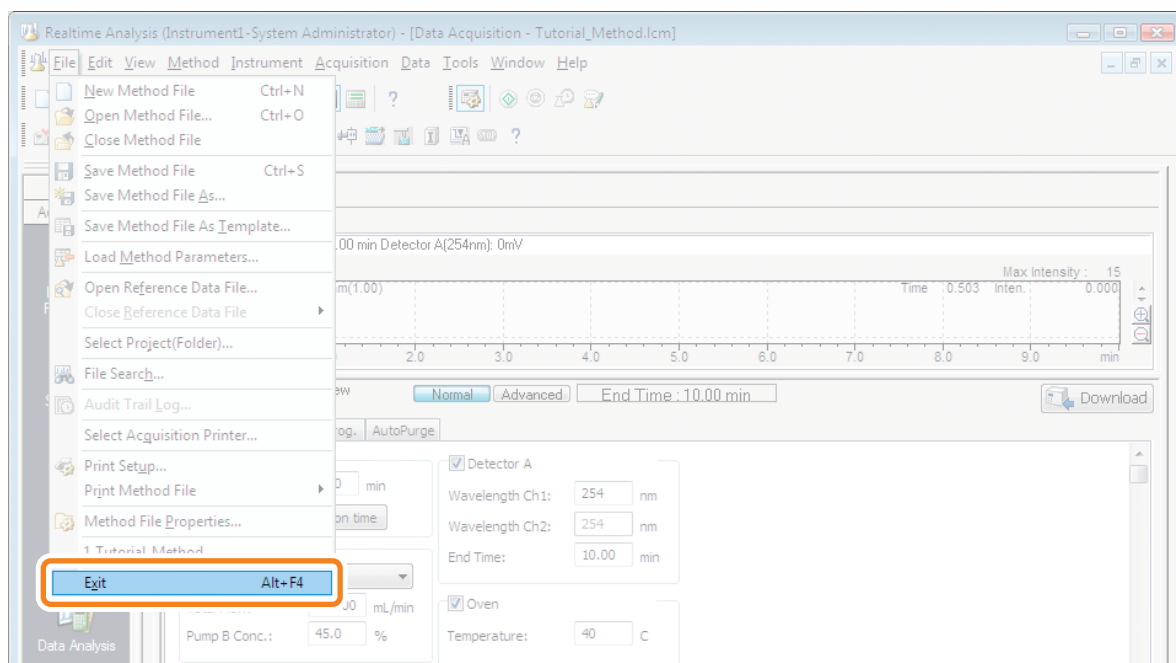
## 1 Arrêtez le fonctionnement des instruments.

Arrêtez la pompe de distribution de solvant et le four de la colonne.

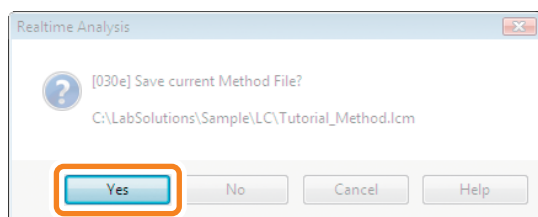
## 2 Mettez sur OFF.



## 3 Sélectionnez [Exit] une fois que le four a refroidi.



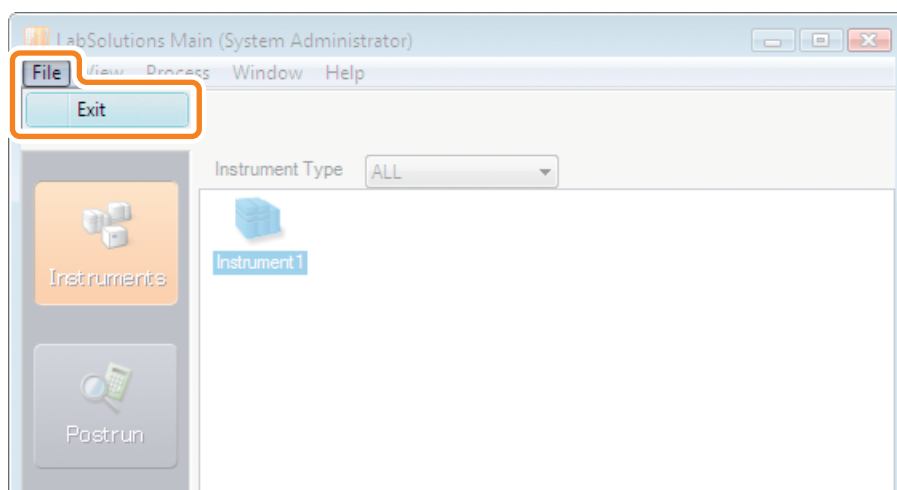
## 4 Cliquez sur [Yes].



Si un fichier n'a pas encore été sauvegardé, une fenêtre s'ouvre et demande s'il faut l'enregistrer avant de quitter le programme [Realtime Analysis].

## 5 Quittez LabSolutions.

Si le programme [Postrun Analysis] ou le programme [Browser] est ouvert, cliquez sur [Exit] dans le menu [File] du programme concerné afin de le fermer.

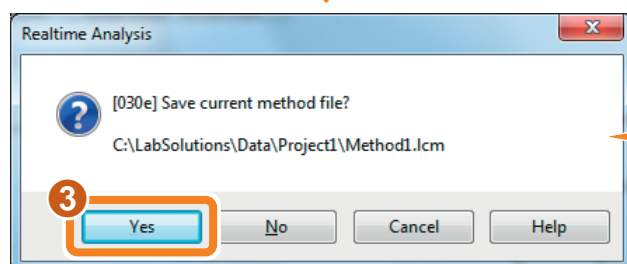
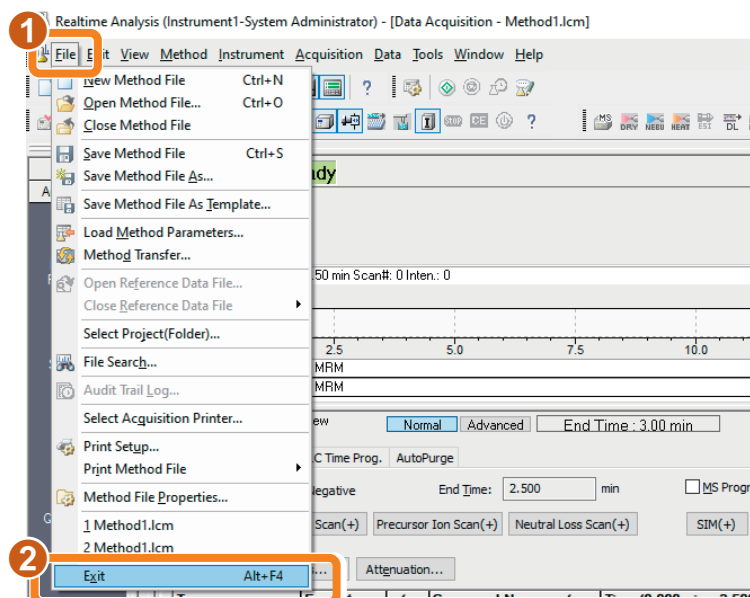


## 6 Arrêtez Windows, puis éteignez le PC et l'imprimante.

## 7 Éteignez tous les instruments.

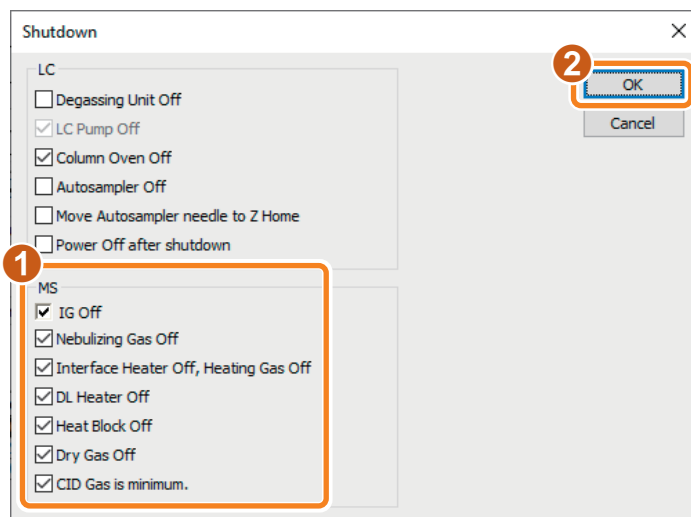
# Chapitre 11. Arrêt (LCMS)

## 1 Fermez toutes les fenêtres ouvertes.

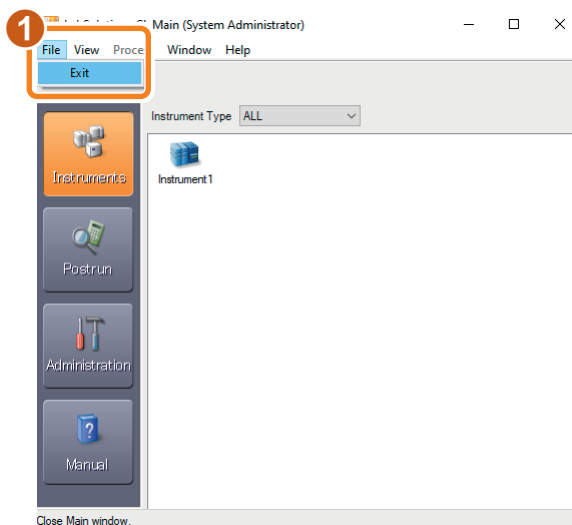


Cette sous-fenêtre s'affiche si des fichiers n'ont pas été sauvegardés.

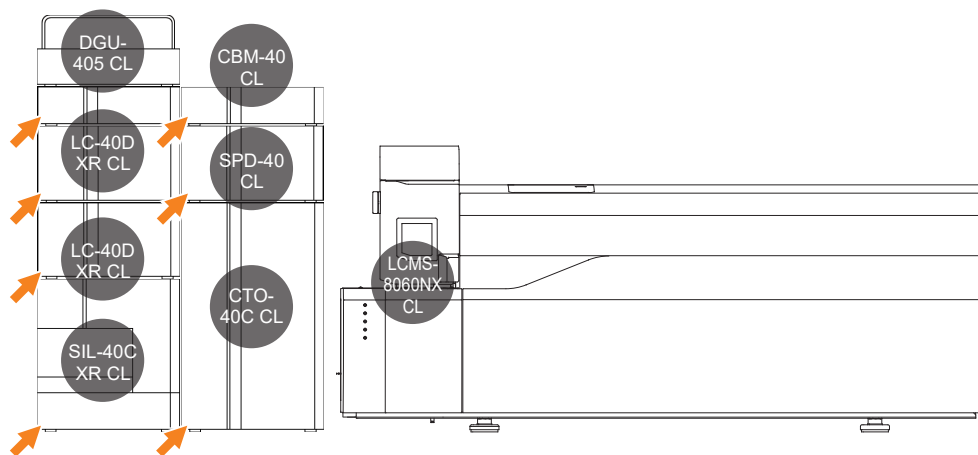
## 2 Arrêtez les pompes LC, les débits de gaz et les chauffages dans la sous-fenêtre [Shutdown].



### 3 Quittez LabSolutions.



### 4 Éteignez tous les modules LC.



Conseil En fonctionnement en routine, il n'est pas nécessaire d'éteindre le LCMS-8060NX.

### 5 Cessez de fournir de l'azote gazeux et branchez DL avec la prise DL.