



CIQ LC 5.0

Customized Instrument Qualification
in Waters Empower®

Bedienungsanleitung

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	5
1.1 Allgemein	5
1.2 Bildschirmausdrucke	5
2. Vorbereitung der Qualifizierung	6
2.1 Proben	6
2.2 Messgeräte und Hilfsmittel	6
3. Handhabung von Prüfpunkten, für die keine Datenaufnahme in Empower® erfolgt	6
3.1 Flussgenauigkeit von Pumpensystemen	7
3.2 Temperaturgenauigkeit des Säulenofens	7
3.3 Temperaturgenauigkeit des Probengeber Thermostaten	8
4. Prüfpunkte mit einer Datenaufnahme in Empower®	8
4.1 Positionierung der Vials	8
4.2 Injektor Überprüfung	8
4.3 Gradientenformung.....	10
4.4 Eluentenschaltventil	11
4.5 Detektorüberprüfung	12
4.6 Fluoreszenzdetektor (FLD).....	13
4.7 Brechindexdetektor (RID)	15
4.8 Säulenschaltventile	16
5. Einrichten eines Projektes in Empower®	18
6. Aufsetzen der entsprechenden Methoden	22
6.1 Benennung der Methoden in Empower®	22
6.2 Instrument Method	22
6.3 Processing Method.....	24
6.4 Method Set	24
6.5 Sample Set Method	25
7. Starten der Qualifizierung	25
7.1 Angabe von Informationen zum Qualifizierungslauf	25
7.2 Eintrag von Messwerten.....	25
7.3 Manuelle Vorgaben für Detektor	26
7.4 Starten der Messung	27

8.	Auswertung der Daten	29
8.1	Überprüfung der Messdaten und Anpassung der Processing Method.....	29
8.2	Background Processing	34
8.3	Reintegration von Ergebnissen	37
9.	Berichterstellung	39
10.	Dokumentation der Qualifizierung	42
11.	Anhang	43
11.1	Ergänzende Dokumente	43
11.2	Benennung der Methoden	43
12.	Kontakt beyontics	46

1. Einleitung

1.1 Allgemein

Mit dem hier beschriebenen Ablauf der Qualifizierung von LC Systemen ist es möglich die Geräte-Qualifizierung weitestgehend automatisiert über Empower® zu steuern. Das CIQ ist unabhängig vom zu qualifizierenden Gerätetyp. Es ist auch geeignet für Systeme, die nicht direkt über Empower® angesteuert werden können und lediglich über einen Analog-Digital-Wandler (SAT/IN®) aufgezeichnete Daten an Empower® übermitteln. Das vorliegende CIQ ist entworfen und getestet für folgende LC Systeme: Agilent 1100/1200, 1260, Agilent 1290er, Waters UPLC.

Die Prüfpunkte, die mit dem vorliegenden CIQ erfasst werden, lassen sich grob in zwei Kategorien einteilen. Zum einen werden Tests erfasst, für die sich Messdaten und Ergebnisse nicht automatisch durch Empower® generieren lassen (z.B. Temperaturwerte und Flussgeschwindigkeiten). Damit diese dennoch in die Gesamtauswertung der Qualifizierung mit einfließen können, ist hier standardmäßig ein händischer Eintrag der ermittelten Werte vorgesehen. Die zweite Kategorie bilden Tests, für die eine Datenaufnahme und Auswertung durch Empower® erfolgt.

1.2 Bildschirmausdrucke

Bitmaps von Fenstern in diesem Dokument können leicht von ausgeliefertem Produkt abweichen. Dieses ist bedingt durch Änderungen während der Erstellungsphase und Unterschieden zwischen einzelnen Editionen des CIQs. Es wurde allerdings darauf geachtet, dass keine grundlegenden Unterschiede, die die Funktionalität des CIQs berühren, auftreten. Wo diese Unterschiede bestehen, gilt, dass die im Text dieses Handbuchs beschriebene Eigenschaft gültig ist.

2. Vorbereitung der Qualifizierung

Im Folgenden sind Probenlösungen, Fließmittel und Ausstattung beschrieben, die für die Qualifizierung benötigt werden.

2.1 Proben

- Koffein Testlösung (Koffein/Wasser: 0.5, 1.0, 5.0, 25.0, 50.0 µg/ml)
- Blanklösung: Wasser
- Holmiumperchlorat Lösung (5% in 1,4 normaler Perchlorsäure)
- Glycerin/Wasser (5, 10, 15, 25 und 50 mg/ml)

2.2 Messgeräte und Hilfsmittel

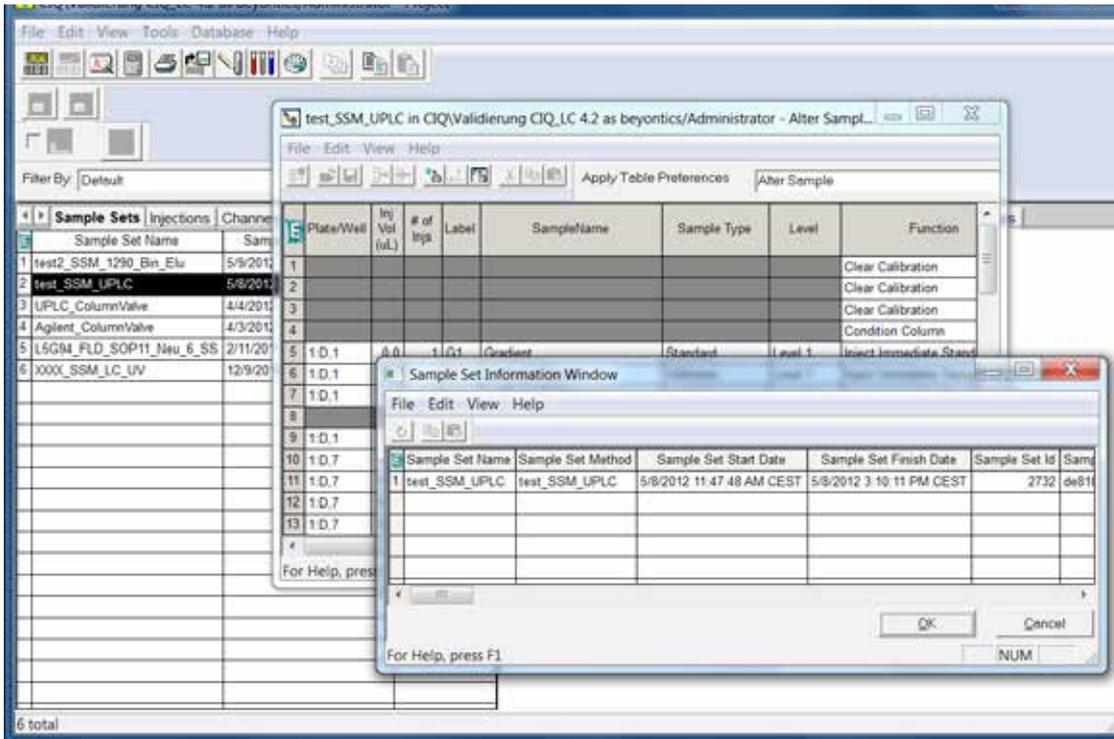
- Flussmessgerät für Flüssigkeiten (Bereich 0.5 bis 5.0 ml/min muss abgedeckt sein)
- Temperaturmessgerät (Bereich -1 bis 83°C muss abgedeckt sein)
- Säule: Restriktionskapillare 10mx0.13mm
- Fließmittel:
 - A: Wasser
 - B: 0.5% Aceton in Wasser
 - C: Wasser*
 - D: 0.5% Aceton in Wasser*

*Nur bei quaternären Pumpen

3. Handhabung von Prüfpunkten, für die keine Datenaufnahme in Empower® erfolgt

In der Dokumentation für die Custom Fields ist detailliert beschrieben, in welche Felder welche Werte einzutragen sind.

Sollte für einen oder mehrere Prüfpunkte keine Bestimmung erfolgen, dann ist dieses ohne Weiteres denkbar. Es wird lediglich der vorgegebene Standardwert des Eingabefeldes beibehalten, im Report erscheint dann die Angabe N/A. Die zugrundeliegenden Spezifikationen sind der Prüfpunkteübersicht im Anhang zu entnehmen.



3.1 Flussgenauigkeit von Pumpensystemen

Es können drei unterschiedliche Flussratenbereiche gleichzeitig ausgewertet werden. Für jeden Bereich stehen zwei Eingabefelder zur Verfügung (A und B), sollte nur für eine Position (z.B. quaternäre Pumpe) eine Bestimmung erfolgen, wird lediglich das A Feld benutzt und der bestehende Eintrag des B Feldes beibehalten. Als Ergebnis wird in diesem Fall *N/A* für das B Feld ausgegeben. Es ist vorgesehen, dass in Empower® lediglich die Mittelwerte aus einer beliebigen Anzahl an Einzelmessungen eingetragen werden. Zusätzlich kann die relative Standardabweichung der Einzelmessungen eingegeben werden. Mittelwerte und relative Standardabweichungen sind also für die Einzelwerte zuvor zu berechnen.

3.2 Temperaturgenauigkeit des Säulenofens

Es können drei Säulenofen-Temperaturen mit drei Solltemperaturen überprüft werden. Für jede Temperatur können zwei Messwerte eingetragen werden (A und B). Damit wird berücksichtigt, dass an zwei Stellen im Säulenofen eine Bestimmung erfolgt. Erfolgt nur an einer Stelle eine Bestimmung, bleibt der

Default Wert in dem B Feld stehen, damit hierfür im Ergebnis *N/A* ausgegeben werden kann.

3.3 Temperaturgenauigkeit des Probengeber Thermostaten

Es können bis zu drei Solltemperaturen überprüft werden. Die Bestimmung erfolgt an einer Vial Position, die entsprechend frei vorgegeben werden kann.

4. Prüfpunkte mit einer Datenaufnahme in Empower®

Die Prüfpunkte können zusammenhängend in einem einzigen Sample Set vermessen werden. Eine Sample Set Methode als Vorlage ist Bestandteil des CIQs. Da diese Methode bereits wichtige Einstellungen, wie die Injektionsreihenfolge, die Positionierung der Proben, Labels, Levels und Angaben in beschreibenden Custom Fields vorgibt, ist auf diese Methode zurückzugreifen. Diese Einstellungen sind zwingend erforderlich für eine spätere korrekte Auswertung der Tests.

4.1 Positionierung der Vials

Vial Position	Probenbeschreibung
1	Blindwert (Wasser)
2	Koffein 0.5 µg/ml
3	Koffein 1.0 µg/ml
4	Koffein 5.0 µg/ml
5	Koffein 25.0 µg/ml
6	Koffein 50.0 µg/ml
9	Holmiumperchlorat

4.2 Injektor Überprüfung

Für die Injektor Überprüfung werden eine Koffein-Testlösung (25µg/ml) und ein Blindwert (Wasser) benutzt.

4.2.1 Methodeneinstellung

Eluent	100% Wasser (A)
Säulenofen	N/A
Fluss	1ml/min
Detektor	UV/VIS
Detektorwellenlänge	273nm
Laufzeit	1.5min (0.5min für UPLC oder A1290)

4.2.2 Peakflächenreproduzierbarkeit

Anhand von 6 Einzelinjektionen aus der Testlösung mit einem Injektionsvolumen von 20 μ l (10 μ l bei A1290; 5 μ l bei UPLC) wird die Reproduzierbarkeit über die %RSD ermittelt.

4.2.3 Verschleppung

Es wird das prozentual Verhältnis der Peakfläche für Koffein aus dem Blindwert zu einer Probenlösung ermittelt.

4.2.4 Injektorlinearität

Die Testlösung wird hintereinander mit folgenden Volumina injiziert:

LC Typ	Injektionsvolumina
A1100, A1200, A1260	1, 10, 20, 50 und 100 μ l.
A1290	1, 5, 10, 15, 20 μ l
Waters UPLC	3, 4, 5, 6, 7 μ l

Das jeweilige Volumen ist als Standardeinwaage in Empower® angegeben, sodass eine Regressionsgerade berechnet werden kann. Zur Auswertung wird das Bestimmtheitsmaß R betrachtet.

4.3 Gradientenformung

Es wird ein Gradient vermessen der von 0% Eluent B in vier Stufen bei 5, 50, 90 und 100% B ansteigt und linear wieder auf 0% B abfällt

4.3.1 Methodeneinstellung

Säulenofen	40°C
Fluss	2ml/min
Detektor	UV/VIS
Detektorwellenlänge	265nm

4.3.2 Gradientenverlauf

Zeit [min]	Wasser [%] Eluent A	Wasser/Aceton [%] Eluent B
0.00	100.0	0.0
3.00	100.0	0.0
3.01	95.0	5.0
8.00	95.0	5.0
8.01	50.0	50.0
13.00	50.0	50.0
13.01	5.0	95.0
18.00	5.0	95.0
18.01	0.0	100.0
23.00	0.0	100.0
23.01	100.0	0.0
28.00	100.0	0.0

Bei quaternären Pumpen wird dieser Test für Eluent C und D wiederholt.

4.3.3 Gradientenrichtigkeit

Es wird die Richtigkeit für die einzelnen Stufenhöhen in Anlehnung an den theoretischen Sollwert berechnet.

Formel:

$$\left| H - \left(\frac{P_x}{P_{100\%}} \right) * 100 \right|$$

H: Stufenhöhenollwert

P(x): Stufenhöhenistwert

P(100%): Stufenhöhenistwert bei 100% Eluent B

4.3.4 Gradientenlinearität

Es wird über die einzelnen Peakstufenhöhen eine Regressionsgerade gelegt und ihr Bestimmtheitsmaß berechnet.

4.4 Eluentenschaltventil

4.4.1 Methodeneinstellung

Eluent	Kanal 1(A1 und B2) - 100 % Wasser; Kanal 2 (A2 und B1)- 0.5 % Aceton in Wasser
Säulenofen	40 °C
Fluss	2.0 ml/min
Detektorwellenlänge	265 nm
Laufzeit	10 min

Die Überprüfung erfolgt mit einem Blank-Lauf. Es werden Ventil A1 gegen Ventil B1 und Ventil A2 gegen Ventil B2 überprüft.

	Laufzeit [min]	Eluent B [%]	Fluss [ml/min]
Ventile A1/B1	0.00	0.0	2.0
	5.00	30.0	2.0
	10.00	0.0	2.0
Ventile A2/B2	0.00	0.0	2.0
	5.00	30.0	2.0

	Laufzeit [min]	Eluent B [%]	Fluss [ml/min]
	10.00	0.0	2.0

Es wird die die Height bei 2 und 6 Minuten Laufzeit ermittelt.

4.5 Detektorüberprüfung

4.5.1 Methodeneinstellung

Eluent	100% Wasser (A)
Säulenofen	40°C
Fluss	1ml/min
Detektor	UV/VIS
Detektorwellenlänge	273nm
Laufzeit	siehe Prüfpunkt

4.5.2 Detektorlinearität

Es wird über eine Konzentrationsreihe der Testlösung (0.5, 1.0, 5.0, 25.0, 50.0 µl/ml Koffein) eine Regressionsgerade berechnet und ihr Bestimmtheitsmaß bewertet. Injektionsvolumen 20µl (10µl bei A1290 und Waters UPLC). Laufzeit 1.5 min (0.5 min bei A1290 und Waters UPLC).

4.5.3 Basislinienverlauf

Es wird über 20min eine Basislinie aufgezeichnet und Noise und Drift ausgewertet. Die Aufzeichnung erfolgt bei 254 nm.

4.5.3 Wellenlängenrichtigkeit

Die Wellenlänge wird an vier Wellenlängen überprüft, bei 205, 241, 278 und 361nm. Dazu werden für jede Wellenlänge ein Bereich von +/- 3nm in Schritten von 1nm vermessen. Koffein Testlösung bei 205nm und Holmiumperchloratlösung bei 241, 278 und 361 nm. Laufzeit 1 min (0,5 min bei A1290 und Waters UPLC).

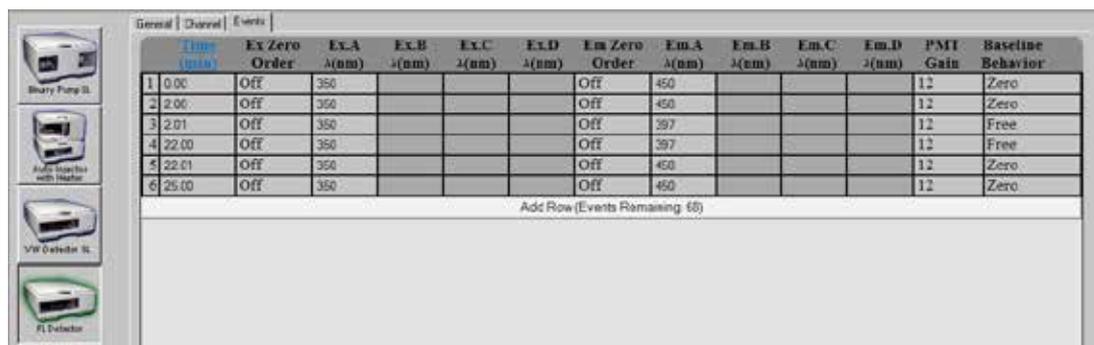
4.6 Fluoreszenzdetektor (FLD)

4.6.1 Methodeneinstellung

Eluent	100% Wasser (A)
Säulenofen	40 °C
Fluss	1ml/min
Detektor	FLD
Extinktionswellenlänge	350 nm
Emissionswellenlänge	397 nm
Laufzeit	siehe Prüfpunkt

4.6.2 Signal-Rauschverhältnis

Es erfolgt eine Aufzeichnung der Basislinie über 25 Minuten. Zwischen 2 und 22 Minuten beträgt die Extinktion 350 nm und die Emission 397 nm, zu Beginn und zum Ende beträgt die Emission 450 nm (Höhe der Basislinie = 0).



Time	Ex Zero Order	Ex.A λ (nm)	Ex.B λ (nm)	Ex.C λ (nm)	Ex.D λ (nm)	Em Zero Order	Em.A λ (nm)	Em.B λ (nm)	Em.C λ (nm)	Em.D λ (nm)	PMI Gain	Baseline Behavior
1 0:00	Off	350				Off	450				12	Zero
2 2:00	Off	350				Off	450				12	Zero
3 2:01	Off	350				Off	397				12	Free
4 22:00	Off	350				Off	397				12	Free
5 22:01	Off	350				Off	450				12	Zero
6 25:00	Off	350				Off	450				12	Zero

Adv Row (Events Remaining 66)

Zur Berechnung des Signal-Rausch-Verhältnisses wird die Höhe der Basislinie bei 7.5 Minuten ermittelt. Dieser Wert wird ins Verhältnis zur *AveragePeakToPeakNoise* (ermittelt am Verlauf der Basislinie zwischen 5 und 20 Minuten) gesetzt und mit einem entsprechenden Korrekturfaktor multipliziert.

4.6.3 Wellenlängenrichtigkeit

Es wird die Wellenlängenrichtigkeit für die Extinktion und die Emission durch zwei getrennte Läufe ermittelt. Während dieser Läufe erfolgt eine Wellenlängen Scan.

Laufzeit: 12 Minuten

Extinktion: Scan zwischen 340 und 360 nm

	Time (min)	Ex Zero Order	Ex.A λ(nm)	Ex.B λ(nm)	Ex.C λ(nm)	Ex.D λ(nm)	Em Zero Order	Em.A λ(nm)	Em.B λ(nm)	Em.C λ(nm)	Em.D λ(nm)	PMT Gain	Baseline Behavior
1	0.00	Off	340				Off	450				12	Zero
2	0.49	Off	340				Off	450				12	Zero
3	0.50	Off	340				Off	397				12	Free
4	1.00	Off	341				Off	397				12	Free
5	1.50	Off	342				Off	397				12	Free
6	2.00	Off	343				Off	397				12	Free
7	2.50	Off	344				Off	397				12	Free
8	3.00	Off	345				Off	397				12	Free
9	3.50	Off	346				Off	397				12	Free
10	4.00	Off	347				Off	397				12	Free
11	4.50	Off	348				Off	397				12	Free
12	5.00	Off	349				Off	397				12	Free
13	5.50	Off	350				Off	397				12	Free
14	6.00	Off	351				Off	397				12	Free
15	6.50	Off	352				Off	397				12	Free
16	7.00	Off	353				Off	397				12	Free
17	7.50	Off	354				Off	397				12	Free
18	8.00	Off	355				Off	397				12	Free
19	8.50	Off	356				Off	397				12	Free
20	9.00	Off	357				Off	397				12	Free
21	9.50	Off	358				Off	397				12	Free
22	10.00	Off	359				Off	397				12	Free
23	10.50	Off	360				Off	397				12	Free
24	11.00	Off	340				Off	450				12	Zero
25	12.00	Off	340				Off	450				12	Zero

Add Row (Events Remaining: 47)

Emission: Scan zwischen 387 und 407 nm

	Time (min)	Ex Zero Order	Ex.A λ(nm)	Ex.B λ(nm)	Ex.C λ(nm)	Ex.D λ(nm)	Em Zero Order	Em.A λ(nm)	Em.B λ(nm)	Em.C λ(nm)	Em.D λ(nm)	PMT Gain	Baseline Behavior
1	0.00	Off	350				Off	450				12	Zero
2	0.49	Off	350				Off	450				12	Zero
3	0.50	Off	350				Off	387				12	Free
4	1.00	Off	350				Off	388				12	Free
5	1.50	Off	350				Off	389				12	Free
6	2.00	Off	350				Off	390				12	Free
7	2.50	Off	350				Off	391				12	Free
8	3.00	Off	350				Off	392				12	Free
9	3.50	Off	350				Off	393				12	Free
10	4.00	Off	350				Off	394				12	Free
11	4.50	Off	350				Off	395				12	Free
12	5.00	Off	350				Off	396				12	Free
13	5.50	Off	350				Off	397				12	Free
14	6.00	Off	350				Off	398				12	Free
15	6.50	Off	350				Off	399				12	Free
16	7.00	Off	350				Off	400				12	Free
17	7.50	Off	350				Off	401				12	Free
18	8.00	Off	350				Off	402				12	Free
19	8.50	Off	350				Off	403				12	Free
20	9.00	Off	350				Off	404				12	Free
21	9.50	Off	350				Off	405				12	Free
22	10.00	Off	350				Off	406				12	Free
23	10.50	Off	350				Off	407				12	Free
24	11.00	Off	350				Off	450				12	Zero
25	12.00	Off	350				Off	450				12	Zero

Add Row (Events Remaining: 40)

Für jede Wellenlänge erfolgt eine Aufnahme über 0.5 Minuten, sodass sich ein

Stufenverlauf der Basislinie ergibt. Die höchste Stufe zeigt an, für welche Wellenlänge ein Maximum besteht (Extinktion bzw. Emissionsmaximum). Es wird die Abweichung vom Sollwert (350 nm Extinktion, 397 nm Emission) ermittelt, dieser darf höchstens 5 nm betragen.

4.7 Brechindexdetektor (RID)

4.7.1 Methodeneinstellung

Eluent	Eluent: 100% Wasser (A)
Säulenofen	40 °C
Fluss	1.0 ml/min
Säule	Kapillare 10m x 0,13mm
Laufzeit	vgl. Prüfpunkt

4.7.2 Drift und Rauschen

Dieser Test dient zur Überprüfung der Leistung von RI - Detektoren. Für den Zeitraum von 23 Minuten wird die Basislinie aufgezeichnet und das Rauschen und die Drift der Basislinie analysiert für einen 20 Minuten Bereich bestimmt. Die Drift wird auf eine Stunde hochgerechnet. Das Rauschen wird über die *AveragePeak-ToPeakNoise* berechnet (Segmentweite: 60 sec).

4.7.3 Linearität

Zur Überprüfung der Detektorlinearität wird eine Verdünnungsreihe einer zertifizierten Testlösung (Glyzerin/Wasser) in aufsteigender Konzentration vermessen. (5, 10, 15, 25 und 50 mg/ml).

Laufzeit: 1,5 min

Injektionsvolumen: 5µl

4.8 Säulenschaltventile

4.8.1 Methodeneinstellung

Eluent	Kanal 1- 100 % Wasser; Kanal 2 -/-
Säulenofen	40 °C
Fluss	2.0 ml/min
Detektorwellenlänge	265 nm
Laufzeit	vgl. Prüfpunkt

Es können zwei Arten von Säulenschaltventilen überprüft werden. Hierbei wird das Drucksignal ausgewertet, weswegen diese Prüfpunkte unabhängig von den übrigen Prüfpunkten gemessen und ausgewertet werden. Eine Channel-übergreifende Auswertung ist nicht möglich.

4.8.2 Agilent 2 Position, 6 Port

Verbindungen:

Valve Port	2 Position, 6 Port
1	vom ALS
2	Brücke
3	Brücke
4	zum Detektor
5	10 m * 0.13 mm
6	10 m * 0.13 mm
7	N/A
8	N/A
9	N/A
10	N/A
IN	N/A
OUT	N/A

Laufzeit 2 min, Instrument Data Curve: High Pressure

CSV Tabelle:

Time	Valve
0.00	1
0.50	2
1.00	1

Es werden die Druckwerte bei 0.4 und 0.9 Minuten betrachtet, Der Wert bei 0.4 Minuten sollte größer sein als bei 0.9 Minuten

4.8.3 Waters UPLC

Verbindungen:

Valve Port	linkes Ventil	rechtes Ventil
1	10 m * 0.13 mm	10 m * 0.13 mm
2	Brücke 1	Brücke 1
3	Blindstopfen	Waste
4	Brücke 2	Brücke 2
5	Brücke 3	Brücke 3
6	Detektor	Sample Manager
7	Bypass	Bypass

Stoppzeit: 6 min(Einzelinjektionen zu je 0.5 Minuten Laufzeit pro Schaltung)

Instrument Data Curve: High Pressure

CSV Tabelle:

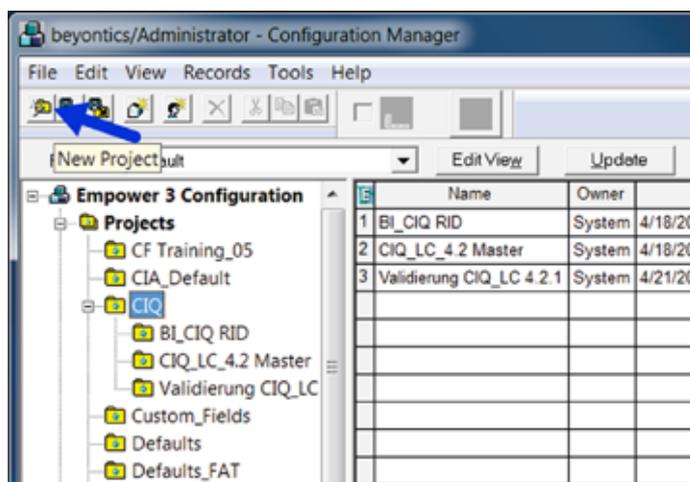
Time	Valve Position
0.00	Column 1
0.05	Column 2
1.00	Column 1
1.50	Column 3
2.00	Column 1
2.50	Column 4
3.00	Column 1
3.50	Bypass
4.00	Column 1

Es werden die Druckwerte bei jeweils 0.4 Minuten pro Injektion betrachtet. In der nachfolgenden Übersicht werden die Zeiten über den gesamten Test summiert angegeben (reine Laufzeiten):

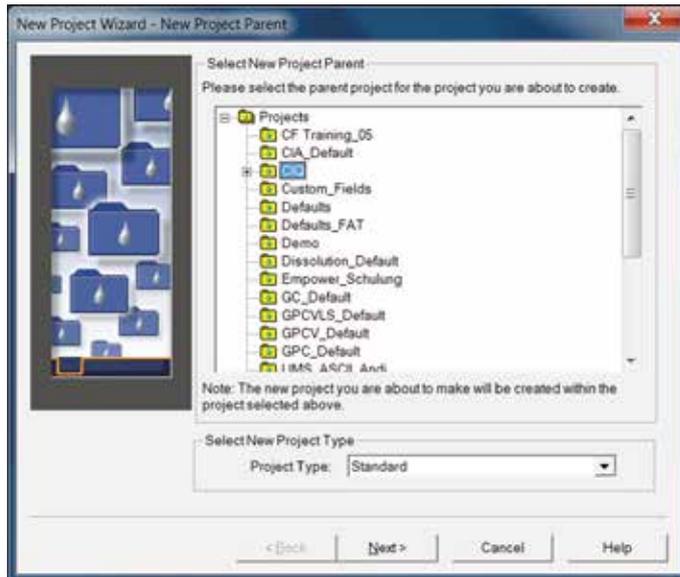
- Druck p(0.4 min) > p(0.9 min)
- Druck p(1.4 min) > p(1.9 min)
- Druck p(2.4 min) > p(2.9 min)
- Druck p(3.4 min) > p(3.9 min)

5. Einrichten eines Projektes in Empower®

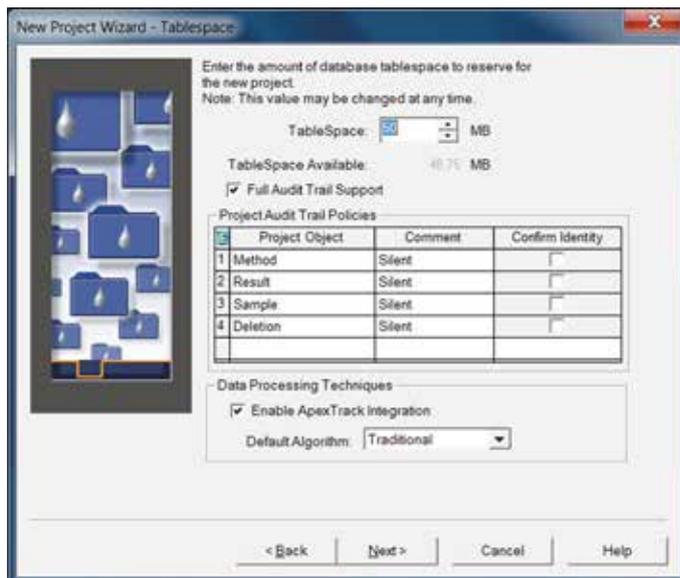
Für jedes LC-System sollte ein eigenes Qualifizierungsprojekt angelegt werden. Neue Projekte werden im Configuration Manager erstellt. Hierzu wählen Sie die Option *File > New > Project* (oder alternativ den Button *New Project*, der ganz links in der Toolbar zu finden ist).



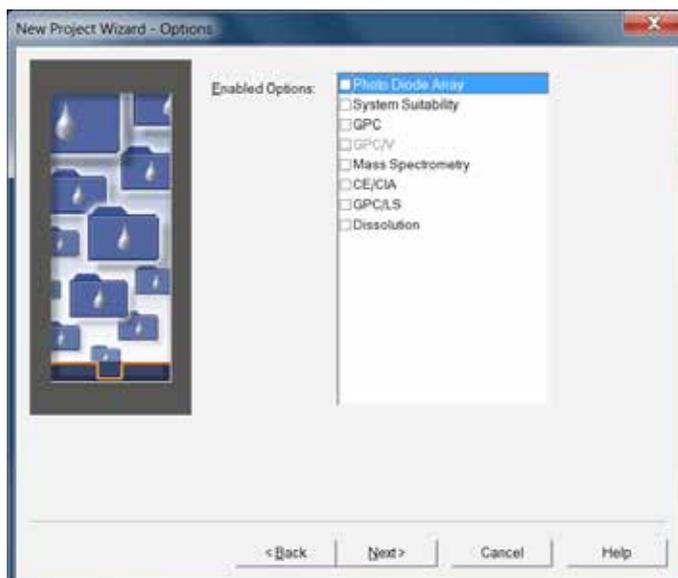
Es erscheint ein Wizard, der Sie bei der Erstellung eines neuen Projektes begleitet. Wenn man im ersten Fenster ein Projekt markiert, so wird dieses als Parent Project gesetzt, d.h. das neue Projekt erscheint in der Hierarchie unter diesem Projekt.



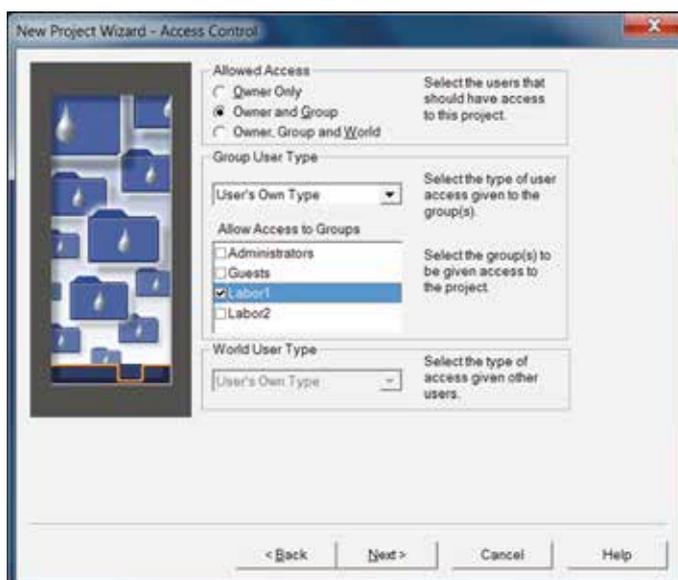
Im nächsten Fenster ist standardmäßig ein Tablespace von 50MB vorgegeben. Diesen können Sie beibehalten. Die Audit Trail Einstellungen ergeben sich aus Ihren Empower® System Policies, ggf. können Sie diese nicht ändern.



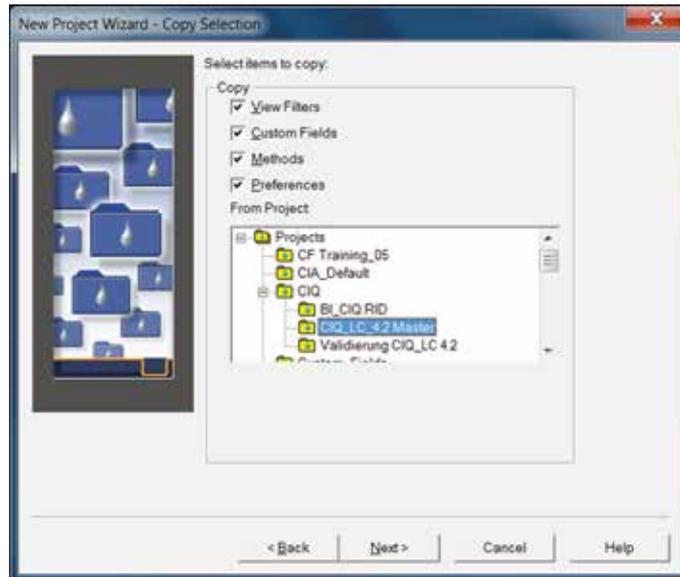
Mit Weiter gelangen Sie zum nächsten Fenster.



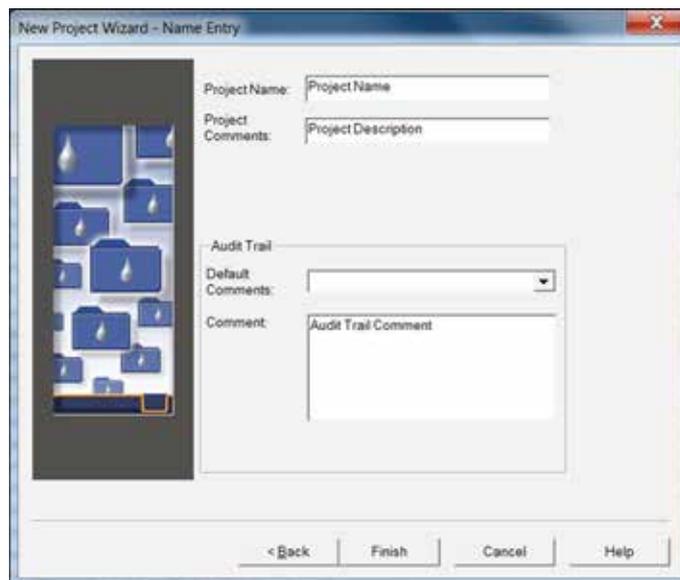
Hier können weitere Optionen ausgewählt werden. Für die Gerätequalifizierung sind keine weiteren Optionen erforderlich. Im nächsten Fenster definieren Sie die Zugriffsrechte.



Wählen Sie *Owner and Group* aus und definieren Sie unter *Allow Access to Groups* die Gruppen, die das Projekt einsehen dürfen. Wechseln Sie zum nächsten Fenster.



Setzen Sie im nächsten Fenster unter *Copy* für alle vier Punkte (View Filters, Custom Fields, Methods und Preferences) einen Haken und wählen Sie im Feld From Project das CIQ Master Projekt aus. Wechseln Sie mit *Weiter* in das letzte Fenster.



Zum Abschluss geben Sie Ihrem Projekt noch einen Namen. Benennen Sie es nach der Anlage, für die das Qualifizierungsprojekt erstellt wird. Für jedes Gerät soll ein eigenes Projekt erstellt werden. Als Kommentar können sie zum Beispiel eingeben: *Qualifizierung 2010 gemäß SOP XY*. Mit *Fertigstellen* ist das so defi-

nierte Projekt erstellt. Es ist angedacht, folgende Qualifizierungen für ein Gerät in das gleiche Projekt zu schreiben. Dieses hat den Vorteil, dass einmal erstellte Instrumenten Methoden erneut verwendet werden können.

6. Aufsetzen der entsprechenden Methoden

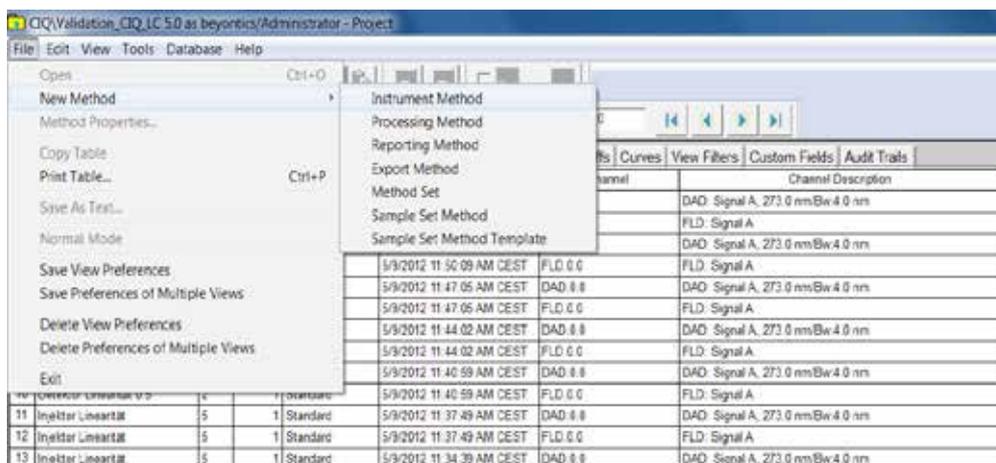
Bevor Sie in einem neu angelegten Projekt einen Qualifizierungslauf starten können, müssen die Methoden noch auf den Lauf zugeschnitten werden. Während Processing Methods und Report Methods ohne Weiteres aus einem anderen Projekt in Ihr neues Projekt hinein kopiert werden können, müssen bei Instrument Methods, Sample Set Methods und Method Sets eventuell gewisse Anpassungen in Abstimmung mit der bestehenden Gerätekonfiguration vorgenommen werden. Hierzu empfiehlt es sich, diese Methoden in jedem Projekt neu aufzusetzen. Sollten sich in Ihrem Projekt noch Methoden befinden, die Sie für die Durchführung der Qualifizierung nicht benötigen, dann können Sie diese unter Angabe eines entsprechenden Kommentars einfach heraus löschen (lassen).

6.1 Benennung der Methoden in Empower®

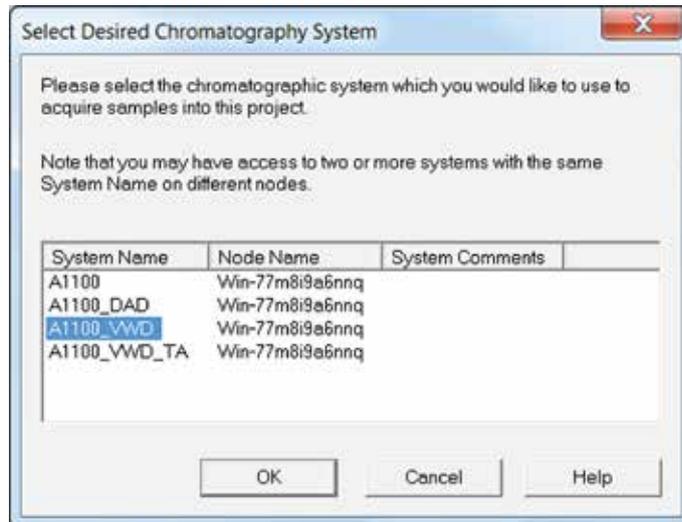
Eine Übersicht zur Benennung der Methoden befindet sich im Anhang.

6.2 Instrument Method

Sie können eine Instrument Method aus dem Projekt Fenster heraus erstellen. Wählen Sie hierzu aus der Menüleiste *File > New > Instrument Method*.

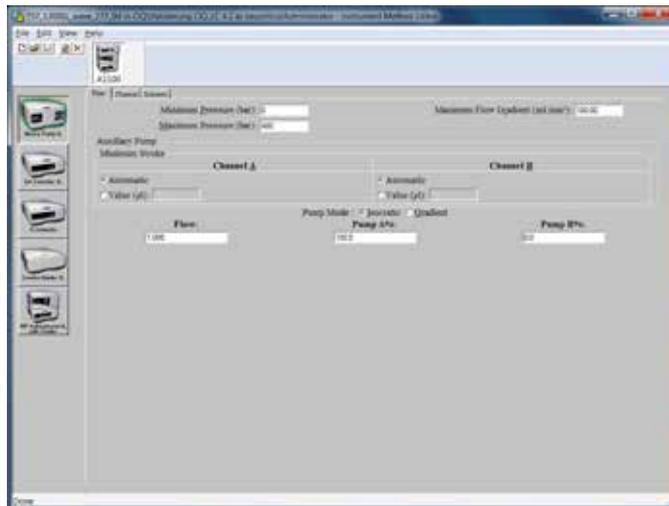


In dem sich nun öffnenden Fenster erscheint eine Liste aller Systeme, auf die Sie Zugriff haben.



Wählen Sie aus dieser Liste das gewünschte System aus und bestätigen Sie Ihre Auswahl mit OK.

Sie gelangen nun in den Instrument Method Editor.



Gehen Sie für die einzelnen Module die jeweiligen Reitern durch und definieren Sie Ihre Methode wie in der Qualifizierungsvorschrift vorgegeben.

6.3 Processing Method

Es gibt insgesamt 8 Processing Methods im Qualifizierungsprojekt:

Detector_PM	Auswertung der Detektortests
Gradient_PM	Auswertung des Gradiententests
Injector_PM	Auswertung der Injektortests
Injector_1290_PM	Auswertung Injektortests für A1290
Injector_UPLC_PM	Auswertung Injektortests für Waters UPLC
Wavelength_PM	Auswertung der Wellenlängenrichtigkeit
Eluent_PM	Auswertung Eluentenschaltventile
FLD_Ex_PM	Auswertung Extinktionsmaximum beim FLD
FLD_Em_PM	Auswertung Emissionsmaximum beim FLD
FLD_SN_PM	Auswertung S/N Ratio beim FLD
ColumnSwitch_PM	Auswertung Säulenschaltventil 2 Position 6 Port von Agilent
ColumnSwitch_UPLC_PM	Auswertung UPLC Säulenschaltventil

6.4 Method Set

Die Method Sets müssen neben einer Instrument Method auch die entsprechende Processing Method enthalten.

Achten Sie darauf, dass Sie die aktuelle Instrument Method im Method Set definieren, wenn Sie neue Instrument Methods im Projekt erstellt haben. Außerdem muss jeder Method Set auch eine Processing Method enthalten. Dieses gilt auch für Sets die nur zur Konditionierung des Systems dienen. Sollten mehr Channels aufgezeichnet werden, als eigentlich ausgewertet werden sollen, dann ist der auszuwertende Channel im Method Set in der unteren Tabelle auszuwählen zusammen mit der entsprechenden Processing Method. Dieses kann z.B. der Fall sein für Systeme, bei denen sich ein angebundener FLD nicht abschalten lässt.

Es ist aber darauf zu achten, dass Method Sets, die für ein Clear Calibration im Sample Set angelegt werden, keine Channel-Auswahl haben, da dieses derzeit in Empower® zu einem Fehler führen kann.

6.5 Sample Set Method

Sample Set Methoden können aus dem bestehenden Default Projekt kopiert werden. Somit ist gewährleistet, dass keine Einstellungen (Label, Amounts, Injektionsreihenfolge, Laufzeit, Injektionsvolumen etc.) verloren gehen, die für die weitere Auswertung Ihrer Daten zwingend erforderlich sind. Allerdings müssen die Method Sets ggf. neu definiert werden, da diese von der Instrumenten-Konfiguration abhängen.

7. Starten der Qualifizierung

Für die Auswertung der Qualifizierung müssen auf SampleSet Ebene einige Angaben manuell vorgegeben werden. Diese Eingaben können vor oder nach der Messung erfolgen, da sie erst beim Prozessieren der SampleSets zum Tragen kommen.

7.1 Angabe von Informationen zum Qualifizierungslauf

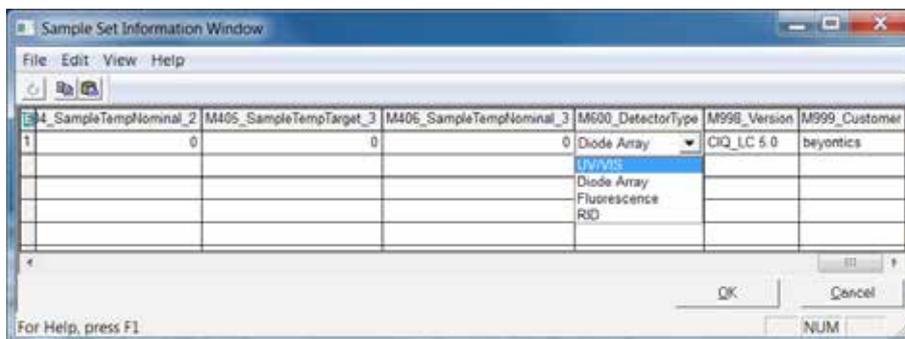
Es steht eine Reihe von Feldern zur Verfügung, in denen der Anwender Informationen zur Qualifizierung eingeben kann. Diese sind in den Funktionalen Spezifikationen in Abschnitt 1.1. näher erläutert. Diese Angaben können über die Sample Set Information eingetragen werden. Die Beschreibung des Geräte Typs wird aus einer Auswahlliste im Feld *M002_LC_Type* getätigt. Mit dieser Auswahl wird für relevante Prüfpunkte definiert, welche Grenzwerte überprüft werden sollen. Angaben zu verwendeten Probenstandards können als Sample Feld direkt im Sample Set eingetragen werden. Jedem Test kann so der dazugehörige Standard zugeordnet werden.

7.2 Eintrag von Messwerten

Einige Prüfpunkte werden unabhängig von Empower® bearbeitet. Die daraus resultierenden Messwerte werden dennoch in dafür vorgesehene Empower® Felder eingetragen und dort ausgewertet. Hierbei handelt es sich um Messgrößen zu Temperaturen und Flussraten.

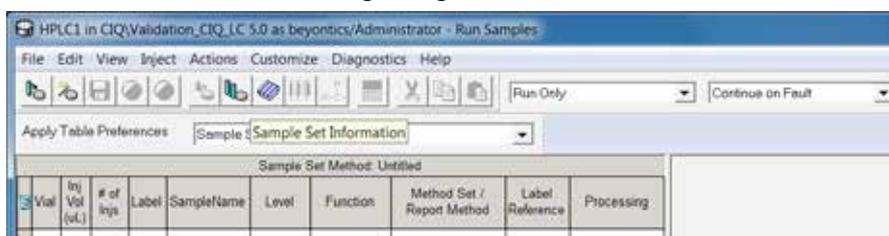
7.3 Manuelle Vorgaben für Detektor

Mit dem CIQ können DADs und VWDs überprüft werden. Da die Spezifikationen für den Basislinienverlauf vom Detektortypen abhängen, ist eine Auswahl erforderlich, um welchen Detektor es sich beim überprüften System handelt. Die Eingabe erfolgt in dem Feld *M600_DetektorType* im Sample Set Information Fenster.

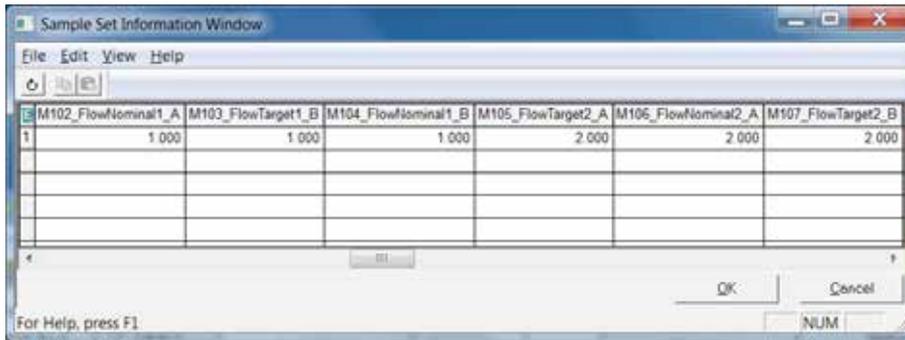


Diese Werte können auf zwei Wegen in Empower® eingetragen werden:

1. Vor dem Starten der Datenaufnahme kann im Run Samples Fenster über die Taste *Sample Set Informations* eine Eingabe in die entsprechenden Felder erfolgen. Hier kann u.a. auch eine Kennzeichnung der verwendeten Säulen eingetragen werden.



2. Nach Ablauf der gesamten Datenaufnahme können über die Funktion *Alter Sample* die Einträge analog vorgenommen werden. Markieren Sie hierzu Ihren Sample Set im Projektfenster unter dem Reiter *Sample Sets* und öffnen Sie das Kontextmenü mit der rechten Maustaste. Wählen Sie im Kontextmenü den Menüpunkt *Alter Sample* aus (alternativ über den Button *Alter Sample* in der Toolbar)

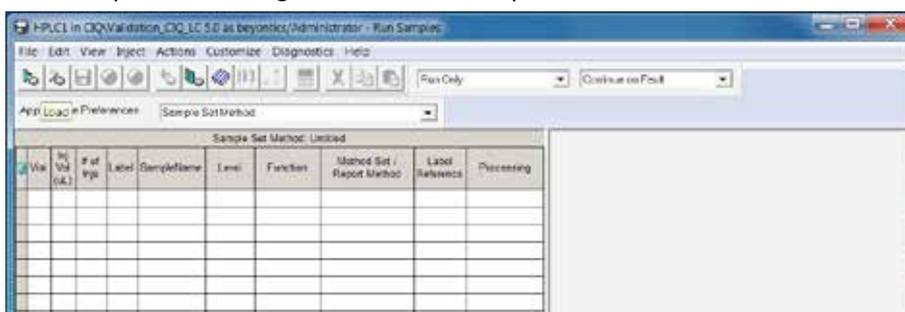


Achtung: Ein Eintrag während der Messung darf nicht erfolgen!

7.4 Starten der Messung

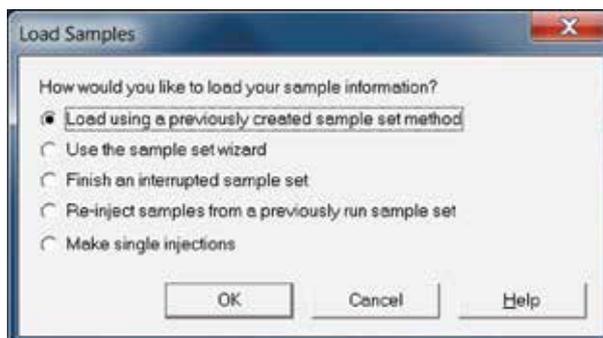
Für die Gesamtqualifizierung wird lediglich eine einzige SampleSet Method benötigt, die insbesondere Laufzeiten, Labels, Levels, Probenamen, Konditionierungsschritte und Vial Positionen vorgibt. Bei der Auswahl ist lediglich zu beachten, ob das zu qualifizierende System eine binäre oder eine quaternäre Pumpe hat, weil diese Konfigurationen sich im Aufbau der Sample Set Methode unterscheiden. Außerdem sind für UPLC und A1290 Systeme eigene SampleSet Methoden zu verwenden, weil diese auch Vorgaben enthalten, die für die weitere Auswertung benötigt werden. Der FLD und die Säulenschaltventile werden ebenfalls über eine eigene SampleSet Methode qualifiziert.

Weiterhin gibt es zur Wiederholung von einzelnen, fehlgeschlagenen Prüfpunkten zusätzliche SampleSet Methoden, die mit Z_... gekennzeichnet sind. Um einen Sample Set zu starten, wählen Sie im Run Samples Fenster über die Funktion *Load* (ganz linke Taste in der Buttonleiste, oder über die Menüfunktion *File > Load Samples...*) die gewünschte Sample Set Methode aus.

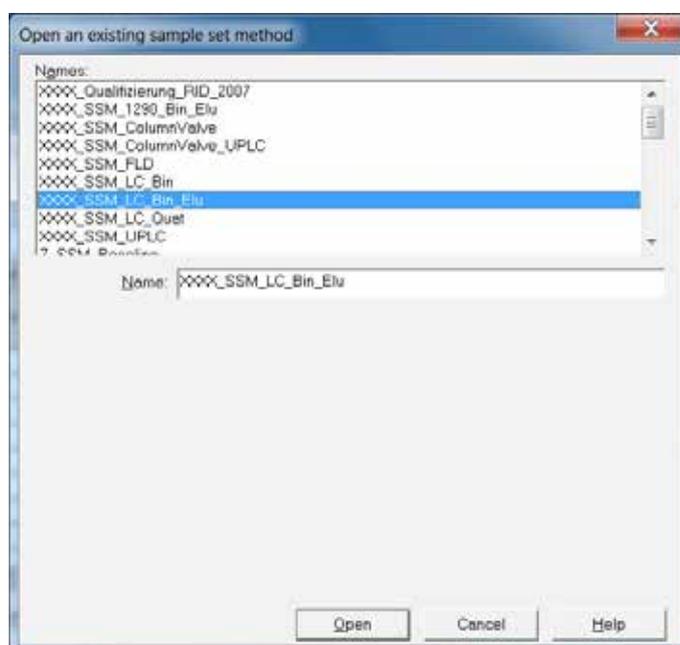


Es öffnet sich eine Abfrage, in der Sie auswählen können, wie Sie Ihren Sample

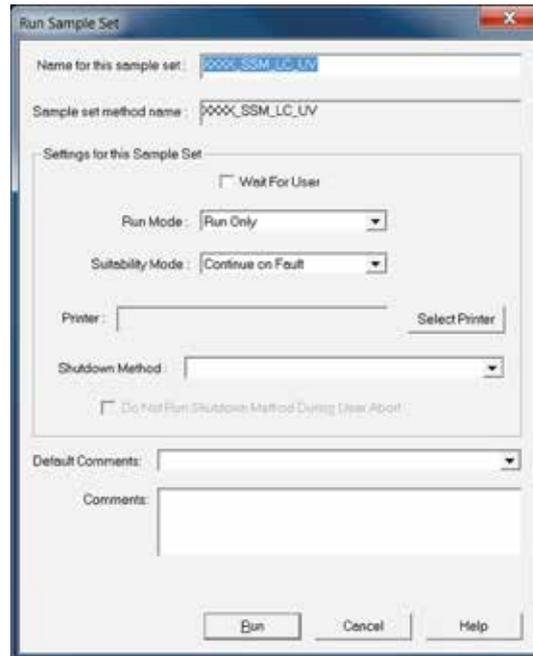
Set laden möchten. Wählen Sie hier bitte die erste Option *Load using a previously created Sample Set Method* aus.



In einem neuen Fenster erscheint eine Liste, aus der Sie jetzt die gewünschte Default Methode selektieren können.



Die Methode wird jetzt in der Tabelle Samples im Run Samples Fenster angezeigt. Betätigen Sie die Taste *Start*. Es öffnet sich folgendes Fenster:



Ergänzen Sie den Namen des Sample Set, indem sie XXXX durch die entsprechende Anlagenkennung ersetzen. Der Run Mode verbleibt auf *Run Only*, da während der Datenaufnahme noch keine Auswertung erfolgen soll. Da keine System Suitability Tests erfolgen sollen, kann die Einstellung auf *Continue on Fault* bestehen bleiben. Eine Shutdown Methode wird hier nicht ausgewählt. Mit Run wird die Qualifizierung nun gestartet.

8. Auswertung der Daten

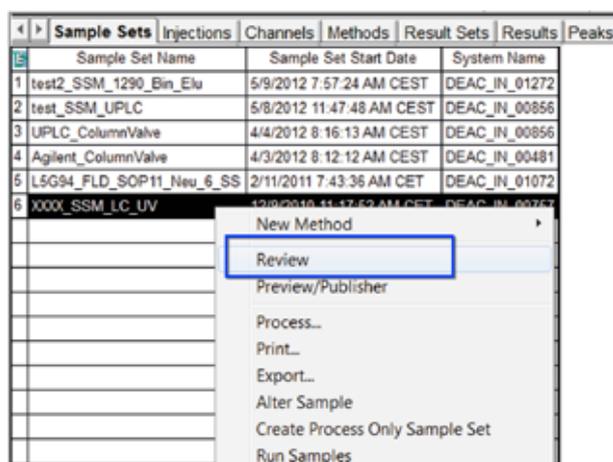
Nach Ablauf der Qualifizierung haben Sie einen Sample Set (ggf. zusätzliche Sample Sets für wiederholte Tests), der zusammenhängend ausgewertet werden kann. Dazu gehen Sie bitte wie folgt vor.

8.1 Überprüfung der Messdaten und Anpassung der Processing Method

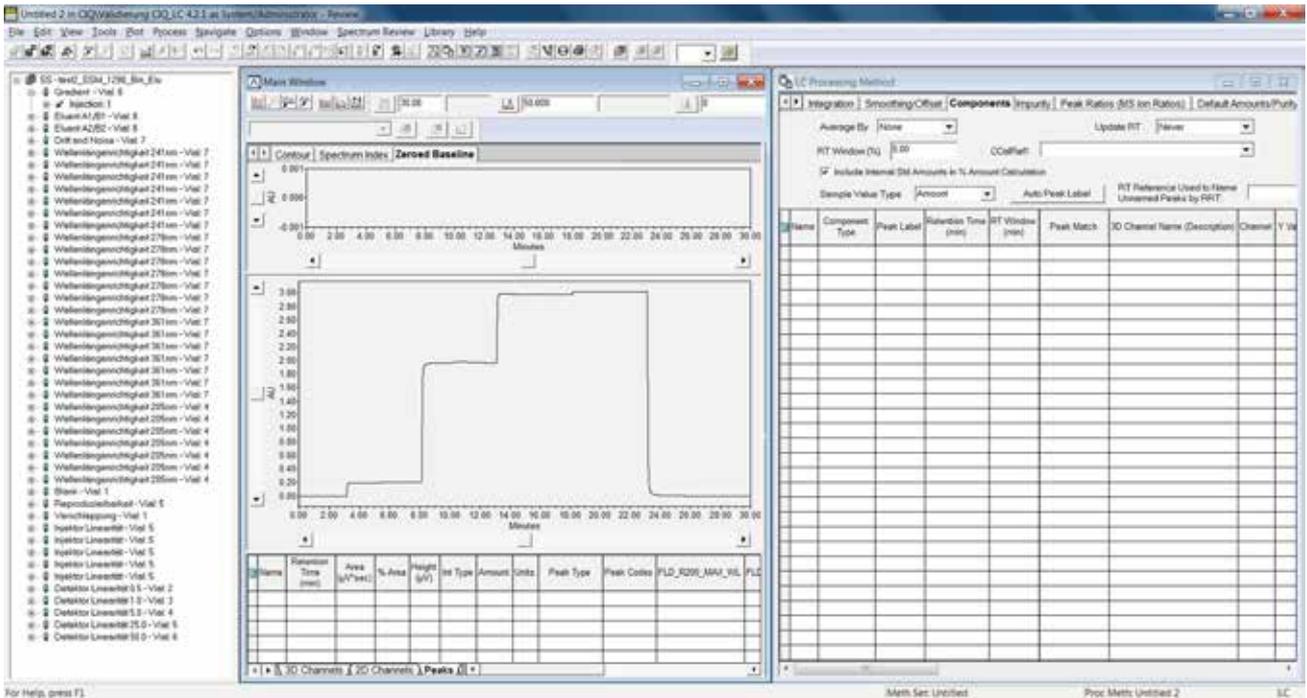
Bevor Sie mit der Auswertung beginnen, stellen Sie bitte sicher, dass alle Werte, die manuell in Empower® eingegeben werden, vorhanden sind. Markieren Sie hierfür Ihren Sample Set und öffnen Sie mit der rechten Maustaste ein Auswahlfenster, in dem Sie die Funktion Alter Samples auswählen. Ihr Sample Set, wird jetzt in einem Fenster angezeigt, in dem Änderungen vorgenommen werden

können. Klicken Sie auf den Button Sample Set Information in der oberen Menüleiste, es wird ein weiteres Fenster geöffnet. An dieser Stelle werden Werte in die Felder eingetragen, die in unserem Projekt als M-Custom Fields bezeichnet werden, also z.B. die Ergebnisse aus Fluss- und Temperaturmessungen. Sind alle Werte definiert, schließen Sie das Fenster wieder und speichern Ihre Daten ab. Es empfiehlt sich nun diesen Sample Set zunächst ins Review zu laden und zu überprüfen, ob es zu keinen chromatographischen Störungen gekommen ist und die bestehenden Processing Methods für die Auswertung Ihrer Chromatogramme hinreichend definiert sind.

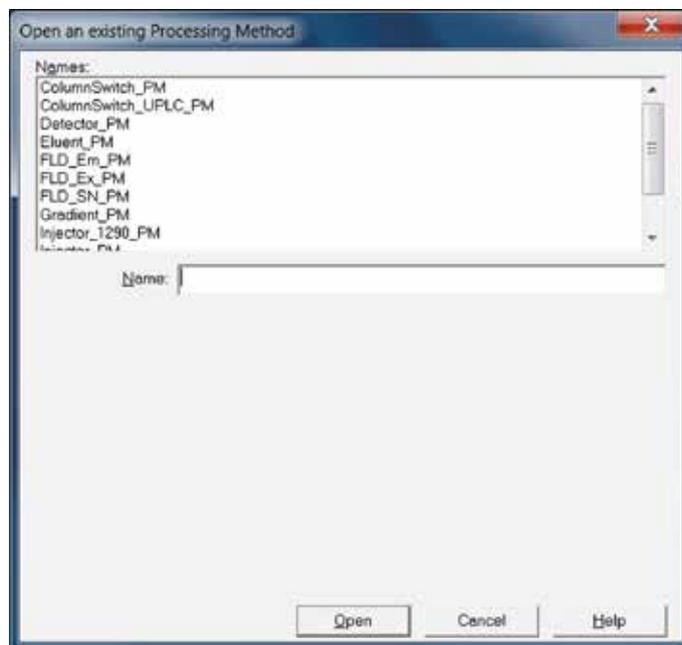
Markieren Sie Ihren Sample Set im Projekt Fenster und öffnen Sie mit der rechten Maustaste das Kontextmenü, aus dem Sie die Funktion Review aufrufen.



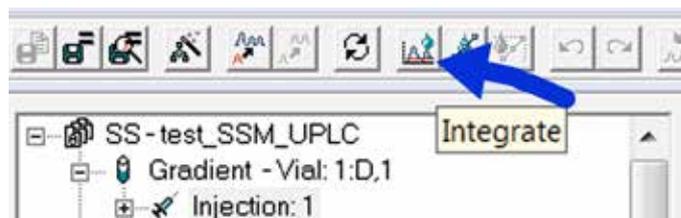
Es öffnet sich das Review Fenster wie unten dargestellt.



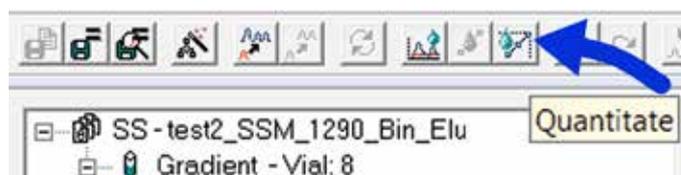
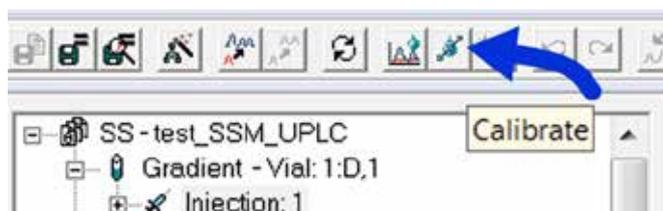
Jetzt müssen Sie noch eine Processing Method definieren, mit der Ihre Daten ausgewertet werden sollen.
 Über die Menüfunktion *File > Open > Processing Method* wird Ihnen eine Liste der im Projekt verfügbaren Methoden angezeigt.



Da die einzelnen Injektionen mit unterschiedlichen Methoden ausgewertet werden, ist es erforderlich für jede Injektion die passende Processing Method erneut zu laden. Alternativ lässt sich über die *Method Set Options* im Review die Auswahl *Use Acquisition Method Set* auswählen. Dann werden für jede Injektion die Processing Method, wie im SampleSet vorgegeben automatisch ausgewählt. Jetzt können Sie für Ihren Sample Set die jeweilige Processing Method anwenden. Gehen Sie hierfür Injektion für Injektion durch und Integrieren Sie das Chromatogramm, indem Sie den Button Integrate in der Toolbar betätigen.



So können Sie beurteilen, ob die gesetzten Integrationsparameter für Ihre Daten geeignet sind. Ist dieses der Fall, betätigen Sie den nun aktiven Button rechts daneben (Je nachdem, ob es sich dabei um eine Standard- oder eine Probeninjektion handelt wird die Taste *Calibrate* bzw. *Quantitate* aktiv).

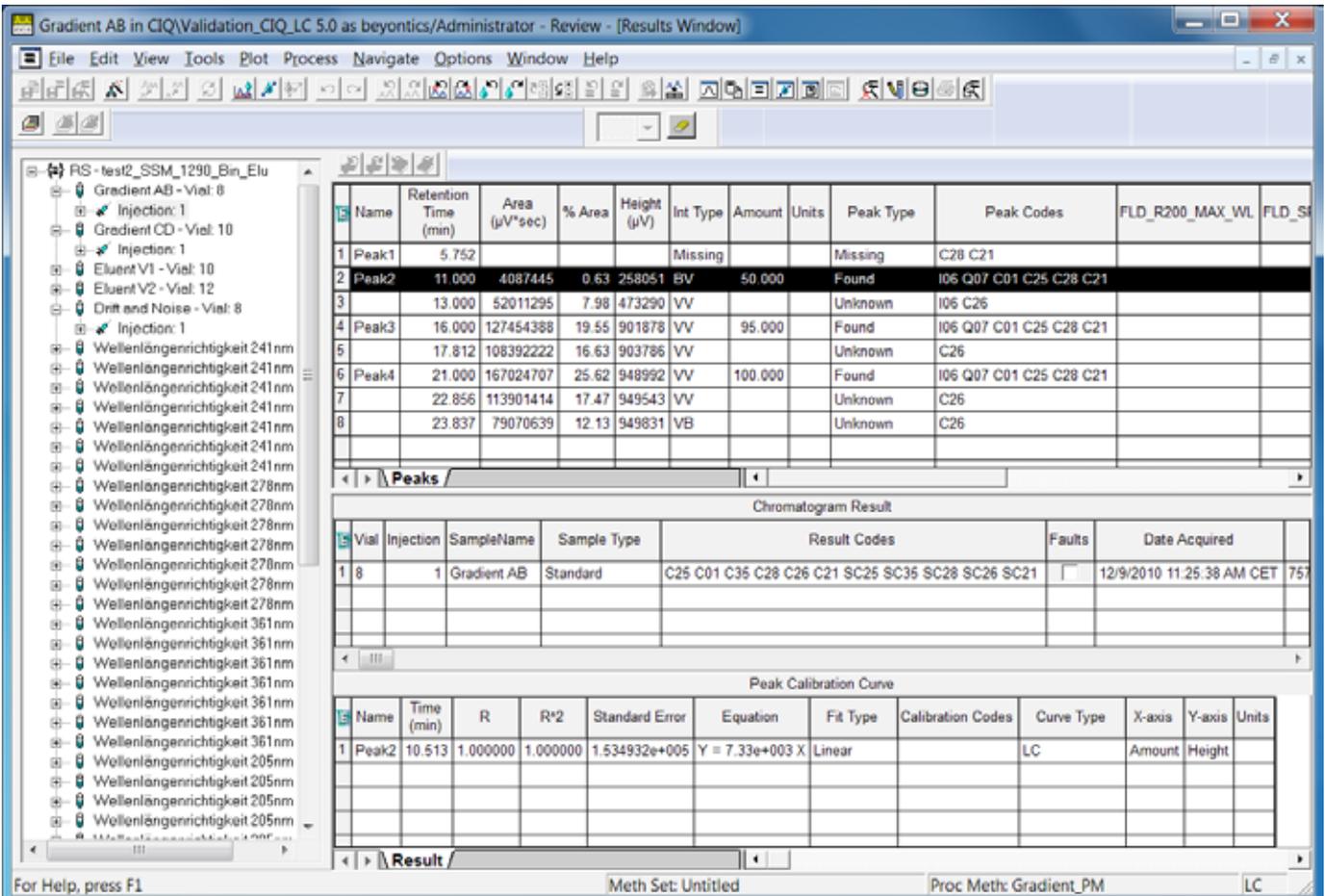


Dadurch werden Ihre Peaks identifiziert und Ergebnisse berechnet. Hier können Sie z.B. sehen, ob die Retentionszeiten Ihrer Komponenten mit den Vorgaben der Methode übereinstimmen.

Über die Taste *Results* können Sie sich auch bereits berechnete Ergebnisse anzeigen lassen.



So erhalten Sie folgende Bildschirmansicht.



Die obere Tabelle zeigt Ihnen peakgebundene Ergebnisse an, die mittlere Ergebnisse, die sich auf das gesamte Chromatogramm beziehen. Die für das Qualifizierungsprojekt erstellten Datenbankfelder können in diesen Tabellen abgelesen werden. Aber Vorsicht, an dieser Stelle werden noch nicht alle Felder gefüllt. So genannte Intersample Berechnungen können erst durchgeführt werden, wenn der Sample Set zusammenhängend prozessiert wird. Um zur nächsten Injektion zu gelangen klicken Sie am besten auf die Taste *Next Injection*.



Integration und Quantifizierung erfolgen automatisch, wenn Sie zur nächsten Injektion wechseln.

Überprüfen Sie also Ihre Rohdaten an dieser Stelle und nehmen Sie ggf. Änderungen an Ihrer Processing Method vor. Die Processing Method können Sie über die Taste Processing Method in der Toolbar aufrufen.

Vergessen Sie nicht, Änderungen in Ihrer Methode abzuspeichern (*File > Save > Processing Method*), bevor Sie das Review Fenster schließen. Vermeiden Sie aber ein Abspeichern der hier berechneten Ergebnisse.

8.2 Background Processing

Nun sollen Ergebnisse berechnet werden. Bevor Sie allerdings mit dem Prozessieren Ihrer Daten beginnen, sollte überprüft werden, ob bereits alle Werte eingetragen sind, die manuell an Empower® übermittelt werden sollen. Gehen Sie hierfür über die Funktion *Alter Sample* in das Alter Sample Set Fenster und wählen die Taste *Sample Set Information* an. Die Funktion der einzelnen Felder ist in der CustomField Dokumentation ausführlich beschrieben.

Außerdem haben Sie hier die Möglichkeit im Feld *M001_SampleSetComment* einen Kommentar einzugeben, wie z.B. eine Beschreibung der Qualifizierung, Angaben zur verwendeten Säule oder auch mögliche Gründe für einen nicht bestandenen Test, die eine Wiederholung rechtfertigt.

Schließen Sie das Fenster wieder und speichern Sie Ihre Änderungen ab.

Nun kann die Auswertung erfolgen. Dazu wählen Sie bitte Ihren Sample Set erneut aus und rufen mit der rechten Maustaste das Kontext Menu auf. Wählen Sie hier die Funktion *Process...*

	Sample Sets	Injections	Channels	Methods	Result Sets	Results	Peaks
	Sample Set Name		Sample Set Start Date		System Name		
1	test2_SSM_1290_Bin_Elu		5/9/2012 7:57:24 AM CEST		DEAC_IN_01272		
2	test_SSM_UPLC		5/8/2012 11:47:48 AM CEST		DEAC_IN_00856		
3	UPLC_ColumnValve		4/4/2012 8:16:13 AM CEST		DEAC_IN_00856		
4	Agilent_ColumnValve		4/3/2012 8:12:12 AM CEST		DEAC_IN_00481		
5	L5G94_FLD_SOP11_Neu_6_SS		2/11/2011 7:43:36 AM CET		DEAC_IN_01072		
6	XXXX_SSM_LC_UV		12/9/2010 11:17:52 AM CET		DEAC_IN_00757		

Es erscheint das folgende Auswahlfenster.

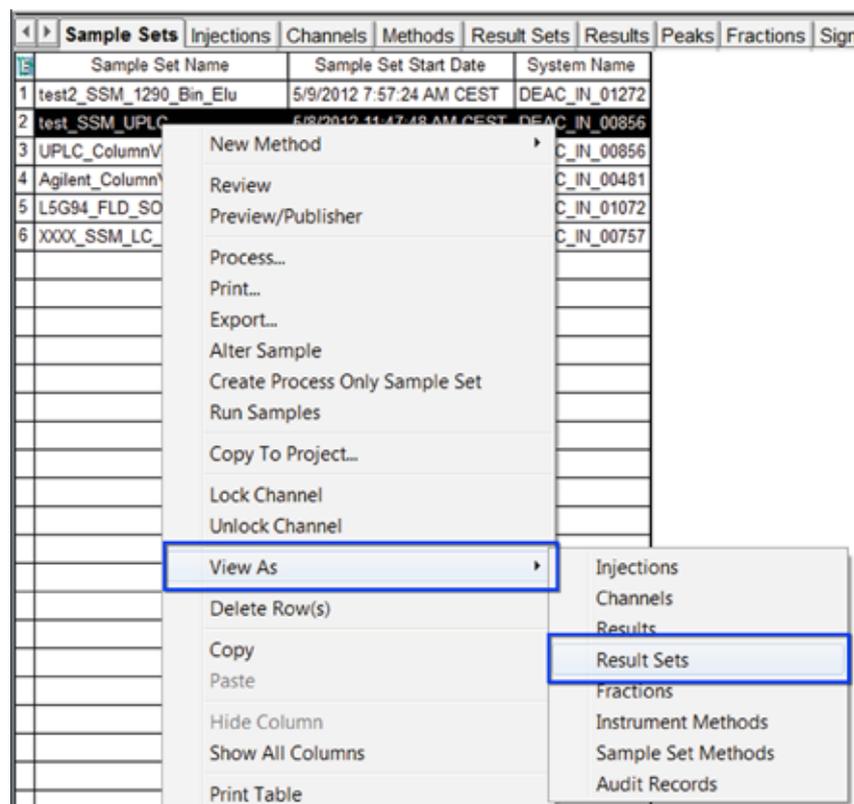
The dialog box is titled "Processing" and contains the following sections:

- Processing:**
 - Process
 - Use acquisition method set (i.e. from the sample set used to acquire data)
 - Use specified method set
 - Use specified processing method
 - Clear Calibration
 - How: Calibrate and Quantitate
- Reporting:**
 - Print
 - Use acquisition method set (i.e. from the sample set used to acquire data)
 - Use specified method set
 - Use specified report method
- Exporting:**
 - Export
 - Use acquisition method set (i.e. from the sample set used to acquire data)
 - Use specified method set
 - Use specified export method
- Default Comments:** [Dropdown menu]
- Comments:** [Text area]

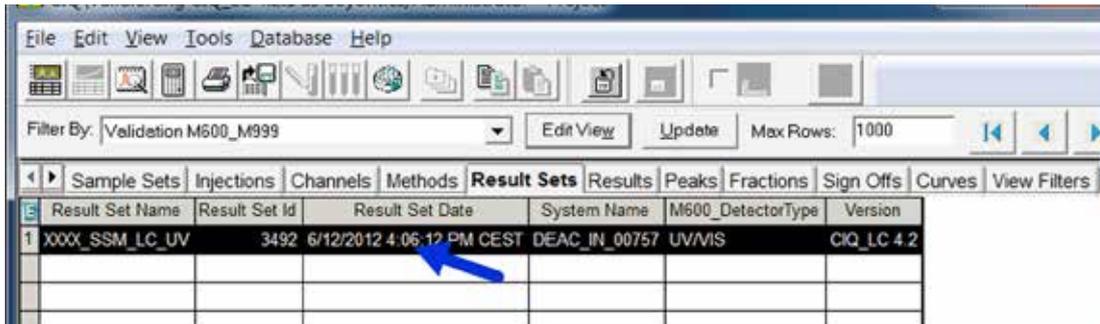
Buttons: OK, Cancel, Help

Für die Auswertung Ihrer Daten sollen die Processing Methods angewendet werden, wie sie in den Method Sets definiert sind. Diese Methoden haben wir

zuvor im Review auf ihre Tauglichkeit hin überprüft. Jetzt sollen mit diesen Methoden Rohdaten erzeugt werden. Wählen Sie für das Background Processing die Einstellung *Use acquisition method set...*, aktivieren Sie die Funktion *Clear Calibration*, belassen Sie die Einstellung *Calibrate* and *Quantitate* und starten sie die Auswertung mit *OK*. Jetzt wurde ein Result Set erstellt, den Sie sich anzeigen lassen können, indem sie mit der rechten Maustaste auf Ihren Sample Set klicken, und *View As > Result Set* aus dem Kontext Menü auswählen.



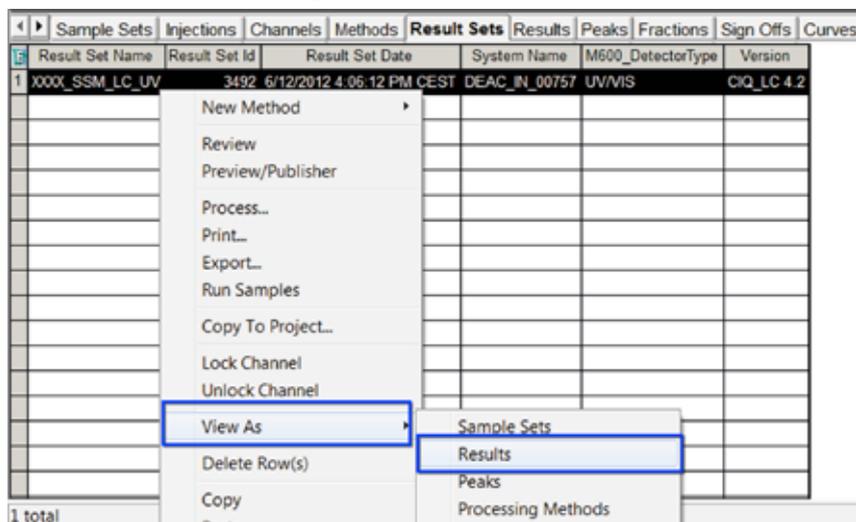
Nun wechselt die Ansicht auf den Reiter *Result Sets*, es werden Ihnen nur die Result Sets angezeigt, die von Ihrem Sample Set erzeugt wurden (Können ggf. auch mehrere sein)



Result Set Name	Result Set Id	Result Set Date	System Name	M600_DetectorType	Version
1 XXXX_SSM_LC_UV	3492	6/12/2012 4:06:12 PM CEST	DEAC_IN_00757	UV/VIS	CIQ_LC 4.2

In der oben angezeigten Ansicht ist ein Filter definiert, der Ihnen die Datenbankfelder (Filter by M_CFs) zu dem Result Set anzeigt, die Sie soeben manuell definiert haben.

Wechseln Sie nun auf die Ansicht der Einzelergebnisse, indem Sie die Funktion *View As > Results* wie unten dargestellt anwenden.



Result Set Name	Result Set Id	Result Set Date	System Name	M600_DetectorType	Version
1 XXXX_SSM_LC_UV	3492	6/12/2012 4:06:12 PM CEST	DEAC_IN_00757	UV/VIS	CIQ_LC 4.2

- New Method
- Review
- Preview/Publisher
- Process...
- Print...
- Export...
- Run Samples
- Copy To Project...
- Lock Channel
- Unlock Channel
- View As
 - Sample Sets
 - Results
 - Peaks
 - Processing Methods
- Delete Row(s)
- Copy

In der Ansicht ist ein Filter (Filter By SP_CFs) definiert, der Ihnen auch die Ergebnisfelder anzeigt.

Für eine geordnete Darstellung der Ergebnisse befinden sich bestimmte Reports im System, anhand derer man sich leichter den Ausfall der Qualifizierung anzeigen lassen kann.

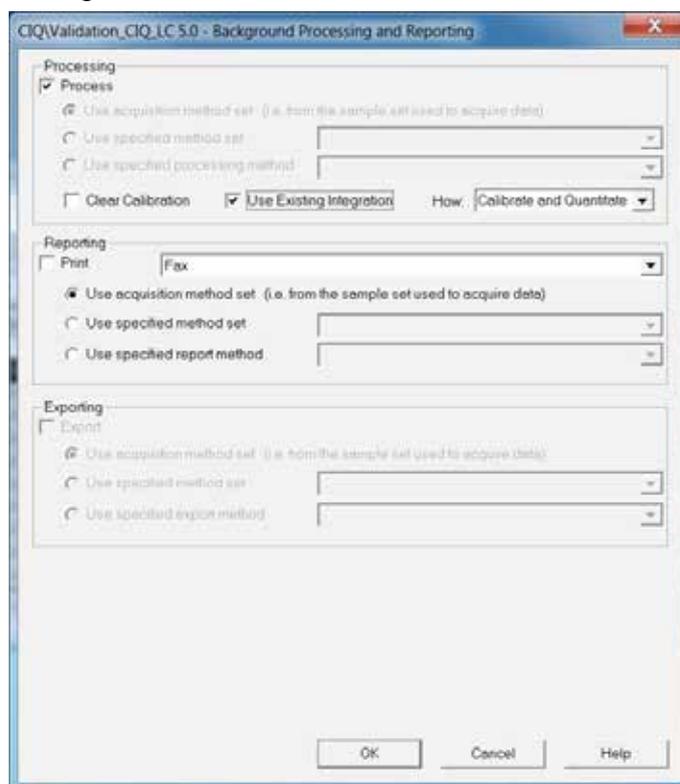
8.3 Reintegration von Ergebnissen

Sollte es aus irgendwelchen Gründen erforderlich und vertretbar sein Ergebnisse nachzuintegrieren, so lässt sich das aus dem bereits prozessierten Result Set bewerkstelligen.

Markieren Sie hierzu den gewünschten Result Set im Projektfenster und rufen Sie mit der rechten Maustaste das Kontext Menu auf. Wählen Sie die Funktion *Review*.

Der Result Set wird im Review angezeigt. Hier können Sie jetzt manuelle Änderungen an der Integration in Ihrem Chromatogramm vornehmen, z.B. kann ein Peak gelöscht werden.

Nachdem Sie alle Änderungen wie gewünscht vorgenommen haben, speichern Sie diese mit *File>Save...>All* ab. Schließen Sie das Review Fenster wieder und prozessieren Sie Ihre Daten erneut. Es erscheint ein Fenster, in dem Sie definieren sollen, wie Sie Ihre Daten prozessieren wollen. Wählen Sie die Einstellungen wie unten dargestellt.



So erhalten Sie einen neuen Result Set mit einer neuen Result Set ID, der Ihre Änderungen enthält.

Sollten Sie Änderungen an der Processing Method vornehmen wollen, z.B. eine Retentionszeit umdefinieren, dann können Sie nicht wie eben dargestellt vorgehen. Die Daten würden mit der bisherigen Methoden Version ausgewertet werden. Hierzu ist es notwendig erneut aus dem Sample Set heraus zu prozessieren.

Sollten Sie sowohl Änderungen an der Integration als auch Änderungen an der Processing Method vornehmen wollen, dann empfiehlt es sich zunächst Änderungen an der Processing Method vorzunehmen, den Sample Set mit der abgeänderten Processing Method zu prozessieren, dann die Integrationen im erhaltenen Result Set manuell zu korrigieren und wie oben dargestellt erneut zu prozessieren.

Diese Vorgehensweise ist erforderlich, weil die Daten des Sample Sets mit unterschiedlichen Processing Methods ausgewertet werden.

9. Berichterstellung

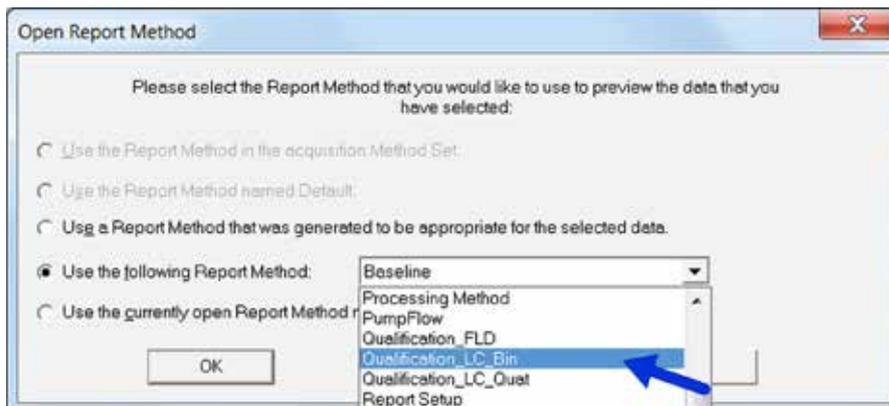
Um sich die Ergebnisse in einen Report anzeigen zu lassen, markiert man den Result Set und ruft mit der rechten Maustaste die Funktion *Preview/Publisher* auf.

	Sample Sets	Injections	Channels	Methods	Result Sets	Results
	Sample Set Name	Sample Set Start Date	System Name			
1	test2_SSM_1290_Bin_Elu	5/9/2012 7:57:24 AM CEST	DEAC_IN_01272			
2	test_SSM_UPLC	5/8/2012 11:47:48 AM CEST	DEAC_IN_00856			
3	UPLC_ColumnValve	4/4/2012 8:16:13 AM CEST	DEAC_IN_00856			
4	Agilent_ColumnValve	4/3/2012 8:12:12 AM CEST	DEAC_IN_00481			
5	L5G94_FLD_SOP11_Neu_6_SS	2/11/2011 7:43:36 AM CET	DEAC_IN_01072			
6	XXXX_SSM_LC_107	12/8/2010 11:17:52 AM CET	DEAC_IN_00757			

New Method
Review
Preview/Publisher
Process...
Print...
Export...
Alter Sample
Create Process Only Sample Set
Run Samples

Alternativ kann man auch die dritte Taste von links aus der Toolbar auswählen, um einen Report zu laden.

Es erscheint zunächst folgendes Fenster, in dem man den Report definieren kann, den man aufrufen möchte.



Wählen Sie bitte aus der Drop-Down Liste den entsprechenden Report aus. Eine Auflistung der in dem Qualifizierungsprojekt vorhandenen Reports befindet sich am Ende dieses Dokuments.

Bestätigen Sie Ihre Auswahl mit OK und Ihr Report wird Ihnen wie folgt dargestellt.



Report Method Name: Qualification_LC_Bin

System Name DEAC_IN_00757

LC Type: A1290
System Description: A1100 JCMS 310 Labor 2116 L1G147

Project Name: CIQ/Validation_CIQ_LC 5.0
Sample Set Name: test_SSM_1290_Bin_Elu
Sample Set ID: 2885
User Name: beyonitics
Version: CIQ_LC 5.0
Result Set Name: test_SSM_1290_Bin_Elu
Result Set ID: 2886
Processing Methods: Eluent_PM, Wavelength_PM, Gradient_PM, Injector_PM, Detector_PM

	Flowmeter	Thermometer 1	Thermometer 2
Serial Number:	1234567890	1234567890	1234567890
Certificate:	1234567890	1234567890	1234567890
Expiry Date:	31.01.2016	31.01.2016	31.01.2016

Comments: Validation SP100-SP150, Scenario 1

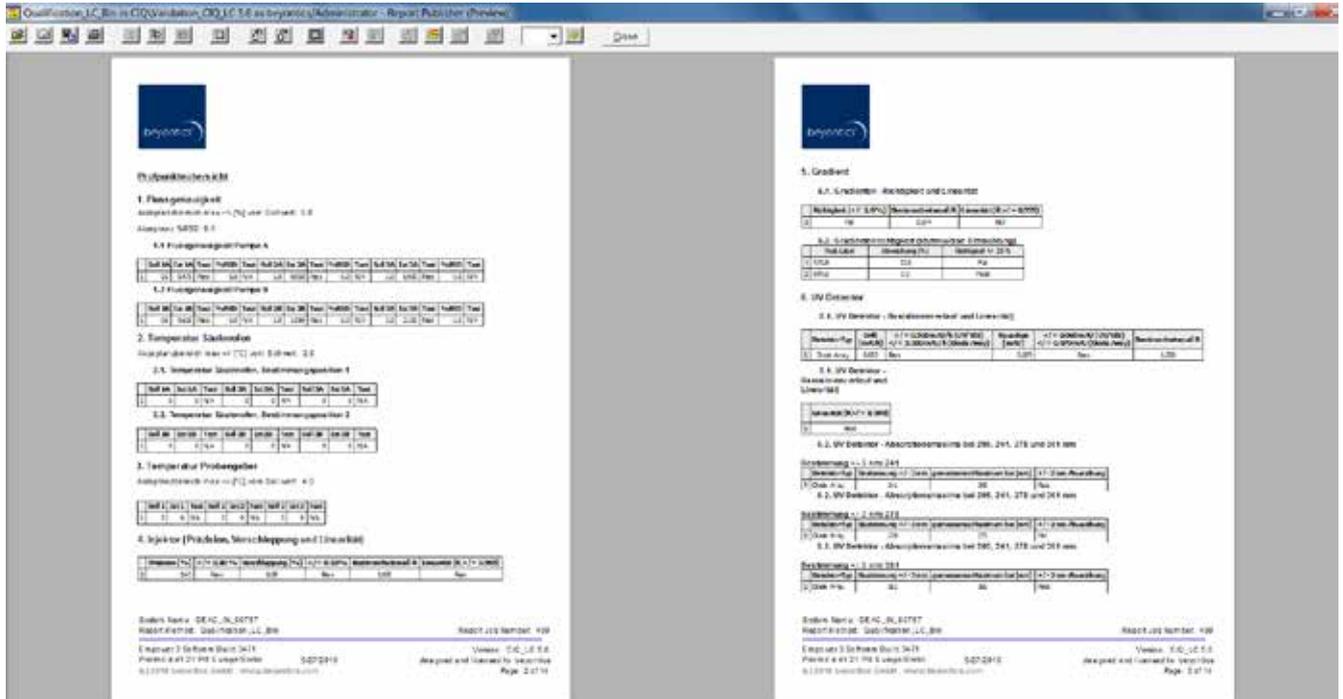
Gesamtbewertung der Qualifizierung: Fail

Result Sign Off	Sign Off Full Name	Sign Off Type	Sign Off ID	Sign Off Date	Sign Off Reason
1					

System Name: DEAC_IN_00757
Report Method: Qualification_LC_Bin
Report Job Number: 499

Empower 3 Software Build 3471
Printed 4:41:21 PM Europe/Berlin 5/27/2016
Version: CIQ_LC 5.0
designed and licensed to: beyonitics
© 2016 beyonitics GmbH - www.beyonitics.com
Page: 1 of 14

Über die Taste *Next Page* (oder alternativ mit den Bildlauf-tasten Ihrer Tastatur) können Sie den Report durchblättern. Hier können Sie am besten überprüfen, ob Ihre Qualifizierung erfolgreich war. Auf der ersten Seite wird Ihnen der Ausfall der gesamten Qualifizierung angegeben, die beiden folgenden Seiten geben eine Übersicht über den Ausfall der einzelnen Prüfpunkte. So lässt sich im vorliegenden Fall leicht erkennen, dass der Gesamtausfall negativ ist, weil der Wellenlängenrichtigkeitstest bei 205 nm fehlgeschlagen ist.



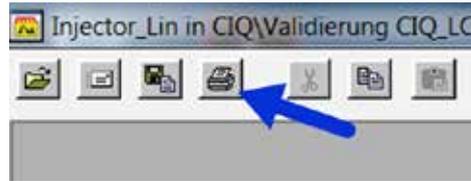
Im weiteren Verlauf des Reports wird der Ausfall der einzelnen Tests im Detail berichtet.

Verwenden Sie einen SignOff Report, so kann eine elektronische Unterschrift gesetzt werden, nachdem Sie den Report am Bildschirm bis zur letzten Seite gesichtet haben. Die elektronische Unterschrift wird über folgende Taste gesetzt.



Danach kann entsprechend der gesetzten SystemPolicy ein Kommentar ausgewählt werden und mit Eingabe des Empower® Kennworts die Unterschrift gesetzt werden.

Wenn Sie Ihren Report ausdrucken möchten, rufen Sie die Druckfunktion wie hier dargestellt auf:



10. Dokumentation der Qualifizierung

Das vorliegende CIQ bietet sowohl Reports an, die eine elektronische Unterschrift erfordern (SO_...), sogenannte SignOff Reports, als auch Reports, die zum Ausdruck bestimmt sind.

11. Anhang

11.1 Ergänzende Dokumente

Funktionale Spezifikation - Empower Custom Fields CIQ_LC 5.0

Technical Specifications - Empower Custom Fields CIQ_LC 5.0

11.2 Benennung der Methoden

11.2.1 Sample Set Methods

Methoden für eine Gesamtqualifizierung:

- XXXX_SSM_LC_Bin
- XXXX_SSM_LC_Bin_Elu
- XXXX_SSM_LC_Quat
- XXXX_SSM_1290_Bin_Elu
- XXXX_SSM_UPLC
- XXXX_SSM_FLD
- XXXX_SSM_ColumnValve
- XXXX_RID_SSM

Weitere SampleSet Methoden, für zusätzliche Einzeltests sind mit Z_... gekennzeichnet:

- Z_SSM_Baseline
- Z_SSM_Wavelength
- Z_SSM_Gradient1
- Z_SSM_Gradient2
- Z_SSM_Injector_Rep
- Z_SSM_Injector_Lin
- Z_SSM_Detector_Lin
- Z_SSM_EluentSwitch
- Z_SSM_Pump_and_Oven

- Z_SSM_FLD_WL
- Z_SSM_FLD_SNR
- Z_SSM_RID_Baseline
- Z_SSM_RID_Lin

Für die UPLC und die 1290 werden eigene Sample Set Methods bereit gestellt. Diese sind nach folgendem Schema benannt. Deren Benennung ist analog zu oben vorgenommen, enden allerdings mit _UPLC oder _1290.

11.2.2 Processing Methods

- Detector_PM
- Injector_PM
- Injector_1290_PM
- Injector_UPLC_PM
- Gradient_PM
- Wavelength_PM
- Eluent_PM
- FLD_Ex_PM
- FLD_Em_PM
- FLD_SN_PM
- ColumnSwitch_PM
- ColumnSwitch_UPLC_PM
- RID_PM

11.2.3 Instrument Methods

Hier werden nur exemplarisch Vorschläge gegeben werden, da diese Methoden vom Techniker stets selbst zu erstellen sind.

- XXXX_WL_202nm_IM
- XXXX_Gradient_Bin_IM
- XXX_Gradient_Quat_IM
- XXXX_Baseline_IM
- XXXX_Caffein_IM
- ...

11.2.4 Method Sets

Analog zur den Benennungen der Instrument Methods mit _MS am Ende

11.2.5 Report Methods

Reports für eine Gesamtqualifizierung:

- Qualification_LC_Bin
- Qualification_LC_Quat
- FLD_Qualification
- Qualification_RID

Reports für einzelne Prüfpunkte:

- Baseline
- Baseline_RID
- Wavelength
- Gradient_1
- Gradient_2
- Injector_Rep
- Injector_Lin
- Detector_Lin
- Detector_Lin_RID
- PumpFlow
- ColumnOven
- SampleOven
- FLD_WL
- FLD_SNR
- ColumnSwitch_Agilent_2Position
- ColumnSwitch_UPLC

Für sämtliche Reports wird auch eine SignOff Version angeboten (SO_...)

12. Kontakt beyontics

beyontics GmbH
Altonaer Straße 79-81
D- 13581 Berlin

Telefon: +49 30 36432319
Telefax: +49 30 36431977
E-Mail: info@beyontics.com

Geschäftsführer: Arno Simon
Amtsgericht: Berlin-Charlottenburg HRB 74211
Umsatzsteuer-Identifikationsnummer: DE185286048

© Copyright Hinweis:

Alle Warenzeichen und auch Logos sind geschützt durch den jeweiligen Hersteller. Sollten mal keine Copyright Hinweise an Logos oder auch Texten stehen, so sind sie dennoch geschützt. Es dürfen keine Logos oder Texte ohne Zustimmung des Urhebers für andere Zwecke kopiert und für gewerbliche Zwecke genutzt werden.