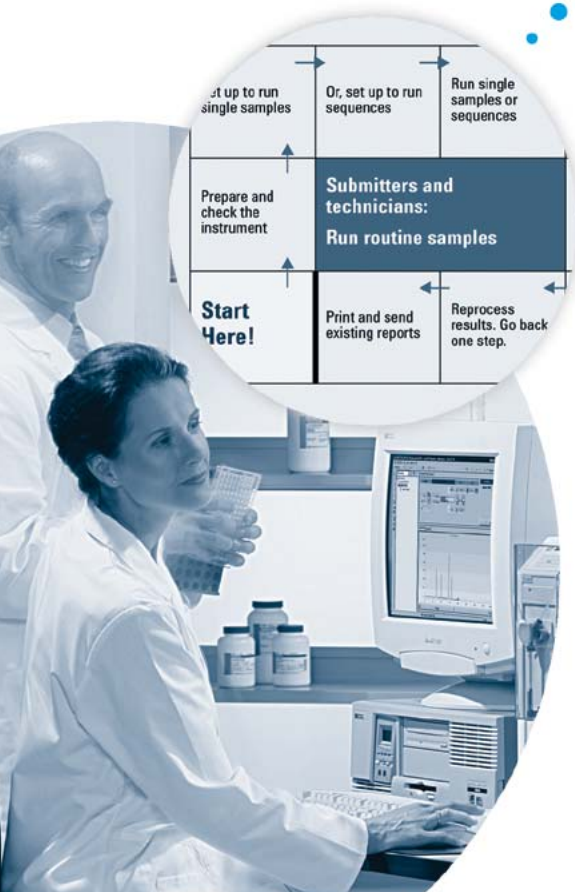
Système de données en réseau Agilent Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique



Guide de mise en route

Agilent Technologies

Avertissements

© Agilent Technologies, Inc. 2003

Aucune partie de ce manuel ne peut être reproduite sous quelque forme et par quelque moyen que ce soit (y compris enregistrement et archivage électroniques ou traduction dans une autre langue) sans l'accord préalable et écrit de Agilent Technologies, Inc. conformément aux lois nationales et internationales relatives à la propriété intellectuelle.

Numéro de référence du manuel

G4000-93011

Edition

5/2003

Imprimé en Allemagne

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

Microsoft ® is a U.S. registered trademark of Microsoft Corporation.

Révision du logiciel

Ce guide correspond aux révisions A.02.xx du logiciel Système de données en réseau Agilent Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique, où xx désigne les révisions mineures du logiciel sans influence sur l'exactitude technique de ce guide.

Garantie

Toutes les informations de ce document sont fournies "en l'état", et peuvent être modifiées sans préavis dans des éditions à venir. Dans toute la limite permise par la législation applicable, Agilent réfute toute garantie explicite ou implicite concernant ce manuel et les informations qu'il contient, en particulier mais sans limitation les garanties implicites de qualité marchande et d'adaptation à une utilisation particulière. En aucun cas, Agilent ne peut être tenu responsable des éventuelles erreurs contenues dans ce document, ni des dommages directs ou indirects pouvant découler des informations contenues dans ce document, de la fourniture, de l'usage ou de la qualité de ce document. Si Agilent et l'utilisateur ont souscrit un contrat écrit distinct dont les conditions de garantie relatives au produit couvert par ce document entrent en conflit avec les présentes conditions, les conditions de garantie du contrat distinct se substituent aux conditions stipulées dans le présent document.

Licences technologiques

Le matériel ou logiciel décrit dans ce document est fourni sous couvert d'un accord d'une licence et ne peut être utilisé ou copié que conformément aux termes de cette licence.

Avertissements de sécurité

ATTENTION

Une mention **ATTENTION** signale un danger. Elle attire l'attention sur une procédure, une méthode ou autre dont l'exécution incorrecte ou le non-respect peut endommager le produit ou faire perdre des données importantes. Ne poursuivez pas au-delà d'une mention **ATTENTION** sans avoir bien compris et vérifié les conditions indiquées.

AVERTISSEMENT

Une mention AVERTISSEMENT signale un danger. Elle attire l'attention sur une procédure, une méthode ou autre dont l'exécution incorrecte ou le non-respect peut causer des blessures ou la mort. Ne poursuivez pas au-delà d'une mention AVERTISSEMENT sans avoir bien compris et vérifié les conditions indiquées.

Sommaire

Avant de commencer 5

Analyse d'échantillons de routine 9

Exercice de base n° 1
Stabiliser l'instrument 11

Exercice de base n° 2a
Analyser un échantillon individuel pour produire un chromatogramme d'exemple 17

Exercice de base n° 2b
Analyser un groupe d'échantillons individuels pour identifier des composés 23

Exercice de base n° 3a
Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à un seul niveau 29

Exercice de base n° 3b
Réintégrer et retraiter les résultats 39

Exercice avancé n° 4a
Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à plusieurs niveaux 45

Exercice avancé n° 4b
Modifier les variables d'échantillon dans la méthode et retraiter 53

Exercice avancé n° 5a
Analyser une séquence pour quantifier les impuretés 61

Exercice avancé n° 5b
Retraiter avec une méthode différente 67

Définition de méthodes 71

Exercice de base n° 1
Définir une méthode de stabilisation 73

Exercice de base n° 2
Définir une méthode pour échantillons individuels permettant d'identifier des composés 81

Exercice de base n° 3
Définir une méthode étalonnée à un seul niveau pour une séquence 93

Exercice avancé n° 4
Définir une méthode étalonnée sur plusieurs niveaux pour une séquence 107

Exercice avancé n° 5
Définir une méthode pour une séquence permettant de quantifier les impuretés 119

Avant de commencer

Les exercices du Guide de mise en route sont une méthode rapide d'apprentissage de l'application AQ/CQ pharmaceutique Cerity. Utilisez le *Guide des concepts Cerity* pour vous aider à effectuer les tâches de ces exercices.

Définir des méthodes

Vous devez effectuer ces exercices si vous développez des méthodes pour votre laboratoire. Vous pouvez utiliser ces méthodes pour analyser des échantillons et des séquences avec les exercices de la section Analyse d'échantillons de routines.

Analyse d'échantillons de routine

Vous pouvez effectuer ces exercices avec les méthodes par défaut livrées avec le système de données en réseau Cerity si vous effectuez des analyses d'échantillons sans développer de méthode, ou vous pouvez utiliser les méthodes définies dans les exercices de la section Définition de méthodes.

Avant de commencer

Vérifiez que vous ou votre administrateur avez transféré les méthodes par défaut et chromatogrammes d'exemple depuis le CD-ROM Cerity vers la base de données. Pour plus de détails sur le transfert des méthodes et leur utilisation sur votre système, passez à la page suivante.

Etape 1. Restaurer les méthodes par défaut

Les méthodes par défaut des exercices de base et avancés se trouvent sur le CD du logiciel Cerity dans le répertoire **\GettingStarted\DefaultMethods**.

1 Restaurez les méthodes par défaut.

   Les méthodes par défaut des exercices de base et avancés se trouvent sur le CD du logiciel Cerity dans le répertoire **\GettingStarted\DefaultMethods**.

2 Sélectionnez **Start > Programs > Agilent Cerity > Administration and Maintenance > Archive and Restore.**

3 Entrez les informations de connexion et cliquez sur **OK**.

4 Sélectionnez **Restore** et cliquez sur **Next**.

5 Cliquez sur le bouton **...**

6 Sélectionnez **\GettingStarted\DefaultMethods\Basic** (ou **\Advanced**) sur le lecteur de CD.

7 Cliquez sur **OK**, cliquez sur **Next**, puis sur **Yes** en réponse aux messages.

8 Cliquez sur le bouton **>>** pour faire passer les méthodes par défaut vers la liste **Restore Objects**.

9 Cliquez sur **Next**, cliquez sur **Start**, puis sur **OK** en réponse au message qui apparaît.

Le message suivant apparaît : “These tables contain duplicates”.

Etape 2. Résoudre les duplications dans la base de données

1 Cliquez sur **Next**.

2 Vérifiez que la case **Select instruments to enable** n'est pas cochée.

3 Cliquez sur **Next** et sélectionnez le deuxième rôle Administrator.

4 Cliquez sur **Rename**, entrez le nouveau nom de rôle Admin et cliquez sur **OK**.

5 Cliquez sur **Next**, cliquez sur **Start** et sur **OK**.

6 Cliquez sur **OK** et les boutons **Close** qui se présentent.

Etape 3. Restaurer le chromatogramme d'exemple

Le chromatogramme d'exemple se trouve sur le CD 1 de Cerity dans le dossier **\GettingStarted\DefaultResults**. Vérifiez que le chromatogramme d'exemple par défaut a été restauré.

1. Répétez les étapes 1 à 4 de la section “Etape 1. Restaurer les méthodes par défaut”, page 6.
2. Sélectionnez **\GettingStarted\DefaultResults** sur le lecteur de CD-ROM, cliquez sur **OK** puis sur **Next**.
3. Sélectionnez **defexchrom2a**, cliquez sur **>,** puis cliquez sur **Next**.
4. Cliquez sur **Start**, puis sur **OK** en réponse aux messages qui apparaissent, et cliquez sur **Close**.
5. Sélectionnez **Start > Programs > Agilent Cerity > Cerity Pharmaceutical QA/QC.**
6. Entrez les informations de connexion et cliquez sur **OK**.
7. Sélectionnez **Result** sur la liste Current View.
8. Sélectionnez **AllResultsRestored** sur la liste Query.

Etape 4. Copier la méthode par défaut à utiliser avec votre instrument

Consultez la section “Exercice de base n° 2 Définir une méthode pour échantillons individuels permettant d'identifier des composés”, page 81 si nécessaire.

1 Sélectionnez **Method** sur la liste **Current View**.

2 Sélectionnez **AllMethodsRestored** sur la liste **Query**.

3 Pour chaque méthode par défaut :

   a Sélectionnez **File > New > Method**.

   b Cliquez sur **Browse**, sélectionnez **defaultmethodN** pour les exercices de base ou **AdvdefaultmethodN** pour les exercices avancés et cliquez sur **OK**.

REMARQUE

La première fois que vous copiez et renommez **Advdefaultmethod4**, son nom est **defexer4a**. Le premier utilisateur modifie cette méthode en exercice 4b. Vous devez alors copier **Avdefaultmethod4** et la renommer en **defexer4b** pour le deuxième utilisateur qui doit faire appel à cette méthode.

   c Attribuez le nom `defexerN` à la nouvelle méthode et cliquez sur **Next**.

   d Sélectionnez l'instrument sur lequel la méthode sera utilisée et cliquez sur **Next**.

   e Cliquez sur *Next* pour atteindre le panneau New Method Review.

   f Cliquez sur **Finish** puis sur **Save** quand le message Save to the database apparaît.

4 Sélectionnez **AllMasterMethods** sur la liste **Query**.

5 Développez **defexerN**.

6 Développez **Instrument Setup** et modifiez les paramètres.

7 Modifiez les paramètres d'instrument pour les modules CPL qui ne correspondent pas.

Vous ne pouvez utiliser les méthodes par défaut que sur les instruments équipés d'un détecteur Agilent VWD. Vos autres modules CPL n'ont pas à correspondre aux modules sur lesquels les méthodes par défaut ont été définies (échantillonneur automatique, pompe quaternaire, compartiment de colonne thermostatée).

Si vous n'avez pas d'instrument disponible équipé d'un détecteur VWD à utiliser pour ces exercices, l'administrateur ou un utilisateur avancé doit configurer les méthodes à partir des sections Définition de méthodes de ce guide.

Analyse d'échantillons de routine

Ces exercices vous aident à apprendre à analyser des échantillons de routine. Vous pouvez utiliser les méthodes par défaut pour les exercices “a” ou définir des méthodes dans les exercices Définition de méthodes. Vous devez disposer des résultats des exercices “a” pour effectuer les exercices “b”. L'ensemble des exercices de base et avancés inclut les rubriques suivantes :

Exercices de base

Exercice 1 – Stabiliser l'instrument Apprenez à stabiliser l'instrument à l'aide du panneau d'instrument ou d'une méthode.

Exercice 2a – Analyser un échantillon individuel pour produire un chromatogramme d'exemple Apprenez à produire un chromatogramme d'exemple utilisable pour définir l'intégration et l'identification dans une méthode.

Exercice 2b – Analyser un groupe d'échantillons individuels pour identifier des composés Apprenez à entrer et analyser un groupe d'échantillons individuels avec une méthode permettant d'identifier les composés de l'échantillon.

Exercice 3a – Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à un seul niveau Apprenez à analyser une séquence avec un étalonnage à un seul niveau et une seule mise à jour, une quantification ESTD et des quantités fixes de composants.

Exercice 3b – Réintégrer et retraiter les résultats Apprenez à réintégrer manuellement les résultats d'une séquence et à retraiter les résultats avec la révision de la méthode d'origine. Pour en savoir plus sur l'analyse d'échantillons de routine, consultez le *Guide des concepts,* “Analyse d'échantillons”.

Avancés

Exercice 4a – Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à plusieurs niveaux Apprenez à analyser une séquence définie pour un étalonnage global à plusieurs niveaux, des quantités de composés variables et des variables d'échantillon.

Exercice 4b – Modifier les variables d'échantillon dans la méthode et retraiter Apprenez à retraiter les résultats avec la version la plus récente de la méthode et une version avec variables d'échantillon.

Exercice 5a – Analyser une séquence pour quantifier les impuretés Apprenez à créer et analyser une séquence définie pour la quantification ISTD, des calculs personnalisés, des limites, un étalonnage avec incertitudes et une adaptation au système.

Exercice 5b – Retraiter avec une méthode différente Apprenez à retraiter avec une méthode différente.

Avant de commencer

Lisez la section **"Avant de commencer"**, page 5.

Si vous prévoyez d'utiliser les méthodes par défaut dans ces exercices, vérifiez que ces méthodes se trouvent dans votre base de données. Sur la liste Query, sélectionnez AllMethodsRestored pour afficher defexer1-5 ou AllResultsRestored pour afficher defexchrom2a.

Votre administrateur système doit avoir configuré un chromatographe en phase liquide série Agilent 1100 LC pour votre système.

Si vous choisissez d'effectuer les exercices d'analyse d'échantillons de routine avec les méthodes par défaut, vous devez utiliser un instrument équipé d'un détecteur VWD. Si vous utilisez les méthodes créées dans les exercices Définition de méthodes, vous n'avez besoin que d'un échantillonneur automatique, d'une pompe (quaternaire ou binaire) et d'un détecteur UV-Vis (VWD, MWD, DAD).

Le solvant A est l'eau. Le solvant B est le méthanol ou l'acétonitrile.

Utilisez la colonne Agilent Technologies Eclipse XDB-C8 (ou C-18), 4,6 mm X 15 cm (5 uM).

Préparez les trois flacons suivants du standard isocratique, référence Agilent 01080-68704 : non dilué, dilué deux fois et dilué quatre fois.

Exercice de base n° 1
Stabiliser l'instrument

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Stabiliser l'instrument à l'aide du panneau d'instrument de l'application AQ/CQ pharmaceutique Cerity
- Entrer et analyser un échantillon de stabilisation (analyse à vide) avec une méthode créée pour stabiliser l'instrument

  Vous pouvez utiliser une copie de la méthode par défaut livrée avec le système pour stabiliser l'instrument, ou utiliser une méthode créée dans la section “Exercice de base n° 1 Définir une méthode de stabilisation”, page 73.

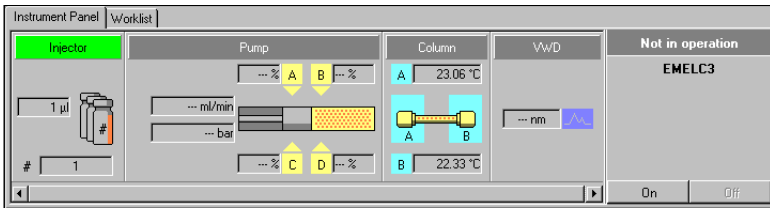
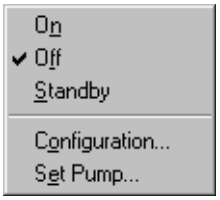
Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

Avant de commencer

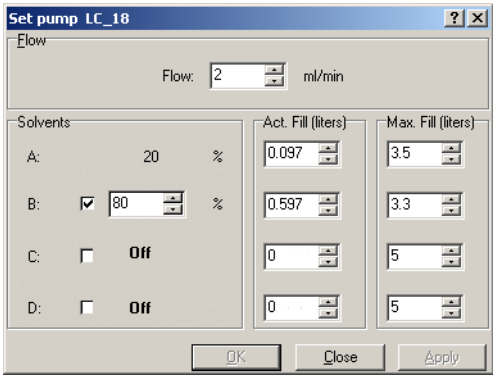
Vérifiez que la pompe est en attente et que la lampe du détecteur VWD est éteinte.

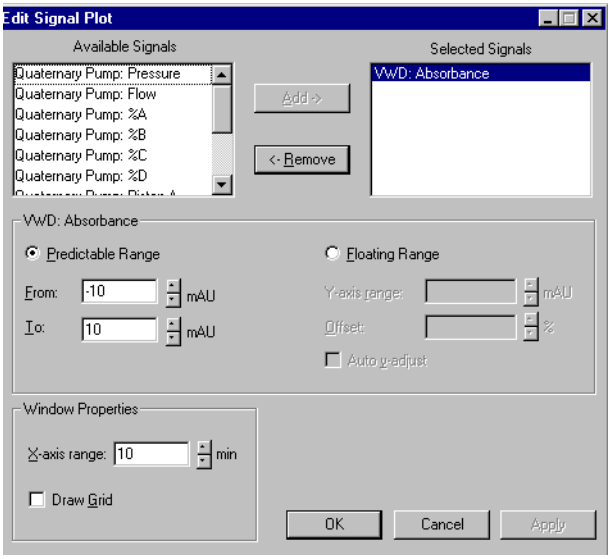
Vérifiez que les méthodes de cet exercice ont été définies ou restaurées.

Tâche 1. Purger la pompe depuis le panneau d'instrument

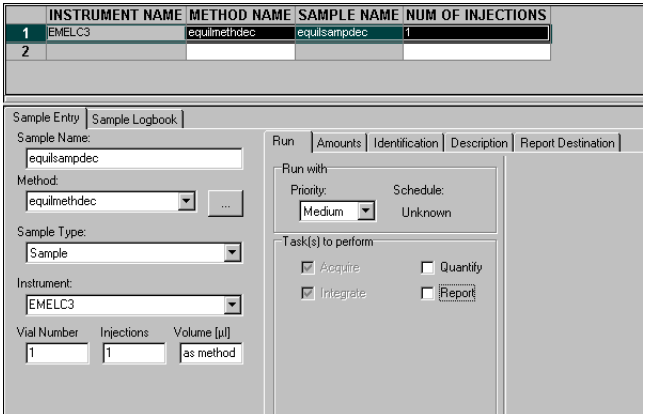
Etapes	Instructions détaillées
1 Dégagez la pompe et la canalisation de purge B. Débit : 5ml/min %B = 100%	**a** Tournez la vanne noire sur la pompe en sens horaire de deux tours complets. **b** Sélectionnez **Instrument** sur la liste **Current View**. **c** Sélectionnez l'instrument à stabiliser. Le panneau d'instrument apparaît, avec le tracé en ligne.  **d** Cliquez sur le module de pompe du panneau d'instrument. Un menu apparaît.  **e** Sélectionnez **Set Pump**. **f** Entrez pour Flow la valeur 5 ml/min et pour %B = 100, puis cliquez sur **OK**.
2 Purgez la canalisation A et engagez la pompe. %A = 100	**a** Quand il n'y a plus de bulles dans la canalisation, répétez les étapes d et e de l'étape 1. **b** Définissez %B = 0 et cliquez sur **OK**. **c** Quand il n'y a plus de bulles dans la canalisation, cliquez sur le module de pompe et sélectionnez **Standby**. **d** Resserrez la vanne noire.

Tâche 2. Stabiliser l'instrument depuis le panneau d'instrument

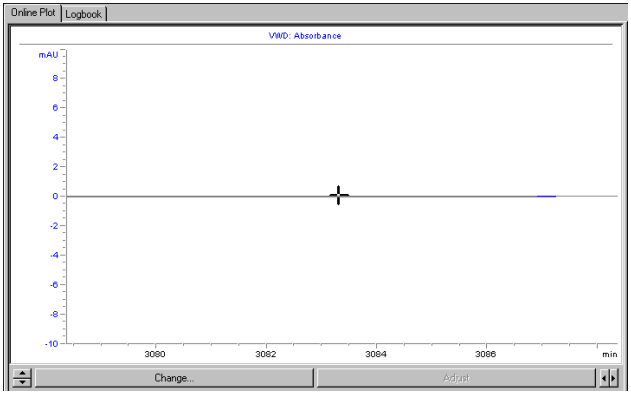
Etapes	Instructions détaillées
1 Entrez les paramètres de pompe Methanol comme Solvent B : • Débit : 2 ml/min. • Composition du solvant : 80%MeOH/20%H_2O Acetonitrile comme Solvent B : • Débit : 1,5 ml/min • Composition du solvant : 65%ACN/35%H_2O	**a** Cliquez sur le module de pompe du panneau d'instrument. **b** Sélectionnez **Set Pump**. La boîte de dialogue Set Pump apparaît. **c** Entrez les paramètres de pompe comme indiqué dans la colonne de gauche et cliquez sur **OK**.  **d** Cliquez sur le module de pompe et sélectionnez **On**.
2 Allumez la lampe du détecteur.	**a** Cliquez sur le module de détecteur du panneau d'instrument. **b** Sélectionnez **Lamp On**. Attendez que la ligne de base se stabilise.

Etapes	Instructions détaillées
3 Surveillez la ligne de base jusqu'à ce qu'elle semble stable. Après cette étape, vous êtes prêt à effectuer les exercices restants, ou vous pouvez passer à la tâche suivante pour apprendre à stabiliser l'instrument à l'aide d'une méthode.	**a** Cliquez sur **Change** en bas de Online Plot. La boîte de dialogue Edit Signal Plot apparaît. **b** Sélectionnez le signal de détecteur nécessaire dans la liste **Available Signals** et cliquez sur le bouton **Add** pour placer le signal dans la liste **Selected Signals**. (Vous pouvez aussi sélectionner la pression de pompe). **c** Définissez pour **Predictable Range (Y-axis)** la valeur -10 à +10. **d** Définissez pour **X-Axis range** la valeur 10 minutes. **e** Cliquez sur **OK**.  **f** Cliquez sur le module de détecteur quand la lampe a été allumée quelques minutes. **g** Sélectionnez **Balance**. Quand la ligne de base reste à zéro quelques minutes après l'équilibrage, elle est considérée comme stable.

Tâche 3. Stabiliser l'instrument avec une méthode — Entrer un échantillon de stabilisation

Etapes	Instructions détaillées
1 Entrez les informations d'échantillon Nom échantillon : equilsamp*iii*, où *iii* représente vos initiales Méthode : defexer1 ou equilmeth*iii* Consultez la section "Avant de commencer", page 5 pour des instructions de restauration et de copie des méthodes par défaut.	**a** Sélectionnez **Instrument** sur la liste **Current View**. **b** Développez le dossier **Sample Entry** pour l'instrument à stabiliser. **c** Sélectionnez **Single Samples**. **d** Entrez pour **Sample Name** equilsamp*iii*. **e** Sélectionnez la **Method** equilmeth*iii* ou defexer1. **f** Sélectionnez pour **Sample Type Blank Run**. **g** Cliquez sur **Apply**. Vous pouvez aussi entrer l'échantillon dans la vue Sample View si nécessaire pour entrer des échantillons et des séquences pendant une analyse.
2 Entrez les tâches que le système doit effectuer pendant l'analyse.	**a** Décochez les cases **Quantify** et **Report**. **b** Cliquez sur **Apply**. 
3 Enregistrez l'échantillon dans la base de données.	**a** Sur la barre d'outils standard, cliquez sur . **b** Consultez la liste des changements **c** Dans la case **Reason for changes**, entrez un motif ou sélectionnez-en un dans la liste. **d** Entrez votre signature électronique si nécessaire. **e** Cliquez sur le bouton **Save**.

Tâche 4. Stabiliser l'instrument avec une méthode — Analyser l'échantillon de stabilisation

Etapes	Instructions détaillées
1 Analyser equilsamp*iii*.	**a** Sélectionnez l'échantillon, equilsamp*iii*, dans la table d'échantillons. Le bouton Run est maintenant actif. **b** Cliquez sur le bouton Run de la barre d'outils Actions.
2 Surveillez la ligne de base jusqu'à ce qu'elle soit stable.	**a** Sélectionnez l'instrument à stabiliser. Le panneau d'instrument apparaît, avec le tracé en ligne. **b** Cliquez sur **Change** en bas de Online Plot. La boîte de dialogue Edit Signal Plot apparaît. (Voir figure page 14). **c** Sélectionnez le signal de détecteur nécessaire dans la liste **Available Signals** et cliquez sur le bouton **Add** pour placer le signal dans la liste **Selected Signals**. **d** Définissez pour **Predictable Range** la valeur -10 à +10. **e** Définissez pour **X-Axis range** la valeur 10 minutes. **f** Cliquez sur **OK**. 

Exercice de base n° 2a
Analyser un échantillon individuel pour produire un chromatogramme d'exemple

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Entrer un échantillon pour produire un chromatogramme d'exemple
- Analyser l'échantillon
- Consulter les résultats

Un chromatogramme d'exemple peut être tout chromatogramme que vous produisez. Utilisez le chromatogramme d'exemple pour tester les nouveaux paramètres d'intégration et identifier les pics comme des composés.

Vous pouvez utiliser une des méthodes suivantes pour cet exercice :

- Une copie de la méthode par défaut fournie avec le système de données en réseau Cerity.
- La méthode enregistrée dans la “Tâche 3. Enregistrer et auditer les changements de méthode”, page 87 de la section Définition de méthodes.
- Une méthode de stabilisation créée dans “Exercice de base n° 1 Définir une méthode de stabilisation”, page 73.

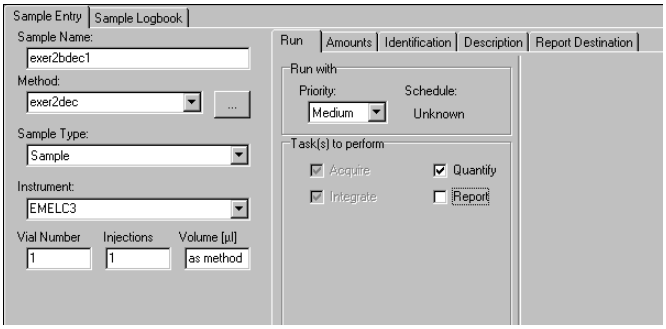
Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

Avant de commencer

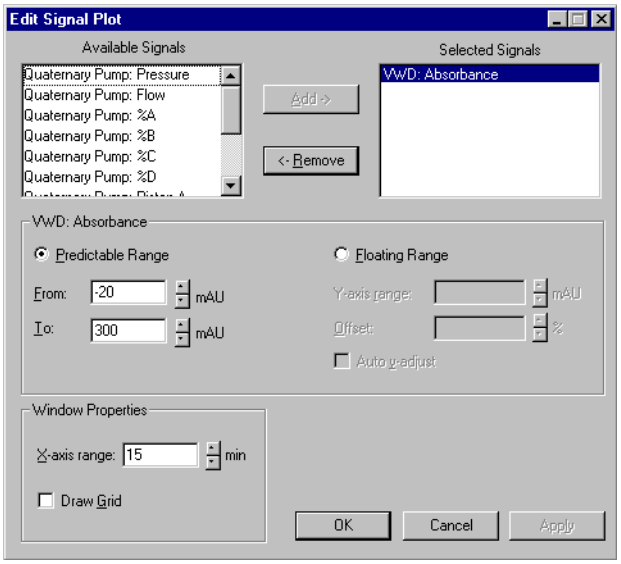
Lisez “Analyse d'échantillons de routine”, page 9 pour l'analyse d'échantillons de routine.

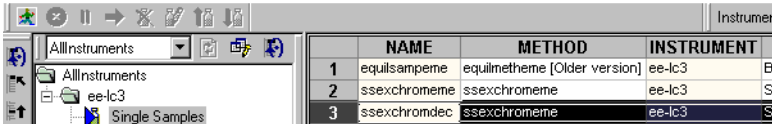
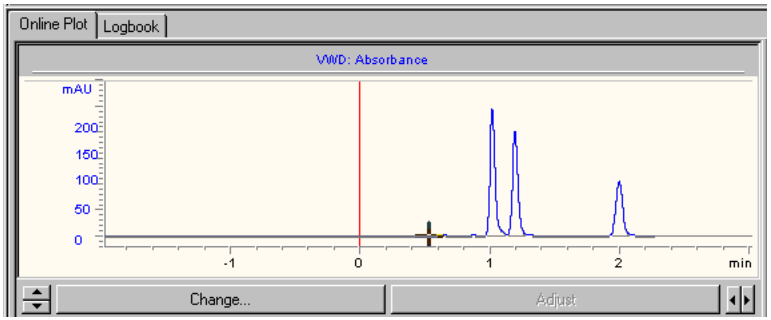
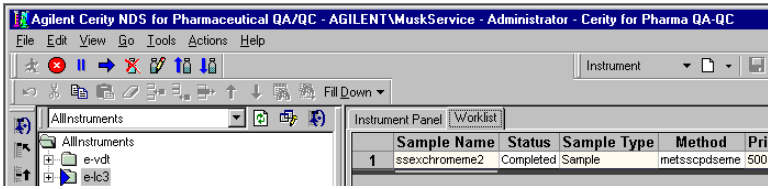
Stabilisez l'instrument. Consultez la section “Exercice de base n° 1 Stabiliser l'instrument”, page 11. Vérifiez que les méthodes de cet exercice ont été définies ou restaurées.

Tâche 1. Entrer un échantillon isolé

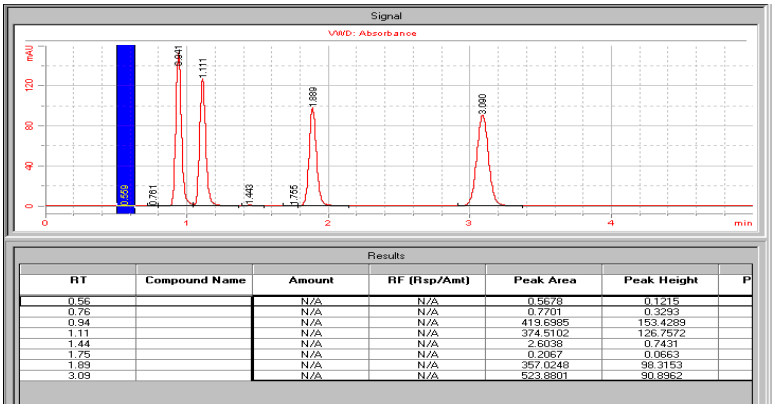
Etapes	Instructions détaillées
1 Démarrez la vue d'instrument pour trouver la table d'échantillons des échantillons isolés.	**a** Sélectionnez **Instrument** sur la liste **Current View**. **b** Développer le dossier de l'instrument qui doit produire le chromatogramme d'exemple. **c** Sélectionnez **Single Samples**. La table d'échantillons et le panneau d'entrée d'échantillons apparaissent dans l'espace de travail.
2 Entrez un échantillon avec les informations suivantes : • Donnez à l'échantillon le nom exchrom*iii*, où *iii* représente vos initiales. • Sélectionnez soit defexer2, soit exer2*iii* (lors du premier enregistrement), soit equilmeth*iii*. • Sélectionnez le flacon qui contient le standard isocratique non dilué.	**a** Entrez exchrom*iii* dans la case **Sample Name**. **b** Sélectionnez une méthode dans la liste **Method**. L'instrument associé à la méthode apparaît dans la case **Instrument**. **c** Sélectionnez **Sample** dans la liste **Sample Type**. **d** Entrez le numéro du flacon contenant l'échantillon dans la case **Vial Number**. **e** Cliquez sur le bouton **Apply** pour placer les informations d'échantillon dans la table d'échantillons. Utilisez les valeurs par défaut pour tous les autres paramètres.
3 Entrez les tâches à effectuer lors de l'analyse.	**a** Décochez les cases **Quantify** et **Report**. 
4 Enregistrez l'échantillon.	**a** Sur la barre d'outils standard, cliquez sur . La boîte de dialogue **Save Changes To The Database** apparaît. **b** Consultez la liste des changements dans **List of changes**. **c** Dans la case **Reason for changes**, entrez un motif ou sélectionnez-en un dans la liste. **d** Entrez votre signature électronique si nécessaire. **e** Cliquez sur le bouton **Save**.

Tâche 2. Analyser l'échantillon

Etapes	Instructions détaillées
1 Vérifiez que l'instrument est prêt à l'utilisation.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez votre instrument. **b** Cliquez sur l'onglet **Online Plot**. **c** Cliquez sur le bouton **Change**. La boîte de dialogue **Edit Signal Plot** apparaît. **d** Sélectionnez le signal de détecteur dont vous avez besoin dans la liste **Available Signals**. **e** Cliquez sur le bouton **Add** pour placer le signal dans la liste **Selected Signals**. **f** Sélectionnez l'option **Predictable Range** et définissez la plage prévisible de -20 mAU à 300 mAU. **g** Sous **Window Properties**, entrez 5 min dans la case **X-Axis range**. **h** Cliquez sur le bouton **OK**. 

Etapes	Instructions détaillées
2 Analysez l'échantillon.	**a** Sur l'arbre de sélection, développez le dossier de votre instrument. **b** Sélectionnez **Single Samples**. **c** Sélectionnez l'échantillon, exchrom*iii*. Le bouton Run devient accessible sur la barre d'outils Tools.  **d** Cliquez sur le bouton **Run**. Vous pouvez aussi analyser l'échantillon de la vue Sample View.
3 Surveillez le signal et suivez le statut de l'échantillon.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez votre instrument. **b** Cliquez sur l'onglet **Online Plot** pour afficher le signal. Modifiez les axes si nécessaire.  **c** Cliquez sur l'onglet **Worklist** pour suivre le statut de l'échantillon.  Après un clic sur l'onglet **Worklist**, les boutons **Abort**, **Pause** et **Resume** deviennent disponibles.

Tâche 3. Consulter le chromatogramme

Etapes	Instructions détaillées
1 Consultez le résultat de l'échantillon et vérifiez que les quatre pics sont intégrés.	**a** Sélectionnez **Result** sur la liste **Current View**. **b** Sélectionnez **MySamplesRunLast24h** sur la liste **Query**. **c** Développez le dossier **Samples**. **d** Développez le dossier exchrom*iii*. **e** Sélectionnez l'injection exchrom*iii* n° 1. **f** Affichez le chromatogramme et les résultats.  RT | Compound Name | Amount | RF (Rsp/Amt) | Peak Area | Peak Height | P 0.56 | | N/A | N/A | 0.5678 | 0.1215 0.76 | | N/A | N/A | 0.7701 | 0.3293 0.94 | | N/A | N/A | 419.6985 | 153.4289 1.11 | | N/A | N/A | 374.5102 | 126.7572 1.44 | | N/A | N/A | 2.6038 | 0.7431 1.75 | | N/A | N/A | 0.2067 | 0.0663 1.89 | | N/A | N/A | 357.0248 | 98.3153 3.09 | | N/A | N/A | 523.8801 | 90.8962

Exercice de base n° 2b Analyser un groupe d'échantillons individuels pour identifier des composés

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Entrer un échantillon
- Analyser et suivre des groupes d'échantillons individuels
- Consulter les résultats pour vérifier l'identification des composés

Vous pouvez utiliser une des méthodes suivantes pour cet exercice :

- Une copie de la méthode par défaut fournie avec le Cerity Networked Data System (NDS).
- La méthode terminée dans la section “Exercice de base n° 2 Définir une méthode pour échantillons individuels permettant d'identifier des composés”, page 81.

Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

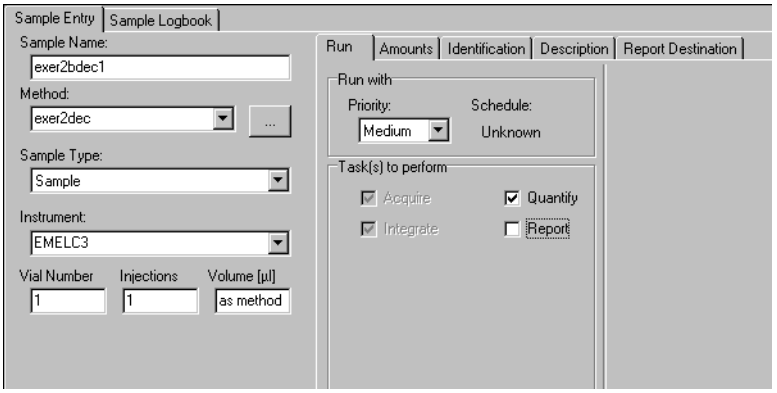
Avant de commencer

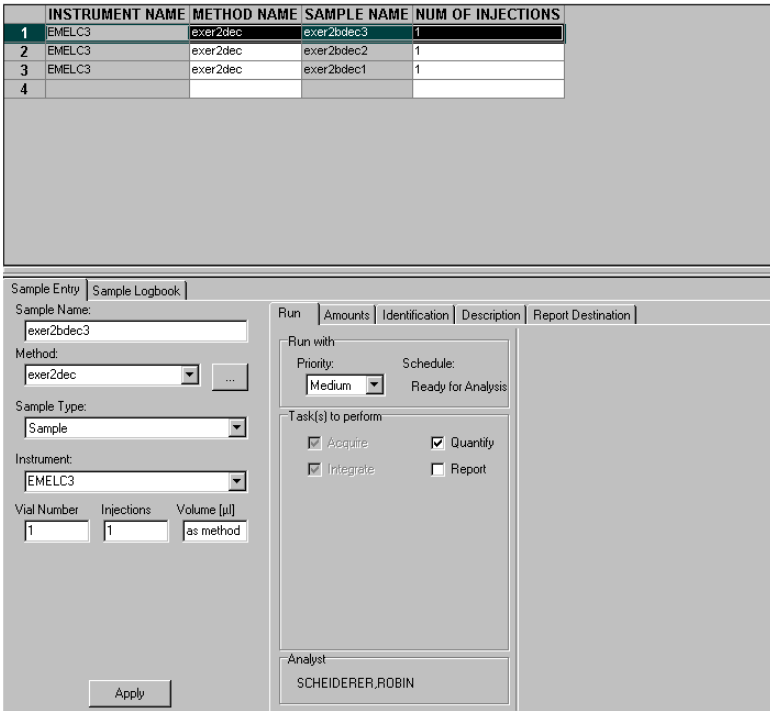
Lisez la section “Analyse d'échantillons de routine”, page 9.

Stabilisez l'instrument. Consultez la section “Exercice de base n° 1 Stabiliser l'instrument”, page 11.

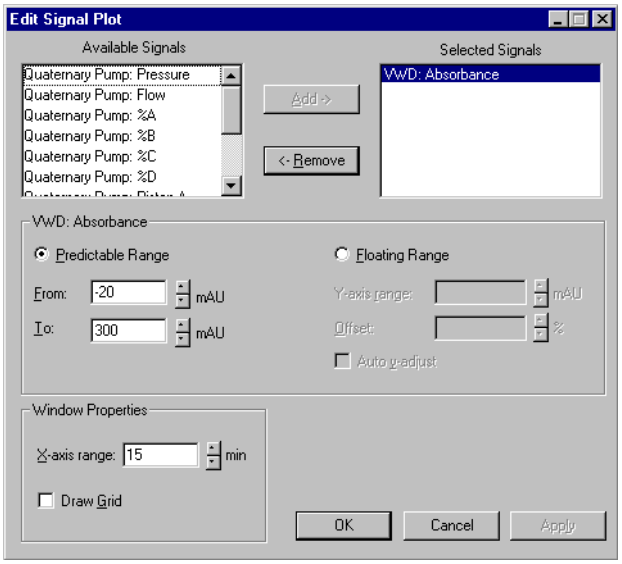
Vérifiez que les méthodes de cet exercice ont été définies ou restaurées.

Tâche 1. Entrer trois échantillons individuels

Etapes	Instructions détaillées
1 Démarrez la vue d'instrument et trouver la table d'échantillons pour les échantillons individuels.	**a** Sélectionnez **Instrument** sur la liste **Current View**. **b** Développez le dossier de votre instrument **c** Sélectionnez **Single Samples**. La table d'échantillons et la feuille de l'onglet **Sample Entry** apparaissent dans l'espace de travail.
2 Entrez un échantillon avec les informations suivantes : • Donnez à l'échantillon le nom exer2b*iii*, où *iii* représente vos initiales. • Sélectionnez la méthode pour l'échantillon : defexer2 ou exer2*iii.* • Sélectionnez le numéro Vial # contenant le standard isocratique non dilué.	**a** Entrez exer2b*iii*1 dans la case **Sample Name**. **b** Sélectionnez la méthode exer2 dans la liste **Method** (ou une copie de defexer2b). L'instrument associé à la méthode apparaît dans la case **Instrument**. **c** Sélectionnez **Sample** dans la liste **Sample Type**. **d** Entrez dans **Vial Number** le numéro du flacon contenant le standard. **e** Cliquez sur le bouton **Apply** pour placer les informations d'échantillon dans la table d'échantillons. 
3 Entrez les tâches à faire effectuer par le système lors de l'analyse.	**a** Cochez la case **Quantify** et décochez la case **Report**. Vous devez cocher la case **Quantify** pour identifier les composés, même si l'étalonnage et la quantification ne sont pas définis dans la méthode. **b** Cliquez sur **Apply**.

Etapes	Instructions détaillées
4 Enregistrez l'échantillon.	**a** Sur la barre d'outils standard, cliquez sur . La boîte de dialogue **Save Changes To The Database** apparaît. **b** Consultez la liste des changements dans **List of changes**. **c** Dans la case **Reason for changes**, entrez un motif ou sélectionnez-en un dans la liste. **d** Cliquez sur le bouton **Save**.
5 Répétez les étapes 2 à 4 pour les deux échantillons suivants. Attribuez à ces échantillons les noms, exer2b*iii*2 et exer2b*iii*3.	**a** Sélectionnez la ligne vide. **b** Commencez à l'étape 2a et terminez à l'étape 4d pour exer2b*iii*2. **c** Répétez les étapes a et b pour exer2b*iii*3. 

Tâche 2. Analyser les échantillons

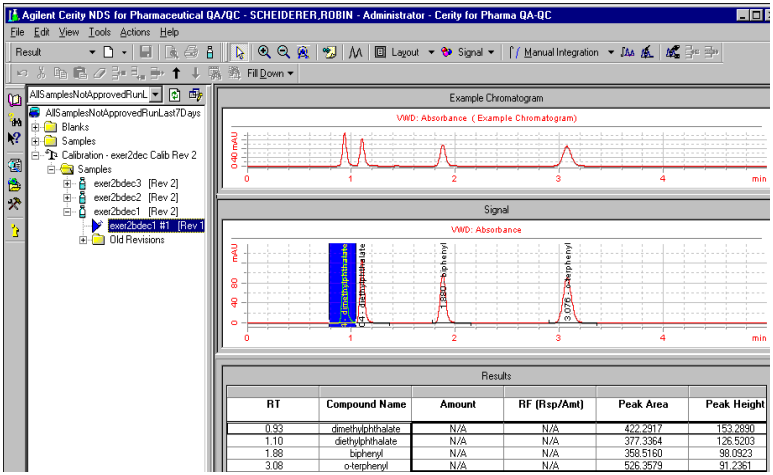
Etapes	Instructions détaillées
1 Vérifiez que l'instrument est prêt.	**a** Sélectionnez **Instrument** sur la liste **Current View**. **b** Cliquez sur l'onglet **Online Plot**. **c** Cliquez sur le bouton **Change**. La boîte de dialogue **Edit Signal Plot** apparaît. **d** Sélectionnez le signal de détecteur dont vous avez besoin dans la liste **Available Signals**. **e** Cliquez sur le bouton **Add** pour placer le signal dans la liste **Selected Signals**. **f** Sélectionnez l'option **Predictable Range** et définissez la plage prévisible de -20 mAU à 300 mAU. **g** Sous **Window Properties**, entrez 15 min dans la case **X-Axis range**. **h** Cliquez sur le bouton **OK**. 

Etapes	Instructions détaillées
2 Analyser les échantillons.	**a** Développez le dossier de votre instrument. **b** Sélectionnez **Single Samples**. **c** Sélectionnez l'échantillon, exer2b*iii*1. **d** Cliquez sur le bouton **Run** . **e** Sélectionnez l'échantillon, exer2b*iii*2. **f** Cliquez sur le bouton **Run**. **g** Sélectionnez l'échantillon, exer2b*iii*3. **h** Cliquez sur le bouton **Run**. Les échantillons s'analysent dans l'ordre indiqué, sauf si exer2b*iii*3 a une priorité supérieure à exer2b*iii*2. Dans ce cas, exer2b*iii*3 s'analyse avant exer2b*iii*2. Le premier échantillon démarré est toujours analysé en premier même si l'échantillon est de priorité inférieure à celui des autres échantillons.
3 Surveillez le signal et suivez le statut des échantillons.	**a** Cliquez sur l'onglet **Online Plot** pour afficher le signal. Modifiez les axes si nécessaire. **b** Cliquez sur l'onglet **Worklist** et suivez le statut des trois échantillons. .1

Instrument Panel | Worklist

	Name	Status	Type	Method	Priority #	Vial #	Injections #	Description
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	

Tâche 3. Consulter le chromatogramme

Etapes	Instructions détaillées
Consultez les résultats de l'échantillon et vérifiez que tous les composés sont identifiés dans chaque échantillon.	**a** Sélectionnez **Result** sur la liste **Current View**. **b** Développez le dossier Calibration - exer2*iii* ou le dossier defexer2. Même si l'étalonnage n'a pas été défini dans la méthode, le résultat apparaît dans un dossier Calibration. **c** Développez le dossier **Samples**. **d** Développez le dossier exer2b*iii*1. **e** Sélectionnez l'injection exer2b*iii*1 numéro 1. **f** Affichez le résultat. **g** Répétez les étapes d à f pour les échantillons suivants : • exer2b*iii*2 • exer2b*iii*3  RT | Compound Name | Amount | RF (Rsp/Amt) | Peak Area | Peak Height 0.93 | dimethylphthalate | N/A | N/A | 422.2917 | 153.2890 1.10 | diethylphthalate | N/A | N/A | 377.3364 | 126.5203 1.88 | biphenyl | N/A | N/A | 358.5160 | 98.0923 3.08 | o-terphenyl | N/A | N/A | 526.3579 | 91.2361	

Exercice de base n° 3a
Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à un seul niveau

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Créer une séquence avec une méthode définie pour un étalonnage à un seul niveau et une seule mise à jour, une quantification ESTD et des quantités de composés fixes
- Sélectionner les types de rapports et définir un répertoire pour les rapports
- Analyser et suivre la séquence
- Consulter les résultats pour vérifier que les composés ont été identifiés et quantifiés correctement
- Consulter les rapports

Vous pouvez choisir entre deux méthodes pour cet exercice :

- Une copie de la méthode par défaut fournie avec le système.
- La méthode créée dans la section “Exercice de base n° 3 Définir une méthode étalonnée à un seul niveau pour une séquence”, page 93.

Pour les exercices de base, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

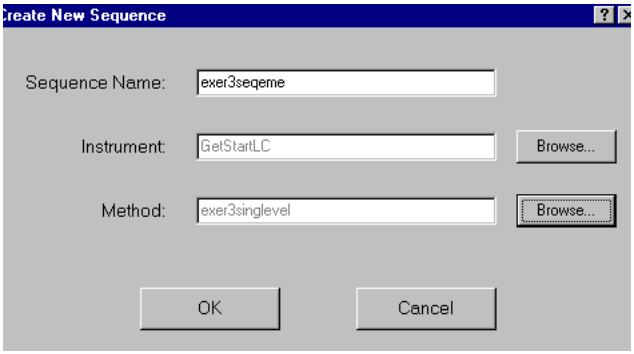
Avant de commencer

Lisez la section “Analyse d'échantillons de routine”, page 9.

Stabilisez l'instrument. Consultez la section “Exercice de base n° 1 Stabiliser l'instrument”, page 11.

Placez tous les flacons des échantillons préparés dans le tiroir du passeur automatique d’échantillon (ALS). Vérifiez que les méthodes de l'exercice ont été définies ou restaurées.

Tâche 1. Créer une séquence

Etapes	Instructions détaillées
Créez une nouvelle séquence. Donnez à la séquence le nom exer3seq*iii*, où *iii* représente vos initiales. Utilisez une des deux méthodes : • defexer3 • exer3*iii* (créée avec l'exercice 3 de Définition de méthodes)	**a** Cliquez sur le bouton **New**, , dans la barre d'outils Standard et sélectionnez **Sequence**. La boîte de dialogue Create New Sequence apparaît. **b** Entrez pour **Sequence Name** exer3seq*iii*. **c** Sélectionnez l'**Instrument** qui doit analyser la séquence. **d** Sélectionnez la **Method** pour la séquence. **e** Cliquez sur **OK**.  **f** Si la boîte de dialogue Save Changes to the Database apparaît, sélectionnez un motif dans la liste **Reason for changes**, si elle apparaît, et cliquez sur **Save**.

Tâche 2. Entrer les informations d'échantillon et de séquence

Etapes	Instructions détaillées
1 Consultez la table de séquence. Remarquez comme la table de séquence correspond au modèle de séquence défini dans la méthode.	**a** Sélectionnez Instrument sur la liste Current View. **b** Développez l'instrument que vous utilisez et sélectionnez la séquence que vous venez de créer. **c** Consultez la table.

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 Entrez les tâches à effectuer lors de l'analyse : Quantification, rapport L'acquisition et l'intégration sont toujours cochées.	**a** Cliquez sur l'onglet **Sequence Options**. **b** Vérifiez que les cases **Quantify** et **Report** sont cochées pour la ou les tâches à effectuer.

Sequence | Identification | Description | Report Destination

Run with

Priority: Medium

Schedule: **Ready for Analysis**

Calibration Mode: Single Update Calibration

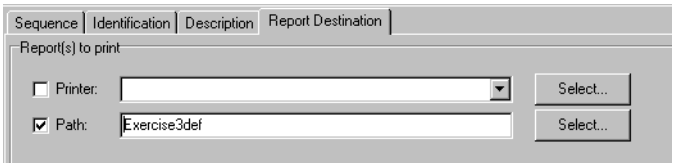
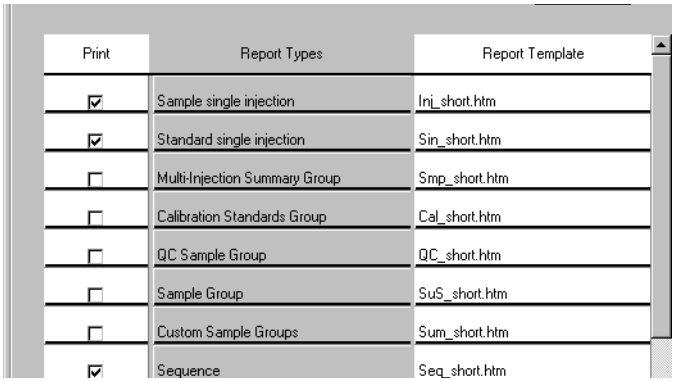
Sequence Created by

Task(s) to perform

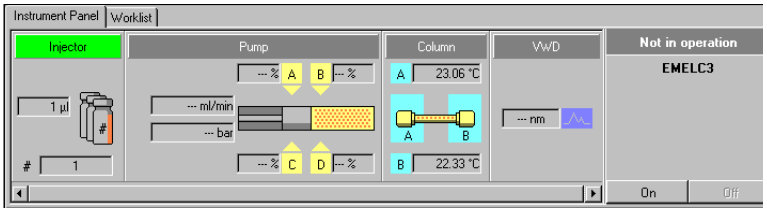
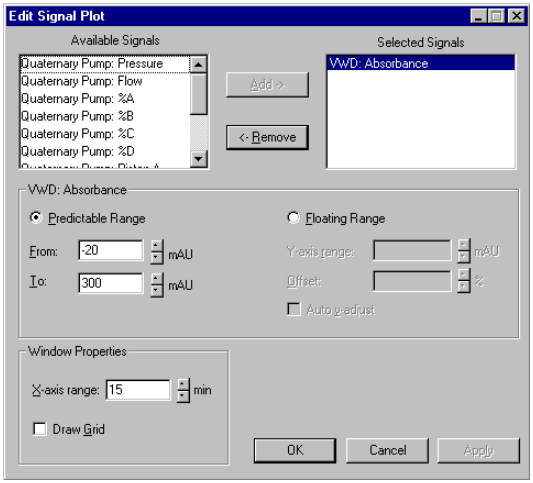
☑ Acquire ☑ Quantify

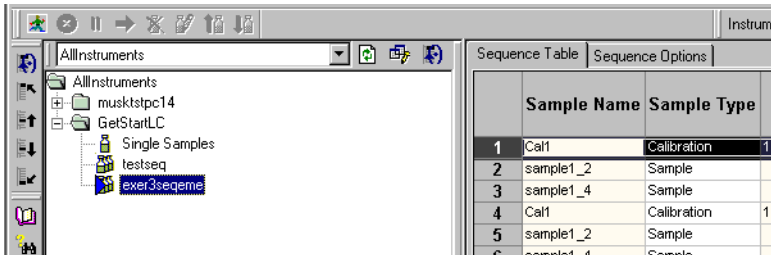
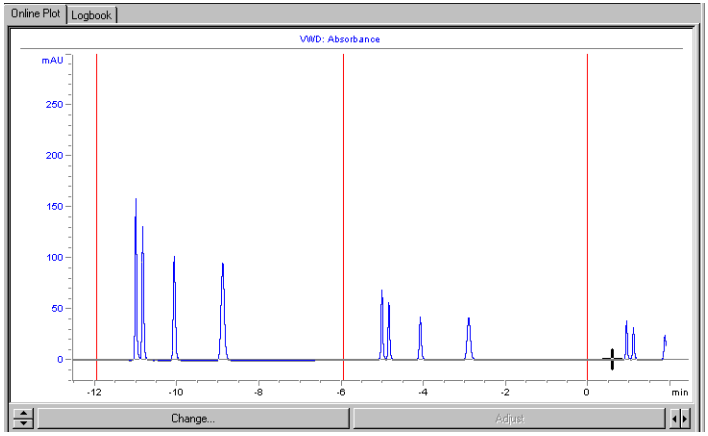
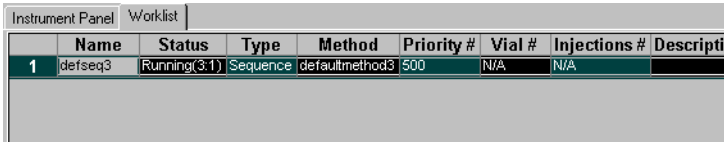
☑ Integrate ☑ Report

☐ Allow Online Editing

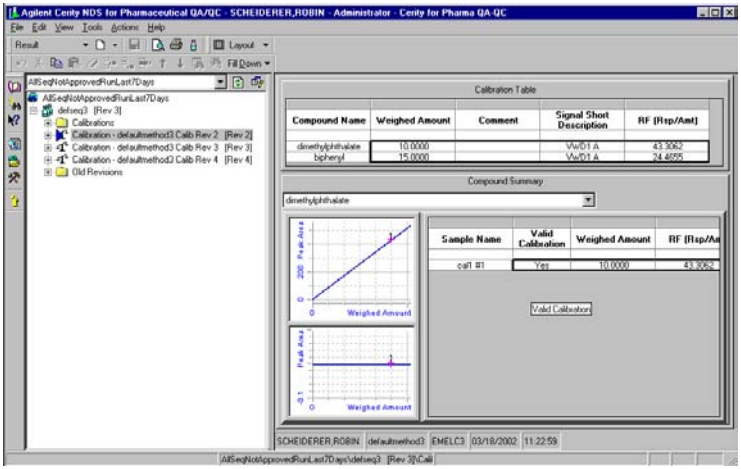
Etapes	Instructions détaillées
3 Entrez le chemin de destination pour les rapports, sans les imprimer : Entrez Exercise3*iii*, où *iii* représente vos initiales	**a** Cliquez sur l'onglet **Report Destination**. **b** Décochez la case **Printer**, si nécessaire. **c** Cochez la case **Path** et entrez le répertoire Exercise3*iii*. Le système crée automatiquement ce répertoire s'il n'existe pas et place les rapports générés dans le répertoire Agilent\Cerity\Reports\Pharmaqc\Reports. 
4 Sélectionnez les rapports suivants à générer : Injection unique Injection de standard Séquence	**a** Cochez la case **Print** à gauche des **Report Types** indiqués sur la marge gauche. **b** Décochez les cases **Print** de tous ceux qui ne sont pas indiqués sur la marge gauche. 
5 Enregistrez la séquence	**a** Cliquez sur et entrez les motifs des changements avec votre mot de passe, si nécessaire.

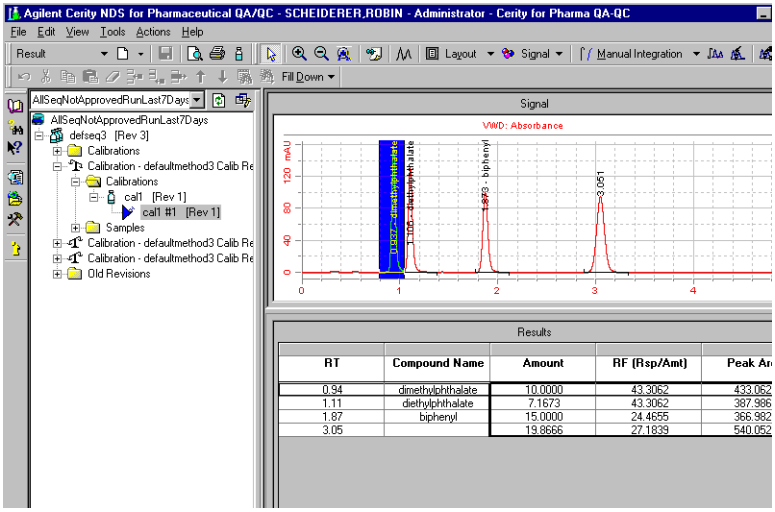
Tâche 3. Analyser et suivre la séquence

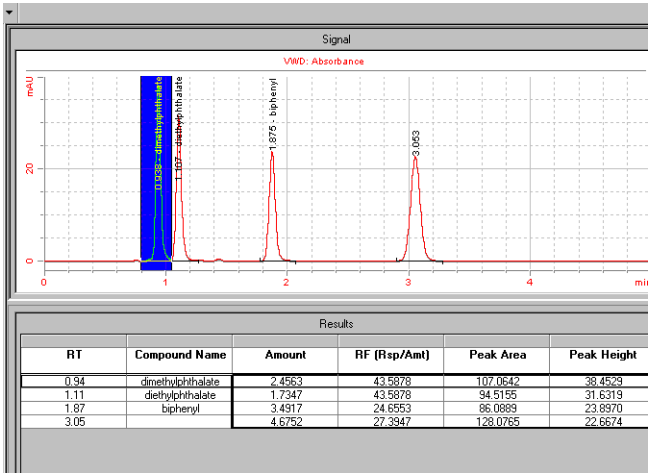
Etapes	Instructions détaillées
1 Vérifiez que l'instrument est prêt. • Utilisez les conditions définies dans la méthode. • Paramètres de tracé en ligne : Plage d'axe Y – -10 à 300 Plage d'axe X – 15 minutes	**a** Sélectionnez l'instrument pour la séquence dans l'arbre de sélection. **b** Vérifiez que l'instrument et la colonne sont stabilisés, que les conditions sont celles définies dans la méthode pour la séquence.  **c** Cliquez sur **Change** en bas de Online Plot. La boîte de dialogue Edit Signal Plot apparaît. **d** Sélectionnez le signal du détecteur dont vous avez besoin dans la liste Available Signals et cliquez sur **Add** pour placer ce signal à droite. **e** Définissez pour **Predictable Range** la valeur -20 à 300. **f** Définissez pour **X-Axis range** la valeur 15 minutes. **g** Cliquez sur **OK**. 

Etapes	Instructions détaillées
2 Analysez la séquence.	**a** Développez le dossier d'instrument. **b** Sélectionnez la séquence que vous venez de définir. Le bouton Run, , apparaît. **c** Cliquez sur le bouton **Run**. 
3 Surveillez le signal et suivez le statut de la séquence.	**a** Sélectionnez l'instrument. **b** Observez le signal dans l'onglet **Online Plot** et modifiez les axes si nécessaire.  **c** Cliquez sur l'onglet **Worklist** et observez le statut de la séquence.  Remarquez que les boutons Abort, Pause et Resume apparaissent à l'entrée dans l'onglet Worklist.

Tâche 4. Consulter les résultats et les rapports

Etapes	Instructions détaillées
1 Consultez la table et la courbe d'étalonnage pour chaque révision de l'étalonnage.	**a** Sélectionnez **Result** sur la liste Current View. **b** Sélectionnez **AllSeqNotApprovedRunLast7Days** sur la liste Query. **c** Développez le dossier **exer3seq***iii*. **d** Sélectionnez le dossier **Calibration - exer3seq***iii* **Calib Rev 2**. La table et la courbe d'étalonnage apparaissent dans l'espace de travail.  **e** Sélectionnez le dossier **Calibration - exer3seq***iii* **Calib Rev 3**. **f** Sélectionnez le dossier **Calibration - exer3seq***iii* **Calib Rev 4**.

Etapes	Instructions détaillées
2 Consultez les résultats pour chaque standard d'étalonnage dans chaque révision. Notez les facteurs de réponse différents utilisés pour quantifier les échantillons.	**a** Développez le dossier **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 2**. **b** Développez le dossier **Calibrations**. **c** Développez le dossier Cal1. **d** Sélectionnez Cal1 #1. **e** Observez le facteur de réponse dans l'espace de travail.  **f** Développez le dossier **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 3**. **g** Répétez les étapes b-c. **h** Sélectionnez le deuxième standard Cal1. **i** Observez le facteur de réponse. **j** Développez le dossier **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 4**. **k** Répétez les étapes b-c. **l** Sélectionnez le troisième standard Cal1. **m** Observez le facteur de réponse.

Etapes	Instructions détaillées
3 Consultez les résultats d'échantillon pour chaque révision. Notez le facteur de réponse utilisé pour la quantification.	**a** Développez le dossier **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 2**. **b** Développez le dossier **Samples**. **c** Développez le dossier Sample1_2. **d** Sélectionnez Sample1_2 #1. **e** Observez le facteur de réponse dans l'espace de travail. **f** Répétez les étapes c-e pour Sample1_4.  **g** Développez le dossier **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 3**. **h** Répétez les étapes b-f. **i** Développez le dossier **Calibration - exer3seq*iii* Calib Rev 4**. **j** Répétez les étapes b-f.
4 Consultez les rapports. Conseil : Utilisez le Report Viewer pour ouvrir les rapports.	**a** Sélectionnez **Start > Programs > Agilent Cerity > Report Viewer**. **b** Sélectionnez **File > Open**. **c** Ouvrez **Cerity > Agilent > Reports > PharmaQC > Reports > Exercise3*iii***. **d** Ouvrez et consultez chaque rapport.

RT	Compound Name	Amount	RF (Rsp/Amt)	Peak Area	Peak Height
0.94	dimethylphthalate	2.4563	43.5878	107.0642	38.4529
1.11	diethylphthalate	1.7347	43.5878	94.5155	31.6319
1.87	biphenyl	3.4917	24.6553	86.0889	23.8970
3.05		4.6752	27.3947	128.0765	22.6674

Exercice de base n° 3b
Réintégrer et retraiter les résultats

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Réintégrer manuellement les résultats de standard d'étalonnage
- Modifier les valeurs de variables d'échantillon
- Retraiter la séquence avec la révision de la méthode d'origine

Vous devez utiliser les données produites par l'exercice 3a.

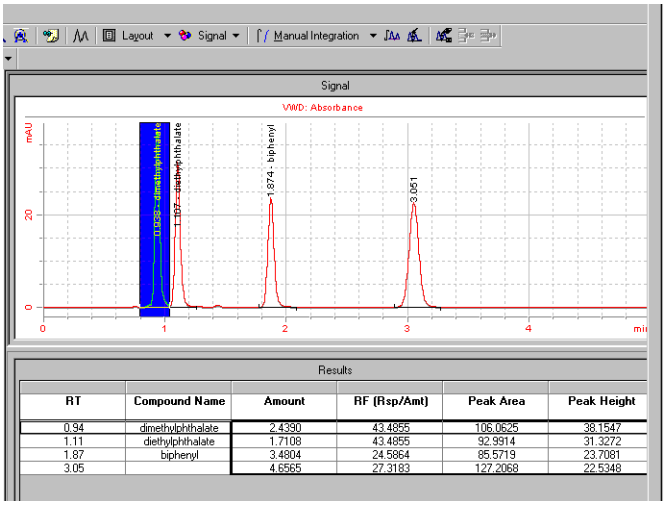
Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

Avant de commencer

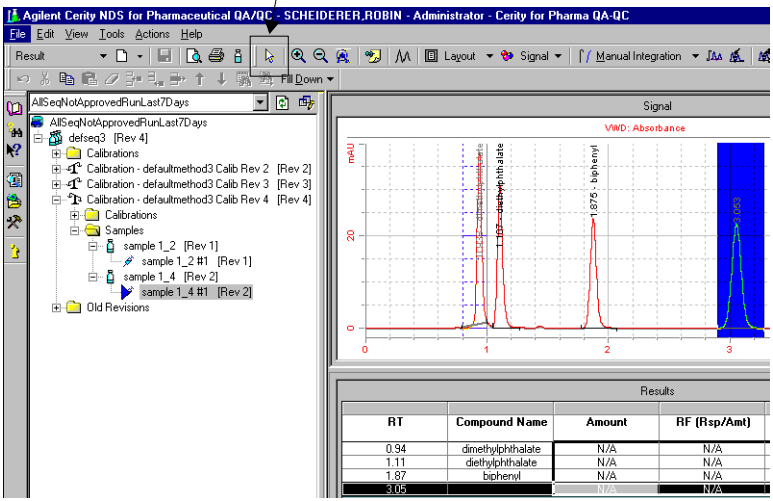
Lisez la section “Analyse d'échantillons de routine”, page 9.

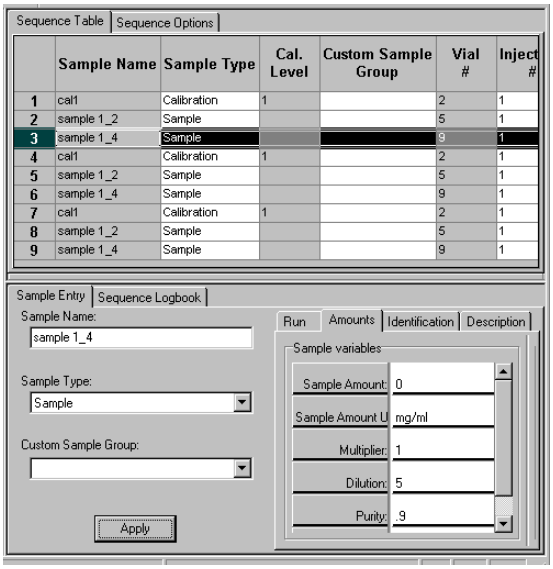
Tâche 1. Modifier les résultats et les informations d'échantillon

Etapes	Instructions détaillées
1 Trouvez le résultat d'injection unique pour la troisième quantification de sample1_4 dans la séquence exer3seq*iii*.	**a** Sélectionnez **Result** sur la liste Current View. **b** Sur la liste Query, sélectionnez **MySeqNotApprovedRunLast7days**. **c** Développez le dossier **exer3seq*iii***. **d** Développez le dossier **Calibration - exer3*iii* Calib Rev 4**. **e** Développez le dossier **Samples**. **f** Développez le dossier **sample 1_4**. **g** Sélectionnez **sample 1_4#1**.

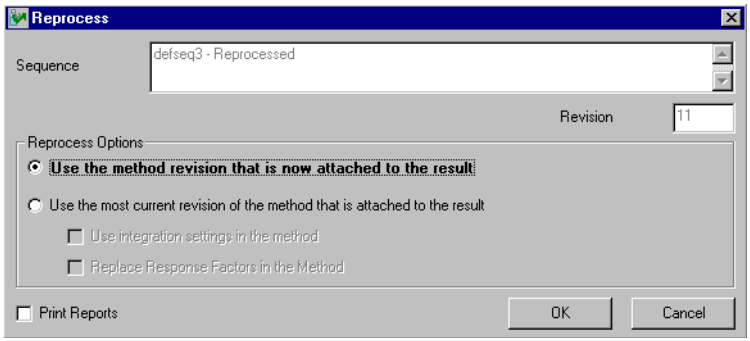


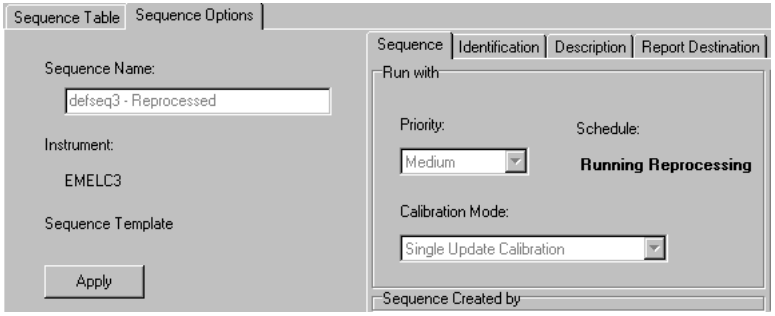
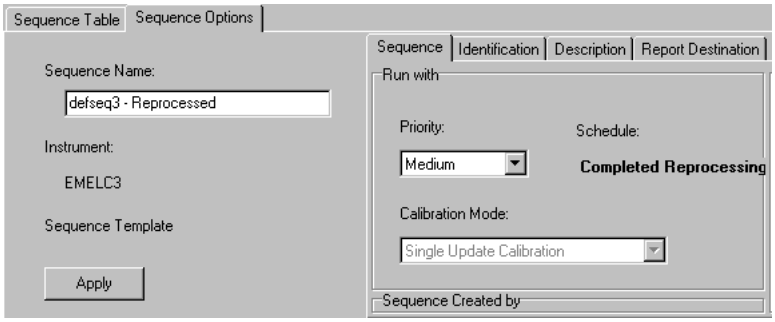
RT	Compound Name	Amount	RF (Rsp/Amt)	Peak Area	Peak Height
0.94	dimethylphthalate	2.4390	43.4855	106.0625	38.1547
1.11	diethylphthalate	1.7108	43.4855	92.9914	31.3272
1.87	biphenyl	3.4804	24.5864	85.5719	23.7081
3.05		4.6565	27.3183	127.2068	22.5348

Etapes	Instructions détaillées
2 Réintégrez manuellement le pic du dimethylphthalate. Tracez la ligne de base à partir du coin inférieur gauche du pic jusqu'au point d'inflexion en bas à droite de ce pic. Notez que les valeurs Amount et RF disparaissent.	**a** Cliquez sur **Manual Integration** et sélectionnez **Draw Peak Baseline**. Un pointeur de souris symbolisant une intégration apparaît sur le chromatogramme. **b** Placez le pointeur d'intégration en bas à gauche du pic à l'intersection avec la ligne de base et cliquez une fois. **c** Maintenez le bouton de la souris enfoncé et déplacez le pointeur d'intégration jusqu'au point d'inflexion en bas à droite du pic. **d** Relâchez le bouton de la souris. La nouvelle ligne de base apparaît, mais le pointeur d'intégration reste affiché. **e** Cliquez sur le bouton **Select Objects** pour changer le pointeur d'intégration en pointeur normal.  	

Etapes	Instructions détaillées
3 Modifiez les valeurs de variables d'échantillon. • Dilution = 5 • Pureté – 0,9	**a** Sélectionnez la séquence exer3seq*iii*. La table de séquence et le panneau d'entrée d'échantillons apparaissent dans l'espace de travail. **b** Sélectionnez le premier échantillon sample 1_4 dans la séquence. **c** Cliquez sur l'onglet **Amounts** et entrez une valeur par défaut de 5 pour le facteur **Dilution**. **d** Entrez une valeur par défaut de .9 pour **Purity** et cliquez sur **Apply**. **e** Répétez les étapes c et d pour chaque échantillon sample 1_4 de la séquence. 

Tâche 2. Retraiter les résultats de la séquence

Etapes	Instructions détaillées
1 Ouvrez la fenêtre de retraitement. Consultez le chapitre 3, “Analyse d'échantillons”, dans le *Guide des concepts* pour un tableau qui vous guidera dans la sélection de l'option de retraitement adaptée.	**a** Sélectionnez la séquence exer3seq*iii*. La boîte de dialogue Save Reasons for Changes apparaît. **b** Entrez les informations demandées et cliquez sur **Save**. **c** Sélectionnez **Actions > Reprocess** dans la barre de menu supérieure.
2 Sélectionnez l'option de retraitement utilisant tous les autres paramètres de la méthode d'origine, sauf les paramètres d'intégration et valeurs par défaut de variables d'échantillon. Dans le système Cerity, toutes les informations d'échantillon, de séquence, de méthode et d'instrument sont attachées au résultat.	**a** Sélectionnez **Use the method revision now attached to the result**. **b** Cliquez sur **OK**. Le système Cerity utilise les paramètres de la méthode utilisée à l'origine pour analyser la séquence, le nouveau paramètre d'intégration manuelle et les nouvelles variables d'échantillon pour traiter la séquence. 

Etapes	Instructions détaillées
3 Suivez le retraitement jusqu'à son achèvement.	**a** Sélectionnez la séquence exer3seq*iii*. **b** Cliquez sur l'onglet **Sequence Options**.  Quand le système a terminé le retraitement, le message “Completed Reprocessing” apparaît sur le panneau Sequence Options. 

Exercice avancé n° 4a
Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à plusieurs niveaux

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Créer une séquence avec une méthode définie pour un étalonnage global à plusieurs niveaux, une quantification ESTD et des quantités de composés variables
- Entrer de nouvelles informations pour un échantillon isolé ou un standard
- Modifier une séquence pendant une analyse
- Consulter les résultats pour afficher la procédure d'étalonnage globale multi-niveau
- Consulter les rapports de quantification préliminaire d'injection unique et le rapport de séquence

Vous pouvez choisir entre deux méthodes pour cet exercice :

- Une copie de defexer4*iii*, la méthode d'instrument copiée à partir de la méthode par défaut fournie avec le système.
- Exer4*iii*, la méthode que vous avez créée dans la section “Exercice avancé n° 4 Définir une méthode étalonnée sur plusieurs niveaux pour une séquence”, page 107.

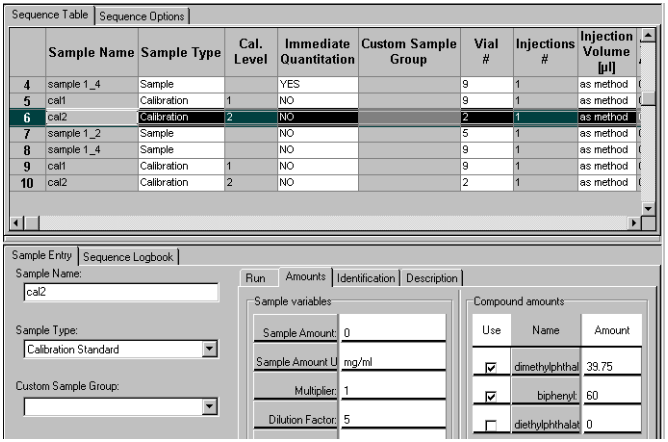
Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

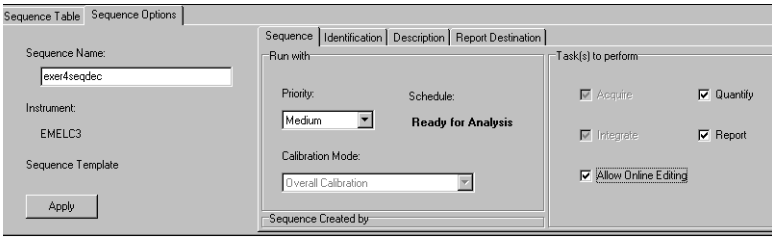
Avant de commencer

Lisez la section “Analyse d'échantillons de routine”, page 9.

Stabilisez l'instrument. Consultez la section “Exercice de base n° 1 Stabiliser l'instrument”, page 11.

Tâche 1. Créer une séquence et entrer les informations d'échantillon et de séquence

Etapes	Instructions détaillées
1 Créez une nouvelle séquence. Donnez à la séquence le nom exer4seq*iii*, où *iii* représente vos initiales. Utilisez une des deux méthodes : • defexer4*iii* • exer4*iii* (créée avec l'Exercice 4 de Définition de méthodes)	• Pour des instructions détaillées, consultez la section "Tâche 1. Créer une séquence", page 31. Après la création d'une séquence, le numéro de révision est égal à 1.
2 Entrez les valeurs de quantités et de variables d'échantillon. Pour le premier échantillon sample 1_2, entrez : • Quantité d'échantillon – 2,5 mg • Facteur de dilution – 2 • Pureté – 0,93	**a** Sélectionnez **Instrument** sur la liste Current View. **b** Développez le dossier d'instrument. **c** Sélectionnez exer4seq*iii*. **d** Sélectionnez le premier échantillon sample 1_2 dans Sequence Table. **e** Cliquez sur l'onglet **Amounts**. **f** Entrez 2,5 pour **Sample Amount**. **g** Changez la valeur **Dilution Factor** en 2. **h** Changez la valeur **Purity** en .93.
3 Entrez les quantités de composés. Pour quantifier un composé de l'échantillon, vous devez sélectionner la quantité de composé pour le standard. Pour le deuxième jeu de standards d'étalonnage pour le dimethylphtalate, entrez les quantités de composés : • Cal1 – 10,17 µg • Cal2 – 37,62 µg	**a** Cliquez sur l'onglet **Sequence Table** et sélectionnez Cal1 dans le deuxième jeu de standards. **b** Entrez 10.17 pour Compound amount. **c** Sélectionnez Cal2 pour le deuxième jeu de standards. **d** Entrez 37.62 pour Compound amount. 

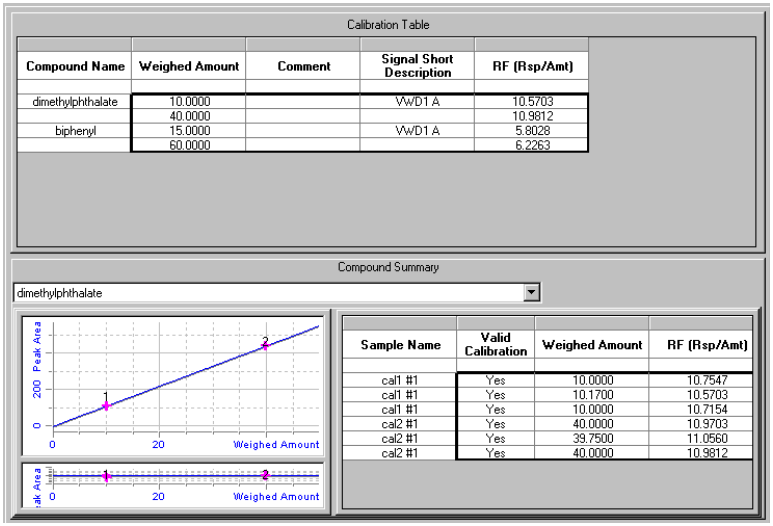
Etapes	Instructions détaillées
4 Entrez les tâches à effectuer lors de l'analyse : Quantification, rapport, autoriser la modification en ligne.	**a** Sélectionnez la séquence que vous venez de créer. **b** Cliquez sur l'onglet **Sequence Options**. **c** Vérifiez que les cases **Quantify** et **Report** sont cochées pour la ou les tâches à effectuer. **d** Cochez la case **Allow Online Editing**. 
5 Entrez le chemin de destination pour les rapports, sans les imprimer : Entrez Exercise4*iii*, où *iii* représente vos initiales.	• Pour des instructions détaillées, consultez la section étape 3 en page 33.
6 Enregistrez la séquence.	• Sur la barre d'outils Standard, cliquez sur et entrez les motifs de changement avec votre mot de passe, si nécessaire. Après enregistrement de la séquence, le numéro de révision augmente d'une unité. Le numéro de révision est ici égal à 2.

Tâche 2. Modifier la séquence pendant l'analyse

Etapes	Instructions détaillées
1 Analysez la séquence quand l'instrument est prêt.	• Pour des instructions détaillées, consultez la section "Tâche 3. Analyser et suivre la séquence", page 34, étapes 1 et 2. Notez que la séquence disparaît sous le dossier d'instrument. Après l'analyse de la séquence, le numéro de révision augmente d'une unité. Le numéro de révision est ici égal à 3.
2 Modifiez la séquence pendant l'analyse : Après la sortie du dernier pic pendant l'analyse du premier standard, quantifiez immédiatement le premier échantillon sample 1_4 de la séquence.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez l'instrument. **b** Sur l'espace de travail de l'instrument, cliquez sur l'onglet **Worklist**. **c** Sélectionnez la séquence. **d** Après la sortie du dernier pic pendant l'analyse du premier standard, cliquez sur , dans la barre d'outils. La séquence dans la liste de travail affiche maintenant "Preparing to edit". Quand l'analyse de l'échantillon est terminée, la séquence s'arrête et le statut devient "Editable". Instrument Panel / Worklist 1 exer4seqdec Preparing to edit...(1:1) Sequence exer4dec 500 N/A N/A Instrument Panel / Worklist 1 exer4seqdec Editable Sequence exer4dec 500 N/A N/A **e** Développez le dossier d'instrument. (Notez que la séquence a réapparu). Si la séquence n'apparaît pas, cliquez sur le bouton **Redo Query** ou appuyez sur F5. **f** Sélectionnez la séquence et sélectionnez le premier échantillon sample 1_4 dans Sequence Table. **g** Faites un double-clic dans la cellule **Immediate Quantitation**. **h** Faites un double-clic sur **Yes**. **i** Enregistrez et analysez la séquence. Le numéro de révision passe à 4 après l'enregistrement de la séquence. Le numéro de révision passe à 5 après l'analyse de la séquence. **j** Sélectionnez l'instrument et cliquez sur l'onglet **Worklist**. (La séquence commence par le deuxième standard). Instrument Panel / Worklist 1 exer4seqdec Running(2:1) Sequence exer4dec 500 N/A N/A

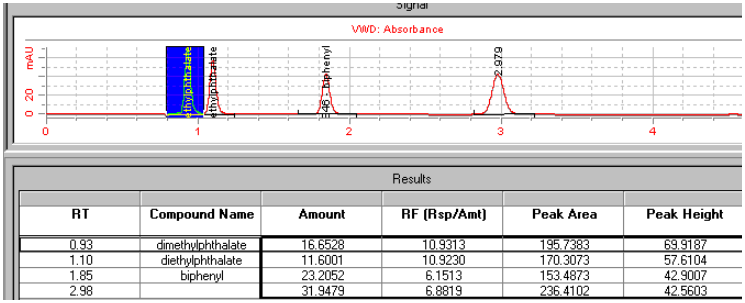
Tâche 3. Consulter les résultats d'étalonnage

Etapes	Instructions détaillées
1 Consultez la table et la courbe d'étalonnage. Si vous avez analysé l'échantillon plus de 7 jours auparavant, vous devez modifier la requête pour extraire les anciens résultats de la base de données. Consultez l'aide en ligne *How To*, “Define a query”. Notez que quand vous affichez pour la première fois les résultats de séquence dans la vue Result View, le numéro de révision est égal au nombre d'enregistrements effectués plus le nombre d'exécutions d'analyse. Dans cet exercice, le numéro de révision du résultat de la séquence est 5. Consultez le chapitre 5, “Analyse d'échantillon” dans le *Guide des concepts* pour plus d'informations sur les numéros de révision de séquence et d'étalonnage.	**a** Sélectionnez **Result** sur la liste Current View. **b** Sélectionnez **AllSeqNotApprovedRunLast7Days** sur la liste Query. **c** Développez le dossier **exer4seq*iii***. Un dossier apparaît, il contient les résultats d'étalonnage et d'injection unique. **d** Sélectionnez un des dossiers **Calibration - exer4seq*iii* Calib Rev 5**. La table et la courbe d'étalonnage apparaissent dans l'espace de travail.



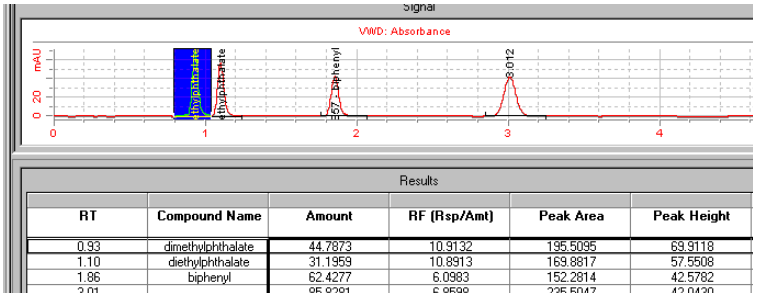
e Affichez l'utilisation des standards par le système dans l'étalonnage global pour quantifier les échantillons par rapport à l'étalonnage à un seul niveau de l'exercice 3a.

Etapes	Instructions détaillées
2 Consultez les résultats de l'injection unique pour les deux injections d'échantillon sample 1_2. Remarquez que la valeur Amount est différente pour le premier échantillon sample 1_2. Pourquoi ? La valeur Amount est la quantité de composé dans l'échantillon. La valeur de cet exercice représente la quantité de composé dans l'injection multipliée par les valeurs du facteur de dilution et de pureté. Lors de l'entrée de cet échantillon, vous avez modifié ces valeurs.	**a** Développez un des dossiers Calibration. **b** Développez le dossier **Samples**. **c** Développez le premier dossier **sample 1_2**. **d** Sélectionnez l'injection unique. **e** Notez la valeur dans la colonne Amount.



RT	Compound Name	Amount	RF (Rsp/Amt)	Peak Area	Peak Height
0.93	dimethylphthalate	16.6528	10.9313	195.7383	69.9187
1.10	diethylphthalate	11.6001	10.9230	170.3073	57.6104
1.85	biphenyl	23.2052	6.1513	153.4873	42.9007
2.98		31.9479	6.8819	236.4102	42.5603

f Développez le deuxième dossier **sample 1_2**.
g Sélectionnez l'injection unique.
h Comparez les valeurs Amount du premier et du deuxième échantillon sample 1_2.



RT	Compound Name	Amount	RF (Rsp/Amt)	Peak Area	Peak Height
0.93	dimethylphthalate	44.7873	10.9132	195.5095	69.9118
1.10	diethylphthalate	31.1959	10.8913	169.8817	57.5508
1.86	biphenyl	62.4277	6.0983	152.2814	42.5782
2.91		85.9391	6.8599	235.5047	42.0420

Tâche 4. Consulter les rapports

Etapes	Instructions détaillées
1 Consultez les deux rapports d'injection unique pour le premier échantillon sample 1_2 et sample 1_4. Remarquez que pour chaque échantillon du deuxième jeu ne correspond qu'un seul dossier parce qu'ils n'ont pas été sélectionnés pour quantification immédiate.	**a** Sélectionnez **Start > Programs > Agilent Cerity > Report Viewer**. **b** Sélectionnez **File > Open**, ou cliquez sur le bouton **Open**. **c** Développez le dossier **Exercise4***iii*. **d** Développez le dossier **003 Multi-Injection Summary Group** et développez le dossier **01 Sample single injection**. **e** Faites un double-clic sur **default.htm**. Notez les quantités de composé. **f** Développez le dossier **003 Multi-Injection Summary Group 0001** et développez le dossier **01 Sample single injection**. **g** Faites un double-clic sur **default.htm**. Notez les quantités de composé. **h** Répétez les étapes d-g pour les dossiers **004 Multi-Injection Summary Group**.
2 Consultez la quantité d'échantillon correspondant au premier échantillon sample 1_2 dans Sequence Report.	**a** Cliquez sur le bouton **Open** et développez le dossier **Exercise4***iii*. **b** Développez le dossier **Sequence** et faites un double-clic sur 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

Exercice avancé n° 4b
Modifier les variables d'échantillon dans la méthode et retraiter

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Modifier un paramètre d'intégration dans la méthode
- Supprimer un point d'étalonnage
- Modifier la séquence pour qu'aucun échantillon ne soit quantifié immédiatement après le traitement
- Retraiter la séquence avec la révision la plus récente de la méthode
- Ajouter une variable d'échantillon à la méthode
- Retraiter la séquence après ajout de la variable
- Regénérer les rapports

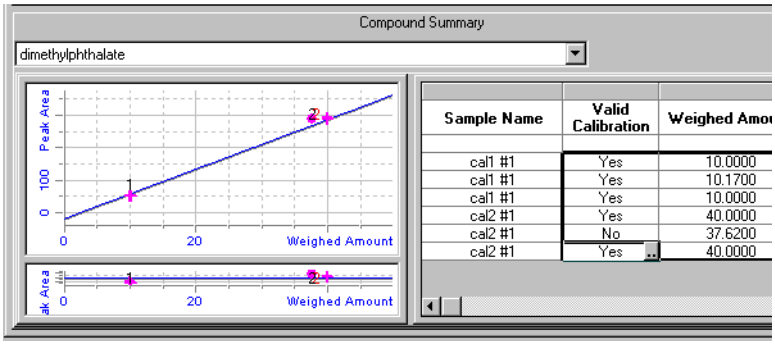
Vous devez utiliser les données produites par l'exercice 4a.

Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

Avant de commencer

Lisez la section “Analyse d'échantillons de routine”, page 9.

Tâche 1. Mettre à jour la méthode et le résultat

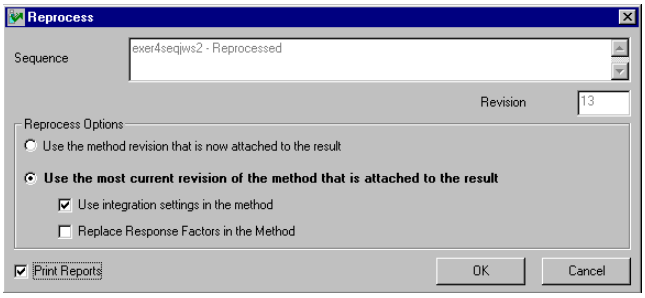
Etapes	Instructions détaillées
1 Modifiez le paramètre d'intégration de la méthode. Définissez un rejet de 0. Si vous utilisez une copie de la méthode defexer4*iii*, vérifiez que personne d'autre ne l'a modifiée. Vérifiez les anciennes révisions. Si la méthode a été modifiée, faites une autre copie de la méthode par défaut. Consultez la section "Avant de commencer", page 5.	**a** Sélectionnez **Method** sur la liste Current View. **b** Développez le dossier **exer4*iii***. **c** Développez le dossier **Data Analysis**. **d** Sélectionnez **Integration**. **e** Cliquez sur la cellule **Height Reject** et entrez 0. **f** Enregistrez la méthode.
2 Supprimez le deuxième point d'étalonnage Cal2 pour le dimethylphthalate.	**a** Sélectionnez **Result** sur la liste Current View. **b** Développez le dossier **exer4seq*iii***. **c** Sélectionnez le dossier **Calibration - Exer4*iii***. **d** Cliquez sur la cellule Calibration pour le deuxième étalonnage Cal2. **e** Cliquez sur le bouton **..** , et faites un double-clic sur la cellule pour changer Yes en **No**. 

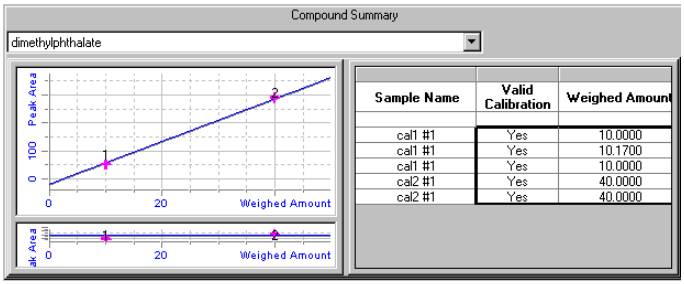
Etapes	Instructions détaillées
3 Modifiez la séquence pour qu'aucun échantillon ne soit quantifié immédiatement lors du traitement.	**a** Sélectionnez la séquence exer4seq*iii*. **b** Dans la table de séquence, faites un double-clic sur la cellule **Immediate Quantitation** pour le premier échantillon Sample1_2. **c** Faites un double-clic sur **No**. **d** Répétez les étapes b et c pour le premier échantillon Sample1_4. **e** Enregistrez le résultat modifié. Remarquez que le numéro de révision augmente de 1 unité.

Sequence Table | Sequence Options

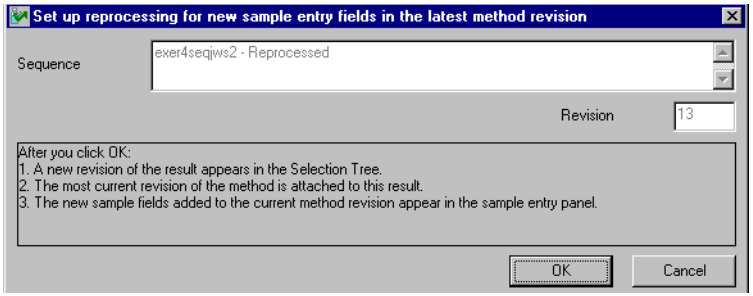
	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Immediate Quantitation	Custom Sample Group	Vial #	Injections #
1	cal1	Calibration	1	NO		2	1
2	cal2	Calibration	2	NO		3	1
3	sample 1_2	Sample		NO		5	1
4	sample 1_4	Sample		NO		9	1
5	cal1	Calibration	1	NO		2	1

Tâche 2. Retraiter et consulter le résultat

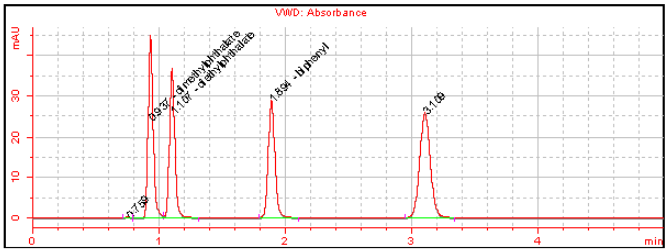
Etapes	Instructions détaillées
1 Retraitez la séquence avec la révision la plus récente de la méthode. • Utilisez les paramètres d'intégration de la méthode. • Définissez l'impression des rapports (régénération).	**a** Sélectionnez la séquence exer4seq*iii*. **b** Sélectionnez **Actions > Reprocess**. **c** Sélectionnez **Use the most current revision of the method that is attached to the result**. **d** Cochez la case **Use integration settings in the method**. **e** Cochez la case **Print Reports**. **f** Cliquez sur **OK**. **g** Pour poursuivre le retraitement, cliquez sur l'onglet **Sequence Options**. 
2 Vérifiez que la modification d'intégration apparaît dans le résultat retraité. Si vous ne pouvez pas voir le chromatogramme de standard d'étalonnage à cause du chromatogramme d'exemple, cliquez sur le bouton Layout et décochez la case Display Example Chromatogram.	**a** Développez le deuxième dossier **Calibration - Exer4***iii*. **b** Développez le dossier **Calibrations** et le dossier **Cal1**. **c** Sélectionnez **Cal1 #1**. Notez qu'un ou plusieurs pics sont maintenant intégrés et apparaissent dans la table Results.

Etapes	Instructions détaillées
3 Consultez le récapitulatif d'étalonnage.	• Sélectionnez le deuxième dossier **Calibration - Exer4*iii***. Notez que le point d'étalonnage que vous avez supprimé avant le retraitement a disparu. 
4 Consultez les rapports pour le premier jeu d'échantillons pour vérifier qu'ils ont été quantifiés avec les standards d'étalonnage.	**a** Sélectionnez **Start > Programs > Agilent Cerity > Report Viewer**. **b** Sélectionnez **File > Open**. **c** Développez **Exercise4*iii*-0001**. Notez qu'il n'existe qu'un seul rapport pour tous les échantillons. Après le premier traitement, il existait deux rapports pour les premiers échantillons Sample 1_2 et Sample 1_4.

Tâche 3. Ajouter une variable d'échantillon à la méthode et retraiter

Etapes	Instructions détaillées
1 Ajoutez une variable à la méthode. Ajoutez un diviseur appelé “facteur d'atténuation” avec une valeur par défaut égale à 3.	**a** Sélectionnez **Method** sur la liste Current View. **b** Développez la révision actuelle de exer4*iii*. **c** Sélectionnez **Sample Variables**. **d** Tapez “facteur d'atténuation” dans une cellule Divider de la table System Sample Variables. **e** Entrez la valeur 3 pour **Default Value**. **f** Enregistrez la méthode.
2 Retraitez la séquence avec la méthode modifiée. • Entrez la nouvelle valeur 7 de facteur d'atténuation du premier échantillon Sample 1_2. • Définissez l'impression des rapports (régénération).	**a** Sélectionnez **Result** sur la liste Current View. **b** Sélectionnez exer4seq*iii*. **c** Sélectionnez **Actions > Set up reprocessing for new sample entry fields**.  **d** Cliquez sur **OK**. Le panneau New Sample Entry apparaît. **e** Cliquez sur l'onglet **Amounts** et entrez 7 pour “facteur d'atténuation”. **f** Sélectionnez **Actions > Reprocess**. **g** Sélectionnez **Use the method revision now attached to the result**. **h** Cochez la case **Print Reports**. **i** Cliquez sur **OK**.

Etapes	Instructions détaillées
3 Trouvez le rapport pour le premier échantillon Sample1_2. Notez que les valeurs de quantification sont différentes après le retraitement. Le logiciel a utilisé le “facteur d'atténuation” dans le calcul.	**a** Sélectionnez **Start > Programs > Agilent Cerity > Report Viewer**. **b** Sélectionnez **File > Open**. **c** Développez **Exercise4*iii*-0002**. **d** Développez le dossier 003Multi-Injection Summary. **e** Développez le dossier 01Sample Single Injection. **f** Faites un double-clic sur Default.htm. Le rapport apparaît avec la nouvelle quantité pour 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

Exercice avancé n° 5a
Analyser une séquence pour quantifier les impuretés

Cet exercice contient une série de tâches destinées à vous aider à apprendre à consulter des résultats et des rapports d'une séquence analysée avec une méthode définie pour un étalonnage multi-niveau avec incertitudes, une quantification ISTD et des quantités de composés variables.
Vous y apprendrez à :

- Reconnaître les résultats d'un étalonnage global
- Trouver les calculs d'adaptation du système sélectionné pour la présentation de consultation de la méthode
- Trouver les calculs personnalisés définis dans la méthode
- Consulter les rapports pour les calculs définis dans le modèle de rapport

Vous pouvez choisir entre deux méthodes pour cet exercice :

- La méthode d'instrument copiée à partir de la méthode par défaut fournie avec le système, defexer5.
- La méthode créée dans la section “Exercice avancé n° 5 Définir une méthode pour une séquence permettant de quantifier les impuretés”, page 119.

Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

Avant de commencer

Lisez la section “Analyse d'échantillons de routine”, page 9.

Stabilisez l'instrument. Consultez la section “Exercice de base n° 1 Stabiliser l'instrument”, page 11.

Tâche 1. Définir et analyser la séquence

Etapes	Instructions détaillées
1 **Créez une nouvelle séquence.** Donnez à la séquence le nom exer5seq*iii*, où *iii* représente vos initiales. Utilisez une des deux méthodes : • defexer5 • exer4*iii* (créée avec l'exercice 5 de Définition de méthodes)	• Pour des instructions détaillées, consultez la section "Tâche 1. Créer une séquence", page 31.
2 **Vérifiez que la quantification et le rapport sont sélectionnés.**	• Pour des instructions détaillées, consultez la section "Tâche 2. Entrer les informations d'échantillon et de séquence", page 32, étape 2.
3 **Entrez le chemin de destination pour les rapports, sans les imprimer, et enregistrez la séquence.** Entrez Exercise5*iii*, où *iii* représente vos initiales.	• Pour des instructions détaillées, consultez la section "Tâche 2. Entrer les informations d'échantillon et de séquence", page 32, étape 3.
4 **Analysez et suivez la séquence.**	• Pour des instructions détaillées, consultez la section "Tâche 3. Analyser et suivre la séquence", page 34.

Tâche 2. Consulter les résultats et les rapports

Etapes	Instructions détaillées
1 Comparez les facteurs de réponse pour le dimethylphthalate pour le premier jeu d'échantillons avec incertitudes et le deuxième jeu. Conseil : Si les facteurs de réponse n'apparaissent pas, cliquez en bas du panneau Compound Summary pour faire apparaître la barre de défilement. Remarquez que les facteurs de réponse des deuxièmes Cal1 et Cal2 pour le premier jeu d'échantillons avec incertitudes sont les mêmes que pour les premiers Cal 1 et Cal2 pour le deuxième jeu d'échantillons avec incertitudes.	**a** Sélectionnez **Result** sur la liste Current View. **b** Sélectionnez **AllSeqNotApprovedRunLast7Days** sur la liste Query. **c** Développez le dossier **exer3seq***iii*. **d** Sélectionnez le deuxième dossier **Calibration - exer3seq***iii*. Le premier dossier d'étalonnage contient l'analyse à vide. **e** Faites défiler pour voir si les facteurs de réponse ne sont pas visibles. **f** Sélectionnez le troisième dossier **Calibration - exer5seq***iii*. **g** Faites défiler pour voir si les facteurs de réponse ne sont pas visibles. **h** Comparez les facteurs de réponse.

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

Etapes	Instructions détaillées
2 Consultez les calculs d'adaptation du système pour Cal1 n° 1 sous le deuxième dossier d'étalonnage. Notez les valeurs Moyenne de pourcentage d'impuretés spécifiées et Moyenne de pourcentage d'impuretés non spécifiées définies comme calculs personnalisés dans la méthode.	**a** Développez le deuxième dossier **Calibration - exer3seq***iii* **Calib**. **b** Développez le dossier **Calibrations**. **c** Développez le dossier Cal1. **d** Sélectionnez Cal1 #1. **e** Consultez la table Results pour les calculs d'adaptation du système. Vous pouvez devoir cliquer en bas de la table pour faire afficher la barre de défilement.

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

Etapes	Instructions détaillées
3 Consultez les résultats de pourcentage d'impuretés pour le premier échantillon Sample 1_2 et pour le groupe d'échantillons. Remarquez que les valeurs de pourcentage d'impuretés dépassent les limites correspondantes.	**a** Développez le deuxième dossier **Calibration - exer3seq***iii*. **b** Développez le dossier **Samples**. **c** Sélectionnez le dossier **Sample1_2**. Notez que la moyenne de pourcentage d'impuretés spécifiées et non spécifiées apparaît ici pour les deux injections.

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 Développez le dossier **Group Results**.
e Sélectionnez **Samples**.

Les résultats pour la moyenne des pourcentages d'impuretés sur tous les échantillons apparaissent ici, tout comme les résultats des contrôles de limites pour ces impuretés.

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

Etapes	Instructions détaillées
4 Consultez le rapport d'injection unique d'échantillon pour le premier Sample 1_2 et le rapport pour le groupe d'échantillons.	**a** Sélectionnez **Start > Programs > Agilent Cerity > Report Viewer**. **b** Sélectionnez **File > Open**. **c** Développez **Exercise5***iii*. **d** Développez 003Multi-InjectionSummary. **e** Développez 01Sample Single Injection, et faites un double-clic sur default.htm. Notez les valeurs de calcul d'adaptation du système dans la table définie pour la méthode.

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 Développez **Exercise5***iii*.

g Développez **Sample Group**, et cliquez sur default.htm.

Notez les calculs et les limites de pourcentage d'impuretés définis dans les calculs personnalisés et le modèle de rapport dans la méthode.

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

Exercice avancé n° 5b
Retraiter avec une méthode différente

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Définir une méthode différente avec un nouveau composé étalonné
- Définir le retraitement pour une méthode différente
- Retraiter la séquence avec la méthode différente

Vous devez utiliser les données produites par l'exercice 5a.

Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

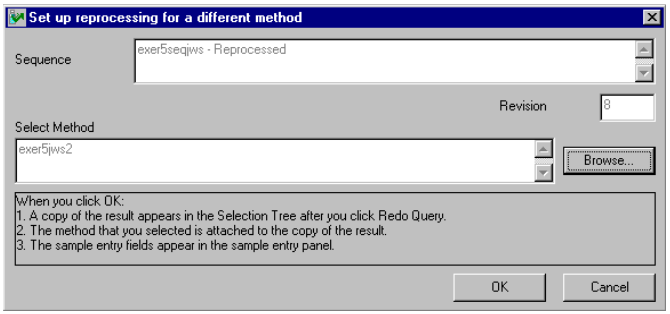
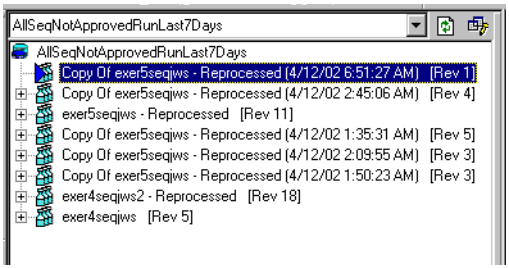
Avant de commencer

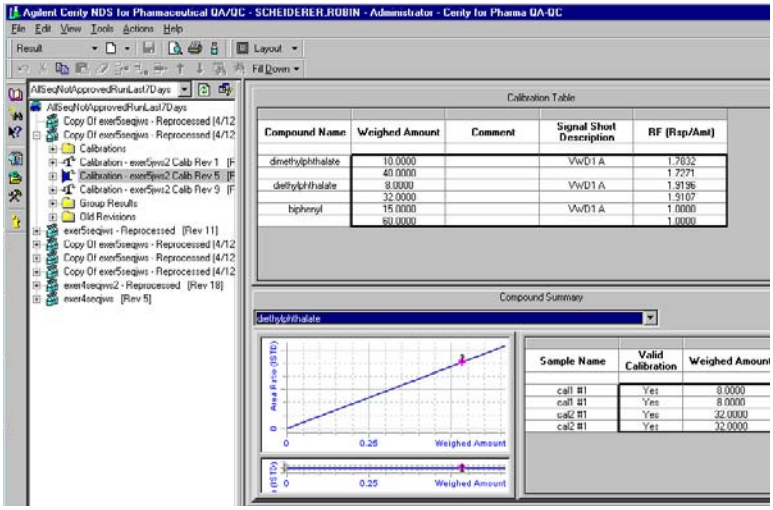
Lisez la section “Analyse d'échantillons de routine”, page 9.

Tâche 1. Définir une méthode différente

Etapes	Instructions détaillées
1 **Copiez exer5*iii* et renommez-le exer5*iii*2.** • Ou, copiez defexer5. • Ou, utilisez defexer5*iii*2 pour retraiter.	a Sélectionnez **File > New > Method**. b Cliquez sur le bouton **Browse** dans l'assistant Method Wizard. c Sélectionnez **exer5*iii***. d Entrez exer5*iii*2 dans **New Method Name** et cliquez sur **Next**. e Cliquez sur **Next** pour atteindre le panneau New Method Review. f Cliquez sur **Finish** puis sur **Save**.
2 **Ajoutez le diethylphthalate comme composé étalonné.** • Niveau d'étalonnage 1 - 8 µg • Niveau d'étalonnage 2 – 32 µg • Définissez le biphenyl comme ISTD pour ce composé.	a Développez le dossier exer5*iii*2. b Développez le dossier **Data Analysis**. c Sélectionnez **Calibration**. d Cliquez avec le bouton droit sur la table d'étalonnage et sélectionnez **Insert Compound**. e Sélectionnez diethylphthalate, cliquez sur **>** et cliquez sur **OK**. f Dans la table d'étalonnage, sélectionnez diethylphthalate. g Cliquez sur la cellule Level 1 **Use Default Amount** et cliquez sur le bouton **...** h Sélectionnez le signe **+** et entrez 8 µg dans les cellules **Weighed Amount** et **Unit**. i Répétez les étapes g et h pour Level 2 et 32 µg. j Sélectionnez **Quantitation**. k Sélectionnez diethylphthalate. l Cochez la case **Use ISTD Compound** et sélectionnez biphenyl. m Enregistrez la méthode.

Tâche 2. Retraiter le résultat de la séquence

Etapes	Instructions détaillées
1 Définissez le retraitement pour une méthode différente. Sélectionnez exer5*iii*2 ou defexer5*iii*2. Consultez le chapitre 3, “Analyse d'échantillons”, dans le *Guide des concepts* pour un diagramme qui vous aidera à sélectionner les options de retraitement adaptées.	**a** Sélectionnez **Result** sur la liste Current View. **b** Sur la liste Query, sélectionnez **MySeqNotApprovedRunLast7days**. **c** Sélectionnez le dossier **exer5seq*iii***. **d** Sélectionnez **Actions > Set up reprocessing for a different method**.  **e** Cliquez sur **Browse**, sélectionnez exer5*iii*2 et cliquez sur **OK**. **f** Cliquez sur **OK** puis sur **Save**. Une copie de la séquence apparaît dans l'arbre de sélection, prête au retraitement. Cette copie est maintenant attachée à la nouvelle méthode mais n'a plus de sous-dossier tant qu'elle n'est pas retraitée. 
2 Entrez les quantités pour le nouveau composé étalonné, diethylphthalate, pour chaque standard d'étalonnage. Niveau 1- 8 Niveau 2- 32	**a** Sélectionnez cette copie (notez la date et l'heure qui la suivent). **b** Cliquez sur l'onglet **Amount** du panneau Sample Entry dans l'espace de travail de séquence. **c** Pour chaque standard Level 1, cochez la case **Use** pour le diethylphthalate et entrez 8. **d** Pour chaque standard Level 2, cochez la case **Use** pour le diethylphthalate et entrez 32. **e** Enregistrez le résultat.

Etapes	Instructions détaillées
3 Retraitez la copie.	**a** Sélectionnez **Actions > Reprocess** **b** Vérifiez que la case **Use the method revision now attached to the result** est cochée. **c** Cliquez sur **OK**. **d** Surveillez le retraitement depuis le panneau Sequence Options. **e** Cliquez sur le bouton **Redo Query**. **f** Développez la copie. **g** Sélectionnez un dossier d'étalonnage. **h** Vérifiez que le diethylphthalate est maintenant inclus comme composé étalonné. 

Définition de méthodes

Ces exercices vous aident à apprendre à définir des méthodes pour votre laboratoire. Consultez le chapitre 4 “Définition de méthodes” dans le *Guide des concepts* pour des informations de référence qui pourront vous aider à effectuer ces exercices. L'ensemble des exercices de base et avancés inclut les rubriques suivantes :

Exercices de base

Exercice 1 – Définir une méthode de stabilisation Pour apprendre à définir un modèle de méthode et à entrer des paramètres de stabilisation de l'instrument.

Exercice 2 – Définir une méthode pour échantillons individuels permettant d'identifier des composés Pour apprendre à utiliser un chromatogramme d'exemple pour définir l'intégration et l'identification de composés pour des échantillons isolés.

Exercice 3 – Définir une méthode étalonnée à un seul niveau pour une séquence Pour apprendre à définir un étalonnage à un seul niveau et une seule mise à jour, une quantification ESTD et des quantités fixes de composants.

Avancés

Exercice 4 – Définir une méthode étalonnée sur plusieurs niveaux pour une séquence Pour apprendre à définir un étalonnage global à plusieurs niveaux, une quantification ESTD, des quantités variables de composants et des variables d'échantillon.

Exercice 5 – Définir une méthode pour une séquence permettant de quantifier les impuretés Pour apprendre à définir une quantification ISTD, des calculs personnalisés, des limites, un étalonnage avec incertitudes et une adaptation au système.

Après la configuration des méthodes des exercices 1-5, vous pourrez les utiliser pour analyser les échantillons et séquences des exercices 1-5 de la section—“Analyse d'échantillons de routine”.

Avant de commencer

Lisez la section “Avant de commencer”, page 5!

Votre administrateur système doit avoir configuré un chromatographe en phase liquide série Agilent 1100 LC pour votre système.

Si vous prévoyez de copier une méthode par défaut pour créer une méthode comme dans l'exercice 3 ou 5, vérifiez que les méthodes par défaut se trouvent dans votre base de données. Sur la liste Query, sélectionnez AllMethodsRestored pour afficher defexer1-5. Si les méthodes voulues n'apparaissent pas, consultez les instructions de la section “Avant de commencer” pour transférer ces méthodes depuis le CD-ROM vers votre base de données.

Exercice de base n° 1
Définir une méthode de stabilisation

Cet exercice est constitué d'une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Créer un modèle de méthode pour définir des paramètres d'instrument
- Définir des paramètres d'instrument
- Enregistrer et auditer les changements de méthode
- Consulter l'historique des changements de méthode

Un *modèle de méthode* est un cadre permettant de n'entrer que les conditions et paramètres nécessaires pour l'acquisition et le traitement des données. Une *méthode* est un modèle contenant les valeurs de paramètres entrées.

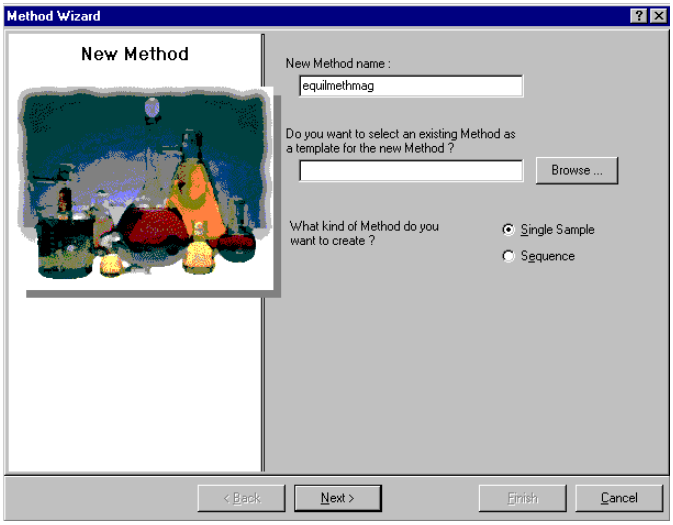
Utilisez cette méthode pour stabiliser l'instrument comme indiqué dans le chapitre “Exercice de base n° 1 Stabiliser l'instrument”, page 11.

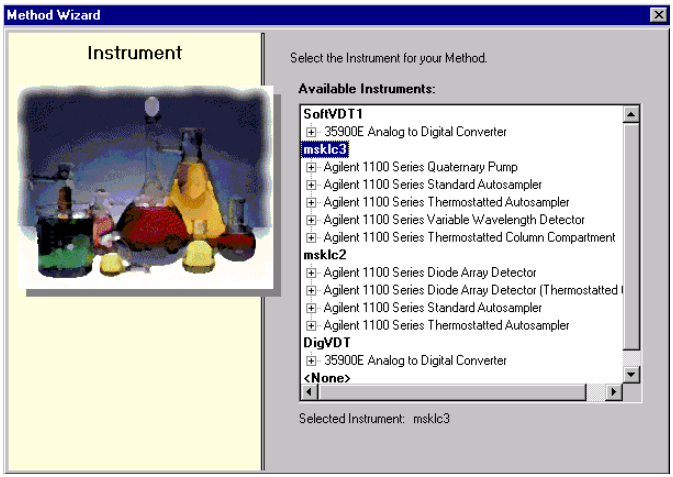
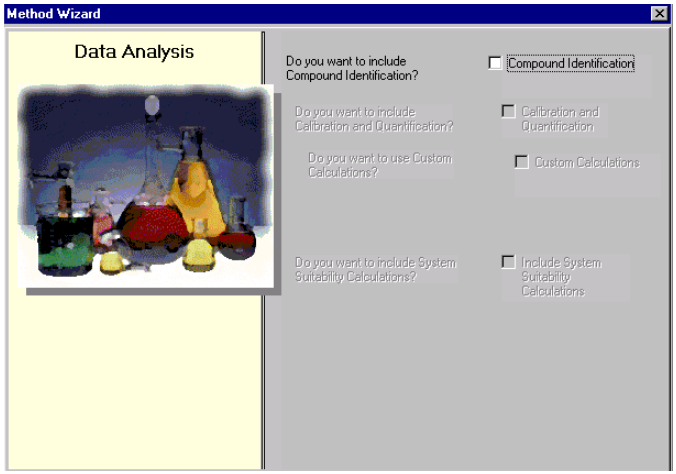
Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

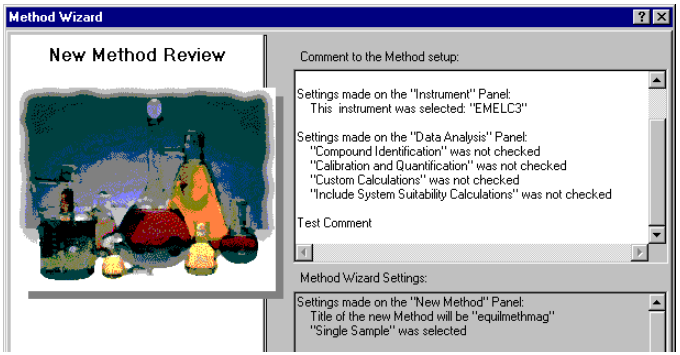
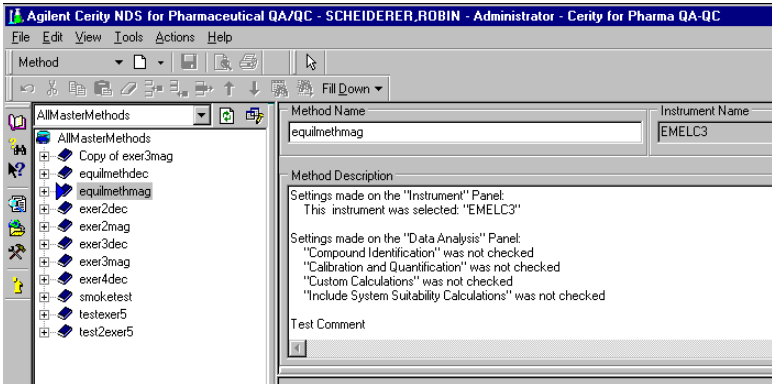
Avant de commencer

Lisez la section “Définition de méthodes”, page 71 pour la définition des méthodes.

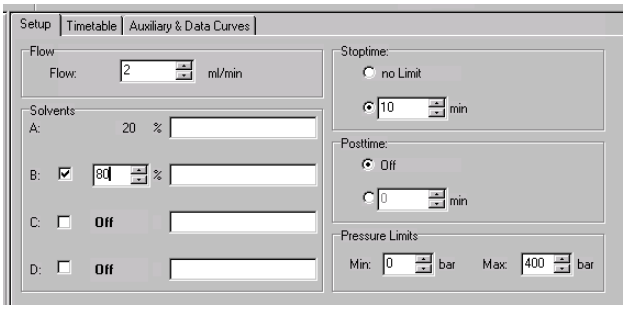
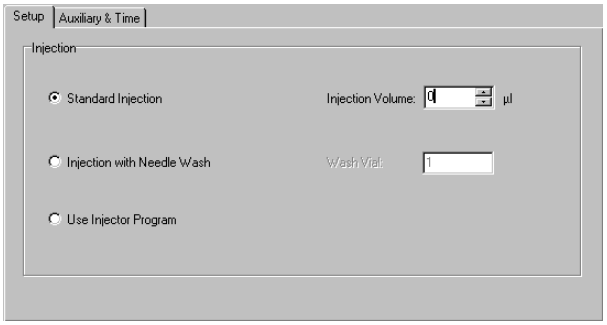
Tâche 1. Créer un modèle de méthode pour entrer des paramètres d'instrument

Etapes	Instructions détaillées
1 Créez un modèle de méthode pour un échantillon individuel. • Donnez au modèle de méthode le nom equilmeth*iii*, où *iii* représente vos initiales.	**a** Sélectionnez **File > New > Method** ou cliquez sur ☐ et sélectionnez **Method**. L'assistant Method Wizard apparaît. **b** Sur le panneau New Method, entrez pour **Method Name**, equilmeth*iii*. **c** Sélectionnez **Single Sample**.  **d** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau d'instruments.

Etapes	Instructions détaillées
2 Sélectionnez l'instrument à stabiliser.	**a** Sur le panneau d'instruments, sélectionnez l'instrument à stabiliser. Les instruments qui apparaissent dans la liste **Available Instruments** dépendent de la configuration de votre système de données en réseau Cerity.  **b** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau Data Analysis.
3 Effacez toutes les sélections d'analyse de données.	**a** Sur le panneau Data Analysis, décochez la case **Compound Identification**.  **b** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau New Method Review.

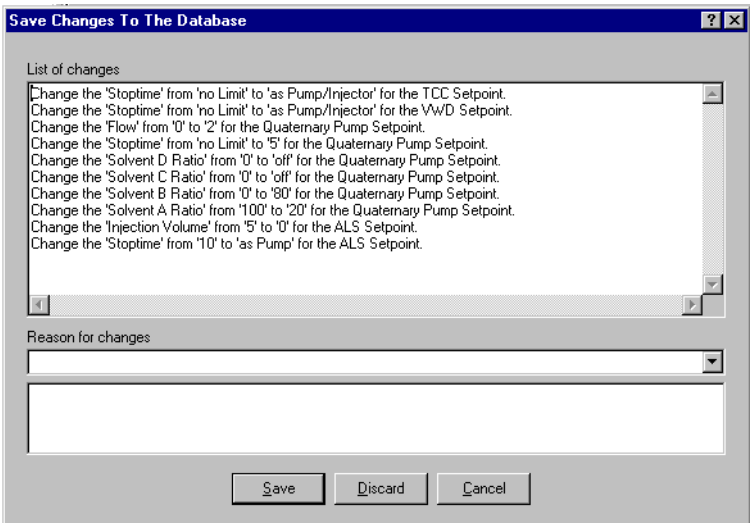
Etapes	Instructions détaillées
4 Consultez et enregistrez le modèle de méthode.	**a** Sur le panneau New Method Review, consultez les paramètres de la section **Method Wizard Settings**. **b** Ajoutez les mots “Commentaire de test” dans la section **Comment**. **c** Cliquez sur **Finish**.  **d** Cliquez sur **Save** si la boîte de dialogue Save Changes to the Database apparaît.
5 Consultez les paramètres de l'assistant Method Wizard dans la méthode.	Après enregistrement du modèle de méthode, la vue Method View apparaît. **a** Sélectionnez la méthode que vous venez de créer - equilmeth*iii*. **b** Consultez la description de la méthode dans le cadre **Method Description** de l'espace de travail. Remarquez que la description de la méthode correspond à la section Comment du panneau New Method Review de l'assistant Method Wizard. 

Tâche 2. Entrez les conditions de stabilisation de l'instrument

Etapes	Instructions détaillées
1 Définissez les paramètres de pompe : Methanol comme Solvent B : • Débit : 2 ml/min. • Composition du solvant : 80%MeOH/20%H_2O • Temps d'arrêt : 10 min. Acetonitrile comme Solvent B : • Débit : 1,5 ml/min • Composition du solvant : 65%ACN/35%H_2O • Temps d'arrêt : 10 min.	**a** Sur l'arbre de sélection, développez le dossier de la méthode equilmeth*iii*. **b** Développez le dossier **Instrument Setup** et sélectionnez **Quaternary Pump** ou **Binary Pump**. **c** Entrez une valeur **Flow** de 2 ml/min. **d** Sous **Solvents**, cochez la case **B** et entrez 80 dans la case **%**. Le pourcentage de solvent A est réglé automatiquement à 20 %. **e** Sous **Stoptime**, sélectionnez l'option **min** et entrez 10. **f** Sous **Posttime** et **Pressure Limits**, acceptez les valeurs par défaut. 
2 Réglez à zéro le volume d'injection de l'échantillonneur automatique (ALS).	**a** Sélectionnez le dossier **ALS**. **b** Cliquez sur l'onglet **Setup**. **c** Sous Injection, sélectionnez **Standard Injection**. **d** Donnez **Injection Volume** la valeur zéro. 

Etapes	Instructions détaillées
3 **Définissez le même temps d'arrêt pour tous les modules.** Temps d'arrêt : 10 min.	a Sélectionnez le dossier **ALS**. b Cliquez sur l'onglet **Auxiliary & Time**. c Sous **Stoptime**, sélectionnez l'option **as Pump**. d Sélectionnez le dossier **DAD**, **MWD** ou **VWD** qui apparaît dans votre configuration de détecteur. e Sous **Stoptime**, sélectionnez l'option **as Pump/Injector**. f Sélectionnez le dossier **TCC**. g Sous **Stoptime**, sélectionnez l'option **as Pump/Injector**. h Acceptez les valeurs par défaut pour tous les autres paramètres du module.

Tâche 3. Enregistrer et auditer les changements de méthode

Etapes	Instructions détaillées
1 Enregistrez la méthode. L'administrateur Cerity doit activer l'audit pour que la boîte de dialogue **Save Changes To The Database** apparaisse. L'administrateur Cerity peut fournir une liste de motifs et vous imposer d'entrer votre signature électronique pour fermer cette boîte de dialogue. Ces exigences peuvent n'apparaître que quand une licence Cerity GMP est installée et que l'audit est défini par l'administrateur Cerity.	**a** Sur la barre d'outils standard, cliquez sur . La boîte de dialogue **Save Changes To The Database** apparaît.  **b** Consultez la liste des changements dans **List of changes**. **c** Dans la case **Reason for changes**, entrez un motif ou sélectionnez-en un dans la liste. **d** Cliquez sur le bouton **Save**.

Etapes	Instructions détaillées
2 Consultez l'historique des changements apportés à la méthode. Si vous devez utiliser cette méthode avant d'en définir d'autres, utilisez la méthode avec Analyse d'échantillons de routine, Exercice de base n° 1, Stabiliser l'instrument.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez la méthode equilmeth*iii*. **b** Consultez la liste des changements apportés à la méthode.

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

Les changements de point de consigne individuel ne peuvent apparaître dans l'historique des changements que quand une licence Cerity GMP est installée et que l'audit est défini par l'administrateur Cerity.

Exercice de base n° 2
Définir une méthode pour échantillons individuels permettant d'identifier des composés

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Créer un modèle de méthode pour des échantillons individuels pour n'inclure que l'identification du composé dans la méthode
- Définir et enregistrer la méthode pour produire un chromatogramme d'exemple
- Utiliser un chromatogramme d'exemple pour définir l'intégration
- Définir l'identification du composé

Un *modèle de méthode* est un cadre permettant de n'entrer que les conditions et paramètres nécessaires pour l'acquisition et le traitement des données.

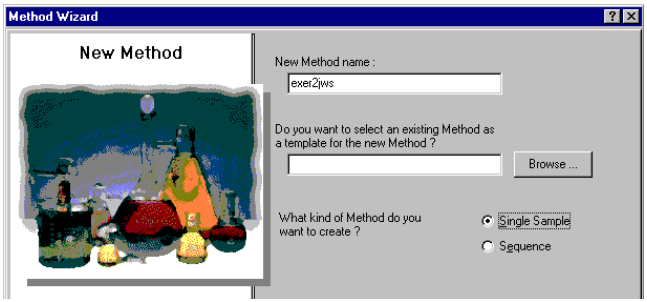
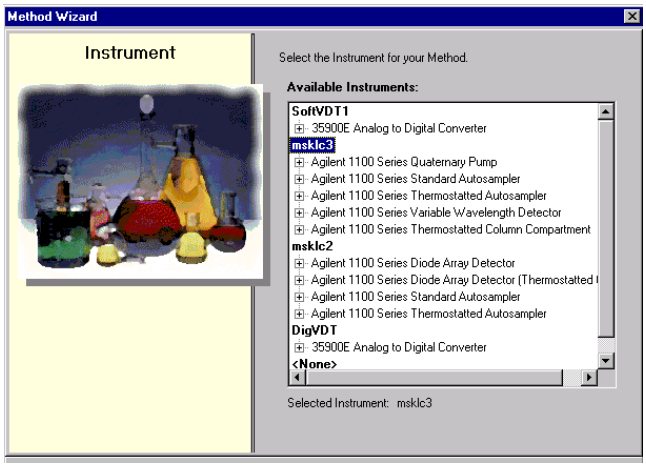
Utilisez la méthode créée dans la première partie de cet exercice pour entrer et analyser un échantillon individuel pour produire un chromatogramme d'exemple. Vous pouvez utiliser la méthode terminée pour entrer et analyser un groupe d'échantillons pour identifier des composés. Consultez les sections “Exercice de base n° 2a Analyser un échantillon individuel pour produire un chromatogramme d'exemple”, page 17 et “Exercice de base n° 3b Réintégrer et retraiter les résultats”, page 39.

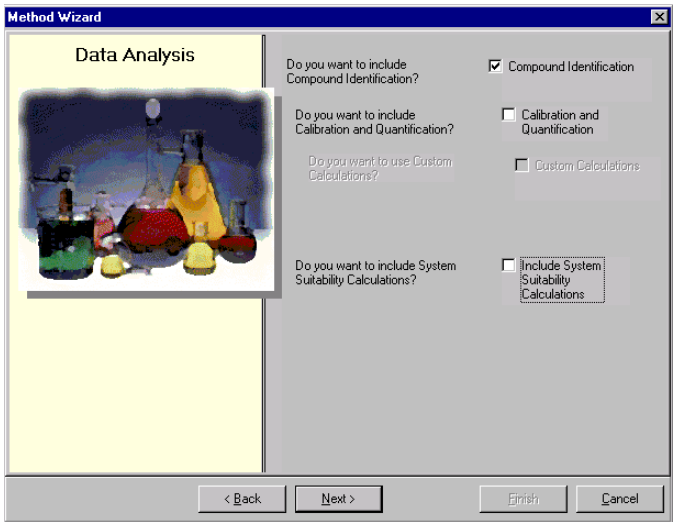
Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

Avant de commencer

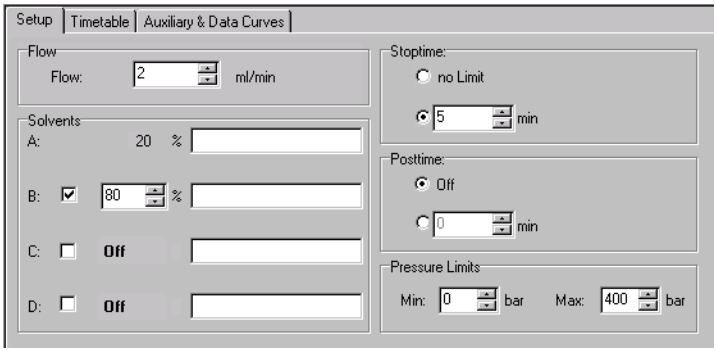
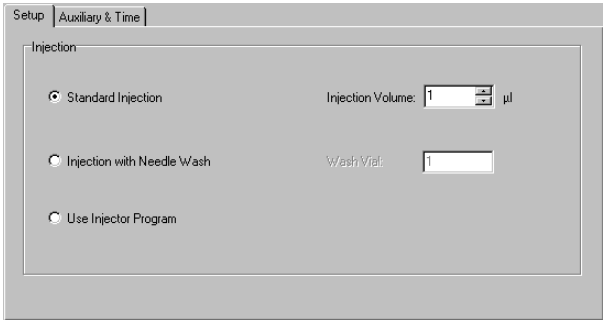
Lisez la section “Définition de méthodes”, page 71 pour la définition des méthodes.

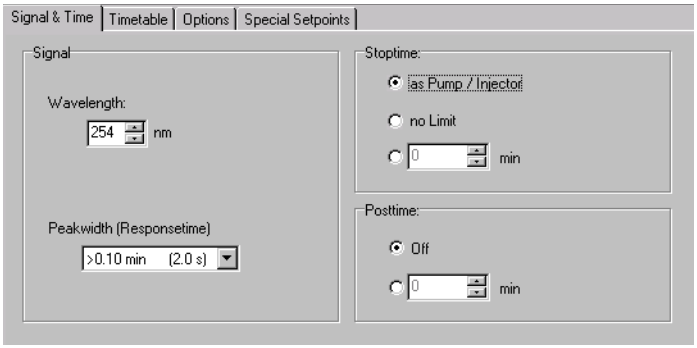
Tâche 1. Créer un modèle de méthode pour identifier des composés seulement

Etapes	Instructions détaillées
1 Créez un modèle de méthode pour un échantillon individuel. • Donnez au modèle de méthode le nom exer2*iii*, où *iii* représente vos initiales.	**a** Sélectionnez **File > New > Method** ou cliquez sur et sélectionnez **Method**. L'assistant Method Wizard apparaît. **b** Entrez exer2*iii* dans la case **Method Name**. **c** Sélectionnez **Single Sample**.  **d** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau d'instruments de l'assistant Method Wizard.
2 Sélectionnez un instrument pour la méthode.	**a** Sur le panneau d'instruments, sélectionnez l'instrument qui analysera l'échantillon.  **b** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau Data Analysis.

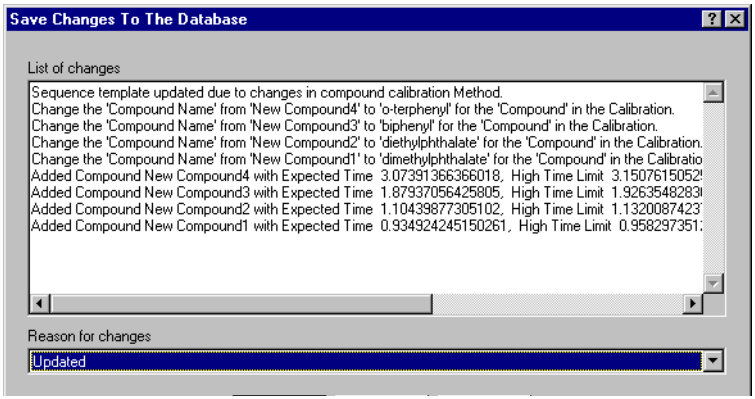
Etapes	Instructions détaillées
3 Ne cochez que Compound Identification.	**a** Sur le panneau Data Analysis, décochez les cases **Calibration and Quantification** et **Include System Suitability Calculations**.  **b** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau Identification.
4 Terminez la définition du modèle de méthode. Ne cochez aucune case dans le panneau Identification de l'assistant Method Wizard.	**a** Cliquez sur **Next** puis sur le bouton **Finish**. **b** Cliquez sur **Save** si la boîte de dialogue Save Changes to the Database apparaît.

Tâche 2. Entrez les conditions de stabilisation de l'instrument

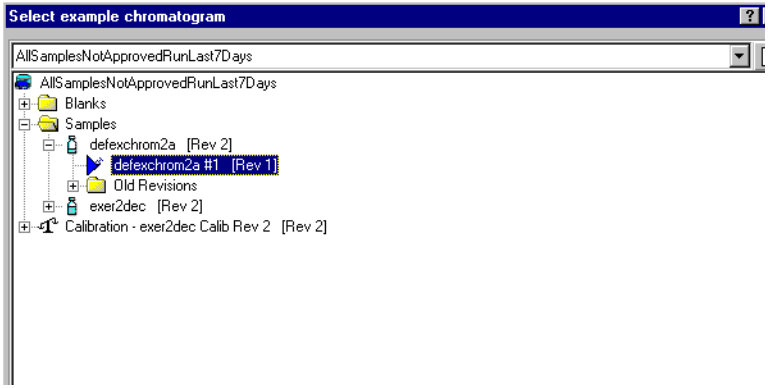
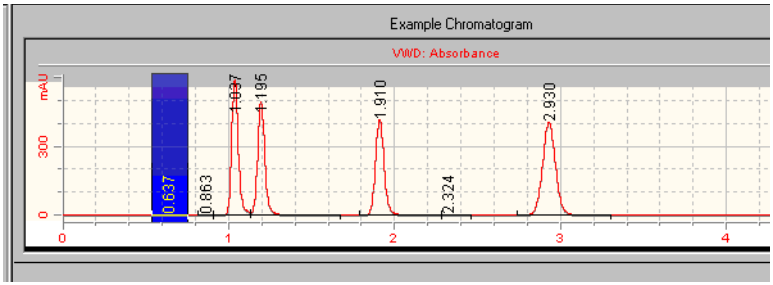
Etapes	Instructions détaillées
1 Entrez les paramètres de pompe : Methanol comme Solvent B : • Débit : 2 ml/min. • Composition du solvant : 80%MeOH/20%H_2O • Temps d'arrêt : 5 min. Acetonitrile comme Solvent B : • Débit : 1,5 ml/min. • Composition du solvant : 65%ACN/35%H_2O • Temps d'arrêt : 6 min.	**a** Sur l'arbre de sélection, développez le dossier de la méthode exer2*iii*. **b** Développez le dossier **Instrument Setup** et sélectionnez **Quaternary Pump** ou **Binary Pump**. **c** Entrez une valeur **Débit** de 2 ml/min. **d** Sous **Solvents**, cochez la case **B** et entrez 80 dans la case **%**. Le pourcentage de solvant A est réglé automatiquement à 20 %. **e** Sous **Stoptime**, sélectionnez l'option **min** et entrez 5. 
2 Entrez le volume d'injection et le temps d'arrêt de l'échantillonneur automatique. Injection Volume : 1 µl Stop Time : le même que pour la pompe	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez le dossier **ALS**. **b** Cliquez sur l'onglet **Auxiliary & Time**. **c** Sous **Stoptime**, sélectionnez l'option **as Pump**. **d** Cliquez sur l'onglet **Setup** et sélectionnez **Standard Injection**. **e** Entrez 1 µl pour **Injection Volume**. 

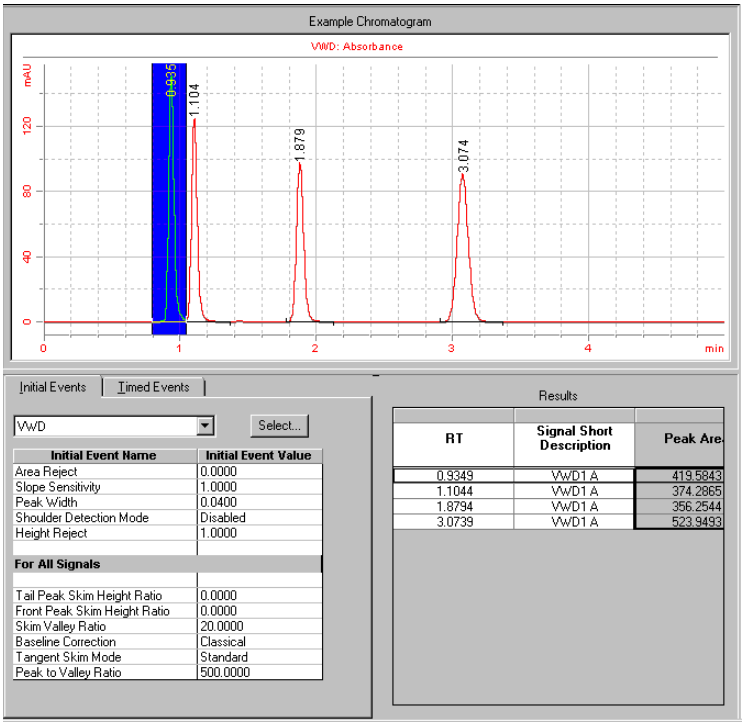
Etapes	Instructions détaillées
3 Vérifiez que le temps d'arrêt est le même pour tous les modules d'instrument. Stop Time : le même que pour la pompe	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez le dossier **VWD**. **b** Sous **Stoptime**, sélectionnez l'option **as Pump/Injector**. **c** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez le dossier **TCC**. **d** Sous **Stoptime**, sélectionnez l'option **as Pump/Injector**. 

Tâche 3. Enregistrer et auditer les changements de méthode

Etapes	Instructions détaillées
1 Enregistrez la méthode. Après enregistrement de la méthode ici, vous pouvez l'utiliser pour produire un chromatogramme d'exemple. Consultez la section "Exercice de base n° 2a Analyser un échantillon individuel pour produire un chromatogramme d'exemple", page 17. Continuez à la Tâche 4 après production d'un chromatogramme d'exemple.	**a** Sur la barre d'outils standard, cliquez sur . La boîte de dialogue **Save Changes To The Database** apparaît.  **b** Consultez la liste des changements dans **List of changes**. **c** Dans la case **Reason for changes**, entrez un motif ou sélectionnez-en un dans la liste. **d** Cliquez sur le bouton **Save**. L'administrateur Cerity doit activer l'audit pour que la boîte de dialogue **Save Changes to the Database** apparaisse. L'administrateur Cerity peut fournir une liste de motifs et vous imposer d'entrer votre signature électronique pour fermer cette boîte de dialogue.

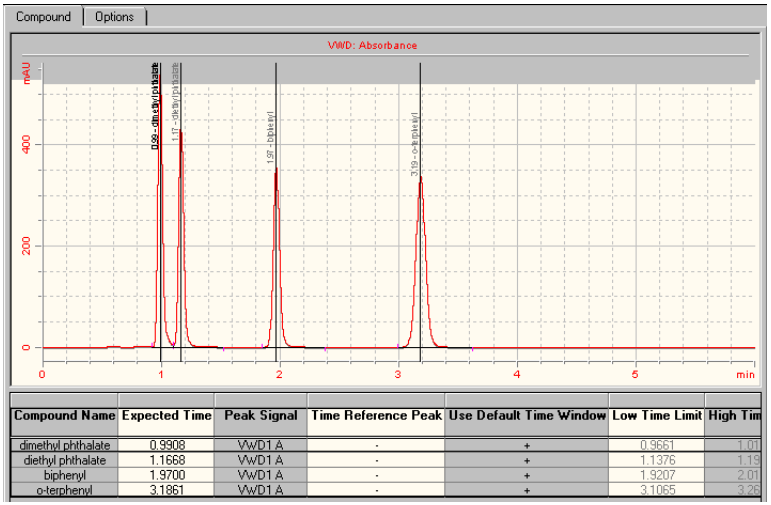
Tâche 4. Sélectionner un chromatogramme d'exemple et définir l'intégration

Etapes	Instructions détaillées
1 Sélectionnez un chromatogramme d'exemple. Si aucun chromatogramme de l'échantillon isocratique n'existe, vous devez analyser un échantillon pour produire le chromatogramme d'exemple. Consultez la section "Exercice de base n° 2a Analyser un échantillon individuel pour produire un chromatogramme d'exemple", page 17. Vous n'avez pas besoin du chromatogramme d'exemple pour définir l'intégration et l'identification, mais c'est recommandé.	**a** Sur l'arbre de sélection, développez le dossier de la méthode exer2*iii*, si nécessaire. **b** Développez le dossier **Data Analysis**. **c** Sélectionnez **Example Chromatogram**. **d** Sur la barre d'outils **Tools**, cliquez sur .  **e** Développez le dossier Samples. **f** Développez le dossier exchrom*iii* ou defexchrom2a. **g** Sélectionnez le nom de l'échantillon portant le numéro d'injection. **h** Cliquez sur le bouton **Select**. Le chromatogramme d'exemple apparaît dans l'espace de travail. 

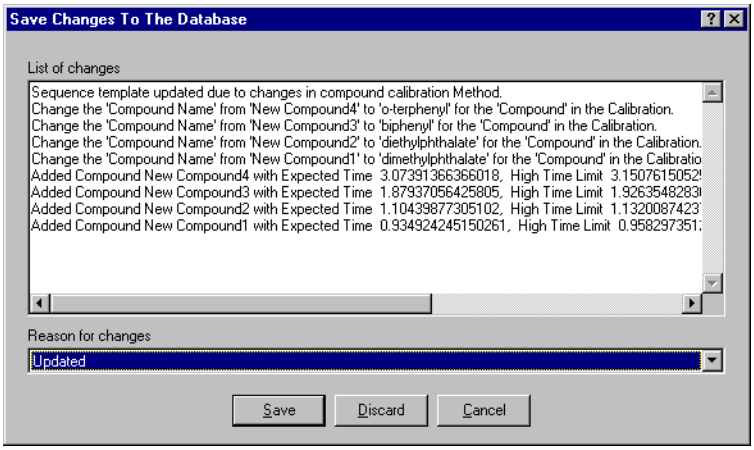
Etapes	Instructions détaillées
2 Modifiez les valeurs d'événement initial pour n'obtenir que quatre pics intégrés.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Integration** sous Data Analysis. Le chromatogramme d'exemple apparaît avec les tables d'événements d'intégration. **b** Modifiez la valeur d'événement **Height Reject** en 1 (ou la valeur la plus petite permettant d'intégrer les quatre pics principaux). **c** Cliquez sur sur la barre d'outils Actions. 

Tâche 5. Définir l'identification d'un composé

Etapes	Instructions détaillées
1 Définissez les composés suivants dans la table de composés : RT=0,9 à 1,1, dimethylphthalate RT=1,1 à 1,2, diethylphthalate RT=1,8 à 2,1, biphenyl RT=3 à 3,2, o-terphenyl	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez l'élément **Identification** pour Data Analysis. **b** Sur la barre d'outils Tools, cliquez sur . Les pics apparaissent dans la table de composés avec les noms New CompoundN, où N = 1 – 4. **c** Sous **Compound Name**, sélectionnez la première cellule et entrez dimethylphthalate. Après sélection de la cellule, entrez le nom. L'entrée précédente est remplacée. **d** Sous **Compound Name**, sélectionnez la deuxième cellule et entrez diethylphthalate. **e** Sous **Compound Name**, sélectionnez la troisième cellule et entrez biphenyl. **f** Sous **Compound Name**, sélectionnez la quatrième cellule et entrez o-terphenyl.



Compound Name	Expected Time	Peak Signal	Time Reference Peak	Use Default Time Window	Low Time Limit	High Tim
dimethyl phthalate	0.9908	VWD1 A	-	+	0.9661	1.01
diethyl phthalate	1.1668	VWD1 A	-	+	1.1376	1.19
biphenyl	1.9700	VWD1 A	-	+	1.9207	2.01
o-terphenyl	3.1861	VWD1 A	-	+	3.1065	3.26

Etapes	Instructions détaillées
2 Enregistrez la méthode. Si vous devez utiliser cette méthode pour identifier des composés avant de définir les autres méthodes de ces exercices, utilisez la méthode avec "Exercice de base n° 2b Analyser un groupe d'échantillons individuels pour identifier des composés", page 23.	**a** Sur la barre d'outils standard, cliquez sur . La boîte de dialogue **Save Changes To The Database** apparaît.  **b** Consultez la liste des changements dans **List of changes**. **c** Dans la case **Reason for changes**, entrez un motif ou sélectionnez-en un dans la liste. **d** Cliquez sur le bouton **Save**. L'administrateur Cerity doit activer l'audit pour que la boîte de dialogue **Save Changes to the Database** apparaisse. L'administrateur Cerity peut fournir une liste de motifs et vous imposer d'entrer votre signature électronique pour fermer cette boîte de dialogue.

Exercice de base n° 3 Définir une méthode étalonnée à un seul niveau pour une séquence

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Créer un modèle de méthode pour une séquence devant inclure un étalonnage à un seul niveau et une seule mise à jour avec quantification ESTD
- Définir un étalonnage et une quantification avec des quantités fixes de composés
- Définir un modèle de séquence

Un *modèle de séquence* est une table de séquences contenant l'ordre des standards d'étalonnage et échantillons que vous devez analyser avec cette méthode. Un modèle de séquence est utile si l'ordre, les noms et caractéristiques des échantillons sont très semblables à chaque analyse de séquence par cette méthode.

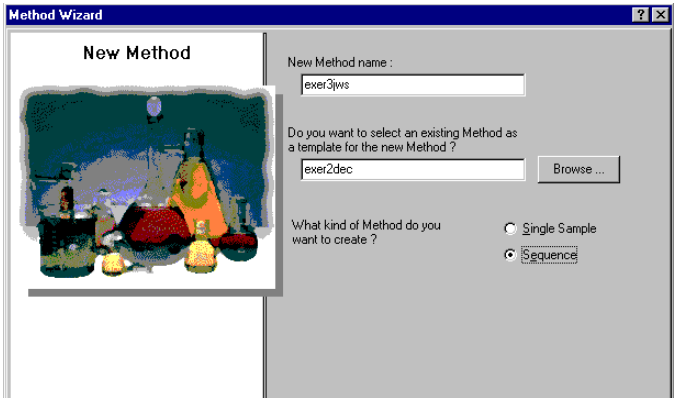
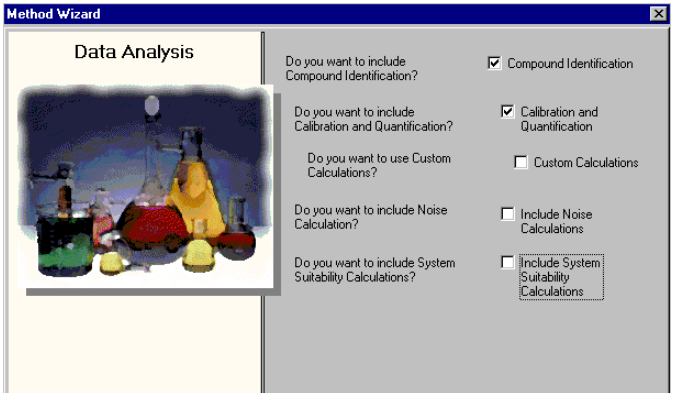
Vous pouvez utiliser cette méthode avec “Exercice de base n° 3a Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à un seul niveau” et “Exercice de base n° 3b Réintégrer et retraiter les résultats”.

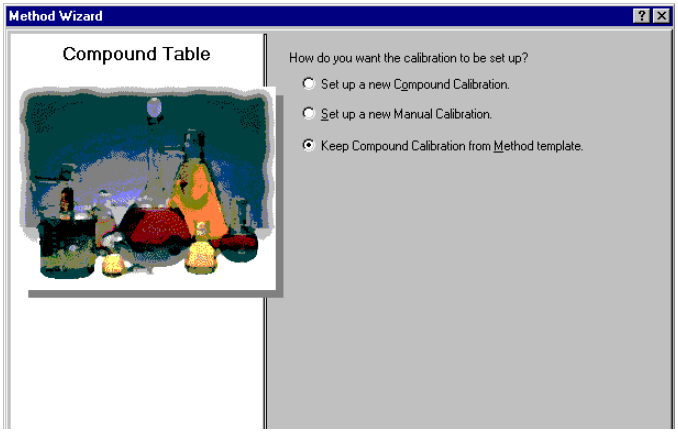
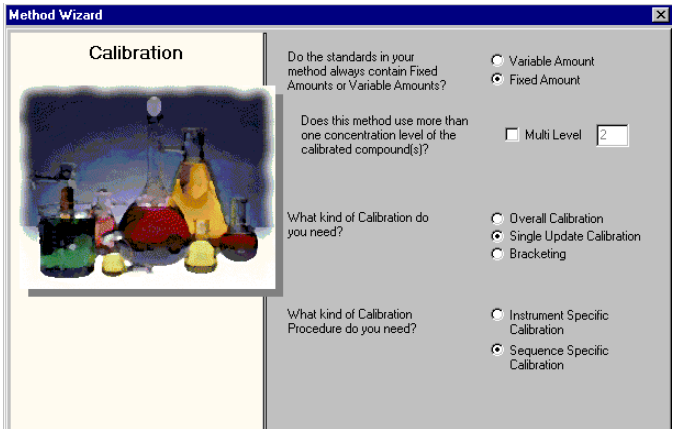
Pour les tâches des pages suivantes, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

Avant de commencer

Lisez la section “Définition de méthodes”, page 71 pour la définition des méthodes.

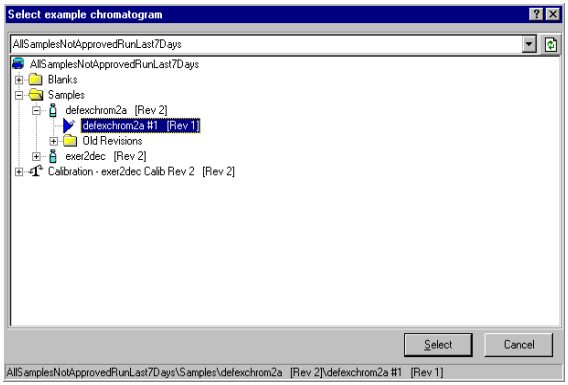
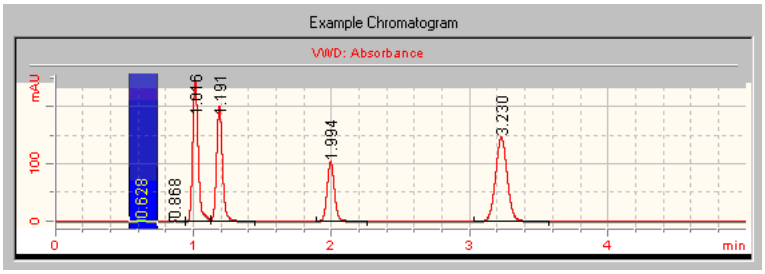
Tâche 1. Copier une méthode pour créer un modèle de méthode pour une séquence

Etapes	Instructions détaillées
1 Créez un modèle de méthode à partir d'une méthode existante. • Donnez au modèle de méthode le nom exer3*iii*, où *iii* représente vos initiales. • Utilisez la méthode exer2*iii* ou defexer2 comme modèle pour ce nouveau modèle de méthode. • Vérifiez que seuls Compound Identification et Calibration and Quantitation sont cochés. Vous devez copier une méthode pour conserver les paramètres d'instrument et d'analyse de données de l'ancienne méthode. Vous gagnerez alors le temps nécessaire à l'entrée des paramètres dans la nouvelle méthode.	**a** Sélectionnez **File > New > Method** ou cliquez sur ☐ et sélectionnez **Method**. Le panneau **Method Wizard New Method** apparaît. **b** Cliquez sur le bouton **Browse** et sélectionnez exer2*iii* ou defexer2 dans la boîte de dialogue **Method Template Selection**. **c** Entrez exer3*iii* dans la case **New Method Name**. **d** Sélectionnez **Sequence**.  **e** Cliquez sur **Next** pour atteindre le panneau **Data Analysis**. **f** Cochez la case **Calibration et Quantitation**. 

Etapes	Instructions détaillées
2 Faites les sélections nécessaires pour conserver la table de composés et définir le nouvel étalonnage. • Faites les sélections pour définir : un étalonnage à un seul point des quantités fixes de composés un étalonnage à une seule mise à jour un étalonnage spécifique de la séquence	**a** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau **Compound Table**. **b** Sélectionnez l'option **Keep Compound Calibration from Method template**. Cette option permet de conserver la table de composés de la méthode précédente (même si aucun étalonnage n'a été défini).  **c** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau **Identification**. **d** Ne cochez aucune case dans le panneau **Identification**. **e** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau **Calibration**. **f** Sélectionnez **Fixed Amount** et utilisez les options par défaut. 

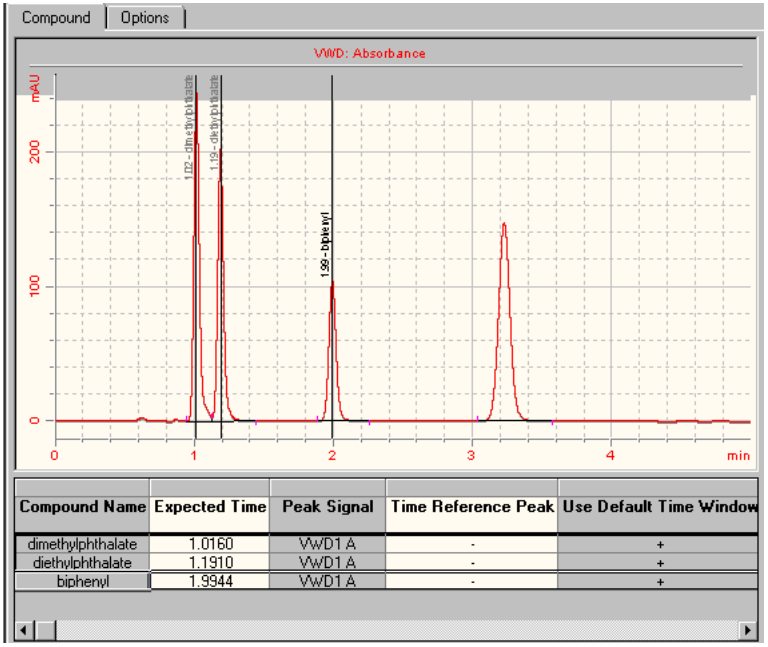
Etapes	Instructions détaillées
3 Définissez la quantification et consultez votre nouvelle méthode.	**a** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau **Quantitation**. **b** Vérifiez que la case **Limit checks** n'est pas cochée et que l'option **ESTD** est sélectionnée. **c** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau **New Method Review**. **d** Consultez les paramètres de **Method Wizard Settings**. **e** Cliquez sur le bouton **Finish** pour enregistrer votre nouvelle méthode.

Tâche 2. Sélectionner un chromatogramme d'exemple

Etapes	Instructions détaillées
1 Sélectionnez un chromatogramme d'exemple. • Utilisez le chromatogramme d'exemple produit avec l'exercice de base 2a ou 2b de "Exercice de base n° 3a Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à un seul niveau" et "Exercice de base n° 3b Réintégrer et retraiter les résultats". • Vous pouvez aussi utiliser defexchrom2a. Vous n'avez pas besoin de sélectionner un chromatogramme d'exemple. Mais il est plus facile de modifier l'identification du composé si vous le faites.	**a** Sur l'arbre de sélection, développez le dossier exer3*iii*. **b** Développez le dossier **Data Analysis**. **c** Sélectionnez l'élément **Example Chromatogram**. **d** Sur la barre d'outils **Tools**, cliquez sur .  **e** Sélectionnez le nom d'échantillon correspondant au numéro d'injection qui produit le chromatogramme d'exemple. **f** Cliquez sur le bouton **Select**. Le chromatogramme d'exemple apparaît dans l'espace de travail.  Après sélection du chromatogramme d'exemple, vous pouvez voir les paramètres d'intégration et d'identification appartenant à la méthode d'origine.

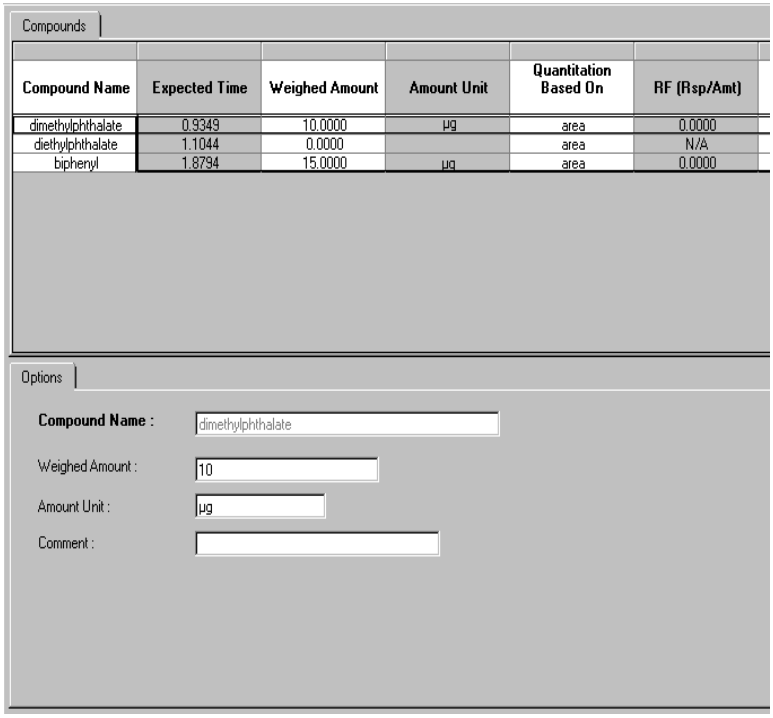
Tâche 3. Modifier l'identification du composé

Etapes	Instructions détaillées
1 Supprimez un composé de la table des composés. Supprimez le composé o-terphenyl.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Identification** sous le dossier Data Analysis. **b** Sélectionnez la cellule **o-terphenyl**. **c** Cliquez avec le bouton droit sur la cellule **o-terphenyl** et sélectionnez **Remove Compound**.



Tâche 4. Définir l'étalonnage

Etapes	Instructions détaillées
1 Définissez l'étalonnage pour le dimethylphthalate. dimethylphthalate – 10 µg	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Calibration** sous le dossier Data Analysis. **b** Sur la table d'étalonnage, sélectionnez dimethylphthalate. **c** Sur l'onglet **Options**, entrez 10 dans la case **Weighed Amount** et µg dans la case **Amount Unit**.



Etapes	Instructions détaillées
2 Définissez l'étalonnage pour le biphenyl. Biphenyl – 15 µg	**a** Sur la table d'étalonnage, sélectionnez biphenyl. **b** Sur l'onglet **Options**, entrez 15 dans la case **Weighed Amount** et µg dans la case **Amount Unit**.

Compounds

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

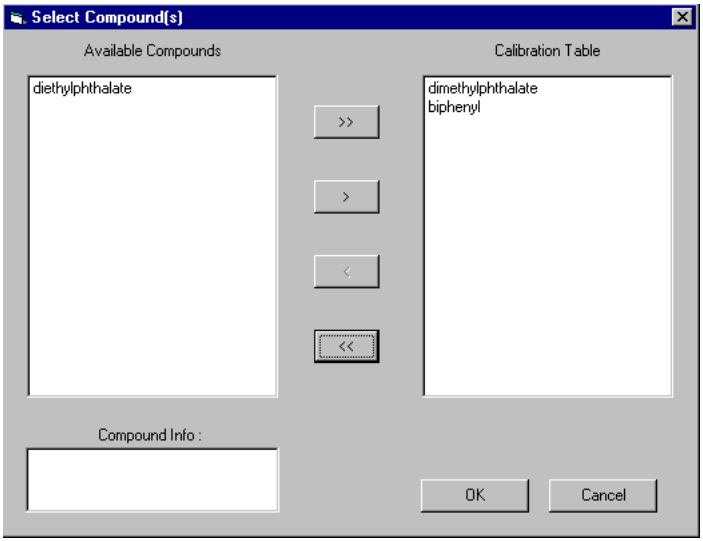
Options

Compound Name : biphenyl

Weighed Amount : 15

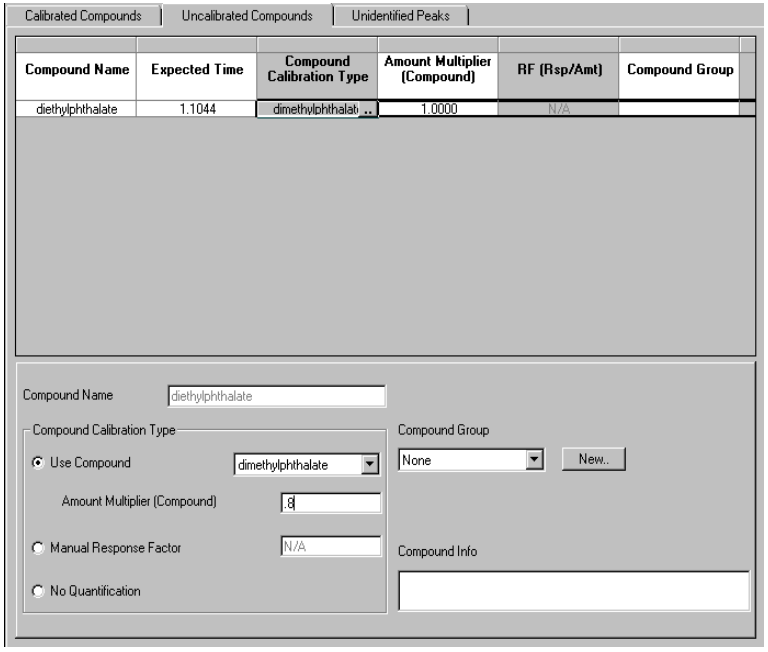
Amount Unit : µg

Comment :

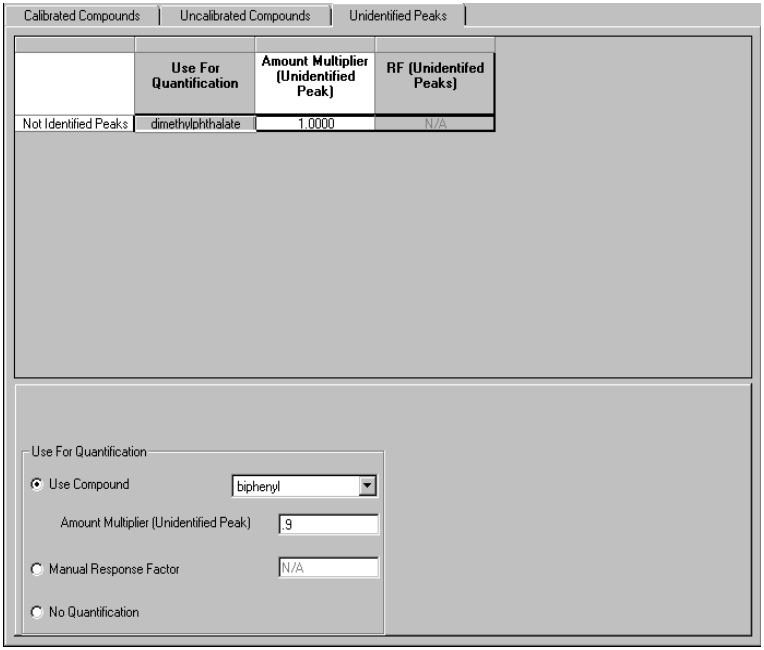
Etapes	Instructions détaillées
3 Supprimez le diethylphthalate de la table d'étalonnage.	**a** Sur la table d'étalonnage, cliquez n'importe où avec le bouton droit et sélectionnez **Remove Compound** sur le menu contextuel. La boîte de dialogue **Select Compound(s)** apparaît. **b** Dans la liste **Calibration Table**, sélectionnez diethylphthalate. **c** Cliquez sur le bouton **<** pour placer le diethylphthalate dans la liste **Available Compounds**. **d** Cliquez sur le bouton **OK**. 

Tâche 5. Définir la quantification pour les quatre pics

Etapes	Instructions détaillées
1 **Basez la quantification du diethylphthalate sur le dimethylphthalate.** Utilisez un multiplicateur de quantité de 0,8.	a Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Quantitation Setup** sous le dossier Data Analysis. b Cliquez sur l'onglet **Uncalibrated Compounds**. c Sous **Compound Calibration Type**, sélectionnez l'option **Use Compound**. d Sélectionnez dimethylphthalate sur la liste **Use Compound**. e Entrez .8 dans la case **Amount Multiplier (Compound)**.



Etapes	Instructions détaillées
2 Basez la quantification du pic non identifié sur le biphenyl. Utilisez un multiplicateur de quantité de 0,9.	**a** Cliquez sur l'onglet **Unidentified Peaks**. **b** Sous **Use for Quantitation**, sélectionnez l'option **Use Compound**. **c** Sélectionnez biphenyl sur la liste **Use Compound**. **d** Entrez .9 dans la case **Amount Multiplier (Unidentified Peak)**.

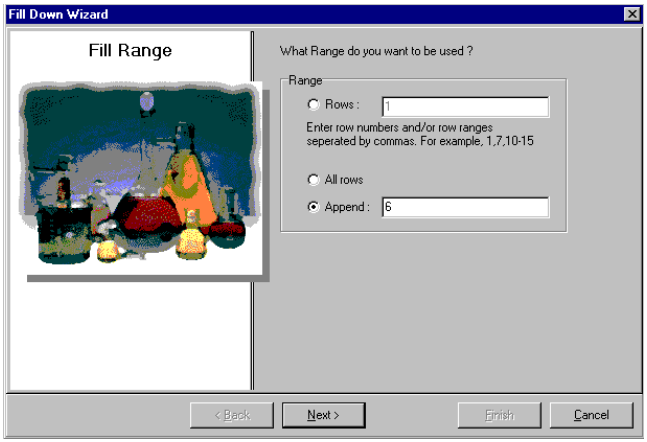


Tâche 6. Définir le modèle de séquence

Etapes	Instructions détaillées
1 Entrez les standards d'étalonnage et échantillons suivants dans le modèle de séquence : Cal1- standard isocratique pur Sample 1_2 – standard isocratique dilué à 1/2 avec du méthanol Sample 1_4 – standard isocratique dilué à 1/4 avec du méthanol **REMARQUE** Il n'est pas possible de définir un modèle de séquence avec des standards d'étalonnage tant que vous n'avez pas défini d'étalonnage dans Data Analysis.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Sequence Template** pour la méthode. **b** Sur la table d'échantillons, entrez le standard d'étalonnage pour la ligne un. • Entrez Cal1 dans la case **Sample Name**. • Sélectionnez **Calibration Standard** sur la liste **Sample Type**. • Entrez le numéro **Vial#** où se trouve ce standard sur l'ALS. • Cliquez sur le bouton **Apply** pour placer les informations d'échantillon dans la table d'échantillons. **c** Entrez sample 1_2 pour la ligne deux. • Sélectionnez Row 2 dans la table d'échantillons. • Entrez sample 1_2 dans la case **Sample Name**. • Sélectionnez **Sample** dans la liste **Sample Type**. • Entrez le numéro **Vial#** où se trouve cet échantillon sur l'ALS. • Cliquez sur le bouton **Apply** pour placer les informations d'échantillon dans la table d'échantillons. **d** Entrez sample 1_4 pour la ligne trois. • Sélectionnez Row 3 dans la table d'échantillons. • Entrez sample 1_4 dans la case **Sample Name**. • Sélectionnez **Sample** dans la liste **Sample Type**. • Entrez le numéro **Vial#** où se trouve cet échantillon sur l'ALS. • Cliquez sur le bouton **Apply** pour placer les informations d'échantillon dans la table d'échantillons.

	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

Etapes	Instructions détaillées
2 Entrez deux nouveaux jeux Cal1, sample1_2 et sample 1_4 dans le modèle. *Conseil* : Utilisez l'assistant Fill Down Wizard et la commande Copy. Les standards et échantillons du modèle définitif apparaissent dans l'ordre suivant : • échantillon d'étalonnage • deux échantillons • échantillon d'étalonnage • deux échantillons • échantillon d'étalonnage • deux échantillons	**a** Cliquez sur **Fill Down** sur la barre d'outils Edit et sélectionnez **Fill Down Wizard**. L'assistant Fill Down Wizard apparaît. **b** Sous **Range**, sélectionnez **Append**, entrez 6 et cliquez sur **Next**.



c Sur le panneau **Sample Names**, entrez cal1 dans la case **Name** et cliquez sur **Next**.

d Sur le panneau **Vial Numbers**, décochez la case à cocher **Define Vial numbers?** et cliquez sur **Finish**.

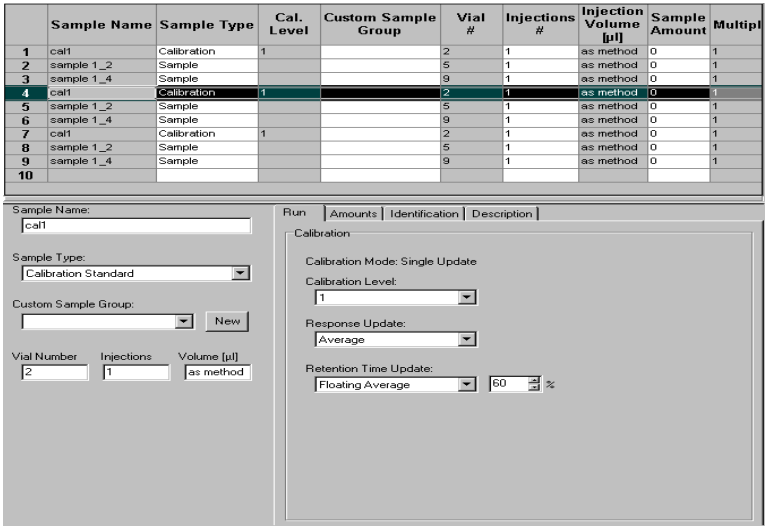
e Quand la boîte de dialogue **Apply Sample Changes** apparaît, cliquez sur **Yes.** Vérifiez que les six nouvelles lignes affichent des copies de la première ligne du modèle.

f Sélectionnez les deux échantillons des lignes 2 et 3, et cliquez sur le bouton **Copy** de la barre d'outils Edit.

g Sélectionnez les lignes 5 et 6 et cliquez sur le bouton **Paste** sur la barre d'outils Edit.

h Sélectionnez les lignes 8 et 9 et cliquez sur le bouton **Paste** sur la barre d'outils 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								

Etapes	Instructions détaillées
3 Définissez la mise à jour d'étalonnage : Premier Cal1- remplacement (pour RF et RT) Deuxième Cal1 - Moyenne pour RF et Moyenne flottante pour RT (pondéré de 60 % après RT) Troisième Cal1 - Moyenne pour RF et Moyenne flottante pour RT (pondéré de 75% après RT)	**a** Sur la table de séquence, sélectionnez le premier Cal1. **b** Cliquez sur l'onglet **Run**. **c** Sous Calibration, sélectionnez Replace dans la liste **Response Factor Update** et sélectionnez Replace sur la liste **Retention Time Update.** **d** Sélectionnez le deuxième Cal1 dans la table de séquence. **e** Sélectionnez Average sur la liste **Response Factor Update** et Floating average sur la liste **Retention Time Update**. **f** Sélectionnez 60%. **g** Répétez les étapes d et e pour le troisième Cal1. 
4 Enregistrez la méthode. Dès que cette méthode est terminée, vous pouvez l'utiliser pour analyser une séquence. Consultez les sections "Exercice de base n° 3a Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à un seul niveau", page 29 et "Exercice de base n° 3b Réintégrer et retraiter les résultats", page 39.	**a** Cliquez sur et entrez vos motifs de changement avec votre signature électronique, si nécessaire.

Exercice avancé n° 4 Définir une méthode étalonnée sur plusieurs niveaux pour une séquence

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Utiliser une méthode existante pour créer un modèle pour une séquence
- Inclure un étalonnage général multiniveau et une quantification ESTD dans la méthode
- Définir un étalonnage et une quantification avec des quantités variables de composés pour une table d'étalonnage à deux niveaux
- Définir des variables d'échantillon système
- Définir un modèle de séquence pour un étalonnage général
- Sélectionner un modèle de rapport pour un rapport d'injection de standard isolé

Consultez la section “Exercice de base n° 3 Définir une méthode étalonnée à un seul niveau pour une séquence”, page 93 pour apprendre ce qu'est un modèle de séquence.

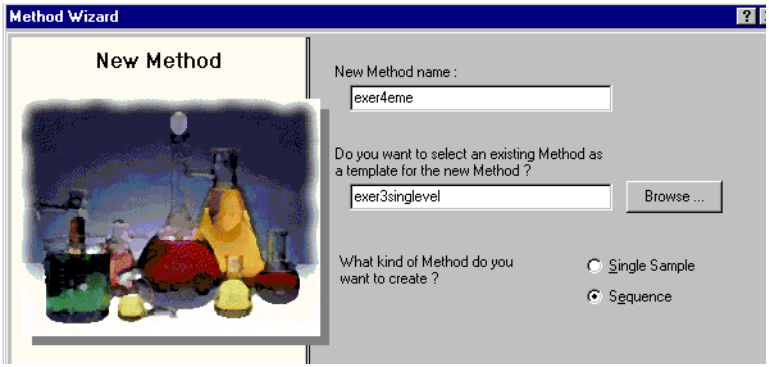
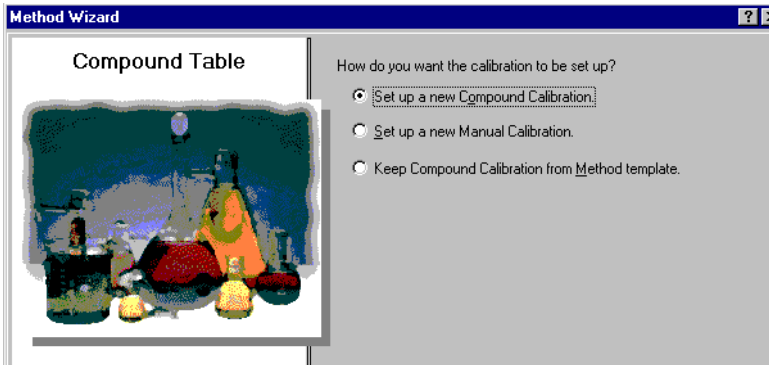
Vous pouvez utiliser cette méthode avec “Exercice avancé n° 4a Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à plusieurs niveaux”, page 45 et “Exercice avancé n° 4b Modifier les variables d'échantillon dans la méthode et retraiter”, page 53.

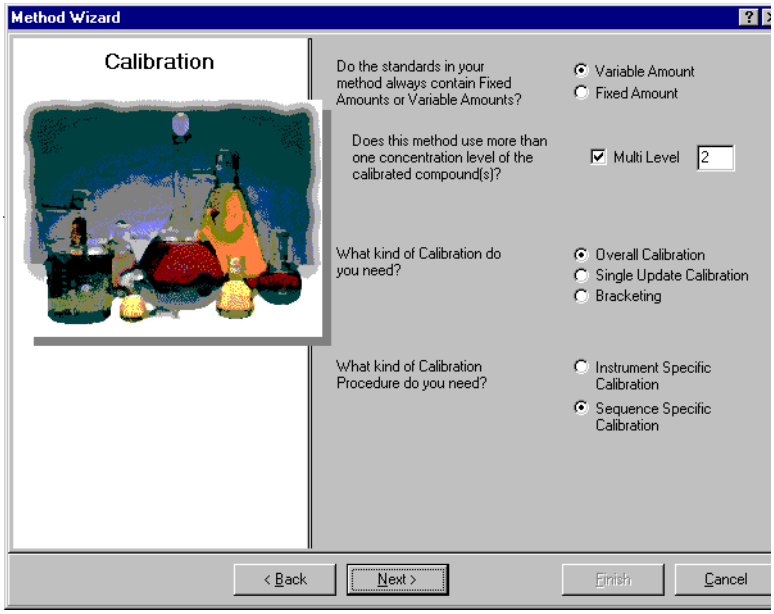
Pour les tâches de cet exercice, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

Avant de commencer

Lisez “Définition de méthodes”, page 71 pour définir des méthodes.

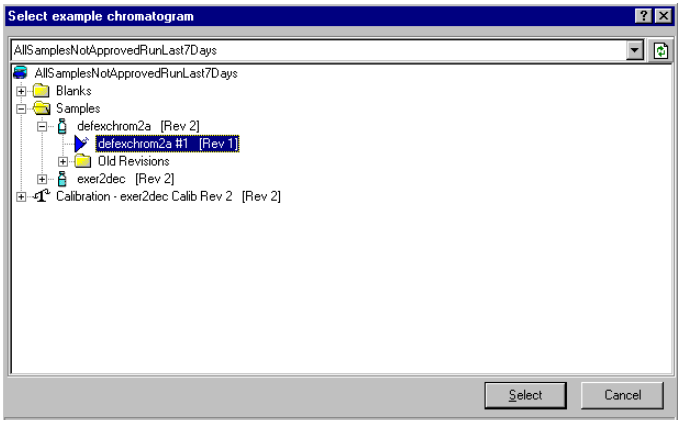
Tâche 1. Copier une méthode pour créer un modèle de méthode pour une séquence

Etapes	Instructions détaillées
1 Copiez la méthode pour créer un modèle. • Copiez soit exer3*iii*, soit defexer3. • Donnez au modèle de méthode le nom exer4iii, où *iii* représente vos initiales. • Ne changez rien jusqu'au panneau Compound Table. Remarquez que les panneaux de l'assistant Method Wizard contiennent les sélections de méthodes de l'exercice 3.	**a** Sélectionnez **File > New > Method** ou cliquez sur ☐ et sélectionnez **Method**. L'assistant Method Wizard apparaît. **b** Sur le panneau New Method, cliquez sur le bouton **Browse** et sélectionnez exer3*iii* ou defexer3. **c** Entrez exer4*iii* dans la case **New Method Name**.  **d** Cliquez sur **Next** pour atteindre le panneau Compound Table.
2 Complétez le panneau Compound Table. Pour définir un étalonnage à plusieurs niveaux, vous devez définir une nouvelle table d'étalonnage.	**a** Sur le panneau Compound Table, sélectionnez **Set up a new Compound Calibration**.  **b** Cliquez sur **Next** pour atteindre le panneau **Calibration**.

Etapes	Instructions détaillées
3 Remplissez le panneau d'étalonnage. Choisissez de définir : • un étalonnage multiniveau (2 niveaux) • des quantités de composés variables • un étalonnage général • un étalonnage spécifique de la séquence	**a** Sélectionnez **Variable Amount**. **b** Cochez la case **Multi Level** et entrez 2 niveaux. **c** Sélectionnez **Overall Calibration**.  **d** Cliquez sur **Next** pour atteindre le panneau **New Method Review**.
4 Consultez votre modèle de méthode.	**a** Sur le panneau **New Method Review**, consultez les paramètres **Method Wizard Settings**. **b** Cliquez sur le bouton **Finish** pour enregistrer votre nouvelle méthode. **c** Enregistrez toutes les modifications dans la base de données, avec un motif si nécessaire.

Tâche 2. Définir un chromatogramme d'exemple et une identification de composé

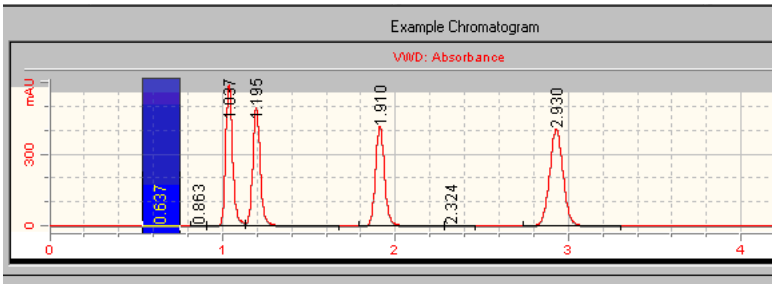
Etapes	Instructions détaillées
1 Sélectionnez un chromatogramme d'exemple. Utilisez le chromatogramme d'exemple produit avec "Exercice de base n° 3a Analyser une séquence pour quantifier des composés avec un étalonnage à un seul niveau" et "Exercice de base n° 3b Réintégrer et retraiter les résultats". Vous pouvez aussi utiliser defexchr2a. (Pour utiliser ce chromatogramme, choisissez un instrument avec détecteur VWD). Si vous ne voyez pas l'échantillon dont vous voulez sélectionner le chromatogramme, sélectionnez une autre requête. Conseil : le résultat defexchr2a est un résultat restauré.	**a** Sur l'arbre de sélection, développez le nouveau modèle de méthode exer4*iii*. **b** Développez le dossier **Data Analysis** et sélectionnez **Example Chromatogram**. **c** Sur la barre d'outils **Tools**, cliquez sur . La boîte de dialogue **Select example chromatogram** apparaît.



d Sélectionnez l'injection de l'analyse contenant le chromatogramme d'exemple pour la nouvelle méthode. Si vous ne voyez pas defexchrom2a dans le dossier Samples, sélectionnez la requête **AllResultsRestored**.

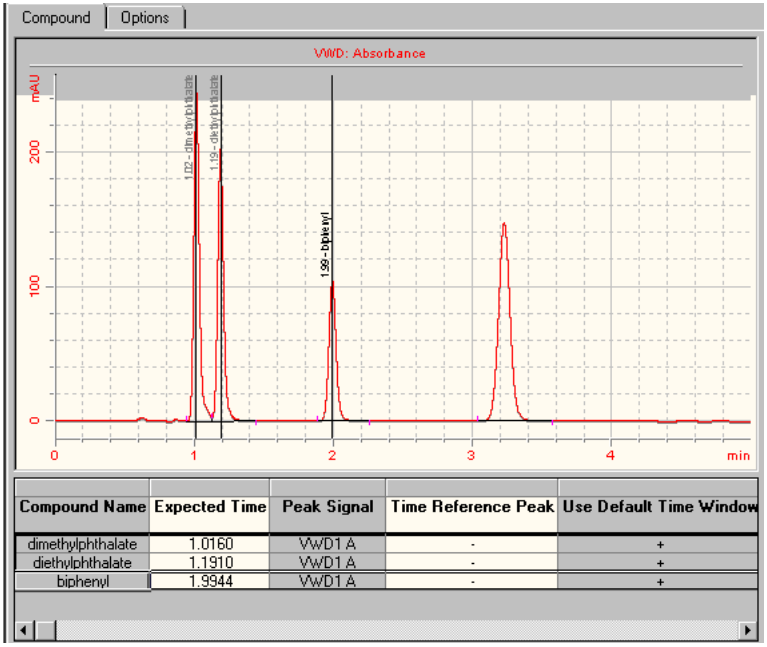
e Cliquez sur le bouton **Select**.

Le chromatogramme d'exemple apparaît dans l'espace de travail.



Les paramètres d'intégration sont conservés depuis la méthode de l'exercice 3. Vous n'avez pas à définir l'intégration.

Etapes	Instructions détaillées
2 Définissez la table de composés pour ces composés : RT=0,9-1,1 min, dimethylphthalate RT=1,1-1,3 min, diethylphthalate RT=1,8-2,0 min, biphenyl N'identifiez pas le quatrième pic. Vous définirez le quatrième pic dans un autre exercice comme impureté non spécifiée et non identifiée par le temps de rétention.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Identification** sous le dossier Data Analysis. **b** Sur la barre d'outils Tools, cliquez sur . Les pics apparaissent avec les noms New Compound one à New Compound four dans la table de composés. **c** Sous **Compound Name**, sélectionnez la première cellule et entrez dimethylphthalate. Après sélection de la cellule, entrez le nom. L'entrée précédente est remplacée. **d** Sous **Compound Name**, sélectionnez la deuxième cellule et entrez diethylphthalate. **e** Sous **Compound Name**, sélectionnez la troisième cellule et entrez biphenyl. **f** Sous **Compound Name,** cliquez avec le bouton droit sur la quatrième cellule. **g** Sélectionnez **Remove Compound**. Sur l'espace de travail d'identification, consultez les trois pics identifiés et un pic non identifié.



Compound Name	Expected Time	Peak Signal	Time Reference Peak	Use Default Time Window
dimethylphthalate	1.0160	VWD1 A	-	+
diethylphthalate	1.1910	VWD1 A	-	+
biphenyl	1.9944	VWD1 A	-	+

Tâche 3. Définir l'étalonnage et la quantification

Etapes	Instructions détaillées
1 Définissez l'étalonnage pour le dimethylphthalate et le biphenyl. Quantité par défaut pour le dimethylphthalate : • Niveau 1 – 10 µg • Niveau 2 – 40 µg Quantité par défaut pour le biphenyl : • Niveau 1 – 15 µg • Niveau 2 – 60 µg Lors de la définition d'une méthode avec des quantités de composés variables, l'application vous permet d'entrer la masse réelle (concentration) des composés standard dans l'entrée d'échantillon.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Calibration** sous le dossier Data Analysis. **b** Sur la table Compounds, sélectionnez dimethylphthalate. **c** Sur la feuille **Options**, cliquez sur la cellule **Use Default Amount** et sélectionnez **+**. Cette sélection fait apparaître la quantité entrée dans la cellule Weighed Amount pour chaque cellule dans la feuille Amounts de l'entrée Sample Entry. **d** Pour le niveau 1, entrez 10 dans la case **Weighed Amount** et µg dans la case **Amount Unit**. **e** Pour le niveau 2, entrez 40 dans la case **Weighed Amount**. **f** Répétez les étapes c-e pour le biphenyl.

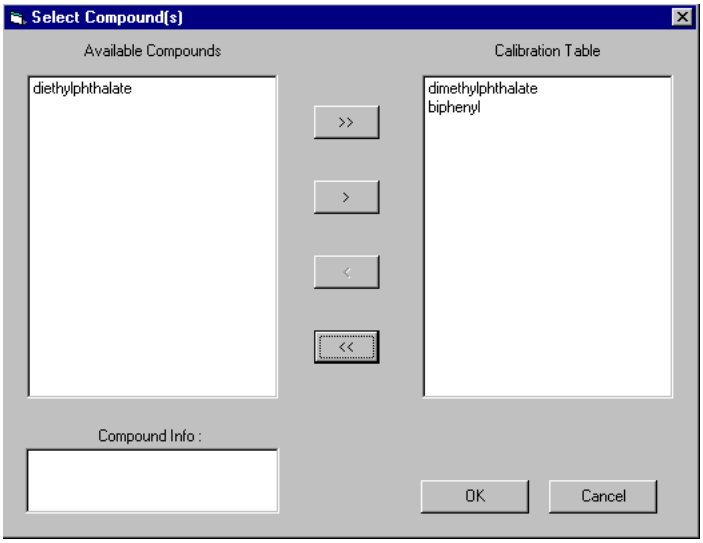
Compounds | Default Calibration Curve

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	

Etapes	Instructions détaillées
2 Supprimez le diethylphthalate de la table d'étalonnage. Le système a ajouté automatiquement tous les composés de la table d'identification de composés à la table d'étalonnage. Dans cette étape, supprimez le diethylphthalate pour l'utiliser comme composé non étalonné quantifié en fonction des facteurs de réponse d'un composé différent.	**a** Sur la table d'étalonnage, cliquez n'importe où avec le bouton droit et sélectionnez **Remove Compound** sur le menu contextuel. La boîte de dialogue **Select Compounds** apparaît. **b** Dans la liste **Calibration Table**, sélectionnez diethylphthalate. **c** Cliquez sur le bouton **<** pour placer le diethylphthalate dans la liste **Available Compounds**. **d** Cliquez sur le bouton **OK**. 
3 Définissez la quantification comme dans l'exercice 3.	• Consultez la section “Tâche 5. Définir la quantification pour les quatre pics”, page 102.

Tâche 4. Définir des variables d'échantillon système

Etapes	Instructions détaillées
1 **Définissez un multiplicateur appelé "facteur de dilution".** Utilisez une valeur par défaut de 5.	a Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Sample Variables**. b Faites un double-clic sur la cellule Dilution et ajoutez les mots facteur de. c Entrez une valeur par défaut de 5.
2 **Définissez un diviseur appelé "facteur de correction".** Utilisez une valeur par défaut de 2.	a Cliquez une fois sur la cellule Divisor et entrez le nom Facteur de correction. b Entrez une valeur par défaut de 2.

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

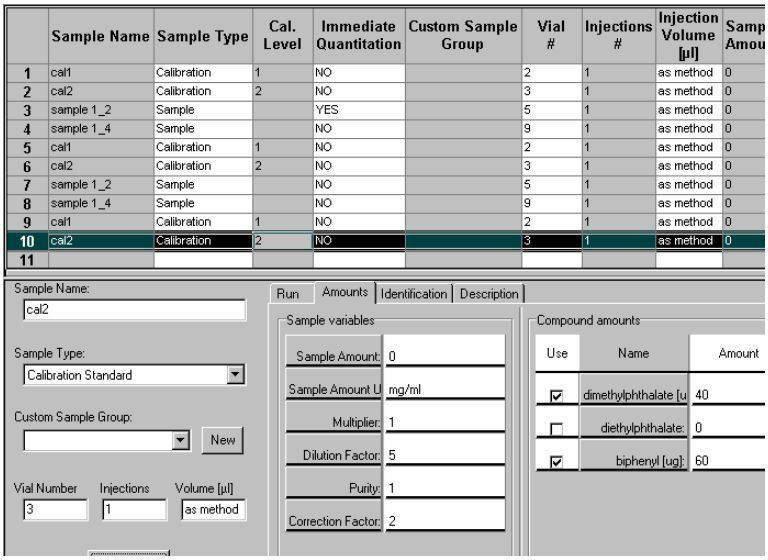
	Variable ID	Display Name	Default Value
1	Multiplier_1	Multiplier	1
2	Multiplier_2	Dilution Factor	5
3	Multiplier_3	Purity	1
4	Multiplier_4		1
5	Multiplier_5		1
6	Divider_1	Correction Factor	2
7	Divider_2		1
8	Divider_3		1
9	Divider_4		1

Tâche 5. Modifier le modèle de séquence

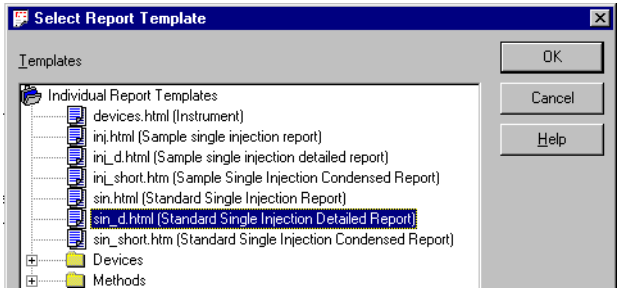
Etapes	Instructions détaillées
1 Modifiez la séquence pour obtenir : • deux standards d'étalonnage (Lev1,2) • deux échantillons • deux standards d'étalonnage • deux échantillons • deux standards d'étalonnage **REMARQUE** **Il n'est pas possible de définir ou de modifier un modèle de séquence avec des standards d'étalonnage tant que vous n'avez pas défini d'étalonnage dans Data Analysis.**	Remarquez que le modèle de séquence contient encore les informations correspondant à la méthode de l'exercice 3 mais n'identifie plus les standards d'étalonnage. **a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Sequence Template**. **b** Sur la table d'échantillon, sélectionnez le standard d'étalonnage pour la ligne un. **c** Sélectionnez **Calibration Standard** sur la liste **Sample Type**. **d** Passez à une autre ligne ou cliquez sur le bouton **Apply**. **e** Répétez les étapes b-d pour les deux standards suivants. **f** Sélectionnez le standard dans la première ligne. **g** Cliquez sur le bouton **Insert** sur la barre d'outils. **h** Changez le nom **Sample Name** du deuxième standard en Cal2. **i** Défnissez le numéro **Vial#** à 3 et le niveau **Calibration Level** à 2. **j** Cliquez sur **Apply**. **k** Répétez les étapes g-j pour les deux standards suivants. **l** Sélectionnez les deux dernières lignes d'échantillon et cliquez sur le bouton **Delete**.
2 Définissez la quantification immédiate du premier échantillon, Sample 1_2. Avec cette sélection, Sample 1_2 sera quantifié avec le premier jeu de standards d'étalonnage. Sample 1_2, ainsi que les autres échantillons, sera aussi quantifié ultérieurement avec la moyenne de tous les standards d'étalonnage.	**a** Faites un double-clic sur la cellule de Sample 1_2 sous le titre **Immediate Quantitation**. **b** Faites un double-clic sur le **Yes** qui apparaît.

	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							

Etapes	Instructions détaillées
3 Utilisez les quantités de composés par défaut pour tous les standards.	**a** Cliquez sur l'onglet **Amounts** sur le panneau Sample Entry. **b** Pour chaque standard d'étalonnage : • Sélectionnez le standard dans la table de séquence. • Sous Compound amounts, cochez les cases **Use** pour le dimethylphthalate et le biphenyl.



Tâche 6. Sélectionner un nouveau modèle de rapport

Etapes	Instructions détaillées
1 Sélectionnez un modèle de rapport pour un rapport d'échantillon d'injection de standard isolé.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Reporting**. **b** Sur la table Reporting, sélectionnez le type de rapport Standard single injection. **c** Cliquez sur le bouton **Select Template...** La boîte de dialogue **Select Report Template** apparaît. **d** Sur la boîte de dialogue **Select Report Template**, sélectionnez le modèle pour le rapport Standard Single Injection Detailed. **e** Cliquez sur **OK**. 
2 Sélectionnez ces types de rapport à imprimer : • Injection unique d'échantillon • Injection unique de standard • Séquence	**a** Faites un double-clic sur la cellule **Print** du rapport Multi-Injection Summary Group pour changer **Yes** en **No**. **b** Répétez l'étape a pour le rapport Calibration Standards Group pour changer **Yes** en **No**. 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...
3 Enregistrez la méthode.	**a** Sur la barre d'outils Standard, cliquez sur et entrez vos motifs de changement avec votre signature électronique, si nécessaire.

Exercice avancé n° 5
Définir une méthode pour une séquence permettant de quantifier les impuretés

Cet exercice contient une série de tâches permettant d'apprendre à :

- Inclure des calculs personnalisés, de bruit et d'adaptation du système dans la méthode pour une séquence
- Inclure un étalonnage avec incertitude et une quantification ISTD dans la méthode
- Définir un calcul personnalisé pour moyenner les pourcentages d'impuretés de tous les échantillons de la séquence sur plusieurs injections
- Définir les limites pour les calculs personnalisés et d'adaptation du système
- Définir un modèle de séquence pour les calculs avec incertitude, sur injections multiples et une analyse à vide pour un S/N
- Définir la présentation de la vue Résultats pour consulter les calculs personnalisés et d'adaptation du système
- Modifier un modèle de rapport de groupe d'échantillons pour inclure des calculs personnalisés et d'adaptation de système

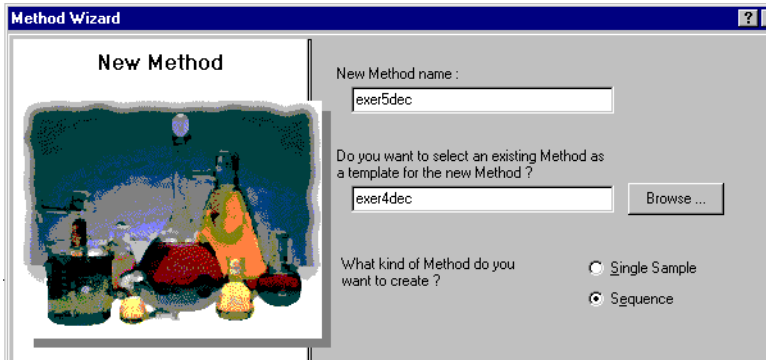
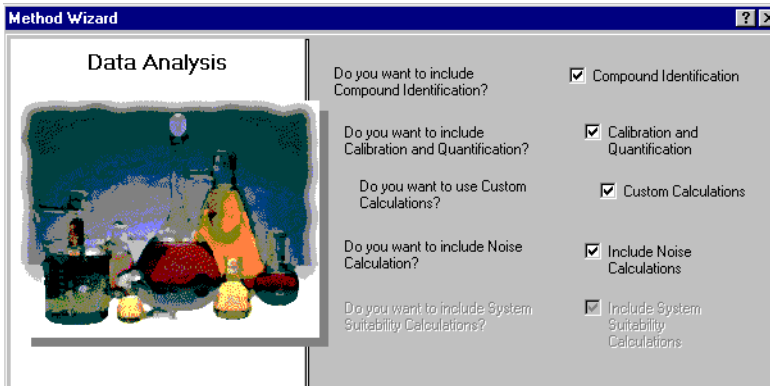
Vous pouvez utiliser cette méthode avec “Exercice avancé n° 5a Analyser une séquence pour quantifier les impuretés”, page 61 et “Exercice avancé n° 5b Retraiter avec une méthode différente”, page 67.

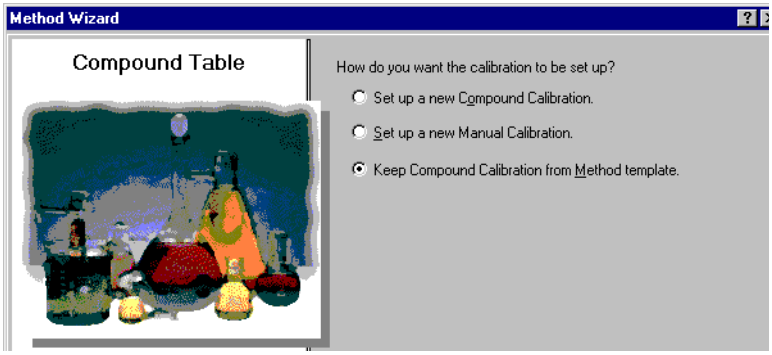
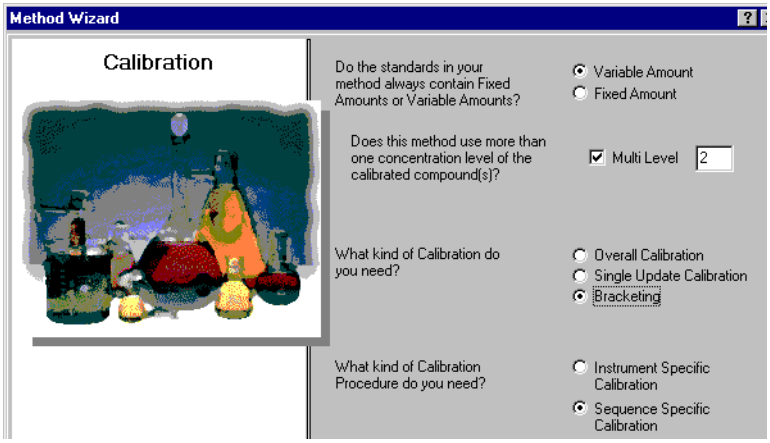
Pour les tâches de cet exercice, essayez d'accomplir les étapes de gauche sans les instructions détaillées. Suivez les instructions détaillées à droite si vous avez besoin d'une aide supplémentaire.

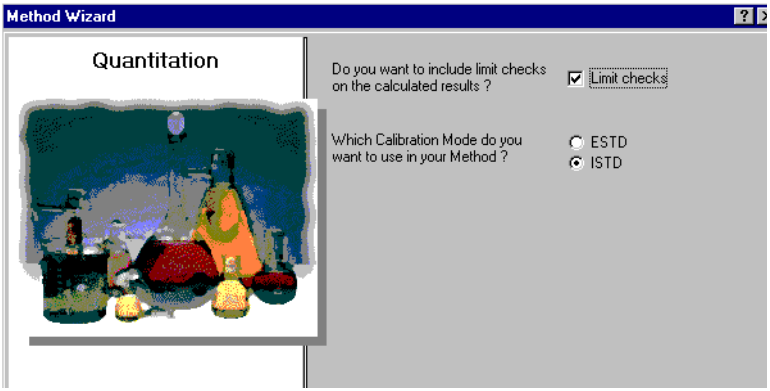
Avant de commencer

Lisez “Définition de méthodes”, page 71 pour définir des méthodes.

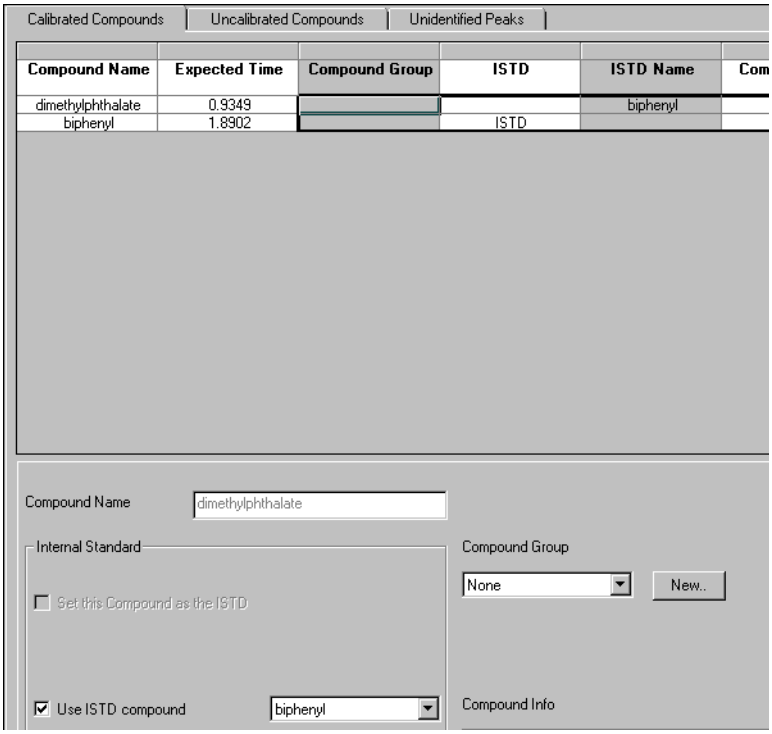
Tâche 1. Copier une méthode pour créer un modèle de méthode pour une séquence

Etapes	Instructions détaillées
1 Copiez la méthode pour créer un modèle. • Copiez soit exer4*iii* soit defexer4*iii*. Vous pouvez utiliser la méthode d'origine de l'exercice 4 ou la méthode modifiée de l'exercice 4b. • Donnez au modèle de méthode le nom exer5*iii*, où *iii* représente vos initiales. Remarquez que les panneaux de l'assistant Method Wizard contiennent les sélections de méthodes de l'exercice 4.	**a** Sélectionnez **File > New > Method** ou cliquez sur et sélectionnez **Method**. L'assistant Method Wizard apparaît. **b** Cliquez sur le bouton **Browse** et sélectionnez exer4*iii* ou defexer4*iii*. **c** Entrez exer5*iii* dans la case **New Method Name**.  **d** Cliquez sur **Next** pour atteindre le panneau Data Analysis.
2 Incluez la possibilité de définir des calculs personnalisés et des calculs d'adaptation au système.	**a** Sur le panneau Data Analysis, cochez la case **Custom Calculations**. **b** Cochez la case **Include Noise Calculations**. Remarquez qu'en cochant la case **Include Noise Calculations**, la case **Include System Suitability** apparaît cochée et désactivée.  **c** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau Compound Table.

Etapes	Instructions détaillées
3 Sélectionnez une option sur le panneau Compound Table. Même si vous modifiez le mode d'étalonnage en Bracketing, vous pouvez conserver la définition d'étalonnage de l'exercice 4.	**a** Sur le panneau Compound Table, sélectionnez **Keep Compound Calibration from Method template**.  **b** Cliquez sur **Next** pour atteindre le panneau **Calibration**.
4 Sélectionnez les options d'étalonnage. Sélectionnez Bracketing et laissez toutes les autres options à l'identique.	**a** Sur le panneau **Calibration**, sélectionnez **Bracketing**.  **b** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau **Quantitation**.

Etapes	Instructions détaillées
5 Sélectionnez les options de quantification	**a** Sur le panneau **Quantitation**, cochez la case **Limit checks**. **b** Sélectionnez **ISTD**.  **c** Cliquez sur **Next** pour faire défiler jusqu'au panneau **New Method Review**.
6 Consultez votre modèle de méthode. La nouvelle méthode contient les mêmes informations d'analyse de données et de modèle de séquence que la méthode de l'exercice 4.	**a** Sur le panneau **New Method Review**, consultez les paramètres **Method Wizard Settings**. **b** Cliquez sur le bouton **Finish** pour enregistrer votre nouvelle méthode. **c** Enregistrez les modifications dans la base de données, avec un motif si nécessaire.

Tâche 2. Modifier la quantification pour un standard interne

Etapes	Instructions détaillées
1 Définissez la quantification ISTD. Définissez le biphenyl comme standard interne et utilisez-le pour la quantification du dimethylphthalate.	**a** Développez la méthode que vous venez de créer et développez le dossier Data Analysis. **b** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Quantitation Setup**. **c** Cliquez sur l'onglet Calibrated Compounds. **d** Sur la table d'étalonnage, sélectionnez biphenyl. **e** Sous Internal Standard, cochez **Set this Compound as the ISTD**. **f** Sélectionnez dimethylphthalate. **g** Sous Internal Standard, cochez **Use ISTD compound**. **h** Cliquez sur la flèche vers le bas et sélectionnez biphenyl dans la liste. 

Tâche 3. Définir un calcul personnalisé pour faire la moyenne des pourcentages d'impuretés de tous les échantillons d'une séquence

Etapes	Instructions détaillées
1 Définissez le calcul du pourcentage d'impuretés dans chaque injection isolée. Le standard isocratique est un échantillon bien défini de composés connus. Pour vous aider à apprendre à définir un calcul personnalisé, supposons que la composition du standard isocratique soit la suivante : Composé principal - dimethylphthalate Impureté spécifiée - diethylphthalate ISTD - biphenyl Impureté non spécifiée – pic inconnu Vous pouvez aussi cliquer et faire glisser la référence de cellule pour spécifier les cellules dans le calcul.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Custom Calculations** sous Data Analysis. **b** Cliquez sur l'onglet **Single Injection**, si nécessaire. **c** Ajoutez une colonne contenant la quantité variable pour tous les composés/pics. • Cliquez avec le bouton droit sur la table et sélectionnez **Add Column**. • Dans la feuille Existing Column, développez Compounds et sélectionnez **Amount**. • Cliquez sur **Apply**. **d** Ajoutez une colonne pour le calcul de pourcentage de l'impureté spécifiée. • Cliquez sur l'onglet **Add a New Custom Calculation Column**. • Entrez le **Variable ID** pour l'impureté spécifiée comme vous le souhaitez, par exemple PourcentageImpureteSpecifiee (sans espace). • Entrez le **Display Name**, par exemple Pourcentage Impurete Specifiee. • Sélectionnez le **Level** Single Inj. Variables, puis cliquez sur **Apply**. **e** Ajoutez une colonne pour le calcul de pourcentage de l'impureté non spécifiée. • Entrez les Variable ID, Display Name et sélectionnez le Level Single Inj. Variables, et cliquez sur **OK**. **f** Entrez la formule de calcul du pourcentage d'impureté spécifiée dans la cellule Single Inj. Variables. • Utilisez la syntaxe `=D8/SUM(D7:D13)*100`, représentant la quantité de diethylphthalate divisée par la somme des quantités de tous les pics x 100. Vous pouvez utiliser le bouton f_x pour trouver la fonction SUM, ou taper SUM. **g** Entrez la formule de calcul du pourcentage d'impureté non spécifiée dans la cellule Single Inj. Variables. (Utilisez la même syntaxe que pour l'impureté spécifiée).

	A	B	C	D	E	F
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		

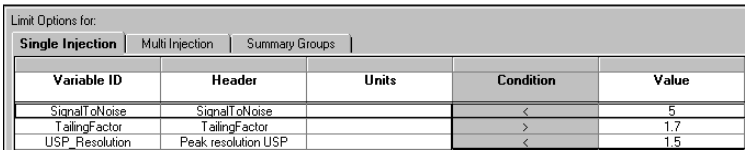
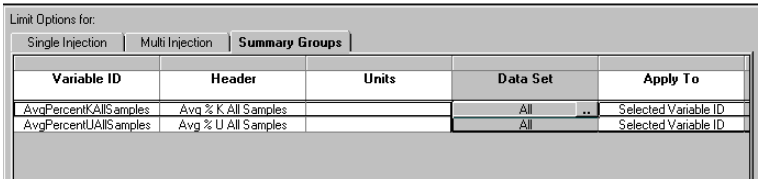
Etapes	Instructions détaillées
2 Définissez le calcul de la moyenne du pourcentage des impuretés pour toutes les injections d'un échantillon. Répétez les opérations pour les impuretés spécifiées et non spécifiées.	**a** Sur l'espace de travail Custom Calculations, cliquez sur l'onglet **Multi-injection**. **b** Ajoutez une colonne pour le pourcentage de l'impureté spécifiée. • Cliquez avec le bouton droit sur la table et sélectionnez **Add Column**. • Sur la feuille Existing Column, développez User Defined et sélectionnez **Percent Specified Impurity**. • Cliquez sur **Apply**. **c** Ajoutez une colonne pour le pourcentage de l'impureté non spécifiée. • Sélectionnez **Pourcentage Impurete non specifiee**. • Cliquez sur **Apply**. **d** Ajoutez une colonne pour la moyenne du pourcentage d'impureté spécifiée pour toutes les injections. • Cliquez sur l'onglet **Add a New Custom Calculation Column**. • Entrez le **Variable ID** que vous souhaitez, par exemple MoyPourcentSpecifie. • Entrez le **Display Name** comme variante de l'ID, par exemple Moyenne de pourcentage specifie. • Entrez le **Level** Multiple Inj. Variables, et cliquez sur **Apply**. **e** Ajoutez une colonne pour la moyenne du pourcentage d'impureté non spécifiée pour toutes les injections d'un échantillon. • Entrez les Variable ID, Display Name et Level Multiple Inj. Variables. • Cliquez sur **OK**. **f** Entrez la formule de calcul de la moyenne de pourcentage d'impureté spécifiée dans la cellule Multiple Inj. Variable. • Utilisez la syntaxe =AVERAGE(D6:D8), calcul de la moyenne du pourcentage d'impureté de chaque échantillon de toutes les injections. Vous pouvez utiliser le bouton f_x pour accéder à la fonction AVERAGE, ou taper AVERAGE. **g** Entrez la formule du calcul de la moyenne de pourcentage d'impureté non spécifiée.

	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				

Etapes	Instructions détaillées
3 Définissez le calcul de la moyenne des pourcentages d'impureté pour tous les échantillons. Répétez les opérations pour les impuretés spécifiées et non spécifiées.	**a** Cliquez sur l'onglet **Sample Group** dans l'espace de travail Custom Calculations. **b** Ajoutez une colonne pour la moyenne du pourcentage d'impureté spécifiée. • Cliquez avec le bouton droit sur la table et sélectionnez **Add Column**. • Développez **User Defined** et sélectionnez **Moyenne de pourcentage specifie**. • Cliquez sur **Apply**. **c** Ajoutez une colonne pour la moyenne du pourcentage d'impureté non spécifiée. • Sur la feuille Existing Column, développez User Defined et sélectionnez **Moyenne de pourcentage non specifie**. • Cliquez sur **Apply**. **d** Ajoutez une colonne pour la moyenne du pourcentage d'impureté spécifiée pour tous les échantillons. • Cliquez sur l'onglet **Add a New Custom Calculation Column**. • Entrez le **Variable ID** que vous souhaitez, par exemple MoyennePourcentSTousEchantillons. • Entrez le **Display Name** comme variante de l'ID, par exemple Moyenne Pourcent S Tous Echantillons. • Entrez le **Level** Sample Group Variables, et cliquez sur **Apply**. **e** Ajoutez une colonne pour la moyenne du pourcentage d'impureté non spécifiée pour tous les échantillons, par exemple MoyPourcentNTousEchantillons. • Entrez les Variable ID, Display Name et Level Sample Group Variables. • Cliquez sur **OK**. **f** Entrez la formule du calcul de la moyenne de pourcentage d'impureté spécifiée. • Utilisez la syntaxe =AVERAGE(F6:F8), calcul de la moyenne du pourcentage d'impureté pour tous les échantillons. Vous pouvez utiliser le bouton f_x pour accéder à la fonction AVERAGE, ou taper AVERAGE. **g** Entrez la formule du calcul de la moyenne de pourcentage d'impureté non spécifiée pour tous les échantillons.

	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			..				

Tâche 4. Définir des limites pour les calculs personnalisés et d'adaptation du système

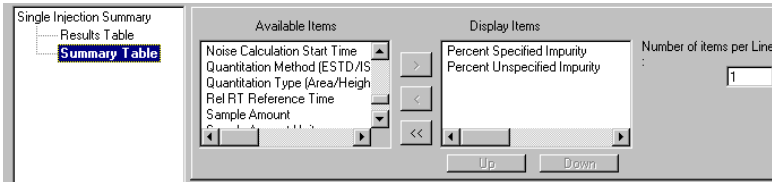
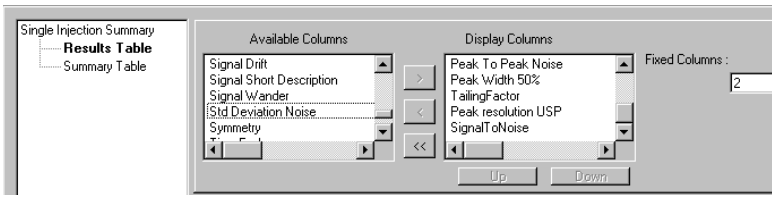
Etapes	Instructions détaillées
1 Définissez des limites pour les calculs d'adaptation du système. • Si le facteur de queue > 1,7, déclarer Non passé – tous les échantillons et seulement le dimethylphthalate • Si la résolution USP < 1,5, déclarer Non passé – tous les échantillons et tous les composés • Si le rapport signal sur bruit est inférieur à 5, déclarer Non passé.	**a** Sélectionnez **Limits** sous Data Analysis. **b** Vérifiez que la feuille Single injection apparaît. **c** Cliquez avec le bouton droit sur la table Limits et sélectionnez **Insert New Limit**. **d** Développez le dossier **Peak** et sélectionnez TailingFactor. **e** Sur la liste **Condition**, sélectionnez >, et pour **Value**, entrez 1.7. **f** Sur la liste **Apply to**, sélectionnez dimethylphthalate et cliquez sur **OK**. **g** Répétez les étapes c et d pour Peak resolution USP. **h** Sur la liste **Condition**, sélectionnez <, et pour **Value**, entrez 1.5. **i** Cliquez sur **OK**. **j** Répétez les étapes c et d pour SignalToNoise. **k** Sur la liste **Condition**, sélectionnez <, et pour Value, entrez 5. **l** Cliquez sur **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
2 Définissez les limites de la moyenne des impuretés spécifiées et de la moyenne des impuretés non spécifiées pour tous les échantillons. • Si les impuretés spécifiées > 10%, déclarer Non passé • Si les impuretés non spécifiées > 5%, déclarer Non passé Conseil : l'onglet Summary Groups permet de définir des limites pour tous les variables et calculs associés aux groupes de type d'échantillon, par exemple groupe d'échantillon, groupe de standard d'étalonnage, groupe d'échantillon personnalisé et groupe CQ.	**a** Cliquez sur l'onglet **Summary Groups**. **b** Cliquez avec le bouton droit sur la table et sélectionnez **Insert New Limit**. **c** Dans la boîte de dialogue Insert New Limit, développez le dossier **Single Values** et sélectionnez Moyenne Pourcent S Tous Echantillons. **d** Sur la liste **Data Set**, sélectionnez Sample. **e** Sur la liste **Condition**, sélectionnez **>**. **f** Entrez une valeur de 10 et cliquez sur **OK**. **g** Répétez les étapes b-f pour Moyenne Pourcent S Tous Echantillons et une valeur 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

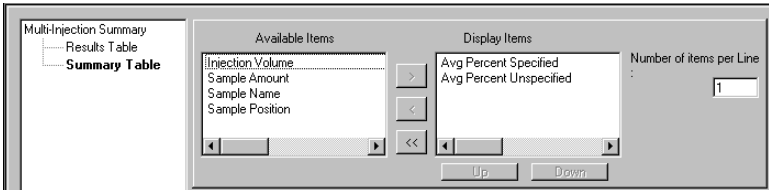
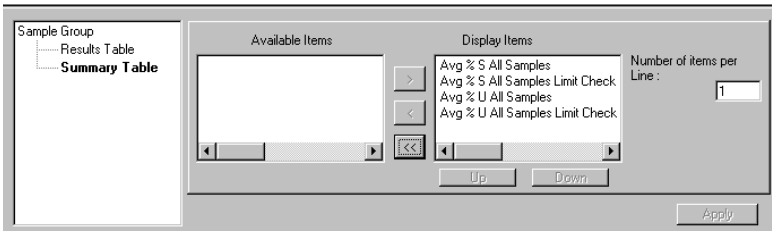
Tâche 5. Modifier le modèle de séquence pour inclure des incertitudes et des échantillons multiples

Etapes	Instructions détaillées
1 Définissez les incertitudes • Quantifiez le premier ensemble d'échantillons avec les RF moyens du premier et deuxième jeux de standards. • Quantifiez le deuxième ensemble d'échantillons avec les RF moyens du deuxième et troisième jeux de standards.	**a** Sélectionnez **Sequence Template** dans l'arbre de sélection. **b** Faites un double-clic sur la cellule **Bracketing** pour Cal1 dans la ligne 1, et faites un double-clic sur **Open**. **c** Faites un double-clic sur la cellule **Bracketing** pour Cal1 dans la ligne 5, et faites un double-clic sur **Open**. **d** Faites un double-clic sur la cellule **Bracketing** pour Cal2 dans la ligne 6, et faites un double-clic sur **Close**. **e** Faites un double-clic sur la cellule **Bracketing** pour Cal2 dans la ligne 10, et faites un double-clic sur **Close**.
2 Entrez un échantillon vide dans la première ligne et deux injections pour chaque échantillon.	**a** Sélectionnez la ligne 1 et cliquez sur le bouton **Insert**. (Utilisez l'infobulle). **b** Entrez BruitVide pour **Sample Name** et sélectionnez Blank Run pour le **Sample Type**. **c** Entrez un numéro Vial# différent et cliquez sur **Apply**. **d** Entrez 2 pour Injections # pour chaque échantillon de la séquence.

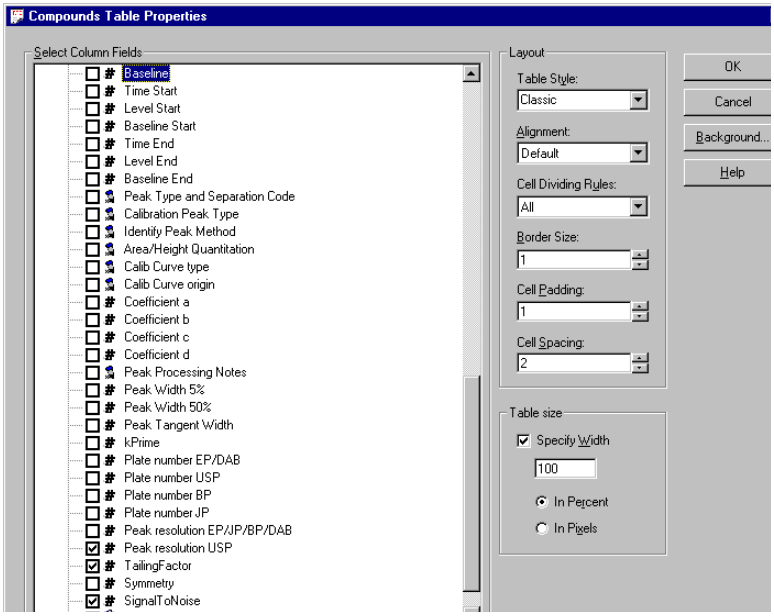
	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Bracketing	Custom Sample Group	Vial #	Injections #	Injection Volume [µl]	Sample Amount
1	NoiseBlank	Blank Run				4	1	as method	0
2	cal1	Calibration	1	Open		2	1	as method	0
3	cal2	Calibration	2	None		3	1	as method	0
4	sample 1_2	Sample				5	2	as method	0
5	sample 1_4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

Tâche 6. Définir la présentation de la vue Résultats pour consulter les calculs personnalisés et d'adaptation du système

Etapes	Instructions détaillées
1 Définir la vue du pourcentage d'impuretés spécifiées et du pourcentage d'impuretés non spécifiées.	**a** Sur l'arbre de sélection, développez le dossier **Data Review Layout**. **b** Sélectionnez **Single Injection** dans l'arbre de sélection. **c** Sélectionnez la table **Summary Table** dans l'espace de travail. **d** Sélectionnez Pourcentage Impurete specifiee dans la liste **Available Items** et cliquez sur **>** pour le déplacer vers la liste **Display Items**. **e** Répétez l'étape d pour Pourcentage Impurete non specifiee et cliquez sur **Apply**. 
2 Définissez l'affichage du facteur de queue, de la résolution USP et du S/N pour chaque composé.	**a** Sélectionnez la **Results Table**. **b** Sélectionnez Tailing Factor dans la liste **Available Items** et cliquez sur **>** pour le déplacer vers la liste **Display Items**. **c** Répétez l'étape b pour Peak resolution USP et SignalToNoise, et cliquez sur **Apply**. 

Etapes	Instructions détaillées
3 Définissez l'affichage de la moyenne des impuretés spécifiées et de la moyenne des impuretés non spécifiées pour chaque échantillon.	**a** Dans l'arbre de sélection, sélectionnez **Multiple Injection**. **b** Sélectionnez **Summary Table** dans l'espace de travail. **c** Sélectionnez Moyenne de pourcentage specifie dans la liste **Available Items** et cliquez sur > pour le déplacer vers la liste **Display Items**. **d** Répétez l'étape b pour Moyenne de pourcentage non specifie et cliquez sur **Apply**. 
4 Définissez l'affichage de la moyenne du pourcentage d'impuretés spécifiées et non spécifiées dans tous les échantillons avec leurs contrôles de limites.	**a** Sélectionnez **Samples** dans l'arbre de sélection. **b** Sélectionnez la table **Summary Table** dans l'espace de travail. **c** Sélectionnez Moyenne Pourcent S Tous Echantillons dans la liste Available Items et cliquez sur **>** pour le déplacer vers la liste Display Items. **d** Répétez l'étape c pour Moyenne Pourcent N Tous Echantillons, Moyenne Pourcent S Tous Echantillons Control limits et Moyenne Pourcent N Tous Echantillons Control limits. **e** Cliquez sur **Apply**. 

Tâche 7. Modifier un modèle de rapport pour le groupe d'échantillons

Etapes	Instructions détaillées
1 Modifiez un modèle de rapport pour un rapport d'injection isolée d'échantillon • Modifiez le rapport inj.html. • Ajoutez une colonne pour la résolution USP et le Signal sur bruit de la table de composés existante sous le chromatogramme. • Enregistrez le modèle sous le nom exer5inj*iii*, où *iii* représente vos initiales.	**a** Sur l'arbre de sélection, sélectionnez **Reporting**. **b** Sélectionnez le type de rapport Sample single injection et cliquez sur **Edit Template...** **c** Faites un double-clic sur **Individual Report Templates** et faites un double-clic sur inj.html. **d** Placez le curseur dans la dernière colonne de la table de composés située sous le chromatogramme. **e** Cliquez avec le bouton droit sur la table et sélectionnez **Table Properties**. La boîte de dialogue Compound Table Properties apparaît. **f** Dans la liste **Select Column Fields**, cochez les cases **Peak resolution USP** et **SignalToNoise** et cliquez sur **OK**.  La table de composés du modèle résultant se présente comme ceci : Retention Time: #####.## Compound Name: X Amount: ###.## Response Factor: X.DDDD Tailing Factor: #####.### Peak resolution USP: ##.### SignalToNoise: ##.### **g** Sélectionnez **File > Save As**, entrez exer5inj*iii* et cliquez sur **OK**.

Etapes	Instructions détaillées
2 Modifiez le modèle de rapport détaillé de groupe d'échantillons (sus_d.html) • Insérez un tableau html sous la table de variables de groupe d'échantillons. • Entrez le texte pour Moyenne Pourcent S Impurete Tous Echantillons et Moyenne Pourcent N Impurete Tous Echantillons. • Entrez la réservation pour les valeurs des pourcentages d'impuretés. • Dans la table Sample Group Limits, entrez les informations de contrôle de limites du groupe d'échantillons. • Enregistrez le modèle sous le nom exer5sg*iii*, où *iii* représente vos initiales.	**a** Quittez l'éditeur de modèle de rapport. **b** Sélectionnez le type de rapport Sample Group et cliquez sur **Edit Template...** **c** Faites un double-clic sur **Individual Report Templates** et faites un double-clic sur sus_d.html. **d** Insérez une ligne sous la table de variables de groupe d'échantillons et cliquez sur le bouton **Insert HTML table**. **e** Dans la boîte de dialogue Insert Table, sélectionnez le **Style** Classic Table et cliquez sur **OK**. **f** Cliquez sur l'onglet **Fields** et développez le dossier Sample Group. **g** Développez le dossier Sample Group Variables Results. **h** Placez le curseur dans la première cellule du tableau HMTL, maintenez enfoncée la touche **Alt** et faites un double-clic sur Moyenne Pourcent S Tous Echantillons. **i** Placez le curseur dans la deuxième cellule de la première ligne et faites un double-clic sur Moyenne Pourcent S Tous Echantillons. **j** Répétez les étapes h et i pour Moyenne Pourcent N Tous Echantillons, sur la deuxième ligne. **k** Placez le curseur sous la table de résultats de limites de groupe d'échantillons. **l** Maintenez enfoncée la touche **Ctrl** et faites un double-clic sur Moyenne Pourcent S Tous Echantillon Control limits. **m** Opérez de même pour Moyenne Pourcent N Tous Echantillons Control limits. **n** Sélectionnez **File > Save As**, entrez exer5sg*iii* et cliquez sur **Save**.

Quand vous avez terminé, le modèle s'affiche comme modèle de groupe d'échantillons.

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

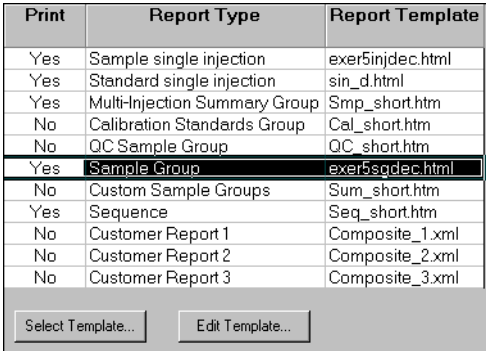
Sample group limit results

#	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

Tâche 8. Sélectionner des modèles de rapport et des types de rapport

Etapes	Instructions détaillées
1 Sélectionnez les modèles de rapport pour les types de rapport • Utilisez exer5inj*iii* pour le rapport d'injection unique d'échantillon. • Utilisez exer5sg*iii* pour le rapport de groupe d'échantillons.	**a** Quittez l'éditeur de modèle de rapport Cerity. **b** Sélectionnez le type de rapport Sample single injection et cliquez sur **Select Template...** **c** Sélectionnez exer5inj*iii* et cliquez sur **OK**. **d** Sélectionnez le type de rapport Sample Group et cliquez sur **Select Template...** **e** Sélectionnez exer5sg*iii* et cliquez sur **OK**.
2 Sélectionnez ces types de rapport à imprimer • Injection unique d'échantillon • Injection unique de standard • Récapitulatif multi-injection • Groupe d'échantillons • Séquence	**a** Faites un double-clic sur la cellule **Print** du rapport Multi-Injection Summary Group pour changer **No** en **Yes**. **b** Répétez l'instruction (a) pour le rapport Sample Group pour changer **Yes** en **No**. 
3 Enregistrez la méthode.	• Sur la barre d'outils Standard, cliquez sur et entrez vos motifs de changement avec votre signature électronique, si nécessaire.

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...

www.agilent.com

Contenu de ce manuel

Ce Guide de mise en route est constitué d'exercices de base et avancés permettant d'apprendre rapidement l'utilisation de l'application AQ/CQ pharmaceutique Cerity.

Les exercices sont divisés en deux groupes :

Les exercices **Analyses d'échantillons de routine** expliquent aux techniciens de laboratoire comme analyser des échantillons de routine.

Les exercices **Définition de méthodes** aident les chimistes à définir des méthodes pour votre laboratoire.

© Agilent Technologies Deutschland GmbH 2003

Imprimé en Allemagne
5/2003

G4000-93011

Agilent Technologies