Sistema de datos en red Agilent Cerity para control de calidad farmacéutico

Guía de iniciación

Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2003

No se permite la reproducción de parte alguna de este manual bajo cualquier forma ni por cualquier medio (incluyendo su almacenamiento y recuperación electrónicos y la traducción a idiomas extranjeros) sin el consentimiento previo por escrito de Agilent Technologies, Inc. según lo estipulado por las leyes de derechos de autor estadounidenses e internacionales.

Número de referencia del manual:

G4000-95012

Edición

12/2003

Impresso en Alemania

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

Microsoft ® es una marca registrada en EE.UU. de Microsoft Corporation.

Revisión de software

Esta guía es válida para las revisiones A.02.xx del software Sistema de datos en red Agilent Cerity para control de calidad farmacéutico, donde xx hace referencia a revisiones menores del software iguales o mayores que 02 que no afectan a la exactitud técnica de esta guía.

Garantía

El material contenido en este documento se proporciona "tal como es" y está sujeto a modificaciones, sin previo aviso, en ediciones futuras. Además, hasta el máximo permitido por la ley aplicable, Agilent rechaza cualquier garantía, expresa o implícita, en relación con este manual y con cualquier información contenida en el mismo, incluyendo, pero no limitado a, las garantías implícitas de comercialización y adecuación a un fin determinado. En ningún caso Agilent será responsable de los errores o de los daños incidentales o consecuentes relacionados con el suministro, utilización o uso de este documento o de cualquier información contenida en el mismo. En el caso que Agilent y el usuario tengan un acuerdo escrito separado con condiciones de garantía que cubran el material de este documento y que estén en conflicto con estas condiciones, prevalecerán las condiciones de garantía del acuerdo separado.

Licencias sobre la tecnología

El hardware y/o software descritos en este documento se suministran bajo una licencia y pueden utilizarse o copiarse únicamente de acuerdo con las condiciones de tal licencia.

Avisos de Seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de **PRECAUCIÓN** indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento de operación, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se ponen en práctica, pueden provocar daños en el producto o pérdida de datos importantes. No avance más allá de un aviso de **PRECAUCIÓN** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de ADVERTENCIA indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento de operación, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se ponen en práctica, pueden provocar daños personales o la muerte. No avance más allá de un aviso de ADVERTENCIA hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

Contenido

Antes de comenzar 5

Análisis de muestras de rutina 11

Ejercicio básico nº 1a
Equilibrio del instrumento 15

Ejercicio básico nº 2a
Análisis de una muestra única para obtener un cromatograma de ejemplo 21

Ejercicio básico nº 2b
Análisis de un grupo de muestras únicas para identificar compuestos 27

Ejercicio básico nº 3a
Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración de un único nivel 33

Ejercicio básico nº 3b
Reintegración y reproceso de los resultados 43

Ejercicio avanzado nº 4a
Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración multinivel 49

Ejercicio avanzado nº 4b
Cambio de valores de las variables de muestra del método y reproceso 59

Ejercicio avanzado nº 5a
Análisis de una secuencia para cuantificar impurezas 67

Ejercicio avanzado nº 5b
Uso de un método diferente para el reproceso 75

Configuración de métodos 79

Ejercicio básico nº 1
Configuración de un método de equilibrio 81

Ejercicio básico nº 2
Configuración de un método para identificar compuestos en muestras únicas 89

Ejercicio básico nº 3
Configuración de un método para una secuencia con calibración de un único nivel 101

Ejercicio avanzado nº 4
Configuración de un método para adquirir y utilizar espectros en muestras únicas 119

Ejercicio avanzado nº 5
Configuración de un método con calibración multinivel para una secuencia 137

Ejercicio avanzado nº 6
Configuración de un método para cuantificar impurezas en una secuencia 151

Ejercicio avanzado nº 7
Cálculo de la suma de áreas media de las impurezas no identificadas por lote 171

Ejercicio avanzado nº 8
Configuración de un identificador de grupo con cálculos para la idoneidad del sistema 179

Antes de comenzar

Los ejercicios de esta guía de iniciación le ofrecen un modo rápido para aprender a usar la aplicación Cerity para control de calidad farmacéutico. Use la *Guía de conceptos de Cerity* como ayuda en la realización de las tareas que se incluyen en los ejercicios.

Configuración de métodos

Si usted desarrolla métodos para su laboratorio, es conveniente que realice estos ejercicios. Después podrá utilizar los métodos configurados para analizar muestras y secuencias en los ejercicios de análisis de muestras de rutina.

Análisis de muestras de rutina

Si su trabajo incluye el análisis de muestras pero no el desarrollo de métodos, puede realizar estos ejercicios con los métodos predeterminados que se facilitan junto con el sistema de datos en red Cerity o con los métodos configurados en los ejercicios de configuración de métodos.

Antes de comenzar

Asegúrese de que usted o su administrador transfieren los métodos predeterminados y el cromatograma de ejemplo desde el CD-ROM Cerity a la base de datos. En la página siguiente encontrará detalles sobre la transferencia de los métodos y cómo hacerlos funcionar en su sistema.

Paso 1. Recuperación de los métodos predeterminados

Los métodos predeterminados que se utilizan en los ejercicios tanto básicos como avanzados se encuentran dentro del CD del software Cerity en **\GettingStarted\DefaultMethods**.

1 Recuperación de los métodos predeterminados.

   Los métodos predeterminados que se utilizan en los ejercicios tanto básicos como avanzados se encuentran dentro del CD del software Cerity en **\GettingStarted\DefaultMethods**.

2 Seleccione **Inicio > Programas > Agilent Cerity > Administration and Maintenance > Archive and Restore.**

3 Introduzca la información de acceso y haga clic en **OK**.

4 Seleccione **Restore** y haga clic en **Next**.

5 Haga clic en el botón **...** .

6 Seleccione **\GettingStarted\DefaultMethods\Basic** (o **\Avanced**) en la unidad de CD.

7 Haga clic en **OK**, **Next** y **Yes** en los sucesivos mensajes.

8 Haga clic en el botón **>>** para pasar los métodos predeterminados a la lista **Restore Objects**.

9 Haga clic en **Next**, **Start** y **OK** en cada uno de los mensajes que aparezcan.

Aparece entonces el mensaje siguiente: "These tables contain duplicates" [estas tablas contienen duplicados].

Paso 2. Resolución de los duplicados de la base de datos

1. Haga clic en **Next**.
2. Asegúrese de que la casilla de verificación **Select instruments to enable** no está marcada.
3. Haga clic en **Next** y seleccione el segundo perfil de funciones de administrador.
4. Haga clic en **Rename**, introduzca el nuevo nombre de perfil de funciones `Admin` y haga clic en **OK**.
5. Haga clic en **Next**, **Start** y **OK**.
6. Haga clic en **OK** y en cualquier botón **Close** que aparezca.

Paso 3. Recuperación del cromatograma de ejemplo

El cromatograma de ejemplo está en el CD-1 del software Cerity en **\GettingStarted\DefaultResults**. Asegúrese de que se ha recuperado el cromatograma de ejemplo predeterminado.

1. Repita del paso 1 al paso 4 de "Paso 1. Recuperación de los métodos predeterminados" en la página 6.
2. Seleccione **\GettingStarted\DefaultResults** en la unidad de CD-ROM, haga clic en **OK** y en **Next**.
3. Seleccione **defexchrom2a**, haga clic en **>,** y en **Next**.
4. Haga clic en **Start**, en **OK** en los mensajes que vayan apareciendo y haga clic en **Close**.
5. Seleccione **Inicio > Programas > Agilent Cerity > Cerity Pharmaceutical QA/QC.**
6. Introduzca la información de acceso y haga clic en **OK**.
7. Seleccione **Result** en la lista Current View.
8. Seleccione **AllResultsRestored** en la lista Query.

Paso 4. Copia del método predeterminado para usarlo en su instrumento

Consulte "Ejercicio básico nº 2 Configuración de un método para identificar compuestos en muestras únicas" en la página 89 si lo desea.

1 Seleccione **Method** en la lista **Current View**.

2 Seleccione **AllMethodsRestored** en la lista **Query**.

3 Para cada método predeterminado:

   a Seleccione **File > New > Method**.

   b Haga clic en **Browse**, seleccione **defaultmethodN** para los ejercicios básicos o **AdvdefaultmethodN** para los avanzados y haga clic en **OK**.

NOTA

La primera vez que copie y cambie el nombre de **Advdefaultmethod4**, dele el nombre **defexer4a**. El primer usuario modificará ese método en el Ejercicio 4b. Ahora debe copiar **Avdefaultmethod4** y cambiarle el nombre a **defexer4b** para el segundo usuario que utilice el método.

   c Dé el nombre `defexerN` al nuevo método y haga clic en **Next**.

   d Seleccione el instrumento con el que va a usar el método y haga clic en **Next**.

   e Haga clic en *Next* hasta llegar a la pantalla New Method Review.

   f Haga clic en **Finish** y haga clic en **Save** cuando aparezca el mensaje Save to the database.

4 Seleccione **AllMasterMethods** en la lista **Query**.

5 Expanda **defexerN**.

6 Expanda **Instrument Setup** y adapte los parámetros de configuración.

7 Adapte los parámetros de configuración del instrumento para los módulos LC no coincidentes.

Los métodos predeterminados SÓLO pueden usarse en instrumentos con un detector Agilent VWD. Los demás módulos LC NO tienen por qué coincidir con los módulos en que se configuraron los métodos predeterminados (inyector automático, bomba cuaternaria, compartimento termostatizado de columna).

Si no tiene disponible ningún instrumento con un detector VWD para realizar estos ejercicios, es preciso que el administrador o un usuario avanzado configuren los métodos sirviéndose de las secciones correspondientes a la configuración de métodos de esta guía.

Análisis de muestras de rutina

Estos ejercicios le enseñan a analizar muestras de rutina. Puede utilizar los métodos predeterminados para realizar los ejercicios " a" o bien configurar métodos siguiendo los ejercicios de Configuración de métodos. Necesitará los resultados de los ejercicios " a" para realizar los ejercicios "b". El conjunto de ejercicios básicos y avanzados incluye los temas siguientes:

Básicos

Ejercicio 1: Equilibrio del instrumento. Aprenda a equilibrar el instrumento usando la pantalla del instrumento o un método.

Ejercicio 2a: Análisis de una muestra única para obtener un cromatograma de ejemplo. Aprenda a obtener un cromatograma de ejemplo que después podrá utilizar para configurar un método con integración e identificación.

Ejercicio 2b: Análisis de un grupo de muestras únicas para identificar compuestos. Aprenda a introducir y analizar un grupo de muestras individuales utilizando un método para identificar los compuestos presentes en las muestras.

Ejercicio 3a: Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración de un único nivel. Aprenda a analizar una secuencia usando calibración de un único nivel y actualización única y cuantificación ESTD con cantidades de compuesto fijas.

Ejercicio 3b: Reintegración y reproceso de los resultados.

Aprenda a reintegrar manualmente los resultados de la secuencia y a reprocesar los resultados con una revisión del método original. Para más información sobre el análisis de muestras de rutina, consulte en la *Guía de conceptos* la sección "Análisis de muestras".

Avanzados

Ejercicio 4a: Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración multinivel. Aprenda a analizar una secuencia usando calibración general multinivel y cuantificación ESTD con cantidades de compuesto variables y variables de muestra.

Ejercicio 4b: Cambio de las variables de muestra del método y reproceso. Aprenda a reprocesar los resultados usando la versión más actualizada del método y una versión con nuevas variables de muestra.

Ejercicio 5a: Análisis de una secuencia para cuantificar impurezas.

Aprenda a crear y analizar una secuencia configurada para cuantificación ISTD, cálculos personalizados, límites, calibración de agrupamiento y cálculos de idoneidad del sistema.

Ejercicio 5b: Uso de un método diferente para el reprocesamiento

Aprenda a reprocesar utilizando un nuevo método.

Antes de comenzar

Lea **"Antes de comenzar"** en la página 5.

Si piensa usar métodos predeterminados en estos ejercicios, asegúrese de que están incluidos en su base de datos. En la lista Query, seleccione AllMethodsRestored para ver defexer1-5 o AllResultsRestored para ver defexchrom2a.

Su administrador de sistemas debe haber configurado un cromatógrafo de líquidos LC Agilent Serie 1100 para su sistema.

Si decide realizar los ejercicios de análisis de muestras de rutina usando los métodos por defecto, debe utilizar un instrumento dotado con un detector VWD. Si usa los métodos creados en los ejercicios de configuración de métodos, necesitará únicamente un inyector automático, una bomba (cuaternaria o binaria) y un detector UV-Vis (VWD, MWD o DAD).

El disolvente A es agua. El disolvente B es metanol o acetonitrilo.

Use una columna Agilent Technologies Eclipse XDB-C8 (o C-18) de 4,6 mm X 15 cm (5µM).

Prepare los tres viales siguientes con estándar isocrático, referencia Agilent nº 01080-68704: sin diluir, diluido en un factor de 2 y diluido en un factor de 4.

Ejercicio básico nº 1a
Equilibrio del instrumento

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Equilibrar el instrumento con el panel de la aplicación Cerity para control de calidad farmacéutico.
- Introducir y analizar una muestra de equilibrio (análisis en blanco) usando un método creado para equilibrar el instrumento.

  Puede usar una copia del método predeterminado incluido con el sistema para equilibrar el instrumento o, como alternativa, puede usar el método creado en el "Ejercicio básico nº 1 Configuración de un método de equilibrio" en la página 81.

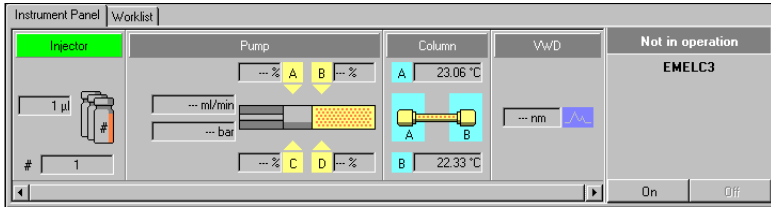
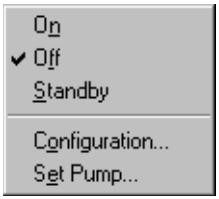
Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

Antes de comenzar

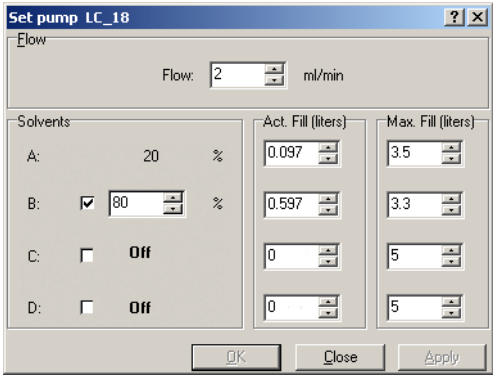
Asegúrese de que la bomba está en espera (Standby) y la lámpara del VWD apagada.

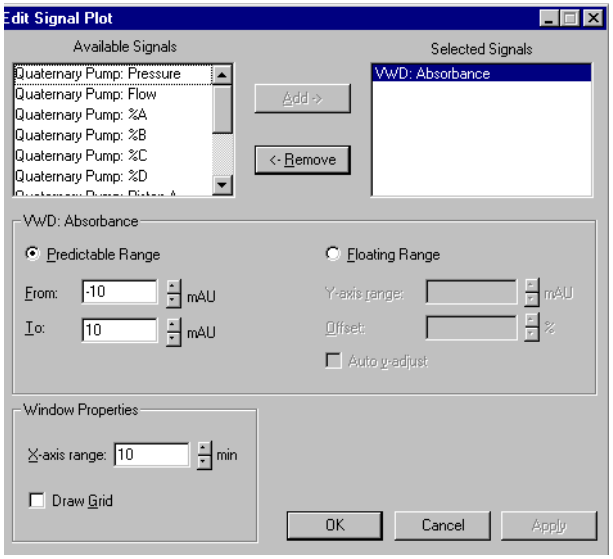
Asegúrese de que se han configurado o recuperado los métodos correspondientes a este ejercicio.

Tarea 1. Purga de la bomba desde el panel del instrumento

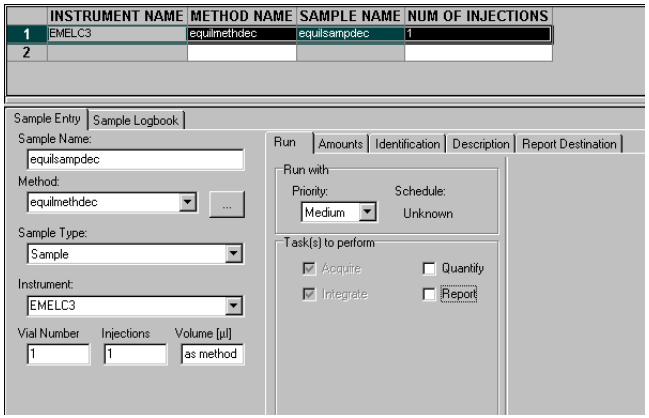
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Retire la bomba de servicio y purgue la línea B. Velocidad de flujo: 5ml/min %B = 100 %	**a** Gire la válvula negra de la bomba dos vueltas completas en dirección contraria a las agujas del reloj. **b** Seleccione **Instrument** en la lista **Current View**. **c** Seleccione el instrumento que desea equilibrar. Aparece la pantalla Instrument Panel junto con la representación Online Plot.  **d** Haga clic en el módulo correspondiente a la bomba de la pantalla Instrument Panel. Aparece un menú.  **e** Seleccione **Set Pump**. **f** Introduzca valores de 5 ml/min para Flow y %B=100 y haga clic en **OK**.
2 Purgue la línea A y ponga la bomba de nuevo en servicio. %A = 100	**a** Cuando ya no queden burbujas en la línea, repita los apartados d y e del paso 1. **b** Establezca %B = 0 y haga clic en **OK**. **c** Cuando ya no queden burbujas en la línea, haga clic en el módulo de la bomba y seleccione **Standby**. **d** Apriete la válvula negra.

Tarea 2. Equilibrio del instrumento desde la pantalla Instrument Panel

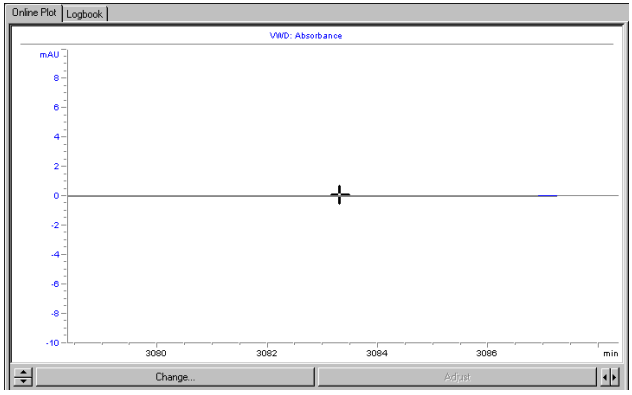
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Introduzca los parámetros de la bomba siguientes: Metanol como disolvente B: • Velocidad de flujo: 2 ml/min. • Composición del disolvente: 80 %MeOH/20 %H_2O Acetonitrilo como disolvente B: • Velocidad de flujo: 1,5 ml/min • Composición del disolvente: 65 %ACN/35 %H_2O	**a** Haga clic en el módulo correspondiente a la bomba de la pantalla Instrument Panel. **b** Seleccione **Set Pump**. Aparece el cuadro de diálogo Set Pump. **c** Introduzca los parámetros de la bomba indicados en la columna de la izquierda y haga clic en **OK**.  **d** Haga clic en el módulo de la bomba y seleccione **On**.
2 Encienda la lámpara del detector.	**a** Haga clic en el módulo correspondiente al detector de la pantalla Instrument Panel. **b** Seleccione **Lamp On**. Espere a que se estabilice la línea base.

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Monitorice la línea base hasta que se vea estable. Tras llevar a cabo este paso, ya está listo para realizar los ejercicios restantes; si lo prefiere, puede continuar con la tarea siguiente para aprender a equilibrar el instrumento usando un método.	**a** Haga clic en **Change** en la parte inferior de la representación Online Plot. Aparece el cuadro de diálogo Edit Signal Plot. **b** Seleccione la señal de detector que corresponda en la lista **Available Signals** y haga clic en el botón **Add** para añadir la señal a la lista **Selected Signals**. (También puede seleccionar la presión de la bomba). **c** Establezca el rango **Predictable Range (eje Y)** en -10 a +10. **d** Configure el rango **X-Axis range** como 10 min. **e** Haga clic en **OK**.  **f** Haga clic en el módulo del detector después de que la lámpara haya estado encendida algunos minutos. **g** Seleccione **Balance**. Cuando la línea base se mantenga en cero durante algunos minutos tras esta operación, se considera que ya está estable.

Tarea 3. Equilibrio del instrumento usando un método; introducción de una muestra de equilibrio

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Introduzca la información correspondiente a la muestra. Nombre de la muestra: equilsamp*iii*, donde *iii* son sus iniciales. Método: defexer1 o equilmeth*iii* Consulte la sección "Antes de comenzar" en la página 5 para obtener instrucciones sobre cómo recuperar o copiar los métodos predeterminados.	**a** Seleccione **Instrument** en la lista **Current View**. **b** Expanda la carpeta **Sample Entry** correspondiente al instrumento que desea equilibrar. **c** Seleccione **Single Samples**. **d** Introduzca en el campo **Sample Name** el valor equilsamp*iii*. **e** Seleccione como **Method** bien equilmeth*iii* o defexer1. **f** Seleccione **Blank Run** como **Sample Type**. **g** Haga clic en **Apply**. También podrá introducir la muestra en Sample View cuando tenga que introducir muestras y secuencias durante un análisis.
2 Introduzca las tareas que el sistema debe efectuar durante el análisis.	**a** Desactive las casillas de verificación **Quantify** y **Report.** **b** Haga clic en **Apply**. 
3 Guarde la muestra en la base de datos.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en . **b** Revise la lista de cambios. **c** En la sección **Reason for changes**, introduzca una razón o seleccione una razón de la lista. **d** Introduzca su firma electrónica si así se requiere. **e** Haga clic en el botón **Save.**

Tarea 4. Equilibrio del instrumento usando un método; análisis de una muestra de equilibrio

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Analice equilsamp*iii*.	**a** Seleccione la muestra equilsamp*iii* en la tabla Sample Table. El botón Run está ahora activo. **b** Haga clic en el botón Run de la barra de herramientas Actions.
2 Monitorice la línea base hasta que se estabilice.	**a** Seleccione el instrumento que desea equilibrar. Aparece la pantalla Instrument Panel junto con la representación Online Plot. **b** Haga clic en **Change** en la parte inferior de la representación Online Plot. Aparece el cuadro de diálogo Edit Signal Plot. (Consulte la figura de la página 18). **c** Seleccione la señal de detector que corresponda en la lista **Available Signals** y haga clic en el botón **Add** para añadir la señal a la lista **Selected Signals**. **d** Establezca el rango **Predictable Range** en -10 a +10. **e** Configure el rango **X-Axis range** como 10 min. **f** Haga clic en **OK**. 

Ejercicio básico nº 2a
Análisis de una muestra única para obtener un cromatograma de ejemplo

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Introducir una muestra para obtener un cromatograma de ejemplo.
- Analizar la muestra.
- Revisar los resultados.

Un cromatograma de ejemplo puede ser cualquiera de los que se hayan obtenido. Use el cromatograma de ejemplo para probar nuevos parámetros de integración e identificar picos como compuestos.

Para realizar este ejercicio puede utilizar cualquiera de los métodos siguientes:

- Una copia del método predeterminado que se facilita con el sistema de datos en red Cerity.
- El método guardado en "Tarea 3. Grabación y auditoría de cambios efectuados en el método" en la página 96 de la sección Configuración de métodos.
- Un método de equilibrio que haya creado en "Ejercicio básico nº 1 Configuración de un método de equilibrio" en la página 81.

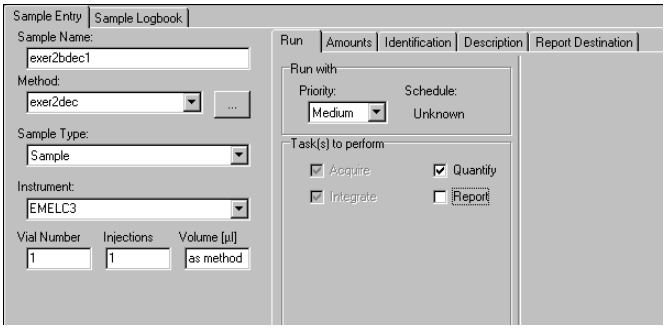
Para llevar a cabo las tareas de las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

Antes de comenzar

Lea "Análisis de muestras de rutina" en la página 11 para obtener información general sobre el análisis de muestras de rutina.

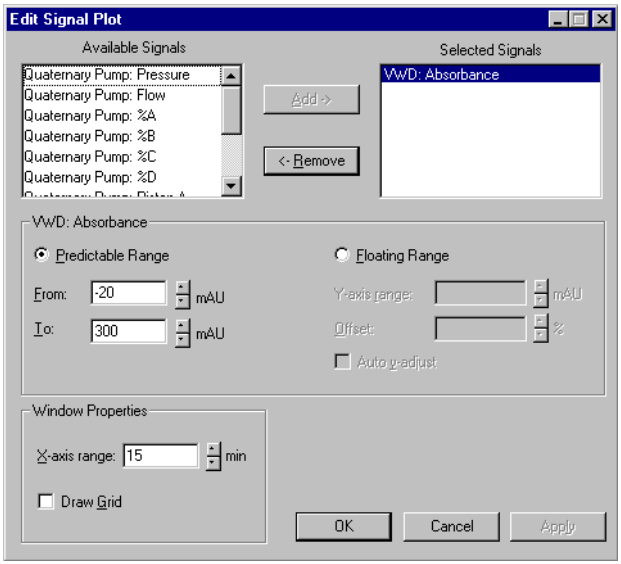
Equilibre el instrumento. Consulte el "Ejercicio básico nº 1a Equilibrio del instrumento" en la página 15. Asegúrese de que se han configurado o recuperado los métodos correspondientes a este ejercicio.

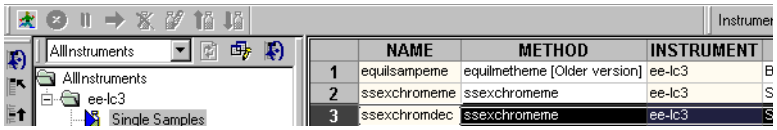
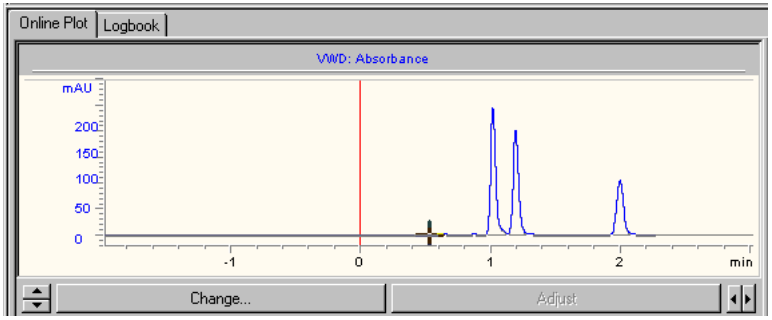
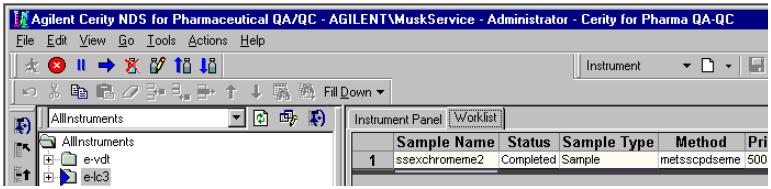
Tarea 1. Introducción de una muestra única

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Inicie la pantalla Instrument para localizar la tabla de muestras únicas.	**a** Seleccione **Instrument** en la lista **Current View**. **b** Expanda la carpeta correspondiente al instrumento en el que va a obtener el cromatograma de ejemplo. **c** Seleccione **Single Samples**. En el espacio de trabajo aparecen la tabla de muestras y la pantalla de introducción de muestras.
2 Introduzca una muestra con la información siguiente: • Dé a la muestra el nombre exchrom*iii*, donde *iii* son sus iniciales. • Seleccione defexer2, exer2*iii* (si se guardó antes) o equilmeth*iii*. • Seleccione el vial que contiene el estándar isocrático de fuerza completa.	**a** Introduzca exchrom*iii* en el cuadro **Sample Name**. **b** Seleccione un método en la lista **Method**. En el cuadro **Instrument** aparece el instrumento asociado con el método. **c** Seleccione **Sample** en la lista **Sample Type**. **d** Introduzca el número de vial correspondiente a la muestra en el cuadro **Vial Number**. **e** Haga clic en **Apply** para añadir la información de la muestra a la tabla de muestras. Use los valores predeterminados para los demás parámetros.
3 Introduzca las tareas que se deben efectuar durante el análisis.	**a** Desactive las casillas de verificación **Quantify** y **Report.** 
4 Guarde la muestra.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en . Aparece el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**. **b** Revise el cuadro de lista **List of changes**. **c** En la sección **Reason for changes**, introduzca una razón o seleccione una de la lista. **d** Introduzca su firma electrónica si así se requiere. **e** Haga clic en el botón **Save.**

Tarea 2. Análisis de la muestra

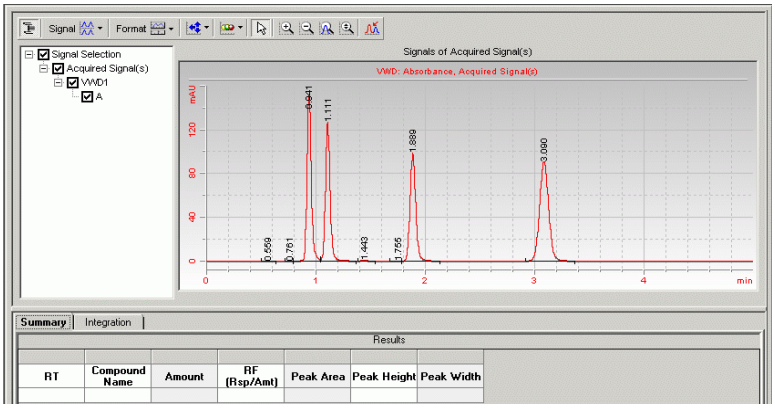
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Compruebe que el instrumento está listo para su uso.	**a** En el árbol de selección, seleccione su instrumento. **b** Haga clic en la lengüeta **Online Plot**. **c** Haga clic en el botón **Change**. Aparece el cuadro de diálogo **Edit Signal Plot**. **d** Seleccione la señal de detector que corresponda en la lista **Available Signals**. **e** Haga clic en el botón **Add** para añadir la señal a la lista **Selected Signals**. **f** Seleccione la opción **Predictable Range** y establezca el rango predecible desde -20 mAU hasta 300 mAU. **g** En la sección **Window Properties**, introduzca 5 min en el cuadro **X-Axis range**. **h** Haga clic en el botón **OK**.



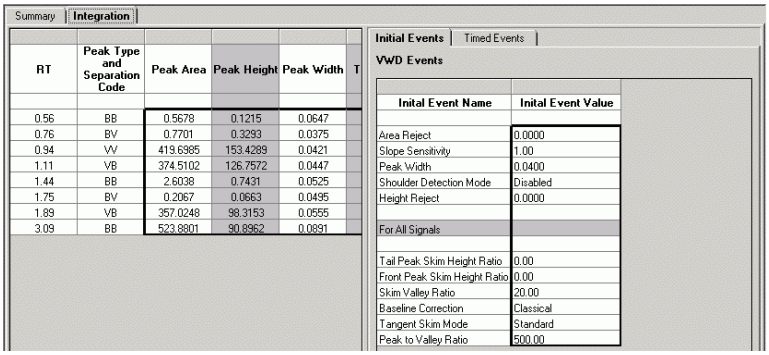
Pasos	Instrucciones detalladas
2 Analice la muestra.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta correspondiente a su instrumento. **b** Seleccione **Single Samples**. **c** Seleccione la muestra exchrom*iii*. El botón Run aparece ahora disponible en la barra de herramientas Tools.  **d** Haga clic en el botón **Run**. También puede analizar la muestra desde Sample View.
3 Monitorice la señal y haga un seguimiento del estado de la muestra.	**a** En el árbol de selección, seleccione su instrumento. **b** Haga clic en la lengüeta **Online Plot** para ver una representación de la señal. Cambie los ejes si procede.  **c** Haga clic en la lengüeta **Worklist** para realizar el seguimiento del estado de la muestra.  Tras hacer clic en la lengüeta **Worklist**, aparecen disponibles los botones **Abort**, **Pause** y **Resume**.

Tarea 3. Revisión del cromatograma

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Revise el resultado obtenido para la muestra y asegúrese de que se han integrado los cuatro picos.	**a** Seleccione **Result** en la lista **Current View**. **b** Seleccione **MySamplesRunLast24h** en la lista **Query**. **c** Expanda la carpeta **Samples**. **d** Expanda la carpeta exchrom*iii*. **e** Seleccione la inyección nº 1 de exchrom*iii*. **f** Consulte el cromatograma y los resultados de **Summary**.



g Haga clic en la lengüeta **Integration** para consultar los resultados de integración.



Ejercicio básico nº 2b
Análisis de un grupo de muestras únicas para identificar compuestos

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Introducir una muestra.
- Analizar y realizar el seguimiento de grupos de muestras únicas
- Revisar los resultados para comprobar la identificación de compuestos.

Para realizar este ejercicio puede utilizar cualquiera de los métodos siguientes:

- Una copia del método por defecto que se facilita con el Cerity Networked Data System (NDS).
- El método completado en el "Ejercicio básico nº 2 Configuración de un método para identificar compuestos en muestras únicas" en la página 89.

Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

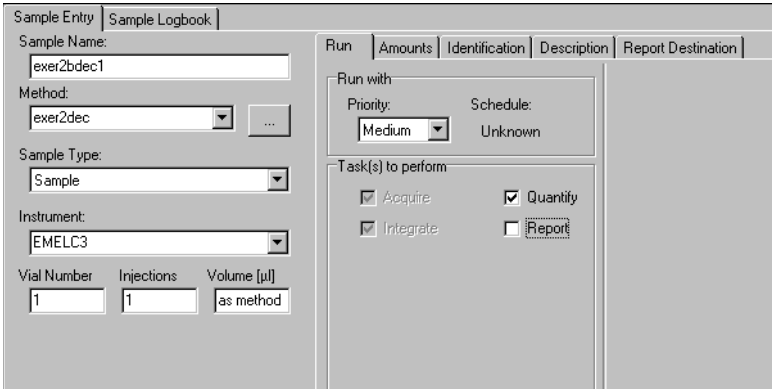
Antes de comenzar

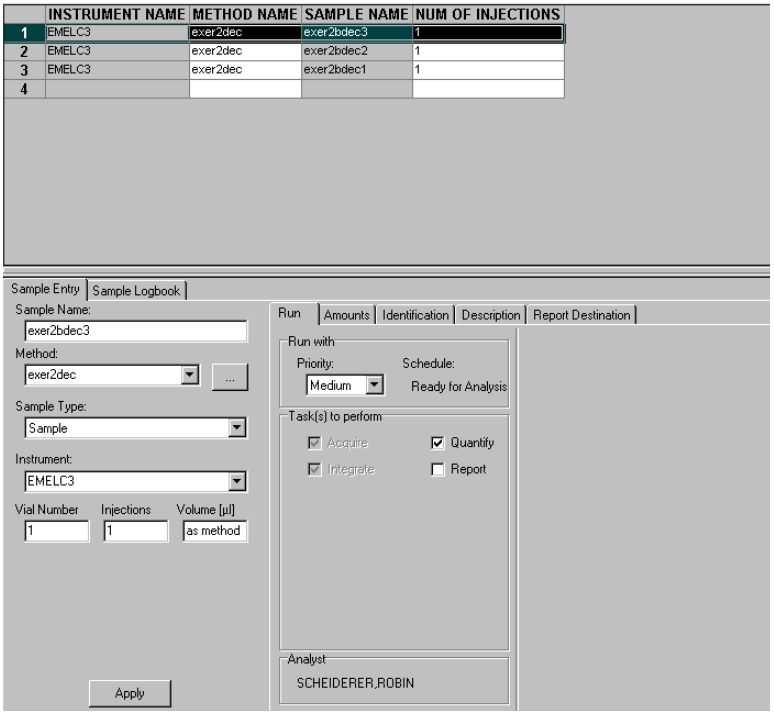
Lea "Análisis de muestras de rutina" en la página 11.

Equilibre el instrumento. Consulte el "Ejercicio básico nº 1a Equilibrio del instrumento" en la página 15.

Asegúrese de que se han configurado o recuperado los métodos correspondientes a este ejercicio.

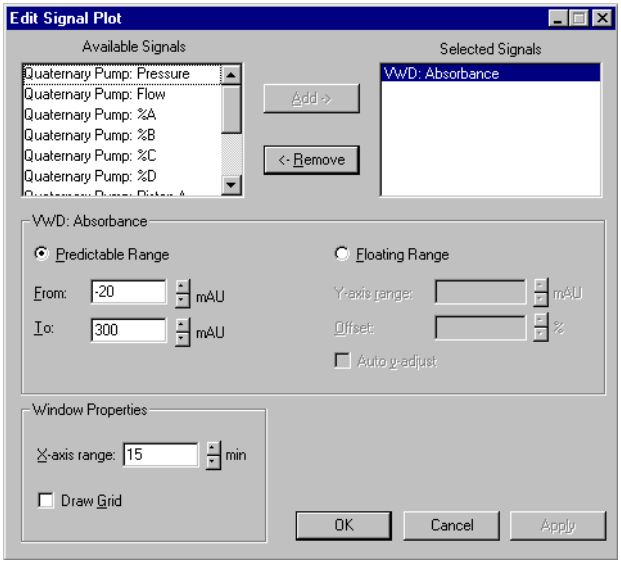
Tarea 1. Introducción de tres muestras únicas

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Inicie la pantalla Instrument para localizar la tabla de muestras únicas.	**a** Seleccione **Instrument** en la lista **Current View**. **b** Expanda la carpeta correspondiente a su instrumento. **c** Seleccione **Single Samples**. En el espacio de trabajo aparecen la tabla de muestras y la hoja **Sample Entry**.
2 Introduzca una muestra con la información siguiente: • Dé a la muestra el nombre exer2b*iii*1, donde *iii* son sus iniciales. • Seleccione el método a usar con la muestra: defexer2 o exer2*iii*. • Seleccione el nº de vial que contiene el estándar isocrático de fuerza completa.	**a** Introduzca exer2b*iii*1 en el cuadro **Sample Name**. **b** Seleccione el método exer2 en la lista **Method** (o copia de defexer2b). En el cuadro **Instrument** aparece el instrumento asociado con el método. **c** Seleccione **Sample** en la lista **Sample Type**. **d** Introduzca en **Vial Number** el número de vial que contiene el estándar. **e** Haga clic en **Apply** para pasar la información de la muestra a la tabla de muestras. 
3 Introduzca las tareas que el sistema debe efectuar durante el análisis.	**a** Marque la casilla de verificación **Quantify** y desactive la casilla de verificación **Report**. Es preciso marcar la casilla de verificación **Quantify** para poder identificar los compuestos, aun cuando no se configuren calibración y cuantificación en el método. **b** Haga clic en **Apply**.

Pasos	Instrucciones detalladas
4 Guarde la muestra.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en . Aparece el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**. **b** Revise el cuadro de lista **List of changes**. **c** En la sección **Reason for changes**, introduzca una razón o seleccione una razón de la lista. **d** Haga clic en el botón **Save.**
5 Repita los pasos 2 a 4 para las dos muestras siguientes. Dé a esas muestras los nombres exer2b*iii*2 y exer2b*iii*3.	**a** Seleccione la fila vacía. **b** Comience por el paso 2a y termine con el paso 4d para exer2b*iii*2. **c** Repita los pasos a y b para exer2b*iii*3. 

Tarea 2. Análisis de las muestras

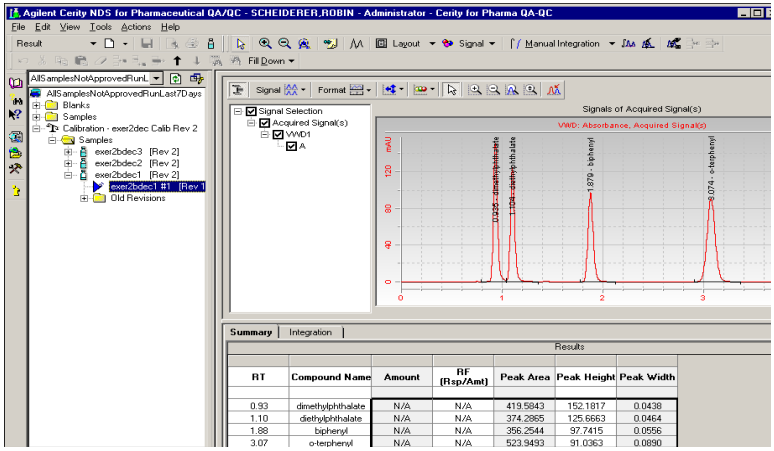
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Compruebe que el instrumento está listo.	**a** Seleccione **Instrument** en la lista **Current View**. **b** Haga clic en la lengüeta **Online Plot**. **c** Haga clic en el botón **Change**. Aparece el cuadro de diálogo **Edit Signal Plot**. **d** Seleccione la señal de detector que corresponda en la lista **Available Signals**. **e** Haga clic en el botón **Add** para añadir la señal a la lista **Selected Signals**. **f** Seleccione la opción **Predictable Range** y establezca el rango predecible desde -20 mAU hasta 300 mAU. **g** En la sección **Window Properties**, introduzca 15 min en el cuadro **X-Axis range**. **h** Haga clic en el botón **OK**.



Pasos	Instrucciones detalladas
2 Analice las muestras.	**a** Expanda la carpeta correspondiente a su instrumento. **b** Seleccione **Single Samples**. **c** Seleccione la muestra exer2b*iii*1. **d** Haga clic en el botón **Run** . **e** Seleccione la muestra exer2b*iii*2. **f** Haga clic en el botón **Run**. **g** Seleccione la muestra exer2b*iii*3. **h** Haga clic en el botón **Run**. Las muestras se analizan en el orden indicado salvo que exer2b*iii*3 tenga una prioridad más alta que exer2b*iii*2. En ese caso, se analiza exer2b*iii*3 antes que exer2b*iii*2. La primera muestra indicada se analiza siempre en primer lugar aun cuando tenga una prioridad más baja que las demás muestras.
3 Monitorice la señal y realice un seguimiento del estado de las muestras.	**a** Haga clic en la lengüeta **Online Plot** para ver una representación de la señal. Cambie los ejes si procede. **b** Haga clic en la lengüeta **Worklist** y siga el estado de las tres muestras. Instrument Panel / Worklist 1 exer2bdec1 Running(1) Sample exer2dec 500 1 1 2 exer2bdec2 Queued Sample exer2dec 500 1 1 3 exer2bdec3 Queued Sample exer2dec 500 1 1

Tarea 3. Revisión del cromatograma

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Revise los resultados obtenidos para las muestras y asegúrese de que se han identificado todos los compuestos de cada una de ellas.	**a** Seleccione **Result** en la lista **Current View**. **b** Expanda la carpeta Calibration - exer2*iii* o defexer2. Aun cuando no se haya configurado la calibración en el método, los resultados aparecen en la carpeta Calibration. **c** Expanda la carpeta **Samples**. **d** Expanda la carpeta exer2b*iii*1. **e** Seleccione la inyección nº 1 de exer2b*iii*1. **f** Revise el resultado. **g** Repita los pasos d a f para las muestras siguientes: • exer2b*iii*2 • exer2b*iii*3.



Ejercicio básico nº 3a
Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración de un único nivel

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Crear una secuencia con un método configurado para calibración de un único nivel y actualización única, cuantificación ESTD y cantidades de compuesto fijas.
- Seleccionar tipos de informe y configurar un directorio para los informes.
- Analizar y realizar el seguimiento de la secuencia.
- Revisar los resultados para garantizar que se han identificado y cuantificado correctamente los compuestos.
- Revisar los informes.

Para realizar este ejercicio, puede elegir entre dos métodos:

- una copia del método predeterminado que se facilita con el sistema.
- el método que creó en el "Ejercicio básico nº 3 Configuración de un método para una secuencia con calibración de un único nivel" en la página 101.

Para realizar los ejercicios básicos, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

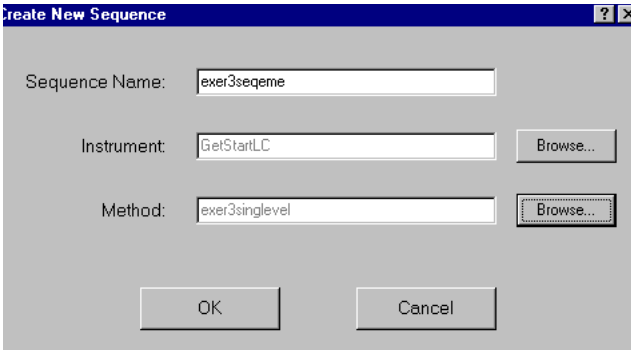
Antes de comenzar

Lea "Análisis de muestras de rutina" en la página 11.

Equilibre el instrumento. Consulte el "Ejercicio básico nº 1a Equilibrio del instrumento" en la página 15.

Coloque todos los viales con las muestras preparadas en la bandeja del ALS. Asegúrese de que se han configurado o recuperado los métodos correspondientes a este ejercicio.

Tarea 1. Creación de una nueva secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
Cree una nueva secuencia. Dé a la secuencia el nombre exer3seq*iii*, donde *iii* son sus iniciales. Use uno de los dos métodos siguientes: • defexer3 • exer3*iii* (creado en el Ejercicio 3 de Configuración de métodos).	**a** Haga clic en el botón **New** , de la barra de herramientas estándar y seleccione **Sequence**. Aparece el cuadro de diálogo Create New Sequence. **b** Introduzca en **Sequence Name** el nombre de secuencia exer3seq*iii*. **c** Seleccione en **Instrument** el instrumento donde se va a analizar la secuencia. **d** Seleccione en **Method** el método de análisis. **e** Haga clic en **OK**.  **f** Si aparece el cuadro de diálogo Save Changes to the Database, seleccione las razones para el cambio en **Reason for changes**, si las hay, y haga clic en **Save**.

Tarea 2. Introducción de la información correspondiente a las muestras y la secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Revise la tabla de la secuencia. Observe que la tabla de secuencia coincide con la plantilla de secuencia configurada en el método.	**a** Seleccione Instrument en la lista Current View. **b** Expanda el instrumento que está utilizando y seleccione la secuencia que acaba de crear. **c** Revise la tabla.

Sequence Table | Sequence Options

	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Summary Group	Vial #	Injections #	Injection Volume [µl]	Sample Amount [mg/ml]
1	Cal1	Calibration	1		2	1	as method	0
2	sample 1_2	Sample			5	1	as method	0
3	sample 1_4	Sample			9	1	as method	0
4	Cal1	Calibration	1		2	1	as method	0
5	sample 1_2	Sample			5	1	as method	0
6	sample 1_4	Sample			9	1	as method	0
7	Cal1	Calibration	1		2	1	as method	0
8	sample 1_2	Sample			5	1	as method	0
9	sample 1_4	Sample			9	1	as method	0
10								

2 Introduzca las tareas que se deben efectuar durante el análisis: Cuantificación, Informe. La adquisición y la integración están siempre marcadas.	**a** Haga clic en la lengüeta **Sequence Options**. **b** Asegúrese de que estén marcadas las casillas de verificación **Quantify** y **Report** del cuadro Task(s) to perform.

Sequence | Identification | Description | Report Destination

Run with

Priority: Medium

Schedule: **Ready for Analysis**

Calibration Mode: Single Update Calibration

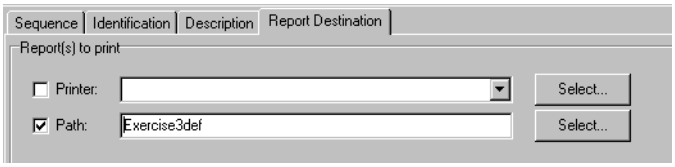
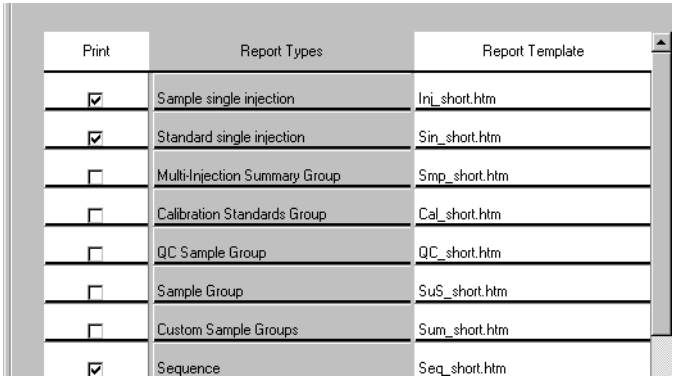
Sequence Created by

Task(s) to perform

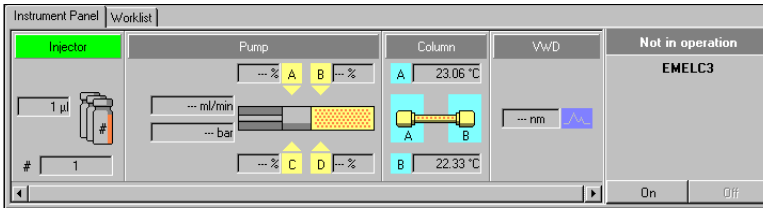
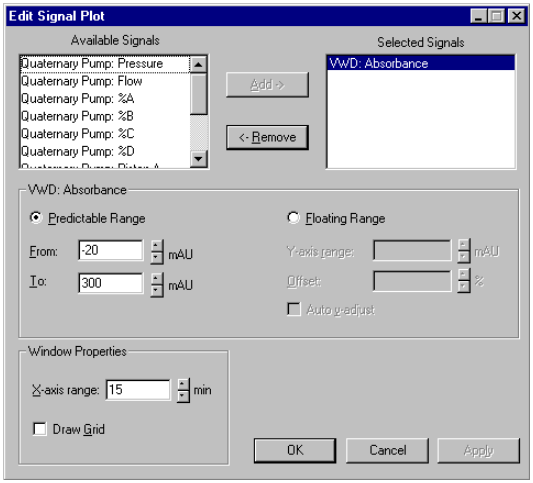
☑ Acquire ☑ Quantify

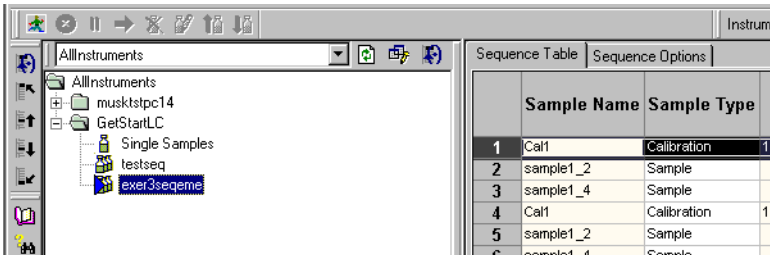
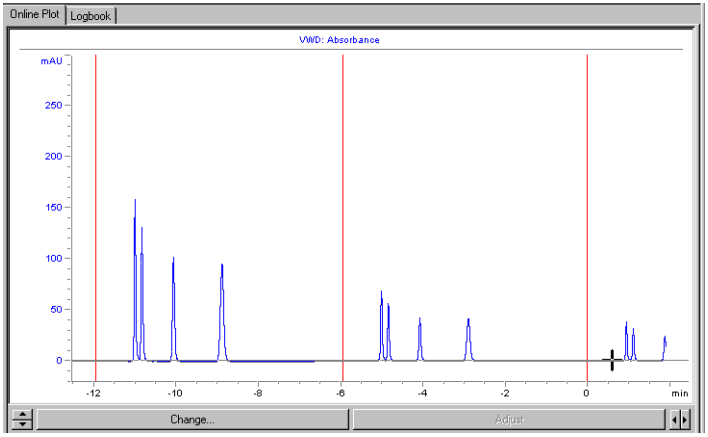
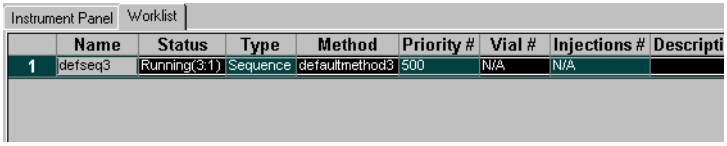
☑ Integrate ☑ Report

☐ Allow Online Editing

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Introduzca la ruta de destino para los informes pero no los imprima. Introduzca Exercise3*iii*, donde *iii* son sus iniciales.	**a** Haga clic en la lengüeta **Report Destination**. **b** Desactive la casilla de verificación **Printer** si procede. **c** Marque la casilla **Path** e introduzca el directorio Exercise3*iii*. El sistema crea automáticamente ese directorio, si es que no existe ya, y coloca los informes generados en el directorio Agilent\Cerity\Reports\Pharmaqc\Reports. 
4 Seleccione la elaboración de los informes siguientes: Inyección única Inyección de estándar Secuencia	**a** Marque la casilla de verificación **Print** situada a la izquierda de los elementos de la columna **Report Types** indicados en el margen izquierdo. **b** Desactive todas las casillas de verificación **Print** que no correspondan a los elementos indicados en el margen izquierdo. 
5 Guarde la secuencia.	**a** Haga clic en e introduzca las razones para los cambios y su contraseña si procede.

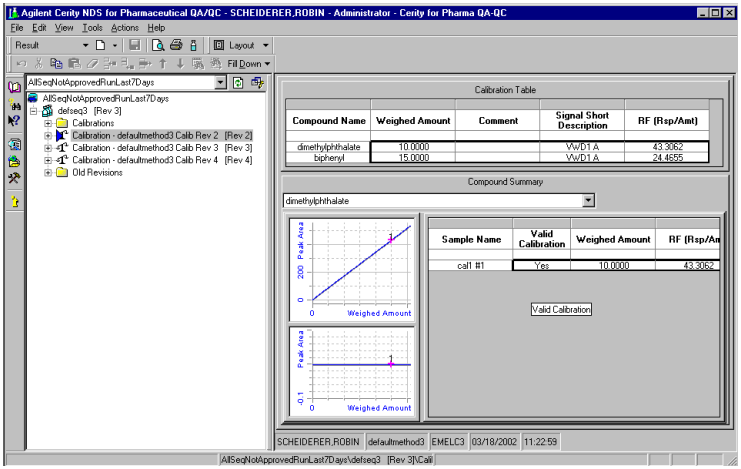
Tarea 3. Análisis y seguimiento de la secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Asegúrese de que el instrumento está listo. Use las mismas condiciones que se configuraron en el método. Parámetros de la representación Online Plot: • Rango del eje Y: de -20 a 300 • Rango del eje X: 15 minutos	**a** Seleccione el instrumento en que se va a analizar la secuencia en el árbol de selección. **b** Asegúrese de que el instrumento y la columna están equilibrados, y de que las condiciones son las mismas que se configuraron en el método para la secuencia.  **c** Haga clic en **Change** en la parte inferior de la representación Online Plot. Aparece el cuadro de diálogo Edit Signal Plot. **d** Seleccione la señal de detector que corresponda en la lista Available Signals y haga clic en **Add** para pasar la señal a la lista de la derecha. **e** Configure el rango **Predictable Range** como de -20 a 300. **f** Configure el rango **X-Axis range** como 15 min. **g** Haga clic en **OK**. 

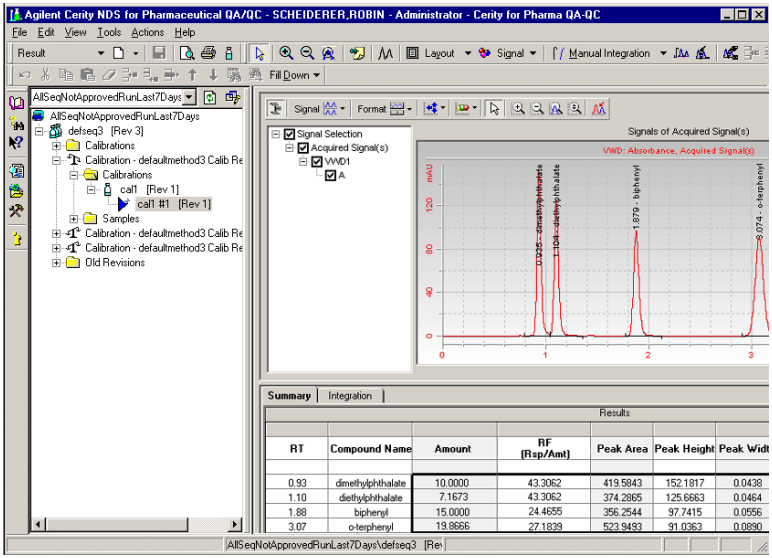
Pasos	Instrucciones detalladas
2 Analice la secuencia.	**a** Expanda la carpeta correspondiente a su instrumento. **b** Seleccione la secuencia que acaba de configurar. Aparece el botón Run . **c** Haga clic en el botón **Run**. 
3 Monitorice la señal y haga un seguimiento del estado de la secuencia.	**a** Seleccione el instrumento. **b** Observe la representación de la señal en la lengüeta **Online Plot** y cambie los ejes si es necesario.  **c** Haga clic en la lengüeta **Worklist** y observe el estado de la secuencia.  Observe que al entrar en Worklist aparecen los botones Abort, Pause y Resume.

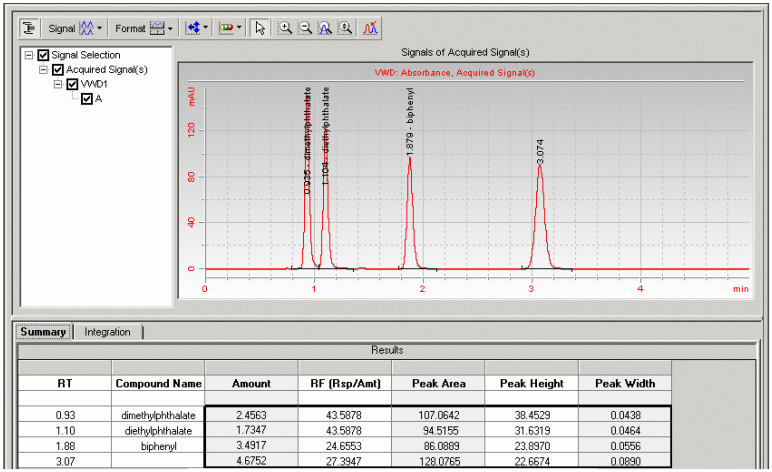
Tarea 4. Revisión de los resultados y los informes

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Revise la tabla de calibración y la curva correspondientes a cada revisión de la calibración.	**a** Seleccione **Result** en la lista Current View. **b** Seleccione **AllSeqNotApprovedRunLast7Days** en la lista Query. **c** Expanda la carpeta **exer3seq*iii***. **d** Seleccione la carpeta **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 2**. En el espacio de trabajo aparecen la tabla de calibración y la curva correspondiente.



e Seleccione la carpeta **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 3**.
f Seleccione la carpeta **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 4**.

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Revise los resultados correspondientes a cada estándar de calibración en cada revisión. Observe los diferentes factores de respuesta utilizados para cuantificar las muestras.	**a** Expanda la carpeta **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 2**. **b** Expanda la carpeta **Calibrations**. **c** Expanda la carpeta Cal1. **d** Seleccione Cal1 #1. **e** Observe el factor de respuesta en el espacio de trabajo.  **f** Expanda la carpeta **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 3**. **g** Repita los pasos b-c. **h** Seleccione el segundo estándar Cal1. **i** Observe el factor de respuesta. **j** Expanda la carpeta **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 4**. **k** Repita los pasos b-c. **l** Seleccione el tercer estándar Cal1. **m** Observe el factor de respuesta.

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Revise los resultados obtenidos para las muestras en cada revisión. Observe el factor de respuesta utilizado para la cuantificación.	**a** Expanda la carpeta **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 2**. **b** Expanda la carpeta **Samples**. **c** Expanda la carpeta Sample1_2. **d** Seleccione Sample1_2 #1. **e** Observe el factor de respuesta en el espacio de trabajo. **f** Repita los pasos c-e para Sample1_4.  **g** Expanda la carpeta **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 3**. **h** Repita los pasos b-f. **i** Expanda la carpeta **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 4**. **j** Repita los pasos b-f.
4 Revise los informes. **Consejo:** use la utilidad Report Viewer para abrir los informes.	**a** Seleccione **Inicio > Programas > Agilent Cerity > Report Viewer**. **b** Seleccione **File > Open**. **c** Abra **Cerity > Agilent > Reports > PharmaQC > Reports > Exercise3*iii***. **d** Abra y consulte cada uno de los informes.

RT	Compound Name	Amount	RF (Rsp/Amt)	Peak Area	Peak Height	Peak Width
0.93	dimethylphthalate	2.4563	43.5878	107.0642	38.4529	0.0438
1.10	diethylphthalate	1.7347	43.5878	94.5155	31.6319	0.0464
1.88	biphenyl	3.4917	24.6553	86.0889	23.8970	0.0556
3.07		4.6752	27.3947	128.0765	22.6674	0.0890

Ejercicio básico nº 3b Reintegración y reproceso de los resultados

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Reintegrar manualmente los resultados del estándar de calibración.
- Cambiar valores de las variables de muestra.
- Reprocesar la secuencia con una revisión del método original.

Puede usar los datos que obtuvo en el Ejercicio nº 3a.

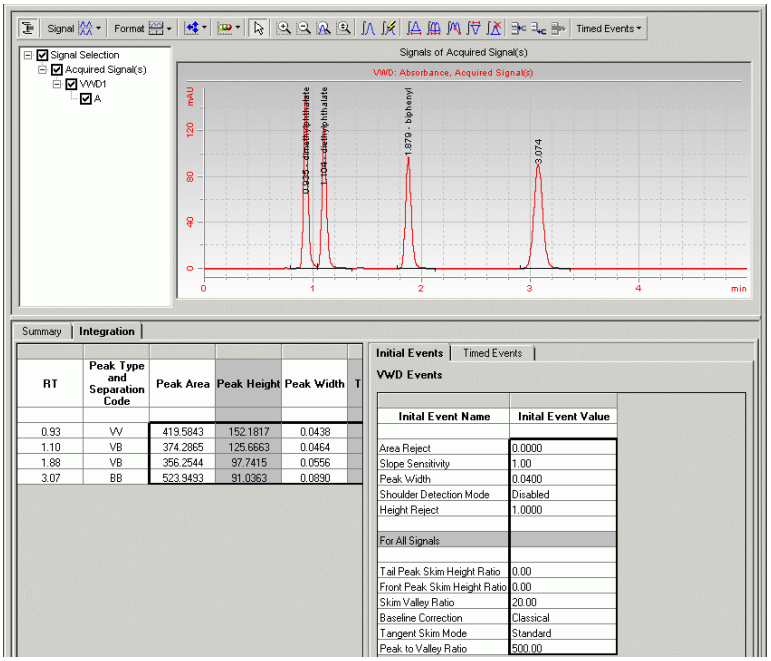
Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

Antes de comenzar

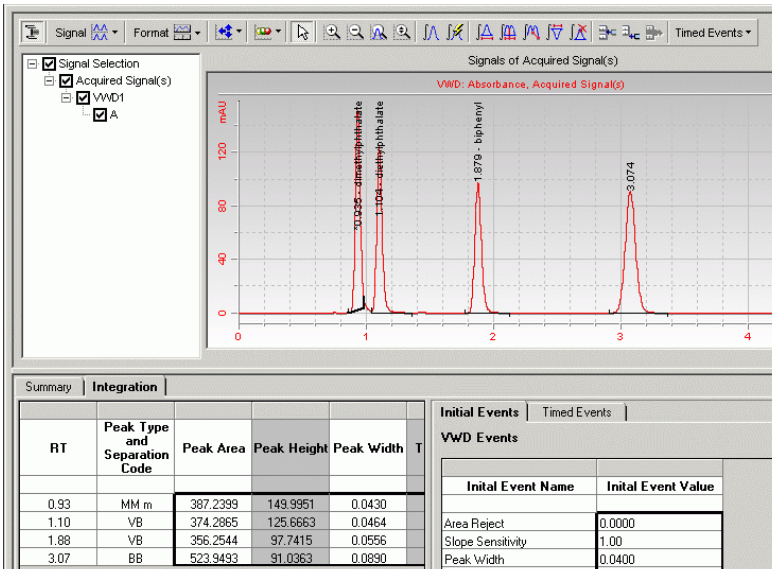
Lea "Análisis de muestras de rutina" en la página 11.

Tarea 1. Cambios en los resultados y en la información de la muestra

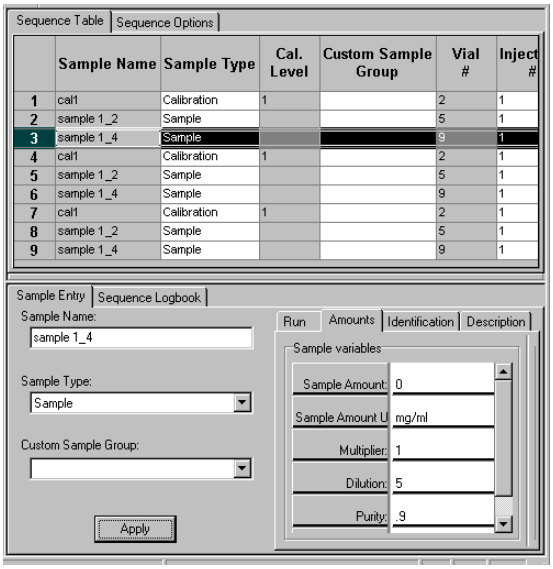
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Localice el resultado de inyección única correspondiente a la tercera cuantificación de la muestra sample1_4 de la secuencia exer3seq*iii*.	**a** Seleccione **Result** en la lista Current View. **b** En la lista Query, seleccione **MySeqNotApprovedRunLast7days**. **c** Expanda la carpeta **exer3seq*iii***. **d** Expanda la carpeta **Calibration - exer3*iii* Calib Rev 4**. **e** Expanda la carpeta **Samples**. **f** Expanda la carpeta **sample 1_4**. **g** Seleccione **sample 1_4#1**. **h** Haga clic en la pestaña **Integration**.



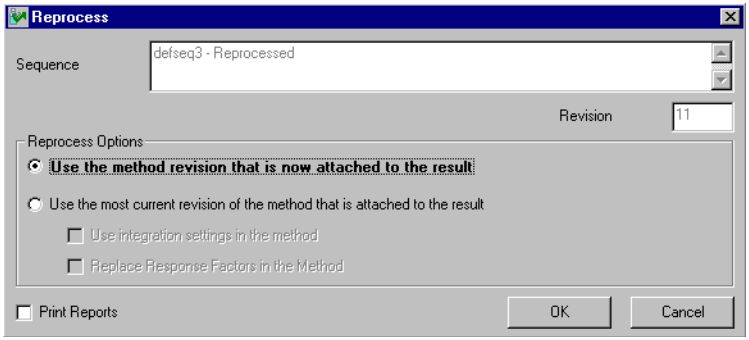
Pasos	Instrucciones detalladas
2 Reintegre manualmente el pico correspondiente al dimetilftalato. Dibuje la línea base desde la esquina inferior izquierda del pico hasta el punto de inflexión que se aprecia en la parte inferior derecha del pico. Observe que desaparecen los valores correspondientes a cantidad (Amount) y factor de respuesta (RF).	**a** En la barra de herramientas Integration, haga clic en . Sobre el cromatograma aparece un puntero. **b** Coloque el puntero en la parte inferior izquierda del pico, en la intersección con la línea base, y haga clic una vez. **c** Manteniendo pulsado el botón del ratón, desplace el puntero hasta el punto de inflexión que se encuentra en la parte inferior derecha del pico. **d** Suelte el botón del ratón. Aparece una nueva línea base; el puntero permanece sobre el cromatograma. **e** En la barra de herramientas Integration, haga clic en para que el puntero recupere su forma normal.

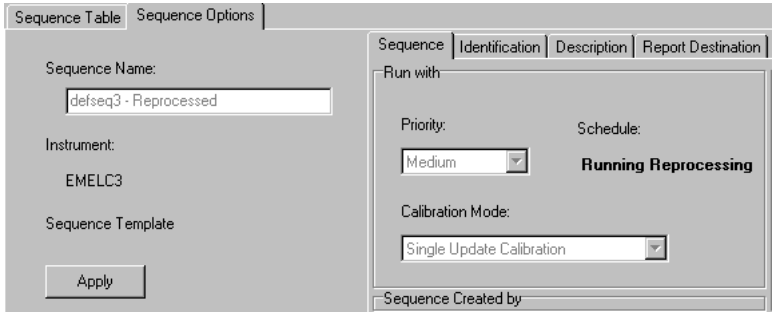
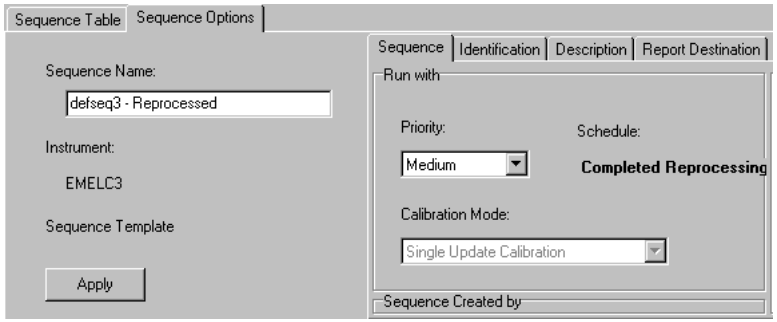


Pasos	Instrucciones detalladas
3 Cambie los valores de las variables de muestra siguientes: • Dilución = 5 • Pureza = 0,9	**a** Seleccione la secuencia exer3seq*iii*. En el espacio de trabajo aparecen la tabla de secuencia y la pantalla Sample Entry. **b** Seleccione la primera muestra sample 1_4 de la secuencia. **c** Haga clic en la lengüeta **Amounts** e introduzca un valor predeterminado para la variable **Dilution** de 5. **d** Introduzca un valor por defecto para la variable **Purity** de 0,9 y haga clic en **Apply**. **e** Repita los pasos c y d para cada una de las muestras sample 1_4 de la secuencia.



Tarea 2. Reproceso de los resultados de la secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Abra la ventana de reproceso. En el capítulo 3, "Análisis de muestras", de la *Guía de conceptos* encontrará una tabla que le ayuda a seleccionar la opción de reproceso correcta.	**a** Seleccione la secuencia exer3seq*iii*. Aparece el cuadro de diálogo Save Reasons for Changes. **b** Introduzca la información que se solicite y haga clic en **Save**. **c** Seleccione **Actions > Reprocess** en la barra de menús superior.
2 Seleccione la opción de reproceso que utiliza la configuración del método original con excepción de los parámetros de integración y los valores predeterminados de las variables de muestra. En el sistema Cerity, toda la información correspondiente a muestras, secuencias, métodos e instrumentos se adjunta al resultado.	**a** Seleccione **Use the method revision now attached to the result**. **b** Haga clic en **OK**. El sistema Cerity procesa la secuencia utilizando la configuración del método originalmente usado para el análisis, la nueva configuración de la integración manual y los nuevos valores de las variables de muestra. 

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Haga un seguimiento completo del reproceso.	**a** Seleccione la secuencia exer3seq*iii*. **b** Haga clic en la lengüeta **Sequence Options**.  Cuando el sistema ha completado el reproceso, aparece el mensaje "Completed Reprocessing" en la pantalla Sequence Options. 

Ejercicio avanzado nº 4a Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración multinivel

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Crear una secuencia con un método configurado para calibración general multinivel, cuantificación ESTD y cantidades de compuesto variables.
- Introducir nueva información para un estándar o una muestra única.
- Editar una secuencia durante el análisis.
- Revisar los resultados para ver el proceso de calibración general multinivel.
- Ver los informes de inyección única con cuantificación temprana y el informe de secuencia.

Para realizar este ejercicio, puede elegir entre dos métodos:

- Una copia de defexer4*iii*, el método instrumental copiado a partir del método predeterminado facilitado con el sistema.
- Exer4*iii*, el método que creó en el "Ejercicio avanzado nº 5 Configuración de un método con calibración multinivel para una secuencia" en la página 137.

Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

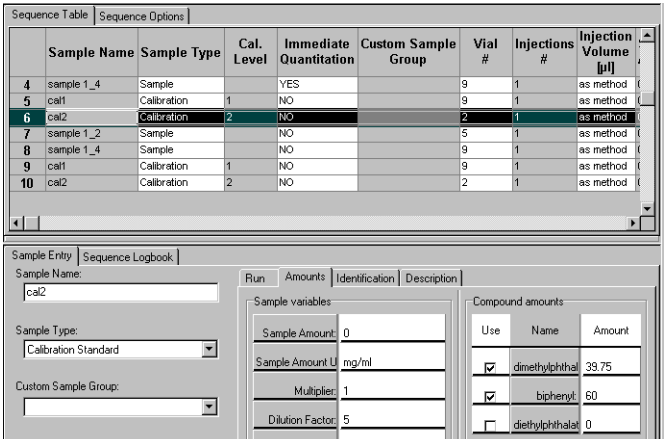
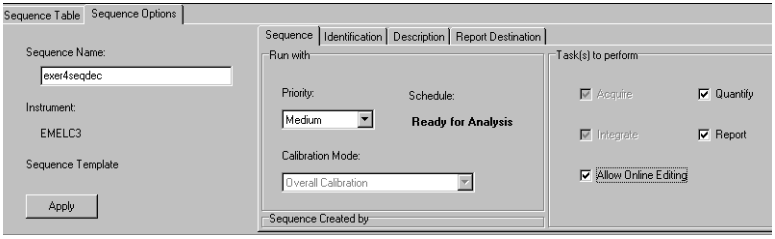
Antes de comenzar

Lea "Análisis de muestras de rutina" en la página 11.

Equilibre el instrumento. Consulte el "Ejercicio básico nº 1a Equilibrio del instrumento" en la página 15.

Tarea 1. Creación de una nueva secuencia e introducción de la información correspondiente a la muestra y la secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Cree una nueva secuencia. Dé a la secuencia el nombre exer4seq*iii*, donde *iii* son sus iniciales. Use uno de los dos métodos siguientes: • defexer4*iii* • exer4*iii* (creado en el Ejercicio 4 de Configuración de métodos).	• Consulte las instrucciones detalladas en "Tarea 1. Creación de una nueva secuencia" en la página 35. Tras crear una nueva secuencia, el número de revisión se establece en 1.
2 Introduzca los valores correspondientes a las cantidades y variables de muestra. Para la primera muestra sample 1_2, introduzca: • Cantidad de muestra: 2,5 mg • Factor de dilución: 2 • Pureza: 0,93	**a** Seleccione **Instrument** en la lista Current View. **b** Expanda la carpeta correspondiente a su instrumento. **c** Seleccione exer4seq*iii*. **d** Seleccione la primera muestra sample 1_2 de la tabla Sequence Table. **e** Haga clic en la lengüeta **Amounts**. **f** Introduzca un valor de 2,5 para la variable **Sample Amount**. **g** Cambie el valor de **Dilution Factor** a 2. **h** Cambie el valor de **Purity** a 0,93.

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Introduzca las cantidades correspondientes a los compuestos. Para poder cuantificar un compuesto en una muestra, debe seleccionar para su uso en la cuantificación la cantidad de compuesto correspondiente al estándar. Para el segundo conjunto de estándares de calibración correspondientes al dimetilftalato, introduzca las cantidades de compuesto siguientes: • Cal1: 10,17 µg • Cal2: 37,62 µg	**a** Haga clic en la lengüeta **Sequence Table** y seleccione Cal1 en el segundo conjunto de estándares. **b** Introduzca un valor de 10,17 en el campo correspondiente de la sección Compound amount. **c** Seleccione Cal2 en el segundo conjunto de estándares. **d** Introduzca un valor de 37,62 en el campo correspondiente de la sección Compound amount. 
4 Introduzca las tareas que se deben efectuar durante el análisis: Cuantificación, Informe, Permiso de edición en línea	**a** Seleccione la secuencia que acaba de crear. **b** Haga clic en la lengüeta **Sequence Options**. **c** Asegúrese de que estén marcadas las casillas de verificación **Quantify** y **Report** del cuadro Task(s) to perform. **d** Marque la casilla de verificación **Allow Online Editing**. 

Pasos	Instrucciones detalladas
5 Introduzca la ruta de destino para los informes pero no los imprima: Introduzca Exercise4*iii*, donde *iii* son sus iniciales.	• Consulte las instrucciones detalladas en el paso 3 en la página 37.
6 Guarde la secuencia.	• En la barra de herramientas estándar, haga clic en e introduzca las razones para los cambios y su contraseña si procede. Tras guardar la secuencia, el número de revisión se incrementa en una unidad. Aquí, el número de revisión se establece en 2.

Tarea 2. Edición de la secuencia durante el análisis

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Analice la secuencia una vez que el instrumento esté listo.	Consulte las instrucciones detalladas en los pasos 1 y 2 de "Tarea 3. Análisis y seguimiento de la secuencia" en la página 38. Observe que la secuencia desaparece de su lugar bajo la carpeta del instrumento. Tras analizar la secuencia, el número de revisión se incrementa en una unidad. Aquí, el número de revisión se establece en 3.
2 Edite la secuencia durante el análisis: Tras la elución del último pico durante el análisis del primer estándar, seleccione la cuantificación inmediata de la primera muestra sample 1_4 de la secuencia.	**a** En el árbol de selección, seleccione su instrumento. **b** En el espacio de trabajo del instrumento, haga clic en la lengüeta **Worklist**. **c** Seleccione la secuencia. **d** Tras la elución del último pico durante el análisis del primer estándar, haga clic en el botón de la barra de herramientas. La secuencia aparece ahora en la lista de trabajo con la indicación" Preparing to edit". Una vez completado el análisis de la muestra, la secuencia se detiene y la indicación de su estado es ahora "Editable".

Instrument Panel | Worklist

	Name	Status	Type	Method	Priority #	Vial #	Injections #	Description
1	exer4seqdec	Preparing to edit...(1:1)	Sequence	exer4dec	500	N/A	N/A	

Instrument Panel | Worklist

	Name	Status	Type	Method	Priority #	Vial #	Injections #	Description
1	exer4seqdec	Editable	Sequence	exer4dec	500	N/A	N/A	

e Expanda la carpeta correspondiente a su instrumento.
(Observe que la secuencia ha aparecido de nuevo).
Si no ve la secuencia, haga clic en el botón **Redo Query** o pulse F5.

f Seleccione la secuencia; seleccione la primera muestra sample 1_4 de la tabla Sequence Table.

g Haga doble clic en la celda **Immediate Quantitation**.

h Haga doble clic en **Yes**.

i Guarde y analice la secuencia.
El número de revisión pasa a 4 tras guardar la secuencia.
El número de revisión pasa a 5 tras el análisis de la secuencia.

j Seleccione el instrumento y haga clic en la lengüeta **Worklist**.
(La secuencia se inicia con el segundo estándar).

Instrument Panel | Worklist

	Name	Status	Type	Method	Priority #	Vial #	Injections #	Description
1	exer4seqdec	Running(2:1)	Sequence	exer4dec	500	N/A	N/A	

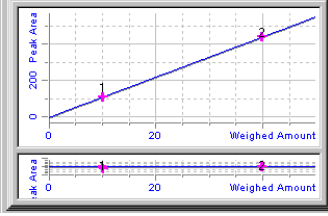
Tarea 3. Revisión de los resultados de calibración

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Revise la tabla y la curva de calibración. Si la muestra se analizó hace más de 7 días, es preciso modificar la consulta para recuperar resultados antiguos de la base de datos. Consulte "Define a query" en la sección *How To* de la ayuda en línea. Observe que la primera vez que consulta los resultados de la secuencia en Result View el número de revisión es igual al número de veces que se guardó, más el número de veces que se analizó. En este ejercicio, el número de revisión del resultado de la secuencia es 5. Consulte el capítulo 5, "Análisis de muestras", de la *Guía de conceptos* para obtener información sobre la revisión de secuencias y calibraciones.	**a** Seleccione **Result** en la lista Current View. **b** Seleccione **AllSeqNotApprovedRunLast7Days** en la lista Query. **c** Expanda la carpeta **exer4seq*iii***. Aparece una carpeta que contiene los resultados de la calibración y la inyección única. **d** Seleccione cualquier elemento de la carpeta **Calibration - exer4seq*iii* Calib Rev 5**. En el espacio de trabajo aparecen la tabla de calibración y la curva correspondiente. Calibration Table Compound Summary dimethylphthalate **e** Compare el modo en que el sistema utiliza los estándares para cuantificar las muestras en la calibración general con el modo en que lo hacía en la calibración de un único nivel del Ejercicio 3a.

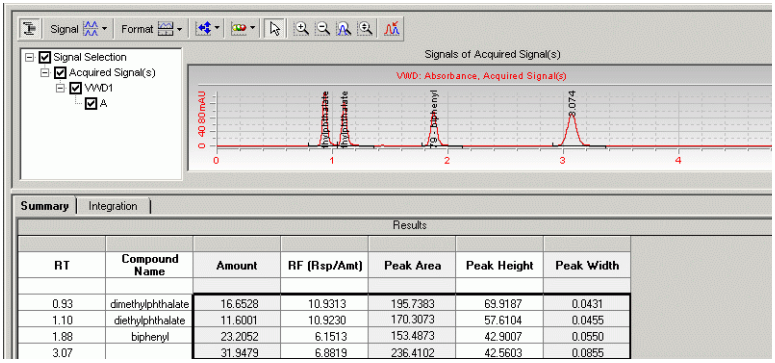
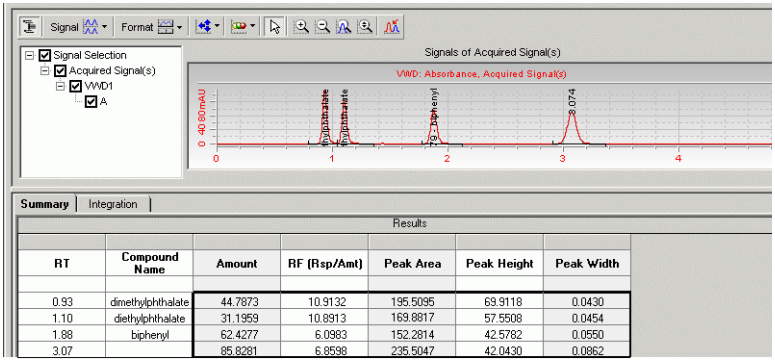
Calibration Table

Compound Name	Weighed Amount	Comment	Signal Short Description	RF (Rsp/Amt)
dimethylphthalate	10.0000		VWD1 A	10.5703
	40.0000			10.9812
biphenyl	15.0000		VWD1 A	5.8028
	60.0000			6.2263

Compound Summary



Sample Name	Valid Calibration	Weighed Amount	RF (Rsp/Amt)
cal1 #1	Yes	10.0000	10.7547
cal1 #1	Yes	10.1700	10.5703
cal1 #1	Yes	10.0000	10.7154
cal2 #1	Yes	40.0000	10.9703
cal2 #1	Yes	39.7500	11.0560
cal2 #1	Yes	40.0000	10.9812

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Revise los resultados de inyección única correspondientes a ambas inyecciones de la muestra sample 1_2. Observe que el valor de Amount es diferente para la primera muestra sample 1_2. ¿Por qué? El campo Amount corresponde a la cantidad de compuesto en la muestra. En este ejercicio, el valor representa la cantidad de compuesto inyectada multiplicada por los valores de factor de dilución y pureza. Cuando usted introdujo esta muestra, cambió esos valores.	**a** Expanda una de las carpetas **Calibration**. **b** Expanda la carpeta **Samples**. **c** Expanda la carpeta correspondiente a la primera muestra **sample 1_2**. **d** Seleccione la inyección individual. **e** Observe el valor que aparece en la columna **Amount**.  RT | Compound Name | Amount | RF (Rsp/Amt) | Peak Area | Peak Height | Peak Width 0.93 | dimethylphthalate | 16.6528 | 10.9313 | 195.7383 | 69.9187 | 0.0431 1.10 | diethylphthalate | 11.6001 | 10.9230 | 170.3073 | 57.6104 | 0.0455 1.88 | biphenyl | 23.2052 | 6.1513 | 153.4873 | 42.9007 | 0.0550 3.07 | | 31.9479 | 6.8819 | 236.4102 | 42.5603 | 0.0855 **f** Expanda la carpeta correspondiente a la segunda muestra **sample 1_2**. **g** Seleccione la inyección individual. **h** Compare los valores de **Amount** correspondientes a la primera y la segunda muestras sample1_2.  RT | Compound Name | Amount | RF (Rsp/Amt) | Peak Area | Peak Height | Peak Width 0.93 | dimethylphthalate | 44.7873 | 10.9132 | 195.5095 | 69.9118 | 0.0430 1.10 | diethylphthalate | 31.1959 | 10.8913 | 169.8817 | 57.5508 | 0.0454 1.88 | biphenyl | 62.4277 | 6.0983 | 152.2814 | 42.5782 | 0.0550 3.07 | | 85.8281 | 6.8598 | 235.5047 | 42.0430 | 0.0862

Tarea 4. Revisión de los informes

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Revise los dos informes de inyección única correspondientes a las primeras muestras sample 1_2 y sample 1_4. Observe que sólo hay una carpeta para cada una de las muestras del segundo conjunto, ya que éstas no se marcaron para cuantificación inmediata.	**a** Seleccione **Inicio > Programas > Agilent Cerity > Report Viewer**. **b** Seleccione **File > Open**, o haga clic en el botón **Open**. **c** Expanda la carpeta **Exercise4*iii***. **d** Expanda la carpeta **003 Multi-Injection Summary Group** y la carpeta **01 Sample single injection**. **e** Haga doble clic en **default.htm**. Observe las cantidades de compuesto. **f** Expanda la carpeta **003 Multi-Injection Summary Group 0001** y la carpeta **01 Sample single injection**. **g** Haga doble clic en **default.htm**. Observe las cantidades de compuesto. **h** Repita los pasos d-g para las carpetas **004 Multi-Injection Summary Group**.
2 Consulte la cantidad de muestra correspondiente a la primera muestra sample 1_2 en el informe de secuencia.	**a** Haga clic en el botón **Open** y expanda la carpeta **Exercise4*iii***. **b** Expanda la carpeta **Sequence** y haga doble clic en default.htm.

Sequence samples

	Name	Position	Modified inj. volume	Amount	Unit	Cal. level
1	cal1	9	(As Method)	0.0000	mg/ml	1
2	cal2	2	(As Method)	0.0000	mg/ml	2
3	sample 1_2	5	(As Method)	2.5000	mg/ml	1
4	sample 1_4	9	(As Method)	0.0000	mg/ml	1
5	cal1	9	(As Method)	0.0000	mg/ml	1
6	cal2	2	(As Method)	0.0000	mg/ml	2
7	sample 1_2	5	(As Method)	0.0000	mg/ml	1
8	sample 1_4	9	(As Method)	0.0000	mg/ml	1
9	cal1	9	(As Method)	0.0000	mg/ml	1
10	cal2	2	(As Method)	0.0000	mg/ml	2

Ejercicio avanzado nº 4b Cambio de valores de las variables de muestra del método y reproceso

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Cambiar la configuración de la integración en el método.
- Eliminar un punto de calibración.
- Cambiar la secuencia de modo que ninguna muestra se cuantifique inmediatamente tras el procesado.
- Reprocesar la secuencia con la revisión más actualizada del método.
- Añadir una nueva variable de muestra al método.
- Reprocesar la secuencia tras añadir la nueva variable.
- Volver a elaborar los informes.

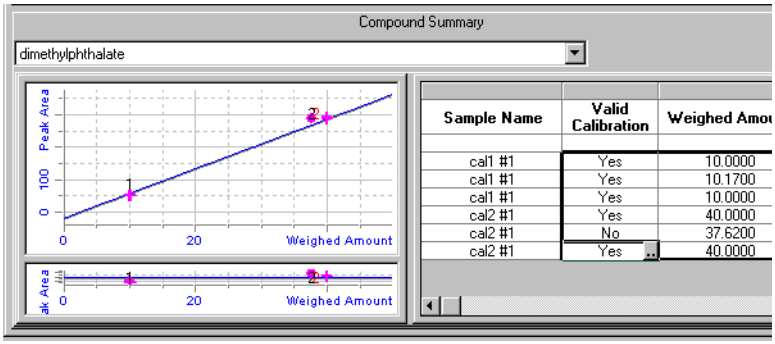
Puede usar los datos que obtuvo en el Ejercicio nº 4a.

Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

Antes de comenzar

Lea "Análisis de muestras de rutina" en la página 11.

Tarea 1. Actualización del método y el resultado

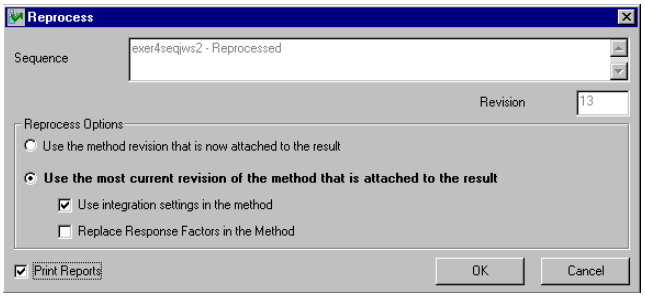
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Cambie la configuración de la integración incluida en el método. Establezca el rechazo de altura en 0. Si está usando una copia del método defexer4*iii*, asegúrese de que no la haya modificado otra persona. Compruebe las revisiones anteriores. Si alguien la ha modificado, haga otra copia del método predeterminado. Consulte "Antes de comenzar" en la página 5.	**a** Seleccione **Method** en la lista Current View. **b** Expanda la carpeta **exer4*iii***. **c** Expanda la carpeta **Data Analysis**. **d** Seleccione **Integration**. **e** Haga clic en la celda **Height Reject** e introduzca el valor 0. **f** Guarde el método.
2 Elimine el segundo punto de calibración Cal2 correspondiente al dimetilftalato.	**a** Seleccione **Result** en la lista Current View. **b** Expanda la carpeta **exer4seq*iii***. **c** Seleccione la carpeta **Calibration - Exer4*iii***. **d** Haga clic en la celda Calibration correspondiente a la segunda calibración Cal2. **e** Haga clic en el botón. y haga doble clic en la celda para cambiar su valor de Yes a **No**. 

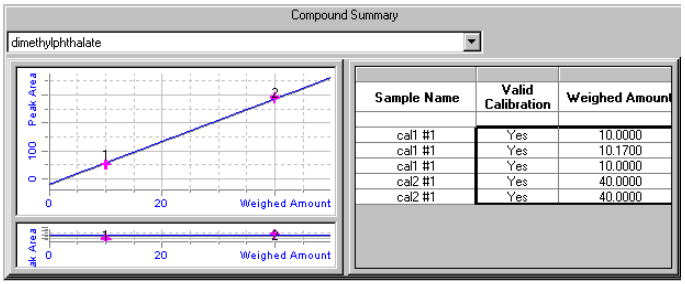
Pasos	Instrucciones detalladas
3 Cambie la secuencia de modo que no se cuantifique inmediatamente ninguna muestra durante el procesado.	**a** Seleccione la secuencia exer4seq*iii*. **b** En la tabla de secuencia, haga doble clic en la celda **Immediate Quantitation** correspondiente a la primera muestra Sample1_2. **c** Haga doble clic en **No**. **d** Repita los pasos b y c para la primera muestra Sample1_4. **e** Guarde el resultado modificado. Observe que el número de revisión se incrementa en una unidad.

Sequence Table | Sequence Options

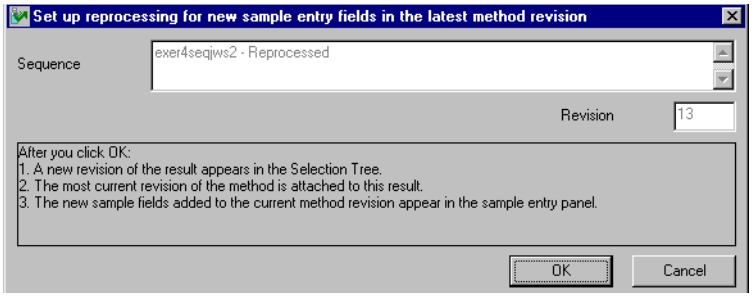
	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Immediate Quantitation	Custom Sample Group	Vial #	Injections #
1	cal1	Calibration	1	NO		2	1
2	cal2	Calibration	2	NO		3	1
3	sample 1_2	Sample		NO		5	1
4	sample 1_4	Sample		NO		9	1
5	cal1	Calibration	1	NO		2	1

Tarea 2. Reproceso y revisión del resultado

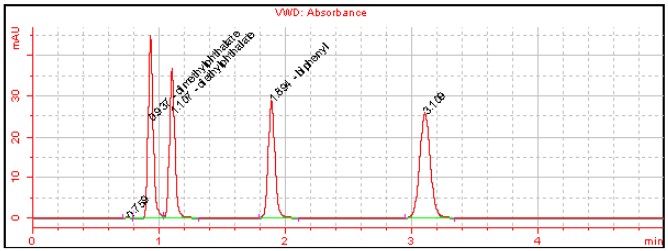
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Reprocese la secuencia con la revisión más actualizada del método. • Use la configuración de la integración incluida en el método. • Configure la impresión (reelaboración) de los informes.	**a** Seleccione la secuencia exer4seq*iii*. **b** Seleccione **Actions > Reprocess**. **c** Seleccione **Use the most current revision of the method that is attached to the result**. **d** Marque la casilla de verificación **Use integration settings in the method**. **e** Marque la casilla de verificación **Print Reports**. **f** Haga clic en **OK**. **g** Para seguir el reproceso, haga clic en la lengüeta **Sequence Options**. 
2 Asegúrese de que en el resultado reprocesado aparece la modificación de la integración. Si el cromatograma de ejemplo no le deja ver el cromatograma del estándar de calibración, haga clic en el botón Layout y desactive la casilla de verificación Display Example Chromatogram.	**a** Expanda la segunda carpeta **Calibration - Exer4*iii***. **b** Expanda las carpetas **Calibrations**y **Cal1**. **c** Seleccione **Cal1 #1**. Observe que se han integrado ahora uno o más picos y que éstos aparecen en la tabla Results Table.

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Revise el resumen de calibración.	• Seleccione la segunda carpeta **Calibration - Exer4*iii***. Observe que ha desaparecido el punto de calibración que eliminó antes del reproceso. 
4 Revise los informes correspondientes al primer conjunto de muestras para asegurarse de que se han cuantificado con todos los estándares de calibración.	**a** Seleccione **Inicio > Programas > Agilent Cerity > Report Viewer**. **b** Seleccione **File > Open**. **c** Expanda **Exercise4*iii*-0001**. Observe que hay un solo informe para todas las muestras. Tras el procesado inicial, existían dos informes separados para Sample1_2 y Sample1_4.

Tarea 3. Adición de una nueva variable de muestra al método y reproceso

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Añada una nueva variable al método. Añada un divisor denominado "factor de atenuación" con un valor predeterminado de 3.	**a** Seleccione **Method** en la lista Current View. **b** Expanda la revisión actual de exer4*iii*. **c** Seleccione **Sample Variables**. **d** Escriba "attenuation factor" en una celda Divider de la tabla System Sample Variables. **e** Introduzca un valor de 3 en **Default Value**. **f** Guarde el método.
2 Reprocese la secuencia con el método revisado. • Introduzca un nuevo valor de 7 para el factor de atenuación de la primera muestra Sample 1_2. • Configure la impresión (reelaboración) de los informes.	**a** Seleccione **Result** en la lista Current View. **b** Seleccione exer4seq*iii*. **c** Seleccione **Actions > Set up reprocessing for new sample entry fields**.  **d** Haga clic en **OK**. Aparece la nueva pantalla Sample Entry. **e** Haga clic en la lengüeta **Amounts** e introduzca un valor de 7 para "Attenuation Factor". **f** Seleccione **Actions > Reprocess**. **g** Seleccione **Use the method revision now attached to the result**. **h** Marque la casilla de verificación **Print Reports**. **i** Haga clic en **OK**.

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Localice el informe correspondiente a la primera muestra Sample1_2. Observe que el valor de la cuantificación es diferente tras el reproceso. El software usó el valor del factor de atenuación en el cálculo.	**a** Seleccione **Inicio > Programas > Agilent Cerity > Report Viewer**. **b** Seleccione **File > Open**. **c** Expanda **Exercise4*iii*-0002**. **d** Expanda la carpeta 003Multi-Injection Summary. **e** Expanda la carpeta 01Sample Single Injection. **f** Haga doble clic en Default.htm. El informe aparece ahora con la nueva cantidad para Sample1_2.



Sample single injection compounds

RT	Compound	Peak area	Amount	Unit	Resp. f.	Tailing f.
0.76	N/A	0.8370	0.4500	N/A	0.2471	N/A
0.94	dimethylphthalate	124.1833	2.4779	ug	6.6582	N/A
1.11	diethylphthalate	109.6416	1.7791	N/A	6.5501	N/A
1.89	biphenyl	106.8904	3.7001	ug	3.8380	N/A
3.11	N/A	153.0533	4.5837	N/A	4.4362	N/A

Ejercicio avanzado nº 5a Análisis de una secuencia para cuantificar impurezas

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a revisar resultados e informes de una secuencia analizada con un método configurado para calibración de agrupamiento multinivel, cuantificación ISTD y cantidades de compuesto variables. Realizándolo aprenderá a:

- Reconocer los resultados de una calibración general.
- Localizar los cálculos de idoneidad del sistema en la visualización de revisión del método.
- Localizar los cálculos personalizados configurados en el método.
- Revisar los informes correspondientes a los cálculos configurados en la plantilla de método.

Para realizar este ejercicio, puede elegir entre dos métodos:

- el método instrumental copiado del método por defecto facilitado con el sistema, defexer5.
- el método que se creó en el "Ejercicio avanzado nº 6 Configuración de un método para cuantificar impurezas en una secuencia" en la página 151.

Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

Antes de comenzar

Lea "Análisis de muestras de rutina" en la página 11.

Equilibre el instrumento. Consulte el "Ejercicio básico nº 1a Equilibrio del instrumento" en la página 15.

Tarea 1. Configuración y análisis de la secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Cree una nueva secuencia. Dé a la secuencia el nombre exer5seq*iii*, donde *iii* son sus iniciales. Use uno de los dos métodos siguientes: • defexer5 • exer5*iii* (creado en el Ejercicio 5 de Configuración de métodos).	• Consulte las instrucciones detalladas en "Tarea 1. Creación de una nueva secuencia" en la página 35.
2 Asegúrese de que se han seleccionado las opciones de cuantificación e informe.	• Consulte las instrucciones detalladas en el paso 2 de la "Tarea 2. Introducción de la información correspondiente a las muestras y la secuencia" en la página 36.
3 Introduzca la ruta de destino para los informes sin imprimirlos y guarde la secuencia. Introduzca Exercise5*iii*, donde "*iii*" son sus iniciales.	• Consulte las instrucciones detalladas en la "Tarea 2. Introducción de la información correspondiente a las muestras y la secuencia" en la página 36.
4 Analice y realice el seguimiento de la secuencia.	• Consulte las instrucciones detalladas en la "Tarea 3. Análisis y seguimiento de la secuencia" en la página 38.

Tarea 2. Revisión de los resultados y los informes

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Compare los factores de respuesta correspondientes al dimetilftalato del primer y el segundo conjunto de muestras agrupadas. **Consejo:** si no puede ver los factores de respuesta, haga clic en la parte inferior de la pantalla Compound Summary para que aparezca la barra de desplazamiento. Observe que los factores de respuesta correspondientes a las segundas Cal1 y Cal2 del primer conjunto de muestras agrupadas coinciden con los de las primeras Cal1 y Cal2 del segundo conjunto.	**a** Seleccione **Result** en la lista Current View. **b** Seleccione **AllSeqNotApprovedRunLast7Days** en la lista Query. **c** Expanda la carpeta **exer3seq*iii***. **d** Seleccione la segunda carpeta **Calibration - exer3seq*iii*.** La primera carpeta de calibración contiene el análisis de blanco. **e** Use la barra de desplazamiento para localizar los RF si no están ya visibles. **f** Seleccione la tercera carpeta **Calibration - exer5seq*iii***. **g** Use la barra de desplazamiento para localizar los RF si no están ya visibles. **h** Compare los RF. Sample Name / Weighed Amount / 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 Weighed Amount / RF (Rsp/Amt) 10.0000 / 1.7784 10.0000 / 1.7727 40.0000 / 1.7271 40.0000 / 1.7248

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Revise los cálculos de idoneidad del sistema para Cal1 #1 en la segunda carpeta de calibración. Observe los valores de porcentaje promedio de impureza especificada (Average Percent Specified Impurity) y porcentaje promedio de impureza sin especificar (Average Percent Unspecified Impurity) que se configuraron en el método como cálculos personalizados.	**a** Expanda la segunda carpeta **Calibration - exer3seq*iii* Calib.** **b** Expanda la carpeta **Calibrations**. **c** Expanda la carpeta Cal1. **d** Seleccione Cal1 #1. **e** Revise en la tabla Results Table los cálculos de idoneidad del sistema. Tal vez tenga que hacer clic en la parte inferior de la tabla para que aparezca la barra de desplazamiento.

Results

RT	Compound Name	Peak Width	TailingFactor	SignalToNoise	Peak resolution USP
0.94	dimethylphthalate	0.0424	1.144	97.300	N/A
1.11	diethylphthalate	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

Summary Results

Percent Specified Impurity :	13.42
Percent Unspecified Impurity :	37.91

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Revise los resultados de porcentajes de impureza para la primera muestra Sample1_2 y para el grupo de muestras. Observe que los valores de porcentajes de impureza exceden los límites establecidos para ellos.	**a** Expanda la segunda carpeta **Calibration - exer3seq*iii*.** **b** Expanda la carpeta **Samples**. **c** Seleccione la carpeta **Sample1_2**. Observe que aparecen aquí los porcentajes promedio de impurezas especificadas y sin especificar para ambas inyecciones.

Results Table

Compound Name	Injection#
dimethylphthalate	
	1
	2
diethylphthalate	
	1
	2
biphenyl	
	1
	2
Not Identified Peaks	
	1
	2

Summary Results

Avg Percent Specified :	13.65
Avg Percent Unspecified :	37.80

d Expanda la carpeta **Group Results**.
e Seleccione **Samples**.

Aparecen aquí los resultados correspondientes a los porcentajes de impurezas promediados para todas las muestras, así como los resultados de la comprobación de límites para esas impurezas.

Summary Results

Avg % S All Samples :	13.73
Avg % S All Samples Limit Check :	Not Passed
Avg % U All Samples :	37.72
Avg % U All Samples Limit Check :	Not Passed

Pasos	Instrucciones detalladas
4 Revise el informe de inyección única de muestra correspondiente a la primera muestra Sample1_2 y el informe correspondiente al grupo de muestras.	**a** Seleccione **Inicio > Programas > Agilent Cerity > Report Viewer**. **b** Seleccione **File > Open**. **c** Expanda **Exercise5*iii***. **d** Expanda 003Multi-InjectionSummary. **e** Expanda 01Sample Single Injection y haga doble clic en default.htm. Observe los valores de los cálculos de idoneidad del sistema en la tabla que se configuró en el método.

Retention Time	Compound Name	Amount	Response Factor	Tailing Factor	Peak resolution USP	SignalToNoise
0.93	dimethylphthalate	24.8892	0.1169	1.178	N/A	237.192
1.10	diethylphthalate	17.5561	0.1169	1.135	2.308	194.383
1.89	biphenyl	37.5000	0.0667	1.090	9.129	2554.088
3.11	N/A	48.6177	0.0741	1.043	9.713	1489.322

f Expanda **Exercise5*iii***.

g Expanda **Sample Group** y haga clic en default.htm.

Observe los cálculos de porcentajes de impurezas y los límites configurados como cálculos personalizados en la plantilla de informe del método.

Avg % S All Samples:	13.73
Avg % U All Samples:	37.72

Sample group limit results

#	Sample name	Compound	Limit (Compound)	Limit (Sample)
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	diethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
2	sample 1_4	diethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
3	sample 1_2	diethylphthalate	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX
4	sample 1_4	diethylphthalate	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 Samples Limit Check: Not Passed

Avg % U All Samples Limit Check: Not Passed

Ejercicio avanzado nº 5b
Uso de un método diferente para el reproceso

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- configurar un método diferente con un nuevo compuesto calibrado.
- configurar el reproceso para un método diferente.
- reprocesar la secuencia con el método diferente.

Puede usar los datos que obtuvo en el Ejercicio nº 5a.

Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

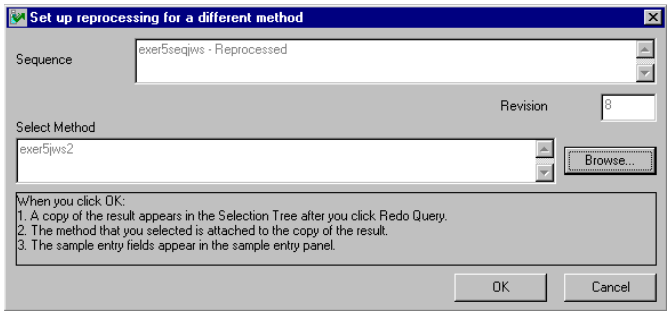
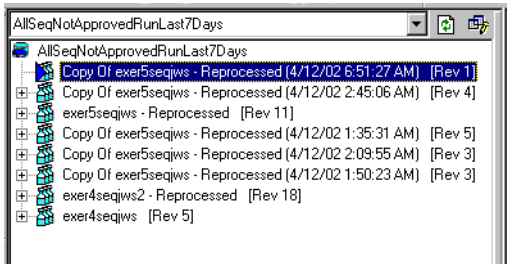
Antes de comenzar

Lea "Análisis de muestras de rutina" en la página 11.

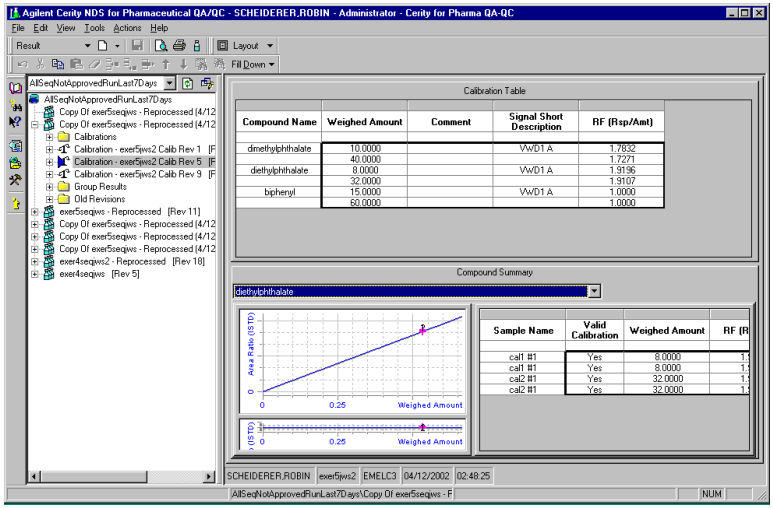
Tarea 1. Configuración de un método diferente

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Copie exer5*iii* y dele el nuevo nombre exer5*iii*2. • O bien, copie defexer5. • O bien, use defexer5*iii*2 para el reproceso.	**a** Seleccione **File > New > Method**. **b** Haga clic en el botón **Browse** del asistente de método. **c** Seleccione **exer5*iii***. **d** Introduzca en **New Method Name** exer5*iii*2 y haga clic en **Next**. **e** Haga clic en **Next** hasta llegar a la pantalla New Method Review. **f** Haga clic en **Finish** y luego en **Save**.
2 Añada dietilftalato como compuesto calibrado. • Cal nivel 1: 8 µg • Cal nivel 2: 32 µg • Configure bifenilo como el ISTD para este compuesto.	**a** Expanda la carpeta exer5*iii*. **b** Expanda la carpeta **Data Analysis**. **c** Seleccione **Calibration**. **d** Haga clic con el botón derecho del ratón en cualquier punto de la tabla de calibración y seleccione **Insert Compound**. **e** Seleccione diethylphthalate, haga clic en **>** y luego en **OK**. **f** En la tabla de calibración, seleccione diethylphthalate. **g** Haga clic en la celda **Use Default Amount** y haga clic en el botón. **h** Seleccione el signo **+** e introduzca 8 µg en las celdas **Weighed Amount** y **Unit**. **i** Repita los pasos g y h para Level 2 y 32 µg. **j** Seleccione **Quantitation**. **k** Seleccione diethylphthalate. **l** Marque la casilla de verificación **Use ISTD Compound** y seleccione biphenyl. **m** Guarde el método.

Tarea 2. Reproceso del resultado de la secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configure el reproceso para un método diferente. Seleccione exer5*iii*2 o defexer5*iii*2. En el capítulo 3, "Análisis de muestras", de la *Guía de conceptos* encontrará una tabla que le ayuda a seleccionar las opciones de reproceso correctas.	**a** Seleccione **Result** en la lista Current View. **b** En la lista Query, seleccione **MySeqNotApprovedRunLast7days**. **c** Seleccione la carpeta **exer5seq*iii***. **d** Seleccione **Actions > Set up reprocessing for a different method**.  **e** Haga clic en **Browse**, seleccione exer5*iii*2 y haga clic en **OK**. **f** Haga clic en **OK** y luego en **Save**. Una copia de la secuencia aparece ahora en el árbol de selección lista para el reproceso. Esta copia se adjunta ahora al nuevo método, pero no hay carpetas bajo ella hasta que haya sido reprocesada. 

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Introduzca las cantidades correspondientes al nuevo compuesto calibrado, dietilftalato, para cada uno de los estándares de calibración. Nivel 1 - 8 Nivel 2 - 32	**a** Seleccione esta copia (observe la fecha y la hora que aparecen tras el nombre). **b** Haga clic en la lengüeta **Amount** de la pantalla Sample Entry en el espacio de trabajo de la secuencia. **c** Para cada estándar Level 1, marque la casilla de verificación **Use** correspondiente a diethylphthalate e introduzca 8. **d** Para cada estándar Level 2, marque la casilla de verificación **Use** correspondiente a diethylphthalate e introduzca 32. **e** Guarde el resultado.
3 Reprocese la copia.	**a** Seleccione **Actions > Reprocess** **b** Asegúrese de que la casilla **Use the method revision now attached to the result** está marcada. **c** Haga clic en **OK**. **d** Monitorice el reproceso en la pantalla Sequence Options. **e** Haga clic en el botón **Redo Query**. **f** Expanda la copia. **g** Seleccione una carpeta de calibración. **h** Asegúrese de que diethylphthalate está incluido ahora como compuesto calibrado.



Configuración de métodos

Estos ejercicios le enseñan a configurar métodos para su laboratorio. Consulte el capítulo 4, "Configuración de métodos", de la *Guía de conceptos* para obtener información básica que le será de utilidad para realizar los ejercicios. El conjunto de ejercicios básicos y avanzados incluye los temas siguientes:

Básicos

Ejercicio 1. Configuración de un método de equilibrio. Aprenda a configurar una plantilla de método y a introducir parámetros instrumentales para equilibrar el instrumento.

Ejercicio 2. Configuración de un método para identificar compuestos en muestras únicas. Aprenda a utilizar un cromatograma de ejemplo para configurar la integración y la identificación de compuestos para muestras individuales.

Ejercicio 3. Configuración de un método para una secuencia con calibración de un único nivel. Aprenda a configurar calibraciones de un único nivel y actualización única y cuantificaciones ESTD con cantidades de compuesto fijas.

Avanzados

Ejercicio 4. Configuración de un método con calibración multinivel para una secuencia. Aprenda a configurar calibraciones generales multinivel y cuantificaciones ESTD con cantidades de compuesto variables así como variables de muestra.

Ejercicio 5. Configuración de un método para cuantificar impurezas en una secuencia. Aprenda a configurar cuantificaciones ISTD, cálculos personalizados, límites, calibraciones de agrupamiento y cálculos de idoneidad del sistema.

Una vez haya configurado los métodos de los Ejercicios 1-5, puede utilizarlos para analizar muestras y secuencias en los Ejercicios 1-5 de la sección "Análisis de muestras de rutina".

Antes de comenzar

Lea "**Antes de comenzar**" en la página 5.

Su administrador de sistemas debe haber configurado un cromatógrafo de líquidos LC Agilent Serie 1100 para su sistema.

Si piensa copiar un método por defecto para crear un nuevo método como se sugiere en los Ejercicios 3 y 5, asegúrese de que su base de datos contiene los métodos predeterminados. En la lista Query, seleccione AllMethodsRestored para ver defexer1-5. Si no aparecen, consulte las instrucciones que se ofrecen en la sección "**Antes de comenzar**" para transferir esos métodos desde el CD-ROM a su base de datos.

Ejercicio básico nº 1 Configuración de un método de equilibrio

Este ejercicio proporciona una serie de tareas para aprender a:

- Crear una plantilla de método para configurar parámetros instrumentales.
- Configurar parámetros instrumentales.
- Guardar y auditar cambios efectuados en los métodos.
- Consultar el historial de cambios efectuados en los métodos.

Una *plantilla de método* es un marco de trabajo que le permite introducir únicamente las condiciones y los parámetros que necesita para adquirir y procesar datos. Un *método* es una plantilla de método que contiene valores introducidos para los parámetros.

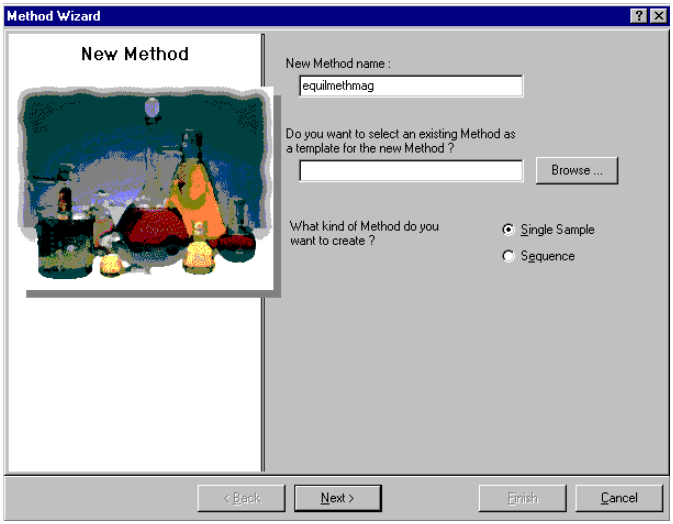
Utilice este método para equilibrar el instrumento como se explica en el capítulo "Ejercicio básico nº 1a Equilibrio del instrumento" en la página 15.

Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

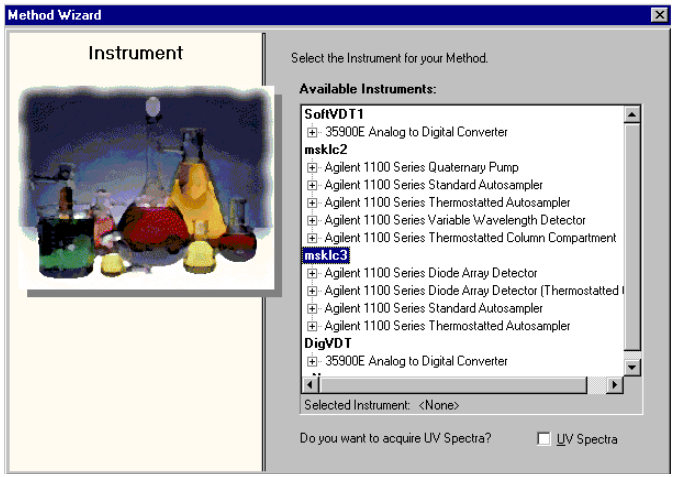
Antes de comenzar

Lea "Configuración de métodos" en la página 79 para obtener información general sobre la configuración de métodos.

Tarea 1. Creación de una plantilla de método para introducir parámetros instrumentales

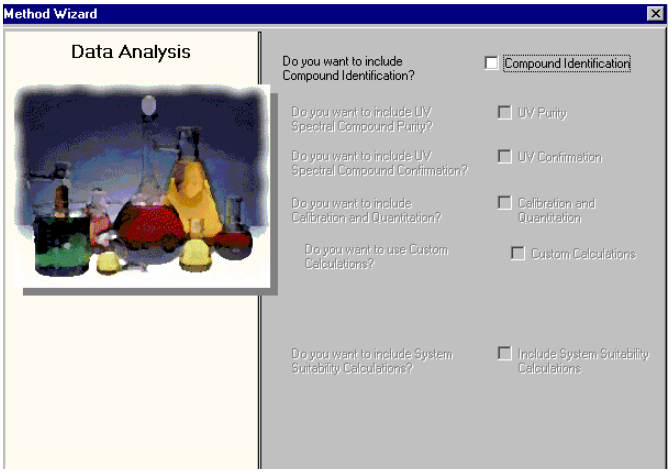
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Cree una nueva plantilla de método para una muestra individual. • Dé a la plantilla de método el nombre equilmeth*iii*, donde *iii* son sus iniciales.	**a** Seleccione **File > New > Method** o haga clic en y seleccione **Method**. Aparece el asistente de método. **b** En la pantalla New Method, escriba en **New Method Name** equilmeth*iii*. **c** Seleccione **Single Sample**.  **d** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla Instrument.

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Seleccione el instrumento que desea equilibrar.	**a** En la pantalla Instrument, seleccione el instrumento que desea equilibrar. Los instrumentos que aparecen en la lista **Available Instruments** dependen de la configuración de su sistema de datos en red Cerity.

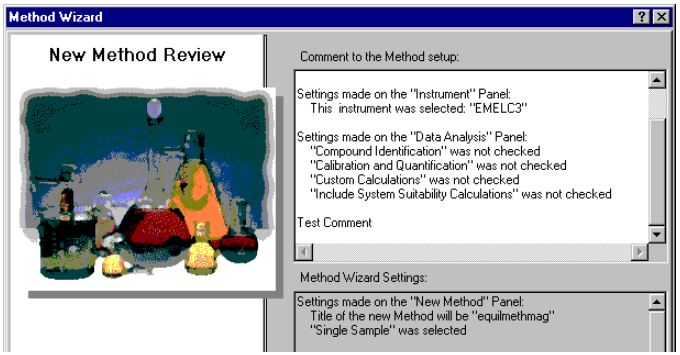
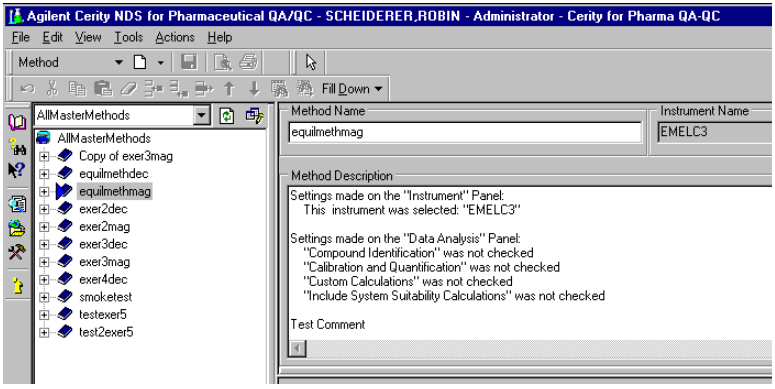


b Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla Data Analysis.

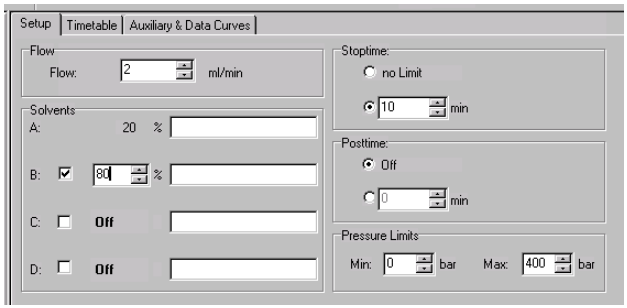
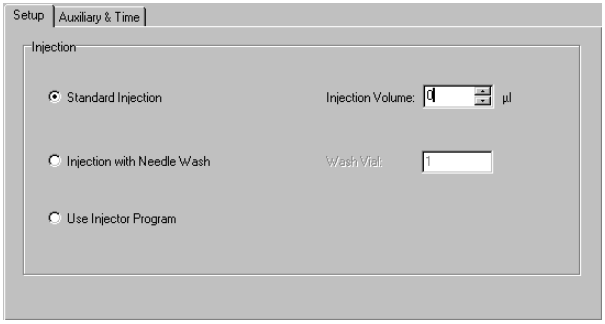
3 Desactive todas las selecciones de análisis de datos.	**a** En la pantalla Data Analysis, desactive la casilla de verificación **Compound Identification.**



b Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla New Method Review.

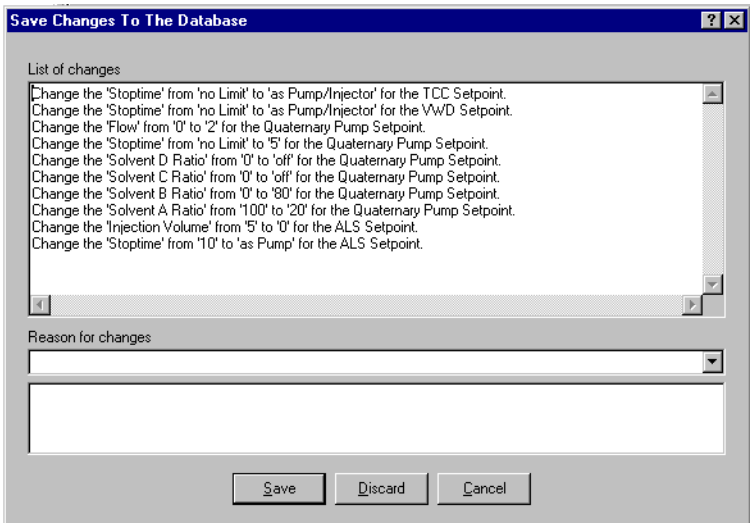
Pasos	Instrucciones detalladas
4 Revise y guarde la plantilla de método.	**a** En la pantalla New Method Review, revise la configuración que aparece en la sección **Method Wizard Settings.** **b** Añada las palabras "Test Comment" a la sección **Comment**. **c** Haga clic en **Finish**.  **d** Haga clic en **Save** si aparece el cuadro de diálogo Save Changes to the Database.
5 Consulte cómo aparece la configuración del asistente de método en el método.	Tras guardar la plantilla de método, aparece la pantalla Method View. **a** Seleccione el método que acaba de crear: equilmeth*iii*. **b** Consulte la sección **Method Description** del espacio de trabajo. Observe que la descripción recogida en Method Description se corresponde con la información de la sección Comment de la pantalla New Method Review del asistente de método. 

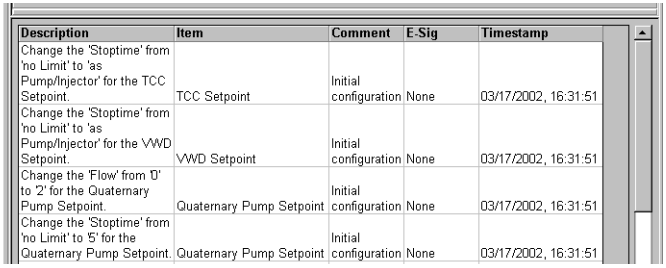
Tarea 2. Introducción de las condiciones instrumentales para el equilibrio

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Establezca los parámetros siguientes de la bomba: Metanol como disolvente B: • Velocidad de flujo: 2 ml/min. • Composición del disolvente: 80 %MeOH/20 %H_2O • Tiempo de parada: 10 min. Acetonitrilo como disolvente B: • Velocidad de flujo: 1,5 ml/min • Composición del disolvente: 65 %ACN/35 %H_2O • Tiempo de parada: 10 min.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta del método equilmeth*iii*. **b** Expanda la carpeta **Instrument Setup** y seleccione **Quaternary Pump** o **Binary Pump**. **c** Introduzca en el campo **Flow** un valor de 2 ml/min. **d** En la sección **Solvents**, marque la casilla de verificación **B** e introduzca 80 en el cuadro **%**. El porcentaje de disolvente A se establece automáticamente en el 20 %. **e** En la sección **Stoptime**, seleccione la opción **min** e introduzca 10. **f** En las secciones **Posttime** y **Pressure Limits**, acepte los valores predeterminados. 
2 Establezca el volumen de inyección del inyector automático (ALS) en cero.	**a** Seleccione la carpeta **ALS**. **b** Haga clic en la lengüeta **Setup**. **c** En la sección Injection, seleccione **Standard Injection**. **d** Establezca el valor de **Injection Volume** en cero. 

Pasos	Instrucciones detalladas
3 **Establezca el mismo tiempo de parada para todos los módulos.** Tiempo de parada: 10 min.	a Seleccione la carpeta **ALS**. b Haga clic en la lengüeta **Auxiliary & Time**. c En la sección **Stoptime**, seleccione la opción **as Pump**. d Seleccione la carpeta **DAD**, **MWD** o **VWD** que aparece en la configuración de su detector. e En la sección **Stoptime**, seleccione la opción **as Pump/Injector**. f Seleccione la carpeta **TCC**. g En la sección **Stoptime**, seleccione la opción **as Pump/Injector**. h Acepte los valores predeterminados de los demás parámetros de los módulos.

Tarea 3. Grabación y auditoría de cambios efectuados en los métodos

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Guarde el método. Para que aparezca el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**, el administrador Cerity debe haber configurado la auditoría. El administrador Cerity puede ofrecerle una lista de razones y pedirle que introduzca su firma electrónica para completar el cuadro de diálogo. Esos requisitos sólo aparecen cuando se ha instalado una licencia GMP Cerity y el administrador Cerity ha configurado la opción de auditoría.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en . Aparece el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**.  **b** Revise el cuadro de lista **List of changes**. **c** En la sección **Reason for changes**, introduzca una razón o seleccione una razón de la lista. **d** Haga clic en el botón **Save.**

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Consulte el historial de cambios efectuados en el método. Si necesita usar este método antes de configurar otros métodos, úselo con el ejercicio básico nº 1 de análisis de muestras de rutina: Equilibrado del instrumento.	**a** En el árbol de selección, seleccione el método equilmeth*iii*. **b** Consulte la lista de cambios efectuados en el método.  Los cambios de valores individuales sólo aparecen en el historial de cambios si se ha instalado una licencia GMP Cerity y el administrador Cerity ha configurado la opción de auditoría.

Description	Item	Comment	E-Sig	Timestamp
Change the 'Stoptime' from 'no Limit' to 'as Pump/Injector' for the TCC Setpoint.	TCC Setpoint	Initial configuration	None	03/17/2002, 16:31:51
Change the 'Stoptime' from 'no Limit' to 'as Pump/Injector' for the VWD Setpoint.	VWD Setpoint	Initial configuration	None	03/17/2002, 16:31:51
Change the 'Flow' from '0' to '2' for the Quaternary Pump Setpoint.	Quaternary Pump Setpoint	Initial configuration	None	03/17/2002, 16:31:51
Change the 'Stoptime' from 'no Limit' to '5' for the Quaternary Pump Setpoint.	Quaternary Pump Setpoint	Initial configuration	None	03/17/2002, 16:31:51

Ejercicio básico nº 2 Configuración de un método para identificar compuestos en muestras únicas

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Crear una plantilla de método para muestras únicas, incluyendo en el método solamente la identificación de compuestos.
- Configurar y guardar el método para obtener un cromatograma de ejemplo.
- Utilizar un cromatograma de ejemplo para configurar la integración.
- Configurar la identificación de compuestos.

Una *plantilla de método* es un marco de trabajo que le permite introducir únicamente las condiciones y los parámetros que necesita para adquirir y procesar datos.

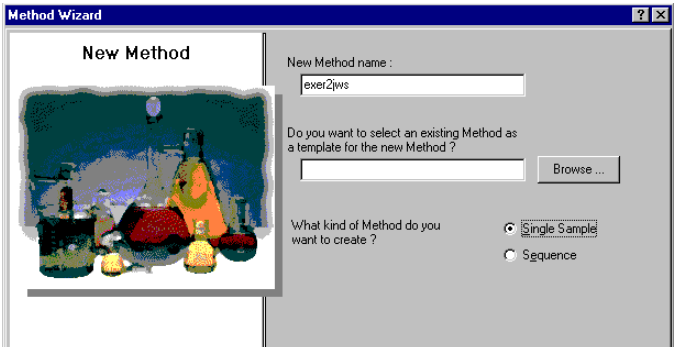
Utilice el método creado en la primera parte de este ejercicio para introducir y analizar una muestra individual y obtener un cromatograma de ejemplo. Puede utilizar el método completado para introducir y analizar un grupo de muestras en las que desea identificar compuestos. Consulte el "Ejercicio básico nº 2a Análisis de una muestra única para obtener un cromatograma de ejemplo" en la página 21 y el "Ejercicio básico nº 3b Reintegración y reproceso de los resultados" en la página 43.

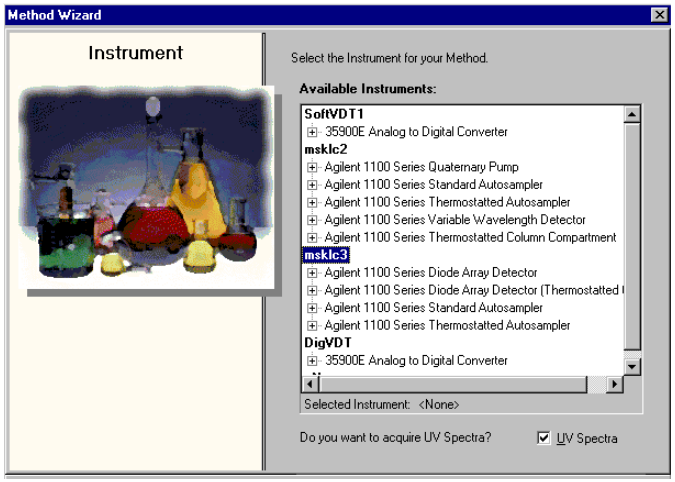
Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

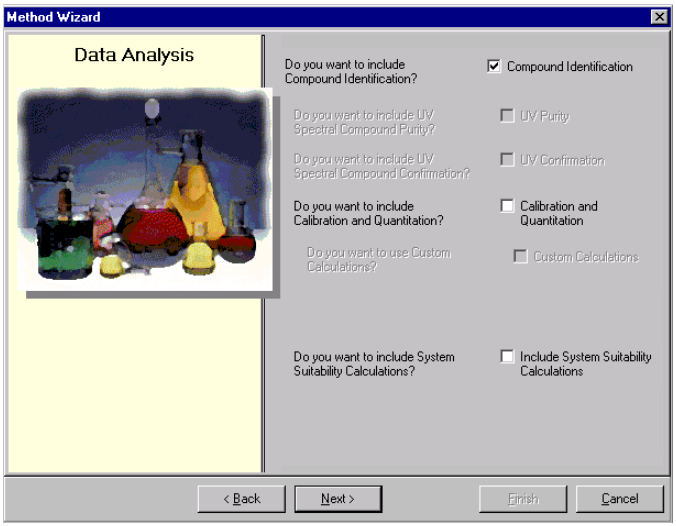
Antes de comenzar

Lea "Configuración de métodos" en la página 79 para obtener información general sobre la configuración de métodos.

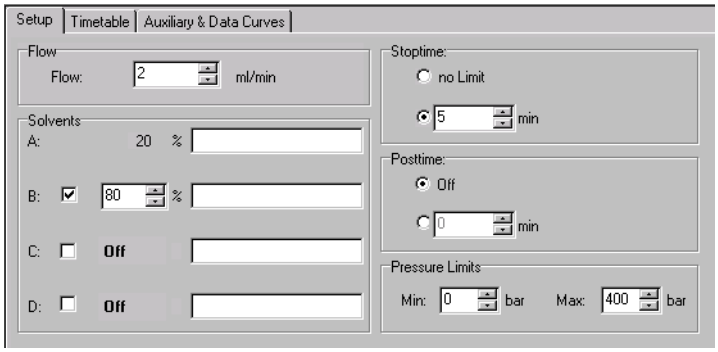
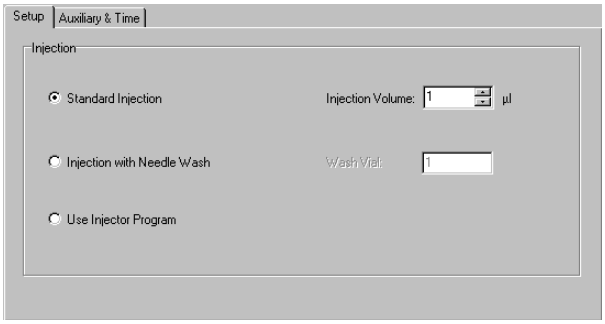
Tarea 1. Creación de una plantilla de método para identificar compuestos únicamente

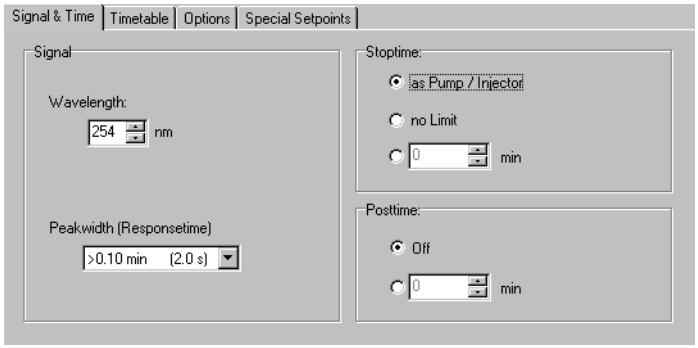
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Cree una nueva plantilla de método para una muestra individual. • Dé a la plantilla de método el nombre exer2*iii*, donde *iii* son sus iniciales.	**a** Seleccione **File > New > Method** o haga clic en y seleccione **Method**. Aparece el asistente de método. **b** Introduzca exer2*iii* en el cuadro **New Method Name**. **c** Seleccione **Single Sample**.  **d** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla Instrument del asistente de método.

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Seleccione un instrumento para el método.	**a** En la pantalla Instrument, seleccione el instrumento en el que se va a analizar la muestra.  **b** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla Data Analysis.

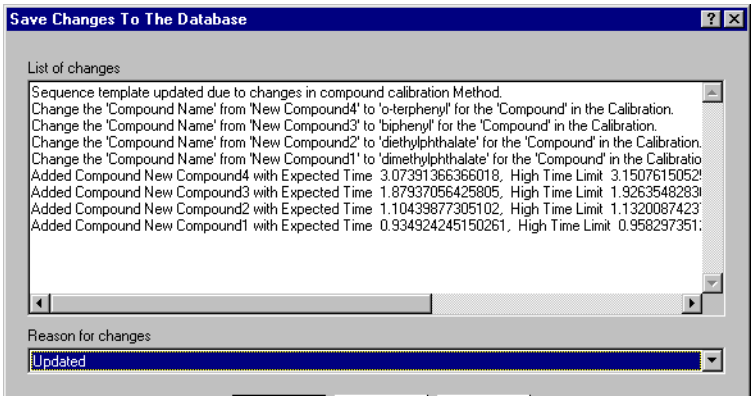
Pasos	Instrucciones detalladas
3 Marque sólo la identificación de compuestos.	**a** En el panel Data Analysis, desactive las casillas **Calibration and Quantification, Include Noise Calculations** e **Include System Suitability Calculations.**  **b** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla Identification.
4 Complete la configuración de la plantilla de método. No marque ninguna casilla de verificación en la pantalla de identificación del asistente de método.	**a** Haga clic en **Next** y luego en el botón **Finish**. **b** Haga clic en **Save** si aparece el cuadro de diálogo **Save Changes to the Database**.

Tarea 2. Introducción de las condiciones instrumentales para el equilibrio

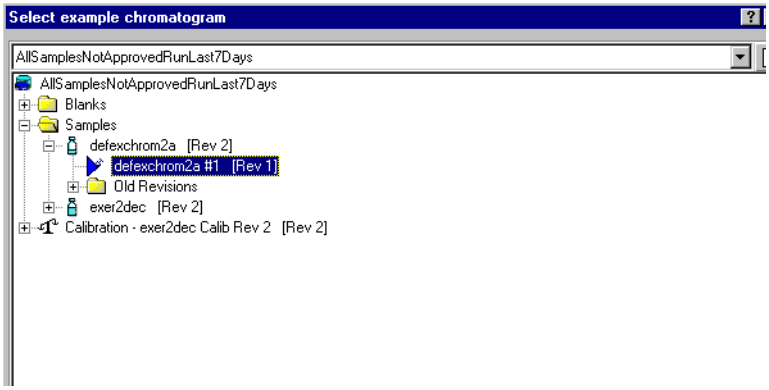
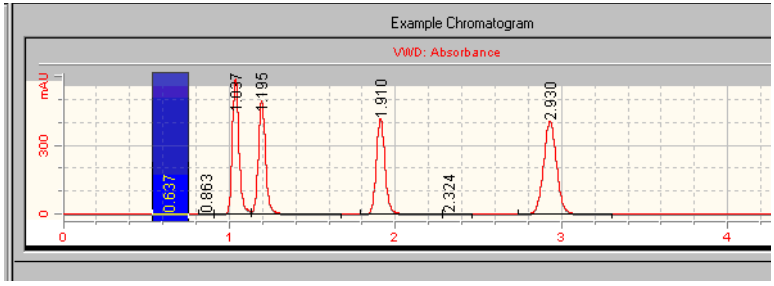
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Introduzca los parámetros de la bomba siguientes: Metanol como disolvente B: • Velocidad de flujo: 2 ml/min. • Composición del disolvente: 80 %MeOH/20 %H_2O • Tiempo de parada: 5 min. Acetonitrilo como disolvente B: • Velocidad de flujo: 1,5 ml/min • Composición del disolvente: 65 %ACN/35 %H_2O • Tiempo de parada: 6 min.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta del método exer2*iii*. **b** Expanda la carpeta **Instrument Setup** y seleccione **Quaternary Pump** o **Binary Pump**. **c** Introduzca en el campo **Flow** un valor de 2 ml/min. **d** En la sección **Solvents**, marque la casilla de verificación **B** e introduzca 80 en el cuadro **%**. El porcentaje de disolvente A se establece automáticamente en el 20 %. **e** En la sección **Stoptime**, seleccione la opción **min** e introduzca 5. 
2 Introduzca el volumen de inyección y el tiempo de parada para el inyector automático. Volumen de inyección: 1 µl Tiempo de parada: el mismo que para la bomba	**a** En el árbol de selección, seleccione la carpeta **ALS**. **b** Haga clic en la lengüeta **Auxiliary & Time**. **c** En la sección **Stoptime**, seleccione la opción **as Pump**. **d** Haga clic en la lengüeta **Setup** y seleccione **Standard Injection**. **e** Introduzca un valor de 1 µl en **Injection Volume**. 

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Asegúrese de que el tiempo de parada sea el mismo para todos los módulos instrumentales. Tiempo de parada: el mismo que para la bomba	**a** En el árbol de selección, seleccione la carpeta **VWD**. **b** En la sección **Stoptime** seleccione **as Pump/Injector**. **c** En el árbol de selección, seleccione la carpeta **TCC**. **d** En la sección **Stoptime**, seleccione **as Pump/Injector**. 

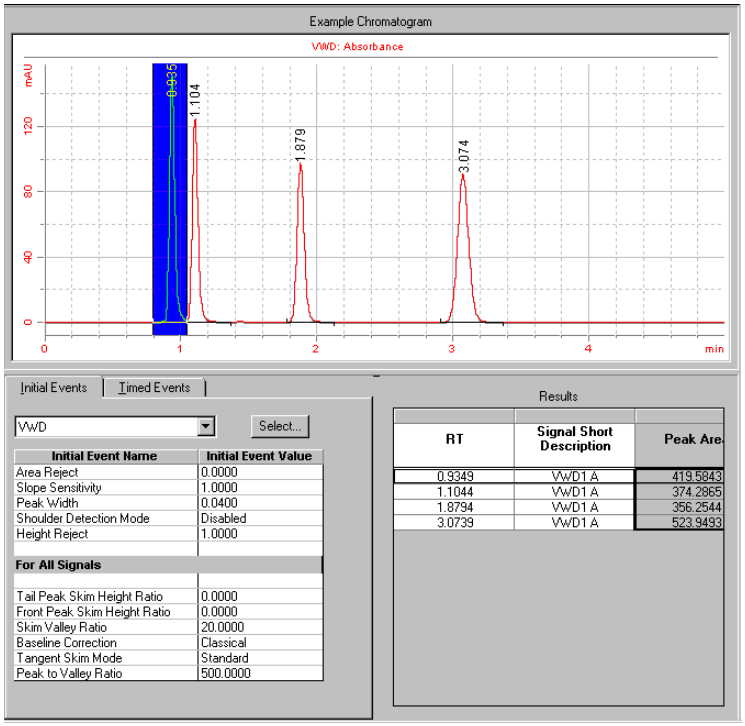
Tarea 3. Grabación y auditoría de cambios efectuados en el método

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Guarde el método. Tras guardar el método, podrá usarlo para obtener un cromatograma de ejemplo. Consulte el "Ejercicio básico nº 2a Análisis de una muestra única para obtener un cromatograma de ejemplo" en la página 21. Prosiga con la Tarea 4 tras obtener un cromatograma de ejemplo.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en . Aparece el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**.  **b** Revise el cuadro de lista **List of changes**. **c** En la sección **Reason for changes**, introduzca una razón o seleccione una razón de la lista. **d** Haga clic en el botón **Save.** Para que aparezca el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**, el administrador Cerity debe haber configurado la auditoría. El administrador Cerity puede ofrecerle una lista de razones y pedirle que introduzca su firma electrónica para completar el cuadro de diálogo.

Tarea 4. Selección de un cromatograma de ejemplo y configuración de la integración

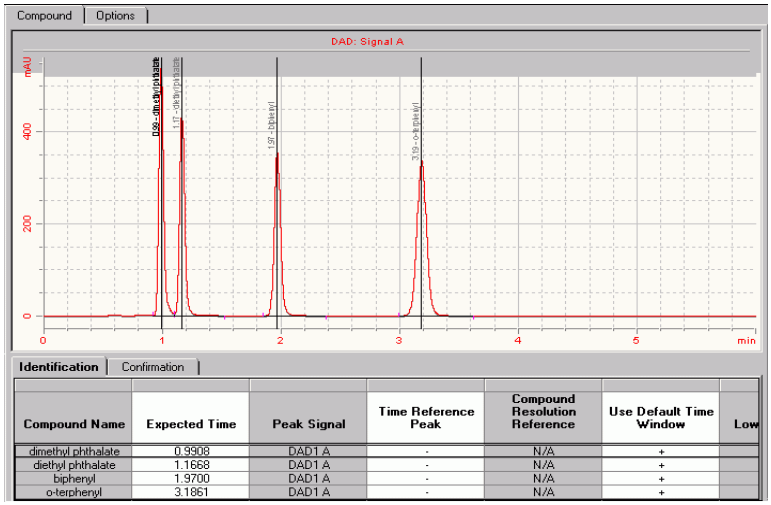
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Seleccione un cromatograma de ejemplo. Si no existe ningún cromatograma de la muestra isocrática, debe analizar una muestra para obtener el cromatograma de ejemplo. Consulte el "Ejercicio básico nº 2a Análisis de una muestra única para obtener un cromatograma de ejemplo" en la página 21. El cromatograma de ejemplo no es necesario para configurar la integración y la identificación, pero sí recomendable.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta del método exer2*iii* si procede. **b** Expanda la carpeta **Data Analysis**. **c** Seleccione **Example Chromatogram**. **d** En la barra de herramientas **Tools**, haga clic en .  **e** Expanda la carpeta Samples. **f** Expanda la carpeta exchrom*iii* o defexchrom2a. **g** Seleccione el nombre de la muestra con el número de inyección. **h** Haga clic en el botón **Select.** El cromatograma de ejemplo aparece ahora en el espacio de trabajo. 

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Cambie los valores de los eventos iniciales de modo que sólo haya cuatro picos integrados.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Integration** bajo Data Analysis. El cromatograma de ejemplo se muestra ahora junto con las tablas de eventos de integración. **b** Cambie el valor del evento **Height Reject** a 1 (o al valor mínimo que aún resulte en la integración de los cuatro picos principales). **c** Haga clic en el botón de la barra de herramientas Actions.

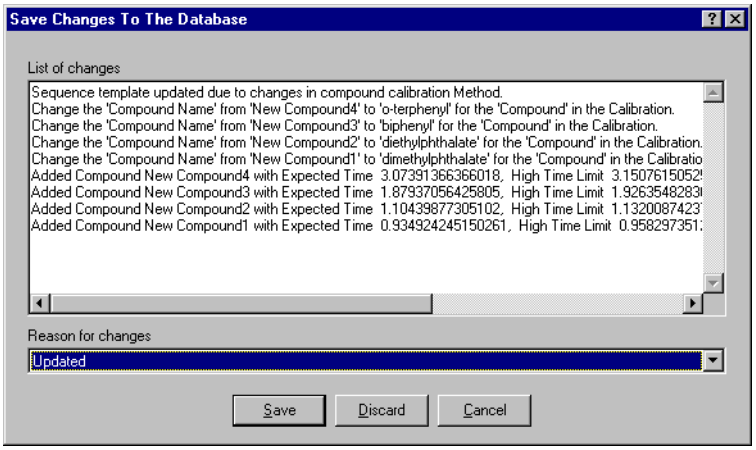


Tarea 5. Configuración de la identificación de compuestos

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Establezca la tabla de compuestos para los compuestos siguientes: TR=0,9 a 1,1: dimetilftalato TR=1,1 a 1,2: dietilftalato TR=1,8 a 2,1: bifenilo TR=3,0 a 3,2: o-terfenilo	**a** En el árbol de selección, seleccione el elemento **Identification** de Data Analysis. **b** En la barra de herramientas Tools, haga clic en . Los picos aparecen en la tabla de compuestos con los nombres New CompoundN donde N = 1 - 4. **c** En la columna **Compound Name**, seleccione la primera celda e introduzca dimethylphthalate. Tras seleccionar la celda, introduzca el nombre. La entrada previa se sobrescribe. **d** En la columna **Compound Name**, seleccione la segunda celda e introduzca diethylphthalate. **e** En la columna **Compound Name**, seleccione la tercera celda e introduzca biphenyl. **f** En la columna **Compound Name**, seleccione la cuarta celda e introduzca o-terphenyl.



Compound Name	Expected Time	Peak Signal	Time Reference Peak	Compound Resolution Reference	Use Default Time Window	Low
dimethyl phthalate	0.9908	DAD1 A	-	N/A	+	
diethyl phthalate	1.1668	DAD1 A	-	N/A	+	
biphenyl	1.9700	DAD1 A	-	N/A	+	
o-terphenyl	3.1861	DAD1 A	-	N/A	+	

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Guarde el método. Si necesita ejecutar este método para identificar compuestos antes de configurar los demás métodos de los ejercicios, utilice el método con "Ejercicio básico nº 2b Análisis de un grupo de muestras únicas para identificar compuestos" en la página 27.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en . Aparece el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**.  **b** Revise el cuadro de lista **List of changes**. **c** En la sección **Reason for changes**, introduzca una razón o seleccione una razón de la lista. **d** Haga clic en el botón **Save.** Para que aparezca el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**, el administrador Cerity debe haber configurado la auditoría. El administrador Cerity puede ofrecerle una lista de razones y pedirle que introduzca su firma electrónica para completar el cuadro de diálogo.

Ejercicio básico nº 3 Configuración de un método para una secuencia con calibración de un único nivel

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Crear una plantilla de método para una secuencia que incluya calibración de un único nivel y actualización única y cuantificación ESTD.
- Configurar la calibración y la cuantificación con cantidades de compuesto fijas.
- Configurar una plantilla de secuencia.

Una *plantilla de secuencia* es una tabla de secuencia que contiene el orden de estándares de calibración y muestras que necesita analizar con este método. Las plantillas de secuencia son útiles si el orden, los nombres y las características de las muestras son similares cada vez que se analiza una secuencia con el método.

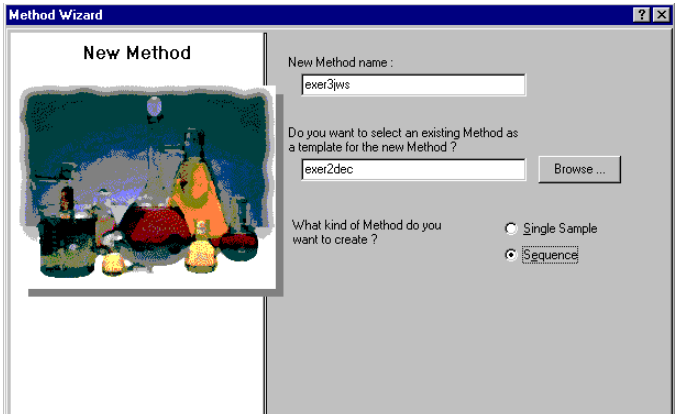
Puede utilizar este método con el "Ejercicio básico nº 3a Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración de un único nivel" y el "Ejercicio básico nº 3b Reintegración y reproceso de los resultados".

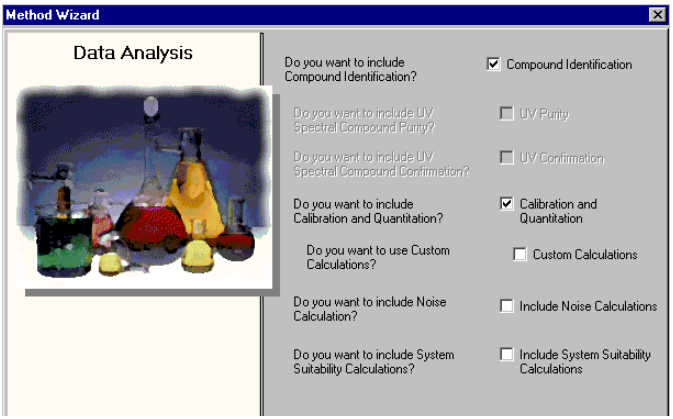
Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

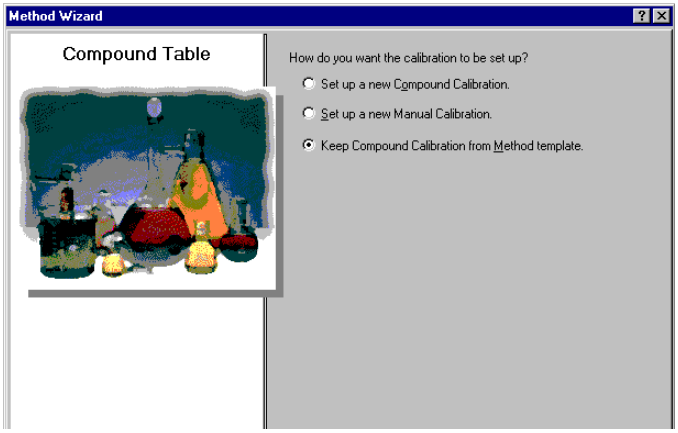
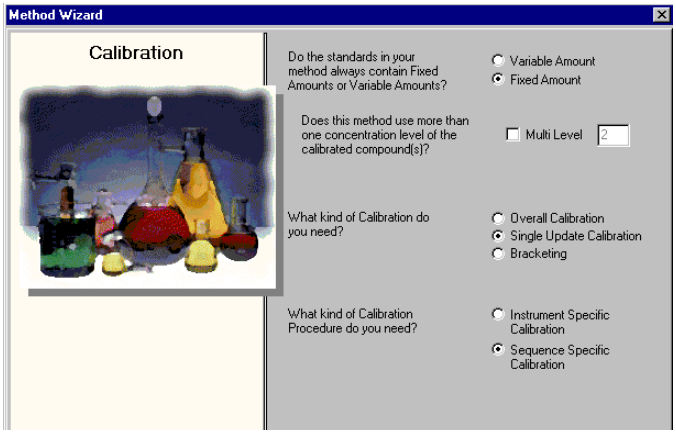
Antes de comenzar

Lea "Configuración de métodos" en la página 79 para obtener información general sobre la configuración de métodos.

Tarea 1. Copia de un método para crear una plantilla de método para una secuencia

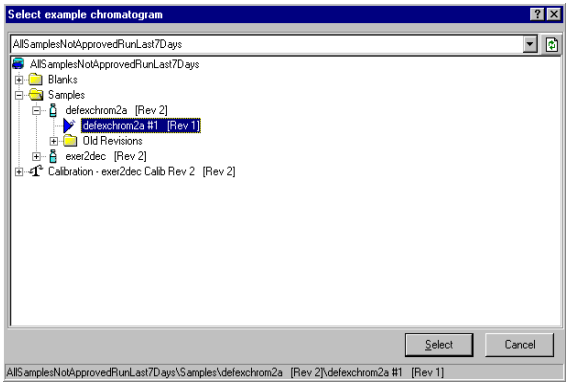
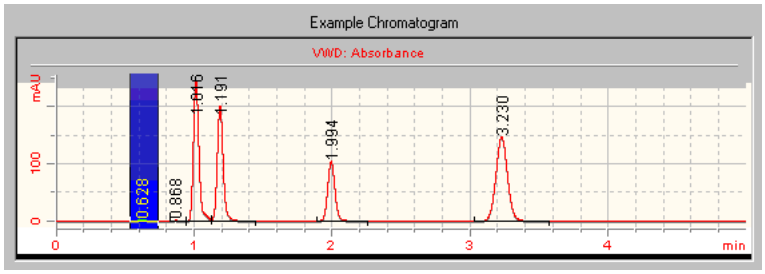
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Cree una nueva plantilla de método a partir de un método existente. • Dé a la plantilla de método el nombre exer3*iii*, donde *iii* son sus iniciales. • Use exer2*iii* o defexer2 como plantilla para la nueva plantilla de método. • Asegúrese de que sólo están marcadas las opciones Compound Identification y Calibration and Quantitation. Los métodos se copian cuando se desea mantener las configuraciones del instrumento y el análisis de datos del método antiguo. De ese modo no es necesario introducir las configuraciones en el nuevo método.	**a** Seleccione **File > New > Method** o haga clic en y seleccione **Method**. Aparece la pantalla **New Method** del asistente de método. **b** Haga clic en el botón **Browse** y seleccione exer2*iii* o defexer2 en el cuadro de diálogo **Method Template Selection**. **c** Introduzca exer3*iii* en el cuadro **New Method Name**. **d** Seleccione **Sequence**.  **e** Haga clic en **Next** hasta llegar a la pantalla **Data Analysis**.

Pasos	Instrucciones detalladas
	f Marque la casilla de verificación **Calibration and Quantitation**. 

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Efectúe las selecciones necesarias para mantener la tabla de compuestos y configurar una nueva calibración. • Efectúe las selecciones necesarias para configurar: calibración de un único nivel cantidades de compuesto fijas calibración de actualización única calibración específica de la secuencia	**a** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla **Compound Table**. **b** Seleccione la opción **Keep Compound Calibration from Method template**. Esta opción le permite mantener la tabla de compuestos del método previo (aun cuando no se haya configurado calibración alguna).  **c** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla **Identification**. **d** No marque ninguna casilla de verificación de la pantalla **Identification**. **e** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla **Calibration**. **f** Seleccione **Fixed Amount** y use las demás opciones predeterminadas. 

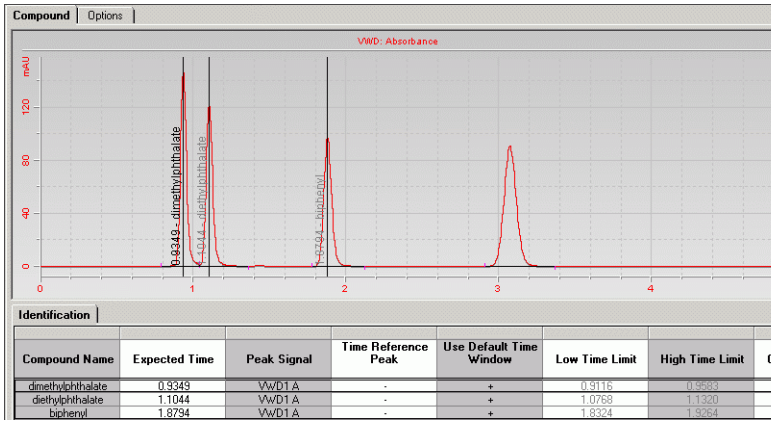
Pasos	Instrucciones detalladas
3 Configure la cuantificación y revise el nuevo método.	**a** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla **Quantitation**. **b** Asegúrese de que la casilla de verificación **Limit checks** no está marcada y de que está seleccionada la opción **ESTD.** **c** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla **New Method Review**. **d** Revise la configuración que aparece en la sección **Method Wizard Settings**. **e** Haga clic en el botón **Finish** para guardar el nuevo método.

Tarea 2. Selección de un cromatograma de ejemplo

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Seleccione un cromatograma de ejemplo. • Use el cromatograma de ejemplo obtenido en el ejercicio básico 2a o 2b de "Ejercicio básico nº 3a Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración de un único nivel" y "Ejercicio básico nº 3b Reintegración y reproceso de los resultados". • Como alternativa, use defexchrom2a. No es necesario seleccionar un cromatograma de ejemplo. No obstante, si lo hace le será más fácil modificar la identificación de compuestos.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta exer3*iii*. **b** Expanda la carpeta **Data Analysis**. **c** Seleccione el elemento **Example Chromatogram**. **d** En la barra de herramientas **Tools**, haga clic en .  **e** Seleccione el nombre de la muestra con el número de inyección para obtener el cromatograma de ejemplo. **f** Haga clic en el botón **Select.** El cromatograma de ejemplo aparece ahora en el espacio de trabajo.  Tras seleccionar el cromatograma de ejemplo, puede ver las configuraciones de integración e identificación pertenecientes al método original.

Tarea 3. Modificación de la identificación de compuestos

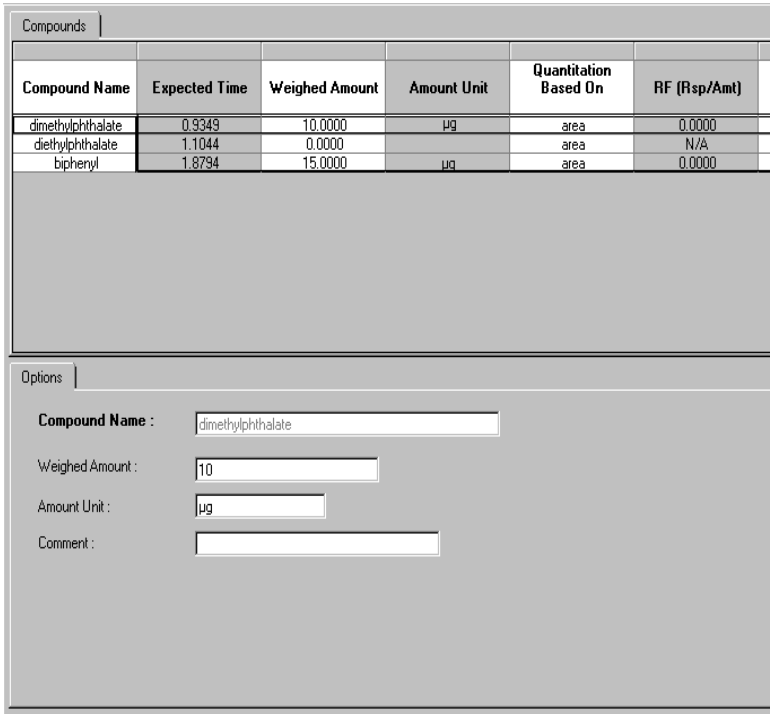
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Elimine un compuesto de la tabla de compuestos. Elimine el compuesto o-terfenilo.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Identification** en la carpeta Data Analysis. **b** Seleccione la celda **o-terphenyl**. **c** Haga clic con el botón derecho del ratón en la celda **o-terphenyl** y seleccione **Remove Compound**.



Compound Name	Expected Time	Peak Signal	Time Reference Peak	Use Default Time Window	Low Time Limit	High Time Limit
dimethylphthalate	0.9349	VWD1 A	-	+	0.9116	0.9583
diethylphthalate	1.1044	VWD1 A	-	+	1.0768	1.1320
biphenyl	1.8794	VWD1 A	-	+	1.8324	1.9264

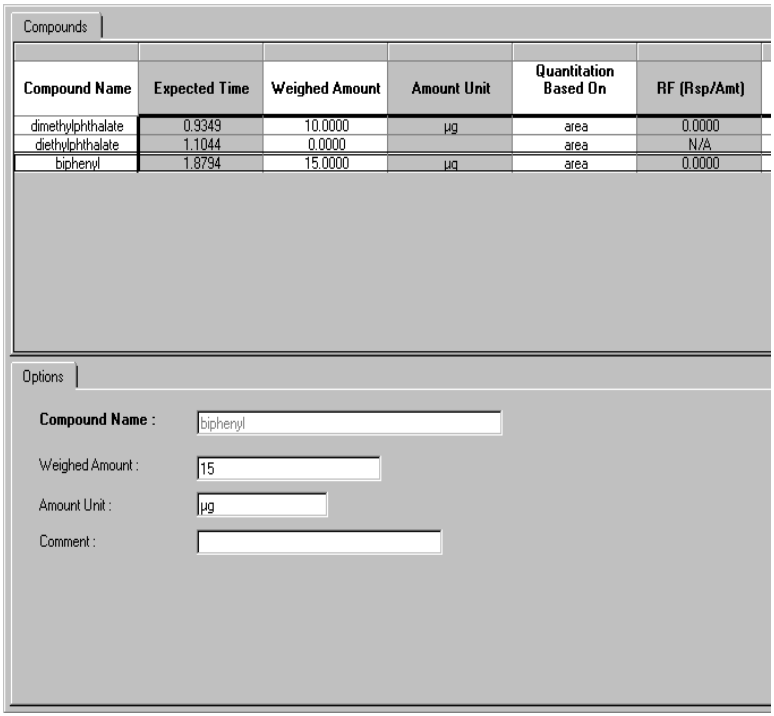
Tarea 4. Configuración de la calibración

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configure la calibración para dimetilftalato. dimetilftalato: 10 µg	**a** En el árbol de selección, seleccione **Calibration** en la carpeta Data Analysis. **b** En la tabla de calibración, seleccione dimethylphthalate. **c** En la lengüeta **Options**, introduzca 10 en el cuadro **Weighed Amount** y µg en el cuadro **Amount Unit**.

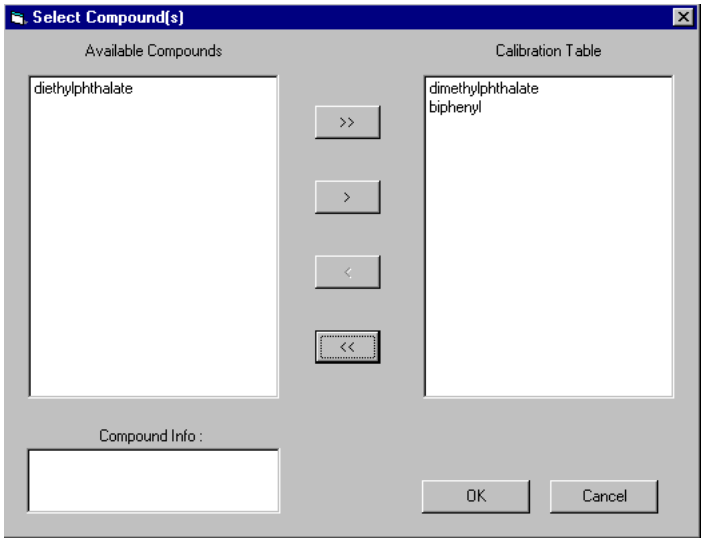


Compound Name	Expected Time	Weighed Amount	Amount Unit	Quantitation Based On	RF (Rsp/Amt)
dimethylphthalate	0.9349	10.0000	µg	area	0.0000
diethylphthalate	1.1044	0.0000		area	N/A
biphenyl	1.8794	15.0000	µg	area	0.0000

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Configure la calibración para bifenilo. Bifenilo: 15 µg	**a** En la tabla de calibración, seleccione biphenyl. **b** En la lengüeta **Options**, introduzca 15 en el cuadro **Weighed Amount** y µg en el cuadro **Amount Unit**.

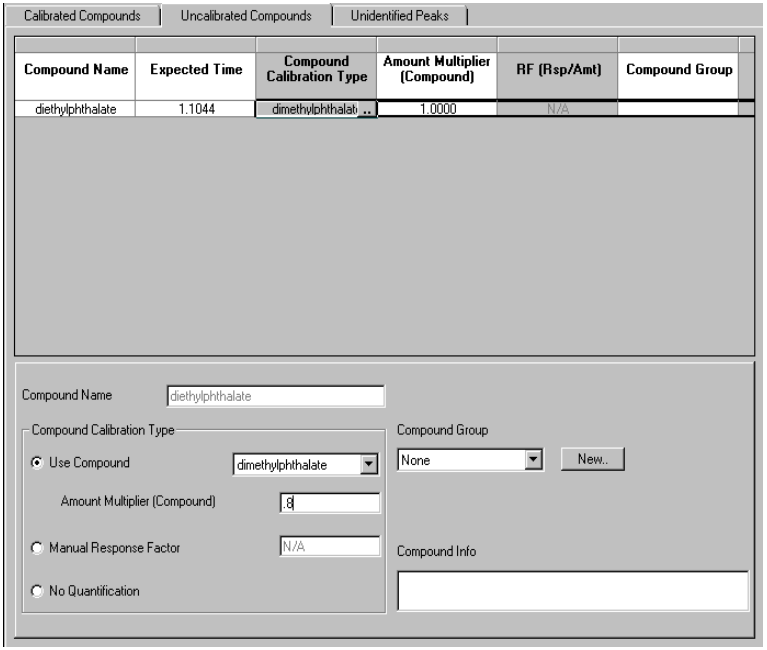


Compound Name	Expected Time	Weighed Amount	Amount Unit	Quantitation Based On	RF (Rsp/Amt)
dimethylphthalate	0.9349	10.0000	µg	area	0.0000
diethylphthalate	1.1044	0.0000		area	N/A
biphenyl	1.8794	15.0000	µg	area	0.0000

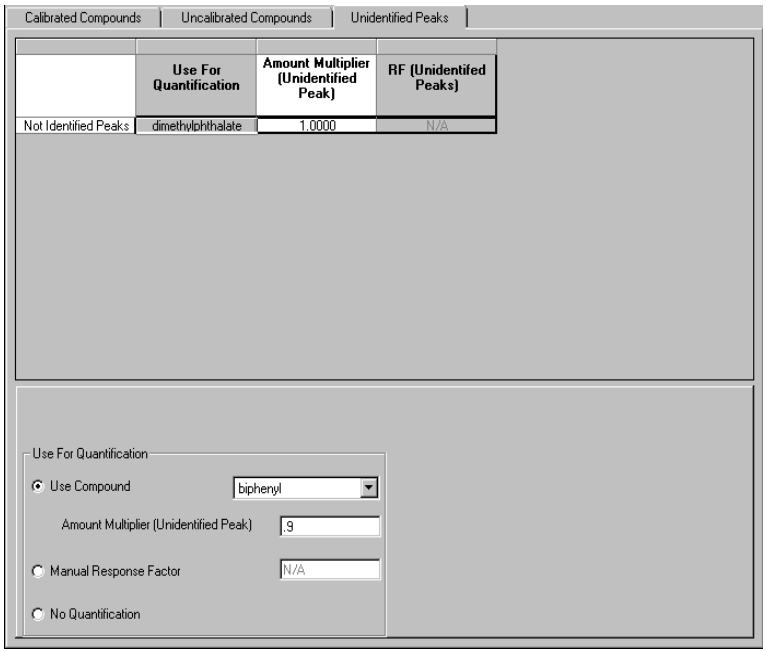
Pasos	Instrucciones detalladas
3 Elimine el dietilftalato de la tabla de calibración.	**a** En la tabla de calibración, haga clic con el botón derecho del ratón en cualquier punto y seleccione **Remove Compound** en el menú de acceso directo. Aparece el cuadro de diálogo **Select Compound(s)**. **b** En la lista **Calibration Table,** seleccione diethylphthalate. **c** Haga clic en el botón **<** para pasar diethylphthalate a la lista **Available Compounds**. **d** Haga clic en el botón **OK**. 

Tarea 5. Configuración de la cuantificación para los cuatro picos

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Base la cuantificación del dietilftalato en el dimetilftalato. Use un multiplicador de cantidad de 0,8.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Quantitation Setup** en la carpeta Data Analysis. **b** Haga clic en la lengüeta **Uncalibrated Compounds**. **c** En la sección **Compound Calibration Type**, seleccione la opción **Use Compound**. **d** Seleccione dimethylphthalate en la lista **Use Compound**. **e** Introduzca 0.8 en el cuadro **Amount Multiplier (Compound)**.



Pasos	Instrucciones detalladas
2 Base la cuantificación del pico no identificado en el bifenilo. Use un multiplicador de cantidad de 0,9.	**a** Haga clic en la lengüeta **Unidentified Peaks**. **b** En la sección **Use for Quantitation**, seleccione la opción **Use Compound**. **c** Seleccione biphenyl en la lista **Use Compound**. **d** Introduzca 0.9 en el cuadro **Amount Multiplier (Unidentified Peak)**.



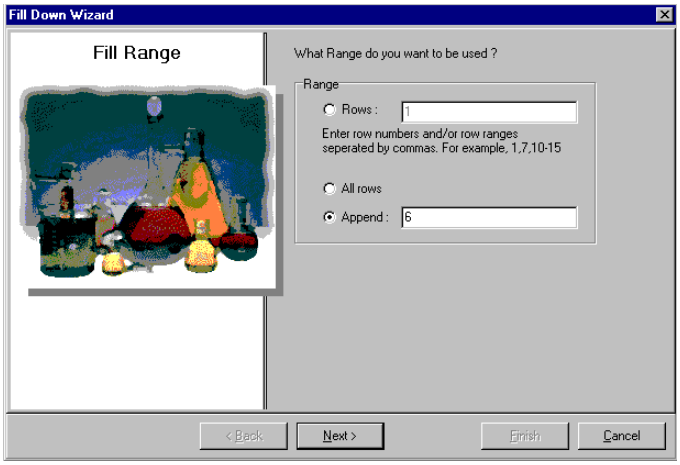
Tarea 6. Configuración de la plantilla de secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Introduzca los estándares de calibración y las muestras siguientes en la plantilla de secuencia: Cal1: estándar isocrático de fuerza completa Sample 1_2: estándar isocrático diluido a 1/2 con metanol Sample 1_4: estándar isocrático diluido a 1/4 con metanol	**a** En el árbol de selección, seleccione **Sequence Template** para el método. **b** En la tabla de muestras, introduzca el estándar de calibración en la fila uno. • Introduzca Cal1 en el cuadro **Sample Name**. • Seleccione **Calibration Standard** en la lista **Sample Type**. • Introduzca en **Vial#** la posición del vial que contiene ese estándar dentro del ALS. • Haga clic en el botón **Apply** para colocar la información de la muestra en la tabla de muestras. **c** Introduzca la muestra 1_2 en la fila dos. • Seleccione la fila 2 en la tabla de muestras. • Introduzca sample 1_2 en el cuadro **Sample Name**. • Seleccione **Sample** en la lista **Sample Type**. • Introduzca en **Vial#** la posición del vial que contiene esa muestra dentro del ALS. • Haga clic en el botón **Apply** para colocar la información de la muestra en la tabla de muestras. **d** Introduzca sample 1_4 en la fila tres. • Seleccione la fila 3 en la tabla de muestras. • Introduzca sample 1_4 en el cuadro **Sample Name**. • Seleccione **Sample** en la lista **Sample Type**. • Introduzca en **Vial#** la posición del vial que contiene esa muestra dentro del ALS. • Haga clic en el botón **Apply** para colocar la información de la muestra en la tabla de muestras.

NOTA

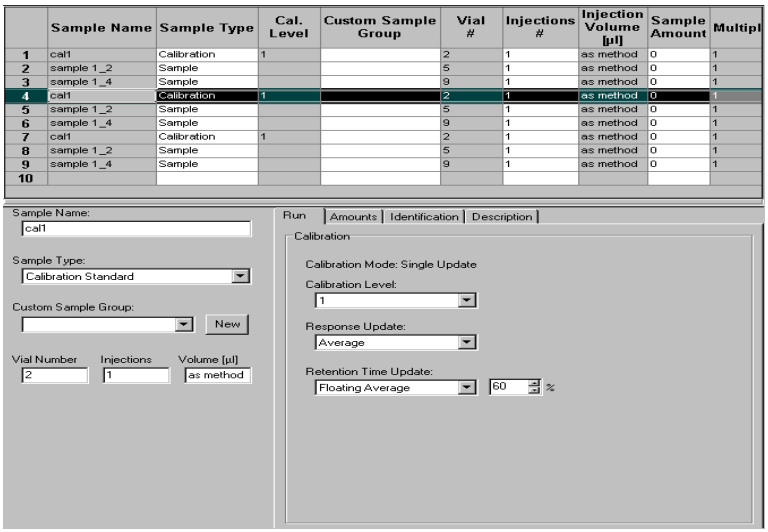
No es posible configurar una plantilla de secuencia con estándares de calibración hasta haber configurado la calibración en la pantalla de análisis de datos.

	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Summary Group	Vial #	Injections #	Injection Volume [µl]	Samp Amou [mg/m
1	Cal1	Calibration	1		2	1	as method	0
2	sample 1_2	Sample			5	1	as method	0
3	sample 1_4	Sample			9	1	as method	0

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Introduzca dos conjuntos más de Cal1, sample 1_2 y sample 1_4 en la plantilla. **Consejo:** utilice el asistente de cumplimentación y el comando de copia. Los estándares y las muestras aparecen en la plantilla final en el orden siguiente: • estándar de calibración • dos muestras • estándar de calibración • dos muestras • estándar de calibración • dos muestras	**a** Haga clic en **Fill Down** en la barra de herramientas Edit y seleccione **Fill Down Wizard**. Aparece el asistente de cumplimentación. **b** En la sección **Range**, seleccione **Append**, introduzca 6 y haga clic en **Next**.  **c** En la pantalla **Sample Names**, introduzca cal1 en el cuadro **Name** y haga clic en **Next**. **d** En la pantalla **Vial Numbers**, desactive la casilla de verificación **Define Vial numbers?** y haga clic en **Finish**. **e** Cuando aparezca el cuadro de diálogo **Apply Sample Changes**, haga clic en **Yes.** Observe que las seis filas nuevas muestran copias de la primera fila de la plantilla. **f** Seleccione las dos muestras de las filas 2 y 3, y haga clic en el botón **Copy** de la barra de herramientas Edit.

Pasos	Instrucciones detalladas
	g Seleccione las filas 5 y 6, y haga clic en el botón **Paste** de la barra de herramientas Edit. **h** Seleccione las filas 8 y 9, y haga clic en el botón **Paste** de la barra de herramientas Edit.

	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Summary Group	Vial #	Injections #	Injection Volume [µl]	Samp Amou [mg/n
1	Cal1	Calibration	1		2	1	as method	0
2	sample 1_2	Sample			5	1	as method	0
3	sample 1_4	Sample			9	1	as method	0
4	Cal1	Calibration	1		2	1	as method	0
5	sample 1_2	Sample			5	1	as method	0
6	sample 1_4	Sample			9	1	as method	0
7	Cal1	Calibration	1		2	1	as method	0
8	sample 1_2	Sample			5	1	as method	0
9	sample 1_4	Sample			9	1	as method	0
10								

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Configure cómo se va a actualizar la calibración: Primera Cal1: sustitución (tanto de FR como de TR) Segunda Cal1: promedio para FR y promedio flotante para TR (ponderación del 60 % tras TR) Tercera Cal1: promedio para FR y promedio flotante para TR (ponderación del 75 % tras TR)	**a** En la tabla de secuencia, seleccione la primera Cal1. **b** Haga clic en la lengüeta **Run**. **c** En la sección Calibration, seleccione Replace en la lista **Response Factor Update** y seleccione Replace en la lista **Retention Time Update.** **d** Seleccione la segunda Cal1 en la tabla de secuencia. **e** Seleccione Average en la lista **Response Factor Update** y Floating average en la lista **Retention Time Update**. **f** Seleccione 60 %. **g** Repita los pasos d y e para la tercera Cal1. 
4 Guarde el método. Tras completar este método, puede utilizarlo para analizar una secuencia. Consulte el "Ejercicio básico nº 3a Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración de un único nivel" en la página 33 y el "Ejercicio básico nº 3b Reintegración y reproceso de los resultados" en la página 43.	**a** Haga clic en e introduzca las razones para los cambios y la firma electrónica si procede.

Ejercicio avanzado nº 4 Configuración de un método para adquirir y utilizar espectros en muestras únicas

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Crear una plantilla de método para muestras únicas y espectros, incluyendo en el método solamente la identificación de compuestos.
- Configurar y guardar el método para obtener un cromatograma de ejemplo.
- Utilizar un cromatograma de ejemplo para configurar la integración.
- Configurar la identificación de compuestos.
- Configurar la confirmación de UV de compuestos.
- Configurar la pureza de UV.
- Configurar el tratamiento de espectros.

NOTA Necesitará un detector capaz de adquirir espectros (DAD o FLD) y una licencia para adquisición espectral de UV para completar este ejercicio.

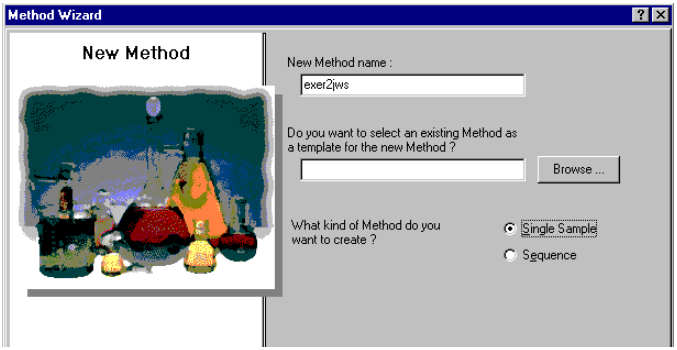
Utilice el método creado en la primera parte de este ejercicio para introducir y analizar una muestra individual y obtener un cromatograma de ejemplo. Puede utilizar el método completado para introducir y analizar un grupo de muestras en las que desea identificar compuestos.

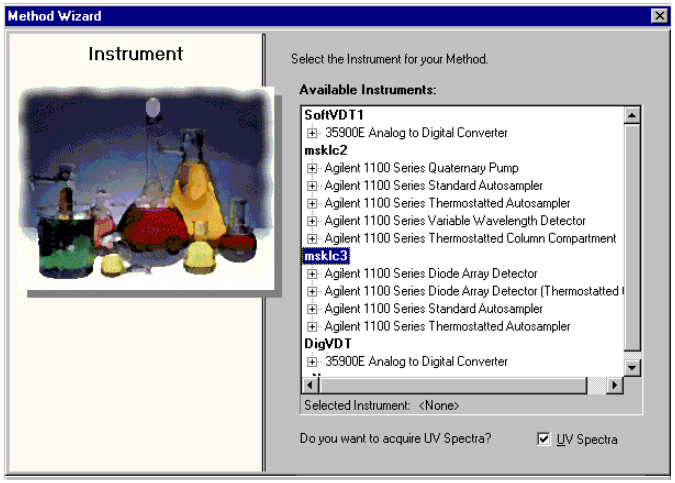
Para llevar a cabo las tareas ilustradas en las páginas siguientes, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

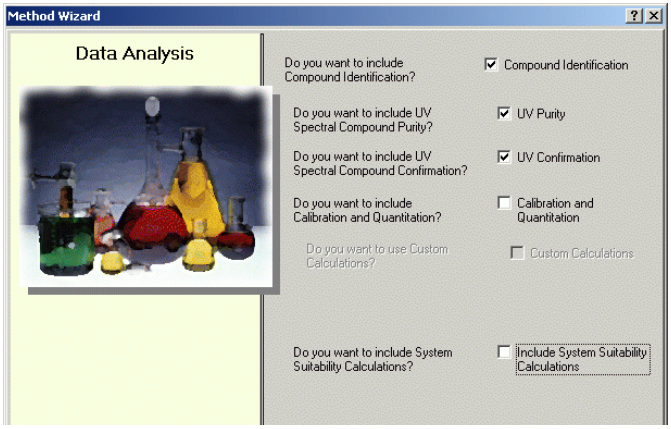
Antes de comenzar

Lea "Configuración de métodos" en la página 79 para obtener información general sobre la configuración de métodos.

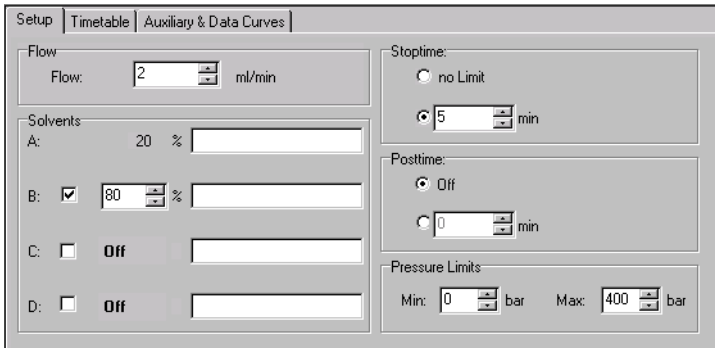
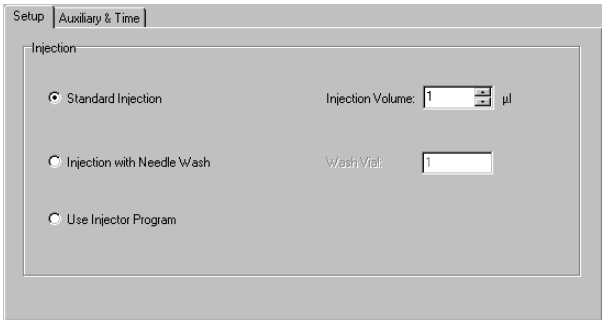
Tarea 1. Creación de una plantilla de método para identificar compuestos únicamente

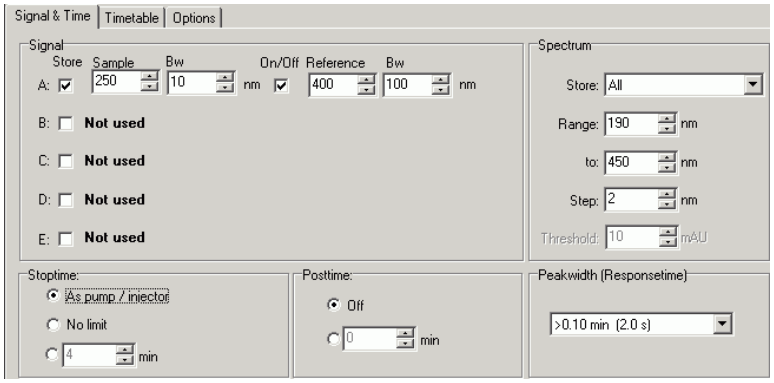
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Cree una nueva plantilla de método para una muestra individual. Dé a la plantilla de método el nombre exer4*iii*, donde *iii* son sus iniciales.	**b** Seleccione **File > New > Method** o haga clic en y seleccione **Method**. Aparece el asistente de método. **c** Introduzca exer4 en el cuadro **Method Name**. **d** Seleccione **Single Sample**.  **e** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla Instrument del asistente de método.

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Seleccione un instrumento para el método. Seleccione un instrumento con un DAD o un FLD.	**a** En la pantalla Instrument, seleccione el instrumento en el que se va a analizar la muestra. **b** Active la casilla **UV Spectra**.  **c** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla Data Analysis.

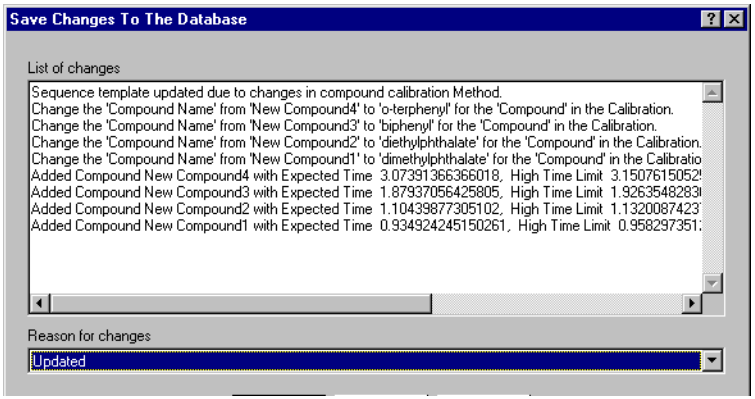
Pasos	Instrucciones detalladas
3 Active Compound Identification, UV Purity y UV Confirmation.	**a** En la pantalla Data Analysis, active las casillas **UV Purity** y **UV Confirmation** y desactive las casillas **Calibration and Quantification, Include Noise Calculations** e **Include System Suitability Calculations.**  **b** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla Identification.
4 Complete la configuración de la plantilla de método. No marque ninguna casilla de verificación en la pantalla de identificación del asistente de método.	**a** Haga clic en **Next** y luego en el botón **Finish**. **b** Haga clic en **Save** si aparece el cuadro de diálogo Save Changes to the Database.

Tarea 2. Introducción de las condiciones instrumentales para el equilibrio

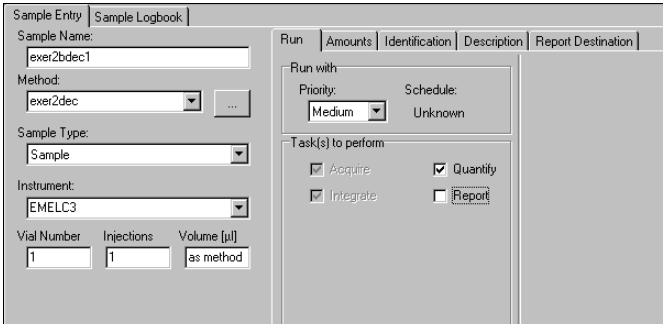
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Introduzca los parámetros de la bomba siguientes: Metanol como disolvente B: • Velocidad de flujo: 2 ml/min. • Composición del disolvente: 80 %MeOH/20 %H_2O • Tiempo de parada: 5 min. Acetonitrilo como disolvente B: • Velocidad de flujo: 1,5 ml/min • Composición del disolvente: 65 %ACN/35 %H_2O • Tiempo de parada: 5 min.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta del método exer4*iii*. **b** Expanda la carpeta **Instrument Setup** y seleccione **Quaternary Pump** o **Binary Pump**. **c** Introduzca en el campo **Flow** un valor de 2 ml/min. **d** En la sección **Solvents**, marque la casilla de verificación **B** e introduzca 80 en el cuadro **%**. El porcentaje de disolvente A se establece automáticamente en el 20 %. **e** En la sección **Stoptime**, seleccione la opción **min** e introduzca 5. 
2 Introduzca el volumen de inyección y el tiempo de parada para el inyector automático. • Volumen de inyección: 1 µl • Tiempo de parada: Opción "As pump"	**a** En el árbol de selección, seleccione la carpeta **ALS**. **b** Haga clic en la lengüeta **Auxiliary & Time**. **c** En la sección **Stoptime**, seleccione la opción **As Pump**. **d** Haga clic en la lengüeta **Setup** y seleccione **Standard Injection**. **e** Introduzca un valor de 1 µl en **Injection Volume**. 

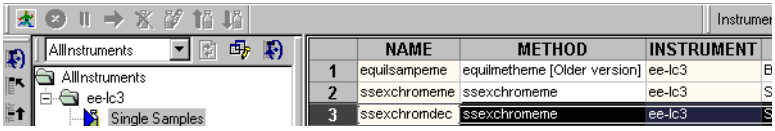
Pasos	Instrucciones detalladas
3 Asegúrese de que el tiempo de parada sea el mismo para todos los módulos instrumentales. Tiempo de parada: Opción "As pump/injector"	**a** En el árbol de selección, seleccione la carpeta **DAD** o **FLD**. **b** En la sección **Stoptime**, seleccione la opción **As pump/injector**. **c** En el árbol de selección, seleccione la carpeta **TCC**. **d** En la sección **Stoptime**, seleccione la opción **As pump/injector**. 
4 Configure los parámetros de adquisición espectral. Señal • A: 254 nm, An. banda: 4 nm • Referencia: 400 nm, An. banda: 100 nm Espectro • Guardar: Todos • Rango: 190 nm • hasta: 450 nm • Paso: 2 nm	**a** En el árbol de selección, seleccione la carpeta **DAD** o **FLD**. **b** En la sección **Signal**, active la casilla **Store** para **Signal A**, defina la longitud de onda de la **Sample** en 254 nm y el **Bw** en 10. **c** Active la casilla **On/Off** y defina la longitud de onda de la referencia (**Reference**) en 400 y **Bw** en 100. **d** En la sección **Spectrum**, opte por guardar todos los espectros con **All** y defina **Range** de 190 a 450 nm con un tamaño de paso **Step** de 2.

Tarea 3. Grabación y auditoría de cambios efectuados en los métodos

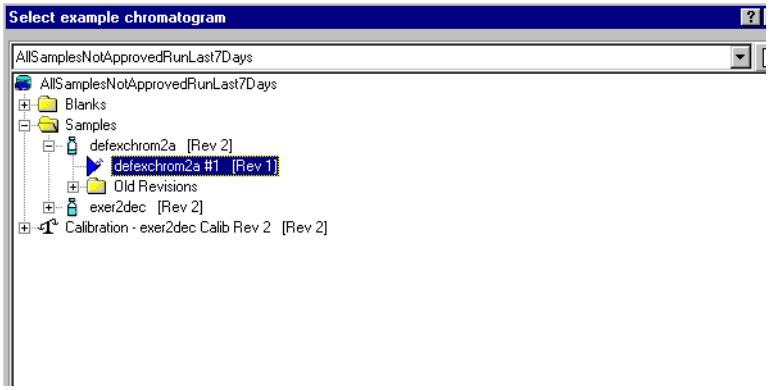
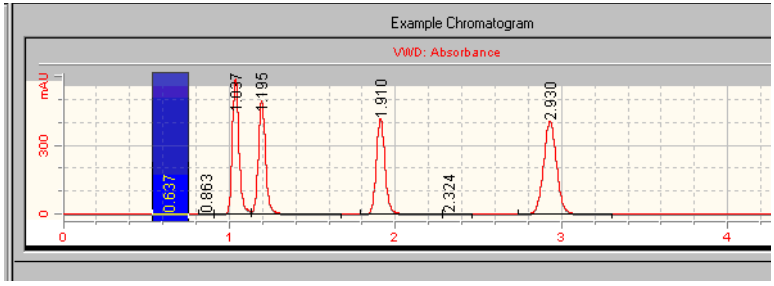
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Guarde el método. Tras guardar el método, podrá usarlo para obtener un cromatograma de ejemplo. Consulte el "Ejercicio básico nº 2a Análisis de una muestra única para obtener un cromatograma de ejemplo" en la página 21. Prosiga con la Tarea 4 tras obtener un cromatograma de ejemplo.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en . Aparece el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**.  **b** Revise el cuadro de lista **List of changes**. **c** En la sección **Reason for changes**, introduzca una razón o seleccione una razón de la lista. **d** Haga clic en el botón **Save.** Para que aparezca el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**, el administrador Cerity debe haber configurado la auditoría. El administrador Cerity puede ofrecerle una lista de razones y pedirle que introduzca su firma electrónica para completar el cuadro de diálogo.

Tarea 4. Introducción y análisis de una muestra única

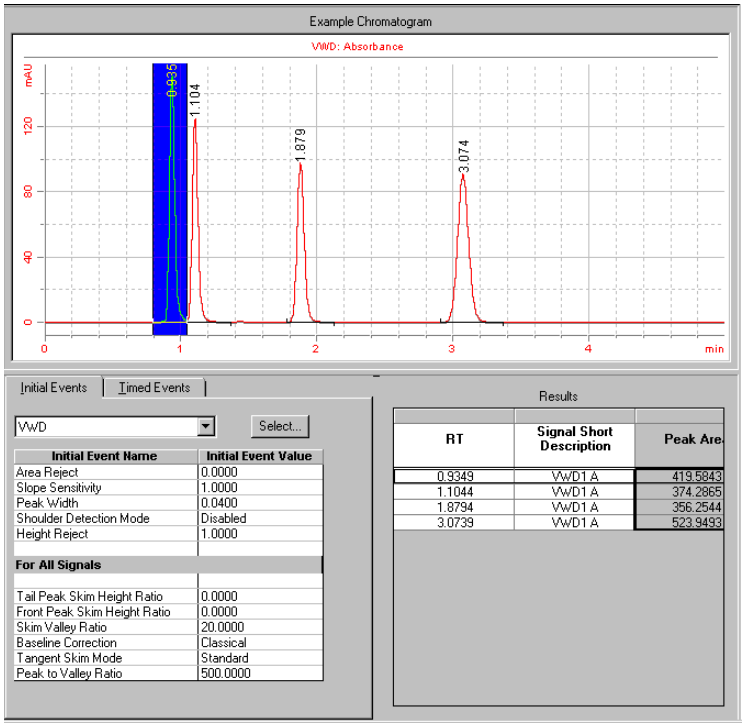
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Inicie la pantalla Instrument para localizar la tabla de muestras únicas.	**a** Seleccione **Instrument** en la lista **Current View**. **b** Expanda la carpeta correspondiente al instrumento en el que va a obtener el cromatograma de ejemplo. **c** Seleccione **Single Samples**. En el espacio de trabajo aparecen la tabla de muestras y la pantalla de introducción de muestras.
2 Introduzca una muestra con la información siguiente: • Dé a la muestra el nombre exchrom3D*iii*, donde *iii* son sus iniciales. • Seleccione exer4*iii*. • Seleccione el vial que contiene el estándar isocrático de fuerza completa.	**a** Introduzca exchrom3D*iii* en el cuadro **Sample Name.** **b** Seleccione un método en la lista **Method**. En el cuadro **Instrument** aparece el instrumento asociado con el método. **c** Seleccione **Sample** en la lista **Sample Type**. **d** Introduzca el número de vial correspondiente a la muestra en el cuadro **Vial Number**. **e** Haga clic en **Apply** para añadir la información de la muestra a la tabla de muestras. Use los valores predeterminados para los demás parámetros.
3 Introduzca las tareas que se deben efectuar durante el análisis.	**a** Desactive las casillas de verificación **Quantify** y **Report.** 
4 Guarde la muestra.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en . Aparece el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**. **b** Revise el cuadro de lista **List of changes**. **c** En la sección **Reason for changes**, introduzca una razón o seleccione una razón de la lista. **d** Introduzca su firma electrónica si así se requiere. **e** Haga clic en el botón **Save.**

Pasos	Instrucciones detalladas
5 Analice la muestra.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta correspondiente a su instrumento. **b** Seleccione **Single Samples**. **c** Seleccione la muestra exchrom*iii*. El botón Run aparece ahora disponible en la barra de herramientas Tools.  **d** Haga clic en el botón **Run**. También puede analizar la muestra desde Sample View.
6 Monitorice la señal y haga un seguimiento del estado de la muestra.	**a** En el árbol de selección, seleccione su instrumento. **b** Haga clic en la lengüeta **Online Plot** para ver una representación de la señal. Cambie los ejes si procede. Consulte el "Ejercicio básico nº 2a Análisis de una muestra única para obtener un cromatograma de ejemplo" en la página 21 para obtener más detalles.
7 Revise el resultado obtenido para la muestra y asegúrese de que se han integrado los cuatro picos.	**a** Seleccione **Result** en la lista **Current View**. **b** Seleccione **MySamplesRunLast24h** en la lista **Query**. **c** Expanda la carpeta **Samples**. **d** Expanda la carpeta exchrom3D*iii*. **e** Seleccione la inyección nº 1 de exchrom3D*iii*. **f** Consulte el cromatograma y los resultados.

Tarea 5. Selección de un cromatograma de ejemplo y configuración de la integración

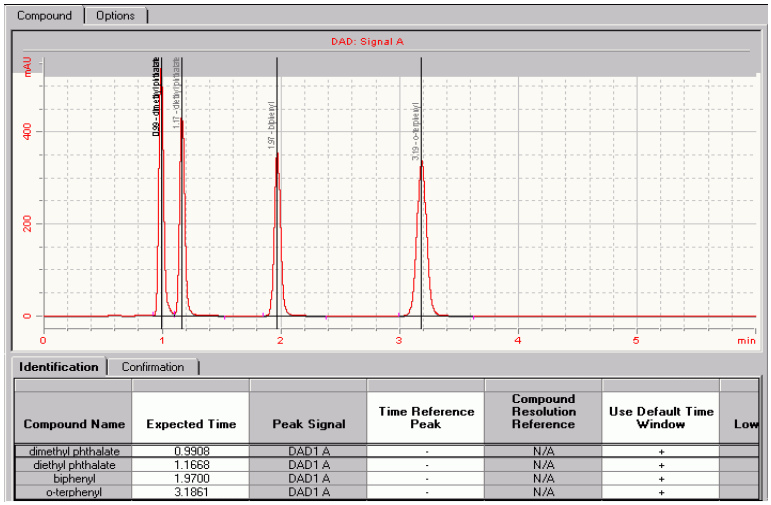
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Seleccione un cromatograma de ejemplo. El cromatograma de ejemplo no es necesario para configurar la integración y la identificación, pero sí recomendable.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta del método exer4, si procede. **b** Expanda la carpeta **Data Analysis**. **c** Seleccione **Example Chromatogram**. **d** En la barra de herramientas **Tools**, haga clic en .  **e** Expanda la carpeta Samples. **f** Expanda la carpeta exchrom3D*iii*. **g** Seleccione el nombre de la muestra con el número de inyección. **h** Haga clic en el botón **Select.** El cromatograma de ejemplo aparece ahora en el espacio de trabajo. 

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Cambie los valores de los eventos iniciales de modo que sólo haya cuatro picos integrados.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Integration** bajo Data Analysis. El cromatograma de ejemplo se muestra ahora junto con las tablas de eventos de integración. **b** Cambie el valor del evento **Height Reject** a 1 (o al valor mínimo que aún resulte en la integración de los cuatro picos principales). **c** Haga clic en el botón de la barra de herramientas Actions.



Tarea 6. Configuración de la identificación de compuestos

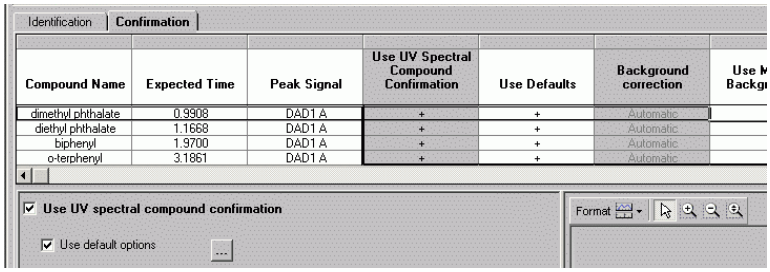
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Establezca la tabla de identificación de compuestos para los compuestos siguientes: TR=0,9 a 1,1: dimetilftalato TR=1,1 a 1,2: dietilftalato TR=1,8 a 2,1: bifenilo TR=3,0 a 3,2: o-terfenilo	**a** En el árbol de selección, seleccione el elemento **Identification** de Data Analysis. **b** En la barra de herramientas Tools, haga clic en . Los picos aparecen en la tabla de compuestos con los nombres New CompoundN donde N = 1 - 4. **c** En la columna **Compound Name**, seleccione la primera celda e introduzca dimethylphthalate. Tras seleccionar la celda, introduzca el nombre. La entrada previa se sobrescribe. **d** En la columna **Compound Name**, seleccione la segunda celda e introduzca diethylphthalate. **e** En la columna **Compound Name**, seleccione la tercera celda e introduzca biphenyl. **f** En la columna **Compound Name**, seleccione la cuarta celda e introduzca o-terphenyl.

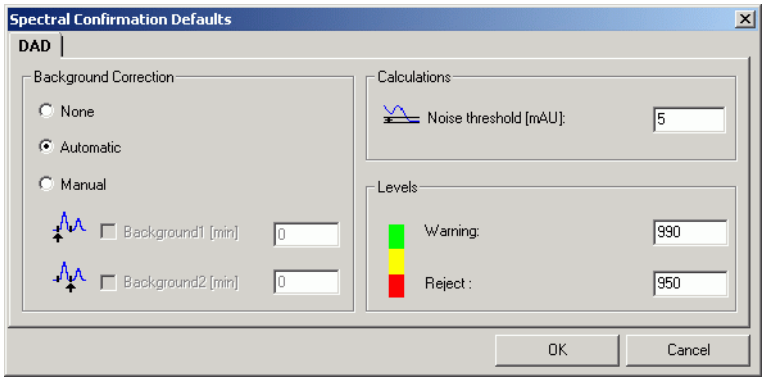


Compound Name	Expected Time	Peak Signal	Time Reference Peak	Compound Resolution Reference	Use Default Time Window	Low
dimethyl phthalate	0.9908	DAD1 A	-	N/A	+	
diethyl phthalate	1.1668	DAD1 A	-	N/A	+	
biphenyl	1.9700	DAD1 A	-	N/A	+	
o-terphenyl	3.1861	DAD1 A	-	N/A	+	

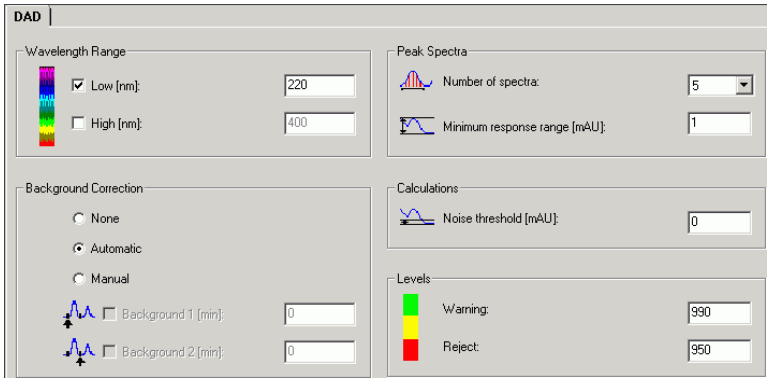
Tarea 7. Configuración de la confirmación espectral de UV de compuestos

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configuración de la confirmación espectral de UV para todos los compuestos.	**a** En el espacio de trabajo **Identification**, haga clic en la lengüeta **Confirmation**. **b** En la tabla **Confirmation**, seleccione la primera línea. **c** Active la casilla **Use UV spectral compound confirmation** en el panel situado debajo de la tabla. **d** Active la casilla **Use default options** en el panel situado debajo de la tabla. **e** Seleccione las otras líneas en la tabla **Confirmation** y repita **(c)** y **(d)** para cada compuesto. Observe que cuando las casillas están activas se introduce un signo más en las columnas **Use UV spectral compound confirmation** y **Use Defaults** de la tabla **Confirmation**

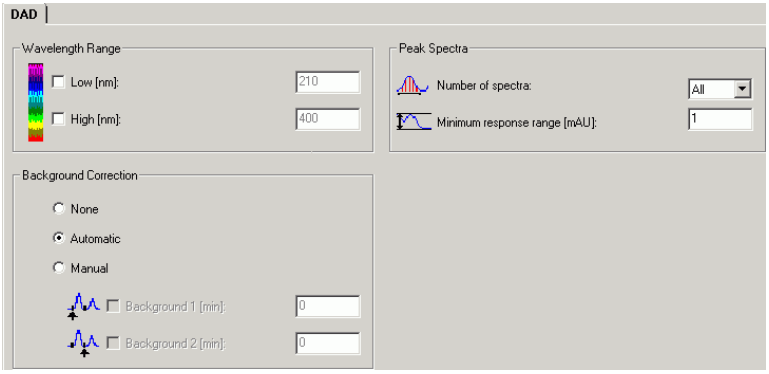


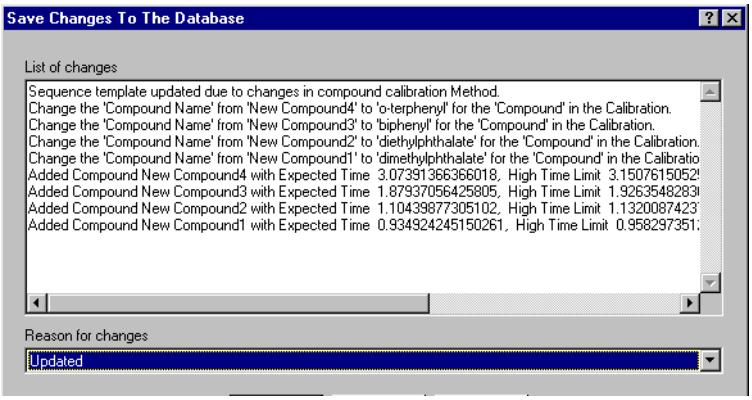
Pasos	Instrucciones detalladas
2 Configuración de las opciones predeterminadas de la confirmación espectral de UV de compuestos.	**a** En el panel situado debajo de la tabla **Confirmation**, haga clic en el botón a la derecha de la casilla de verificación **Use default options.** Aparece el cuadro de diálogo **Spectral Confirmation Defaults**.  **b** En el grupo **Background Correction**, seleccione la opción **Automatic**. **c** En el grupo **Calculations**, defina **Noise threshold** en 5 mAU. **d** Deje **Levels** en sus valores predeterminados.
3 Seleccione un espectro de referencia para confirmación.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en . Aparece el cuadro de diálogo **Compound Reference Spectrum Selection** para el compuesto seleccionado. **b** En el árbol de selección, expanda la carpeta *exchrom3Diii*. **c** Seleccione el nombre de la muestra con el número de inyección. **d** En la barra de herramientas del cuadro de diálogo haga clic en . **e** En el cromatograma de ejemplo, seleccione el pico del compuesto seleccionado. El espectro de máximo del compuesto seleccionado se muestra en la ventana de espectros. **f** En la lista desplegable **Compound**, seleccione el compuesto siguiente. **g** Seleccione el pico de este compuesto. **h** Repita (f) y (g) para los demás compuestos. **i** Cierre el cuadro de diálogo **Compound Reference Spectrum Selection.**

Tarea 8. Configuración de la pureza UV

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configuración de los parámetros de tratamiento de espectros. • Configuración del rango de longitudes de onda • Configuración de la corrección de fondo • Configuración de los espectros de pico • Configuración de los cálculos • Configuración de los niveles	**a** En el árbol de selección, seleccione el elemento **UV Purity** de Data Analysis. El panel de opciones de pureza UV se muestra en el espacio de trabajo.  **b** En el grupo **Wavelength Range**, active la casilla **Low** e introduzca 220 en el campo adyacente. **c** En el grupo **Background Correction**, seleccione la opción **Automatic**. **d** En el grupo Peak Spectra, defina **Number of spectra** en **7**. Deje **Minimum response range** en su valor predeterminado. **e** En el grupo Calculations, defina **Noise threshold** en **5** mAU. **f** Deje **Levels** en sus valores predeterminados.

Tarea 9. Configuración del tratamiento de espectros

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configuración de los parámetros UV. • Configuración del rango de longitudes de onda • Configuración de la corrección de fondo • Configuración de los espectros de pico	**a** En el árbol de selección, seleccione el elemento **Spectra Handling** de Data Analysis. El panel de opciones de tratamiento de espectros se muestra en el espacio de trabajo.  **b** En el grupo **Wavelength Range**, desactive ambas casillas. Esto garantiza que se muestre todo el rango de longitudes de onda. **c** En el grupo **Background Correction**, seleccione la opción **Automatic**. **d** En el grupo Peak Spectra, defina **Number of spectra** en **All**. Deje **Minimum response range** en su valor predeterminado.

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Guarde el método.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en . Aparece el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**.  **b** Revise el cuadro de lista **List of changes**. **c** En la sección **Reason for changes**, introduzca una razón o seleccione una razón de la lista. **d** Haga clic en el botón **Save.** Para que aparezca el cuadro de diálogo **Save Changes To The Database**, el administrador Cerity debe haber configurado la auditoría. El administrador Cerity puede ofrecerle una lista de razones y pedirle que introduzca su firma electrónica para completar el cuadro de diálogo.

Ejercicio avanzado nº 5 Configuración de un método con calibración multinivel para una secuencia

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Usar un método existente para crear una nueva plantilla de método para una secuencia.
- Incluir calibración general multinivel y cuantificación ESTD en el método.
- Configurar la calibración y la cuantificación con cantidades de compuesto variables para obtener una tabla de calibración de dos niveles.
- Configurar las variables de muestra del sistema.
- Configurar una plantilla de secuencia para calibración general.
- Seleccionar una nueva plantilla de informe para obtener un informe de inyección única de estándar.

Consulte el "Ejercicio básico nº 3 Configuración de un método para una secuencia con calibración de un único nivel" en la página 101 para obtener información general sobre las plantillas de secuencia.

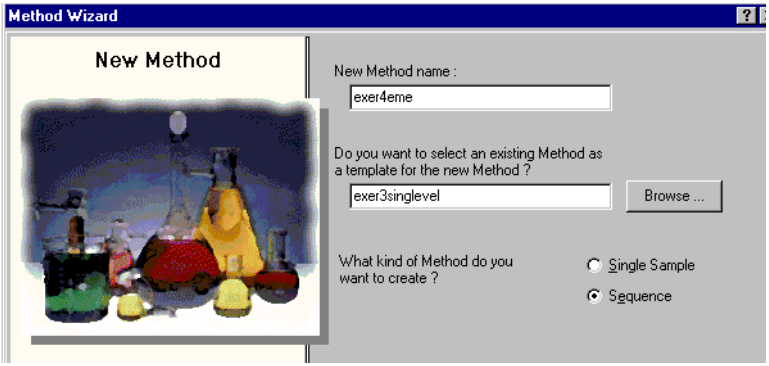
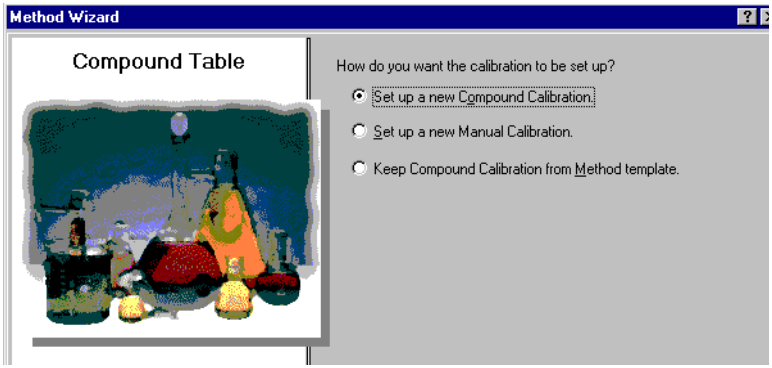
Puede utilizar este método con el "Ejercicio avanzado nº 4a Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración multinivel" en la página 49 y el "Ejercicio avanzado nº 4b Cambio de valores de las variables de muestra del método y reproceso" en la página 59.

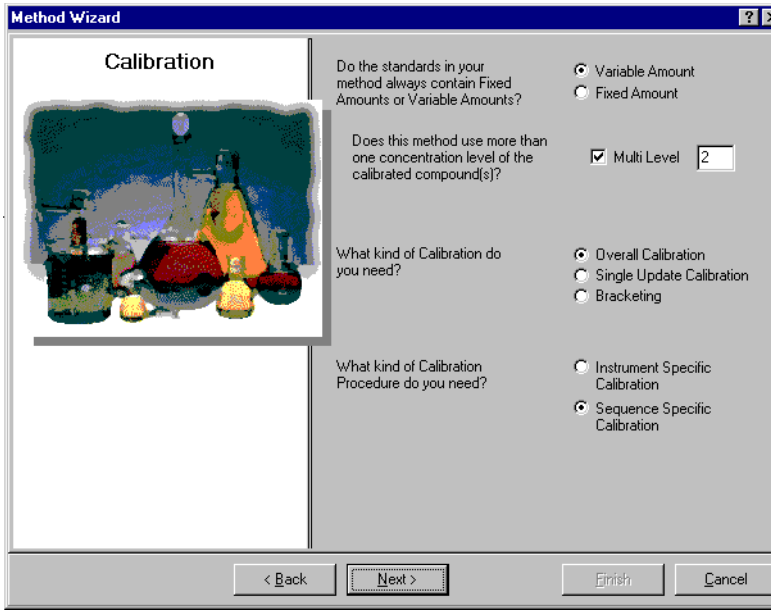
Para llevar a cabo las tareas ilustradas en este ejercicio, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

Antes de comenzar

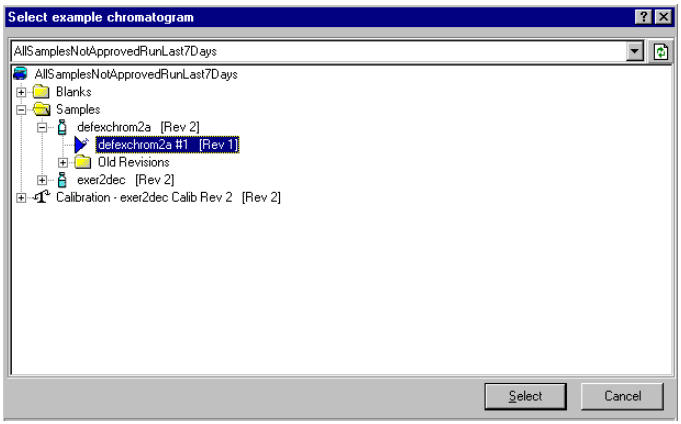
Lea "Configuración de métodos" en la página 79 para obtener información general sobre la configuración de métodos.

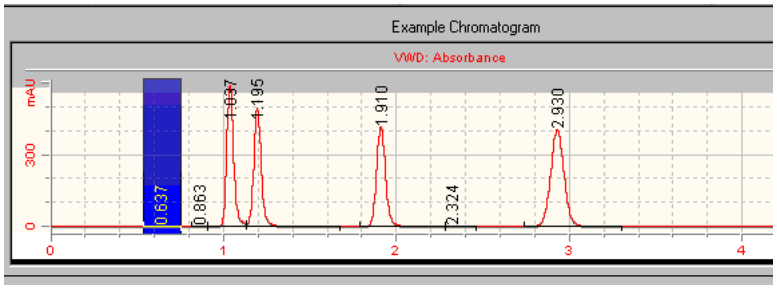
Tarea 1. Copia de un método para crear una nueva plantilla para una secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Copie el método para crear una nueva plantilla. • Copie exer3*iii* o defexer3. • Dé a la plantilla de método el nombre exer4iii, donde *iii* son sus iniciales. • No haga ningún cambio hasta llegar a la pantalla de la tabla de compuestos. Observe que las pantallas del asistente de método contienen las selecciones de método efectuadas en el Ejercicio 3.	**a** Seleccione **File > New > Method** o haga clic en y seleccione **Method**. Aparece el asistente de método. **b** En la pantalla New Method, haga clic en el botón **Browse** y seleccione exer3*iii* o defexer3. **c** Introduzca exer4*iii* en el cuadro **New Method Name.**  **d** Haga clic en **Next** hasta llegar a la pantalla Compound Table.
2 Configure la pantalla de la tabla de compuestos. Puesto que va a configurar una calibración multinivel, tiene que configurar una nueva tabla de calibración.	**a** En la pantalla Compound Table, seleccione **Set up a new Compound Calibration**.  **b** Haga clic en **Next** hasta llegar al panel **Calibration**.

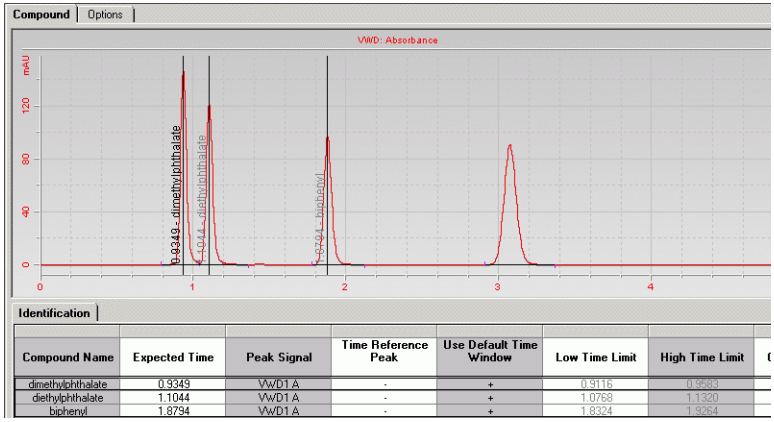
Pasos	Instrucciones detalladas
3 Configure la pantalla de calibración. Elija para la configuración: • calibración multinivel (2 niveles) • cantidades de compuesto variables • calibración general • calibración específica de una secuencia	**a** Seleccione **Variable Amount**. **b** Marque la casilla de verificación **Multi Level** e introduzca 2 niveles. **c** Seleccione **Overall Calibration**.  **d** Haga clic en **Next** hasta llegar a la pantalla **New Method Review**.
4 Revise la nueva plantilla de método.	**a** En el panel **New Method Review**, revise la configuración que aparece en **Method Wizard Settings**. **b** Haga clic en el botón **Finish** para guardar el nuevo método. **c** Guarde todos los cambios en la base de datos, con la razón si procede.

Tarea 2. Configuración de un cromatograma de ejemplo y la identificación de compuestos

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Seleccione un cromatograma de ejemplo. Use el cromatograma de ejemplo que obtuvo en el "Ejercicio básico nº 3a Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración de un único nivel" y el "Ejercicio básico nº 3b Reintegración y reproceso de los resultados". Como alternativa, use defexchr2a. (Para usar este cromatograma, utilice un instrumento con detector VWD). Si no encuentra la muestra cuyo cromatograma desea seleccionar, seleccione otra consulta. **Consejo**: el resultado defexchr2a es un resultado recuperado.	**a** En el árbol de selección, expanda la nueva plantilla de método exer4*iii*. **b** Expanda la carpeta **Data Analysis** y seleccione **Example Chromatogram**. **c** En la barra de herramientas **Tools**, haga clic en . Aparece el cuadro de diálogo **Select example chromatogram**.  **d** Seleccione la inyección correspondiente al análisis que contiene el cromatograma de ejemplo para el nuevo método. Si no encuentra defexchrom2a en la carpeta Samples, seleccione la consulta **AllResultsRestored**.

Pasos	Instrucciones detalladas
	e Haga clic en el botón **Select.** El cromatograma de ejemplo aparece ahora en el espacio de trabajo.  Se conservan los parámetros de integración del método del Ejercicio 3. No es necesario configurar la integración.

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Configure la tabla de compuestos con estos compuestos: TR=0,9-1,1 min: dimetilftalato TR=1,1-1,3 min: dietilftalato TR=1,8-2,0 min: bifenilo No identifique el cuarto pico. En otro ejercicio, configurará el cuarto pico como impureza no especificada que no se identifica por el tiempo de retención.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Identification** en la carpeta Data Analysis. **b** En la barra de herramientas Tools, haga clic en . Los picos aparecen en la tabla de compuestos con los nombres New Compound uno a cuatro. **c** En la columna **Compound Name**, seleccione la primera celda e introduzca dimethylphthalate. Tras seleccionar la celda, introduzca el nombre. La entrada previa se sobrescribe. **d** En la columna **Compound Name**, seleccione la segunda celda e introduzca diethylphthalate. **e** En la columna **Compound Name**, seleccione la tercera celda e introduzca biphenyl. **f** En la columna **Compound Name,** haga clic con el botón derecho del ratón en la cuarta celda. **g** Seleccione **Remove Compound**. En el espacio de trabajo Identification aparecen los tres picos identificados y un pico sin identificar.



Compound Name	Expected Time	Peak Signal	Time Reference Peak	Use Default Time Window	Low Time Limit	High Time Limit
dimethylphthalate	0.9349	VWD1 A	-	+	0.9116	0.9583
diethylphthalate	1.1044	VWD1 A	-	+	1.0768	1.1320
biphenyl	1.8794	VWD1 A	-	+	1.8324	1.9264

Tarea 3. Configuración de la calibración y la cuantificación

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configure la calibración para dimetilftalato y bifenilo. Cantidades de dimetilftalato predeterminadas: • Nivel 1: 10 µg • Nivel 2: 40 µg Cantidades de bifenilo predeterminadas: • Nivel 1: 15 µg • Nivel 2: 60 µg Cuando configura un método con cantidades de compuesto variables, la aplicación le permite introducir el peso (concentración) real de los compuestos estándar en el momento de introducir la muestra.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Calibration** en la carpeta Data Analysis. **b** En la tabla Compounds, seleccione dimethylphthalate. **c** En la hoja **Options** haga clic en la celda **Use Default Amount** y seleccione **+**. Cuando efectúa esta selección, las cantidades que introduce en la celda Weighed Amount correspondiente a cada nivel aparecen en la hoja Amounts de la pantalla Sample Entry. **d** Para el nivel (level Id) 1, introduzca 10 en el cuadro **Weighed Amount** y µg en el cuadro **Amount Unit**. **e** Para el nivel 2, introduzca 40 en el cuadro **Weighed Amount**. **f** Repita los pasos c-e para biphenyl.

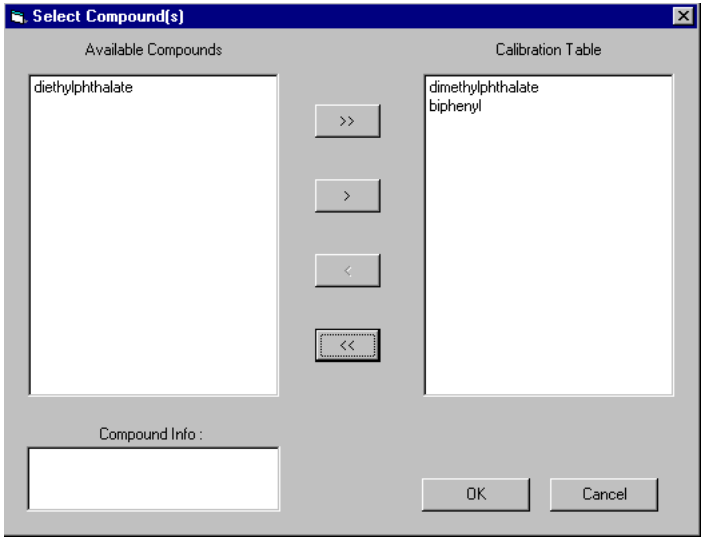
Compounds | Default Calibration Curve

Compound Name	Level Id	Weighed Amount	Use Default Amount	Amount Unit	Quantitation Based On
dimethylphthalate	1	10.0000	+	ug	area
	2	40.0000			
diethylphthalate	1	0.0000	-		area
	2	0.0000			
biphenyl	1	15.0000	+	ug	area
	2	60.0000			

Options | Calibration Curve

Compound Nam: biphenyl

Level Id	Weighed Amount	Use Default Amount	Amount Unit	Low Amount Limit	Use Low L
1	15.0000	+	ug	14.2500	-
2	60.0000			57.0000	

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Elimine el dietilftalato de la tabla de calibración. El sistema ha añadido automáticamente todos los compuestos de la tabla de identificación de compuestos a la tabla de calibración. En este paso, retire el dietilftalato para usarlo como compuesto no calibrado que se cuantifica por los factores de respuesta de otro compuesto diferente.	**a** En la tabla de calibración, haga clic con el botón derecho del ratón en cualquier punto y seleccione **Remove Compound** en el menú de acceso directo. Aparece el cuadro de diálogo **Select Compounds**. **b** En la lista **Calibration Table,** seleccione diethylphthalate. **c** Haga clic en el botón **<** para pasar diethylphthalate a la lista **Available Compounds**. **d** Haga clic en el botón **OK**. 
3 Configure la cuantificación como hizo en el Ejercicio 3.	Consulte la "Tarea 5. Configuración de la cuantificación para los cuatro picos" en la página 112.

Tarea 4. Configuración de las variables de muestra del sistema

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configure un multiplicador denominado "factor de dilución". Utilice un valor predeterminado de 5.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Sample Variables**. **b** Haga doble clic en la celda Dilution y añada la palabra Factor. **c** Introduzca 5 en la columna Default Value.
2 Configure un divisor denominado "factor de corrección". Utilice un valor predeterminado de 2.	**a** Haga clic una vez en la celda Divisor e introduzca el nombre Correction Factor. **b** Introduzca 2 en la columna Default Value.

System Defined Sample Variables (Set by the user in Sample Entry and used in quantification)

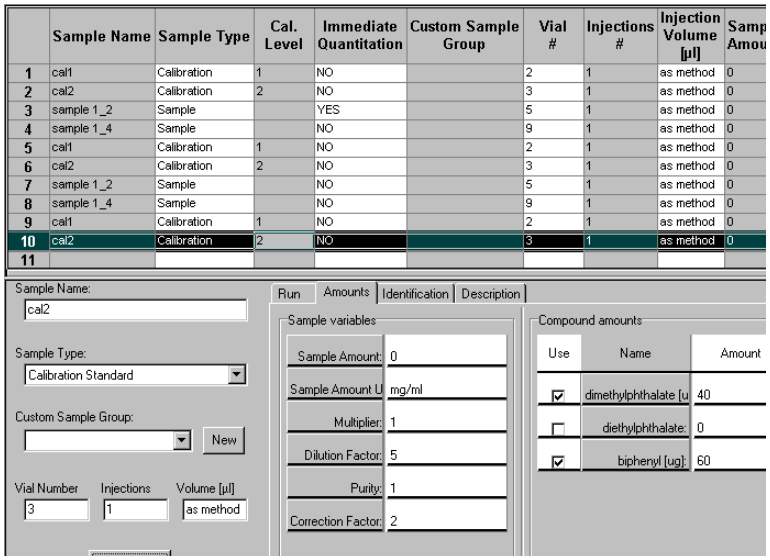
	Variable ID	Display Name	Default Value
1	Multiplier_1	Multiplier	1
2	Multiplier_2	Dilution Factor	5
3	Multiplier_3	Purity	1
4	Multiplier_4		1
5	Multiplier_5		1
6	Divider_1	Correction Factor	2
7	Divider_2		1
8	Divider_3		1
9	Divider_4		1

Tarea 5. Edición de la plantilla de secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Edite la plantilla de modo que tenga el aspecto siguiente: • dos estándares de calibración (nivel 1 y 2) • dos muestras • dos estándares de calibración • dos muestras • dos estándares de calibración **NOTA** **No es posible configurar ni editar una plantilla de secuencia con estándares de calibración hasta haber configurado la calibración en Data Analysis.**	Observe que la plantilla de secuencia aún contiene la información procedente del método del Ejercicio 3 pero ya no identifica los estándares de calibración. **a** En el árbol de selección, seleccione **Sequence Template**. **b** En la tabla de muestras, seleccione el estándar de calibración de la fila uno. **c** Seleccione **Calibration Standard** en la lista **Sample Type**. **d** Desplácese a otra fila o haga clic en el botón **Apply.** **e** Repita los pasos b-d para los dos estándares siguientes. **f** Seleccione el estándar de la primera fila. **g** Haga clic en el botón **Insert** de la barra de herramientas. **h** Cambie el valor de **Sample Name** del segundo estándar a Cal2. **i** Establezca el valor de **Vial#** en 3 y el de **Calibration Level** en 2. **j** Haga clic en **Apply**. **k** Repita los pasos g-j para los dos estándares siguientes. **l** Seleccione las dos últimas filas de muestras y haga clic en el botón **Delete**.
2 Configure la cuantificación de la primera muestra Sample 1_2 para que se efectúe inmediatamente. Cuando efectúa esta selección, la muestra Sample 1_2 se cuantifica utilizando el primer conjunto de estándares de calibración. La muestra Sample 1_2, junto con las demás muestras, se cuantificará asimismo más tarde usando el promedio de todos los estándares de calibración.	**a** Haga doble clic en la celda correspondiente a Sample 1_2 bajo el encabezado **Immediate Quantitation**. **b** Haga doble clic en el **Yes** que aparece.

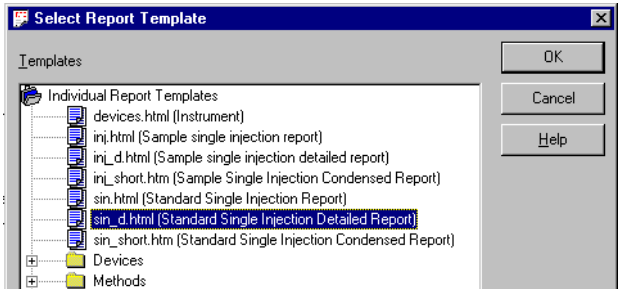
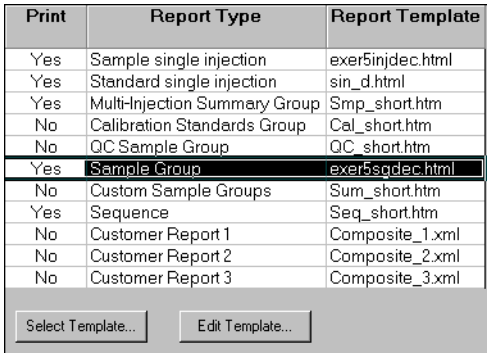
	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Immediate Quantitation	Custom Sample Group	Vial #	Injections #
1	cal1	Calibration	1	NO		2	1
2	cal2	Calibration	2	NO		3	1
3	sample 1_2	Sample		YES		5	1
4	sample 1_4	Sample		NO		9	1
5	cal1	Calibration	1	NO		2	1
6	cal2	Calibration	2	NO		3	1
7	sample 1_2	Sample		NO		5	1
8	sample 1_4	Sample		NO		9	1
9	cal1	Calibration	1	NO		2	1
10	cal2	Calibration	2	NO		3	1
11							

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Utilice las cantidades de compuesto predeterminadas para todos los estándares.	**a** Haga clic en la lengüeta **Amounts** de la pantalla Sample Entry **b** Para cada uno de los estándares de calibración: • Seleccione el estándar en la tabla de secuencia. • En la sección Compound amounts, marque las casillas de verificación **Use** correspondientes a dimethylphthalate y biphenyl.



	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Immediate Quantitation	Custom Sample Group	Vial #	Injections #	Injection Volume [µl]	Samp Amou
1	cal1	Calibration	1	NO		2	1	as method	0
2	cal2	Calibration	2	NO		3	1	as method	0
3	sample 1_2	Sample		YES		5	1	as method	0
4	sample 1_4	Sample		NO		9	1	as method	0
5	cal1	Calibration	1	NO		2	1	as method	0
6	cal2	Calibration	2	NO		3	1	as method	0
7	sample 1_2	Sample		NO		5	1	as method	0
8	sample 1_4	Sample		NO		9	1	as method	0
9	cal1	Calibration	1	NO		2	1	as method	0
10	cal2	Calibration	2	NO		3	1	as method	0
11									

Tarea 6. Selección de una nueva plantilla de informe para un informe

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Seleccione una plantilla de informe para obtener un informe de inyección única de estándar.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Reporting**. **b** En la tabla Reporting, seleccione el tipo de informe Standard single injection report. **c** Haga clic en el botón **Seleccione Template...** Aparece el cuadro de diálogo **Select Report Template**. **d** En el cuadro de diálogo **Select Report Template**, seleccione la plantilla correspondiente a Standard Single Injection Detailed report. **e** Haga clic en **OK**. 
2 Seleccione para impresión los tipos de informe siguientes: • Inyección única de muestra • Inyección única de estándar • Secuencia	**a** Haga doble clic en la celda **Print** correspondiente al informe Multi-Injection Summary Group para cambiar el valor de **Yes** a **No**. **b** Repita el paso a para el informe Calibration Standards Group, para cambiar su valor de **Yes** a **No**.  Select Template... Edit Template...
3 Guarde el método.	**a** En la barra de herramientas estándar, haga clic en e introduzca las razones para los cambios y la firma electrónica si procede.

Print	Report Type	Report Template
Yes	Sample single injection	exer5injdec.html
Yes	Standard single injection	sin_d.html
Yes	Multi-Injection Summary Group	Smp_short.htm
No	Calibration Standards Group	Cal_short.htm
No	QC Sample Group	QC_short.htm
Yes	Sample Group	exer5sgdec.html
No	Custom Sample Groups	Sum_short.htm
Yes	Sequence	Seq_short.htm
No	Customer Report 1	Composite_1.xml
No	Customer Report 2	Composite_2.xml
No	Customer Report 3	Composite_3.xml

Ejercicio avanzado nº 6 Configuración de un método para cuantificar impurezas en una secuencia

Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a:

- Incluir cálculos personalizados, de ruido y de idoneidad del sistema en el método de una secuencia.
- Incluir calibración de agrupamiento y cuantificación ISTD en el método.
- Configurar un cálculo personalizado para promediar los porcentajes de impurezas de todas las muestras de la secuencia en el transcurso de inyecciones múltiples.
- Configurar límites para los cálculos personalizados y de idoneidad del sistema.
- Configurar una plantilla de secuencia para agrupamiento, inyecciones múltiples y un análisis de blanco para el cálculo de la relación señal/ruido.
- Configurar la disposición de los resultados para la visualización de los cálculos personalizados y de idoneidad del sistema.
- Editar una plantilla de informe para obtener un informe de un grupo de muestras donde se incluyan cálculos personalizados y de idoneidad del sistema.

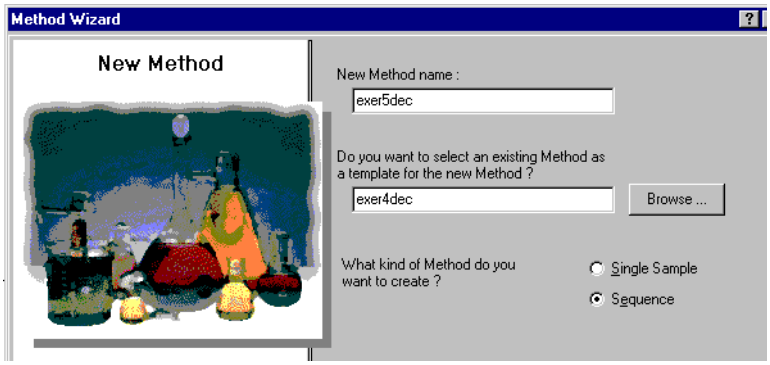
Puede utilizar este método con el "Ejercicio avanzado nº 5a Análisis de una secuencia para cuantificar impurezas" en la página 67 y el "Ejercicio avanzado nº 5b Uso de un método diferente para el reproceso" en la página 75.

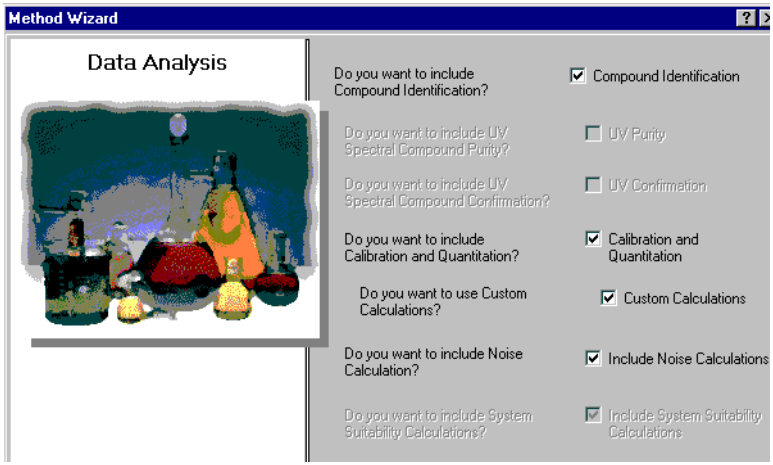
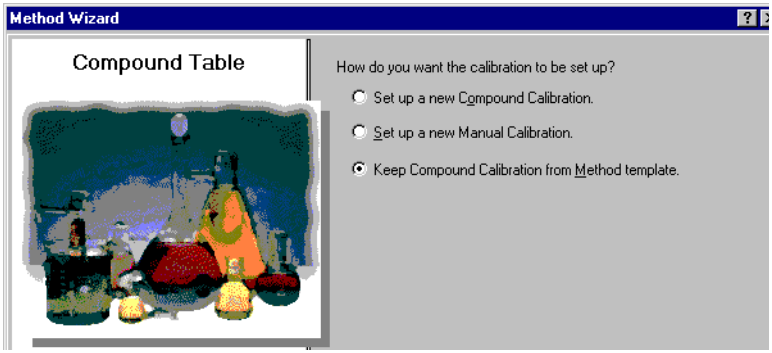
Para llevar a cabo las tareas ilustradas en este ejercicio, pruebe a seguir los pasos que se indican a la izquierda sin observar las instrucciones detalladas. Sírvase de las instrucciones detalladas que se ofrecen a la derecha cuando necesite ayuda.

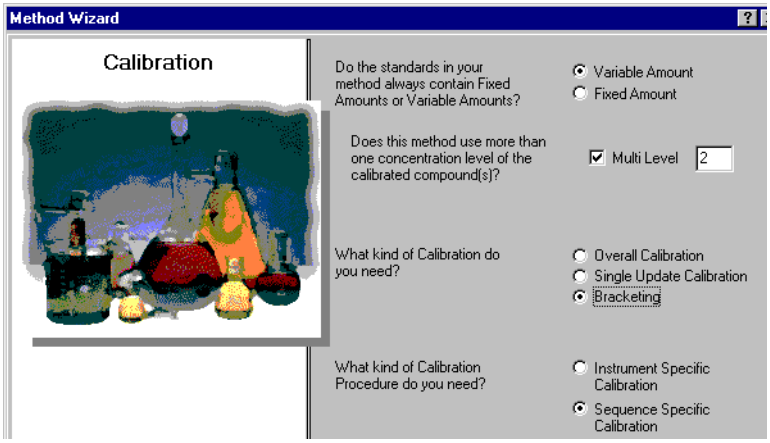
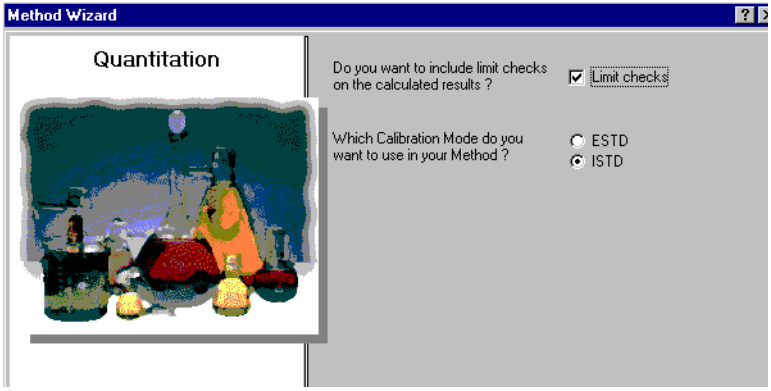
Antes de comenzar

Lea "Configuración de métodos" en la página 79 para obtener información general sobre la configuración de métodos.

Tarea 1. Copia de un método para crear una nueva plantilla para una secuencia

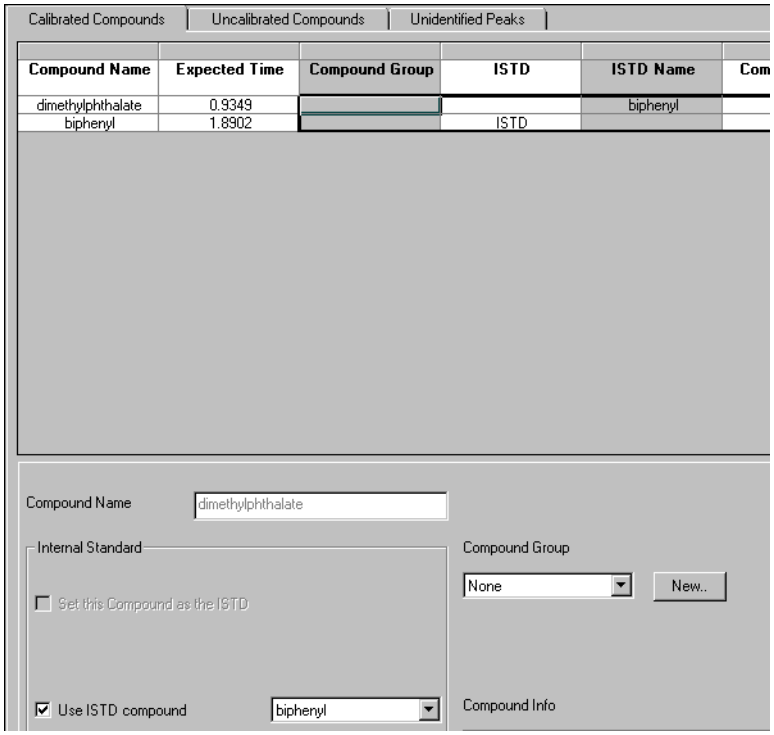
Pasos	Instrucciones detalladas
1 Copie el método para crear una nueva plantilla. • Copie exer4*iii* o defexer4*iii*. Puede utilizar el método original del Ejercicio 4 o el modificado del Ejercicio 4b. • Dé a la plantilla de método el nombre exer5*iii*, donde *iii* son sus iniciales. Observe que las pantallas del asistente de método contienen las selecciones efectuadas en el Ejercicio 4.	**a** Seleccione **File > New > Method** o haga clic en y seleccione **Method**. Aparece el asistente de método. **b** Haga clic en el botón **Browse** y seleccione exer4*iii* o defexer4*iii*. **c** Introduzca exer5*iii* en el cuadro **New Method Name.**  **d** Haga clic en **Next** hasta llegar a la pantalla Data Analysis.

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Añada la capacidad para configurar cálculos personalizados y cálculos de idoneidad del sistema.	**a** En la pantalla Data Analysis, marque la casilla de verificación **Custom Calculations**. **b** Marque la casilla de verificación **Include Noise Calculations**. Observe que cuando marca la casilla de verificación **Include Noise Calculations**, la casilla de verificación **Include System Suitability** aparece marcada e inaccesible.  **c** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla Compound Table.
3 Seleccione una opción de tabla de compuestos. Aun cuando esté cambiando el modo de calibración a agrupamiento, puede mantener la configuración de calibración del Ejercicio 4.	**a** En la pantalla Compound Table, seleccione **Keep Compound Calibration from Method template**.  **b** Haga clic en **Next** hasta llegar a la pantalla **Calibration**.

Pasos	Instrucciones detalladas
4 Seleccione las opciones de calibración. Seleccione la opción de agrupamiento y mantenga las demás opciones como están.	**a** En la pantalla **Calibration**, seleccione **Bracketing**.  **b** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla **Quantitation**.
5 Seleccione las opciones de cuantificación.	**a** En la pantalla **Quantitation**, marque la casilla de verificación **Limit checks**. **b** Seleccione **ISTD**.  **c** Haga clic en **Next** para pasar a la pantalla **New Method Review**.
6 Revise la nueva plantilla de método. El nuevo método contiene la misma información de plantilla de secuencia y análisis de datos que el método del Ejercicio 4.	**a** En la pantalla **New Method Review**, revise la configuración que aparece en la sección **Method Wizard Settings**. **b** Haga clic en el botón **Finish** para guardar el nuevo método. **c** Guarde los cambios en la base de datos, con la razón si procede.

Tarea 2. Edición de la cuantificación para usar un estándar interno

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configure la cuantificación ISTD. Establezca el bifenilo como estándar interno y úselo para la cuantificación del dimetilftalato.	**a** Expanda el método que acaba de crear y expanda la carpeta Data Analysis. **b** En el árbol de selección, seleccione **Quantitation Setup**. **c** Haga clic en la lengüeta Calibrated Compounds. **d** En la tabla de calibración, seleccione biphenyl. **e** En la sección Internal Standard, marque **Set this Compound as the ISTD**. **f** Seleccione dimethylphthalate. **g** En la sección Internal Standard, marque **Use ISTD compound**. **h** Haga clic en la flecha descendente y seleccione biphenyl en la lista.



Tarea 3. Configuración de un cálculo personalizado para promediar el porcentaje de impurezas de todas las muestras de una secuencia

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configure el cálculo del porcentaje de impurezas en cada inyección individual. El estándar isocrático es una muestra bien definida con compuestos conocidos. Para aprender a configurar un cálculo personalizado, suponga que la composición del estándar isocrático es la siguiente: Compuesto principal: dimetilftalato Impureza especificada: dietilftalato ISTD: bifenilo Impureza sin especificar: pico desconocido También puede arrastrar la referencia de las celdas para especificar las celdas incluidas en el cálculo.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Custom Calculations** dentro de Data Analysis. **b** Haga clic en la lengüeta **Single Injection** si procede. **c** Añada una columna que contenga la variable Amount para todos los compuestos/picos. • Haga clic con el botón derecho del ratón dentro de la tabla y seleccione **Add Column**. • En la hoja Existing Column, expanda Compounds y seleccione **Amount**. • Haga clic en **Apply**. **d** Añada una columna para el cálculo del porcentaje de la impureza especificada. • Haga clic en la lengüeta **Add a New Custom Calculation Column**. • Introduzca como valor de **Variable ID** correspondiente a la impureza especificada cualquier cosa que desee, por ejemplo PercentSpecifiedImpurity (sin espacios). • Escriba en **Display Name** cómo desea llamar al resultado correspondiente, p.ej: Percent Specified Impurity. • Seleccione para el campo **Level** el valor Single Inj. Variables y luego haga clic en **Apply**. **e** Añada una columna para el cálculo del porcentaje de la impureza sin especificar. • Introduzca los valores de Variable ID y Display Name; seleccione para Level un valor de Single Inj. Variables y haga clic en **OK**. **f** Introduzca la fórmula para el cálculo del porcentaje de impureza especificada en la celda Single Inj. Variables. • Introduzca la expresión `=D8/SUM(D7:D13)*100`, que representa la cantidad de dietilftalato dividida por la suma de las cantidades de todos los picos x 100. Puede usar el botón f_x para encontrar la función SUM o puede escribir SUM.

Pasos	Instrucciones detalladas
	g Introduzca la fórmula para el cálculo del porcentaje de impureza no especificada en la celda Single Inj. Variables. (Utilice la misma expresión que para la impureza especificada).

1			New	New
2		Amount	Percent Specified Impurity	Percent Unspecified Impurity
3	-			
4	Single Injection			
5	Single Inj. Variables		9.48	19.07
6	- Identified Compounds			
7	dimethylphthalate	0.9993		
8	diethylphthalate	1.9968		
9	biphenyl	3.0126		
10	- Not Identified Peaks			
11	Unknown 1	4.0158		
12	..	4.9725		
13	Unknown n	6.0583		

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Configure el cálculo del promedio de los porcentajes de impureza para todas las inyecciones de una muestra. Hágalo tanto para la impureza especificada como para la impureza sin especificar.	**a** En el espacio de trabajo Custom Calculations, haga clic en la lengüeta **Multi-injection**. **b** Añada una columna para el porcentaje de la impureza especificada. • Haga clic con el botón derecho del ratón dentro de la tabla y seleccione **Add Column**. • En la hoja Existing Column, expanda User Defined y seleccione **Percent Specified Impurity**. • Haga clic en **Apply**. **c** Añada una columna para el porcentaje de la impureza sin especificar. • Seleccione **Percent Unspecified Impurity**. • Haga clic en **Apply**. **d** Añada una columna para el promedio de los porcentajes de impureza sin especificar de todas las inyecciones. • Haga clic en la lengüeta **Add a New Custom Calculation Column**. • Introduzca cualquier valor que desee para **Variable ID**, por ejemplo AvgPercentSpecified. • Introduzca como valor de **Display Name** una variante del campo ID, por ejemplo Avg Percent Specified. • Introduzca en el campo **Level** el valor Multiple Inj. Variables y haga clic en **Apply**. **e** Añada una columna para el promedio de los porcentajes de impureza sin especificar de todas las inyecciones de una muestra. • Introduzca los valores de Variable ID y Display Name; seleccione para Level un valor de Multiple Inj. Variables. • Haga clic en **OK**. **f** Introduzca la fórmula para calcular el porcentaje promedio de impureza especificada en la celda Multiple Inj. Variable. • Introduzca la expresión =AVERAGE(D6:D8), que representa el cálculo del promedio del porcentaje de impureza para cada muestra o todas las inyecciones. Puede usar el botón f_x para acceder a la función AVERAGE o escribir AVERAGE.

Pasos	Instrucciones detalladas
	g Introduzca la fórmula para calcular el porcentaje promedio de impureza sin especificar.

	A	B	C	D	E	F	G
1						New	New
2				Percent Specified Impurity	Percent Unspecified Impurity	Avg Percent Specified	Avg Percent Unspecified
3	-						
4	Multi-Injection Summary						
5	-	Multiple Inj. Variable				2.00	2.00
6			Single Inj. #1	1.00	0.99		
7			..	2.00	2.02		
8			Single Inj. #n	3.01	2.98		
9	-	dimethylphthalate					
10			Single Inj. #1				
11			..				
12			Single Inj. #n				

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Configure el cálculo del promedio de los porcentajes de impureza para todas las muestras. Hágalo tanto para la impureza especificada como para la impureza sin especificar.	**a** Haga clic en la lengüeta **Sample Group** del espacio de trabajo Custom Calculations. **b** Añada una columna para el porcentaje promedio de la impureza especificada. • Haga clic con el botón derecho del ratón dentro de la tabla y seleccione **Add Column**. • Expanda **User Defined** y seleccione **Avg Percent Specified**. • Haga clic en **Apply**. **c** Añada una columna para el porcentaje promedio de la impureza sin especificar. • En la hoja Existing Column, expanda User Defined y seleccione **Avg Percent Unspecified**. • Haga clic en **Apply**. **d** Añada una columna para el promedio de los porcentajes de impureza sin especificar de todas las muestras. • Haga clic en la lengüeta **Add a New Custom Calculation Column**. • Introduzca cualquier valor que desee como **Variable ID**, por ejemplo AvgPercentSAllSamples. • Introduzca como valor de **Display Name** una variante del campo ID, por ejemplo Avg % S All Samples. • Introduzca en el campo **Level** un valor de Sample Group Variables y haga clic en **Apply**. **e** Añada una columna para el promedio de los porcentajes de impureza sin especificar de todas las muestras, por ejemplo AvgPercentUAllSamples. • Introduzca los valores de Variable ID y Display Name; seleccione para Level el valor Sample Group Variables. • Haga clic en **OK**. **f** Introduzca la fórmula para calcular el porcentaje promedio de impureza especificada. • Introduzca la expresión =AVERAGE(F6:F8), que representa el cálculo del promedio del porcentaje de impureza para todas las muestras. Puede usar el botón f_x para acceder a la función AVERAGE o escribir AVERAGE.

Pasos	Instrucciones detalladas
	g Introduzca la fórmula para calcular el promedio del porcentaje de impureza sin especificar para todas las muestras.

	A	B	C	D	E	F	G
1						New	New
2				Avg Percent Specified	Avg Percent Unspecified	Avg % S All Samples	Avg % U All Samples
3	-						
4	Samples						
5	-	Sample Group Variable				1.99	=AVERAGE (E6:E8)
6			Sample #1	0.99	1.01		
7			..	2.01	1.98		
8			Sample #n	2.97	3.01		
9	-	dimethylphthalate					
10			Sample #1				
11			..				

Tarea 4. Configuración de límites para los cálculos personalizados y de idoneidad del sistema

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configure límites para los cálculos de idoneidad del sistema • Si el factor de cola es > 1,7: rechazo (Not passed) para todas las muestras y sólo dimetilftalato. • Si la resolución USP es < 1,5: rechazo (Not passed) para todas las muestras y todos los compuestos. • Si la relación señal/ruido es inferior a 5: rechazo (Not passed).	**a** Seleccione **Limits** dentro de Data Analysis. **b** Asegúrese de que aparece la hoja Single Injection. **c** Haga clic con el botón derecho del ratón dentro de la tabla Limits y seleccione **Insert New Limit**. **d** Expanda la carpeta **Peak** y seleccione TailingFactor. **e** En la lista **Condition,** seleccione > e introduzca 1,7 como **Value**. **f** En la lista **Apply to,** seleccione dimethylphthalate y haga clic en **OK**. **g** Repita los pasos c y d para Peak resolution USP. **h** En la lista **Condition,** seleccione < e introduzca 1,5 como **Value**. **i** Haga clic en **OK**. **j** Repita los pasos c y d para SignalToNoise. **k** En la lista **Condition,** seleccione < e introduzca 5 como Value. **l** Haga clic en **OK**.

Limit Options for:

Single Injection | Multi Injection | Summary Groups

Variable ID	Header	Units	Condition	Value
SignalToNoise	SignalToNoise		<	5
TailingFactor	TailingFactor		>	1.7
USP_Resolution	Peak resolution USP		<	1.5

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Configure límites para el promedio de impureza especificada y el promedio de impureza sin especificar para todas las muestras. • Si impureza especificada > 10 %: rechazo (Not passed). • Si impureza sin especificar > 5 %: rechazo (Not passed). **Consejo:** la lengüeta Summary Groups permite configurar límites para todas las variables y los cálculos asociados con grupos de tipos de muestra tales como el grupo de muestras, el grupo de estándares de calibración, el grupo de muestras personalizadas y el grupo de QC.	**a** Haga clic en la lengüeta **Summary Groups**. **b** Haga clic con el botón derecho del ratón en cualquier punto de la tabla y seleccione **Insert New Limit**. **c** En el cuadro de diálogo Insert New Limit, expanda la carpeta **Single Values** y seleccione Avg % S All Samples. **d** En la lista **Data Set**, seleccione Sample. **e** En la lista **Condition**, seleccione **>**. **f** Introduzca un valor de 10 y haga clic en **OK**. **g** Repita los pasos b-f para Avg % U All Samples y un valor de 5.

Limit Options for:

Single Injection | Multi Injection | Summary Groups

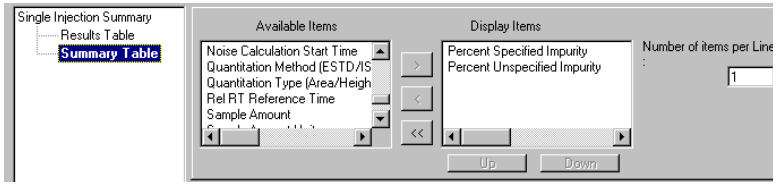
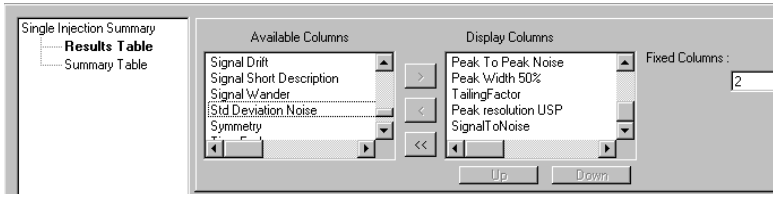
Variable ID	Header	Units	Data Set	Apply To
AvgPercentKAllSamples	Avg % K All Samples		All	Selected Variable ID
AvgPercentUAllSamples	Avg % U All Samples		All	Selected Variable ID

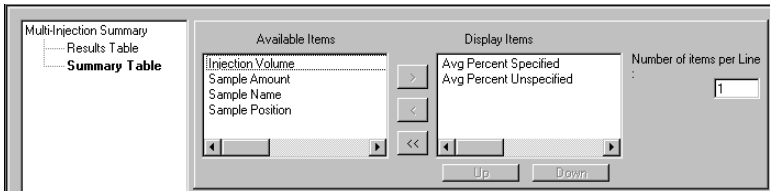
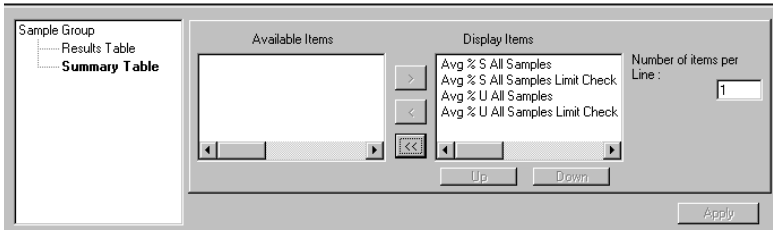
Tarea 5. Edición de la plantilla de secuencia para incluir agrupamiento e inyecciones múltiples

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configure el agrupamiento. • Cuantifique el primer conjunto de muestras con los factores de respuesta promedio del primer y el segundo conjunto de estándares. • Cuantifique el segundo conjunto de muestras con los FR promedio del segundo y el tercer conjunto de estándares.	**a** Seleccione **Sequence Template** en el árbol de selección. **b** Haga doble clic en la celda **Bracketing** correspondiente a Cal1 en la fila 1 y haga doble clic en **Open**. **c** Haga doble clic en la celda **Bracketing** correspondiente a Cal1 en la fila 5 y haga doble clic en **Open**. **d** Haga doble clic en la celda **Bracketing** correspondiente a Cal2 en la fila 6 y haga doble clic en **Close**. **e** Haga doble clic en la celda **Bracketing** correspondiente a Cal2 en la fila 10 y haga doble clic en **Close**.
2 Introduzca un blanco de muestra en la primera fila e introduzca dos inyecciones para cada muestra.	**a** Seleccione la fila 1 y haga clic en el botón **Insert**. (Use el mensaje emergente). **b** Introduzca NoiseBlank en la columna **Sample Name** y seleccione Blank Run en la columna **Sample Type**. **c** Introduzca un valor de Vial # diferente y haga clic en **Apply**. **d** Introduzca 2 en la columna Injections # para cada muestra de la secuencia.

	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Bracketing	Custom Sample Group	Vial #	Injections #	Injection Volume [µl]	Sample Amount
1	NoiseBlank	Blank Run				4	1	as method	0
2	cal1	Calibration	1	Open		2	1	as method	0
3	cal2	Calibration	2	None		3	1	as method	0
4	sample 1_2	Sample				5	2	as method	0
5	sample 1_4	Sample				9	2	as method	0
6	cal1	Calibration	1	Open		2	1	as method	0
7	cal2	Calibration	2	Close		3	1	as method	0
8	sample 1_2	Sample				5	2	as method	0
9	sample 1_4	Sample				9	2	as method	0
10	cal1	Calibration	1	None		2	1	as method	0
11	cal2	Calibration	2	Close		3	1	as method	0

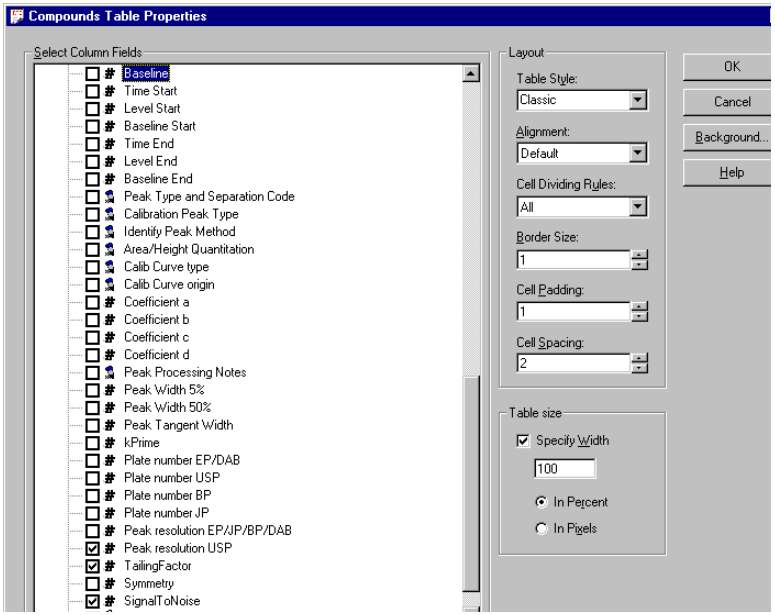
Tarea 6. Configuración de la disposición de los resultados para la visualización de los cálculos personalizados y de idoneidad del sistema

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Configure la visualización del porcentaje de impureza especificada y el porcentaje de impureza sin especificar.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta **Data Review Layout**. **b** Seleccione **Single Injection** en el árbol de selección. **c** Seleccione **Summary Table** en el espacio de trabajo. **d** Seleccione Percent Specified Impurity en la lista **Available Items** y haga clic en **>** para pasarlo a la lista **Display Items**. **e** Repita el paso d para Percent Unspecified Impurity y haga clic en **Apply**. 
2 Configure la visualización del factor de cola, la resolución USP y la relación señal/ruido correspondientes a cada compuesto.	**a** Seleccione **Results Table**. **b** Seleccione Tailing Factor en la lista **Available Items** y haga clic en **>** para pasarlo a la lista **Display Items**. **c** Repita el paso b para Peak resolution USP y SignalToNoise; haga clic en **Apply**. 

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Configure la visualización del promedio de impureza especificada y el promedio de impureza sin especificar correspondientes a cada muestra.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Multiple Injection**. **b** Seleccione **Summary Table** en el espacio de trabajo. **c** Seleccione Avg Percent Specified en la lista **Available Items** y haga clic en > para pasarlo a la lista **Display Items**. **d** Repita el paso b para Avg Percent Unspecified y haga clic en **Apply**. 
4 Configure la visualización de los promedios de porcentajes de impurezas especificada y sin especificar de todas las muestras y sus comprobaciones de límite.	**a** Seleccione **Samples** en el árbol de selección. **b** Seleccione **Summary Table** en el espacio de trabajo. **c** Seleccione Avg % S All Samples en la lista Available Items y haga clic en **>** para pasarlo a la lista Display Items. **d** Repita el paso c para Avg % U All Samples, Avg % S All Samples Limit Check y Avg % U All Samples Limit Check. **e** Haga clic en **Apply**. 

Tarea 7. Edición de una plantilla de informe para el grupo de muestras

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Edite una plantilla de informe para obtener un informe de inyección única de muestra. • Edite el informe inj.html. • Añada una columna para resolución USP y relación señal/ruido a la tabla de compuestos existentes que se muestra bajo el cromatograma. • Guarde la plantilla como exer5inj*iii*, donde *iii* son sus iniciales.	**a** En el árbol de selección, seleccione **Reporting**. **b** Seleccione el tipo de informe Sample single injection report y haga clic en **Edit Template...**. **c** Haga doble clic en **Individual Report Templates** y haga doble clic en inj.html. **d** Sitúe el cursor en la última columna de la tabla de compuestos que aparece bajo el cromatograma. **e** Haga clic con el botón derecho del ratón en cualquier punto de la tabla y seleccione **Table Properties**. Aparece el cuadro de diálogo Compound Table Properties. **f** En la lista **Select Column Fields**, marque las casillas de verificación **Peak resolution USP** y **SignalToNoise**; haga clic en **OK**.



Pasos	Instrucciones detalladas
	La tabla de compuestos de la plantilla resultante tiene el siguiente aspecto:

Retention Time	Compound Name	Amount	Response Factor	Tailing Factor	Peak resolution USP	SignalToNoise
#####.##	X	###.##	X.DDDD	#####.###	##.###	##.###

g Seleccione **File > Save As**, introduzca exer5inj*iii* y haga clic en **OK**.

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Edite la plantilla de informe detallado del grupo de muestras (sus_d.html). • Inserte una tabla html debajo de la tabla de variables del grupo de muestras. • Introduzca el texto correspondiente a Avg. % S Impurity All Samples y a Avg % U Impurity All Samples. • Introduzca el marcador de posición para los valores de los porcentajes de impurezas. • Debajo de la tabla de límites del grupo de muestras, introduzca la información correspondiente a la comprobación de límites para el grupo de muestras. • Guarde la plantilla como exer5sg*iii*, donde *iii* son sus iniciales.	**a** Abra el editor de plantillas de informe. **b** Seleccione el tipo de informe Sample Group y haga clic en **Edit Template**. **c** Haga doble clic en **Individual Report Templates** y haga doble clic en sus_d.html. **d** Inserte una línea debajo de la tabla Sample group variables y haga clic en el botón **Insert HTML table**. **e** En el cuadro de diálogo Insert Table, seleccione el estilo Classic Table Style y haga clic en **OK**. **f** Haga clic en la lengüeta **Fields** y expanda la carpeta Sample Group. **g** Expanda la carpeta Sample Group Variables Results. **h** Sitúe el cursor en la primera celda de la tabla HMTL, pulse la tecla **Alt** y haga doble clic en Avg % S All Samples. **i** Sitúe el cursor en la segunda celda de la primera fila y haga doble clic en Avg % S All Samples. **j** Repita los pasos h e i para Avg % U All Samples, usando la segunda fila. **k** Sitúe el cursor debajo de la tabla Sample group limit results. **l** Pulse la tecla **Ctrl** y haga doble clic en Avg % S All Samples Limit Check. **m** Haga lo mismo para Avg % U All Samples Limit Check. **n** Seleccione **File > Save As**, introduzca exer5sg*iii* y haga clic en **Save**.

Una vez terminada, la plantilla se muestra como la plantilla del grupo de muestras

Sample group (detailed)

Sequence name:	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
Sequence Start:	sys_Date, sys_Time
Sequence End:	sys_Date, sys_Time
Method (rev):	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX (###)

Number of unidentified peaks: ##

Sample group variables

#	Sample name	Amount	Position	Inj. vol.
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	##.DDDD	XXXXXXXX	###.DD

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

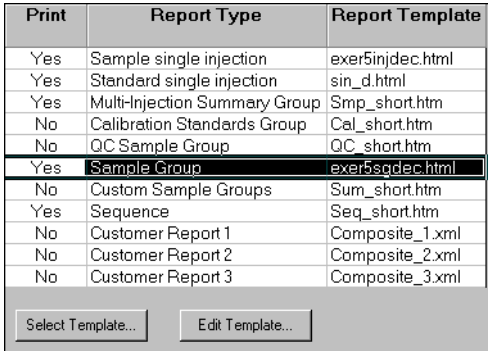
Sample group limit results

#	Sample name	Compound	Limit (Compound)	Limit (Sample)
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX

Avg % S All Samples Limit Check: XXXXXXXXXX

Avg % U All Samples Limit Check: XXXXXXXXXX

Tarea 8. Selección de plantillas de informe y tipos de informe

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Seleccione plantillas de informe para los tipos de informe. • Use exer5inj*iii* para el informe de inyección única de muestra. • Use exer5sg*iii* para el informe del grupo de muestras.	**a** Salga del editor de plantillas de informe Cerity. **b** Seleccione en la columna Report Type el tipo de informe Sample single injection y haga clic en **Select Template.** **c** Seleccione exer5inj*iii* y haga clic en **OK**. **d** Seleccione el tipo de informe Sample group y haga clic en **Select Template.** **e** Seleccione exer5sg*iii* y haga clic en **OK**.
2 Seleccione para impresión los tipos de informe siguientes: • Sample single injection (Inyección única de muestra) • Standard single injection (Inyección única de estándar) • Multi-injection summary (Resumen de multiinyección) • Sample group (Grupo de muestras) • Secuencia	**a** Haga doble clic en la celda **Print** correspondiente al informe Multi-Injection Summary Group para que cambie de **No** a **Yes**. **b** Repita la instrucción (a) para el informe Sample Group, de modo que cambie de **Yes** a **No**. 
3 Guarde el método.	En la barra de herramientas estándar, haga clic en e introduzca las razones para los cambios y la firma electrónica si procede.

Print	Report Type	Report Template
Yes	Sample single injection	exer5injdec.html
Yes	Standard single injection	sin_d.html
Yes	Multi-Injection Summary Group	Smp_short.htm
No	Calibration Standards Group	Cal_short.htm
No	QC Sample Group	QC_short.htm
Yes	Sample Group	exer5sgdec.html
No	Custom Sample Groups	Sum_short.htm
Yes	Sequence	Seq_short.htm
No	Customer Report 1	Composite_1.xml
No	Customer Report 2	Composite_2.xml
No	Customer Report 3	Composite_3.xml

Select Template... Edit Template...

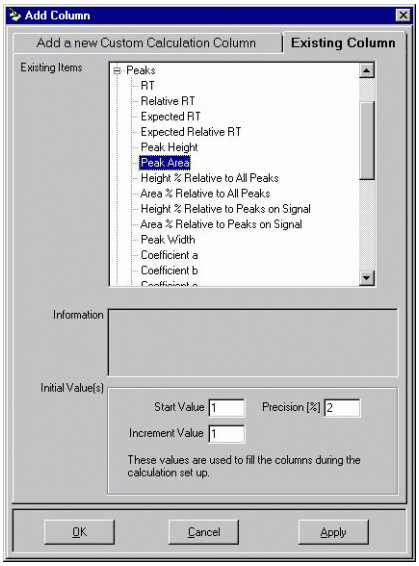
Ejercicio avanzado nº 7
Cálculo de la suma de áreas media de las impurezas no identificadas por lote

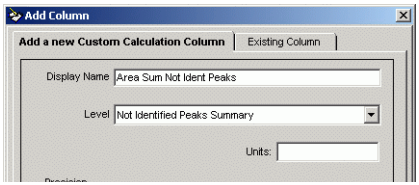
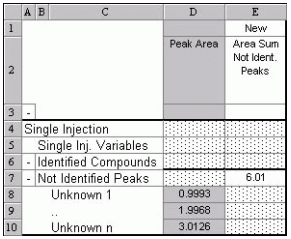
Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a configurar un cálculo personalizado para calcular la media de la suma de áreas de las impurezas no identificadas por lote de muestras:

- Configuración para sumar las áreas de picos no identificados en una inyección única
- Configuración para promediar las sumas de áreas de los picos no identificados para todas las inyecciones de una muestra
- Configuración para calcular la suma de áreas media para las muestras en el grupo de muestras

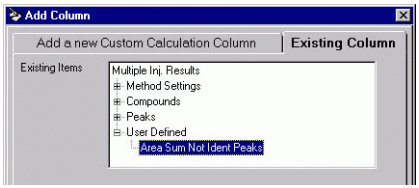
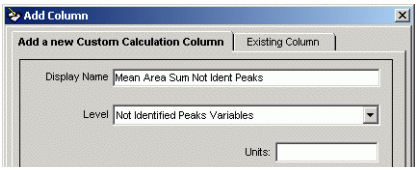
NOTA No es necesario que identifique los compuestos para configurar este cálculo de forma que puede practicar con las instrucciones en un método vacío.

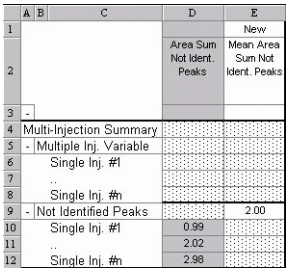
Tarea 1. Configuración para sumar las áreas de picos no identificados en una inyección única

Pasos	Instrucciones detalladas
1 En la hoja de cálculo de inyección única, añada una columna para introducir el resultado de integración existente, área de pico.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta del método correspondiente. **b** Expanda la carpeta **Data Analysis**. **c** Seleccione **Cálculos personalizados**. **d** En el espacio de trabajo del calculador personalizado, haga clic en la lengüeta **Single Injection**. **e** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **f** En la lengüeta **Existing Column**, expanda la sección **Peaks** y seleccione **Peak Area**. Haga clic en **OK** para cerrar el cuadro de diálogo.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna con las áreas de pico para los picos no identificados.

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Añada una columna para contener el cálculo nuevo para la suma de áreas de los picos no identificados.	**a** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **b** Haga clic en la lengüeta **Add a New Custom Calculation Column**. **c** Introduzca `Area Sum Not Ident Peaks` en el campo **Display Name**. **d** Haga clic en la flecha descendente **Level** y seleccione **Not Identified Peaks Summary**.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna para la nueva variable **Area Sum Not Ident Peaks**.
3 Introduzca la fórmula para la suma de áreas de los picos no identificados.	**a** En la línea de resumen **Not Identified Peaks** de la nueva columna, introduzca la fórmula para sumar las áreas de los picos no identificados. **Consejo:** Utilice la sintaxis, =SUM(D8:D10). 

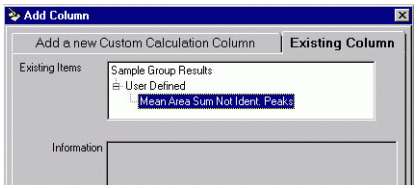
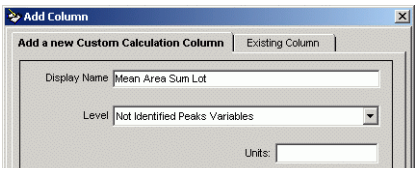
Tarea 2. Configuración para promediar las sumas de áreas de los picos no identificados para todas las inyecciones de una muestra

Pasos	Instrucciones detalladas
1 En la hoja de cálculo de resumen de multiinyección, añada una columna para contener la variable configurada en la hoja de cálculo de inyección única, la suma de áreas de los picos no identificados.	**a** En el espacio de trabajo del calculador personalizado, haga clic en la lengüeta **Multi Injection**. **b** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **c** En la lengüeta **Existing Column**, expanda la sección **User Defined** y seleccione **Area Sum Not Ident Peaks**. Haga clic en **OK** para cerrar el cuadro de diálogo.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna con la suma de áreas para los picos no identificados.
2 Añada una columna para contener el cálculo nuevo para la media de las sumas de áreas de los picos no identificados para todas las inyecciones.	**a** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **b** Haga clic en la lengüeta **Add a New Custom Calculation Column**. **c** Introduzca `Mean Area Sum Not Ident Peaks` en el campo **Display Name**. **d** Haga clic en la flecha descendente **Level** y seleccione **Not Identified Peaks Variables**.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna para la nueva variable **Mean Area Sum Not Ident Peaks**.

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Introduzca la fórmula para la media de las sumas de áreas de los picos no identificados para todas las inyecciones.	**a** En la línea de variables **Not Identified Peaks** de la nueva columna, introduzca la fórmula para promediar las sumas de áreas de los picos no identificados. **Consejo:** Utilice la sintaxis, =AVERAGE(D8:D10). 

	A	B	C	D	E
1					New
2				Area Sum Not Ident. Peaks	Mean Area Sum Not Ident. Peaks
3	-				
4	Multi-Injection Summary				
5	-	Multiple Inj. Variable			
6			Single Inj. #1		
7			..		
8			Single Inj. #n		
9	-	Not Identified Peaks			2.00
10			Single Inj. #1	0.99	
11			..	2.02	
12			Single Inj. #n	2.98	

Tarea 3. Configuración para calcular la suma de áreas media para las muestras en el grupo de muestras

Pasos	Instrucciones detalladas
1 En la hoja de cálculo de grupo de muestras, añada una columna para contener la variable configurada en la hoja de cálculo de multiinyección, la media de las sumas de áreas para todas las inyecciones.	**a** En el espacio de trabajo del calculador personalizado, haga clic en la lengüeta **Sample Group**. **b** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **c** En la lengüeta **Existing Column**, expanda la sección **User Defined** y seleccione **Mean Area Sum Not Ident Peaks**. Haga clic en **OK** para cerrar el cuadro de diálogo.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna con la suma de áreas media para los picos no identificados.
2 Añada una columna para contener el cálculo nuevo para la media de las sumas de áreas de los picos no identificados para un lote de muestras.	**a** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **b** Haga clic en la lengüeta **Add a New Custom Calculation Column**. **c** Introduzca `Mean Area Sum Lot` en el campo **Display Name**. **d** Haga clic en la flecha descendente **Level** y seleccione **Not Identified Peaks Variables**.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna para la nueva variable **Mean Area Sum Per Lot**.

Pasos	Instrucciones detalladas
3 Introduzca la fórmula para la media de las sumas de áreas del lote.	**a** En la línea de variables **Not Identified Peaks** de la nueva columna, introduzca la fórmula para promediar las sumas de áreas de los picos no identificados. **Consejo:** Utilice la sintaxis, =AVERAGE(D8:D10).

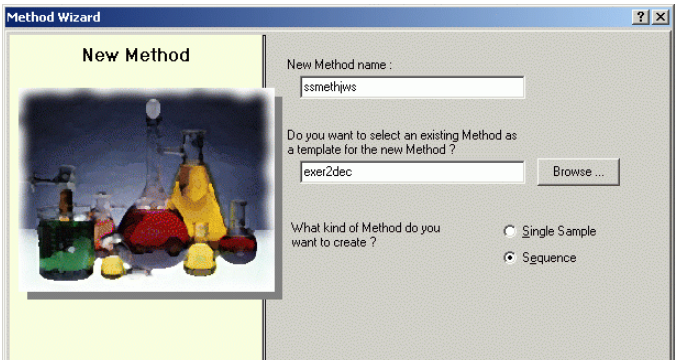
	A	B	C	D	E
1					New
2				Mean Area Sum Not Ident. Peaks	Mean Area Sum per Lot
3	-				
4	Samples				
5	-	Sample Group Variable			
6			Sample #1		
7			..		
8			Sample #n		
9	-	Not Identified Peaks			2.01
10			Sample #1	1.00	
11			..	2.02	
12			Sample #n	3.01	

Ejercicio avanzado nº 8 Configuración de un identificador de grupo con cálculos para la idoneidad del sistema

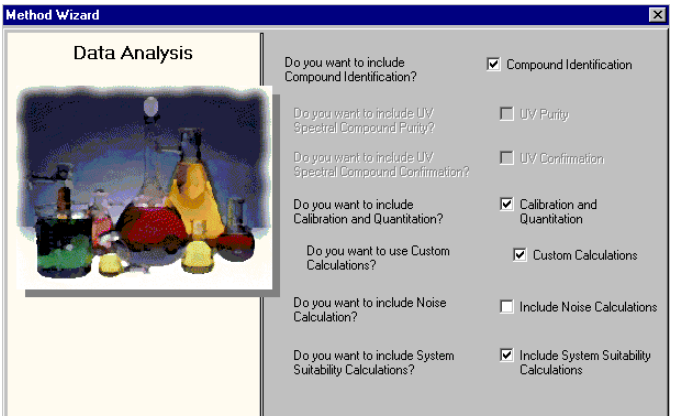
Este ejercicio contiene una serie de tareas para aprender a configurar un cálculo personalizado para calcular la relación entre las resoluciones del primer y el último pico y detener la secuencia si cae fuera de un rango definido:

- Configuración de un método para incluir cálculos de idoneidad del sistema
- Configuración de los cálculos personalizados para la prueba de idoneidad del sistema
- Configuración de condiciones de límite
- Identificación de las muestras de idoneidad del sistema en la tabla de secuencias

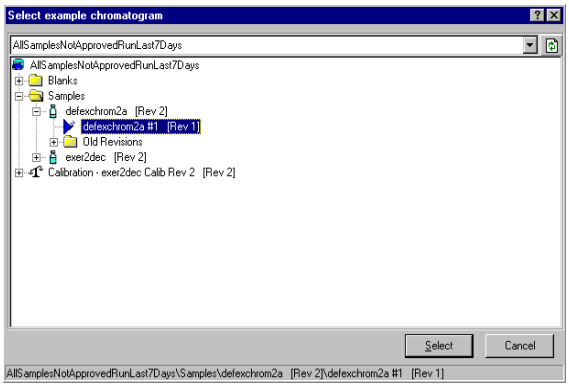
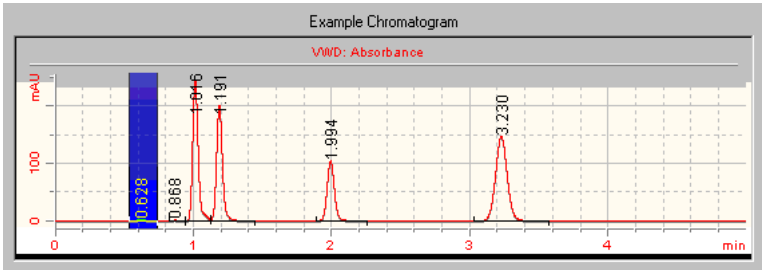
Tarea 1. Configuración de un método para incluir cálculos de idoneidad del sistema

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Creación de un nuevo método de secuencia. • Dé al método el nombre ssmeth*iii,* donde *iii* son sus iniciales. • Use exer2iii o defexer2 como plantilla para el nuevo método.	**a** Seleccione **File > New > Method** o haga clic en y seleccione **Method**. Aparece la pantalla **Method Wizard New Method**. **b** Haga clic en el botón **Browse** y seleccione exer2*iii* o defexer2 en el cuadro de diálogo **Method Template Selection**. **c** Introduzca exer4*iii* en el cuadro **New Method Name.** **d** Seleccione **Sequence**.  **e** Haga clic en **Next** hasta llegar al panel **Data Analysis**.

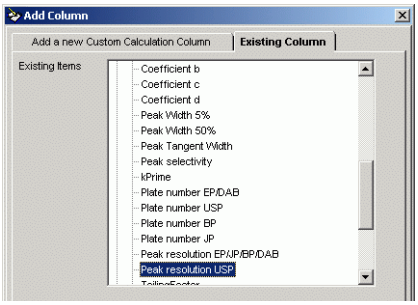
Pasos	Instrucciones detalladas
	f Active las casillas de verificación **Calibration and Quantitation**, **Custom Calculations** e **Include System Suitability**.

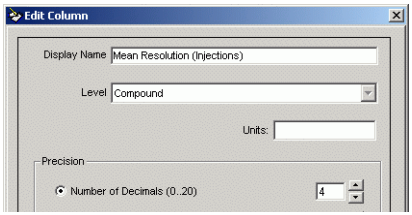
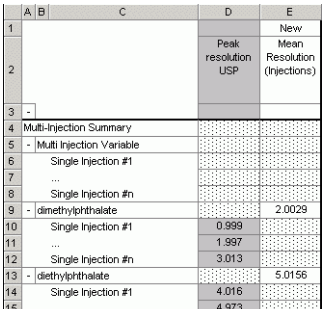


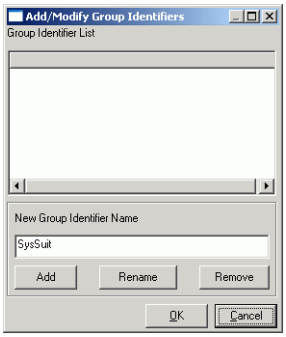
g Avance por las pantallas restantes efectuando las selecciones adecuadas hasta que haya completado el asistente de métodos.

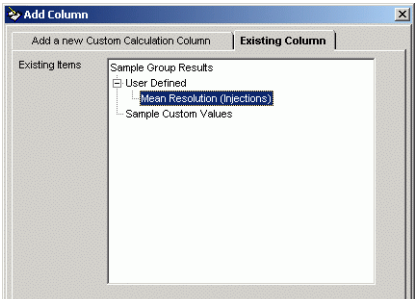
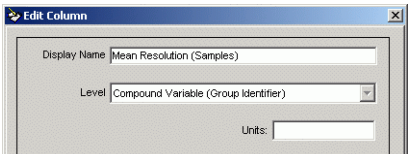
Pasos	Instrucciones detalladas
2 Selección de un cromatograma de ejemplo • Use el cromatograma de ejemplo obtenido en el ejercicio básico 2a o 2b de "Ejercicio básico nº 3a Análisis de una secuencia para cuantificar compuestos con calibración de un único nivel" y "Ejercicio básico nº 3b Reintegración y reproceso de los resultados". • Como alternativa, use defexchrom2a.	**a** En el árbol de selección, expanda la carpeta exer3*iii*. **b** Expanda la carpeta **Data Analysis**. **c** Seleccione el elemento **Example Chromatogram**. **d** En la barra de herramientas **Tools**, haga clic en .  **e** Seleccione el nombre de la muestra con el número de inyección para obtener el cromatograma de ejemplo. **f** Haga clic en el botón **Select.** El cromatograma de ejemplo aparece ahora en el espacio de trabajo.  **g** Tras seleccionar el cromatograma de ejemplo, puede ver las configuraciones de integración e identificación pertenecientes al método original. **h** Haga clic en **Save** si aparece el cuadro de diálogo **Save Changes to the Database**.

Tarea 2. Configuración de los cálculos personalizados para la prueba de idoneidad del sistema

Pasos	Instrucciones detalladas
1 En la hoja de cálculo de resumen de multiinyección añada una columna para introducir la resolución de cada componente.	**a** En la carpeta **Data Analysis**, seleccione el elemento **Custom Calculator.** **b** En el espacio de trabajo del calculador personalizado, haga clic en la lengüeta **Multi Injection**. **c** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **d** En la lengüeta **Existing Column**, expanda la sección **Peaks** y seleccione **Peak resolution USP**. Haga clic en **OK** para cerrar el cuadro de diálogo.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna con las resoluciones de pico para cada inyección de cada componente.

Pasos	Instrucciones detalladas
2 Añada una columna para contener el cálculo nuevo para la media de las resoluciones de pico para las inyecciones duplicadas.	**a** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **b** Haga clic en la lengüeta **Add a New Custom Calculation Column**. **c** Introduzca `Mean Resolution (Injections)` en el campo **Display Name**. **d** Haga clic en la flecha descendente **Level** y seleccione **Compound**. **e** Defina el número de decimales del campo **Number of Decimals** en 4.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna para la nueva variable **Mean Resolution (Injections)**.
3 Introduzca la fórmula para la media de las resoluciones de las inyecciones duplicadas para cada compuesto.	**a** En cada una de las líneas de variables de compuestos de la nueva columna, introduzca la fórmula para promediar las resoluciones de las inyecciones duplicadas. **Consejo:** utilice la sintaxis, =AVERAGE(D10:D12)) 

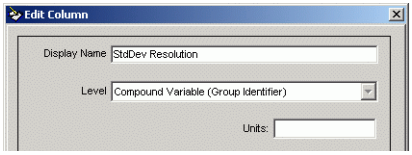
Pasos	Instrucciones detalladas
4 En la hoja de cálculo Group Identifier, añada un nuevo identificador de grupo para las muestras de idoneidad del sistema.	**a** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add/Modify Group Identifiers** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add/Modify Group Identifiers**. **b** Introduzca `SySSuit` en el campo **New Group Identifier Name** y haga clic en **Add**.  **c** Haga clic en OK para cerrar el cuadro de diálogo **Add/Modify Group Identifiers**. Ahora el espacio de trabajo contiene nuevos grupos de líneas bajo cada sección de **Group Identifier SysSuit**.

Pasos	Instrucciones detalladas
5 En la hoja de cálculo Group Identifier añada una columna para introducir la resolución media de cada componente.	**a** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **b** En la lengüeta **Existing Column**, expanda la sección **User Defined** y seleccione **Mean Resolution (Injections)**. Haga clic en **OK** para cerrar el cuadro de diálogo.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna con las resoluciones de pico medias para cada componente. Observe que la hoja de trabajo define identificadores de subgrupo para cada componente; este ejercicio no utiliza identificadores de subgrupo, por lo que los únicos números de interés están bajo **Sub group identifier #1** en cada caso. Para simplificar la hoja de trabajo, puede reducir el tamaño de las filas... y **Sub group identifier #2** para cada compuesto.
6 Añada una columna para contener el cálculo nuevo para la media de las resoluciones de pico para las diferentes muestras.	**a** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **b** Haga clic en la lengüeta **Add a New Custom Calculation Column**. **c** Introduzca `Mean Resolution (Samples)` en el campo **Display Name**. **d** Haga clic en la flecha descendente **Level** y seleccione **Compound Variable (Group Identifier)**.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna para la nueva variable **Mean Resolution (Samples)**.

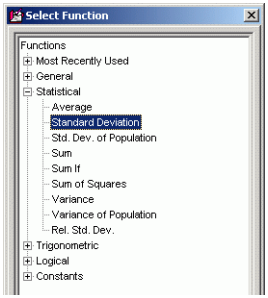
Pasos	Instrucciones detalladas
7 Introduzca la fórmula para la media de las resoluciones de todas las muestras de cada compuesto.	**a** En la línea **SysSuit** de la nueva columna para el dimetilftalato, introduzca la fórmula para promediar las resoluciones de las muestras. **Consejo:** utilice la sintaxis, =AVERAGE(F22:F24). **b** Extienda la selección para incluir las líneas SysSuit parámetro cada compuesto en la columna **Mean Resolution (Samples)**. **Consejo:** mantenga pulsado el botón izquierdo del ratón mientras selecciona las celdas. **c** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Fill Down** en el menú contextual. La fórmula se copia en cada una de las celdas disponibles.

	A	B	C	D	E	F	G
1							New
2						Mean Resolution (Injections)	Mean Resolution (Samples)
3	-						
4	Group Identifier						
5	-	Sample Group Variable					
6		+	SysSuit				
19	-	dimethylphthalate					
20		-	SysSuit				3.01
21			-	Sub group identifier #1			
22					Sample #1	1.0045	
23					..	3.0061	
24					Sample #n	5.0059	
25			+	...			
29			+	Sub group identifier #n			
33	-	diethylphthalate					
34		-	SysSuit				21.02
35			-	Sub group identifier #1			
36					Sample #1	19.0641	
37						20.9892	

8 Añada una columna para contener el cálculo nuevo para la desviación estándar de las resoluciones medias.	**a** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **b** Haga clic en la lengüeta **Add a New Custom Calculation Column**. **c** Introduzca `StdDev Resolution` en el campo **Display Name**. **d** Haga clic en la flecha descendente **Level** y seleccione **Compound Variable (Group Identifier)**. El espacio de trabajo contiene ahora una columna para la nueva variable **StdDev Resolution**.



Pasos	Instrucciones detalladas
9 Introduzca la fórmula para la desviación estándar de las resoluciones medias.	**a** Seleccione la línea **SysSuit** de la nueva columna del dimetilftalato, haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Select Function** del menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Select Function**. **b** Expanda la sección **Statistical**, seleccione **Standard Deviation** y haga clic en **Select**.



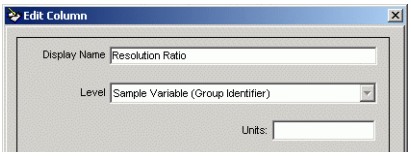
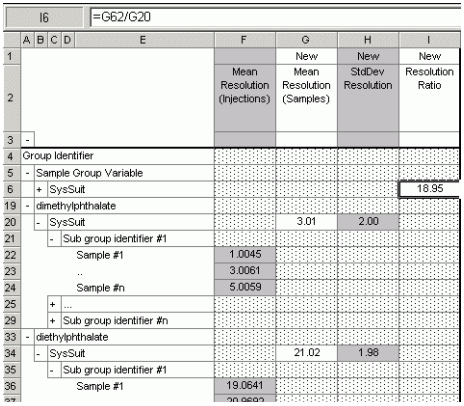
La función **STDDEV** se copia en la celda seleccionada.

c Añada las referencias de celda para el cálculo de la desviación estándar:

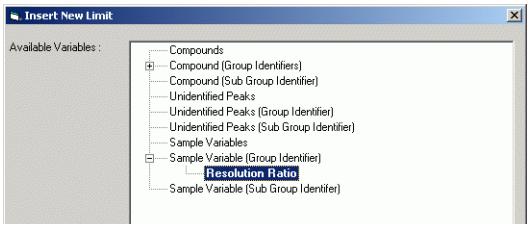
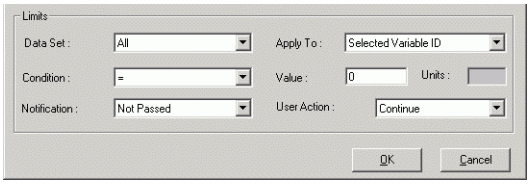
La sintaxis es =STDEV(F22:F24).

d Rellene la columna con el nuevo cálculo.

	A	B	C	D	E	F	G	H
1							New	New
2						Mean Resolution (Injections)	Mean Resolution (Samples)	StdDev Resolution
3	-							
4	Group Identifier							
5		-	Sample Group Variable					
6			+	SysSuit				
19		-	dimethylphthalate					
20			-	SysSuit			3.01	2.00
21				-	Sub group identifier #1			
22					Sample #1	1.0045		
23					..	3.0061		
24					Sample #n	5.0059		
25				+	...			
29				+	Sub group identifier #n			
33		-	diethylphthalate					
34			-	SysSuit			21.02	1.98
35				-	Sub group identifier #1			
36					Sample #1	19.0641		
37						20.9692		

Pasos	Instrucciones detalladas
10 Añada una columna para contener el nuevo cálculo que se utilizará en la idoneidad del sistema.	**a** Haga clic con el botón derecho del ratón en la hoja de cálculo y seleccione **Add Column** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Add Column**. **b** Haga clic en la lengüeta **Add a New Custom Calculation Column**. **c** Introduzca `Resolution Ratio` en el campo **Display Name**. **d** Haga clic en la flecha descendente **Level** y seleccione **Sample Variable (Group Identifier)**.  El espacio de trabajo contiene ahora una columna para la nueva variable **Resolution Ratio**.
11 Introduzca la fórmula para la relación de resolución.	**a** En la línea **SysSuit** de la nueva columna de la **Sample Group Variable**, introduzca la fórmula para obtener la relación del pico de o-terfenilo respecto al pico de dimetilftalato. **Consejo:** utilice la sintaxis, = G62/G20. 

Tarea 3. Configuración de condiciones de límite

Pasos	Instrucciones detalladas
1 En el panel Group Identifier Limits, añada una comprobación de límite de idoneidad del sistema: • Si la relación es mayor que 0,9, se ha pasado satisfactoriamente la comprobación; continúe el análisis.	**a** En la carpeta **Data Analysis**, seleccione el elemento **Limits**. **b** En el panel Limits, haga clic en la lengüeta **Group Identifier.** **c** Haga clic con el botón derecho del ratón en el encabezamiento de la tabla y seleccione **Insert new limit** en el menú contextual. Aparece el cuadro de diálogo **Insert new limit**. **d** Expanda la sección **Sample Variable (Group Identifier)** y seleccione **Resolution Ratio**.  **e** En el grupo Limits, defina los parámetros siguientes: • **Data Set: SysSuit** • **Apply To: Selected Variable ID** • **Condition: >** • **Value: 0.9** • **Notification: Passed** • **User Action: Continue**  **f** Haga clic en **OK** para añadir la nueva comprobación de límite en la tabla.

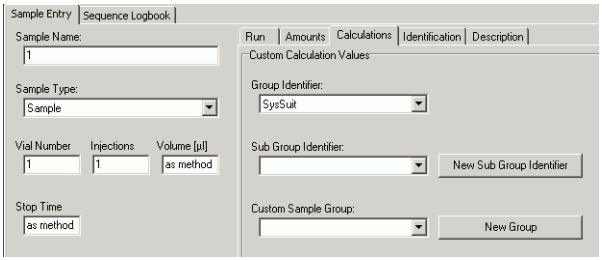
Pasos	Instrucciones detalladas
2 Añada dos comprobaciones adicionales de límite de idoneidad del sistema: • Si la relación es mayor que 0,8 (pero menor que 0,9), se emite un aviso pero continúe con el análisis. • Si la relación es menor que 0,8, no se ha pasado la comprobación; cancele el análisis.	**a** Para cada comprobación de límite, muestre el cuadro de diálogo **Insert new limit,** expanda la sección **Sample Variable (Group Identifier)** y seleccione **Resolution Ratio**. **b** Establezca los parámetros siguientes en: • **Data Set: SysSuit** • **Apply To: Selected Variable ID** • **Condition: >** • **Value: 0.8** • **Notification: Warning** • **User Action: Continue** y • **Data Set: SysSuit** • **Apply To: Selected Variable ID** • **Condition: <** • **Value: 0.8** • **Notification: Not Passed** • **User Action: Abort**

Limit Options for:

Single Injection | Multi Injection | Summary Groups | **Group Identifier**

Header	Units	Data Set	Apply To	Condition	Value	Notification	User Action
Resolution Ratio			Selected Variable ID	<	0.75	Not Passed	Abort
Resolution Ratio			Selected Variable ID	>	0.8	Warning	Continue
Resolution Ratio			Selected Variable ID	>	0.9	Passed	Continue

Tarea 3. Identificación de las muestras de idoneidad del sistema en la tabla de secuencias

Pasos	Instrucciones detalladas
1 Si es necesario, prepare una secuencia para el método.	**a** Consulte la "Tarea 1. Creación de una nueva secuencia" en la página 35.
2 Introduzca muestras en la tabla de secuencias.	**a** Consulte la "Tarea 2. Introducción de la información correspondiente a las muestras y la secuencia" en la página 36.
3 Identifique las muestras de prueba de idoneidad del sistema en la tabla de secuencias.	**a** Seleccione la línea de muestras de prueba de idoneidad del sistema en la tabla de secuencias. **b** En la lengüeta **Sample Entry** del espacio de trabajo, haga clic en la lengüeta **Calculations**. **c** Haga clic en la flecha descendente **Group Identifier** y seleccione **SysSuit** de la lista.  El nombre del identificador de grupo se añade en la columna **Group Identifier** de la tabla de secuencias. Las muestras identificadas con este nombre se utilizarán en la hoja del calculador personalizado y en las comprobaciones de límites.

www.agilent.com

En esta guía

Esta Guía de iniciación es un compendio de ejercicios básicos y avanzados concebidos para facilitarle un rápido aprendizaje de la aplicación Cerity para control de calidad farmacéutico.

Los ejercicios se agrupan en dos categorías:

Los ejercicios de **Análisis de muestras de rutina** indican a los técnicos de laboratorio cómo llevar a cabo análisis de muestras rutina.

Los ejercicios de **Configuración de métodos** indican a los químicos cómo configurar métodos para el laboratorio.

© Agilent Technologies Deutschland GmbH 2003

Impreso en Alemania
12/2003

G4000-95012

Agilent Technologies