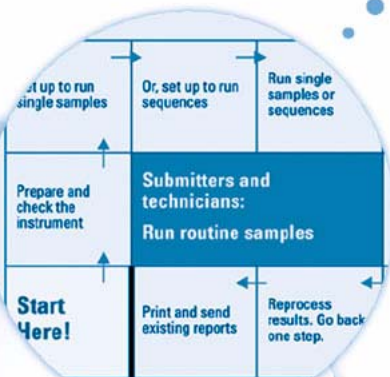
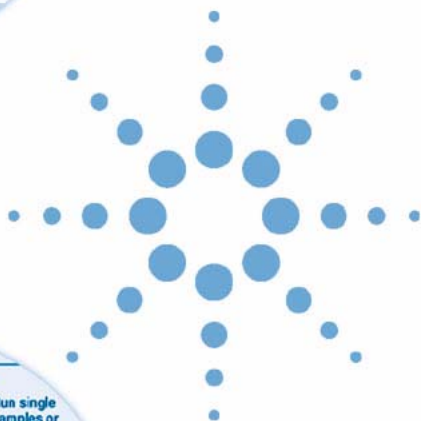


Agilent Cerity ネット ワークデータシステム 医薬品 QA/QC



入門ガイド



Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2003

本マニュアルは米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、本書の一部または全部を複製することはいかなる形式や方法 (電子媒体による保存や読み出し、外国語への翻訳なども含む) においても禁止されています。

マニュアルパーツ番号

G4000-96012

エディション

12/2003

Printed in Germany

Agilent Technologies Deutschland GmbH
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn, Germany

Microsoft[®] は米国 Microsoft Corporation の登録商標です。

ソフトウェアリビジョン

本マニュアルは Agilent Cerity ネットワークデータシステム医薬品 QA/QC ソフトウェアの A.02.xx リビジョンに対して有効です。xx は 02 以上のソフトウェアのマイナーリビジョンを表す数字であり、本マニュアルの技術的な正確さに影響を与えるものではありません。

保証

本マニュアルに含まれる内容は「現状のまま」提供されるもので、将来のエディションにおいて予告なく変更されることがあります。また、Agilent は、適用される法律によって最大限に許可される範囲において、本マニュアルおよびそれに含まれる情報の商品性および特定の目的に対する適合性に関する黙示の保証を含めて (ただしそれだけには限定されない)、いかなる明示または黙示の保証も行いません。Agilent は、本マニュアルまたはそれに含まれる情報の所有、使用、または実行に付随する過誤、または偶然的または間接的な損害に対する責任を一切負わないものとします。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、本マニュアルの内容に対する保証条項が同文書の条項と矛盾する場合は、別の契約の保証条項が適用されます。

技術ライセンス

本マニュアルで説明されたハードウェアおよびソフトウェアはライセンスに基づいて提供され、該当ライセンスの条項に従って使用またはコピーできません。

安全に関する注意

注意

注意は、危険を表します。これは、正しく実行しなかったり、指示を順守しないと、製品の損害または重要なデータの損失にいたるおそれがある操作手順や行為に対する注意を喚起します。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、注意を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、危険を表します。これは、正しく実行しなかったり、指示を順守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれがある操作手順や行為に対する注意を喚起します。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。

目次

はじめに	5
ルーチンサンプルの分析	11
基本エクササイズ #1a 装置を平衡化する	15
基本エクササイズ #2a シングルサンプルを分析してクロマトグラム例を生成する	21
基本エクササイズ #2b シングルサンプルセットを分析して化合物を同定する	27
基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで 化合物を定量する	33
基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する	45
上級エクササイズ #4a シーケンスを実行して、マルチレベルキャリブレーションで化 合物を定量する	51
上級エクササイズ #4b メソッドのサンプル変数を変更し、再解析する	61
上級エクササイズ #5a シーケンスを分析して不純物を定量する	69
上級エクササイズ #5b 別のメソッドを使用して再解析する	75

メソッドの設定 79

基本エクササイズ #1
平衡メソッドを設定する 81

基本エクササイズ #2
化合物を同定するためのシングルサンプルのメソッドを設定する 89

基本エクササイズ #3
シーケンスにシングルレベルキャリブレーションメソッドを設定する 101

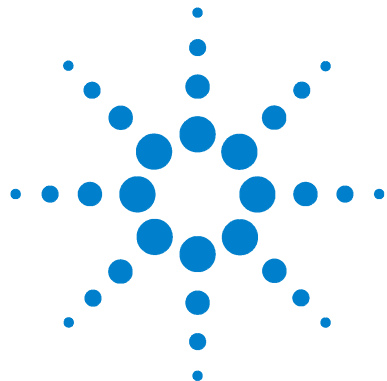
上級エクササイズ #4
シングルサンプルのメソッドを設定して、スペクトルを取り込み、利用する 115

上級エクササイズ #5
シーケンスにマルチレベルキャリブレーションメソッドを設定する 133

上級エクササイズ #6
シーケンスを使用して不純物を定量するメソッドを設定する 147

上級エクササイズ #7
同定されていない不純物の総面積のロット当たり平均を計算する 165

上級エクササイズ #8
システムスタビリティ計算とグループ ID を設定する 173



はじめに

本マニュアルは、Cerity 医薬品 QA/QC アプリケーションを簡単に習得できるようなエクササイズを提供します。エクササイズを実行する場合は、Cerity の『コンセプトガイド』を参照してください。

メソッドの設定

ラボ独自のメソッドを開発するには、これらのエクササイズを実行してください。これらのメソッドを使用して、「ルーチンサンプルの分析」のエクササイズでサンプルとシーケンスを実行できます。

ルーチンサンプルの分析

サンプルを分析してメソッドは開発しない場合、Cerity NDS に付属のデフォルトメソッドを使用してこれらのエクササイズを実行できます。また、「メソッドの設定」のエクササイズで設定したメソッドを使用することもできます。

作業を始める前に

Cerity CD-ROM からデフォルトメソッドとクロマトグラム例をデータベースにコピーしておいてください。これはユーザーか管理者が行います。メソッドをコピーしてシステムで使用可能にする方法については、次のページを参照してください。



ステップ 1: デフォルトメソッドの復元

基本および上級エクササイズのデフォルトメソッドは、Cerity ソフトウェア CD の「**\GettingStarted\DefaultMethods**」にあります。

- 1 デフォルトメソッドを復元します。

基本および上級エクササイズのデフォルトメソッドは、Cerity ソフトウェア CD の「**\GettingStarted\DefaultMethods**」にあります。

- 2 **[スタート]** → **[プログラム]** → **[Agilent Cerity]** → **[管理とメンテナンス]** → **[アーカイブとリストア]** の順に選択します。
- 3 ログオン情報を入力し、**[OK]** をクリックします。
- 4 **[リストア]** を選択し、**[次へ]** をクリックします。
- 5 **[...]** をクリックします
- 6 CD ドライブで **\GettingStarted\DefaultMethods\Basic** (または **\Advanced**) を選択します。
- 7 **[OK]** をクリックし、**[次へ]** をクリックします。表示されたメッセージに対して、**[はい]** をクリックします。
- 8 **[>>]** ボタンをクリックして、デフォルトメソッドを **[オブジェクトを復元する]** リストに移動します。
- 9 **[次へ]** をクリックし、**[開始]** をクリックします。表示されたメッセージに対して、**[OK]** をクリックします。

「These tables contain duplicates」というメッセージが表示されます。

ステップ 2: データベースの重複の解決

- 1 [次へ] をクリックします。
- 2 [有効にする装置を選択します] チェックボックスがオフになっていることを確認します。
- 3 [次へ] をクリックして、2 番目の管理者ロールを選択します。
- 4 [名前の変更] をクリックし、新しいロール名として「Admin」と入力します。[OK] をクリックします。
- 5 [次へ] をクリックし、[開始] をクリックします。[OK] をクリックします。
- 6 [OK] をクリックし、いずれかの [閉じる] ボタンをクリックします。

ステップ 3: クロマトグラム例の復元

クロマトグラム例は、Cerity-CD-1 の **\GettingStarted\DefaultResults** にあります。デフォルトのクロマトグラム例が復元されていることを確認します。

- 1 6 ページの「ステップ 1: デフォルトメソッドの復元」のステップ 1～4 を繰り返します。
- 2 CD-ROM ドライブの **\GettingStarted\DefaultResults** を選択し [OK] をクリックします。[次へ] をクリックします。
- 3 [defexchrom2a] を選択し、[>] をクリックします。[次へ] をクリックします。
- 4 [開始] をクリックし、表示されたメッセージに対して [OK] をクリックします。[閉じる] をクリックします。
- 5 [スタート] → [プログラム] → [Agilent Cerity] → [Cerity 医薬品 QA/QC] の順に選択します。
- 6 ログオン情報を入力し、[OK] をクリックします。
- 7 [現在のビュー] リストから [結果] を選択します。
- 8 [クエリー] リストから [AllResultsRestored] を選択します。

ステップ 4: 装置で使用するデフォルトメソッドをコピーする

必要に応じて、89 ページの「基本エクササイズ #2 化合物を同定するためのシングルサンプルのメソッドを設定する」を参照してください。

- 1 [現在のビュー] リストから [メソッド] を選択します。
- 2 [クエリー] リストから [AllMethodsRestored] を選択します。
- 3 各デフォルトメソッドで、次の作業を行います。
 - a [ファイル] → [新規作成] → [メソッド] の順に選択します。
 - b [参照] をクリックし、基本エクササイズの場合は [defaultmethodN]、上級エクササイズの場合は [AdvdefaultmethodN] を選択します。[OK] をクリックします。
 - c 新しいメソッドに defexerN という名前を付け、[次へ] をクリックします。
 - d メソッドを使用する装置を選択し、[次へ] をクリックします。
 - e [新しいメソッドのレビュー] パネルが表示されるまで [次へ] をクリックします。
 - f [完了] をクリックします。データベース保存のメッセージが表示されたら、[保存] をクリックします。
- 4 [クエリー] リストから [AllMasterMethods] を選択します。
- 5 defexerN を展開します。
- 6 [装置のセットアップ] を展開し、設定を調整します。
- 7 装置の設定を、ノンマッチング LC モジュール用に調整します。

注

初めて Advdefaultmethod4 をコピーして名前を変更する場合は、defexer4a という名前にしてください。最初のユーザーは、このメソッドをエクササイズ 4b で変更できます。その後、2 番目のユーザーがこのメソッドを使用できるように、Advdefaultmethod4 をコピーして defexer4b という名前に変更する必要があります。

このデフォルトメソッドは、Agilent VWD 検出器が装備された装置でのみ使用できます。デフォルトメソッド（オートサンプラ、クォータナリポンプ、温度調節付きカラムコンパートメント）に設定されていない他の LC モジュールについては、必ずしもメソッドに一致させる必要はありません。

これらのエクササイズで VWD 検出器が装備された装置を使用できない場合、このマニュアルの「メソッドの設定」を参照して、管理者または上級ユーザーがメソッドを設定します。



ルーチンサンプルの分析

以下のエクササイズでは、ルーチンサンプルを分析する方法を学習します。“a”エクササイズではデフォルトメソッドを使用するか、「メソッドの設定」のエクササイズで設定したメソッドを使用します。“b”エクササイズを実行するには、“a”エクササイズの結果が必要です。基本および上級エクササイズの内容は、次のとおりです。

基本エクササイズ

エクササイズ 1 – 装置を平衡化する 装置パネルまたはメソッドを使用して、装置を平衡化する方法を学習します。

エクササイズ 2a – シングルサンプルを分析して、クロマトグラム例を生成する クロマトグラム例を生成する方法を学習します。クロマトグラム例は、メソッドで積分と同定を設定するために使用します。

エクササイズ 2b – シングルサンプルのグループを分析して、化合物を同定する シングルサンプルのグループを入力して分析し、メソッドを利用してサンプルに含まれる化合物を同定します。

エクササイズ 3a – シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する シングルレベル、シングル更新キャリブレーション、ESTD 定量、および固定アマウントをシーケンス分析する方法を学習します。

エクササイズ 3b – 結果を再積分および再解析する シーケンス分析の結果を手動で再積分して、その結果を元のメソッドリビジョンで再解析する方法を学習します。ルーチンサンプルの分析については、『コンセプトガイド』の「サンプル分析」を参照してください。



上級エクササイズ

エクササイズ 4a - シーケンスを実行して、マルチレベルキャリブレーションで化合物を定量する マルチレベルキャリブレーション、総キャリブレーション、可変化合物アmount、およびサンプル変数をシーケンスの中に設定して分析する方法を学習します。

エクササイズ 4b - メソッドのサンプル変数を変更し、再解析する 最新バージョンのメソッドと新しいサンプル変数のバージョンで、結果を再解析する方法を学習します。

エクササイズ 5a - シーケンスを実行して不純物を定量する ISTD 定量、カスタム計算、リミット値、ブラケットキャリブレーション、およびシステムスタビリティのシーケンスを作成し分析する方法を学習します。

エクササイズ 5b - 別のメソッドを使用して再解析する 新しいメソッドで再解析する方法を学習します。

作業を始める前に

5 ページの「はじめに」を読んでおいてください。

エクササイズでデフォルトメソッドを使用する場合、それらのメソッドがデータベースにあることを確認します。[クエリー] リストから [AllMethodsRestored] を選択して defexer1-5 を表示し、[AllResultsRestored] を選択して defexchrom2a を表示します。

Agilent 1100 LC シリーズの液体クロマトグラフが、システム管理者によってシステムに設定されていることが必要です。

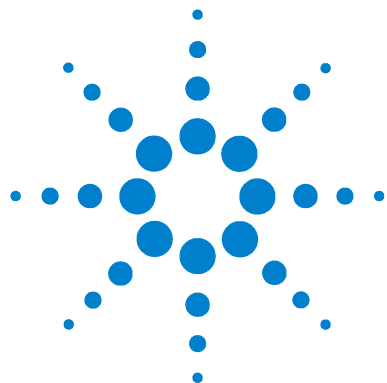
「ルーチンサンプルの分析」のエクササイズでデフォルトメソッドを使用する場合は、VWD 検出器が装備された装置を使用する必要があります。「メソッドの設定」のエクササイズで作成されたメソッドを使用する場合は、オートサンプラとクォータナリポンプまたはバイナリポンプ、UV-Vis 検出器 (VWD、MWD、DAD) のみが必要です。

溶媒 A は水です。溶媒 B はメタノールまたはアセトニトリルです。

Agilent Technologies カラム Eclipse XDB-C8 (または C-18)、4.6MM X 15 CM (5 μ M) を使用します。

3 レベルのアイソクラティック標準 (Agilent パーツ番号 01080-68704 希釈なし、同 2 倍に希釈、同 4 倍に希釈) を入れたバイアルを用意します。





基本エクササイズ #1a 装置を平衡化する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- Cerity 医薬品 QA/QC アプリケーションの装置パネルを使用して、装置を平衡化する。
- 平衡化サンプルの情報（ブランク分析）を入力し、作成したメソッドで装置を平衡化する。

装置を平衡化させるために、システムに付属しているデフォルトメソッドのコピーを使用できます。または、[81 ページの「基本エクササイズ #1 平衡メソッドを設定する」](#)で作成したメソッドを使用できます。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。

作業を始める前に

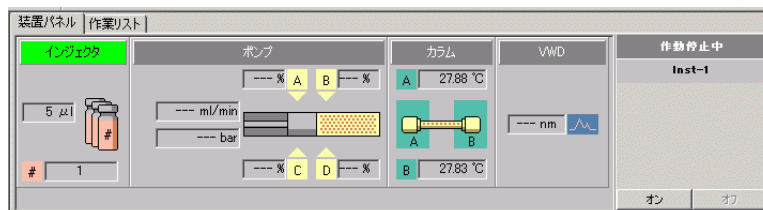
ポンプがスタンバイ状態で、VWD ランプがオフであることを確認します。

このエクササイズのメソッドが設定または復元されていることを確認します。

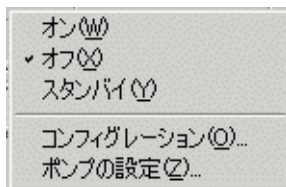


タスク 1: 装置パネルからポンプをパージする

ステップ	詳しい手順
<p>1 ポンプを外し、ライン B をパージします。</p> <p>流量 :5ml/min %B = 100%</p>	<p>a ポンプの上にある黒いバルブを左回りに 2 回転させます。</p> <p>b [現在のビュー] リストから [装置] を選択します。</p> <p>c 平衡化する装置を選択します。</p> <p>装置パネルがオンラインプロットとともに表示されます。</p>
<p>2 ライン A をパージしてポンプを接続します。</p> <p>%A = 100</p>	<p>d 装置パネルのポンプモジュールをクリックします。</p> <p>メニューが表示されます。</p> <div data-bbox="535 850 813 1032" style="border: 1px solid gray; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <p>オン(O)</p> <p>▼ オフ(O)</p> <p>スタンバイ(O)</p> <hr/> <p>コンフィグレーション(Q)...</p> <p>ポンプの設定(Z)...</p> </div> <p>e [ポンプ設定] を選択します。</p> <p>f 5ml/min の流量と %B=100 を入力し、[OK] をクリックします。</p> <p>a ラインに泡がない場合は、ステップ 1 の d～e を繰り返します。</p> <p>b %B = 0 に設定し、[OK] をクリックします。</p> <p>c ラインに泡がない場合は、ポンプモジュールをクリックし、[スタンバイ] を選択します。</p> <p>d 黒いバルブを締めます。</p>

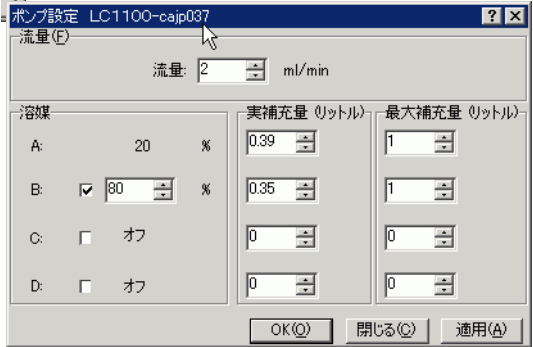


d 装置パネルのポンプモジュールをクリックします。
メニューが表示されます。



e [ポンプ設定] を選択します。
f 5ml/min の流量と %B=100 を入力し、[OK] をクリックします。

タスク 2: 装置パネルから装置の平衡化を行う

ステップ	詳しい手順
1 ポンプのパラメータを入力します。 溶媒 B がメタノールの場合 <ul style="list-style-type: none"> 流量 : 2ml/min 溶媒組成 : 80%MeOH/20%H₂O 溶媒 B がアセトニトリルの場合 <ul style="list-style-type: none"> 流量 : 1.5ml/min 溶媒組成 : 65%ACN/35%H₂O 	a 装置パネルのポンプモジュールをクリックします。 b [ポンプ設定] を選択します。 [ポンプ設定] ダイアログボックスが表示されます。 c ステップに示されたとおりにポンプのパラメータを入力し、[OK] をクリックします。
	
	d ポンプモジュールをクリックし、[On] を選択します。
2 検出器のランプをオンにします。	a 装置パネルの検出器モジュールをクリックします。 b [ランプオン] を選択します。 ベースラインが安定するまで待機します。

基本エクササイズ #1a 装置を平衡化する

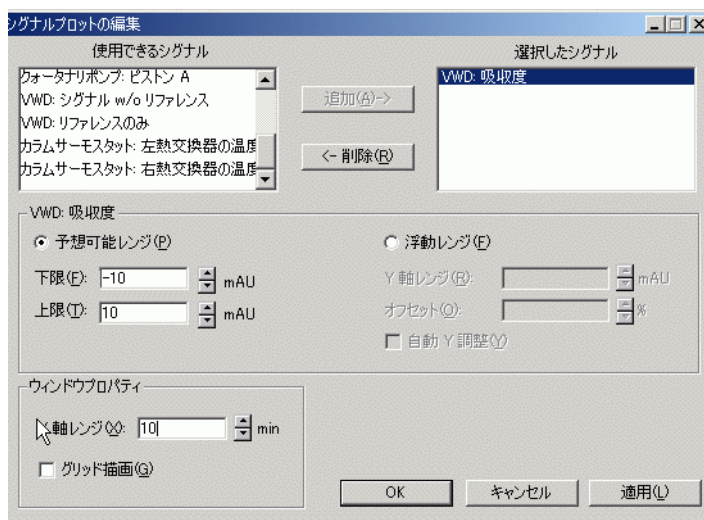
ステップ

詳しい手順

3 ベースラインが安定するまでモニタします。

このステップが終了すると、以降のエクササイズも実行できます。または、次のタスクに進み、メソッドで装置を平衡化する方法について学習します。

- a オンラインプロットの下部にある **[変更]** をクリックします。
[シグナルプロットの編集] ダイアログボックスが表示されます。
- b **[使用できるシグナル]** リストから必要な検出器シグナルを選択し、**[追加]** ボタンをクリックしてシグナルを **[選択したシグナル]** リストに追加します。ポンプ圧も選択できます。
- c **[予想可能レンジ]** (Y 軸) に -10 ~ +10 を設定します。
- d **[X 軸レンジ]** に 10 min を設定します。
- e **[OK]** をクリックします。




- f ランプをオンにした数分後に、検出器モジュールをクリックします。
- g **[バランス]** を選択します。
バランス後、ベースラインが数分間ゼロのまま移動しないと、ベースラインは安定していると見なします。

タスク 3: 装置をメソッドで平衡化する - 平衡サンプルを入力する


ステップ	詳しい手順
<p>1 サンプル情報を入力します。</p> <p>サンプル名: equilsamp<i>iii</i>。 <i>iii</i> にはユーザーのイニシャルを入力します。</p> <p>メソッド: defexer1 または equilmeth<i>iii</i></p> <p>デフォルトメソッドを復元してコピーする方法については、5 ページの「はじめに」を参照してください。</p>	<p>a [現在のビュー] リストから [装置] を選択します。</p> <p>b 平衡化する装置の [サンプルエントリ] フォルダを展開します。</p> <p>c [シングルサンプル] を選択します。</p> <p>d [サンプル名] に「equilsamp<i>iii</i>」と入力します。</p> <p>e [メソッド] に「equilmeth<i>iii</i>」または「defexer1」と入力します。</p> <p>f [サンプル形式] に [ブランク分析] を選択します。</p> <p>g [適用] をクリックします。</p> <p>分析の途中でも、サンプルビューにサンプルを入力して、必要に応じてサンプルとシーケンスを入力 / 変更できます。</p>
<p>2 分析中にシステムが実行する作業を入力します。</p>	<p>a [定量] と [レポート] チェックボックスをオフにします。</p> <p>b [適用] をクリックします。</p>

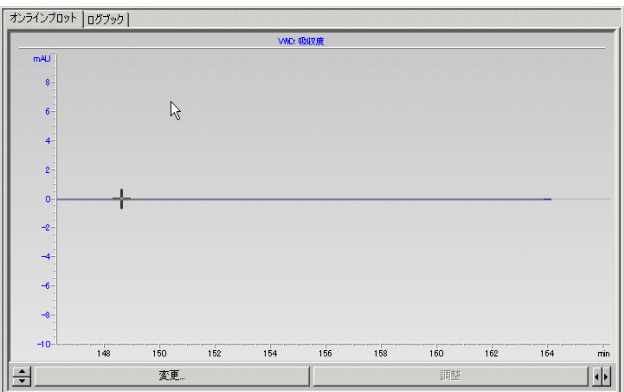
サンプル名	メソッド名	装置名	注入数	サンプル形式	サンプルの優先度
1	equilsampdec	equilmethdec	1	サンプル	中
2					

サンプルエントリ サンプルログブック	
サンプル名 <input type="text" value="equilsampdec"/>	分析 アマウント 同定 説明 レポート出力先
メソッド <input type="text" value="equilmethdec"/>	分析に使用 優先度: <input type="text" value="中"/> スケジュール 不明
サンプル形式 <input type="text" value="サンプル"/>	実行するタスク <input checked="" type="checkbox"/> 取込 <input type="checkbox"/> 定量 <input checked="" type="checkbox"/> 積分 <input type="checkbox"/> レポート
装置 <input type="text" value="EMELC3"/>	
バイアル番号 <input type="text" value="1"/> 注入回数 <input type="text" value="1"/> 量 [μl] <input type="text" value=""/>	
	<input type="button" value="メソッドから"/>

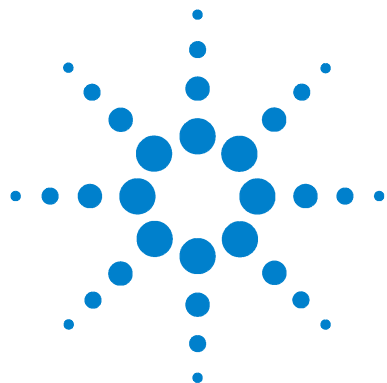
<p>3 サンプルをデータベースに保存します。</p>	<p>a [標準] ツールバーで、 をクリックします。</p> <p>b 変更内容をレビューします。</p> <p>c [変更の理由] には、理由を入力するかリストから理由を選択します。</p> <p>d 必要に応じて、電子署名を入力します。</p> <p>e [保存] ボタンをクリックします。</p>
------------------------------------	---

タスク 4: 装置をメソッドで平衡化する - 平衡サンプルを分析する

ステップ	詳しい手順
1 <code>equilsampiii</code> を分析します。	<p>a サンプルテーブルで <code>equilsampiii</code> サンプルを選択します。 [分析] ボタンが有効になります。</p> <p>b [アクション] ツールバーの [分析] ボタン  をクリックします。</p>
2 ベースラインが安定するまでモニタします。	<p>a 平衡化する装置を選択します。 装置パネルがオンラインプロットとともに表示されます。</p> <p>b オンラインプロットの下部にある [変更] をクリックします。 [シグナルプロットの編集] ダイアログボックスが表示されます。 ページ 18 の図を参照してください。</p> <p>c [使用できるシグナル] リストから必要な検出器シグナルを選択し、[追加] ボタンをクリックしてシグナルを [選択したシグナル] リストに追加します。</p> <p>d [予想可能レンジ] に -10 ~ +10 を設定します。</p> <p>e [X 軸レンジ] に 10 min を設定します。</p> <p>f [OK] をクリックします。</p>



The screenshot shows a software window titled 'オンラインプロット' (Online Plot) with a sub-tab 'ログブック' (Logbook). The plot area is labeled 'VWD 検出器' (VWD Detector) and displays a signal in mAU (milliabsorbance units) on the y-axis, ranging from -10 to 8. The x-axis represents time in minutes (min), ranging from 148 to 164. A horizontal blue line is plotted at 0 mAU, representing the baseline. A mouse cursor is visible over the plot area. At the bottom of the window, there are control buttons for '変更' (Change) and '評価' (Evaluate).



基本エクササイズ #2a シングルサンプルを分析して クロマトグラム例を生成する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- サンプルとその情報を入力して、クロマトグラム例を生成できるようにする。
- サンプルを分析する。
- 結果をレビューする。

クロマトグラム例には、生成した任意のクロマトグラムを使用できます。クロマトグラム例を使用して、新しい積分パラメータをテストし、ピークを化合物として同定します。

このエクササイズでは、次のメソッドのいずれかを使用できます。

- Cerity NDS に付属しているデフォルトメソッドのコピー。
- 「メソッドの設定」の 95 ページの「タスク 3: メソッドの変更を保存して監査する」で保存したメソッド。
- 81 ページの「基本エクササイズ #1 平衡メソッドを設定する」で作成した平衡メソッド。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。

作業を始める前に

ルーチンサンプルの分析について、11 ページの「ルーチンサンプルの分析」を読んでおいてください。

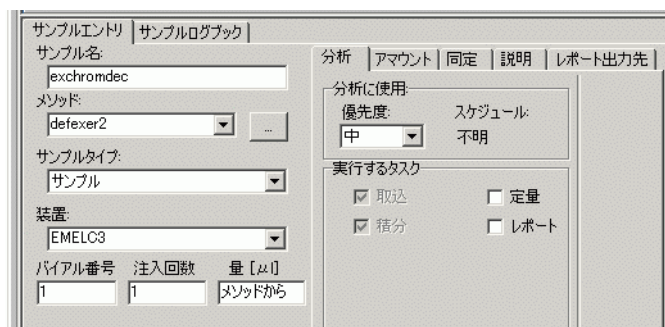



基本エクササイズ #2a シングルサンプルを分析して クロマトグラム例を生成する

装置を平衡化します。15 ページの「[基本エクササイズ #1a 装置を平衡化する](#)」を参照してください。このエクササイズのメソッドが設定または復元されていることを確認します。

タスク 1: シングルサンプルを入力する

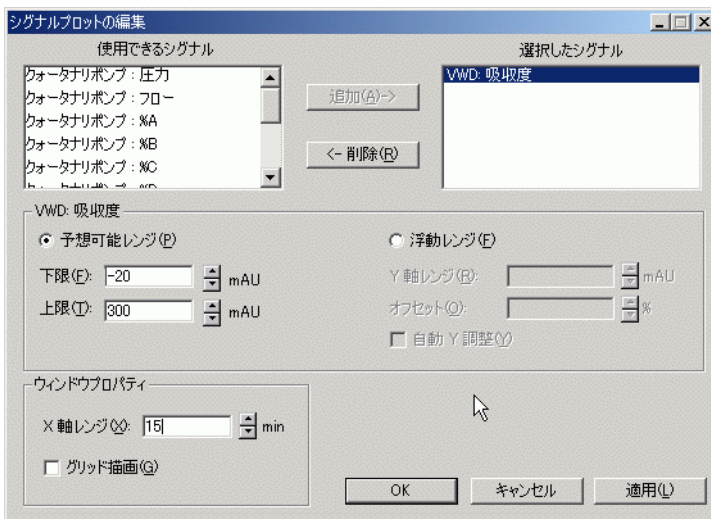
ステップ	詳しい手順
1 装置ビューを表示して、シングルサンプルのサンプルテーブルを表示します。	<p>a [現在のビュー] リストから [装置] を選択します。</p> <p>b クロマトグラム例を生成する装置のフォルダを展開します。</p> <p>c [シングルサンプル] を選択します。</p> <p>サンプルテーブルとサンプルエントリパネルがワークスペースに表示されます。</p>
2 サンプルに次の情報を入力します。 <ul style="list-style-type: none"> サンプルに <i>exchromiii</i> という名前を付けます。 <i>iii</i> にはユーザーのイニシャルを入力します。 <i>defexer2</i>、<i>exer2iii</i>(初回の保存時)、<i>equilmethiii</i> のいずれかを選択します 無希釈のアイソクラティック標準を含むバイアルを選択します。 	<p>a [サンプル名] ボックスに「<i>exchromiii</i>」と入力します。</p> <p>b [メソッド] リストからメソッドを選択します。</p> <p>メソッドと関連する装置が [装置] ボックスに表示されます。</p> <p>c [サンプル形式] リストから [サンプル] を選択します。</p> <p>d [バイアル番号] ボックスにサンプルのバイアル番号を入力します。</p> <p>e [適用] をクリックして、サンプルテーブルに入力したサンプル情報を確定します。</p> <p>他のすべてのパラメータには、デフォルト値を使用します。</p>
3 分析で実行する作業を入力します。	<p>a [定量] と [レポート] チェックボックスをオフにします。</p>



4 サンプル情報を保存します。	<p>a [標準] ツールバーで、 をクリックします。</p> <p>[変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>b [変更のリスト] の内容を確認します。</p> <p>c [変更の理由] には、理由を入力するかリストから理由を選択します。</p> <p>d 必要に応じて、電子署名を入力します。</p> <p>e [保存] ボタンをクリックします。</p>
-----------------	---

タスク 2: サンプルを分析する

ステップ	詳しい手順
1 装置が使用できる状態であることを確認します。	<p>a 選択ツリーで装置を選択します。</p> <p>b [オンラインプロット] タブをクリックします。</p> <p>c [変更] ボタンをクリックします。 [シグナルプロットの編集] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>d [使用できるシグナル] リストから必要な検出器シグナルを選択します。</p> <p>e [追加] ボタンをクリックして、[選択したシグナル] リストにシグナルを追加します。</p> <p>f [予想可能レンジ] オプションを選択して、予想可能レンジを -20mAU ~ 300mAU に設定します。</p> <p>g [ウィンドウプロパティ] の [X 軸レンジ] ボックスに「5 min」と入力します。</p> <p>h [OK] ボタンをクリックします。</p>




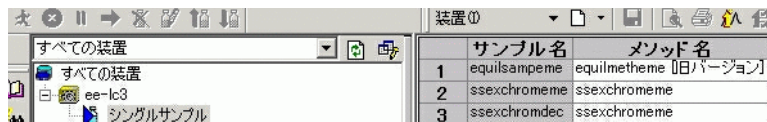
基本エクササイズ #2a シングルサンプルを分析して クロマトグラム例を生成する

ステップ

詳しい手順

2 サンプルを分析します。

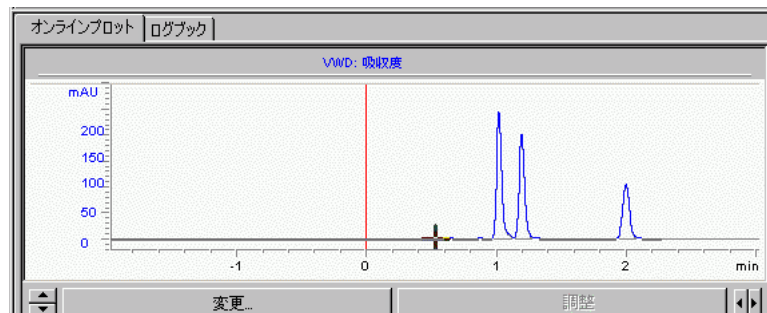
- a 選択ツリーで装置フォルダを展開します。
- b [シングルサンプル] を選択します。
- c サンプルとして *exchromiii* を選択します。
[分析] ボタン  が [ツール] ツールバーで有効になります。



- d [分析] ボタンをクリックします。
サンプルビューからサンプルを分析することもできます。

3 シグナルをモニタしてサンプルのステータスを追跡します。

- a 選択ツリーで装置を選択します。
- b [オンラインプロット] タブをクリックして、シグナルを表示します。
必要に応じて、軸を変更します。



- c [作業リスト] タブをクリックして、サンプルのステータスを追跡します。

名前	ステータス	タイプ	メソッド	優先度
1 ssexchromeme	完了	シングル	ssexchromeme	000

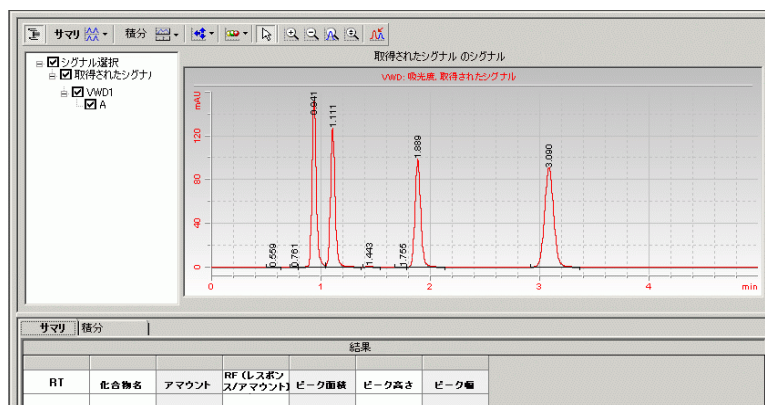
[作業リスト] タブをクリックすると、[中断]、[一時停止]、および [再開] ボタンが有効になります。

タスク 3: クロマトグラムをレビューする

ステップ

詳しい手順

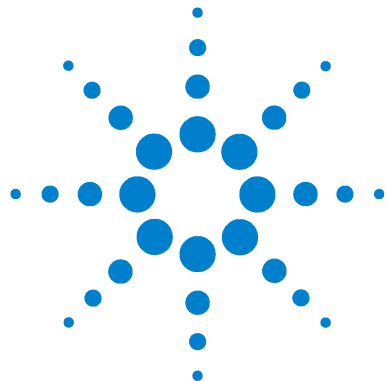
- 1 サンプル結果をレビューして、4つのピークすべてが積分されたことを確認します。
 - a [現在のビュー] リストから [結果] を選択します。
 - b [クエリー] リストから [MySamplesRunLast24h] を選択します。
 - c サンプルフォルダを展開します。
 - d *exchromiii* フォルダを展開します。
 - e *exchromiii* #1 注入を選択します。
 - f クロマトグラムとサマリ結果が表示されます。



- g 積分結果を表示するには、[積分] タブをクリックしてください。

RT	ピークタイプおよび分離コード	ピーク面積	ピーク高さ	ピーク幅
0.56	BB	0.5678	0.1215	0.0647
0.76	BV	0.7701	0.3293	0.0375
0.94	VV	419.6385	153.4289	0.0421
1.11	VB	374.5102	126.7572	0.0447
1.44	BB	2.6038	0.7431	0.0525
1.75	BV	0.2067	0.0663	0.0495
1.89	VB	357.0248	98.3153	0.0555
3.09	BB	523.8801	90.8962	0.0891

初期イベント名	初期イベント値
面積リジェクト	0.0000
スロープ感度	1.00
ピーク幅	0.0400
シールド検出モード	無効
高感度イベント	0.0000
すべてのシグナルを対象	
テールピークスキム高さ比	0.00
フロントピークスキム高さ比	0.00
スキム谷比	20.00
ベースライン補正	クラシカル
タンジェントスキムモード	標準
ピーク谷比	500.00



基本エクササイズ #2b シングルサンプルセットを分析して化合物を同定する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- 複数のシングルサンプルとそれらの情報を入力する。
- シングルサンプルのグループを分析し、追跡する。
- 結果をレビューして、化合物同定を確認する。

このエクササイズでは、次のメソッドのいずれかを使用できます。

- Certy ネットワークデータシステム (NDS) に付属しているデフォルトメソッドのコピー。
- 89 ページの「基本エクササイズ #2 化合物を同定するためのシングルサンプルのメソッドを設定する」で作成したメソッド。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。

作業を始める前に

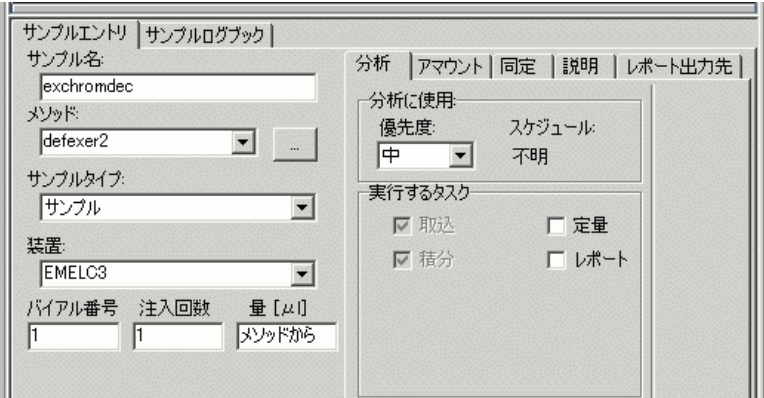
11 ページの「ルーチンサンプルの分析」を読んでおいてください。

装置を平衡化します。15 ページの「基本エクササイズ #1a 装置を平衡化する」を参照してください。

このエクササイズのメソッドが設定または復元されていることを確認します。




タスク 1: 3 つのシングルサンプルを入力する

ステップ	詳しい手順
1 装置ビューを表示して、シングルサンプルのサンプルテーブルを表示します。	<p>a [現在のビュー] リストから [装置] を選択します。</p> <p>b 装置フォルダを展開します。</p> <p>c [シングルサンプル] を選択します。</p> <p>サンプルテーブルと [サンプルエントリ] タブシートがワークスペースに表示されます。</p>
<p>2 サンプルに次の情報を入力します。</p> <ul style="list-style-type: none"> サンプルに <i>exer2biii1</i> という名前を付けます。 <i>iii</i> にはユーザーのイニシャルを入力します。 サンプルのメソッドとして、<i>defexer2</i> または <i>exer2iii</i> を選択します。 最も高い物質量のアイソクラテック標準を含むバイアル番号を選択します。 	<p>a [サンプル名] ボックスに「<i>exer2biii1</i>」と入力します。</p> <p>b [メソッド] リストまたは <i>defexer2b</i> のコピーから、<i>exer2</i> メソッドを選択します。</p> <p>メソッドと関連する装置が [装置] ボックスに表示されます。</p> <p>c [サンプル形式] リストから [サンプル] を選択します。</p> <p>d 標準を含むバイアル番号を入力します。</p> <p>e [適用] をクリックして、サンプルテーブルに入力したサンプル情報を確定します。</p>
<p>3 分析中にシステムが実行するタスクを入力します。</p>	 <p>a [定量] チェックボックスをオン、[レポート] チェックボックスをオフにします。</p> <p>[定量] チェックボックスをオンにしておかないと化合物は同定されません。キャリブレーションや定量がメソッドで設定されていない場合でも定量をオンにしておきます。</p> <p>b [適用] をクリックします。</p>

基本エクササイズ #2b シングルサンプルセットを分析して化合物を同定する

ステップ

詳しい手順

- 4 サンプル情報を保存します。
- [標準] ツールバーで、 をクリックします。
[変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されます。
 - [変更のリスト] の内容を確認します。
 - [変更の理由] には、理由を入力するかリストから理由を選択します。
 - [保存] ボタンをクリックします。
- 5 次の2つのサンプルについては、ステップ2～4を繰り返します。
この2つのサンプルには、*exer2biii2* と *exer2biii3* という名前を付けます。
- 空白行を選択します。
 - exer2biii2* については、ステップ 2a で開始してステップ 4b で終了します。
 - exer2biii3* については、ステップ 2a と 2b を繰り返します。

サンプル名	メソッド名	装置名	注入数	サンプル形式	サンプルの優先度	
1	exer2bdec3	defexer2	Inst-1	1	サンプル	中
2	exer2bdec2	defexer2	Inst-1	1	サンプル	中
3	exer2bdec1	defexer2	Inst-1	1	サンプル	中
4						

サンプルエントリ | サンプルログブック

サンプル名:

メソッド:

サンプル形式:

装置:

バイアル番号: 注入回数: 量 [μl]:

分析 | アマウント | 同定 | 説明 | レポート出力先

分析に使用

優先度: スケジュール:

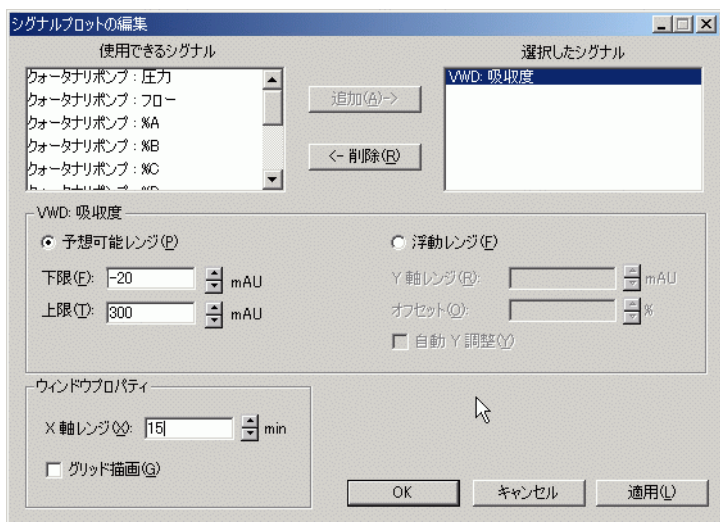
実行するタスク

取込 定量


積分 レポート

タスク 2: サンプルを分析する

ステップ	詳しい手順
1 装置が使用できる状態であることを確認します。	<p>a [現在のビュー] リストから [装置] を選択します。</p> <p>b [オンラインプロット] タブをクリックします。</p> <p>c [変更] ボタンをクリックします。</p> <p>[シグナルプロットの編集] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>d [使用できるシグナル] リストから必要な検出器シグナルを選択します。</p> <p>e [追加] ボタンをクリックして、[選択したシグナル] リストにシグナルを追加します。</p> <p>f [予想可能レンジ] オプションを選択して、レンジを -20mAU ~ 300mAU に設定します。</p> <p>g [ウィンドウプロパティ] の [X 軸レンジ] ボックスに「15 min」と入力します。</p> <p>h [OK] ボタンをクリックします。</p>



基本エクササイズ #2b シングルサンプルセットを分析して化合物を同定する

ステップ	詳しい手順
2 サンプルを分析します。	<p>a 装置フォルダを展開します。</p> <p>b [シングルサンプル] を選択します。</p> <p>c サンプルとして <code>exer2biii1</code> を選択します。</p> <p>d [分析] ボタン  をクリックします。</p> <p>e サンプルとして <code>exer2biii2</code> を選択します。</p> <p>f [分析] ボタンをクリックします。</p> <p>g サンプルとして <code>exer2biii3</code> を選択します。</p> <p>h [分析] ボタンをクリックします。</p> <p>サンプルは、表の順に上から分析されます。ただし <code>exer2biii3</code> の優先度が <code>exer2biii2</code> より高い場合は、<code>exer2biii3</code> が先に分析されます。一番上にある最初のサンプルは、サンプルの優先度がほかのサンプルより低い場合であっても、常に最初に分析されます。</p>
3 シグナルをモニタしてサンプルのステータスを追跡します。	<p>a [オンラインプロット] タブをクリックして、シグナルを表示します。</p> <p>必要に応じて、軸を変更します。</p> <p>b [作業リスト] タブをクリックして、3 つのサンプルのステータスを追跡します。</p>

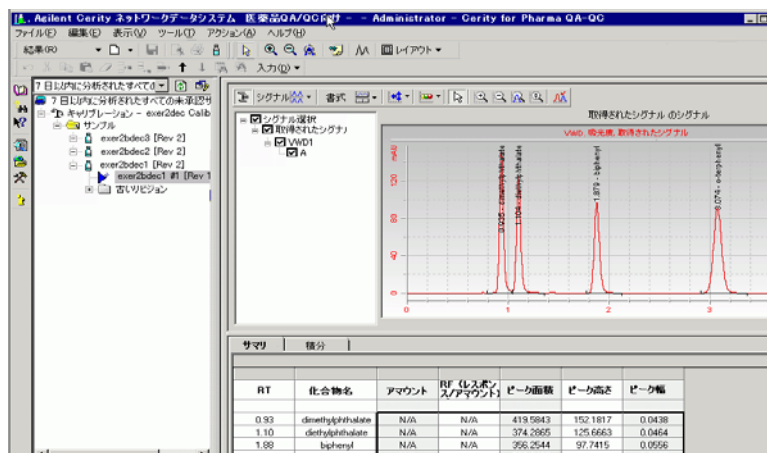
装置パネル		作業リスト						
	名前	ステータス	タイプ	メソッド	優先度	バイアル番号	注入回数	説明
1	exer2bdec1	分析中 (1)	サンプル	exer2dec	500	1	1	
2	exer2bdec2	待機中	サンプル	exer2dec	500	1		
3	exer2bdec3	待機中	サンプル	exer2dec	500	1	1	

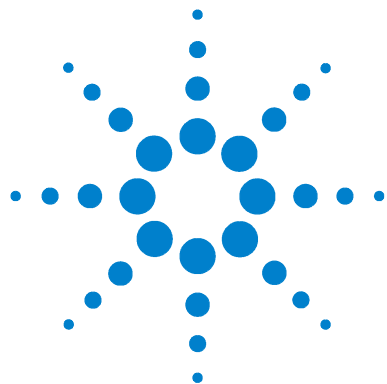
タスク 3: クロマトグラムをレビューする

ステップ

詳しい手順

- 1 サンプル結果をレビューして、各サンプルですべての化合物が同定されたことを確認します。
 - a [現在のビュー] リストから [結果] を選択します。
 - b キャリブレーション - *exer2iii* または *defexer2* フォルダを展開します。
メソッドでキャリブレーションが設定されていない場合でも、キャリブレーションフォルダに結果が表示されます。
 - c [サンプル] フォルダを展開します。
 - d *exer2biii1* フォルダを展開します。
 - e *exer2biii1* #1 注入を選択します。
 - f 結果を表示します。
 - g 次のサンプルでは、ステップ d～f を繰り返します。
 - *exer2biii2*
 - *exer2biii3*





基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングル レベルキャリブレーションで化合 物を定量する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- シングルレベルのシングル更新キャリブレーション、ESTD 定量、および固定化合物アマウントに対して設定されたメソッドを使用して、シーケンスを作成する。
- レポートのタイプを選択し、レポートのディレクトリを設定する。
- シーケンスを実行して追跡する。
- 結果をレビューして、化合物が正しく同定されて定量されたことを確認する。
- レポートをレビューする。

このエクササイズでは、次のいずれかのメソッドを使用します。

- システムに付属しているデフォルトメソッドのコピー。
- 91 ページの「基本エクササイズ #3 シーケンスにシングルレベルキャリブレーションメソッドを設定する」で作成したメソッド。

基本エクササイズでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。



基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する

作業を始める前に

9 ページの「ルーチンサンプルの分析」を読んでおいてください。

装置を平衡化します。11 ページの「基本エクササイズ #1a 装置を平衡化する」を参照してください。

サンプルのすべてのバイアルを ALS トレイに置きます。エクササイズの方法が設定または復元されていることを確認します。


タスク 1: 新しいシーケンスを作成する

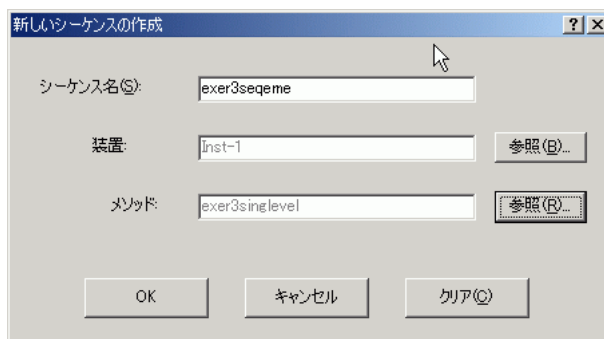
ステップ

詳しい手順

新しいシーケンスを作成します。
シーケンスに `exer3seqiii` という名前を付けます。`iii` にはユーザーのイニシャルを入力します。
次のいずれかのメソッドを使用します。

- `defexer3`
- `exer3iii` (「メソッドの設定」のエクササイズ 3 で作成)

- [標準] ツールバーの [新規] ボタン  をクリックし、[シーケンス] を選択します。
[新しいシーケンスの作成] ダイアログボックスが表示されます。
- [シーケンス名] に「`exer3seqiii`」と入力します。
- シーケンスを実行する装置を [装置] で選択します。
- シーケンスのメソッドを [メソッド] で選択します。
- [OK] をクリックします。



- [変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示された場合は、[変更の理由] を選択し、[保存] をクリックします。

タスク 2: サンプル情報とシーケンス情報を入力する。

ステップ

詳しい手順

1 シーケンステーブルをレビューします。

シーケンステーブルと、メソッドで設定されたシーケンステンプレートとの対応を確認します。

- a [現在のビュー] リストから装置を選択します。
- b 使用している装置を展開して、作成したシーケンスを選択します。
- c テーブルをレビューします。

シーケンステーブル		シーケンスオプション				
	サンプル名	サンプル形式	キャリブレーションレベル	ユーザー定義サンプルグループ	バイアル番号	注
1	Call	キャリブレーション 1			2	1
2	sample 1.2	サンプル			5	1
3	sample 1.4	サンプル			9	1
4	Call	キャリブレーション 1			2	1
5	sample 1.2	サンプル			5	1
6	sample 1.4	サンプル			9	1
7	Call	キャリブレーション 1			2	1
8	sample 1.2	サンプル			5	1
9	sample 1.4	サンプル			9	1
10						

2 分析で実行するタスクを入力します。

定量、レポート

[取込]と[積分]は常にオンになっています。

- a [シーケンスオプション] タブをクリックします。
- b 実行するタスクに対して、[定量]と[レポート]チェックボックスがオンになっていることを確認します。

シーケンス	同定	説明	レポート出力先
分析に使用			
優先度:	スケジュール:	実行するタスク	
中	準備完了	<input checked="" type="checkbox"/> 取込	<input checked="" type="checkbox"/> 定量
キャリブレーションモード:		<input checked="" type="checkbox"/> 積分	<input checked="" type="checkbox"/> レポート
シングル更新キャリブレーション		<input type="checkbox"/> オンライン編集を許可	
シーケンス作成者:			

基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する

ステップ

詳しい手順

- 3 レポートの出力先パスを入力します。ただし、印刷はされません。

「Exercise3iii」と入力します。
iiiにはユーザーのイニシャルを入力します。

- a [レポート出力先] タブをクリックします。
b 必要に応じて、[プリンタ] チェックボックスをオフにします。
c [パス] チェックボックスをオンにし、ディレクトリとして「Exercise3iii」と入力します。
このディレクトリが存在しない場合は自動的に作成され、生成されたレポートが Agilent\Cerity\Reports\Pharmaq\Reports ディレクトリに保存されます。


- 4 生成する次のレポートを選択します。

サンプルシングル注入
標準シングル注入
シーケンス

- a 左カラムに示された [レポート形式] に対応する [印刷] チェックボックスをオンにします。
b 左カラムに示されていない [印刷] チェックボックスは、すべてオフにします。

印刷	レポート形式	レポートテンプレート
<input checked="" type="checkbox"/>	サンプルシングル注入	Inj_short.htm
<input checked="" type="checkbox"/>	標準サンプルシングル注入	Sin_short.htm
<input type="checkbox"/>	マルチ注入サマリグループ	Smp_short.htm
<input type="checkbox"/>	キャリブレーション用の標準サンプルグループ	Cal_short.htm
<input type="checkbox"/>	QC サンプルグループ	QC_short.htm
<input type="checkbox"/>	サンプルグループ	SuS_short.htm
<input type="checkbox"/>	ユーザー定義のサンプルグループ	Sum_short.htm
<input checked="" type="checkbox"/>	シーケンス	Seq_short.htm

- 5 シーケンスを保存します。

- a  をクリックします。必要に応じて、変更理由とパスワードを入力します。

タスク 3: シーケンスを実行して追跡する。

ステップ

詳しい手順

1 装置が使用できる状態であることを確認します。

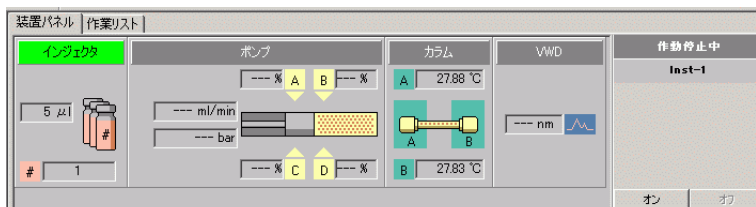
メソッドに設定された条件と同じ条件を使用します。

オンラインプロットを次のように設定します。

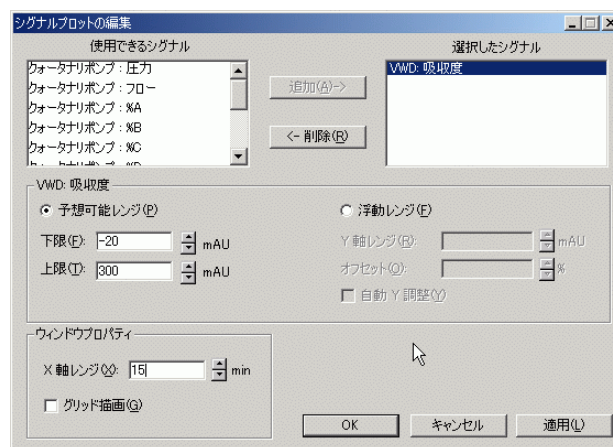
• Y 軸レンジ：-20 ~ 300

• X 軸レンジ：15min

- a 選択ツリーからシーケンスの装置を選択します。
b 装置とカラムが平衡状態にあり、条件がシーケンスのメソッドに設定された条件と同じであることを確認します。



- c オンラインプロットの下部にある [変更] をクリックします。
[シグナルプロットの編集] ダイアログボックスが表示されます。
d [使用できるシグナル] リストから必要な検出器シグナルを選択します。[追加] ボタンをクリックして、このシグナルを右側のリストに追加します。
e [予想可能レンジ] に -20 ~ 300 を設定します。
f [X 軸レンジ] に 15min を設定します。
g [OK] をクリックします。




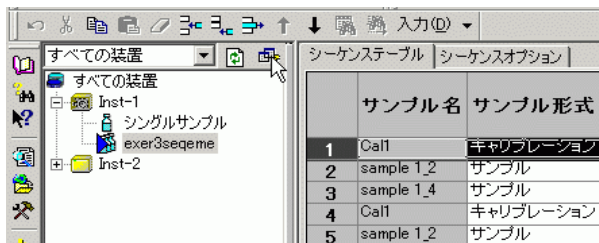
基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する

ステップ

詳しい手順

2 シーケンスを実行します。

- a 装置フォルダを展開します。
- b 設定したシーケンスを選択します。
[分析] ボタン  が表示されます。
- c [分析] ボタンをクリックします。



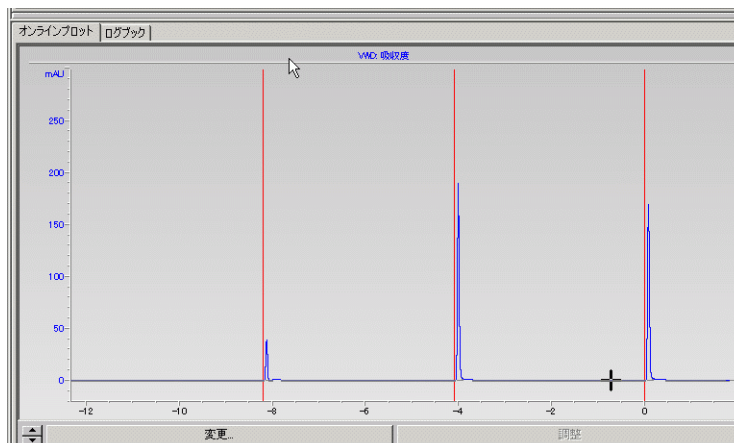
基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する

ステップ

詳しい手順

3 シグナルをモニタしてシーケンスのステータスを追跡します。

- 装置を選択します。
- [オンラインプロット] タブでシグナルを観察して、必要に応じて軸スケールを変更します。



- [作業リスト] タブをクリックして、シーケンスのステータスを観察します。

装置パネル		作業リスト					
	名前	ステータス	タイプ	メソッド	優先度	バイアル番号	注入回数
1	exer3seqeme	分析中 (1)	シーケンス	exer3single	500	N/A	N/A

[作業リスト] を有効にすると、[中断]、[一時停止]、[再開] ボタンが表示されます。

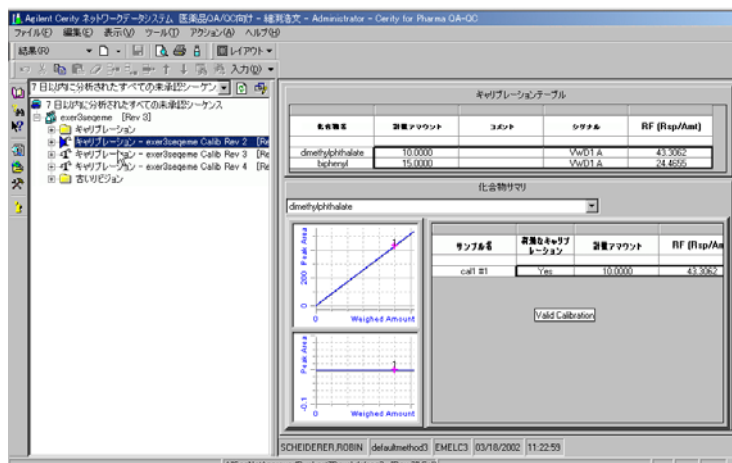
タスク 4: 結果とレポートをレビューする

ステップ

詳しい手順

- 1 キャリブレーションの各リビジョンに対応する、キャリブレーションテーブルと検量線をレビューします。

- a [現在のビュー] から [結果] を選択します。
 b [クエリー] リストから [AllSeqNotApprovedRunLast7Days] を選択します。
 c `exer3seq_iii` フォルダを展開します。
 d キャリブレーション - `exer3seq_iii` Calib Rev 2 フォルダを選択します。
 キャリブレーションテーブルと検量線がワークスペースに表示されます。



- e キャリブレーション - `exer3seq_iii` Calib Rev 3 フォルダを選択します。
 f キャリブレーション - `exer3seq_iii` Calib Rev 4 フォルダを選択します。

基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する

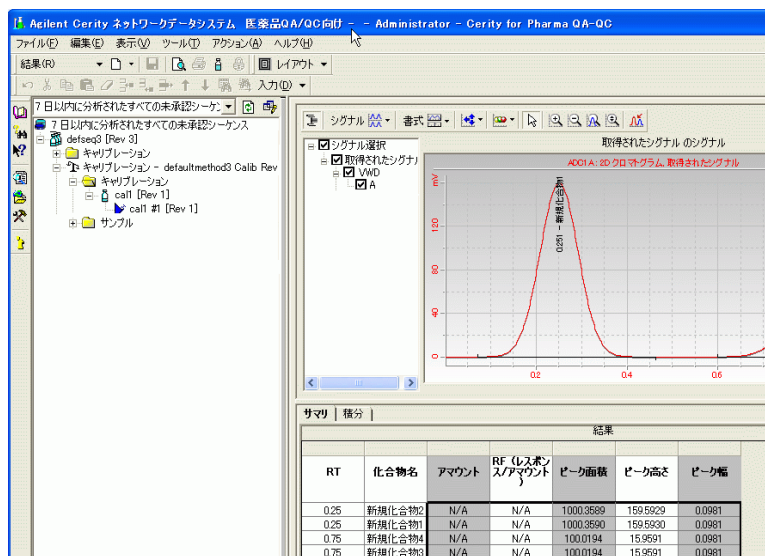
ステップ

詳しい手順

2 それぞれのリビジョンで各キャリブレーション標準について、結果をレビューします。

サンプルの定量に使用された別のレスポンスファクタを確認します。

- a キャリブレーション - *exer3seqiii* Calib Rev 2 フォルダを展開します。
- b キャリブレーションフォルダを展開します。
- c Call フォルダを展開します。
- d Call #1 を選択します。
- e ワークスペースのレスポンスファクタを観察します。



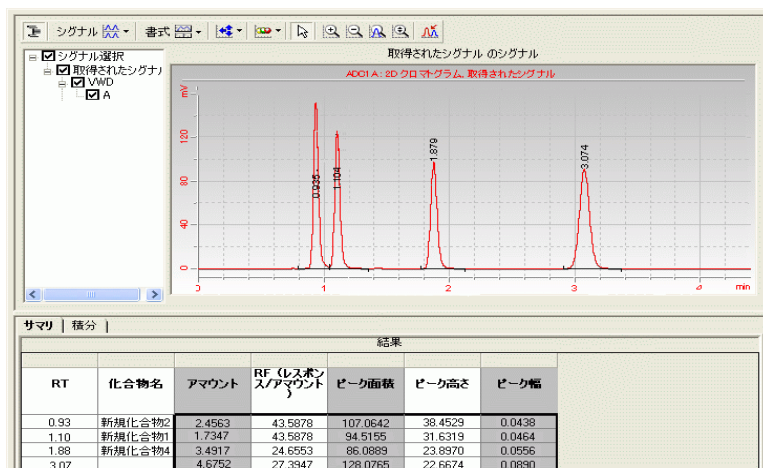
- f キャリブレーション - *exer3seqiii* Calib Rev 3 フォルダを展開します。
- g ステップ b～c を繰り返します。
- h 2 番目の Call 標準を選択します。
- i レスポンスファクタを観察します。
- j キャリブレーション - *exer3seqiii* Calib Rev 4 フォルダを展開します。
- k ステップ b～c を繰り返します。
- l 3 番目の Call 標準を選択します。
- m レスポンスファクタを観察します。

基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する

ステップ

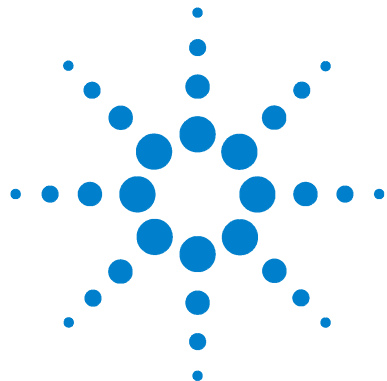
詳しい手順

- 3** それぞれのリビジョンについてサンプル結果をレビューします。
定量に使用されたレスポンスファクタを確認します。
- a キャリブレーション - *exer3seqiii* Calib Rev 2 フォルダを展開します。
 - b [サンプル] フォルダを展開します。
 - c Sample1_2 フォルダを展開します。
 - d Sample1_2 #1 を選択します。
 - e ワークスペースのレスポンスファクタを観察します。
 - f Sample1_4 については、ステップ c ~ e を繰り返します。



- g キャリブレーション - *exer3seqiii* Calib Rev 3 フォルダを展開します。
 - h ステップ b ~ f を繰り返します。
 - i キャリブレーション - *exer3seqiii* Calib Rev 4 フォルダを展開します。
 - j ステップ b ~ f を繰り返します。
- 4** レポートをレビューします。
ヒント：レポートを開くにはレポートビューアを使用します。
- a [スタート] → [プログラム] → [Agilent Certity] → [レポートビューア] の順に選択します。
 - b [ファイル] → [開く] を選択します。
 - c [Certity] → [Agilent] → [レポート] → [医薬品 QC] → [レポート] → [Exercise3iii] の順に開きます。
 - d 各レポートを開いてレビューします。

基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する



基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- キャリブレーション標準の結果を手動で再積分する。
- サンプル変数値を変更する。
- 元のメソッドリビジョンを使ってシーケンスを再解析する。

エクササイズ 3a で生成したデータを使用します。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。

作業を始める前に

11 ページの「ルーチンサンプルの分析」を読んでおいてください。

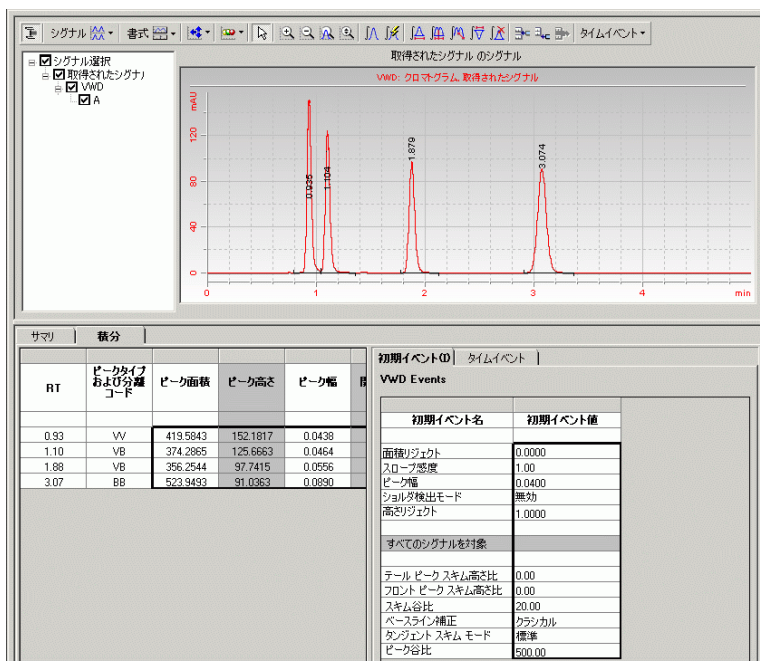


タスク 1: 結果とサンプル情報を変更する

ステップ

詳しい手順

- 1 シーケンス *exer3seqiii* の *sample1_4* の 3 番目の定量に対応するシングル注入結果を表示します。
 - a [現在のビュー] から [結果] を選択します。
 - b [クエリー] リストから [MySeqNotApprovedRunLast7days] を選択します。
 - c *exer3seqiii* フォルダを展開します。
 - d キャリブレーション - *exer3iii* Calib Rev 4 フォルダを展開します。
 - e [サンプル] フォルダを展開します。
 - f *sample1_4* フォルダを展開します。
 - g *sample_1_4#1* を選択します。
 - h [積分] タブをクリックします。





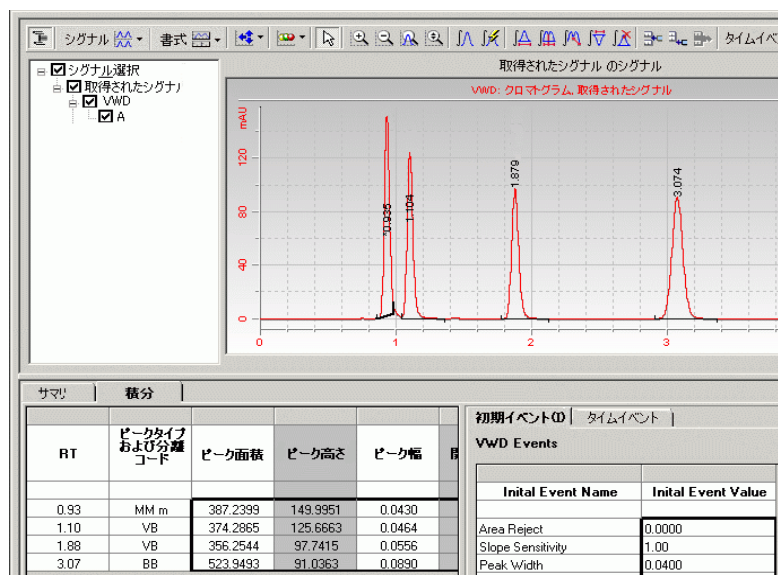
基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する

ステップ

詳しい手順

- 2 フタル酸ジメチルのピークを手動で再積分します。
 ピークの左下端からピークの右下の屈曲点まで、ベースラインを描きます。
 アマウントと RF 値が表示されなくなります。

- a [積分] ツールバーで、 をクリックします。
 ベルの形をしたマウスポインタがクロマトグラムに表示されます。
 b ベースラインからピークが立ち上がるピークの左下にポインタを置いて、1 回クリックします。
 c マウスボタンを押したまま、ピークの右下の屈曲点にポインタを移動します。
 d マウスボタンを離します。
 新しいベースラインが表示されます。ベルの形をしたポインタは表示されたままです。
 e ポインタをベルの形から通常のポインタに戻すには、[積分] ツールバーの  をクリックします。



基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する

ステップ

詳しい手順

3 サンプル変数値を変更する。

- ・ 希釈率 = 5
- ・ 純度 = .9

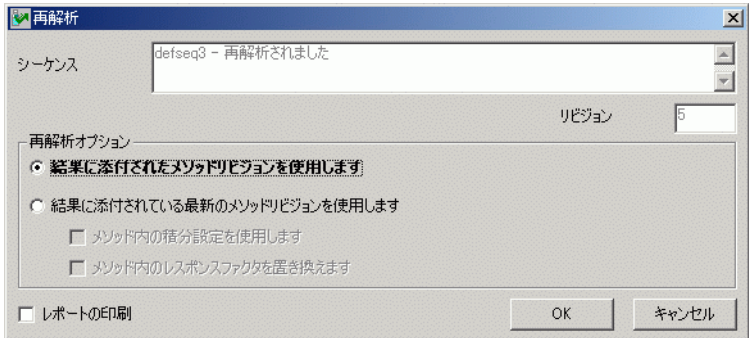
- シーケンス `exer3seqiii` を選択します。
シーケンステーブルとサンプルエントリパネルがワークスペースに表示されます。
- シーケンスの最初の `sample1_4` を選択します。
- [**アmount**] タブをクリックし、[**希釈率**] ファクタのデフォルト値として 5 を入力します。
- [**純度**] のデフォルト値として .9 を入力し、[**適用**] をクリックします。
- シーケンスのすべての `sample 1_4` に対して、ステップ c ~ d を繰り返します。

	サンプル名	サンプル形式	キャリブレーションレベル	ユーザー定義グループ
1	Cal1	キャリブレーション	1	
2	sample 1_2	サンプル		
3	sample 1_4	サンプル		
4	Cal1	キャリブレーション	1	
5	sample 1_2	サンプル		
6	sample 1_4	サンプル		
7	Cal1	キャリブレーション	1	
8	sample 1_2	サンプル		
9	sample 1_4	サンプル		
10				

サンプル名 sample 1_4		分析	アmount	同定	説明
サンプル形式: サンプル		サンプル変数			
ユーザー定義サンプルグループ: [] 新規		サンプルアmount	0		
バイアル番号 9		サンプルアmount	mg/ml		
注入回数 1	量 [μl] メソッドから	Multiplier	1		
		Dilution	5		
		Purity	0.9		

タスク 2: シーケンス結果を再解析する

ステップ	詳しい手順
<p>1 [再解析] ウィンドウを開きます。</p> <p>正しい再解析オプションを選択するためのチャートについては、『コンセプトガイド』の第 3 章「サンプル分析」を参照してください。</p>	<p>a シーケンス <code>exer3seqiii</code> を選択します。 [変更の理由] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>b 必要な情報を入力し、[保存] をクリックします。</p> <p>c 上部のメニューバーで、[アクション] → [再解析] を選択します。</p>
<p>2 元のメソッドのほかのすべてのメソッド設定を使用する再解析オプションを選択します。ただし、積分の設定とデフォルトサンプルの変数値は除きます。</p> <p>Cerity システムでは、すべてのサンプル、シーケンス、メソッド、および装置の情報が結果に付随しています。</p>	<p>a [結果に添付されたメソッドリビジョンを使用します] を選択します。</p> <p>b [OK] をクリックします。</p> <p>Cerity システムでは、シーケンス分析で使用されたメソッドの元の設定、手動で設定された新しい積分設定、および新しいサンプル変数値がシーケンスの処理に使用されます。</p>



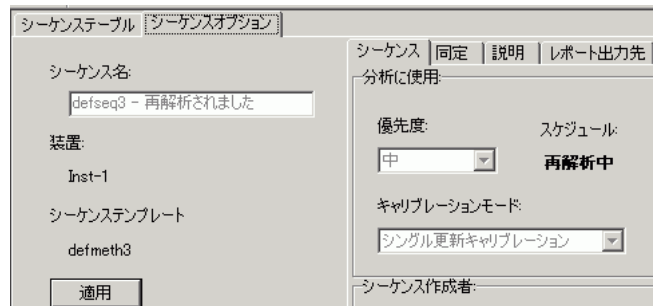
基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する

ステップ

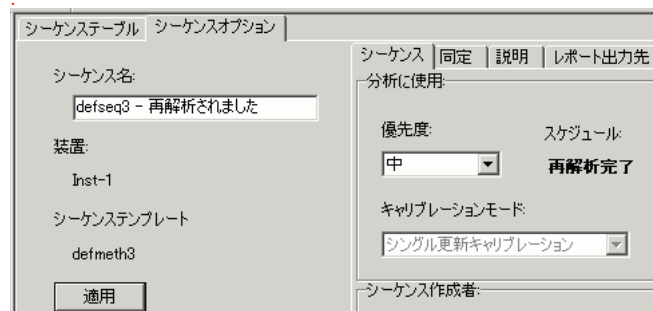
詳しい手順

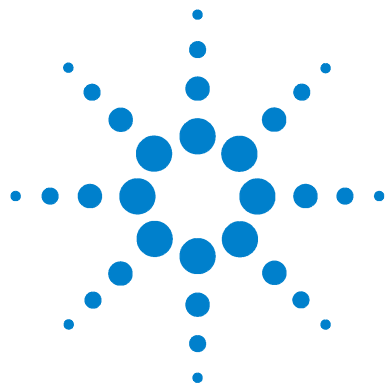
- 3 完了するまで再解析を追跡します。

- a シーケンス `exer3seqiii` を選択します。
b [シーケンスオプション] タブをクリックします。



再解析が完了すると、「再解析完了」というメッセージが [シーケンスオプション] パネルに表示されます。





上級エクササイズ #4a シーケンスを実行して、マルチレ ベルキャリブレーションで化合物 を定量する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- マルチレベルの総キャリブレーション、ESTD 定量、および可変化合物アmountに対して設定されたメソッドを使用して、シーケンスを作成する。
- 各サンプルまたは各標準に新しい情報を入力する。
- 分析中にシーケンスを編集する。
- 結果をレビューして、マルチレベルの総キャリブレーションプロセスを表示する。
- 初期の定量シングル注入レポートやシーケンスレポートを表示する。

このエクササイズでは、次のいずれかのメソッドを使用します。

- defexer4iii のコピー。これは、システムに付属するデフォルトメソッドからコピーされた装置メソッドです。
- exer4iii。これは、133 ページの「上級エクササイズ #5 シーケンスにマルチレベルキャリブレーションメソッドを設定する」で作成したメソッドです。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。



上級エクササイズ #4a シーケンスを実行して、マルチレベルキャリブレーションで化合物を定量する

作業を始める前に

11 ページの「ルーチンサンプルの分析」を読んでおいてください。

装置を平衡化します。15 ページの「基本エクササイズ #1a 装置を平衡化する」を参照してください。

タスク 1: 新しいシーケンスを作成し、サンプルとシーケンスの情報を入力する

ステップ	詳しい手順
<p>1 新しいシーケンスを作成します。</p> <p>シーケンスに <code>exer4seqiii</code> という名前を付けます。 <code>iii</code> にはユーザーのイニシャルを入力します。</p> <p>次のいずれかのメソッドを使用します。</p> <ul style="list-style-type: none">• <code>defexer4iii</code>• <code>exer4iii</code> (「メソッドの設定」のエクササイズ 4 で作成)	<ul style="list-style-type: none">• 詳しい手順については、35 ページの「タスク 1: 新しいシーケンスを作成する」を参照してください。 <p>新規作成したシーケンスには、リビジョン番号として 1 が設定されます。</p>
<p>2 サンプルのアマウントと変数に値を入力します。</p> <p>最初の <code>Sample1_2</code> に、次の値を入力します。</p> <ul style="list-style-type: none">• サンプルアマウント - 2.5mg• 希釈率 - 2• 純度 - .93	<ul style="list-style-type: none">a [現在のビュー] リストから [装置] を選択します。b 装置フォルダを展開します。c [<code>exer4seqiii</code>] を選択します。d シーケンステーブルの最初の <code>sample1_2</code> を選択します。e [アマウント] タブをクリックします。f [サンプルアマウント] に 2.5 を入力します。g [希釈率] 値を 2 に変更します。h [純度] 値を .93 に変更します。

上級エクササイズ #4a シーケンスを実行して、マルチレベルキャリブレーションで化合物を定量する

ステップ

詳しい手順

3 化合物アマウントを入力します。

サンプルの化合物を定量するには、標準の化合物アマウントを使用することを選択します。

フタル酸ジメチルの 2 番目のキャリブレーション標準セットに、次の化合物アマウントを入力します。

- Cal1 - 10.17 µg
- Cal2 - 37.62 µg

- [シーケンステーブル] タブをクリックし、2 番目の標準セットから [Cal1] を選択します。
- 化合物アマウントに 10.17 を入力します。
- 2 番目の標準セットから [Cal2] を選択します。
- 化合物アマウントに 37.62 を入力します。

	サンプル名	サンプル形式	キャリブレーションレベル	ユーザー定義サンプルグループ	バイアル番号	注入数	注入量 [µl]
4	sample 1_4	サンプル			9	1	メソッドと同一
5	Cal1	キャリブレーション	1		9	1	メソッドと同一
6	Cal2	キャリブレーション	2		2	1	メソッドと同一
7	sample 1_2	サンプル			5	1	メソッドと同一
8	sample 1_4	サンプル			9	1	メソッドと同一
9	Cal1	キャリブレーション	1		9	1	メソッドと同一
10	Cal2	キャリブレーション	2		2	1	メソッドと同一
11							

分析	アマウント	同定	説明
サンプル名	Ca2		
サンプル形式	キャリブレーション用の標準サンプル		
ユーザー定義サンプルグループ	新規		
サンプル変数	サンプルアマウント: 0 サンプルアマウント: me/ml Multiplier: 1 Dilution: 5		
化合物アマウント	使用	名前	アマウント
	<input checked="" type="checkbox"/>	dimethylphth	39.75
	<input checked="" type="checkbox"/>	biphenyl	60
	<input type="checkbox"/>	diethylphtha	0

4 分析で実行するタスクを入力します。

定量、レポート、オンライン編集を許可

- 作成したシーケンスを選択します。
- [シーケンスオプション] タブをクリックします。
- 実行するタスクに対して、[定量] と [レポート] チェックボックスがオンになっていることを確認します。
- [オンライン編集を許可] チェックボックスをオンにします。


シーケンス	同定	説明	レポート出力先
シーケンス名	exer4seqdec		
装置	Inst-1		
シーケンスプレート			
適用			
分析に使用	優先度: 中 スケジュール: 準備完了		
キャリブレーションモード	シングル更新キャリブレーション		
実行するタスク	<input checked="" type="checkbox"/> 取込	<input checked="" type="checkbox"/> 定量	
	<input checked="" type="checkbox"/> 積分	<input checked="" type="checkbox"/> レポート	
	<input checked="" type="checkbox"/> オンライン編集を許可		
シーケンス作成者			

5 レポートの出力先パスを入力します。ただし、印刷はされません。

「Exercise4iii」と入力します。
iii にはユーザーのイニシャルを入力します。


- 手順の詳細は、ページ 37 のステップ 3 を参照してください。

上級エクササイズ #4a シーケンスを実行して、マルチレベルキャリブレーションで化合物を定量する

ステップ	詳しい手順
6 シーケンスを保存します。	<ul style="list-style-type: none"><li data-bbox="534 284 1286 354">• [標準] ツールバーで、 をクリックします。必要に応じて、変更理由とパスワードを入力します。 <p data-bbox="562 378 1272 440">シーケンスの保存が終了すると、リビジョン番号が 1 つ増えます。ここでは、リビジョン番号が 2 に設定されます。</p>

タスク 2: 分析中にシーケンスを編集する

ステップ	詳しい手順
1 装置の準備ができたら、シーケンスを実行します。	<p>詳しい手順については、38 ページの「タスク 3: シーケンスを実行して追跡する。」のステップ 1 と 2 を参照してください。</p> <p>シーケンスが装置フォルダの下に表示されなくなります。</p> <p>シーケンスの分析が終了すると、リビジョン番号が 1 つ増えます。ここでは、リビジョン番号が 3 に設定されます。</p>

2 分析中にシーケンスを編集します。	<p>a 選択ツリーで装置を選択します。</p> <p>b 装置のワークスペースで、[作業リスト] タブをクリックします。</p> <p>c シーケンスを選択します。</p> <p>d 最初の標準の分析で最後のピークが出終わったら、ツールバーの  をクリックします。</p> <p>作業リストのシーケンスに「編集を準備中」と表示されます。サンプル分析が完了すると、シーケンスは停止し、「編集可」と表示されます。</p>
--------------------	--

最初の標準の分析で最後のピークが出終わったら、シーケンスで最初の Sample1_4 をすぐに定量するように選択します。

装置パネル		作業リスト						
	名前	ステータス	タイプ	メソッド	優先度	バイアル番号	注入回数	説明
1	exer4seqdec	編集を準備中 (1/1)	シーケンス	exer4seqdec	bUU	N/A	N/A	

装置パネル		作業リスト						
	名前	ステータス	タイプ	メソッド	優先度	バイアル番号	注入回数	説明
1	exer4seqdec	編集可	シーケンス	exer4seqdec	bUU	N/A	N/A	

- e 装置フォルダを展開します。シーケンスが再び表示されます。シーケンスが表示されない場合、[クエリーのやり直し] ボタンか F5 キーをクリックします。
- f シーケンスを選択し、シーケンステーブルから最初の Sample1_4 を選択します。
- g [すぐに定量] セルをダブルクリックします。
- h [はい] をダブルクリックします。
- i シーケンスを保存し、分析します。
シーケンスを保存すると、リビジョン番号が 4 に設定されます。シーケンスを実行すると、リビジョン番号が 5 に設定されます。
- j 装置を選択し、[作業リスト] タブをクリックします。シーケンスは 2 番目の標準から開始しています。

装置パネル		作業リスト						
	名前	ステータス	タイプ	メソッド	優先度	バイアル番号	注入回数	説明
1	exer4seqdec	分析中 (2/1)	シーケンス	exer4seqdec	bUU	N/A	N/A	

タスク 3: キャリブレーション結果をレビューする

ステップ

詳しい手順

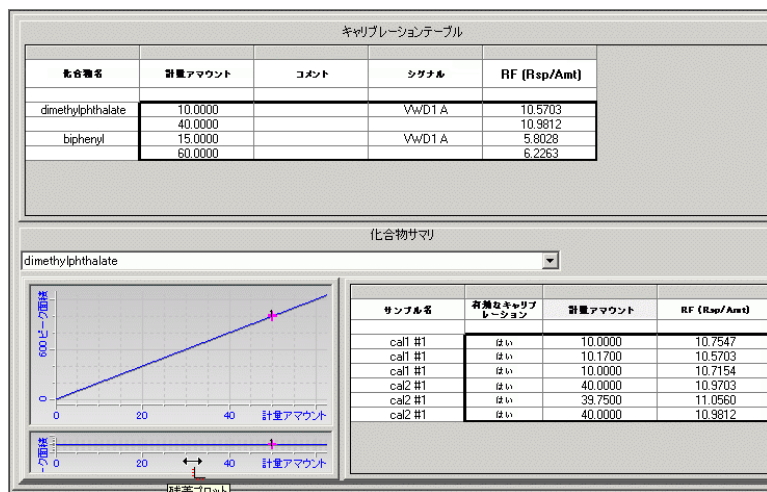
1 キャリブレーションのテーブルと検量線をレビューします。

8 日より前に分析したサンプルの場合は、データベースから古い結果を取得できるように、クエリーを変更する必要があります。オンライン *How To* ヘルプの「クエリーの定義」を参照してください。

結果ビューでシーケンス結果を最初に表示したとき、リビジョン番号が過去の保存回数と分析回数の合計と等しくなっていることに注意してください。このエクササイズでは、シーケンス結果のリビジョン番号は 5 になっています。

シーケンスとキャリブレーションのリビジョンについては、『*コンセプトガイド*』の第 3 章「サンプル分析」を参照してください。

- a [現在のビュー] から [結果] を選択します。
- b [クエリー] リストから [AllSeqNotApprovedRunLast7Days] を選択します。
- c **exer4seqiii** フォルダを展開します。
キャリブレーションとシングル注入の結果を含むフォルダが表示されます。
- d **キャリブレーション - exer4seqiii Calib Rev 5** フォルダからいずれか 1 つを選択します。
キャリブレーションテーブルと検量線がワークスペースに表示されます。



- e 総キャリブレーションで標準を使用したサンプルの定量が、エクササイズ 3a で行ったシングルレベルのキャリブレーションと比較されて示されます。この内容を確認します。

上級エクササイズ #4a シーケンスを実行して、マルチレベルキャリブレーションで化合物を定量する

ステップ

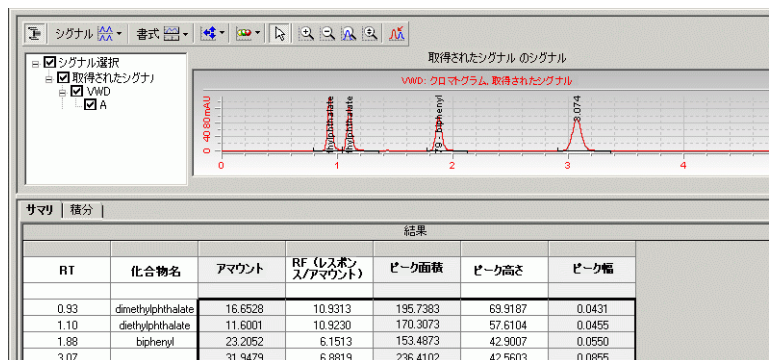
詳しい手順

2 両方の Sample1_2 の注入に対して、シングル注入の結果をレビューします。

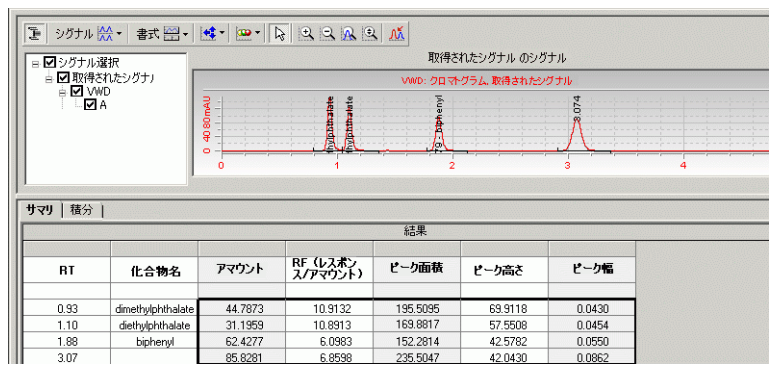
アマウントが最初の Sample1_2 と異なっていることを確認します。

アマウントは、サンプルに含まれる化合物アマウントです。このエクササイズの値は、注入の化合物アマウントと、希釈率ファクタおよび純度値を掛け合わせた結果を表しています。このサンプルを入力したときに、これらの値は変更されています。

- a [キャリブレーション] フォルダのいずれか 1 つを展開します。
- b [サンプル] フォルダを展開します。
- c 最初の sample1_2 フォルダを展開します。
- d シングル注入を選択します。
- e [アマウント] 列の値を確認します。



- f 2 番目の sample1_2 フォルダを展開します。
- g シングル注入を選択します。
- h 最初の Sample1_2 と 2 番目の Sample1_2 のアマウントを比較します。



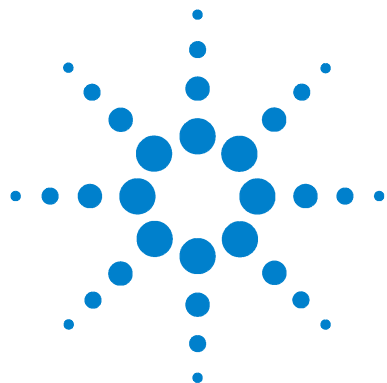
タスク 4: レポートをレビューする

ステップ	詳しい手順
<p>1 最初の Sample1_2 と Sample1_4 に対して、2つのシングル注入レポートをレビューします。</p> <p>2 番目の各サンプルセットにはフォルダが1つしかないことを確認します。これは、各サンプルセットに対する [すぐに定量] が有効になっていないからです。</p>	<p>a [スタート] → [プログラム] → [Agilent Certity] → [レポートビューア] の順に選択します。</p> <p>b [ファイル] → [開く] を選択するか、[開く] ボタンをクリックします。</p> <p>c Exercise4iii フォルダを展開します。</p> <p>d 003 Multi-Injection Summary Group フォルダと 01 Sample single injection フォルダを展開します。</p> <p>e [default.htm] をダブルクリックします。 化合物アmountを確認します。</p> <p>f 003 Multi-Injection Summary Group 0001 フォルダと 01 Sample single injection フォルダを展開します。</p> <p>g [default.htm] をダブルクリックします。 化合物アmountを確認します。</p> <p>h 004 Multi-Injection Summary Group フォルダに対して、ステップ d ~ g を繰り返します。</p>
<p>2 シーケンスレポートで最初の Sample1_2 のサンプルアmountを表示します。</p>	<p>a [開く] ボタンをクリックし、Exercise4iii フォルダを展開します。</p> <p>b [シーケンス] フォルダを展開し、[default.htm] をダブルクリックします。</p>

シーケンスサンプル

	名前	位置	変更注入量	アmount	単位	キャリブレーションレベル
1	cal1	9	(メソッドとして)	0.0000	mg/ml	1
2	cal2	2	(メソッドとして)	0.0000	mg/ml	2
3	sample 1_2	5	(メソッドとして)	0.0000	mg/ml	1
4	sample 1_4	9	(メソッドとして)	0.0000	mg/ml	1
5	cal1	9	(メソッドとして)	0.0000	mg/ml	1
6	cal2	2	(メソッドとして)	0.0000	mg/ml	2
7	sample 1_2	5	(メソッドとして)	0.0000	mg/ml	1
8	sample 1_4	9	(メソッドとして)	0.0000	mg/ml	1
9	cal1	9	(メソッドとして)	0.0000	mg/ml	1
10	cal2	2	(メソッドとして)	0.0000	mg/ml	2

上級エクササイズ #4a シーケンスを実行して、マルチレベルキャリブレーションで化合物を定量する



上級エクササイズ #4b メソッドのサンプル変数を変更し、 再解析する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- メソッドの積分設定を変更する。
- キャリブレーションポイントを削除する。
- シーケンスを変更して、処理後にサンプルがすぐに定量されないようにする。
- 最新リビジョンのメソッドでシーケンスを再解析する。
- メソッドに新しいサンプル変数を追加する。
- 新しい変数を追加した後でシーケンスを再解析する。
- レポートを再生成する。

エクササイズ 4a で生成したデータを使用します。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。

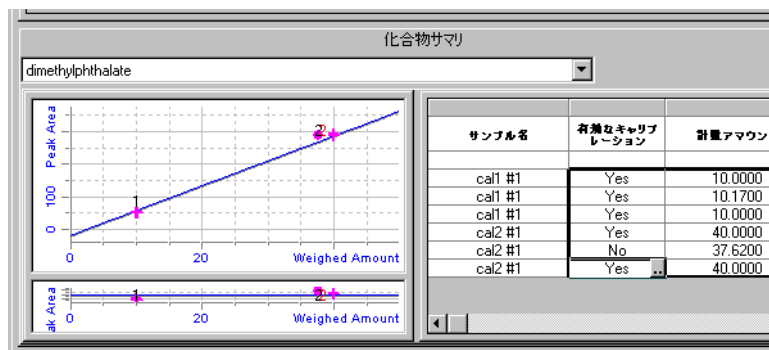
作業を始める前に

11 ページの「ルーチンサンプルの分析」を読んでおいてください。



タスク 1: メソッドと結果を更新する

ステップ	詳しい手順
<p>1 メソッドの積分設定を変更します。</p> <p>高さリジェクトに 0 を設定します。</p> <p>defexer4iii メソッドのコピーを使用している場合は、誰もそれを変更していないこと、古いリビジョンであることを確認します。変更されている場合は、デフォルトメソッドの別のコピーを作成します。5 ページの「はじめに」を参照してください。</p>	<p>a [現在のビュー] から [メソッド] を選択します。</p> <p>b exer4iii フォルダを展開します。</p> <p>c [データ解析] フォルダを展開します。</p> <p>d [積分] を選択します。</p> <p>e [高さリジェクト] セルをクリックし、0 を入力します。</p> <p>f メソッドを保存します。</p>
<p>2 フタル酸ジメチルの 2 番目の Cal2 キャリブレーションポイントを削除します。</p>	<p>a [現在のビュー] から [結果] を選択します。</p> <p>b exer4seq iii フォルダを展開します。</p> <p>c キャリブレーション - Exer4iii フォルダを選択します。</p> <p>d 2 番目の Cal2 キャリブレーションのキャリブレーションセルをクリックします。</p> <p>e [...] ボタンをクリックし、キャリブレーションセルをダブルクリックして [はい] から [いいえ] に変更します。</p>



上級エクササイズ #4b メソッドのサンプル変数を変更し、再解析する

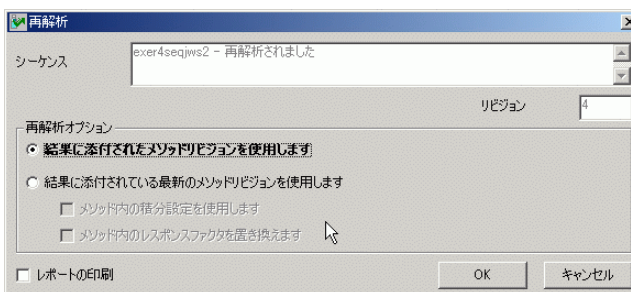
ステップ	詳しい手順
------	-------

- 3 シーケンスを変更して、処理中にサンプルがすぐに定量されないようにします。**
- exer4seqiii シーケンスを選択します。
 - シーケンステーブルで、最初の Sample1_2 の [すぐに定量] セルをダブルクリックします。
 - [いいえ] をダブルクリックします。
 - 最初の Sample1_4 については、ステップ b～c を繰り返します。
 - 変更された結果を保存します。
- リビジョン番号が 1 つ増えていることに注意してください

Sequence Table		Sequence Options				
	サンプル名	サンプル形式	キャリブレーションレベル	すぐに定量	ユーザー定義サンプルグループ	バイアル番号
1	cal1	キャリブレーション	1	いいえ		2
2	cal2	キャリブレーション	2	いいえ		3
3	sample 1_2	サンプル		いいえ		5
4	sample 1_4	サンプル		いいえ		9
5	cal1	キャリブレーション	1	いいえ		2

タスク 2: 結果を再解析してレビューする

ステップ	詳しい手順
<p>1 最新リビジョンのメソッドでシーケンスを再解析します。</p> <ul style="list-style-type: none"> メソッドの積分設定を使用します。 レポートの印刷（再生成）を設定します。 	<p>a exer4seq<i>iii</i> シーケンスを選択します。</p> <p>b [アクション] → [再解析] を選択します。</p> <p>c [結果に添付されている最新のメソッドリビジョンを使用します] を選択します。</p> <p>d [メソッド内の積分設定を使用します] チェックボックスをオンにします。</p> <p>e [レポートの印刷] チェックボックスをオンにします。</p> <p>f [OK] をクリックします。</p> <p>g 再解析を正しく利用するには、[シーケンスオプション] タブをクリックします。</p>



<p>2 積分変更が再解析結果に表示されていることを確認します。</p> <p>クロマトグラム例が原因でキャリブレーション標準クロマトグラムが表示されない場合は、[レイアウト] ボタンをクリックして、[クロマトグラム例の表示] チェックボックスをオフにします。</p>	<p>a 2 番目のキャリブレーション - Exer4<i>iii</i> フォルダを展開します。</p> <p>b [キャリブレーション] フォルダと Cal1 フォルダを展開します。</p> <p>c Cal1 #1 を選択します。</p> <p>1 つ以上のピークが積分されて、結果テーブルに表示されます。</p>
---	--

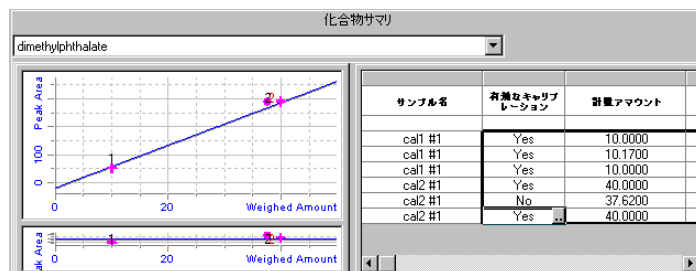
上級エクササイズ #4b メソッドのサンプル変数を変更し、再解析する

ステップ

詳しい手順

- 3 キャリブレーションサマリを確認します。

- 2 番目のキャリブレーション - Exer4iii フォルダを選択します。再解析前に削除したキャリブレーションポイントが表示されなくなります。



- 4 最初のサンプルセットのレポートをレビューして、各サンプルがすべてのキャリブレーション標準で定量されたことを確認します。

- [スタート] → [プログラム] → [Agilent Cernity] → [レポートビューア] の順に選択します。
- [ファイル] → [開く] を選択します。
- Exercise4iii-0001 を展開します。

すべてのサンプルに対してレポートが 1 つしかないことを確認します。初回の処理では、最初の Sample1_2 と Sample1_4 にレポートが 2 つありました。

タスク 3: メソッドに新しいサンプル変数を追加して再解析する

ステップ	詳しい手順
<p>1 メソッドに新しい変数を追加します。</p> <p>デフォルト値 3 を持つ「アッテネーションファクタ」と呼ばれる除数を追加します。</p>	<p>a [現在のビュー] リストから [メソッド] を選択します。</p> <p>b 最新リビジョンの <code>exer4iii</code> を展開します。</p> <p>c [サンプル変数] を選択します。</p> <p>d [システム定義のサンプル変数] テーブルの除数セルに「attenuation factor」と入力します。</p> <p>e デフォルト値の 3 を入力します。</p> <p>f メソッドを保存します。</p>
<p>2 編集したメソッドでシーケンスを再解析する。</p> <ul style="list-style-type: none"> 最初の <code>Sample1_2</code> のアッテネーションファクタに新しい値 7 を入力します。 レポートの印刷（再生成）を設定します。 	<p>a [現在のビュー] リストから [結果] を選択します。</p> <p>b [<code>exer4seqiii</code>] を選択します。</p> <p>c [アクション] → [新しいサンプルエントリフィールドに対する再解析のセットアップ] を選択します。</p>

最新のメソッドリビジョン内の新しいサンプルエントリフィールドについて再解析をセットアップします

シーケンス `exer4seqjws2 - 再解析されました`

リビジョン

[OK] をクリックした後:

- 結果の新しいリビジョンが選択ツリーに表示されます。
- メソッドの最新リビジョンがこの結果に添付されます。
- 現在のメソッドリビジョンに追加された新しいサンプルフィールドが [サンプルエントリ] パネルに表示されます。

OK キャンセル

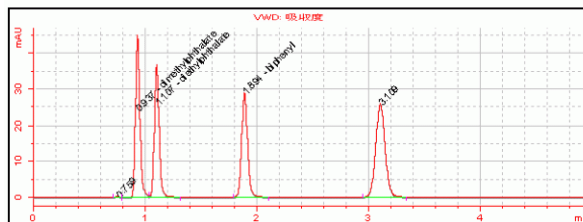
	<p>d [OK] をクリックします。</p> <p>新しい [サンプルエントリ] パネルが表示されます。</p> <p>e [アマウント] タブをクリックし、アッテネーションファクタとして 7 を入力します。</p> <p>f [アクション] → [再解析] を選択します。</p> <p>g [結果に添付されたメソッドリビジョンを使用します] を選択します。</p> <p>h [レポートの印刷] チェックボックスをオンにします。</p> <p>i [OK] をクリックします。</p>
--	---

上級エクササイズ #4b メソッドのサンプル変数を変更し、再解析する

ステップ

詳しい手順

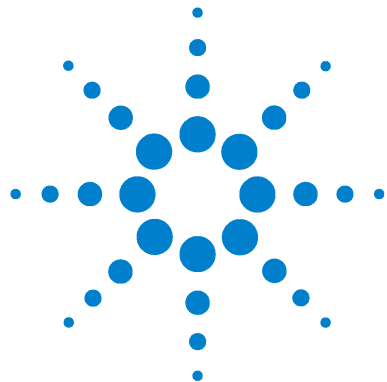
- 3** 最初の Sample1_2 のレポートを見つけてみます。
再解析後では定量値が異なることを確認します。計算では「アッテネーションファクタ」が使用されています。
- a** [スタート] → [プログラム] → [Agilent Cericity] → [レポートビューア] の順に選択します。
b [ファイル] → [開く] を選択します。
c Exercise4iii-0002 を展開します。
d 003Multi-Injection Summary フォルダを展開します。
e 01Sample Single Injection フォルダを展開します。
f [Default.htm] をダブルクリックします。
- レポートが表示されて、Sample1_2 の新しいアマウント値が示されます。



サンプルのシングル注入化合物

RT	化合物名	ピーク面積	アマウント	単位	レスポンスファクタ	テーリングファクタ
0.76	N/A	0.8370	0.4500	N/A	0.2471	N/A
0.94	dimethylphthalate	124.1833	2.4779	μg	6.6582	N/A
1.11	diethylphthalate	109.6416	1.7791	N/A	6.5501	N/A
1.89	biphenyl	16.8904	3.7001	μg	3.8380	N/A
3.11	N/A	150533	4.5837	N/A	4.4436	N/A

上級エクササイズ #4b メソッドのサンプル変数を変更し、再解析する



上級エクササイズ #5a シーケンスを分析して不純物を 定量する

このエクササイズには、マルチレベルキャリブレーション、ブラケットキャリブレーション、ISTD 定量、および可変化合物ア_MOUNTを含め設定されたメソッドで、シーケンス分析の結果やレポートをレビューする方法を学習するためのタスクが記載されています。ここでは、次の内容を学習します。

- 総キャリブレーションの結果を認識する。
- メソッドのレビューレイアウトで選択されたシステムスタビリティ計算を見つける。
- メソッドに設定されたカスタム計算を見つける。
- レポートテンプレートで設定された計算のレポートをレビューする。

このエクササイズでは、次のいずれかのメソッドを使用します。

- システムに付属しているデフォルトメソッド defexer5 からコピーした装置メソッド。
- 147 ページの「上級エクササイズ #6 シーケンスを使用して不純物を定量するメソッドを設定する」で作成したメソッド。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。

作業を始める前に

11 ページの「ルーチンサンプルの分析」を読んでおいてください。



上級エクササイズ #5a シーケンスを分析して不純物を 定量する

装置を平衡化します。15 ページの「基本エクササイズ #1a 装置を平衡化する」を参照してください。

タスク 1: シーケンスを設定して分析する

ステップ	詳しい手順
<p>1 新しいシーケンスを作成します。 シーケンスに <code>exer5seqiii</code> という名前を付けます。<code>iii</code> にはユーザーのイニシャルを入力します。 次のいずれかのメソッドを使用します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • <code>defexer5</code> • <code>exer5iii</code> (「メソッドの設定」のエクササイズ 5 で作成) 	<ul style="list-style-type: none"> • 詳しい手順については、35 ページの「タスク 1: 新しいシーケンスを作成する」を参照してください。
<p>2 定量とレポートが選択されていることを確認します。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 詳しい手順については、36 ページの「タスク 2: サンプル情報とシーケンス情報を入力する。」のステップ 2 を参照してください。
<p>3 レポートの出力先パスを入力し、シーケンスを保存します。ただし、レポートは印刷されません。 「Exercise5<i>iii</i>」と入力します。 <i>iii</i> にはユーザーのイニシャルを入力します。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 詳しい手順については、36 ページの「タスク 2: サンプル情報とシーケンス情報を入力する。」のステップ 3 を参照してください。
<p>4 シーケンスを実行して追跡します。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 詳しい手順については、38 ページの「タスク 3: シーケンスを実行して追跡する。」を参照してください。

タスク 2: 結果とレポートをレビューする

ステップ	詳しい手順																																										
<p>1 フタル酸ジメチルのレスポンスファクタに関して、最初のブラケットサンプルセットと 2 番目のブラケットサンプルセットを比較します。</p> <p>ヒント：RF が見つからない場合は、[化合物サマリ] パネルの下部をクリックして、スクロールバーを表示します。</p> <p>最初のブラケットサンプルセットの 2 番目の Cal1 と Cal2 の RF が、2 番目のブラケットサンプルセットの最初の Cal1 と Cal2 の RF と同じであることを確認してください。</p>	<p>a [現在のビュー] から [結果] を選択します。</p> <p>b [クエリー] リストから [AllSeqNotApprovedRunLast7Days] を選択します。</p> <p>c exer3seq_iii フォルダを展開します。</p> <p>d 2 番目のキャリブレーション - exer3seq_iii フォルダを選択します。最初のキャリブレーションフォルダにはブランク分析が含まれています。</p> <p>e RF が見つからない場合は、スクロールして見つけます。</p> <p>f 3 番目のキャリブレーション - exer5seq_iii フォルダを選択します。</p> <p>g RF が見つからない場合は、スクロールして見つけます。</p> <p>h RF を比較します。</p>																																										
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>サンプル名</th> <th>計量アmount</th> <th>RF (Rsp/Amt)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>cal1 #1</td> <td>10.0000</td> <td>1.7832</td> </tr> <tr> <td>cal1 #1</td> <td>10.0000</td> <td>1.7784</td> </tr> <tr> <td>cal2 #1</td> <td>40.0000</td> <td>1.7247</td> </tr> <tr> <td>cal2 #1</td> <td>40.0000</td> <td>1.7271</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1"> <thead> <tr> <th>計量アmount</th> <th>RF (Rsp/Amt)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>10.0000</td> <td>1.7784</td> </tr> <tr> <td>10.0000</td> <td>1.7727</td> </tr> <tr> <td>40.0000</td> <td>1.7271</td> </tr> <tr> <td>40.0000</td> <td>1.7248</td> </tr> </tbody> </table>	サンプル名	計量アmount	RF (Rsp/Amt)	cal1 #1	10.0000	1.7832	cal1 #1	10.0000	1.7784	cal2 #1	40.0000	1.7247	cal2 #1	40.0000	1.7271	計量アmount	RF (Rsp/Amt)	10.0000	1.7784	10.0000	1.7727	40.0000	1.7271	40.0000	1.7248																	
サンプル名	計量アmount	RF (Rsp/Amt)																																									
cal1 #1	10.0000	1.7832																																									
cal1 #1	10.0000	1.7784																																									
cal2 #1	40.0000	1.7247																																									
cal2 #1	40.0000	1.7271																																									
計量アmount	RF (Rsp/Amt)																																										
10.0000	1.7784																																										
10.0000	1.7727																																										
40.0000	1.7271																																										
40.0000	1.7248																																										
<p>2 2 番目のキャリブレーションフォルダにある Cal1 #1 のシステムスタビリティ計算をレビューします。</p> <p>カスタム計算としてメソッドに設定された設定不純物の平均パーセント計算と非設定不純物の平均パーセント計算の値を確認します。</p>	<p>a 2 番目のキャリブレーション - exer3seq_iii Calib フォルダを展開します。</p> <p>b キャリブレーションフォルダを展開します。</p> <p>c Cal1 フォルダを展開します。</p> <p>d Cal1 #1 を選択します。</p> <p>e システムスタビリティ計算の結果テーブルをレビューします。必要な場合は、結果テーブルの下部をクリックしてスクロールバーを表示します。</p>																																										
	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="6">結果</th> </tr> <tr> <th>RT</th> <th>化合物名</th> <th>ピーク幅</th> <th>テーリングファクタ</th> <th>シグナル対ノイズ</th> <th>ピーク分解能 USP</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.34</td> <td>dimethylchloralate</td> <td>0.0424</td> <td>1.144</td> <td>97.300</td> <td>N/A</td> </tr> <tr> <td>1.11</td> <td>diethylchloralate</td> <td>0.0443</td> <td>1.050</td> <td>79.413</td> <td>2.303</td> </tr> <tr> <td>1.89</td> <td>biphenyl</td> <td>0.0560</td> <td>0.887</td> <td>1041.299</td> <td>9.108</td> </tr> <tr> <td>3.10</td> <td></td> <td>0.0905</td> <td>0.666</td> <td>607.791</td> <td>9.690</td> </tr> </tbody> </table> <table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">サマリ結果</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Percent Specified Impurity:</td> <td>13.42</td> </tr> <tr> <td>Percent Unspecified Impurity:</td> <td>37.91</td> </tr> </tbody> </table>	結果						RT	化合物名	ピーク幅	テーリングファクタ	シグナル対ノイズ	ピーク分解能 USP	0.34	dimethylchloralate	0.0424	1.144	97.300	N/A	1.11	diethylchloralate	0.0443	1.050	79.413	2.303	1.89	biphenyl	0.0560	0.887	1041.299	9.108	3.10		0.0905	0.666	607.791	9.690	サマリ結果		Percent Specified Impurity:	13.42	Percent Unspecified Impurity:	37.91
結果																																											
RT	化合物名	ピーク幅	テーリングファクタ	シグナル対ノイズ	ピーク分解能 USP																																						
0.34	dimethylchloralate	0.0424	1.144	97.300	N/A																																						
1.11	diethylchloralate	0.0443	1.050	79.413	2.303																																						
1.89	biphenyl	0.0560	0.887	1041.299	9.108																																						
3.10		0.0905	0.666	607.791	9.690																																						
サマリ結果																																											
Percent Specified Impurity:	13.42																																										
Percent Unspecified Impurity:	37.91																																										

上級エクササイズ #5a シーケンスを分析して不純物を 定量する

ステップ	詳しい手順
3 最初の Sample1_2 とサンプルグループの不純物の平均パーセントをレビューします。 不純物のパーセント値がリミット値を超えています。	a 2 番目のキャリブレーション - <code>exer3seq_iii</code> フォルダを展開します。 b サンプルフォルダを展開します。 c <code>Sample1_2</code> フォルダを選択します。 両方の注入に対して、設定不純物の平均パーセント値と非設定不純物の平均パーセント値が表示されます。

結果テーブル	
化合物名	注入番号
dimethylphthalate	1
	2
diethylphthalate	1
	2
biphenyl	1
	2
同定されていないピーク	1
	2

サマリ結果	
Avg Percent Specified :	13.65
Avg Percent Unspecified :	37.80

- d** [**グループの結果**] フォルダを展開します。
e [**サンプル**] を選択します。
 サンプル全体に対する不純物の平均パーセント値、およびこれらの不純物に対するリミット値チェックの結果が表示されます。

サマリ結果	
Avg % S All Samples :	13.73
Avg % S All Samples Limit Check :	不合格
Avg % U All Samples :	37.72
Avg % U All Samples Limit Check :	不合格

上級エクササイズ #5a シーケンスを分析して不純物を定量する

ステップ	詳しい手順
4 最初の Sample1_2 のサンプルシングル注入レポートとサンプルグループのレポートをレビューします。	<p>a [スタート] → [プログラム] → [Agilent Cerity] → [レポートビューア] の順に選択します。</p> <p>b [ファイル] → [開く] を選択します。</p> <p>c Exercise5_iii を展開します。</p> <p>d 003Multi-InjectionSummary を展開します。</p> <p>e 01Sample Single Injection を展開し、[default.htm] をダブルクリックします。</p> <p>メソッドに設定されたテーブルのシステムスタビリティの計算値を確認します。</p>

リテンションタイム	化合物名	アmount	レスポンスファクタ	テーリングファクタ	ピーク分解能 USP	シグナル対ノイズ
0.93	dimethylphthalate	24.8892	1.178	1.178	N/A	237.192
1.10	diethylphthalate	17.5561	1.135	1.135	2.308	194.383
1.89	biphenyl	37.5000	1.090	1.090	9.129	2554.088
3.11	N/A	0.0741	1.043	1.043	9.713	1489.322

- f Exercise5_iii を展開します。
- g [サンプルグループ] を展開し、[default.htm] を選択します。
- カスタム計算に設定された不純物のパーセント計算とリミット値、およびメソッドのレポートテンプレートを確認します。

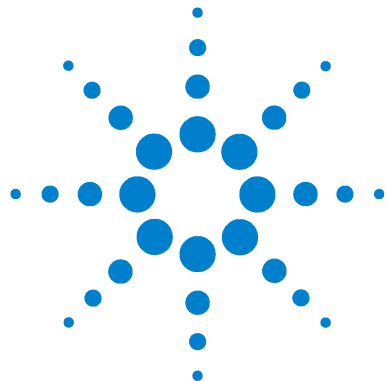
Avg % S All Sample	13.73
Avg % U All Sample	37.72

サンプルグループ限界結果

#	サンプル名	化合物	限界(化合物)	限界(サンプル)
1	sample 1_2	dimethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
2	sample 1_4	dimethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
3	sample 1_2	dimethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
4	sample 1_4	dimethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
1	sample 1_2	dimethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
2	sample 1_4	dimethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
3	sample 1_2	dimethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
4	sample 1_4	dimethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
1	sample 1_2	biphenyl	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
2	sample 1_4	biphenyl	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
3	sample 1_2	biphenyl	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
4	sample 1_4	biphenyl	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX

Avg % S All Sample 限界チェック: 不合格

Avg % U All Sample 限界チェック: 不合格



上級エクササイズ #5b 別のメソッドを使用して再解析する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- キャリブレーション済みの新しい化合物に別のメソッドを設定する。
- 別のメソッドに対する再解析を設定する。
- 別のメソッドでシーケンスを再解析する。

エクササイズ 5a で生成したデータを使用します。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。

作業を始める前に

11 ページの「ルーチンサンプルの分析」を読んでおいてください。



タスク 1: 別のメソッドを設定する

ステップ	詳しい手順
<p>1 exer5iii をコピーし、exer5iii2 という名前に変更します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • または、defexer5 をコピーします。 • または、defexer5iii2 を使用して再解析します。 	<p>a [ファイル] → [新規作成] → [メソッド] の順に選択します。</p> <p>b メソッドウィザードの [参照] ボタンをクリックします。</p> <p>c [exer5iii] を選択します。</p> <p>d [新しいメソッドの名前:] に「exer5iii2」と入力し、[次へ] をクリックします。</p> <p>e [新しいメソッドのレビュー] パネルが表示されるまで [次へ] をクリックします。</p> <p>f [完了] をクリックし、[保存] をクリックします。</p>
<p>2 キャリブレーション済み化合物としてフタル酸ジエチルを追加します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • Cal Level 1 - 8 μg • Cal Level 2 - 32 μg • この化合物の ISTD としてビフェニルを設定します。 	<p>a exer5iii2 フォルダを展開します。</p> <p>b [データ解析] フォルダを展開します。</p> <p>c [キャリブレーション] を選択します。</p> <p>d キャリブレーションテーブルを右クリックし、[化合物の挿入] を選択します。</p> <p>e フタル酸ジエチルを選択して、> をクリックし、さらに [OK] をクリックします。</p> <p>f キャリブレーションテーブルで、フタル酸ジエチルを選択します。</p> <p>g Level 1 の [デフォルトのアマウントを使用] セルをクリックし、[...] をクリックします。</p> <p>h [+] 符号を選択し、[計量アマウント] セルと [単位] セルに「8 μg」と入力します。</p> <p>i Level 2 と 32 μg に対して、ステップ g ~ h を繰り返します。</p> <p>j [定量] を選択します。</p> <p>k フタル酸ジエチルを選択します。</p> <p>l [ISTD 化合物を使用] チェックボックスをオンにし、ビフェニルを選択します。</p> <p>m メソッドを保存します。</p>

タスク 2: シーケンス結果を再解析する

ステップ

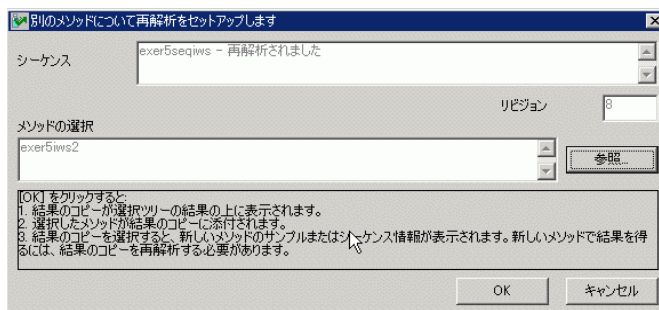
詳しい手順

1 別のメソッドに対する再解析を設定します。

exer5iii2 または defexer5iii2 を選択します。

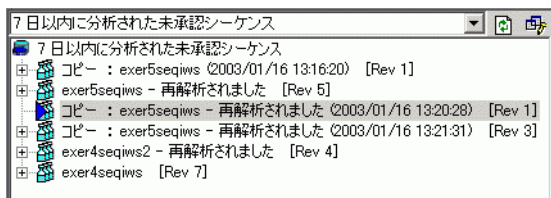
正しい再解析オプションを選択するためのチャートについては、『コンセプトガイド』の第 3 章「サンプル分析」を参照してください。

- a [現在のビュー] から [結果] を選択します。
- b [クエリー] リストから [MySeqNotApprovedRunLast7days] を選択します。
- c exer5seqiii フォルダを選択します。
- d [アクション] → [別のメソッドに対する再解析のセットアップ] を選択します。



- e [参照] をクリックし、[exer5iii2] を選択し、[OK] をクリックします。
- f [OK] をクリックし、[保存] をクリックします。

シーケンスのコピーが選択ツリーに表示され、再解析の準備が完了します。このシーケンスのコピーは新しいメソッドに対応付けられていますが、再解析されるまでは下位フォルダを持ちません。



上級エクササイズ #5b 別のメソッドを使用して再解析する

ステップ	詳しい手順
<p>2 すべてのキャリブレーション標準に対して、キャリブレーション済みの新しい化合物 (フタル酸ジエチル) にアマウントを入力します。</p> <p>Level 1 - 8 Level 2 - 32</p>	<p>a このコピーを選択します。日付と時刻に注意してください。</p> <p>b シーケンスワークスペースの [サンプルエントリ] パネルで [アマウント] タブをクリックします。</p> <p>c すべての Level 1 標準に対して、フタル酸ジエチルの [使用] チェックボックスをオンにし、「8」と入力します。</p> <p>d すべての Level 2 標準に対して、フタル酸ジエチルの [使用] チェックボックスをオンにし、「32」と入力します。</p> <p>e 結果を保存します。</p>
<p>3 コピーを再解析します。</p>	<p>a [アクション] → [再解析] を選択します。</p> <p>b [結果に添付されたメソッドリビジョンを使用します] がオンであることを確認します。</p> <p>c [OK] をクリックします。</p> <p>d [シーケンスオプション] パネルから再解析をモニタします。</p> <p>e [クエリーのやり直し] ボタンをクリックします。</p> <p>f コピーを展開します。</p> <p>g キャリブレーションフォルダを選択します。</p> <p>h フタル酸ジエチルがキャリブレーション化合物として含有されていることを確認します。</p>

キャリブレーションテーブル

化合物名	レベル ID	計量アマウント	コメント	シグナル
dimethylphthalate	1	0.0000		ADSI A
dimethylphthalate	2	0.0000		ADSI A
diethylphthalate	1	0.0000		
diethylphthalate	2	0.0000		

化合物サマリ

dimethylphthalate

レベル ID	サンプル名
1	cal1 #1
2	cal2 #1



メソッドの設定

以下のエクササイズでは、ラボで使用するメソッドの設定方法を学習します。これらのエクササイズの影響となる情報については、『コンセプトガイド』の第4章「メソッドの設定」を参照してください。基本および上級エクササイズの内容は、次のとおりです。

基本エクササイズ

エクササイズ 2 - 平衡メソッドを設定する メソッドテンプレートを設定する方法や装置パラメータを入力して装置を平衡化する方法を学習します。

エクササイズ 2 - シングルサンプルのメソッドを設定して、化合物を同定する クロマトグラム例を使用して、シングルサンプルの積分と化合物同定を設定する方法を学習します。

エクササイズ 3 - シーケンスに対してキャリブレーションされたシングルレベルのメソッドを設定する シングルレベル、シングル更新キャリブレーション、ESTD 定量、および固定化合物アmountを設定する方法を学習します。

上級エクササイズ

エクササイズ 4 - シーケンスに対してキャリブレーションされたマルチレベルのメソッドを設定する マルチレベルの総キャリブレーション、ESTD の定量、可変化合物アmount、およびサンプル変数を設定する方法を学習します。

エクササイズ 5 - シーケンスを使用して不純物を定量するメソッドを設定する ISTD 定量、カスタム計算、リミット値、ブラケットキャリブレーション、およびシステムスータビリティを設定する方法を学習します。



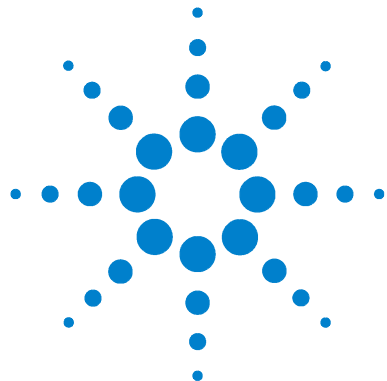
作業を始める
前に

エクササイズ 1～5 でメソッドを設定したら、ルーチンサンプルの分析のエクササイズ 1～5 でそれらのメソッドを使用して、サンプルとシーケンスを実行することができます。

5 ページの「はじめに」を読んでおいてください。

Agilent 1100 LC シリーズの液体クロマトグラフが、システム管理者によってシステムに設定されていることが必要です。

エクササイズ 3 と 5 のように、デフォルトメソッドをコピーして新しいメソッドを作成する場合、デフォルトメソッドがデータベースにあることを確認してください。[クエリー]リストから、[AllMethodsRestored] を選択して defexer1～5 を表示します。これらのメソッドが表示されない場合は、はじめにを参照して、これらのメソッドを CD-ROM からデータベースにコピーします。



基本エクササイズ #1 平衡メソッドを設定する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- メソッドテンプレートを作成して、装置パラメータを設定する。
- 装置パラメータを設定する。
- メソッドの変更を保存して監査する。
- メソッドの変更履歴を表示する。

メソッドテンプレートは、データの取込や処理に必要な条件とパラメータだけを入力するためのフレームワークです。メソッドは、入力されたパラメータ値が定義されたメソッドテンプレートです。

このメソッドを使用して、[15 ページの「基本エクササイズ #1a 装置を平衡化する」](#)で説明したように装置を平衡化します。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。

作業を始める前に

メソッドの設定について、[79 ページの「メソッドの設定」](#)を読んでおいてください。




タスク 1: メソッドテンプレートを作成して、装置パラメータを入力する

ステップ

詳しい手順

1 シングルサンプルの新しいメソッドテンプレートを作成します。

- メソッドテンプレートに `equilmethiii` という名前を付けます。`iii` にはユーザーのイニシャルを入力します。

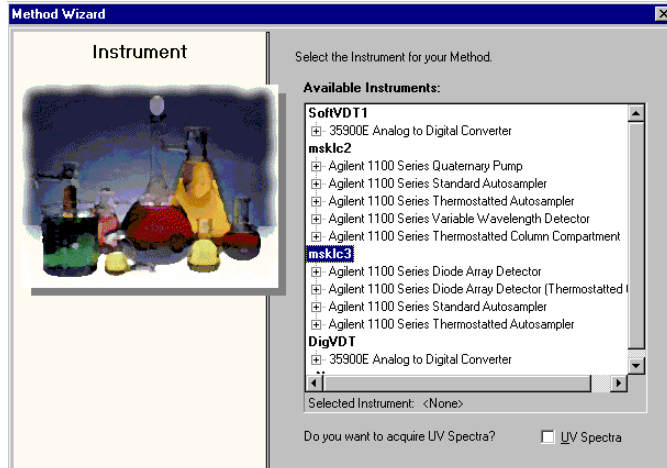
- [ファイル] → [新規] → [メソッド] の順に選択するか、 をクリックして [メソッド] を選択します。メソッドウィザードが表示されます。
- [新しいメソッド] パネルで、[新しいメソッドの名前:] に「`equilmethiii`」と入力します。
- [シングルサンプル] を選択します。



- [次へ] をクリックして、[装置] パネルを表示します。

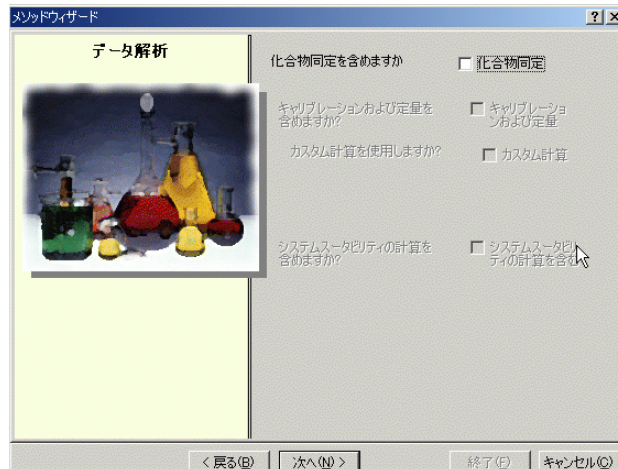
ステップ	詳しい手順
------	-------

- 2 平衡化する装置を選択します。**
- a [装置] パネルで、平衡化に必要な装置を選択します。
[使用できる装置] リストに表示される装置は、Cerity NDS のコンフィグレーションによって異なります。



- b [次へ] をクリックして、[データ解析] パネルを表示します。

- 3 データ解析のすべての選択を解除します。**
- a [データ解析] パネルで、[化合物同定] チェックボックスをオフにします。



- b [次へ] をクリックして、[新しいメソッドのレビュー] パネルを表示します。

基本エクササイズ #1 平衡メソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

- 4 メソッドテンプレートをレビューして保存します。

- a [新しいメソッドのレビュー] パネルで、[メソッドウィザードの設定] セクションの設定をレビューします。
- b [コメント] セクションに「Test Comment」というコメントを追加します。
- c [完了] をクリックします。



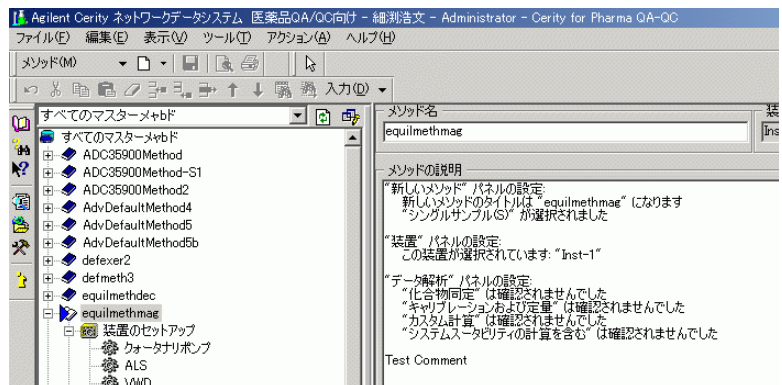
- d [変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されたら、[保存] をクリックします。

- 5 メソッドのメソッドウィザード設定を表示します。

メソッドテンプレートを保存すると、メソッドビューが表示されます。

- a 作成したメソッド [equilmethiii] を選択します。
- b ワークスペースで [メソッドの説明] を表示します。

[メソッドの説明] が、メソッドウィザードの [新しいメソッドのレビュー] パネルの [コメント] セクションに対応していることを確認します。



タスク 2: 平衡化を行う装置の状態を入力する

ステップ	詳しい手順
1 ポンプのパラメータを設定します。 溶媒 B がメタノールの場合 <ul style="list-style-type: none"> 流量 :2ml/min 溶媒組成 :80%MeOH/20%H₂O 停止時間 :10min 溶媒 B がアセトニトリルの場合 <ul style="list-style-type: none"> 流量 :1.5ml/min 溶媒組成 :65%ACN/35%H₂O 停止時間 :10min 	a 選択ツリーで、equilmethiii メソッドフォルダを展開します。 b [装置のセットアップ] フォルダを展開し、[クォータナリポンプ] または [バイナリポンプ] を選択します。 c [流量] に 2 を入力します。 d [溶媒] で、[B] チェックボックスをオンにして、[%] ボックスに 80 を入力します。 溶媒 A のパーセントが自動的に 20% に設定されます。 e [停止時間] で、[min] オプションを選択して 10 を入力します。 f [ポスト時間] と [圧力制限] で、デフォルト値を使用します。

2 オートサンブラ (ALS) の注入容量に 0 を設定します。	a ALS フォルダを選択します。 b [セットアップ] タブをクリックします。 c [注入] で、[標準注入] を選択します。 d [注入容量] に 0 を設定します。
---	--

基本エクササイズ #1 平衡メソッドを設定する

ステップ	詳しい手順
3 すべてのモジュールに同じ停止時間を設定します。 停止時間 :10min	<ul style="list-style-type: none">a ALS フォルダを選択します。b [Aux & 時間] タブをクリックします。c [停止時間] で、[ポンプと同期] オプションを選択します。d DAD、MWD、または、VWD を選択します。このフォルダは、検出器コンフィグレーションに表示されます。e [停止時間] で、[ポンプ/インジェクタと同期] オプションを選択します。f TCC フォルダを選択します。g [停止時間] で、[ポンプ/インジェクタと同期] オプションを選択します。h 他のすべてのモジュールパラメータには、デフォルト値を使用します。


タスク 3: メソッドの変更を保存して監査する

ステップ

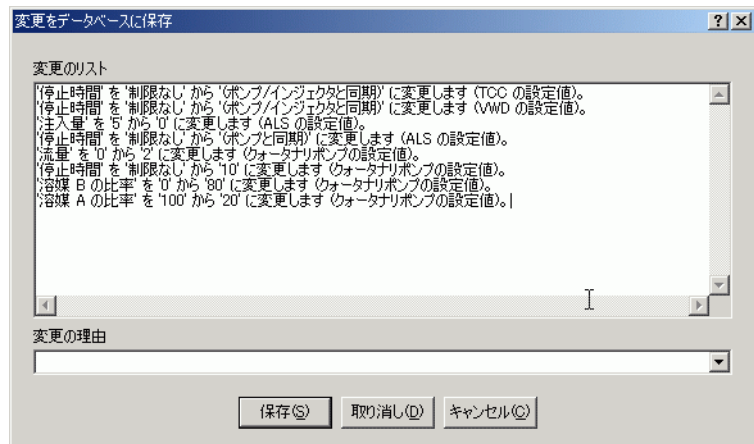
詳しい手順

1 メソッドを保存します。

[変更をデータベースに保存] ダイアログボックスを表示するには、Cerity 管理者によって監査が設定されていることが必要です。Cerity 管理者はダイアログボックスに理由を提供し、ユーザーに電子署名の入力を求めます。これらの必要条件は、Cerity GMP ライセンスがインストールされ、Cerity 管理者によって監査が設定されている場合にのみ有効です。

a [標準] ツールバーで、 をクリックします。

[変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されます。



b [変更のリスト] の内容を確認します。

c [変更の理由] には、理由を入力するかリストから理由を選択します。

d [保存] ボタンをクリックします。

基本エクササイズ #1 平衡メソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

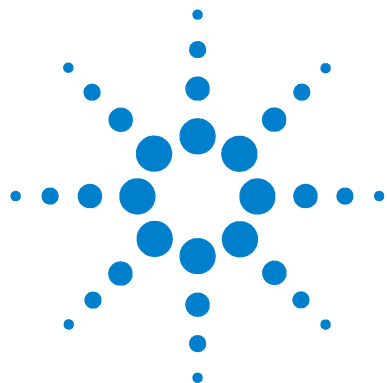
2 メソッドの変更履歴を表示します。

他のメソッドを設定する前にこのメソッドを使用する必要がある場合は、「ルーチンサンプルの分析」の「基本エクササイズ 1」の「装置を平衡化する」で使用してください。

- 選択ツリーで、equilmethiii メソッドフォルダを選択します。
- メソッドの変更リストを表示します。

説明	項目	コメント	電子署名	タイムスタンプ
停止時間を制限なしから「ポンプ/インジェクタ同期」に変更します (TOC の設定値)。	TOC の設定値	更新	なし	12/15/2002, 16:09:37
停止時間を制限なしから「ポンプ/インジェクタ同期」に変更します (VWD の設定値)。	VWD の設定値	更新	なし	12/15/2002, 16:09:37
注入量を 5 から 10 に変更します (ALS の設定値)。	ALS の設定値	更新	なし	12/15/2002, 16:09:37
停止時間を制限なしから「ポンプと同期」に変更します (ALS の設定値)。	ALS の設定値	更新	なし	12/15/2002, 16:09:37
流量を 5 から 10 に変更します (オーバーナリポンプの設定値)。	オーバーナリポンプの設定値	更新	なし	12/15/2002, 16:09:37
停止時間を制限なしから「10」に変更します (オーバーナリポンプの設定値)。	オーバーナリポンプの設定値	更新	なし	12/15/2002, 16:09:37
溶媒 B の比率を 70 から 80 に変更します (オーバーナリポンプの設定値)。	オーバーナリポンプの設定値	更新	なし	12/15/2002, 16:09:37
溶媒 A の比率を 100 から 20 に変更します (オーバーナリポンプの設定値)。	オーバーナリポンプの設定値	更新	なし	12/15/2002, 16:09:37
溶媒の新しく変更された比率 2	---	---	なし	12/15/2002, 16:05:40

Cerity GMP ライセンスがインストールされ、Cerity 管理者によって監査が設定されている場合は、個々の設定値の変更が変更履歴だけに表示されます。



基本エクササイズ #2 化合物を同定するためのシングルサ ンプルのメソッドを設定する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- シングルサンプルのメソッドテンプレートを作成し、メソッドに化合物同定だけを定義する。
- メソッドを設定して保存し、クロマトグラム例を生成する。
- クロマトグラム例を使用して、積分を設定する。
- 化合物同定を設定する。

メソッドテンプレートは、データの取込や処理に必要な条件とパラメータだけを入力するためのフレームワークです。

このエクササイズの前半で作成したメソッドを使用して、シングルサンプルの情報を入力して分析し、クロマトグラム例を生成します。完成したメソッドを使用して、サンプルグループの入力と分析を行い、化合物を同定できます。21 ページの「[基本エクササイズ #2a シングルサンプルを分析してクロマトグラム例を生成する](#)」と 45 ページの「[基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する](#)」を参照してください。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。

作業を始める前に

メソッドの設定について、79 ページの「[メソッドの設定](#)」を読んでおいてください。




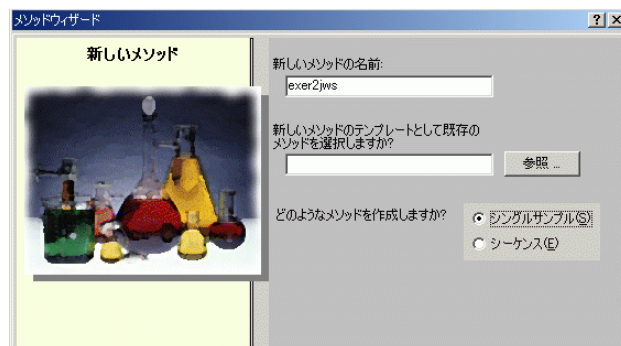
タスク 1: メソッドテンプレートを作成して、化合物のみを同定する

ステップ

詳しい手順

- 1 シングルサンプルの新しいメソッドテンプレートを作成します。
 - メソッドテンプレートに `exer2iii` という名前を付けます。`iii` にはユーザーのイニシャルを入力します。

- a [ファイル] → [新規] → [メソッド] の順に選択するか、 をクリックして [メソッド] を選択します。メソッドウィザードが表示されます。
- b [メソッド名] ボックスに「`exer2iii`」と入力します。
- c [シングルサンプル] を選択します。



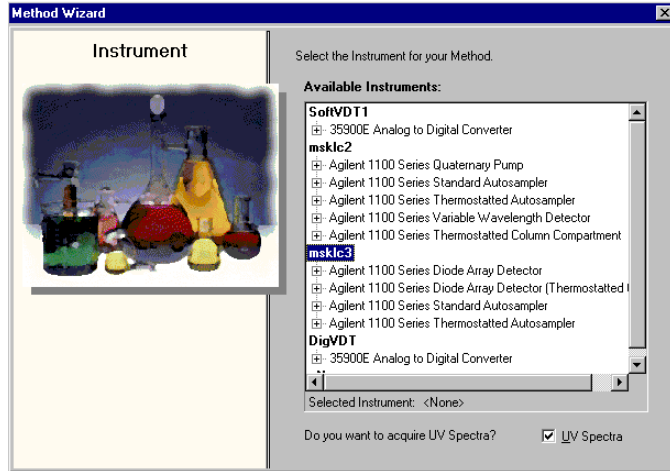
- d [次へ] をクリックして、メソッドウィザードの [装置] パネルを表示します。

基本エクササイズ #2 化合物を同定するためのシングルサンプルのメソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

- 2 メソッドの装置を選択します。 a [装置] パネルで、サンプルを分析する装置を選択します。



- b [次へ] をクリックして、[データ解析] パネルを表示します。

- 3 [化合物同定] だけをオンにします。 a [データ解析] パネルで、[ノイズ計算を含む] と [システムスタビリティの計算を含む] チェックボックスをオフにします。



- b [次へ] をクリックして、[同定] パネルを表示します。

基本エクササイズ #2 化合物を同定するためのシングルサンプルのメソッドを設定する

ステップ	詳しい手順
<p>4 メソッドテンプレートの設定を完了します。</p> <p>メソッドウィザードの [化合物同定] パネルのチェックボックスをすべてオフにします。</p>	<p>a [次へ] をクリックし、[完了] ボタンをクリックします。</p> <p>b [変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されたら、[保存] をクリックします。</p>

タスク 2: 平衡化を行う装置の状態を入力する

ステップ	詳しい手順
<p>1 ポンプのパラメータを入力します。</p> <p>溶媒 B がメタノールの場合</p> <ul style="list-style-type: none"> 流量 :2ml/min 溶媒組成 :80%MeOH/20%H₂O 停止時間 :5min <p>溶媒 B がアセトニトリルの場合</p> <ul style="list-style-type: none"> 流量 :1.5ml/min 溶媒組成 :65%ACN/35%H₂O 停止時間 :6min 	<p>a 選択ツリーで、<i>exer2iii</i> メソッドフォルダを展開します。</p> <p>b [装置のセットアップ] フォルダを展開し、[クォータナリポンプ] または [バイナリポンプ] を選択します。</p> <p>c [流量] に 2 を入力します。</p> <p>d [溶媒] で、[B] チェックボックスをオンにして、[%] ボックスに 80 を入力します。 溶媒 A のパーセントが自動的に 20% に設定されます。</p> <p>e [停止時間] で、[min] オプションを選択して 5 を入力します。</p>

<p>2 オートサンプラの注入容量と停止時間を入力します。</p> <p>注入容量 :1 μL</p> <p>停止時間 :ポンプと同じ</p>	<p>a 選択ツリーで、ALS フォルダを選択します。</p> <p>b [Aux & 時間] タブをクリックします。</p> <p>c [停止時間] で、[ポンプと同期] オプションを選択します。</p> <p>d [セットアップ] タブをクリックし、[標準注入] を選択します。</p> <p>e [注入容量] に 1 μL を入力します。</p>
---	---

基本エクササイズ #2 化合物を同定するためのシングルサンプルの方法を設定する

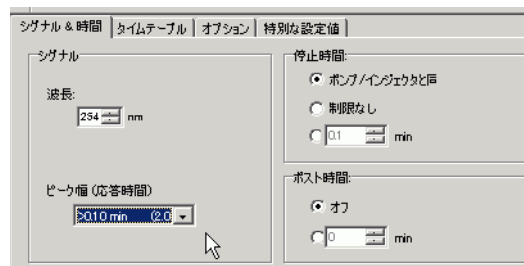
ステップ

詳しい手順

3 停止時間がすべての装置モジュールで同じであることを確認します。

停止時間：ポンプと同じ

- a 選択ツリーで、VWD フォルダを選択します。
- b [停止時間] で [ポンプ/インジェクタと同期] を選択します。
- c 選択ツリーで、TCC フォルダを選択します。
- d [停止時間] で [ポンプ/インジェクタと同期] を選択します。



タスク 3: メソッドの変更を保存して監査する

ステップ


詳しい手順

1 メソッドを保存します。

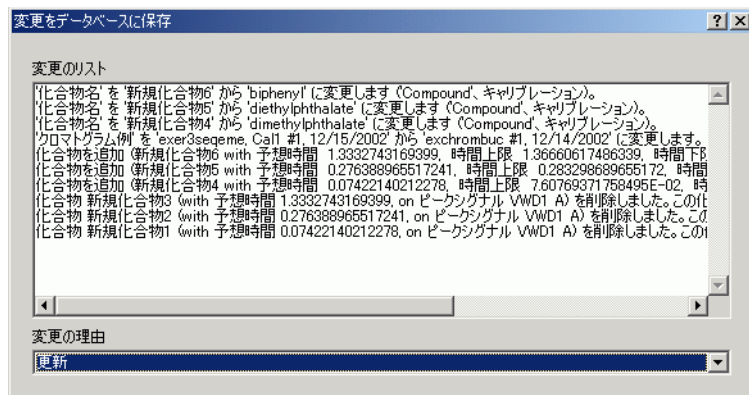
メソッドを保存したら、そのメソッドを使用してクロマトグラム例を生成できます。

21 ページの「基本エクササイズ #2a シングルサンプルを分析してクロマトグラム例を生成する」を参照してください。

クロマトグラム例を生成したら、タスク 4 に進んでください。

a [標準] ツールバーで、 をクリックします。

[変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されます。



b [変更のリスト] の内容を確認します。

c [変更の理由] には、理由を入力するかリストから理由を選択します。

d [保存] ボタンをクリックします。

[変更をデータベースに保存] ダイアログボックスを表示するには、Cerity 管理者によって監査が設定されていることが必要です。Cerity 管理者はダイアログボックスに理由を提供し、ユーザーに電子署名の入力を求めます。

タスク 4: クロマトグラム例を選択して、積分を設定する


ステップ

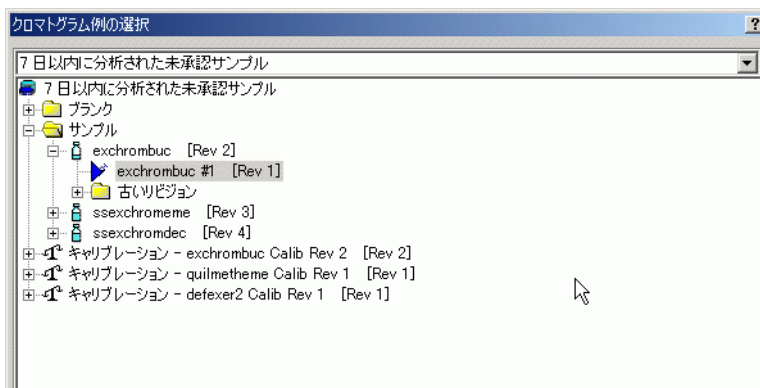
詳しい手順

1 クロマトグラム例を選択します。

アイソクラティックサンプルのクロマトグラムが存在しない場合は、サンプルを分析してクロマトグラム例を生成する必要があります。21 ページの「基本エクササイズ #2a シングルサンプルを分析して クロマトグラム例を生成する」を参照してください。

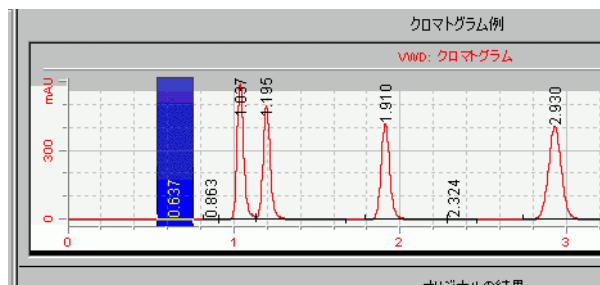
積分と同定の設定にはクロマトグラム例は必ずしも必要ではありませんが、クロマトグラム例の使用をお勧めします。

- a 必要に応じて、選択ツリーで `exer2iii` メソッドフォルダを展開します。
- b [データ解析] フォルダを展開します。
- c [クロマトグラム例] を選択します。
- d [ツール] ツールバーで、 をクリックします。



- e サンプルフォルダを展開します。
- f `exchromiii` または `defexchrom2a` フォルダを展開します。
- g サンプル名と注入番号を選択します。
- h [選択] ボタンをクリックします。


クロマトグラム例がワークスペースに表示されます。

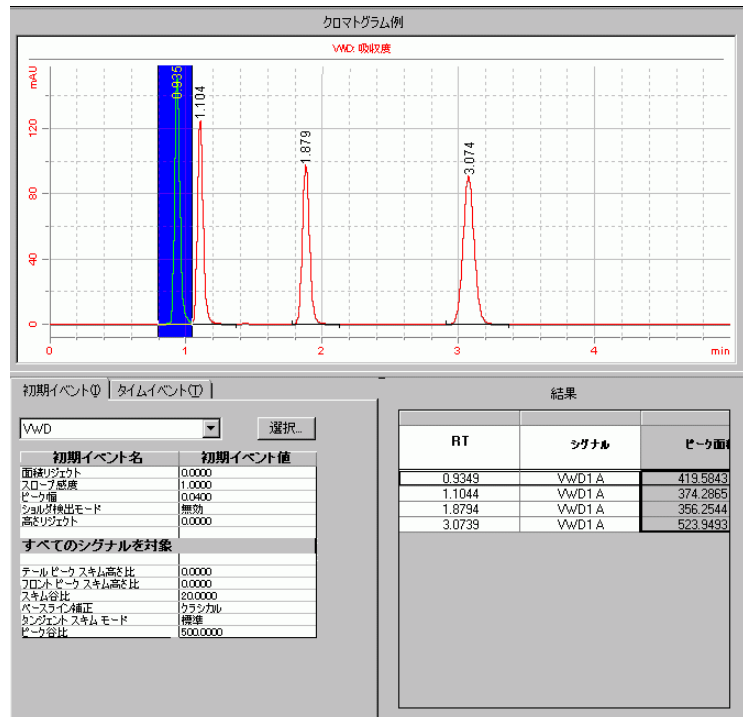


基本エクササイズ #2 化合物を同定するためのシングルサンプルのメソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

- 2 積分ピークが4箇所だけ存在するように初期イベント値を変更します。
- 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [積分] を選択します。クロマトグラム例と積分イベントテーブルが表示されます。
 - [高さリジェクト] のイベント値を 1 に変更します。または、4つのメインピークを積分する最小値に変更します。
 - [アクション] ツールバーの  をクリックします。



タスク 5: 化合物同定を設定する

ステップ

詳しい手順


1 次の化合物に対して、化合物テーブルを設定します。

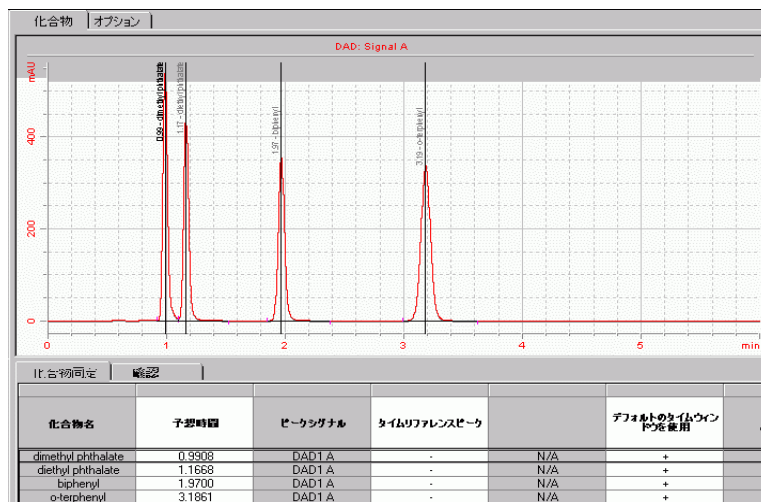
RT=0.9 ~ 1.1、フタル酸ジメチル

RT=1.1 ~ 1.2、フタル酸ジエチル

RT=1.8 ~ 2.1、ビフェニル

RT=3 ~ 3.2、o-テルフェニル

- a 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [同定] を選択します。
- b [ツール] ツールバーで、 をクリックします。
ピークが、New CompoundN という名前で化合物テーブルに表示されます。N は 1 ~ 4 の数字です。
- c [化合物名] で、最初のセルを選択し、フタル酸ジメチルを入力します。
セルを選択したら、名前を入力します。前の名前は上書きされず。
- d [化合物名] で、2 番目のセルを選択し、「フタル酸ジエチル」と入力します。
- e [化合物名] で、3 番目のセルを選択し、「ビフェニル」と入力します。
- f [化合物名] で、4 番目のセルを選択し、「o-テルフェニル」と入力します。




ステップ

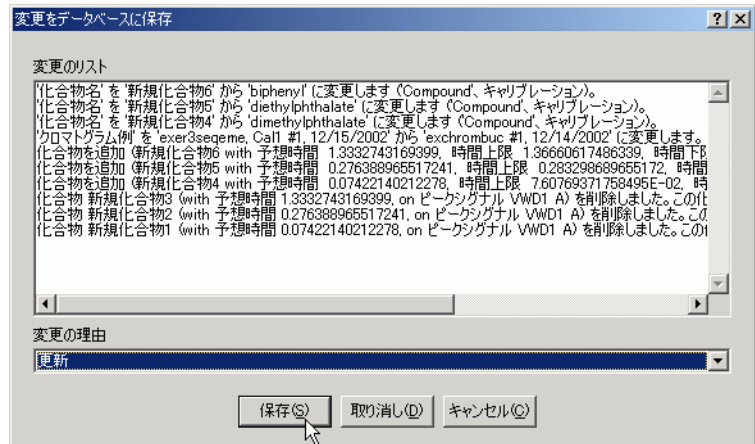
詳しい手順

2 メソッドを保存します。

これらのエクササイズではほかのメソッドを設定する前に、このメソッドを分析して化合物を同定する必要がある場合は、このメソッドを 27 ページの「基本エクササイズ #2b シングルサンプルセットを分析して化合物を同定する」で使用します。

a [標準] ツールバーで、 をクリックします。

[変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されます。



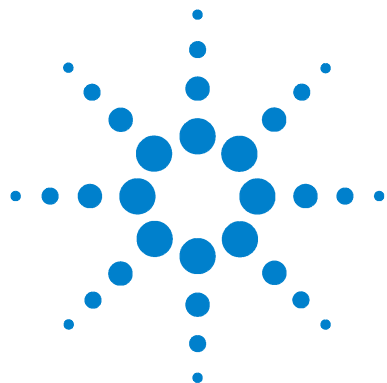
b [変更のリスト] の内容を確認します。

c [変更の理由] には、理由を入力するカリストから理由を選択します。

d [保存] ボタンをクリックします。

[変更をデータベースに保存] ダイアログボックスを表示するには、Cerity 管理者によって監査が設定されていることが必要です。Cerity 管理者はダイアログボックスに理由を提供し、ユーザーに電子署名の入力を求めます。

基本エクササイズ #2 化合物を同定するためのシングルサンプルのメソッドを設定する



基本エクササイズ #3 シーケンスにシングルレベルキャリ ブレーションメソッドを設定する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- シングルレベルのシングル更新キャリブレーション、および ESTD 定量を含むシーケンスのメソッドテンプレートを作成する。
- 固定化合物アmountでキャリブレーションと定量を設定する。
- シーケンステンプレートを設定する。

シーケンステンプレートは、このメソッドで分析するキャリブレーションのサンプルと標準の順序が定義されたシーケンステーブルです。シーケンステンプレートは、サンプルの順序、サンプル名、サンプルの性質が類似している場合、このメソッドを使って毎回同じシーケンスを実行するのに便利です。

このメソッドは、「[基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する](#)」と「[基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する](#)」で使用できます。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。

作業を始める前に

メソッドの設定について、[79 ページの「メソッドの設定」](#)を読んでおいてください。



タスク 1: メソッドをコピーして、シーケンスで使用するメソッドテンプレートを作成する


ステップ

詳しい手順

1 既存のメソッドから新しいメソッドテンプレートを作成します。

- メソッドテンプレートに `exer3iii` という名前を付けます。`iii` にはユーザーのイニシャルを入力します。
- 新しいメソッドテンプレートとして、`exer2iii` または `defexer2` を使用します。
- [化合物同定]、[キャリブレーション]、および[定量]だけがオンになっていることを確認します。

装置とデータ解析の設定を古いメソッドと分ける場合は、メソッドをコピーします。設定は、簡単に新しいメソッドに入力できます。

a [ファイル] → [新規] → [メソッド] の順に選択するか、 をクリックして [メソッド] を選択します。

メソッドウィザードの [新しいメソッド] パネルが表示されます。

b [参照] ボタンをクリックし、[メソッドテンプレートの選択] ダイアログボックスで [exer2iii] または [defexer2] を選択します。

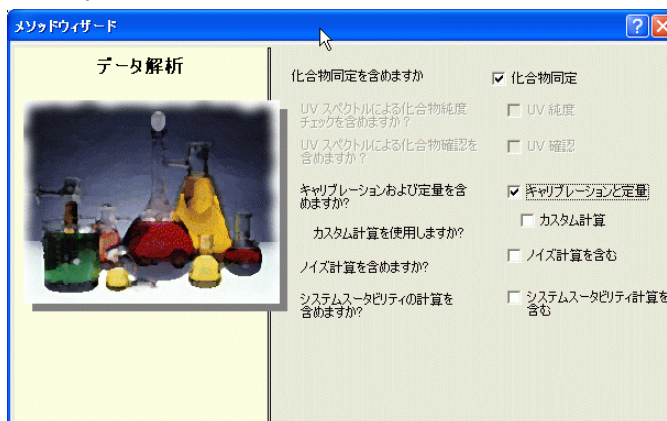
c [新しいメソッドの名前:] ボックスに「exer3iii」と入力します。

d [シーケンス] を選択します。



e [データ解析] パネルが表示されるまで [次へ] をクリックします。

f [キャリブレーションおよび定量] チェックボックスをオンにします。



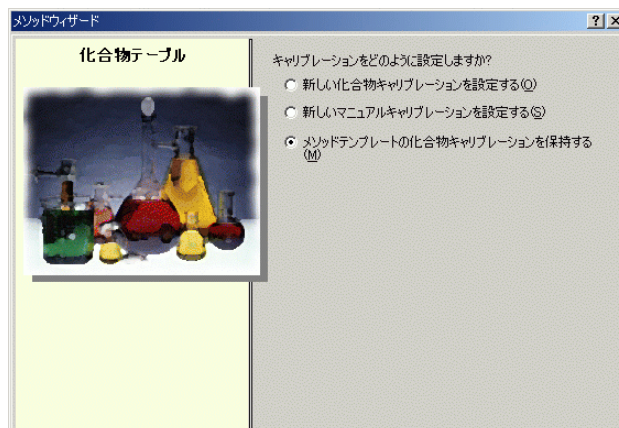
基本エクササイズ #3 シーケンスにシングルレベルキャリブレーションメソッドを設定する

ステップ

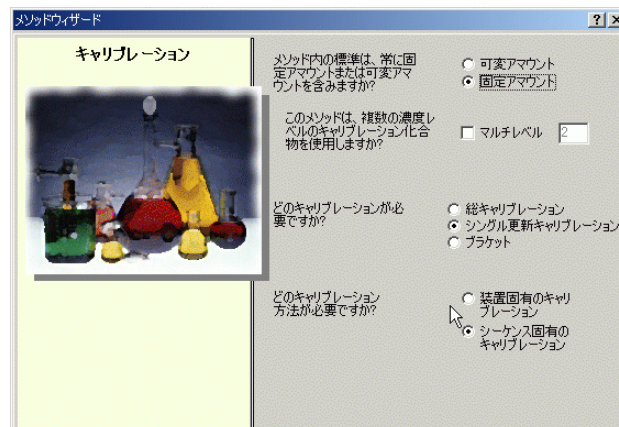
詳しい手順

- 2 以前の化合物テーブルを残したまま、新しいキャリブレーションを設定するよう選択します。
- 以下の選択を設定します：
 - シングルレベルキャリブレーション
 - 固定化合物アmount
 - シングル更新キャリブレーション
 - シーケンス固有のキャリブレーション

- a [次へ] をクリックして [化合物テーブル] パネルまでスクロールします。
- b [メソッドテンプレートの化合物キャリブレーションを保持する] オプションを選択します。
このオプションを使用すると、キャリブレーションがまだ設定されていなくても、以前のメソッドからの化合物テーブルをそのまま残すことができます。



- c [次へ] をクリックして、[同定] パネルを表示します。
- d [同定] パネルのチェックボックスをすべてオフにします。
- e [次へ] をクリックして、[キャリブレーション] パネルを表示します。
- f [固定アmount] を選択し、デフォルトのオプションを使用します。



基本エクササイズ #3 シーケンスにシングルレベルキャリブレーションメソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

3 定量を設定し、新しいメソッドをレビューします。

- a [次へ] をクリックして、[定量] パネルを表示します。
- b [リミット値チェック] チェックボックスがオフになっていること、[ESTD] オプションが選択されていることを確認します。



- c [次へ] をクリックして、[新しいメソッドのレビュー] パネルを表示します。
- d [メソッドウィザードの設定] をレビューします。
- e [完了] ボタンをクリックして、新しいメソッドを保存します。

タスク 2: クロマトグラム例の選択


ステップ

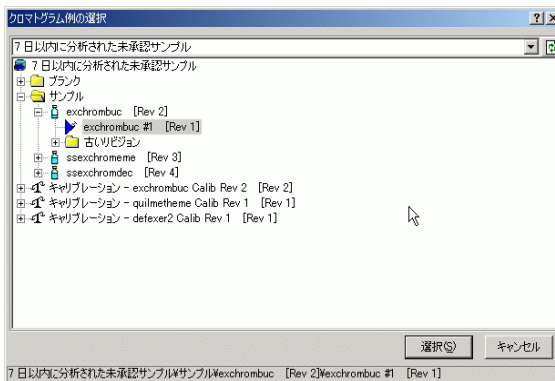
詳しい手順

1 クロマトグラム例を選択します。

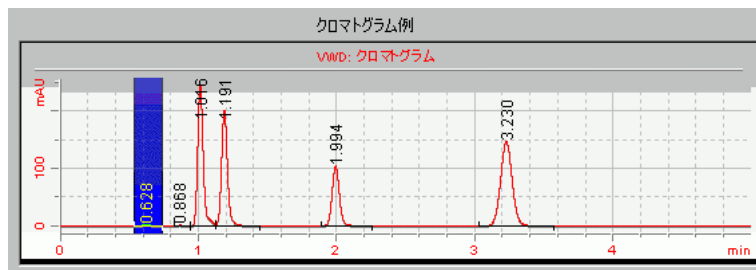
- 「基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する」と「基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する」の基本エクササイズ 2a または 2b で作成したクロマトグラム例を使用します。
- または、defexchrom2a を使用します。

クロマトグラム例の選択は必須ではありません。ただし、クロマトグラム例を選択すると、化合物同定をより簡単に変更できます。

- 選択ツリーで、`exer3iii` フォルダを展開します。
- [データ解析] フォルダを展開します。
- [クロマトグラム例] を選択します。
- [ツール] ツールバーで  をクリックします。



- 注入番号が付いているサンプル名を選択して、クロマトグラム例を作成します。
- [選択] ボタンをクリックします。
クロマトグラム例がワークスペースに表示されます。



クロマトグラム例を選択すると、元のメソッドの積分と同定の設定が表示されます。

タスク 3: 同定する化合物を変更する

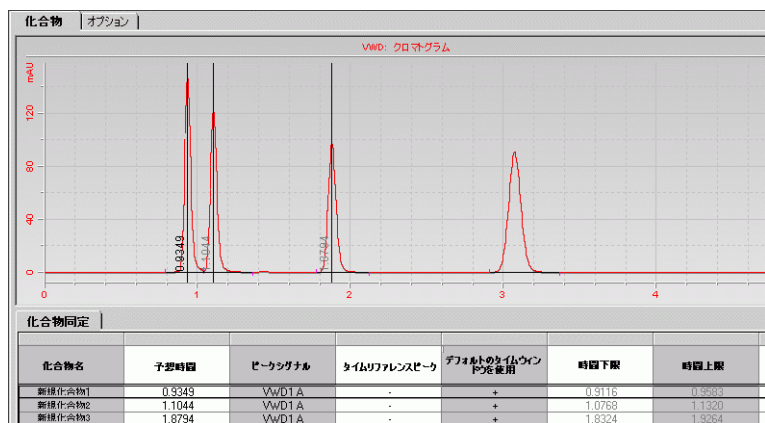
ステップ

詳しい手順

1 化合物テーブルから化合物を削除します。

o-テルフェニル化合物を削除します。

- a 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [同定] を選択します。
- b [o-terphenyl] セルを選択します。
- c [o-terphenyl] セルを右クリックし、[化合物の削除] を選択します。



タスク 4: キャリブレーションの設定

ステップ

詳しい手順

1 フタル酸ジメチルのキャリブレーションを設定します。

フタル酸ジメチル - 10 μ g

- 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [キャリブレーション] を選択します。
- キャリブレーションテーブルで、フタル酸ジメチルを選択します。
- [オプション] タブで、[計量アmount] ボックスに 10 を入力し、[アmountの単位] ボックスに μ g を入力します。

化合物名	予約時間	計量アmount	デフォルトのアmountを使用	アmountの単位	ペ
dimethylphthalate	0.2512	10.0000	+	μ g	面
diethylphthalate	0.7512	0.0000	-		面
biphenyl	1.2512	15.0000	+	μ g	面

+

オプション

化合物名:

計量アmount: デフォルトのアmountを使用

アmountの単位:

アmount下限: 下限を使用

アmount上限: 上限を使用

コメント:

基本エクササイズ #3 シーケンスにシングルレベルキャリブレーションメソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

2 ビフェニルのキャリブレーションを設定します。

ビフェニル - 15 μ g

- キャリブレーションテーブルで、ビフェニルを選択します。
- [オプション] タブで、[計量アmount] ボックスに 15 を入力し、[アmountの単位] ボックスに μ g を入力します。

The screenshot shows a software interface with two main sections: '化合物' (Compound) and 'オプション' (Options).

化合物 (Compound) Table:

化合物名	子製時間	計量アmount	デフォルトのアmountを 継用	アmountの単位	パー
dimethylphthalate	0.2512	10.0000	+	μ g	面積
diethylphthalate	0.7512	0.0000	-		面積
biphenyl	1.2512	15.0000	+	μ g	面積

オプション (Options) Form:

化合物名:

計量アmount: デフォルトのアmountを使用

アmountの単位:

アmount下限: 下限を使用

アmount上限: 上限を使用

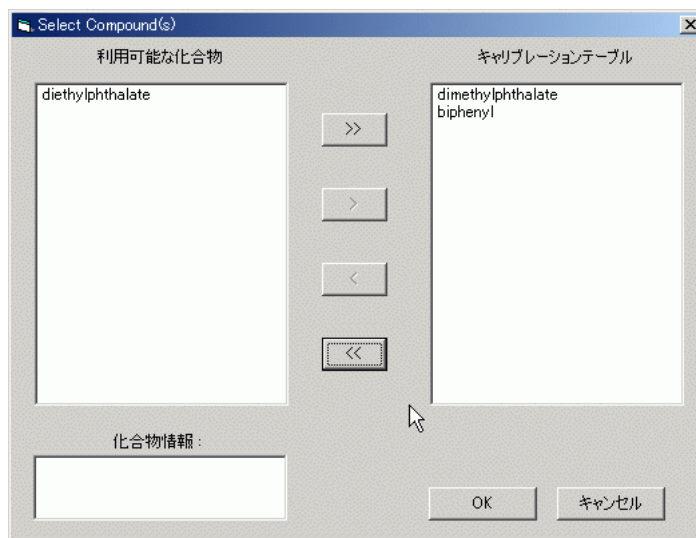
コメント:

基本エクササイズ #3 シーケンスにシングルレベルキャリブレーションメソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

- 3 キャリブレーションテーブルからフタル酸ジエチルを削除します。
- キャリブレーションテーブルの任意の場所を右クリックし、ショートカットメニューから [化合物の削除] を選択します。
[化合物を選択] ダイアログボックスが表示されます。
 - [キャリブレーションテーブル] リストで、フタル酸ジエチルを選択します。
 - [<] ボタンをクリックしてフタル酸ジエチルを [利用可能な化合物] リストに追加します。
 - [OK] ボタンをクリックします。



タスク 5: 4 つのピークすべてに定量を設定する

ステップ

詳しい手順

- 1 **フタル酸ジメチルを基準にして、フタル酸ジエチルを定量します。**
アmount乗数には .8 を使用します。
 - a 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [定量のセットアップ] を選択します。
 - b [キャリブレーションされていない化合物] タブをクリックします。
 - c [キャリブレーションタイプ] で、[化合物を使用] オプションを選択します。
 - d [化合物を使用] リストからフタル酸ジメチルを選択します。
 - e [アmount乗数 (化合物)] ボックスに .8 を入力します。

キャリブレーションされた化合物		キャリブレーションされていない化合物		同定されていないピーク	
化合物名	予想時間	キャリブレーションタイプ	アmount乗数 (化合物)	RF (Rsp/Amt)	化合物グループ
diethylphthalate	0.7512	dimethylphthalate	1.0000	N/A	

化合物名:

キャリブレーションタイプ:

化合物を使用

アmount乗数 (化合物):

マニュアルレスポンスファクタ

定量なし

化合物グループ:

化合物情報

基本エクササイズ #3 シーケンスにシングルレベルキャリブレーションメソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

- 2 **ビフェニルを基準にして、同定されていないピークを定量します。**

アmount乗数には .9 を使用します。

- a [同定されていないピーク] タブをクリックします。
b [定量で使用] で、[化合物を使用] オプションを選択します。
c [化合物を使用] リストからビフェニルを選択します。
d [アmount乗数 (同定されていないピーク)] ボックスに .9 を入力します。

The screenshot shows a software window with three tabs: "キャリブレーションされた化合物", "キャリブレーションされていない化合物", and "同定されていないピーク". The "同定されていないピーク" tab is active, displaying a table with the following data:

	定量で使用	アmount乗数 (同定されていないピーク)	RF (同定されていないピーク)
同定されていないピーク	biphenyl	1.0000	N/A

Below the table, there is a configuration panel for the selected peak. It includes a "定量で使用" section with the following options:

- 化合物を使用 (Selected): biphenyl (dropdown menu)
- マニュアルレスポンスファクタ: N/A (input field)
- 定量なし

The "アmount乗数 (同定されていないピーク)" input field contains the value ".9".

タスク 6: シーケンステンプレートを設定する

ステップ	詳しい手順
<p>1 次のキャリブレーション標準とサンプルをシーケンステンプレートに入力します。</p> <p>Cal1 - 希釈していないアイソクラティック標準</p> <p>Sample 1_2 - メタノールで 1/2 に希釈されたアイソクラティック標準 1</p> <p>Sample 1_4 - メタノールで 1/4 に希釈されたアイソクラティック標準 1</p>	<p>a 選択ツリーで、メソッドの [シーケンステンプレート] を選択します。</p> <p>b サンプルテーブルで、行 1 にキャリブレーション標準を入力します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • [サンプル名] ボックスに「Cal1」と入力します。 • [サンプル形式] リストから [キャリブレーション標準] を選択します。 • ALS でこの標準が存在する Vial# を入力します。 • [適用] ボタンをクリックして、サンプルテーブルに入力したサンプル情報を確定します。 <p>c 行 2 に sample 1_2 を入力します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • サンプルテーブルで行 2 を選択します。 • [サンプル名] ボックスに「sample 1_2」と入力します。 • [サンプル形式] リストから [サンプル] を選択します。 • ALS でこのサンプルが存在する Vial# を入力します。 • [適用] ボタンをクリックして、サンプルテーブルに入力したサンプル情報を確定します。 <p>d 行 3 に sample 1_4 を入力します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • サンプルテーブルで行 3 を選択します。 • [サンプル名] ボックスに「sample 1_4」と入力します。 • [サンプル形式] リストから [サンプル] を選択します。 • ALS でこのサンプルが存在する Vial# を入力します。 • [適用] ボタンをクリックして、サンプルテーブルに入力したサンプル情報を確定します。

注

[データ解析] でキャリブレーションを設定していない場合、シーケンステンプレートにキャリブレーション標準を設定することはできません。

	サンプル名	サンプル形式	キャリブレーションレベル	ユーザー定義サンプルグループ	バイアル番号	注入数
1	Cal1	キャリブレーション	1		2	1
2	sample 1_2	サンプル			5	1
3	sample 1_4	サンプル			9	1
4	Cal1	キャリブレーション	1		2	1

基本エクササイズ #3 シーケンスにシングルレベルキャリブレーションメソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

2 さらに2セットの、Call、sample 1_2、sample 1_4 をテンプレートに入力します。

ヒント：入力ウィザードとコピーコマンドを使用します。

最終テンプレートの標準とサンプルが次の順序で表示されます。

- キャリブレーション標準
- 2つのサンプル
- キャリブレーション標準
- 2つのサンプル
- キャリブレーション標準
- 2つのサンプル

- [編集] ツールバーの [入力] をクリックし、[入力ウィザード] を選択します。
入力ウィザードが表示されます。
- [範囲] で、[追加] を選択して 6 を入力し、[次へ] をクリックします。



- [サンプル名] パネルで、[名前] ボックスに「call」と入力し、[次へ] をクリックします。
- [バイアル番号] パネルで、[バイアル番号を定義] チェックボックスをオフにし、[完了] をクリックします。
- [サンプルの変更を適用] ダイアログボックスが表示されたら、[はい] をクリックします。
6つの新しい行がテンプレートの最初の行をコピーして表示されています。
- 行 2 と 3 にある 2 つのサンプルを選択し、[編集] ツールバーの [コピー] ボタンをクリックします。
- 行 5 と 6 を選択し、[編集] ツールバーの [貼り付け] ボタンをクリックします。
- 行 8 と 9 を選択し、[編集] ツールバーの [貼り付け] ボタンをクリックします。

	サンプル名	サンプル形式	キャリブレーションレベル	ユーザー定義サンプルグループ	バイアル番号	注入数	注入量 [μl]
1	Call	キャリブレーション	1		2	1	メソッドと同
2	sample 1_2	サンプル			5	1	メソッドと同
3	sample 1_4	サンプル			9	1	メソッドと同
4	Call	キャリブレーション	1		2	1	メソッドと同
5	sample 1_2	サンプル			5	1	メソッドと同
6	sample 1_4	サンプル			9	1	メソッドと同
7	Call	キャリブレーション	1		2	1	メソッドと同
8	sample 1_2	サンプル			5	1	メソッドと同
9	sample 1_4	サンプル			9	1	メソッドと同
10							

基本エクササイズ #3 シーケンスにシングルレベルキャリブレーションメソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

3 キャリブレーションの更新方法を次のように設定します。

最初の Call - 置き換え (RF と RT の両方)

2 番目の Call - RF の平均と RT の浮動平均 (RT 後に 60% 荷重)

3 番目の Call - RF の平均と RT の浮動平均 (RT 後に 75% 荷重)

- a シーケンステーブルで、最初の Call を選択します。
- b [分析] タブをクリックします。
- c [キャリブレーション] で、[レスポンス更新] リストから [置き換え] を選択し、[リテンションタイム更新] リストから [置き換え] を選択します。
- d シーケンステーブルで 2 番目の Call を選択します。
- e [レスポンス更新] リストから [平均] を選択し、[リテンションタイム更新] リストから [浮動平均] を選択します。
- f [60%] を選択します。
- g 3 番目の Call に対して、ステップ d ~ e を繰り返します。

	サンプル名	サンプル形式	キャリブレーションレベル	ユーザー定義サンプルグループ	バイアル番号	注入回数	注入量 [μl]	サア
1	Call	キャリブレーション	1		2	1	メソッドと同一	0.001
2	sample 1_2	サンプル			5	1	メソッドと同一	0.001
3	sample 1_4	サンプル			9	1	メソッドと同一	0.001
4	Call	キャリブレーション	1		2	1	メソッドと同一	0.001
5	sample 1_2	サンプル			5	1	メソッドと同一	0.001
6	sample 1_4	サンプル			9	1	メソッドと同一	0.001
7	Call	キャリブレーション	1		2	1	メソッドと同一	0.001
8	sample 1_2	サンプル			5	1	メソッドと同一	0.001
9	sample 1_4	サンプル			9	1	メソッドと同一	0.001
10								

サンプル名:

サンプル形式:

ユーザー定義サンプルグループ:

バイアル番号	注入回数	量 [μl]
2	1	メソッドから

分析 | アmount | 同定 | 説明 |

キャリブレーション

キャリブレーションシングル更新


キャリブレーションレベル:

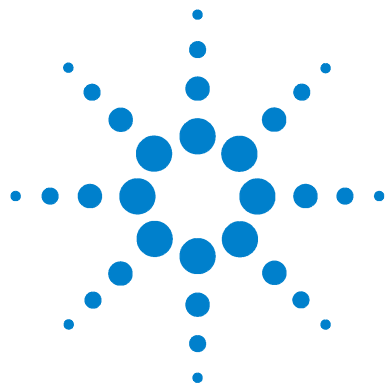
レスポンス更新:

リテンションタイム更新: %

4 メソッドを保存します。

このメソッドが完成したら、シーケンスの中でこのメソッドを使用することもできます。33 ページの「基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する」と 45 ページの「基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する」を参照してください。

- a  をクリックします。必要に応じて、変更理由と電子署名を入力します。



上級エクササイズ #4 シングルサンプルのメソッドを設定 して、スペクトルを取り込み、利用 する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- シングルサンプルおよびスペクトルにメソッドテンプレートを作成し、メソッドに化合物同定だけを定義する。
- メソッドを設定して保存し、クロマトグラム例を生成する。
- クロマトグラム例を使用して、積分を設定する。
- 化合物同定を設定する。
- UV 化合物確認を設定する。
- UV 純度を設定する。
- スペクトル処理を設定する。

注

このエクササイズを行うには、スペクトル取込が可能な検出器 (DAD もしくは FLD)、および UV スペクトル取込ライセンスが必要です。

このエクササイズの前半で作成したメソッドを使用して、シングルサンプルの情報を入力して分析し、クロマトグラム例を生成します。完成したメソッドを使用して、サンプルグループの入力と分析を行い、化合物を同定できます。

以降のページのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。



作業を始める前に

メソッドの設定について、79 ページの「メソッドの設定」を読んでおいてください。


タスク 1: メソッドテンプレートを作成して化合物の同定だけを実行する

ステップ

詳しい手順

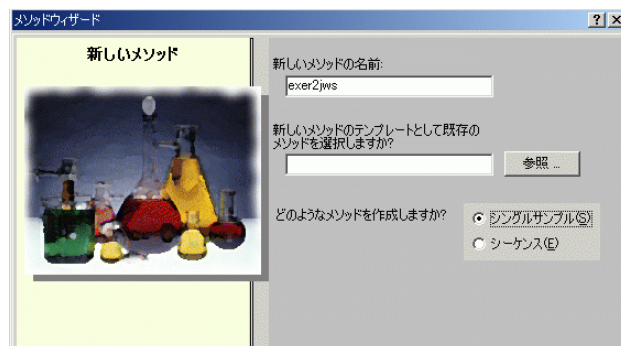
- 1 シングルサンプルの新しいメソッドテンプレートを作成します。

メソッドテンプレートに *exer4iii* という名前を付けます。*iii* にはユーザーのイニシャルを入力します。

- b [ファイル] → [新規] → [メソッド] の順に選択するか、 をクリックして [メソッド] を選択します。

メソッドウィザードが表示されます。

- c [メソッド名] ボックスに「exer4」と入力します。
d [シングルサンプル] を選択します。



- e [次へ] をクリックして、メソッドウィザードの [装置] パネルを表示します。

上級エクササイズ #4 シングルサンプルのメソッドを設定して、スペクトルを取り込み、利用する

ステップ

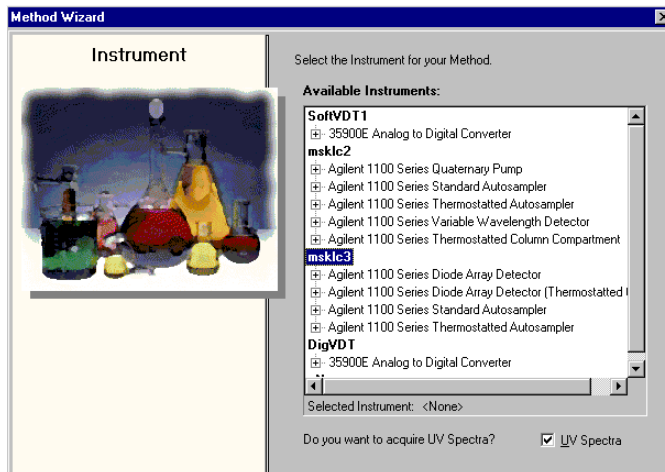
詳しい手順

2 メソッドの装置を選択します。

DAD もしくは FLD を装備した装置を選択してください。

a [装置] パネルで、サンプルを分析する装置を選択します。

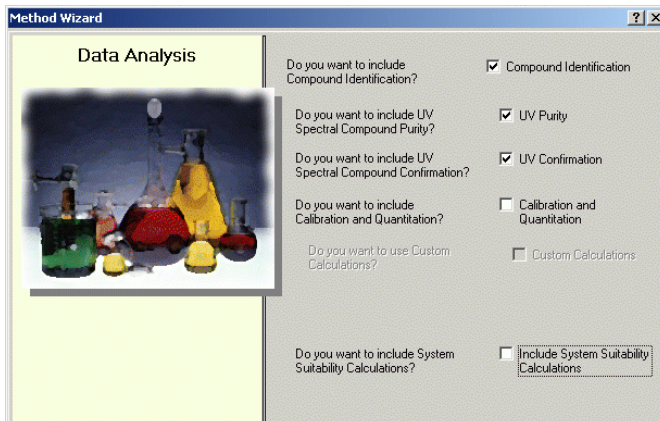
b [UV スペクトル] チェックボックスをオンにします。



c [次へ] をクリックして、[データ解析] パネルを表示します。

3 化合物同定、UV 純度、および UV 確認を行います。

a [データ解析] パネルで、[化合物同定]、[UV 純度]、[UV 確認] ボックスをオンにし、[キャリブレーションおよび定量]、[システムスータビリティの計算を含む] のチェックボックスをオフにします。



b [次へ] をクリックして、[同定] パネルを表示します。

上級エクササイズ #4 シングルサンプルのメソッドを設定して、スペクトルを取り込み、利用する

ステップ	詳しい手順
<p>4 メソッドテンプレートの設定を完了します。</p> <p>メソッドウィザードの [化合物同定] パネルのチェックボックスをすべてオフにします。</p>	<p>a [次へ] をクリックし、[完了] ボタンをクリックします。</p> <p>b [変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されたら、[保存] をクリックします。</p>

タスク 2: 平衡化を行う装置の状態を入力する

ステップ

詳しい手順

1 ポンプのパラメータを入力します。

溶媒 B がメタノールの場合

- 流量 :2ml/min
- 溶媒組成 :80%MeOH/20%H₂O
- 停止時間 :5min

溶媒 B がアセトニトリルの場合

- 流量 :1.5ml/min
- 溶媒組成 :65%ACN/35%H₂O
- 停止時間 :5min

- 選択ツリーで、*exer4iii* メソッドフォルダを展開します。
- [装置のセットアップ] フォルダを展開し、[クォータナリポンプ] または [バイナリポンプ] を選択します。
- [流量] に 2 を入力します。
- [溶媒] で、[B] チェックボックスをオンにして、[%] ボックスに 80 を入力します。
溶媒 A のパーセントが自動的に 20% に設定されます。
- [停止時間] で、[min] オプションを選択して 5 を入力します。

2 オートサンプラの注入容量と停止時間を入力します。

- 注入容量 :1μL
- 停止時間 :ポンプと同期

- 選択ツリーで、ALS フォルダを選択します。
- [Aux & 時間] タブをクリックします。
- [停止時間] で、[ポンプと同期] オプションを選択します。
- [セットアップ] タブをクリックし、[標準注入] を選択します。
- [注入容量] に 1 μL を入力します。

ステップ

詳しい手順

3 停止時間がすべての装置モジュールで同じであることを確認します。

停止時間：ポンプ / インジェクタと同期

- a 選択ツリーで、DAD もしくは FLD フォルダを選択します。
- b [停止時間] で [ポンプ / インジェクタと同期] を選択します。
- c 選択ツリーで、TCC フォルダを選択します。
- d [停止時間] で [ポンプ / インジェクタと同期] を選択します。

4 スペクトル取込パラメータを設定する。

シグナル

- A: 254 nm, Bw: 4 nm
- リファレンス : 400 nm, Bw: 100 nm

スペクトル

- 保存 : すべて
- 範囲 : 190 nm
- ~ 450 nm
- 刻み : 2 nm

- a 選択ツリーで、[DAD] もしくは [FLD] フォルダを選択します。
- b [シグナル] の中の [シグナル A] の [保存] チェックボックスをオンにし、[サンプル] の波長を 254 nm に、[Bw] を 10 に設定します。
- c [オン / オフ] チェックボックスをオンにし、[リファレンス] の波長を 400 に、[Bw] を 100 に設定します。
- d [スペクトル] では、[すべて] のスペクトルを保存することを選択し、[範囲] を 190 ~ 450 nm に、[ステップ] の大きさを 2 に設定します。

タスク 3: メソッドの変更を保存して監査する

ステップ


詳しい手順

1 メソッドを保存します。

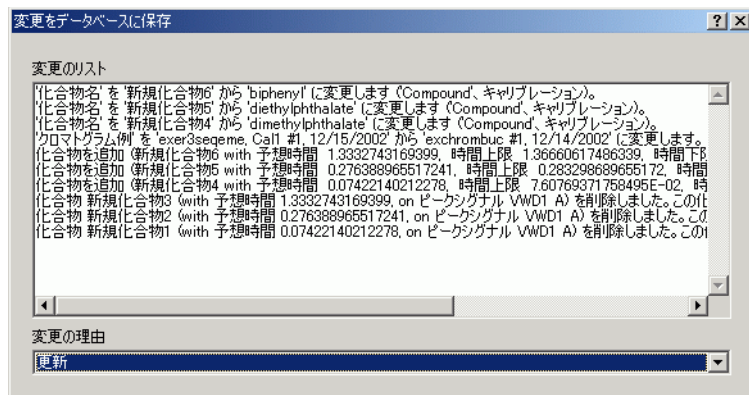
メソッドを保存したら、そのメソッドを使用してクロマトグラム例を生成できます。

21 ページの「基本エクササイズ #2a シングルサンプルを分析してクロマトグラム例を生成する」を参照してください。

クロマトグラム例を生成したら、タスク 4 に進んでください。

a [標準] ツールバーで、 をクリックします。

[変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されます。



b [変更のリスト] の内容を確認します。

c [変更の理由] には、理由を入力するかリストから理由を選択します。

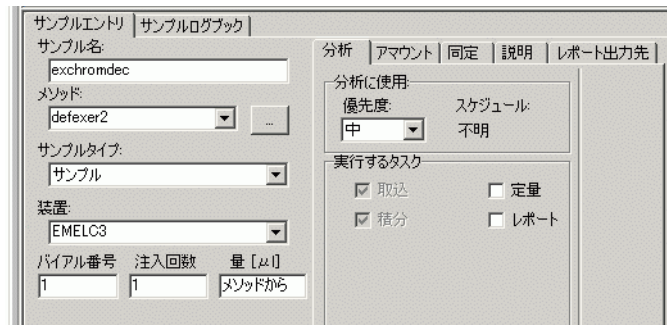
d [保存] ボタンをクリックします。


[変更をデータベースに保存] ダイアログボックスを表示するには、Cerity 管理者によって監査が設定されていることが必要です。Cerity 管理者はダイアログボックスに理由を提供し、ユーザーに電子署名の入力を求めます。

タスク 4: シングルサンプルを入力して分析する

ステップ	詳しい手順
1 装置ビューを表示して、シングルサンプルのサンプルテーブルを表示します。	<p>a [現在のビュー] リストから [装置] を選択します。</p> <p>b クロマトグラム例を生成する装置のフォルダを展開します。</p> <p>c [シングルサンプル] を選択します。</p> <p>サンプルテーブルとサンプルエントリパネルがワークスペースに表示されます。</p>
2 サンプルに次の情報を入力します。 <ul style="list-style-type: none"> サンプルに <i>exchrom3Diii</i> という名前を付けます。iii にはユーザーのイニシャルを入力します。 [<i>exer4iii</i>] を選択します。 無希釈のアイソクラティック標準を含むバイアルを選択します。 	<p>a [サンプル名] ボックスに「<i>exchrom3Diii</i>」と入力します。</p> <p>b [メソッド] リストからメソッドを選択します。</p> <p>メソッドと関連する装置が [装置] ボックスに表示されます。</p> <p>c [サンプル形式] リストから [サンプル] を選択します。</p> <p>d [バイアル番号] ボックスにサンプルのバイアル番号を入力します。</p> <p>e [適用] をクリックして、サンプルテーブルに入力したサンプル情報を確定します。</p> <p>他のすべてのパラメータには、デフォルト値を使用します。</p>

- 3 分析で実行する作業を入力します。
- a [定量] と [レポート] チェックボックスをオフにします。




- 4 サンプル情報を保存します。
- a [標準] ツールバーで、 をクリックします。
- [変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されます。
- b [変更のリスト] の内容を確認します。
- c [変更の理由] には、理由を入力するかリストから理由を選択します。
- d 必要に応じて、電子署名を入力します。
- e [保存] ボタンをクリックします。

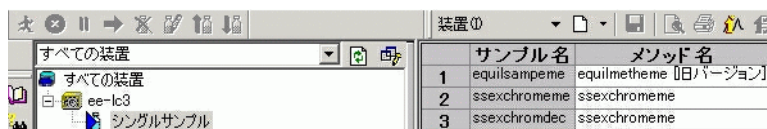
ステップ

詳しい手順

5 サンプルを分析します。

- a 選択ツリーで装置フォルダを展開します。
- b [シングルサンプル] を選択します。
- c サンプルとして *exchromiii* を選択します。

[ツール] ツールバーの [分析] ボタン  が有効になります。



- d [分析] ボタンをクリックします。
サンプルビューからサンプルを分析することもできます。

6 シグナルをモニタしてサンプルのステータスを追跡します。

- a 選択ツリーで装置を選択します。
- b [オンラインプロット] タブをクリックして、シグナルを表示します。
必要に応じて、軸を変更します。

詳しい手順については、21 ページの「基本エクササイズ #2a シングルサンプルを分析して クロマトグラム例を生成する」を参照してください。

7 サンプル結果をレビューして、4つのピークすべてが積分されたことを確認します。

- a [現在のビュー] リストから [結果] を選択します。
- b [クエリー] リストから [MySamplesRunLast24h] を選択します。
- c [サンプル] フォルダを展開します。
- d *exchrom3Diii* フォルダを展開します。
- e *exchrom3Diii* #1 注入を選択します。
- f クロマトグラムと結果が表示されます。


タスク 5: クロマトグラム例を選択して、積分を設定する

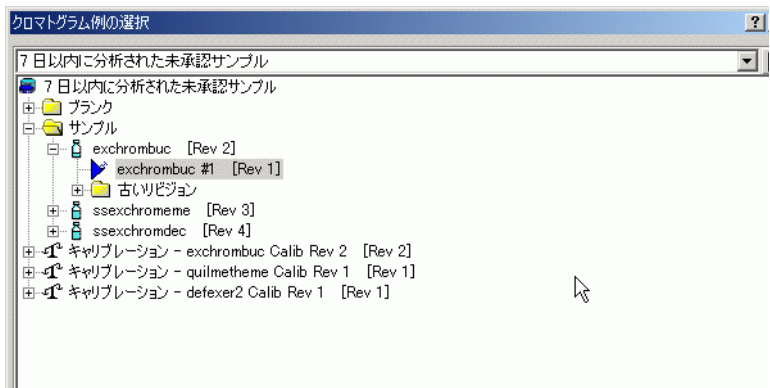
ステップ

詳しい手順

1 クロマトグラム例を選択します。

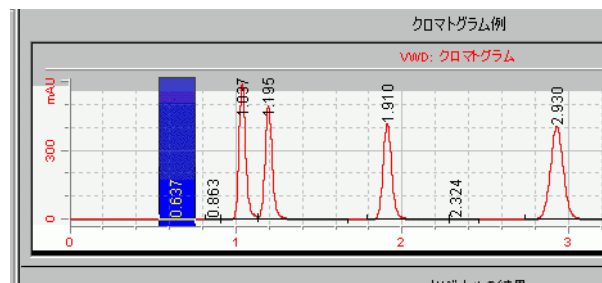
積分と同定の設定にはクロマトグラム例は必ずしも必要ではありませんが、クロマトグラム例の使用をお勧めします。

- a 必要に応じて、選択ツリーで `exer4` メソッドフォルダを展開します。
- b [データ解析] フォルダを展開します。
- c [クロマトグラム例] を選択します。
- d [ツール] ツールバーで  をクリックします。




- e [サンプル] フォルダを展開します。
- f `exchrom3Diii` フォルダを展開します。
- g サンプル名と注入番号を選択します。
- h [選択] ボタンをクリックします。

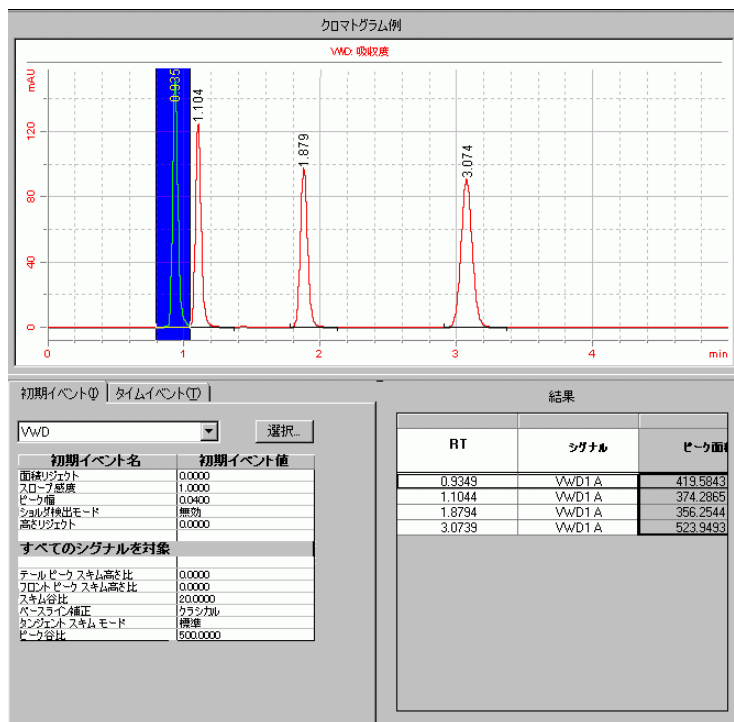
クロマトグラム例がワークスペースに表示されます。



ステップ

詳しい手順

- 2 積分ピークが4箇所だけ存在するように初期イベント値を変更します。
- a 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [積分] を選択します。クロマトグラム例と積分イベントテーブルが表示されます。
 - b [高さリジェクト] のイベント値を 1 に変更します。または、4つのメインピークを積分する最小値に変更します。
 - c [アクション] ツールバーの  をクリックします。



タスク 6: 化合物同定を設定する

ステップ

詳しい手順


1 次の化合物に対して、化合物同定テーブルを設定します。

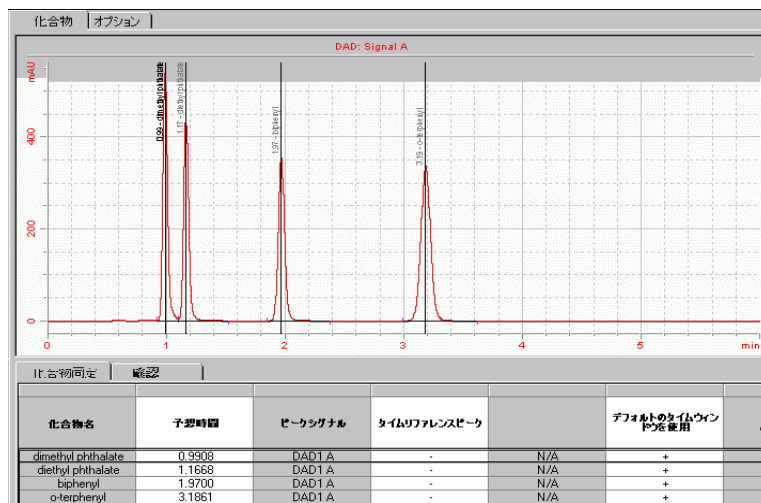
RT=0.9 ~ 1.1、フタル酸ジメチル

RT=1.1 ~ 1.2、フタル酸ジエチル

RT=1.8 ~ 2.1、ビフェニル

RT=3 ~ 3.2、o-テルフェニル

- a 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [同定] を選択します。
- b [ツール] ツールバーで、 をクリックします。
ピークが、New CompoundN という名前で化合物テーブルに表示されます。N は 1 ~ 4 の数字です。
- c [化合物名] で、最初のセルを選択し、フタル酸ジメチルを入力します。
セルを選択したら、名前を入力します。前の名前は上書きされません。
- d [化合物名] で、2 番目のセルを選択し、フタル酸ジエチルを入力します。
- e [化合物名] で、3 番目のセルを選択し、ビフェニルを入力します。
- f [化合物名] で、4 番目のセルを選択し、「o-テルフェニル」と入力します。



タスク 7: UV スペクトル化合物確認を設定する

ステップ

詳しい手順

- 1 全化合物に対して、UV スペクトル化合物確認を設定します。
 - a [同定] のワークスペースで、[確認] タブをクリックします。
 - b [確認] テーブルの 1 行目を選択します。
 - c テーブルの下のパネルで、[UV スペクトル化合物確認を使用] チェックボックスをオンにします。
 - d テーブルの下のパネルで、[デフォルトのオプションを使用] チェックボックスをオンにします。
 - e [確認] テーブルの別の行を選択して、化合物ごとに手順 (c)、(d) を繰り返します。

これらのチェックボックスをオンにすると、[確認] テーブルの [UV スペクトル化合物確認を使用] の列と [デフォルトを使用する] の列に「+」記号が入力されることに注意してください。

化合物同定		確認				
化合物名	予想時間	ピークシグナル	UV スペクトルによる化合物確認を使用	デフォルトを使用	バックグラウンド補正	マニュアル
新規化合物1	0.9908	DAD1 A	+	+	Automatic	
新規化合物2	1.1668	DAD1 A	+	+	Automatic	
新規化合物3	1.9700	DAD1 A	+	+	Automatic	
新規化合物5	3.1861	DAD1 A	+	+	Automatic	

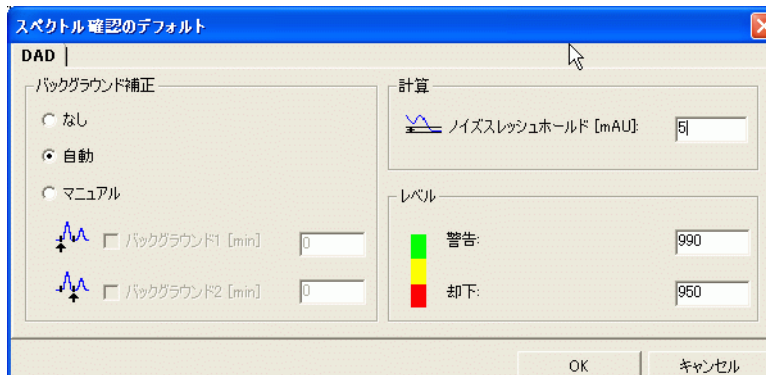
UV スペクトル化合物確認を使用
 デフォルトのオプションを使用 ...

ステップ

詳しい手順



2 デフォルトの UV スペクトル化合物確認オプションを設定する

- a [確認] テーブルの下のパネルで、[デフォルトのオプションを使用] チェックボックスの右にある [...] ボタンをクリックします。
[スペクトル確認のデフォルト] ダイアログボックスが表示されます。



- b [バックグラウンド補正] グループの中で、[自動] オプションを選択します。
c [計算] グループの中で、[ノイズレッシュホールド] を 5 mAU に設定します。
d [レベル] はデフォルト値のままにします。

3 確認用のリファレンスペクトルを選択する

- a [標準] ツールバーで、 をクリックします。
選択した化合物用の [化合物リファレンスペクトルの選択] ダイアログボックスが表示されます。
b 選択ツリーで、*exchrom3Diii* フォルダを展開します。
c サンプル名と注入番号を選択します。
d [標準] ツールバーで、 をクリックします。
e サンプルクロマトグラム上で、選択した化合物のピークを選択します。
スペクトルウィンドウに、選択した化合物の頂点スペクトルが表示されます。
f [化合物] のドロップダウンリストから、次の化合物を選択します。
g 選択した化合物のピークを選択します。
h 残りの化合物すべてについて、(f)、(g) を繰り返します。
i [化合物リファレンスペクトルの選択] ダイアログボックスを閉じます。

タスク 8: UV 純度の設定

ステップ

詳しい手順

1 スペクトル処理のパラメータを設定する。

- 波長範囲を設定する。
- バックグラウンド補正を設定する。
- ピークスペクトルを設定する。
- 計算を設定する。
- レベルを設定する。

- a 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [同定] を選択します。ワークスペースに UV 純度オプションのパネルが表示されます。

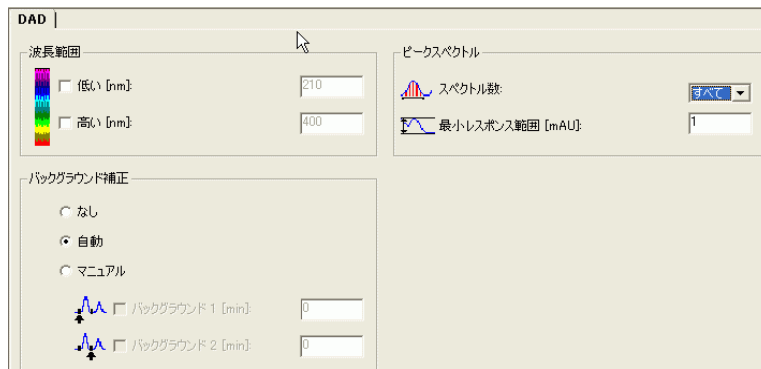
- b [波長範囲] グループ中の、[低] チェックボックスをオンにし、隣のフィールドに 220 を入力します。
- c [バックグラウンド補正] グループ中の、[自動] オプションを選択します。
- d [ピークスペクトル] グループ中の、[スペクトルの数] を 7 に設定します。[最小レスポンス範囲] はデフォルト値のままにしておきます。
- e [計算] グループ中の、[ノイズスレッショールド] を 5 mAU に設定します。
- f [レベル] はデフォルト値のままにします。

タスク 9: スペクトル処理を設定する

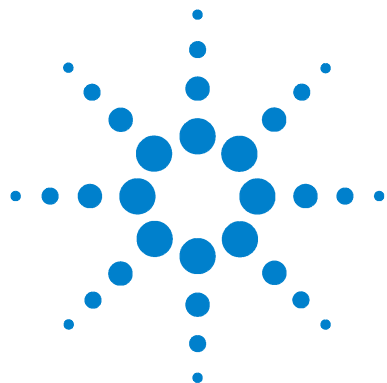
ステップ

詳しい手順

- 1 UV 純度パラメータを設定する。
 - 波長範囲を設定する。
 - バックグラウンド補正を設定する。
 - ピークスペクトルを設定する。
- a 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [スペクトルの処理] を選択します。
ワークスペースにスペクトルの処理オプションのパネルが表示されます。



- b [波長範囲] グループ中のチェックボックスは、どちらもオフにします。
これにより、全波長範囲が表示されることが保証されます。
- c [バックグラウンド補正] グループ中の、[自動] オプションを選択します。
- d [ピークスペクトル] グループ中の、[スペクトルの数] を [すべて] に設定します。[最小レスポンス範囲] はデフォルト値のままにしておきます。



上級エクササイズ #5 シーケンスにマルチレベルキャリブレーションメソッドを設定する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- 既存のメソッドを使用して、シーケンスで使用する新しいメソッドテンプレートを作成する。
- マルチレベルの総キャリブレーション、および ESTD 定量を含める。
- 可変化合物アmountでキャリブレーションと定量を設定し、2 つのレベルを持つキャリブレーションテーブルを作成する。
- システムサンプル変数を設定する。
- 総キャリブレーションのシーケンステンプレートを設定する。
- シングル標準注入レポート用の新しいレポートテンプレートを選択する。

シーケンステンプレートについては、**101** ページの「**基本エクササイズ #3** シーケンスにシングルレベルキャリブレーションメソッドを設定する」を参照してください。

このメソッドは、**51** ページの「**上級エクササイズ #4a** シーケンスを実行して、マルチレベルキャリブレーションで化合物を定量する」と **61** ページの「**上級エクササイズ #4b** メソッドのサンプル変数を変更し、再解析する」で使用できます。


本エクササイズのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。



作業を始める前に

メソッドの設定について、79 ページの「メソッドの設定」を読んでおいてください。

タスク 1: メソッドをコピーして、シーケンスで使用する新規メソッドテンプレートを作成する

ステップ	詳しい手順
<p>1 メソッドをコピーして新しいテンプレートを作成します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • <code>exer3iii</code> または <code>defexer3</code> をコピーします。 • メソッドテンプレートに <code>exer4iii</code> という名前を付けます。 <code>iii</code> にはユーザーのイニシャルを入力します。 • [化合物テーブル] パネルが表示されるまで何も変更しないでください。 <p>メソッドウィザードのパネルには、エクササイズ 3 でのメソッドの選択が設定されています。</p>	<p>a [ファイル] → [新規] → [メソッド] の順に選択するか、 をクリックして [メソッド] を選択します。メソッドウィザードが表示されます。</p> <p>b [新しいメソッド] パネルで、[参照] ボタンをクリックし、<code>exer3iii</code> または <code>defexer3</code> を選択します。</p> <p>c [新しいメソッドの名前:] ボックスに「<code>exer4iii</code>」と入力します。</p> <div data-bbox="535 664 1253 1029" style="border: 1px solid gray; padding: 5px;"> </div> <p>d [化合物テーブル] パネルが表示されるまで [次へ] をクリックします。</p>

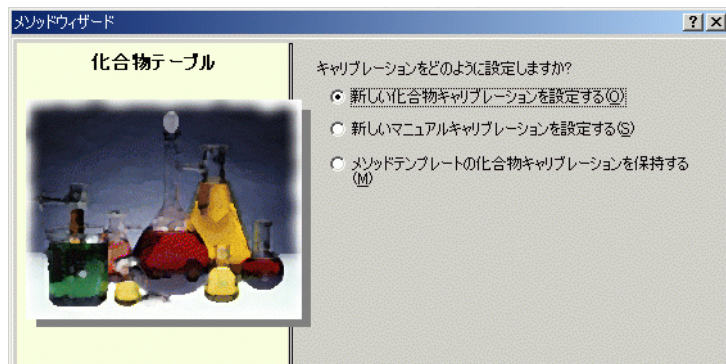
ステップ

詳しい手順

2 [化合物テーブル] パネルを設定します。

マルチレベルキャリブレーションを設定するには、新しいキャリブレーションテーブルを設定します。

a [化合物テーブル] パネルで、[新しい化合物キャリブレーションを設定する] を選択します。



b [キャリブレーション] パネルが表示されるまで [次へ] をクリックします。

ステップ

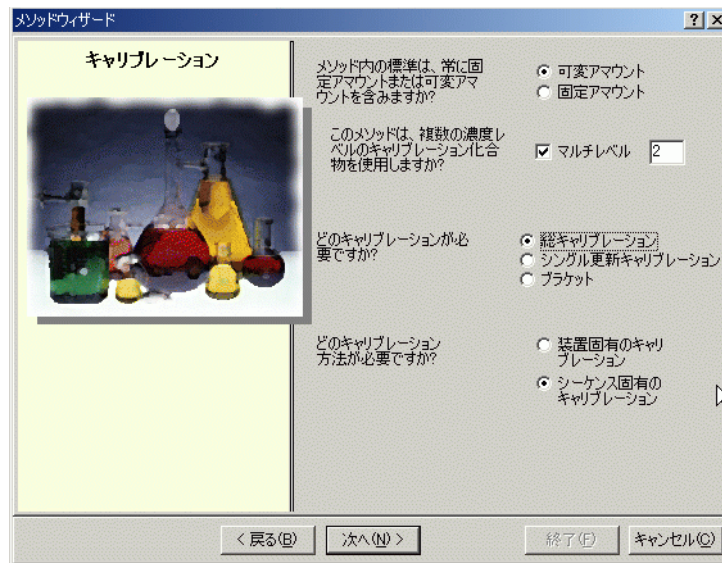
詳しい手順

3 [キャリブレーション]パネルを設定します。

次の項目を設定します。

- マルチレベルキャリブレーション (2つのレベル)
- 可変化合物アmount
- 総キャリブレーション
- シーケンス固有のキャリブレーション

- a [可変アmount] を選択します。
 b [マルチレベル] チェックボックスをオンにし、2 を入力します。
 c [総キャリブレーション] を選択します。



- d [新しいメソッドのレビュー] パネルが表示されるまで [次へ] をクリックします。

4 新しいメソッドテンプレートをレビューします。

- a [新しいメソッドのレビュー] パネルで、[メソッドウィザードの設定] をレビューします。
 b [完了] ボタンをクリックして、新しいメソッドを保存します。
 c すべての変更をデータベースに保存します。必要に応じて、理由を入力します。

タスク 2: クロマトグラム例と化合物同定の設定

ステップ

詳しい手順


1 クロマトグラム例を選択します。

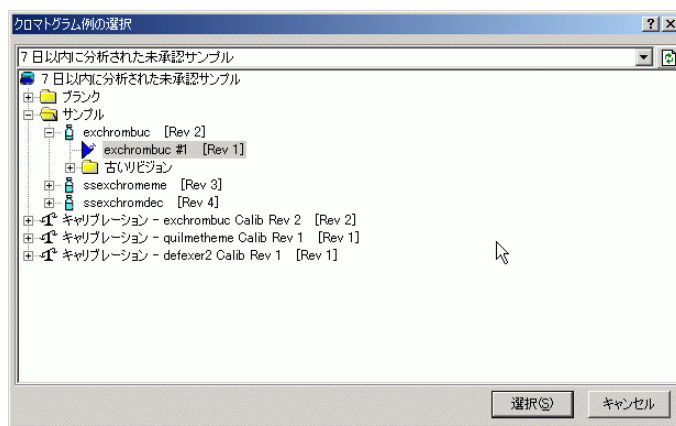
「基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する」と「基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する」で作成したクロマトグラム例を使用します。

または、defexchr2a を使用します。このクロマトグラムを使用する場合は、VWD 検出器が装備された装置を用意します。

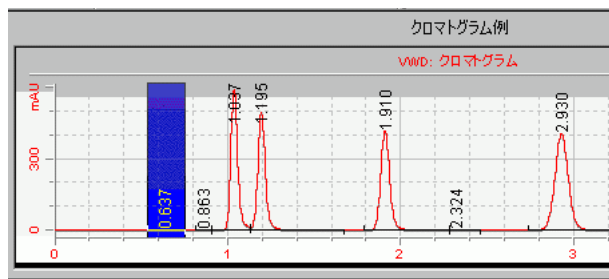
選択するクロマトグラムのサンプルが表示されない場合は、他のクエリーを選択します。

ヒント：defexchr2a は、復元された結果です。


- a 選択ツリーで、新しいメソッドテンプレート `exer4iii` を展開します。
- b [データ解析] フォルダを展開し、[クロマトグラム例] を選択します。
- c [ツール] ツールバーで  をクリックします。
[クロマトグラム例の選択] ダイアログボックスが表示されます。

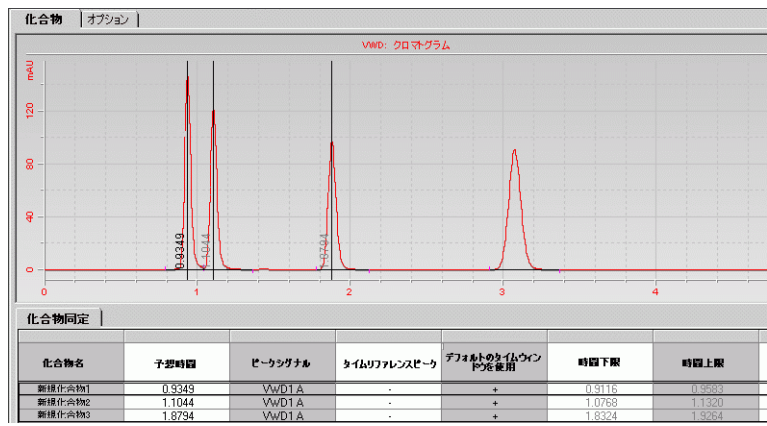


- d 新しいメソッドのクロマトグラム例が設定された解析から注入を選択します。サンプルフォルダに `defexchrom2a` が表示されない場合は、クエリー `AllResultsRestored` を選択します。
- e [選択] ボタンをクリックします。
クロマトグラム例がワークスペースに表示されます。



積分パラメータはエクササイズ 3 のメソッドで使用されているものです。積分を設定する必要はありません。

ステップ	詳しい手順
<p>2 次の化合物に対して、化合物テーブルを設定します。</p> <p>RT=0.9 ~ 1.1min、フタル酸ジメチル</p> <p>RT=1.1 ~ 1.3min、フタル酸ジエチル</p> <p>RT=1.8 ~ 2.0min、ビフェニル</p> <p>4 番目のピークは同定しないでください。他のエクササイズで、このピークを、リテンションタイムでは同定されない未設定の不純物として設定します。</p>	<p>a 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [同定] を選択します。</p> <p>b [ツール] ツールバーで、 をクリックします。</p> <p>ピークは、New Compound 1 ~ 4 という名前で化合物テーブルに表示されます。</p> <p>c [化合物名] で、最初のセルを選択し、フタル酸ジメチルを入力します。</p> <p>セルを選択したら、名前を入力します。前の名前は上書きされます。</p> <p>d [化合物名] で、2 番目のセルを選択し、フタル酸ジエチルを入力します。</p> <p>e [化合物名] で、3 番目のセルを選択し、ビフェニルを入力します。</p> <p>f [化合物名] で、4 番目のセルを右クリックします。</p> <p>g [化合物の削除] を選択します。</p> <p>[同定] ワークスペースで、3 つの同定されたピークと 1 つの同定されていないピークを確認します。</p>



タスク 3: キャリブレーションと定量の設定

ステップ

詳しい手順

1 フタル酸ジメチルとビフェニルのキャリブレーションを設定します。

フタル酸ジメチルのデフォルトアマウントは、次のとおりです。

- レベル 1 - 10µg
- レベル 2 - 40µg

ビフェニルのデフォルトアマウントは、次のとおりです。

- レベル 1 - 15µg
- レベル 2 - 60µg

可変化合物アマウントでメソッドを設定する場合、標準化合物の実際の重量（物質質量）をサンプルエントリに入力します。

- 選択ツリーで、[データ解析] の下にある [キャリブレーション] を選択します。
- 化合物テーブルで、フタル酸ジメチルを選択します。
- [オプション] シートで、[デフォルトのアマウントを使用] セルをクリックし、[+] を選択します。
このように選択した場合、各レベルで [計量アマウント] セルに入力するアマウントが [サンプルエントリ] の [アマウント] に表示されます。
- レベル 1 の場合、[計量アマウント] ボックスに 10 を入力し、[アマウントの単位] ボックスに µg を入力します。
- レベル 2 の場合、[計量アマウント] ボックスに 40 を入力します。
- ビフェニルについては、ステップ c ~ e を繰り返します。

化合物 | デフォルトの検量線 |

化合物名	レベル ID	予想時間	計量アマウント	デフォルトのアマウントを使用	アマウント
dime th yph th alate	1	0.2512	10.0000	+	µg
dime th yph th alate	2		40.0000		
die th yph th alate	1	0.7512	0.0000	-	
die th yph th alate	2		0.0000		
biphenyl	1	1.2512	15.0000	+	µg
biphenyl	2		60.0000		

オプション | 検量線 |

化合物名:

レベル ID	計量アマウント	デフォルトのアマウントを使用	アマウントの単位	アマウント下限	下
1	15.0000	+	µg	14.2500	
2	60.0000			57.0000	

ステップ

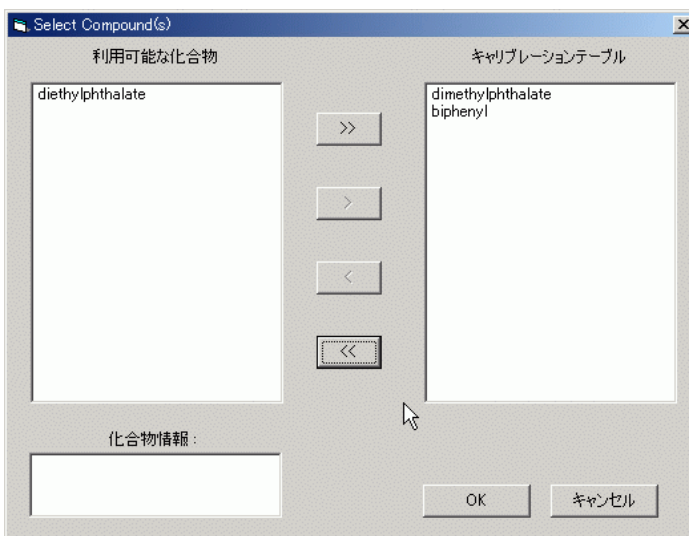
詳しい手順

2 キャリブレーションテーブルからフタル酸ジエチルを削除します。

化合物同定テーブルにあるすべての化合物がキャリブレーションテーブルに自動的に追加されています。

このステップでは、フタル酸ジエチルを削除して、キャリブレーションされていない化合物として定量します。キャリブレーションされていない化合物は、別の化合物のレスポンスファクタに基づいて定量されます。

- a キャリブレーションテーブルの任意の場所を右クリックし、ショートカットメニューから [化合物の削除] を選択します。
[化合物を選択] ダイアログボックスが表示されます。
- b [キャリブレーションテーブル] リストで、フタル酸ジエチルを選択します。
- c [<] ボタンをクリックしてフタル酸ジエチルを [利用可能な化合物] リストに追加します。
- d [OK] ボタンをクリックします。



3 エクササイズ3と同じように定量を設定します。

110 ページの「タスク 5: 4 つのピークすべてに定量を設定する」を参照してください。

タスク 4: システムサンプル変数を設定する。

ステップ	詳しい手順
<p>1 「希釈率」と呼ばれる乗数を設定します。 デフォルト値 5 を使用します。</p>	<p>a 選択ツリーで、[サンプル変数] を選択します。 b [希釈率] セルをダブルクリックし、「Factor」という単語を追加します。 c デフォルト値 5 を入力します。</p>
<p>2 「補正ファクタ」と呼ばれる除数を設定します。 デフォルト値 2 を使用します。</p>	<p>a [除数] セルをクリックし、「Correction Factor」という名前を入力します。 b デフォルト値 2 を入力します。</p>

システム定義のサンプル変数 - サンプルエントリでユーザーによって設定され、定量で使用されます

	変数ID	表示名	デフォルト値
1	Multiplier_1	Multiplier	1
2	Multiplier_2	Dilution Factor	5
3	Multiplier_3	Purity	1
4	Multiplier_4		1
5	Multiplier_5		1
6	Divider_1	Correction Factor	2
7	Divider_2		1
8	Divider_3		1

タスク 5: シーケンステンプレートを編集する

ステップ	詳しい手順
1 テンプレートを次のように編集します。 <ul style="list-style-type: none"> • 2つのキャリブレーション標準 (レベル 1、2) • 2つのサンプル • 2つのキャリブレーション標準 • 2つのサンプル • 2つのキャリブレーション標準 	シーケンステンプレートには、エクササイズ 3 のメソッドに関する情報は保持されていますが、キャリブレーション標準は同定されません。 <ul style="list-style-type: none"> a 選択ツリーで、[シーケンステンプレート] を選択します。 b サンプルテーブルで、行 1 にキャリブレーション標準を選択します。 c [サンプル形式] リストから [キャリブレーション標準] を選択します。 d 別の行に移動するか、[適用] ボタンをクリックします。 e 次の 2 つの標準に対して、ステップ b ~ d を繰り返します。 f 最初の行で標準を選択します。 g ツールバーの [挿入] ボタンをクリックします。 h 2 番目の標準の [サンプル名] を Cal2 に変更します。 i [バイアル番号] に 3、[キャリブレーションレベル] に 2 を設定します。 j [適用] をクリックします。 k 次の 2 つの標準に対して、ステップ g ~ j を繰り返します。 l 最後の 2 つのサンプル行を選択し、[削除] ボタンをクリックします。
注	
[データ解析] でキャリブレーションを設定していない場合、シーケンステンプレートにキャリブレーション標準を設定したり、編集することはできません。	
2 最初のサンプル Sample 1_2 が即座に定量されるように設定します。	<ul style="list-style-type: none"> a [すぐに定量] にある Sample 1_2 のセルをダブルクリックします。 b 表示された [はい] をダブルクリックします。

このように設定した場合、Sample 1_2 はキャリブレーション標準の最初のセットを使用して定量されます。また、Sample 1_2 は、ほかのサンプルとともに、すべてのキャリブレーション標準の平均値を使用して後で定量されます。

	サンプル名	サンプル形式	キャリブレーションレベル	すぐに定量	ユーザー定義グループ
1	cal1	キャリブレーション	1	いいえ	
2	cal2	キャリブレーション	2	いいえ	
3	sample 1_2	サンプル		はい	
4	sample 1_4	サンプル		いいえ	
5	cal1	キャリブレーション	1	いいえ	
6	cal2	キャリブレーション	2	いいえ	
7	sample 1_2	サンプル		いいえ	
8	sample 1_4	サンプル		いいえ	
9	cal1	キャリブレーション	1	いいえ	

上級エクササイズ #5 シーケンスにマルチレベルキャリブレーションメソッドを設定する

ステップ

詳しい手順

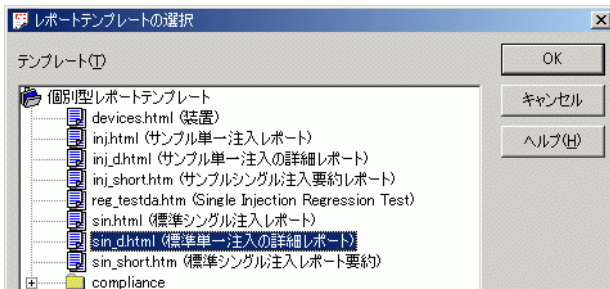
- 3 すべての標準に対して、デフォルトの化合物アマウントを使用します。
- a [サンプルエントリ] パネルの [アマウント] タブをクリックします。
- b 各キャリブレーション標準に対して、次の作業を行います。
- シーケンステーブルで標準を選択します。
 - [化合物アマウント] で、フタル酸ジメチルとビフェニルの [使用] チェックボックスをオンにします。

	サンプル名	サンプル形式	キャリブレーションレベル	すぐに定量	ユーザー定義サンプルグループ	バイ番号
1	cal1	キャリブレーション	1	いいえ		2
2	cal2	キャリブレーション	2	いいえ		3
3	sample 1_2	サンプル		はい		5
4	sample 1_4	サンプル		いいえ		9
5	cal1	キャリブレーション	1	いいえ		2
6	cal2	キャリブレーション	2	いいえ		3
7	sample 1_2	サンプル		いいえ		5
8	sample 1_4	サンプル		いいえ		9
9	cal1	キャリブレーション	1	いいえ		2
10	cal2	キャリブレーション	2	いいえ		3
11						

サンプル名		分析		化合物アマウント	
cal2		アマウント 同定 説明			
サンプル形式	キャリブレーション用の標準サンプル	サンプル変数		使用	名前
ユーザー定義サンプルグループ		サンプルアマウント	0	<input checked="" type="checkbox"/>	dimethylphthalate [μg]
バイアル番号	3	サンプルアマウント	mg/ml	<input checked="" type="checkbox"/>	biphenyl [μg]
注入回数	1	Multiplier	1	<input type="checkbox"/>	diethylphthalate
量 [μl]	メソッドから	Dilution Factor	5		0
		Purity	1		
		Correction Fac	2		

タスク 6: レポートに使用する新しいレポートテンプレートを選択する

ステップ	詳しい手順
1 シングル標準注入レポートに使用するレポートテンプレートを選択します。	<p>a 選択ツリーで、[レポート] を選択します。</p> <p>b [レポート] テーブルで、標準シングル注入レポート形式を選択します。</p> <p>c [テンプレートの選択] をクリックします。 [レポートテンプレートの選択] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>d [レポートテンプレートの選択] ダイアログボックスで、[標準シングル注入の詳細レポート] のテンプレートを選択します。</p> <p>e [OK] をクリックします。</p>




2 次のレポート形式を選択して、印刷します。	<p>a [マルチ注入サマリグループ] レポートの [印刷] セルをダブルクリックし、[はい] を [いいえ] に変更します。</p> <p>b [キャリブレーション標準グループ] レポートに対して、ステップ a を繰り返して、[はい] を [いいえ] に変更します。</p>
------------------------	--

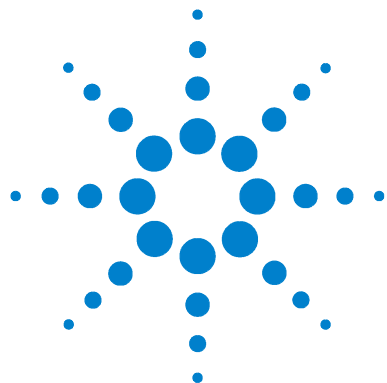
- サンプルシングル注入
- 標準シングル注入
- シーケンス

印刷	レポートタイプ	レポートテンプレート
はい	サンプルシングル注入	exer5injdec.htm
はい	標準サンプルシングル注入	Sin_short.htm
はい	マルチ注入サマリグループ	Smp_short.htm
いいえ	キャリブレーション用の標準サンプルグループ	Cal_short.htm
いいえ	QC サンプルグループ	QC_short.htm
はい	サンプルグループ	exer5sgdec.htm
いいえ	ユーザー定義のサンプルグループ	Sum_short.htm
はい	シーケンス	Seq_short.htm
いいえ	カスタムレポート 1	Composite_1.xml
いいえ	カスタムレポート 2	Composite_2.xml
いいえ	カスタムレポート 3	Composite_3.xml

テンプレートの選択(S)... テンプレートの編集(E)...

3 メソッドを保存します。	a [標準] ツールバーで、  をクリックします。必要に応じて、変更理由と電子署名を入力します。
---------------	---

上級エクササイズ #5 シーケンスにマルチレベルキャリブレーションメソッドを設定する



上級エクササイズ #6 シーケンスを使用して不純物を定量 するメソッドを設定する

このエクササイズでは、一連のタスクによって次のことを習得します。

- シーケンスで使用するメソッドに、カスタム計算、ノイズ計算、およびシステムスタビリティの計算を定義する。
- メソッドに、ブラケットキャリブレーションと ISTD 定量を定義する。
- カスタム計算を設定して、マルチ注入に対してシーケンスの全サンプルに含まれる不純物の平均パーセント値を求める。
- カスタム計算とシステムスタビリティ計算のリミット値を設定する。
- ブラケット、マルチ注入、および S/N 計算のブランク分析に、シーケンステンプレートを設定する。
- 結果ビューのレイアウトを設定して、カスタム計算とシステムスタビリティ計算の結果を表示する。
- サンプルグループレポートのレポートテンプレートを編集して、カスタム計算とシステムスタビリティ計算を定義する。

このメソッドは、69 ページの「[上級エクササイズ #5a シーケンスを分析して不純物を 定量する](#)」と 75 ページの「[上級エクササイズ #5b 別のメソッドを使用して再解析する](#)」で使用できます。

本エクササイズのタスクでは、「詳しい手順」を見る前に、左の欄の「ステップ」を実行してみてください。詳細な説明が必要な場合は、右の欄の「詳しい手順」を参照してください。




上級エクササイズ #6 シーケンスを使用して不純物を定量するメソッドを設定する

作業を始める前に

メソッドの設定について、79 ページの「メソッドの設定」を読んでおいてください。

タスク 1: メソッドをコピーして、シーケンスで使用する新規メソッドテンプレートを作成する

ステップ	詳しい手順
<p>1 メソッドをコピーして新しいテンプレートを作成します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • <code>exer4iii</code> または <code>defexer4iii</code> をコピーします。エクササイズ 4 の元のメソッド、またはエクササイズ 4b で変更されたメソッドを使用できます。 • メソッドテンプレートに <code>exer5iii</code> という名前を付けます。iii にはユーザーのイニシャルを入力します。 <p>メソッドウィザードのパネルには、エクササイズ 4 でのメソッドの選択が設定されています。</p>	<p>a [ファイル] → [新規] → [メソッド] を選択するか、または  をクリックして [メソッド] を選択します。メソッドウィザードが表示されます。</p> <p>b [参照] ボタンをクリックし、<code>exer4iii</code> または <code>defexer4iii</code> を選択します。</p> <p>c [新しいメソッドの名前:] ボックスに「<code>exer5iii</code>」と入力します。</p> <div data-bbox="535 668 1256 1032" style="border: 1px solid gray; padding: 5px;"> </div> <p>d [データ解析] パネルが表示されるまで [次へ] をクリックします。</p>

上級エクササイズ #6 シーケンスを使用して不純物を定量する方法を設定する

ステップ

詳しい手順

2 カスタム計算とシステムスタビリティ計算の機能を設定します。

- a [データ解析] パネルで、[カスタム計算] チェックボックスをオンにします。
- b [ノイズ計算を含む] チェックボックスをオンにします。
[ノイズ計算を含む] チェックボックスをオンにすると、[システムスタビリティの計算を含む] チェックボックスがオンになった状態で淡色表示されます。

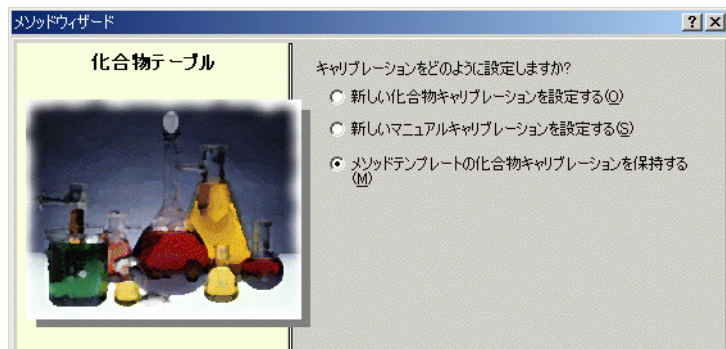


- c [次へ] をクリックして、[化合物テーブル] パネルを表示します。

3 [化合物テーブル] オプションを選択します。

キャリブレーションのモードをブラケットに変更している場合も、エクササイズ 4 のキャリブレーション設定をそのまま使用できます。

- a [化合物テーブル] パネルで [メソッドテンプレートの化合物キャリブレーションを保持する] を選択します。



- b [キャリブレーション] パネルが表示されるまで [次へ] をクリックします。

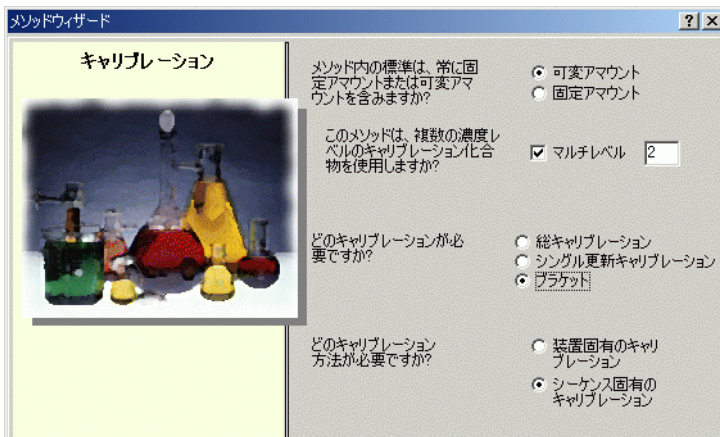
ステップ

詳しい手順

4 [キャリブレーション] オプションを選択します。

[ブラケット] を選択し、他のオプションはそのままにします。

a [キャリブレーション] パネルで、[ブラケット] を選択します。



b [次へ] をクリックして、[定量] パネルを表示します。

5 定量のオプションを選択します。

a [定量] パネルで、[リミット値チェック] チェックボックスをオンにします。

b [ISTD] を選択します。



c [次へ] をクリックして、[新しいメソッドのレビュー] パネルを表示します。

上級エクササイズ #6 シーケンスを使用して不純物を定量するメソッドを設定する

ステップ	詳しい手順
<p>6 新しいメソッドテンプレートをレビューします。</p> <p>新しいメソッドには、エクササイズ 4 のメソッドと同じデータ解析とシーケンステンプレートの情報が定義されています。</p>	<p>a [新しいメソッドのレビュー] パネルで、[メソッドウィザードの設定] をレビューします。</p> <p>b [完了] ボタンをクリックして、新しいメソッドを保存します。</p> <p>c 変更をデータベースに保存します。必要に応じて、理由を入力します。</p>

タスク 2: 内部標準の定量を編集する

ステップ

詳しい手順

1 ISTD 定量を設定します。

ビフェニルを内部標準として設定して、フタル酸ジメチルの定量に使用します。

- a 作成したメソッドを展開し、[データ解析] フォルダを展開します。
- b 選択ツリーで、[定量のセットアップ] を選択します。
- c [キャリブレーションされた化合物] タブをクリックします。
- d キャリブレーションテーブルで、ビフェニルを選択します。
- e [内部標準] で、[この化合物を ISTD として設定] をオンにします。
- f フタル酸ジメチルを選択します。
- g [内部標準] で、[ISTD 化合物を使用] をオンにします。
- h 下向き矢印をクリックし、リストからビフェニルを選択します。

化合物名	予想時間	化合物グループ	ISTD
dimethylphthalate	0.2512	...	
biphenyl	1.2512		ISTD

化合物名

内部標準

この化合物を ISTD として設定

ISTD 化合物を使用

化合物グループ

化合物情報

タスク 3: カスタム計算を設定して、シーケンスの全サンプルに含まれる不純物の平均パーセント値を求める

ステップ	詳しい手順																																																								
1	<p>各シングル注入の不純物のパーセント値が計算されるように設定します。</p> <p>アイソクラティック標準は、既知の化合物で定義されたサンプルです。カスタム計算の設定方法を簡単に学習できるように、以下をアイソクラティック標準の組成と仮定します。</p> <p>主な化合物 - フタル酸ジメチル 設定不純物 - フタル酸ジエチル ISTD - ビフェニル 非設定不純物 - 未知のピーク</p> <p>セル参照をポイントしてドラッグし、計算のセルを指定することもできます。</p> <p>a 選択ツリーで、[データ解析] の [カスタム計算] を選択します。 b 必要に応じて、[シングル注入] タブをクリックします。 c すべての化合物とピークのアマウント変数を挿入する列を 1 つ追加します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • テーブルを右クリックし、[列の追加] を選択します。 • [既存の列] シートで、[化合物] を展開して [アマウント] を選択します。 • [適用] をクリックします。 <p>d 設定不純物のパーセントの計算用に列を 1 つ追加します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • [新しいカスタム計算列の追加] タブをクリックします。 • [変数 ID] に設定不純物の任意の ID (空白なしの PercentSpecifiedImpurity など) を入力します。 • [表示名] に、たとえば「Percent Specified Impurity (設定不純物のパーセント)」と入力します。 • [レベル] として [シングル注入の変数] を選択し、[適用] をクリックします。 <p>e 非設定不純物のパーセントの計算用に列を 1 つ追加します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • [変数 ID] と [表示名] を入力し、[レベル] として [シングル注入の変数] を選択します。[OK] をクリックします。 <p>f 設定不純物のパーセントを求める計算式を [シングル注入] セルに入力します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • 構文として「=D8/SUM(D7:D13)*100」と入力します。この構文は、すべてのピークに 100 を乗算したアマウントの和で、フタル酸ジエチルのアマウントを除算することを示しています。[f₁] ボタンを使用すると、SUM 関数を検索できます。「SUM」と入力することもできます。 <p>g 非設定不純物のパーセントを求める計算式を [シングル注入] セルに入力します。設定不純物と同じ構文を使用します。</p>																																																								
	<table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>アマウント</th> <th>新規 PercentSpeci fiedImpurity</th> <th>新規 PercentUnsp ecifiedImpur ity</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>2</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>-</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>シングル注入</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>シングル注入の変数</td> <td>9.48</td> <td>19.07</td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>- 同定された化合物</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>7</td> <td>dimethylphthalate</td> <td>0.9993</td> <td></td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>diethylphthalate</td> <td>1.9968</td> <td></td> </tr> <tr> <td>9</td> <td>biphenyl</td> <td>3.0126</td> <td></td> </tr> <tr> <td>10</td> <td>- 同定されていないピーク</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>11</td> <td>不明 1</td> <td>4.0158</td> <td></td> </tr> <tr> <td>12</td> <td>~</td> <td>4.9725</td> <td></td> </tr> <tr> <td>13</td> <td>不明 n</td> <td>6.0583</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		アマウント	新規 PercentSpeci fiedImpurity	新規 PercentUnsp ecifiedImpur ity	1				2				3	-			4	シングル注入			5	シングル注入の変数	9.48	19.07	6	- 同定された化合物			7	dimethylphthalate	0.9993		8	diethylphthalate	1.9968		9	biphenyl	3.0126		10	- 同定されていないピーク			11	不明 1	4.0158		12	~	4.9725		13	不明 n	6.0583	
	アマウント	新規 PercentSpeci fiedImpurity	新規 PercentUnsp ecifiedImpur ity																																																						
1																																																									
2																																																									
3	-																																																								
4	シングル注入																																																								
5	シングル注入の変数	9.48	19.07																																																						
6	- 同定された化合物																																																								
7	dimethylphthalate	0.9993																																																							
8	diethylphthalate	1.9968																																																							
9	biphenyl	3.0126																																																							
10	- 同定されていないピーク																																																								
11	不明 1	4.0158																																																							
12	~	4.9725																																																							
13	不明 n	6.0583																																																							

ステップ **詳しい手順**

- 2** 1つのサンプルのすべての注入に対して、不純物の平均パーセント値が計算されるように設定します。
- 設定不純物と非設定不純物の両方に対して設定します。
- a [カスタム計算] ワークスペースで、[マルチ注入] タブをクリックします。
 - b 設定不純物のパーセント用に列を 1 つ追加します。
 - テーブルを右クリックし、[列の追加] を選択します。
 - [既存の列] シートで、[ユーザー定義] を展開し、[Percent Specified Impurity] を選択します。
 - [適用] をクリックします。
 - c 非設定不純物のパーセント用に列を 1 つ追加します。
 - [Percent Unspecified Impurity] を選択します。
 - [適用] をクリックします。
 - d すべての注入に対して、設定不純物の平均パーセント用に列を 1 つ追加します。
 - [新しいカスタム計算列の追加] タブをクリックします。
 - [変数 ID] に任意の ID (AvgPercentSpecified など) を入力します。
 - [表示名] に ID を変更した名前、たとえば %Avg Percent Specified (設定平均パーセント) などを入力します。
 - [レベル] として「Multiple Inj. Variables」と入力し、[適用] をクリックします。
 - e 1つのサンプルのすべての注入に対して、非設定不純物の平均パーセント用に列を 1 つ追加します。
 - 変数 ID、表示名、レベルとして「Multiple Inj. Variables (マルチ注入変数)」と入力します。
 - [OK] をクリックします。
 - f 設定不純物の平均パーセントを求める式を [マルチ注入の結果] セルに入力します。
 - 構文として「AVERAGE(D6:D8)」と入力します。この構文は、各サンプルまたはすべての注入に対して、不純物の平均パーセントを計算します。[fx] ボタンを使用すると、AVERAGE 関数にアクセスできます。「AVERAGE」と入力することもできます。
 - g 非設定不純物の平均パーセントを求める式を入力します。

	A	B	C	D	E	F	G
1						新規	新規
2				PercentSpecifiedImpurity	PercentUnspecifiedImpurity	AvgPercentSpecified	AvgPercentUnspecified
3	-						
4	マルチ注入サマリ						
5	-	マルチ注入の変数				2.00	2.00
6		シングル注入 #1		0.99	0.99		
7		~		1.99	1.99		
8		シングル注入 #n		3.03	3.01		
9	-	dimethylphthalate					
10		シングル注入 #1					
11		~					
12		シングル注入 #n					

上級エクササイズ #6 シーケンスを使用して不純物を定量する方法を設定する

ステップ	詳しい手順
<p>3 すべてのサンプルで、不純物の平均パーセントが計算されるように設定します。</p> <p>設定不純物と非設定不純物の両方に対して設定します。</p>	<p>a [カスタム計算] ワークスペースの [サンプルグループ] タブをクリックします。</p> <p>b 設定不純物の平均パーセント用に列を 1 つ追加します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • テーブルを右クリックし、[列の追加] を選択します。 • [ユーザー定義] を展開し、[Ave Percent Specified] を選択します。 • [適用] をクリックします。 <p>c 非設定不純物の平均パーセント用に列を 1 つ追加します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • [既存の列] シートで、[ユーザー定義] を展開し、[Avg Percent Unspecified] を選択します。 • [適用] をクリックします。 <p>d すべてのサンプルに対して、設定不純物の平均パーセント用に列を 1 つ追加します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • [新しいカスタム計算列の追加] タブをクリックします。 • [変数 ID] に任意の ID (AvgPercentSAllSamples など) を入力します。 • [表示名] に ID を変更した名前、たとえば「% S All Samples (全サンプル平均 % S)」などと入力します。 • [レベル] に「Sample Group Variables」と入力し、[適用] をクリックします。 <p>e すべてのサンプル (たとえば AvgPercentUAllSamples) に対して、非設定不純物の平均パーセント用に列を 1 つ追加します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • 変数 ID、表示名、レベルとして「Sample Group Variables (サンプルグループ変数)」と入力します。 • [OK] をクリックします。 <p>f 設定不純物の平均パーセントを求める式を入力します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • 構文として「AVERAGE(F6:F8)」と入力します。この構文は、すべてのサンプルに対して、不純物の平均パーセントを計算します。[fx] ボタンを使用すると、AVERAGE 関数にアクセスできます。「AVERAGE」と入力することもできます。 <p>g すべてのサンプルに対して、非設定不純物の平均パーセントを求める式を入力します。</p>

	A	B	C	D	E	F	G
1				AvgPercentS pecified	AvgPercentU nspecified	新規 Avg % S All Samples	新規 Avg % U All Samples
2							
3	-						
4	サンプル						
5	-	サンプルグループの変数				1.99	=AVERAGE(E6:E8)
6		サンプル #1		0.99	1.00		
7		~		2.02	1.99		
8		サンプル #n		2.97	3.03		
9	-	dimethylphthalate					
10		サンプル #1					
11		~					

タスク 4: カスタム計算とシステムスータビリティ計算のリミット値を設定する

ステップ	詳しい手順
<p>1 システムスータビリティ計算のリミット値を設定します。</p> <ul style="list-style-type: none"> • テーリングファクタが 1.7 よりも大きい場合、「Not Passed - all samples and only dimethylphthalate」と表示されます。 • USP 分離能が 1.5 よりも小さい場合、「Not Passed - all samples and all compounds」と表示されます。 • シグナル-ノイズ比が 5 よりも小さい場合、「Not Passed」と表示されます。 	<p>a [データ解析] で [リミット値] を選択します。</p> <p>b [シングル注入] シートが表示されます。</p> <p>c [リミット値] テーブルを右クリックし、[新しいリミット値の挿入] を選択します。</p> <p>d [ピーク] フォルダを展開し、[テーリングファクタ] を選択します。</p> <p>e [条件] リストから [>] を選択し、[値] に 1.7 を入力します。</p> <p>f [適用先] リストから [dimethylphthalate] を選択し、[OK] をクリックします。</p> <p>g ピーク分離能 USP に対して、ステップ c ~ d を繰り返します。</p> <p>h [条件] リストから [<] を選択し、[値] に 1.5 を入力します。</p> <p>i [OK] をクリックします。</p> <p>j シグナル-ノイズ比に対して、ステップ c ~ d を繰り返します。</p> <p>k [条件] リストから [<] を選択し、[値] に 5 を入力します。</p> <p>l [OK] をクリックします。</p>

シングル注入 マルチ注入 サマリグループ		単位	条件	値
変数 ID	ラベル			
SignalToNoise	シグナル対ノイズ		<	5
TailingFactor	テーリングファクタ		>	1.7
USP Resolution	ピーク分離能 USP		<	1.5

ステップ

詳しい手順

2 すべてのサンプルに対して、設定不純物の平均パーセントと非設定不純物の平均パーセントの両方に対するリミット値を設定します。

- 設定不純物が 10% よりも大きい場合、不合格になります。
- 非設定不純物が 5% よりも大きい場合、不合格になります。

ヒント：[サマリグループ] タブでは、サンプルグループ、キャリブレーション標準グループ、ユーザー定義サンプルグループ、QC グループなど、サンプル形式グループに対応付けられているすべての変数と計算に対してリミット値を設定できます。

- [サマリグループ] タブをクリックします。
- テーブルを右クリックし、[新しいリミット値の挿入] を選択します。
- [新しいリミット値の挿入] ダイアログボックスで、[シングル値] フォルダを展開し、[Avg % S All Samples] を選択します。
- [データ設定] リストから [サンプル] を選択します。
- [条件] リストから [>] を選択します。
- 値として 10 を入力し、[OK] をクリックします。
- 全サンプル平均 % U に対して、ステップ b～f を繰り返します。ただし、ステップ f では値として 5 を使用します。

リミット値オプション

シングル注入 | マルチ注入 | サマリグループ

変数 ID	ラベル	単位	データ設定	適用先
AvgPercentIS All Samples	Avg % S All Samples		サンプル	選択された変数 ID
AvgPercentIU All Samples	Avg % U All Samples		サンプル	選択された変数 ID

タスク 5: ブラケットとマルチ注入に対して、シーケンステンプレート編集する

ステップ	詳しい手順
1 ブラケットを設定します。 <ul style="list-style-type: none"> 最初と 2 番目の標準セットの平均 RF で最初のサンプルセットを定量します。 2 番目と 3 番目の標準セットの平均 RF で 2 番目のサンプルセットを定量します。 	<ul style="list-style-type: none"> a 選択ツリーで [シーケンステンプレート] を選択します。 b 行 1 で [Cal1] の [ブラケット] セルをダブルクリックし、[開く] をダブルクリックします。 c 行 5 で [Cal1] の [ブラケット] セルをダブルクリックし、[開く] をダブルクリックします。 d 行 6 で [Cal2] の [ブラケット] セルをダブルクリックし、[閉じる] をダブルクリックします。 e 行 10 で [Cal2] の [ブラケット] セルをダブルクリックし、[閉じる] をダブルクリックします。
2 最初の行にブランクサンプルを入力し、各サンプルの注入回数に 2 を入力します。	<ul style="list-style-type: none"> a 行 1 を選択し、[挿入] ボタンをクリックします。ツールチップを参照してください。 b [サンプル名] に「NoiseBlank」と入力し、[サンプル形式] として [ブランク分析] を選択します。 c 異なる Vial# を入力し、[適用] をクリックします。 d シーケンスの各サンプルに対して、[注入回数] に 2 を入力します。

	サンプル名	サンプル形式	キャリブレーションレベル	ブラケット	ユーザー定義サンプルグループ	バイアル番号	注入数	注入量 [μl]
1	NoiseBlank	ブランク分析				4	1	メソッドと同
2	cal1	キャリブレーション	1	開く		2	1	メソッドと同
3	cal2	キャリブレーション	2	開じる		3	1	メソッドと同
4	sample 1_2	サンプル				5	2	メソッドと同
5	sample 1_4	サンプル				9	2	メソッドと同
6	cal1	キャリブレーション	1	開く		2	1	メソッドと同
7	cal2	キャリブレーション	2	開じる		3	1	メソッドと同
8	sample 1_2	サンプル				5	2	メソッドと同
9	sample 1_4	サンプル				9	2	メソッドと同
10	cal1	キャリブレーション	1	開く		2	1	メソッドと同
11	cal2	キャリブレーション	2	開じる		3	1	メソッドと同

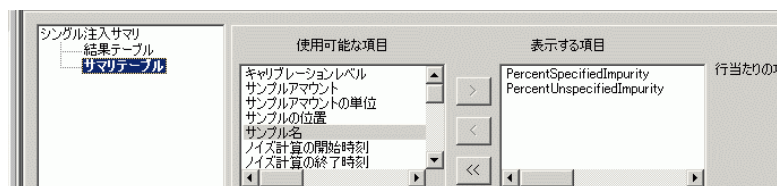
タスク 6: 結果ビューのレイアウトを設定して、カスタム計算とシステムスータビリティ計算の結果を表示する。

ステップ

詳しい手順

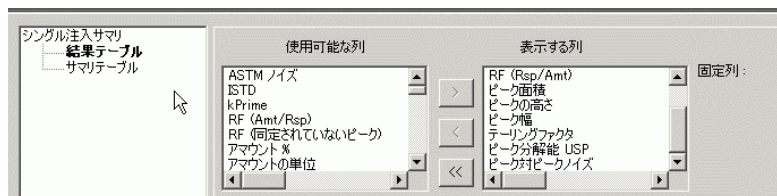
1 設定不純物のパーセントと非設定不純物のパーセントが表示されるように設定します。

- 選択ツリーで、[データレビューのレイアウト] フォルダを展開します。
- 選択ツリーで [シングル注入] を選択します。
- ワークスペースで [サマリテーブル] を選択します。
- [使用可能な項目] リストから [Percent Specified Impurity] を選択します。[>] をクリックして、それを [表示する項目] リストに移動します。
- 非設定不純物のパーセントに対して、ステップ d を繰り返し、[適用] をクリックします。

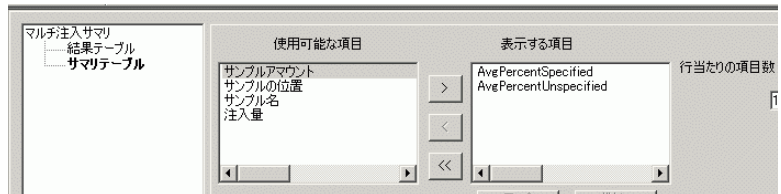


2 各化合物のテーリングファクタ、USP 分離能、および S/N が表示されるように設定します。

- [結果テーブル] を選択します。
- [使用可能な項目] リストから [テーリングファクタ] を選択します。[>] をクリックして、それを [表示する項目] リストに移動します。
- ピーク分離能 USP とシグナル-ノイズ比に対して、ステップ b を繰り返し、[適用] をクリックします。



ステップ	詳しい手順
<p>3 各サンプルに対して、設定不純物の平均パーセントと非設定不純物の平均パーセントが表示されるように設定します。</p>	<p>a 選択ツリーで [マルチ注入] を選択します。 b ワークスペースで [サマリテーブル] を選択します。 c [使用可能な項目] リストから [Avg Percent Specified] を選択します。[>] をクリックして、それを [表示する項目] リストに移動します。 d 非設定平均パーセントに対して、ステップ b を繰り返し、[適用] をクリックします。</p>

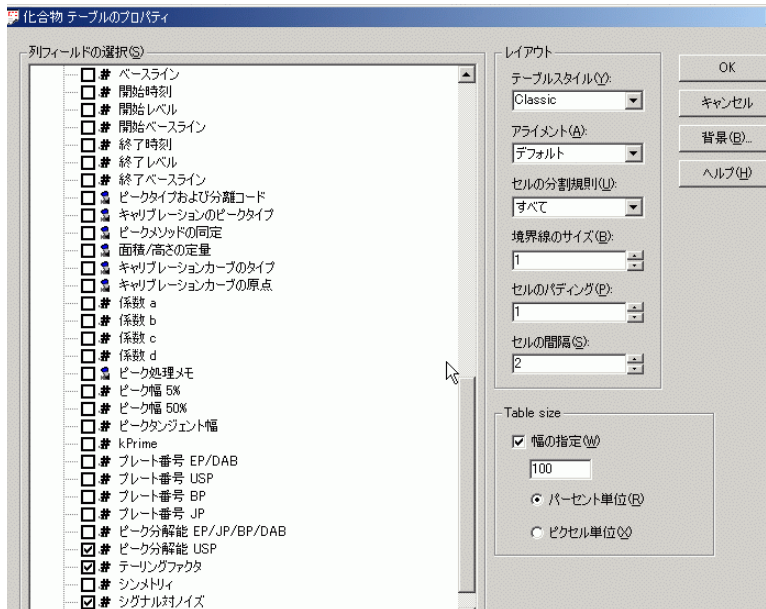


<p>4 すべてのサンプルとそのリミット値チェックで、設定不純物と非設定不純物の平均パーセントが表示されるように設定します。</p>	<p>a 選択ツリーで [サンプル] を選択します。 b ワークスペースで [サマリテーブル] を選択します。 c [使用可能な項目] リストから [Avg % S All Samples] を選択します。[>] をクリックして、それを [表示する項目] リストに移動します。 d 全サンプル平均 % U、全サンプルリミット値チェック平均 % S、および全サンプルリミット値チェック平均 % U に対して、ステップ c を繰り返します。 e [適用] をクリックします。</p>
--	--



タスク 7: サンプルグループのレポートテンプレートを編集する

ステップ	詳しい手順
1	<p>サンプルシングル注入レポートに使用するレポートテンプレートを編集します。</p> <ul style="list-style-type: none"> inj.html レポートを編集します。 クロマトグラムの既存の化合物テーブルで、USP 分離能とシグナル-ノイズ比用に列を 1 つ追加します。 テンプレートを <code>exer5injiii</code> という名前で保存します。iii にはユーザーのイニシャルを入力します。
	<p>a 選択ツリーで、[レポート] を選択します。</p> <p>b サンプルシングル注入レポート形式を選択し、[テンプレートの編集] をクリックします。</p> <p>c [個別型レポートテンプレート] をダブルクリックし、[inj.html] をダブルクリックします。</p> <p>d クロマトグラムの化合物テーブルの最後の列にカーソルを置きます。</p> <p>e テーブルを右クリックし、[テーブルのプロパティ] を選択します。[化合物テーブルのプロパティ] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>f [列フィールドの選択] リストで、[ピーク分離能 USP] および [シグナル-ノイズ (N/S)] チェックボックスをオンにし、[OK] をクリックします。</p>



最終的なテンプレートの化合物テーブルは、次のようになります。

リテンションタイム	化合物名	アmount	レスポンスファクタ	テーリングファクタ	ピーク分離能 USP	シグナル対ノイズ
#####	X	###	XDDDD	#####	###	###

- g [ファイル] → [名前を付けて保存] の順に選択し、「exer5injiii」と入力して、[OK] をクリックします。

ステップ	詳しい手順
2 サンプルグループの詳細レポートテンプレート (sus_d.html) を編集します。	
<ul style="list-style-type: none"> [サンプルグループ変数] テーブルに html テーブルを挿入します。 不純物全サンプル平均 % S と不純物全サンプル平均 % U にテキストを入力します。 不純物のパーセント値にブレースホルダを入力します。 [サンプルグループ名] テーブルに、サンプルグループに関するリミット値チェック情報を入力します。 テンプレートを <code>exer5sgiii</code> という名前で保存します。iiiにはユーザーのイニシャルを入力します。 	<p>a レポートテンプレートエディタを終了します。</p> <p>b サンプルグループレポート形式を選択し、[テンプレートの編集] をクリックします。</p> <p>c [個別型レポートテンプレート] をダブルクリックし、[sus_d.html] をダブルクリックします。</p> <p>d [サンプルグループ変数] テーブルの下に 1 行挿入し、[HTML テーブルの挿入] ボタンをクリックします。</p> <p>e [テーブルの挿入] ダイアログボックスで、[クラシカル] を選択し、[OK] をクリックします。</p> <p>f [フィールド] タブをクリックし、[サンプルグループ] フォルダを展開します。</p> <p>g [サンプルグループ変数の結果] フォルダを展開します。</p> <p>h HTML テーブルの最初のセルにカーソルを置き、[Alt] キーを押して [Avg % S All Samples] をダブルクリックします。</p> <p>i 最初の行の 2 番目のセルにカーソルを置き、[Avg % S All Samples] をダブルクリックします。</p> <p>j 全サンプル平均 % U に対して、2 番目の行でステップ h ~ i を繰り返します。</p> <p>k [サンプルグループリミット値結果] テーブルの下にカーソルを置きます。</p> <p>l [Ctrl] キーを押して [Avg % S All Samples Limit Check] をダブルクリックします。</p> <p>m 全サンプル平均 % U に対して、同じ作業を繰り返します。</p> <p>n [ファイル] → [名前を付けて保存] の順に選択し、「exer5sgiii」と入力して、[保存] をクリックします。</p>

作業が終了すると、テンプレートがサンプルグループレポートとして表示されます。

サンプルグループ (詳細)

シーケンス名:	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
シーケンス開始:	sys_Date, sys_Time
シーケンス終了:	sys_Date, sys_Time
メソッド(レビジョン):	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX(##)

識別されていないピーク数: ##

サンプルグループ変数

#	サンプル名	アマウント	位置	注入量
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	##.DDDD	XXXXXXXXXX	##.DD

Avg % S All Samples:	##.DD
Avg % U All Samples:	##.DD

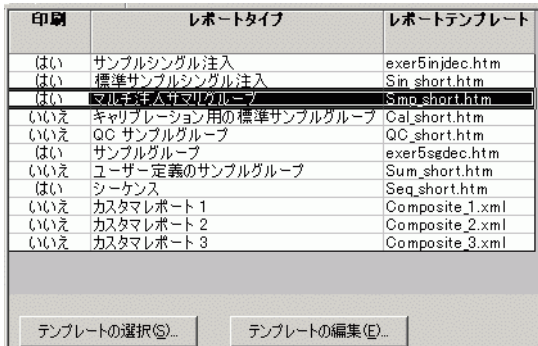

サンプルグループ限界結果

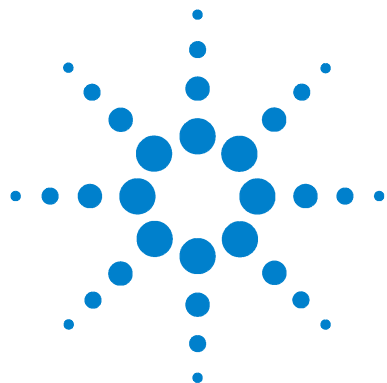
#	サンプル名	化合物	限界(化合物)	限界(サンプル)
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX

Avg % S All Samples 限界チェック: XXXXXXXXXXXX

Avg % U All Samples 限界チェック: XXXXXXXXXXXX

タスク 8: レポートテンプレートとレポート形式を選択する

ステップ	詳しい手順																																				
<p>1 レポート形式のレポートテンプレートを選択します。</p> <ul style="list-style-type: none"> サンプルシングル注入レポートには、<code>exer5injiii</code> を使用します。 サンプルグループレポートには、<code>exer5sgiii</code> を使用します。 	<p>a レポートテンプレートエディタを終了します。</p> <p>b サンプルシングル注入レポート形式を選択し、[テンプレートの選択] をクリックします。</p> <p>c [<code>exer5injiii</code>] を選択し、[OK] をクリックします。</p> <p>d サンプルグループレポート形式を選択し、[テンプレートの選択] をクリックします。</p> <p>e [<code>exer5sgiii</code>] を選択し、[OK] をクリックします。</p>																																				
<p>2 次のレポート形式を選択して、印刷します。</p> <ul style="list-style-type: none"> サンプルシングル注入 標準シングル注入 マルチ注入サマリ サンプルグループ シーケンス 	<p>a [マルチ注入サマリグループ] レポートの [印刷] セルをダブルクリックし、[いいえ] を [はい] に変更します。</p> <p>b [サンプルグループ] レポートに対して、ステップ a を繰り返して、[はい] を [いいえ] に変更します。</p>																																				
	 <table border="1"> <thead> <tr> <th>印刷</th> <th>レポートタイプ</th> <th>レポートテンプレート</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>はい</td> <td>サンプルシングル注入</td> <td>exer5injdec.htm</td> </tr> <tr> <td>はい</td> <td>標準サンプルシングル注入</td> <td>Sin_short.htm</td> </tr> <tr> <td>はい</td> <td>マルチ注入サマリグループ</td> <td>Smp_short.htm</td> </tr> <tr> <td>いいえ</td> <td>キャリブレーション用の標準サンプルグループ</td> <td>Cal_short.htm</td> </tr> <tr> <td>いいえ</td> <td>QC サンプルグループ</td> <td>QC_short.htm</td> </tr> <tr> <td>はい</td> <td>サンプルグループ</td> <td>exer5sgdec.htm</td> </tr> <tr> <td>いいえ</td> <td>ユーザー定義のサンプルグループ</td> <td>Sum_short.htm</td> </tr> <tr> <td>はい</td> <td>シーケンス</td> <td>Seq_short.htm</td> </tr> <tr> <td>いいえ</td> <td>カスタムレポート 1</td> <td>Composite_1.xml</td> </tr> <tr> <td>いいえ</td> <td>カスタムレポート 2</td> <td>Composite_2.xml</td> </tr> <tr> <td>いいえ</td> <td>カスタムレポート 3</td> <td>Composite_3.xml</td> </tr> </tbody> </table>	印刷	レポートタイプ	レポートテンプレート	はい	サンプルシングル注入	exer5injdec.htm	はい	標準サンプルシングル注入	Sin_short.htm	はい	マルチ注入サマリグループ	Smp_short.htm	いいえ	キャリブレーション用の標準サンプルグループ	Cal_short.htm	いいえ	QC サンプルグループ	QC_short.htm	はい	サンプルグループ	exer5sgdec.htm	いいえ	ユーザー定義のサンプルグループ	Sum_short.htm	はい	シーケンス	Seq_short.htm	いいえ	カスタムレポート 1	Composite_1.xml	いいえ	カスタムレポート 2	Composite_2.xml	いいえ	カスタムレポート 3	Composite_3.xml
印刷	レポートタイプ	レポートテンプレート																																			
はい	サンプルシングル注入	exer5injdec.htm																																			
はい	標準サンプルシングル注入	Sin_short.htm																																			
はい	マルチ注入サマリグループ	Smp_short.htm																																			
いいえ	キャリブレーション用の標準サンプルグループ	Cal_short.htm																																			
いいえ	QC サンプルグループ	QC_short.htm																																			
はい	サンプルグループ	exer5sgdec.htm																																			
いいえ	ユーザー定義のサンプルグループ	Sum_short.htm																																			
はい	シーケンス	Seq_short.htm																																			
いいえ	カスタムレポート 1	Composite_1.xml																																			
いいえ	カスタムレポート 2	Composite_2.xml																																			
いいえ	カスタムレポート 3	Composite_3.xml																																			
<p>3 メソッドを保存します。</p>	<p>[標準] ツールバーで、 をクリックします。必要に応じて、変更理由と電子署名を入力します。</p>																																				



上級エクササイズ #7 同定されていない不純物の総面積の ロット当たり平均を計算する

このエクササイズは、カスタム計算を設定して、サンプルのロットあたりの同定されていない不純物のピーク面積の平均の総和を計算する方法を学ぶための、一連のタスクから構成されています。

- シングル注入の同定されていないピークのピーク面積の和を求める。
- サンプルのすべての注入について、同定されていないピーク面積和の平均を求める。
- サンプルグループ内のサンプルの平均面積和を計算する。

注

この計算の設定には、化合物の同定は必要ありません。したがって、空のメソッドでエクササイズを実行することができます。

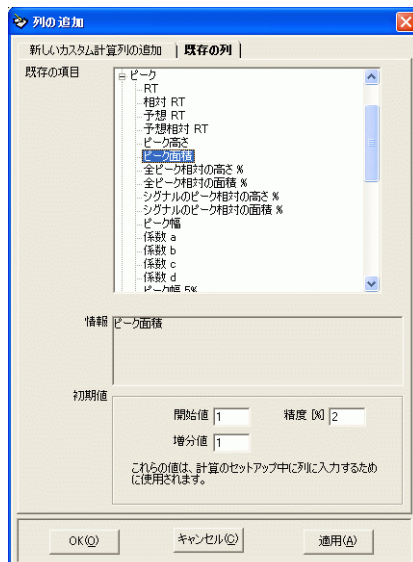


タスク 1: シングル注入の同定されていないピークのピーク面積の和を求める

ステップ

詳しい手順

- 1 シングル注入ワークシートで、既存の積分結果を保持する列 (ピーク面積) を追加します。
 - a 選択ツリーで、関連するメソッドのフォルダを展開します。
 - b [データ解析] フォルダを展開します。
 - c [カスタム計算] を選択します。
 - d [カスタム計算] ワークスペースで、[シングル注入] タブをクリックします。
 - e ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。
[列の追加] ダイアログボックスが表示されます。
 - f [既存の列] タブで、[ピーク] のセクションを展開し、[ピーク面積] を選択します。[OK] をクリックして、ダイアログボックスを閉じます。



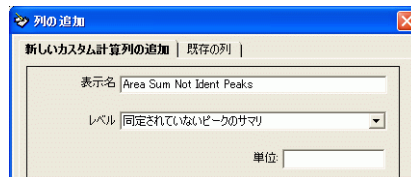
ワークスペースに、同定されていないピークのピーク面積を含む列が生成されます。

ステップ

詳しい手順

2 同定されていないピークの面積和を求める新しい計算を保持する列を追加します。

- a ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。
[列の追加] ダイアログボックスが表示されます。
- b [新しいカスタム計算列の追加] タブをクリックします。
- c [表示名] のフィールドに 「Area Sum Not Ident Peaks」と入力します。
- d [レベル] の下向き矢印をクリックし、[同定されていないピークのサマリ] を選択します。



ワークスペースに、新しい変数「Area Sum Not Ident Peaks」の列が生成されます。

3 同定されていないピークの面積和を求める式を入力します。

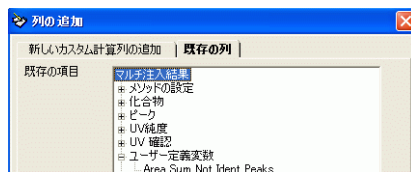
- a [同定されていないピーク] の新しい列のサマリ行に、同定されていないピークの面積の和を求める式を入力します。

ヒント： 次の構文を使用 =SUM(D8:D10)

	A	B	C	D	E
1					新規
2				ピーク面積	Area Sum Not Ident Peaks
3	-				
4			シングル注入		
5			シングル注入の実数		
6	-		同定された化合物		
7	-		同定されていないピーク		1200
8			不明 1	3.0126	
9			~	4.0168	
10			不明 n	4.9725	

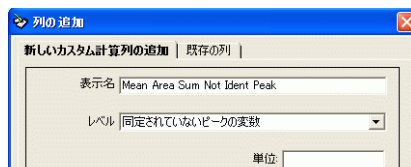
タスク 2: サンプルのすべての注入について、同定されていないピークの面積和の平均を設定する。

ステップ	詳しい手順
1	<p>マルチ注入サマリワークシートで、シングル注入ワークシートで設定された変数を保持する列(同定されていないピーク的面積和)を追加します。</p> <p>a [カスタム計算] ワークスペースで、[マルチ注入] タブをクリックします。</p> <p>b ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。 [列の追加] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>c [既存の列] タブで、[ユーザー定義] のセクションを展開し、[Area Sum Not Ident Peaks] を選択します。[OK] をクリックして、ダイアログボックスを閉じます。</p>



ワークスペースに、同定されていないピーク的面積和を含む列ができます。

2	<p>a ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。 [列の追加] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>b [新しいカスタム計算列の追加] タブをクリックします。</p> <p>c [表示名] のフィールドに「Mean Area Sum Not Ident Peaks」と入力します。</p> <p>d [レベル] の下向き矢印をクリックし、[同定されていないピークの変数] を選択します。</p>
---	--



ワークスペースに、新しい変数「Mean Area Sum Not Ident Peaks」の列ができます。

上級エクササイズ #7 同定されていない不純物の総面積のロット当たり平均を計算する

ステップ

詳しい手順

3 注入されたすべてのサンプルについて、同定されていないピークの面積和の平均を求める式を入力します。

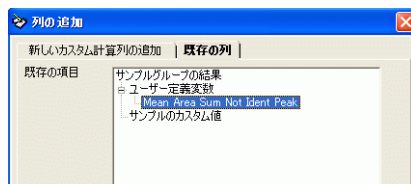
a [同定されていないピーク] の新しい列の変数行に、同定されていないピークの総面積の平均を求める式を入力します。

ヒント： 次の構文を使用 =AVERAGE(D8:D10)

	A	B	C	D	E
1					新規
2				Area Sum Not Ident Peaks	Mean Area Sum Not Ident Peak
3	-				
4			マルチ注入サマリ		
5	-		マルチ注入英数		
6			シングル注入 #1		
7			...		
8			シングル注入 #n		
9	-		同定されていないピーク		1.99
10			シングル注入 #1	0.99	
11			...	1.99	
12			シングル注入 #n	2.99	

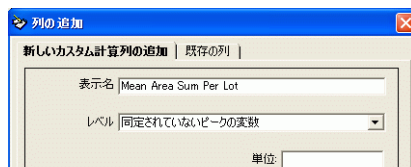
タスク 3: サンプルグループ内のサンプルの平均面積和を計算する。

ステップ	詳しい手順
1 サンプルグループワークシートで、マルチ注入ワークシートで設定された変数を保持する列 (すべての注入の面積和の平均) を追加します。	<p>a [カスタム計算] ワークスペースで、[サンプルグループ] タブをクリックします。</p> <p>b ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。</p> <p>[列の追加] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>c [既存の列] タブで、[ユーザー定義] のセクションを展開し、[Area Sum Not Ident Peaks] を選択します。[OK] をクリックして、ダイアログボックスを閉じます。</p>



ワークスペースに、同定されていないピークの総面積の平均を含む列ができます。

2 サンプルロットについて、同定されていないピークの面積和の平均を求める新しい計算を保持する列を追加します。	<p>a ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。</p> <p>[列の追加] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>b [新しいカスタム計算列の追加] タブをクリックします。</p> <p>c [表示名] のフィールドに「Mean Area Sum Lot」と入力します。</p> <p>d [レベル] の下向き矢印をクリックし、[同定されていないピークの変数] を選択します。</p>
--	---



ワークスペースに、新しい変数「Mean Area Sum Per Lot」の列ができます。

上級エクササイズ #7 同定されていない不純物の総面積のロット当たり平均を計算する

ステップ

詳しい手順

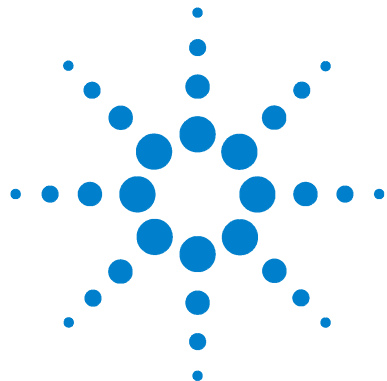
3 ロットの面積和の平均を求める式を入力します。

a [同定されていないピーク] の新しい列の変数行に、同定されていないピークの総面積の平均を求める式を入力します。

ヒント： 次の構文を使用 =AVERAGE (D8:D10)

A	B	C	D	E
1				新規
2			Mean Area Sum Not Ident Peak	Mean Area Sum Per Lot
3	-			
4		不明なサンプルグループ		
5	-	サンプルグループの実数		
6		サンプル #1		
7		~		
8		サンプル #n		
9	-	同定されていないピーク		1.99
10		サンプル #1	1.00	
11		~	1.99	
12		サンプル #n	2.98	

上級エクササイズ #7 同定されていない不純物の総面積のロット当り平均を計算する



上級エクササイズ #8 システムスータビリティ計算とグループ ID を設定する

このエクササイズは、最初と最後のピークの分離能の比を計算するカスタム計算を設定して、その値が指定した範囲から外れた場合にはシーケンスを停止する方法を学ぶための、一連のタスクから構成されています。

- システムスータビリティ計算を含むメソッドを設定する。
- システムスータビリティテスト用のカスタム計算を設定する。
- リミット値の条件を設定する。
- シーケンステーブル中のシステムスータビリティサンプルを特定する。




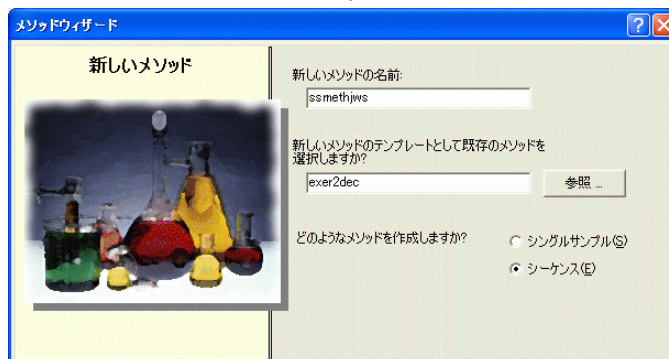
タスク 1: システムスタビリティ計算を含むメソッドを設定する。

ステップ	詳しい手順
------	-------

1 新しいシーケンスメソッドの作成

- シーケンスに `ssmethiii` という名前を付けます。iiiにはユーザーのイニシャルを入力します。
- 新しいメソッド用のテンプレートとしては、`exer2iii` もしくは `defexer2` を使用します。

- a [ファイル] → [新規] → [メソッド] の順に選択するか、 をクリックして [メソッド] を選択します。
- メソッドウィザードの [新しいメソッド] パネルが表示されます。
- b [参照] ボタンをクリックし、[メソッドテンプレートの選択] ダイアログボックスで [exer2iii] または [defexer2] を選択します。
- c [新しいメソッドの名前] ボックスに「ssmethiii」と入力します。
- d [シーケンス] を選択します。



- e [データ解析] パネルが表示されるまで [次へ] をクリックします。
- f [キャリブレーションおよび定量]、[カスタム計算]、および [システムスタビリティを含む] チェックボックスをオンにします。




- g 残りのページでは適当なオプションを選択して、メソッドウィザードを完了します。

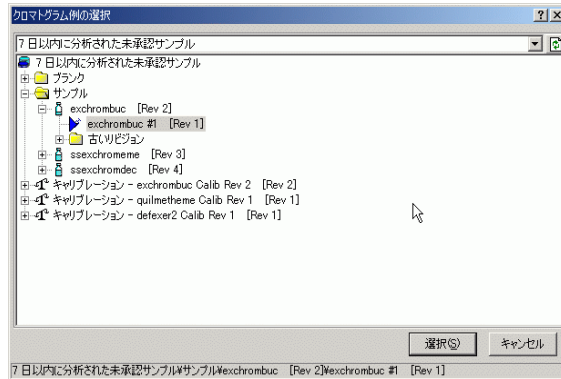
ステップ

詳しい手順

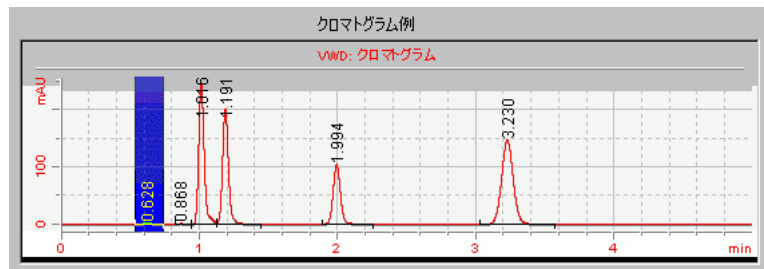
2 クロマトグラム例の選択

- 「基本エクササイズ #3a シーケンスを実行して、シングルレベルキャリブレーションで化合物を定量する」と「基本エクササイズ #3b 結果を再積分および再解析する」の基本エクササイズ 2a または 2b で作成したクロマトグラム例を使用します。
- または、defexchrom2a を使用します。

- a 選択ツリーで、`exer3iii` フォルダを展開します。
- b [データ解析] フォルダを展開します。
- c [クロマトグラム例] を選択します。
- d [ツール] ツールバーで  をクリックします。



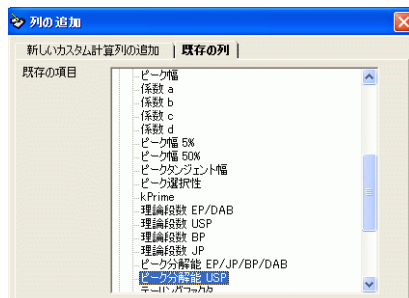
- e 注入番号が付いているサンプル名を選択して、クロマトグラム例を作成します。
- f [選択] ボタンをクリックします。
クロマトグラム例がワークスペースに表示されます。



- g クロマトグラム例を選択すると、元のメソッドの積分と同定の設定が表示されます。
- h [変更をデータベースに保存] ダイアログボックスが表示されたら、[保存] をクリックします。

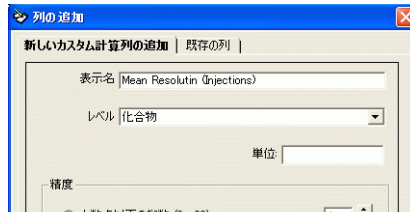
タスク 2: システムスタートビリティテスト用のカスタム計算を設定する。

ステップ	詳しい手順
1 マルチ注入サマリワークシートに、各成分の分離能を保存する列を追加します。	<p>a [データ解析] フォルダ中の [カスタム計算] を選択します。</p> <p>b [カスタム計算] ワークスペースで、[マルチ注入] タブをクリックします。</p> <p>c ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。 [列の追加] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>d [既存の列] タブで、[ピーク] のセクションを展開し、[ピーク分離能 USP] を選択します。[OK] をクリックして、ダイアログボックスを閉じます。</p>



ワークスペースに、各成分の注入毎のピークの分離能を含む列ができます。

ステップ	詳しい手順
2 注入毎のピーク分離能の平均を求める新しい計算を保存するための列を追加します。	<p>a ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。 [列の追加] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>b [新しいカスタム計算列の追加] タブをクリックします。</p> <p>c [表示名] のフィールドに「Mean Resolution (Injections)」と入力します。</p> <p>d [レベル] の下向き矢印をクリックし、[化合物] を選択します。</p> <p>e [小数点以下の桁数] を 4 に設定します。</p>

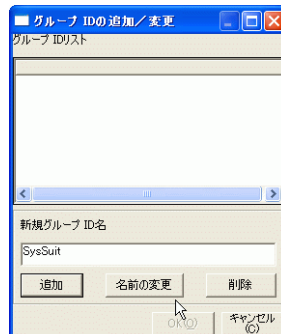


ワークスペースに、新しい変数「Mean Resolution (Injections)」の列ができます。

3 各成分の分離能の注入毎の平均を求める式を入力します。	<p>a 各化合物の変数行の新しい列に、ピーク分離能の注入毎の平均を求める式を入力します。 ヒント：次の構文を使用 =AVERAGE(D10:D12)</p>
------------------------------	---

	A	B	C	D	E
1					New
2				Peak resolution USP	Mean Resolution (Injections)
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					2.0029
10				0.999	
11				1.997	
12				3.013	
13					5.0156
14				4.016	
15				4.973	

ステップ	詳しい手順
4 グループ ID ワークシートに、システムスタートビリティサンプル用の新たな列を追加します。	<p>a ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [グループ ID の追加/変更] を選択します。 [グループ ID の追加/変更] ダイアログボックスが表示されます。</p> <p>b [新規グループ ID 名] のフィールドに「SysSuit 」と入力して、[追加] をクリックします。</p>



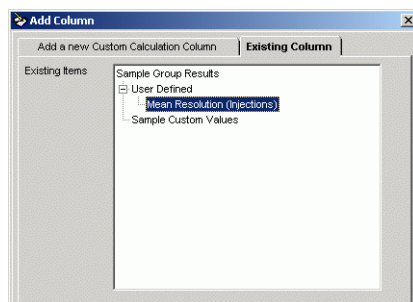
- c [**OK**] をクリックして、[**グループ ID の追加/変更**] ダイアログボックスを閉じます。
ワークスペースの [**グループ ID SysSuit**] に対応する各セクションに、新たな行のグループが追加されます。

ステップ

詳しい手順

5 グループ ID ワークシートに、各成分の分離能の平均を保存する列を追加します。

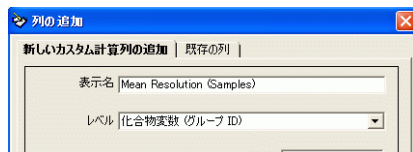
- a ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。
[列の追加] ダイアログボックスが表示されます。
- b [既存の列] タブで、[ユーザー定義] のセクションを展開し、[Mean Resolution (Injections)] を選択します。[OK] をクリックして、ダイアログボックスを閉じます。



ワークスペースに、各成分のピークの分離能の平均を含む列ができます。ワークシートには、各成分に複数のサブグループ ID が設定されますが、このエクササイズではサブグループ ID を使わないので、必要なのは [サブグループ ID #1] の下にある数値だけです。したがって、ワークシートを見やすくしたい場合には、各成分の [...] の行や [サブグループ ID #2] の行をたたんでもかまいません。

6 ピーク分離能のサンプル毎の平均を求める新しい計算を保存するための列を追加します。

- a ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。
[列の追加] ダイアログボックスが表示されます。
- b [新しいカスタム計算列の追加] タブをクリックします。
- c [表示名] のフィールドに「Mean Resolution (Samples)」と入力します。
- d [レベル] の下向き矢印をクリックし、[化合物の変数 (グループ ID)] を選択します。



ワークスペースに、新しい変数「Mean Resolution (Samples)」の列ができます。

上級エクササイズ #8 システムスタートビリティ計算とグループ ID を設定する

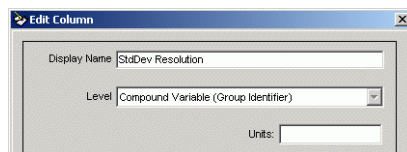
ステップ

詳しい手順

- 7 各成分の分離能のサンプル毎の平均を求める式を入力します。**
- フタル酸ジメチルの **SysSuit** 行の新しい列に、分離能のサンプル毎の平均を求める式を入力します。
ヒント： 次の構文を使用 =AVERAGE (F22:F24)
 - 選択範囲を広げて、**[Mean Resolution (Samples)]** の列で各成分の SysSuit 行が選択範囲に含まれるようにします。
ヒント： マウスの左ボタンを押しながらセルを選択します。
 - ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから **[入力]** を選択します。
選択した各セルに式がコピーされます。

A	B	C	D	E	F	G
1						新規
2					Mean Resolution (Injections)	Mean Resolution (Samples)
3	-					
4	グループ ID					
5	- サンプルグループの実数					
6	+ SysSuit					
19	- dimethylphthalate					
20	- SysSuit					2.00
21	- サブグループ ID #1					
22	サンプル #1				0.9957	
23	~				2.0070	
24	サンプル #n				2.9920	
25	-					
26	サンプル #1				4.0234	
27	~				5.0314	
28	サンプル #n				5.9900	
29	- サブグループ ID #n					
30	サンプル #1				7.0587	
31	~				8.0067	

- 8 平均分離能の標準偏差を求める新しい計算を保存するための列を追加します。**
- ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから **[列の追加]** を選択します。
[列の追加] ダイアログボックスが表示されます。
 - [新しいカスタム計算列の追加]** タブをクリックします。
 - [表示名]** のフィールドに「StdDev Resolution」と入力します。
 - [レベル]** の下向き矢印をクリックし、**[化合物の変数 (グループ ID)]** を選択します。



ワークスペースに、新しい変数「StdDev Resolution」の列ができます。

ステップ

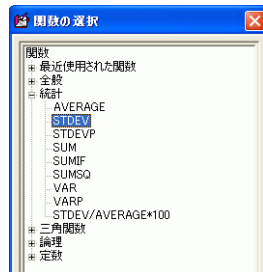
詳しい手順

9 平均分離能の標準偏差を求める式を入力します。

a フタル酸ジメチルの新しい列の **SysSuit** 行を選択して、ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから **[関数の選択]** を選択します。

[関数の選択] ダイアログボックスが表示されます。

b **[統計]** のセクションを展開して、**[標準偏差]** を選択し、**[選択]** をクリックします。



選択したセルに、「**STDEV**」関数がコピーされます。

c 次のようにして、標準偏差の計算に、セルのリファレンスを追加します。

その構文は、`=STDEV(F22:F24)` となります。

d 新たな計算を列全体に入力します。

	A	B	C	D	E	F	G	H
1							新規	新規
2						Mean Resolution (Injections)	Mean Resolution (Samples)	StdDev Resolution
3	-							
4	-	グループ ID						
5	-	サンプルグループの実数						
6	+	SysSuit						
19	-	dimethylphthalate						
20	-	SysSuit					2.00	1.00
21	-	サブグループ ID #1						
22					サンプル #1	0.9957		
23					~	2.0070		
24					サンプル #n	2.9920		
25	-	...						
26					サンプル #1	4.0234		
27					~	5.0314		
28					サンプル #n	5.9900		
29	-	サブグループ ID #n						
30					サンプル #1	7.0687		
31					~	8.0067		

上級エクササイズ #8 システムスタートピリティ計算とグループ ID を設定する

ステップ

詳しい手順

10 システムスタートピリティの計算に使う計算を保存する列を追加する。

- ワークシートを右クリックし、コンテキストメニューから [列の追加] を選択します。
[列の追加] ダイアログボックスが表示されます。
- [新しいカスタム計算列の追加] タブをクリックします。
- [表示名] のフィールドに「Resolution Ratio」と入力します。
- [レベル] の下向き矢印をクリックし、[サンプル変数 (グループ ID)] を選択します。



ワークスペースに、新しい変数「Resolution Ratio」の列ができます。

11 分離能の比を計算する式を入力する。

- [サンプルグループ変数] の新しい列の **SysSuit** 行に、o-テルフェニルのピークと、フタル酸ジメチルのピークとの、分離能の比を求める式を入力します。

ヒント：次の構文を使用 =G62/G20

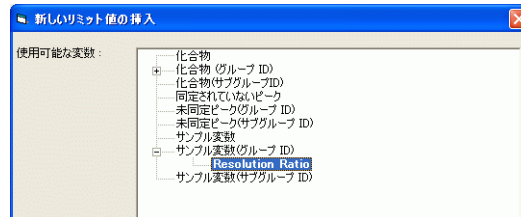
I6		=G62/G20						
A	B	C	D	E	F	G	H	I
1					新規	新規	新規	新規
2					Mean Resolution (Injections)	Mean Resolution (Samples)	StdDev Resolution	Resolution Ratio
3	-							
4				グループ ID				
5	-			サンプルグループの実数				
6	+			SysSuit				18.95
19	-			dimethylphthalate				
20	-			SysSuit		3.01	2.00	
21	-			サブグループ ID #1				
22				サンプル #1	1.0045			
23				~	3.0061			
24				サンプル #n	5.0059			
25	+			...				
29	+			サブグループ ID #n				
33	-			diethylphthalate				
34	-			SysSuit		21.02	1.98	
35	-			サブグループ ID #1				
36				サンプル #1	19.0641			

タスク 3: リミット値の条件を設定する。

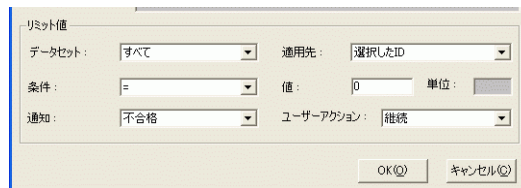
ステップ

詳しい手順

- 1 [グループ ID リミット値] パネルに、システムスタビリティのリミット値チェックを追加します。
 - 分離能の比が 0.9 を超えていれば、チェックは合格で、分析を続行します。
- a [データ解析] フォルダ中の [リミット値] を選択します。
- b [リミット値] パネルで、[グループ ID] タブをクリックします。
- c テーブルの見出しを右クリックし、コンテキストメニューから [新しいリミット値の挿入] を選択します。
[新しいリミット値の挿入] ダイアログボックスが表示されます。
- d [サンプル変数 (グループ ID)] のセクションを展開して、[Resolution Ratio] を選択します。



- e リミット値グループで、以下のパラメータを設定します。
 - データセット: SysSuit
 - 適用先: 選択した変数の ID
 - 条件: >
 - 値: 0.9
 - 通知: 合格
 - ユーザーアクション: 続行



- f [OK] をクリックして、テーブルにリミット値チェックを追加します。

上級エクササイズ #8 システムスタビリティ計算とグループ ID を設定する

ステップ

詳しい手順

2 さらに2つのシステムスタビリティリミット値チェックを追加します。

- 分離能の比が 0.8 を超えて (かつ 0.9 未満) いれば、警告を表示しますが、分析は続行します。
- 分離能の比が 0.8 未満であれば、チェックは不合格で、分析を中断します。

a リミット値チェックごとに、[新しいリミット値の挿入] ダイアログボックス表示し、[サンプル変数 (グループ ID)] のセクションを展開して、[Resolution Ratio] を選択します。

b パラメータは以下のように設定します。

- データセット: SysSuit
- 適用先: 選択した変数の ID
- 条件: >
- 値: 0.8
- 通知: 警告
- ユーザーアクション: 続行

および

- データセット: SysSuit
- 適用先: 選択した変数の ID
- 条件: <
- 値: 0.8
- 通知: 不合格
- ユーザーアクション: 中断

リミット値オプション

リミット値オプション							
シングル注入 マルチ注入 サマグループ グループ ID							
ヘッダ	単位	データセット	適用先	条件	値	通知	ユーザー
Resolution Ratio		SysSuit	選択したID	<	0.75	不合格	
Resolution Ratio		SysSuit	選択したID	>	0.8	警告	
Resolution Ratio		SysSuit	選択したID	>	0.9	合格	

タスク 3: シーケンステーブル中のシステムスータビリティサンプルを特定する。

ステップ	詳しい手順
1 必要に応じて、メソッド用のシーケンスを用意する。	a 35 ページの「タスク 1: 新しいシーケンスを作成する」を参照してください。
2 シーケンステーブルにサンプルを入力する。	a 36 ページの「タスク 2: サンプル情報とシーケンス情報を入力する。」を参照してください。
3 シーケンステーブル中のシステムスータビリティテストサンプルを同定する。	<p>a シーケンステーブル中のシステムスータビリティテストサンプルの行を選択します。</p> <p>b ワークスペースの [サンプルエントリ] タブで、[計算] タブをクリックします。</p> <p>c [グループ ID] の下矢印をクリックして、リストから [SysSuit] を選択します。</p>

シーケンステーブルの [グループ ID] の列に、グループ ID の名前が追加されます。この名前ですべてのサンプルは、カスタム計算ワークスペースやリミット値チェックで使用することができます。

上級エクササイズ #8 システムスタビリティ計算とグループ ID を設定する

www.agilent.com

本書の内容

入門ガイドは、Cerity 医薬品 QA/QC アプリケーションを短期間で習得するための、基本から上級までのエクササイズを集めたものです。

これらのエクササイズは次の2つに大別できます。

ルーチンサンプルの分析エクササイズでは、ラボのテクニシャンがルーチンサンプルを分析する方法を学習できます。

メソッドの設定エクササイズでは、ケミストがラボ独自のメソッドを設定する方法を学習できます。

© Agilent Technologies Deutschland GmbH 2003

Printed in Germany
12/2003



G4000-96012



Agilent Technologies