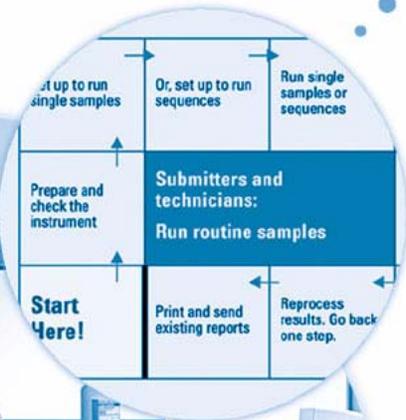
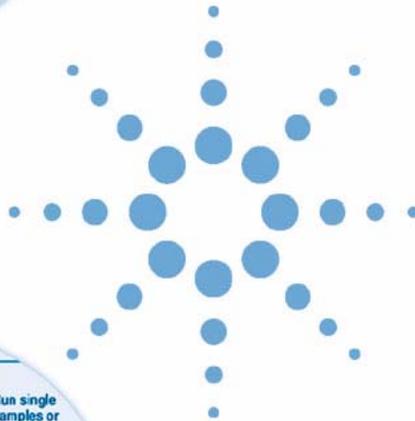




# Agilent Cerity Networked Data System für die pharmazeutische QA/QC



## Übungen für Anwender



Agilent Technologies

# Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2003

Die Vervielfältigung, elektronische Speicherung, Anpassung oder Übersetzung dieses Handbuchs ist gemäß den Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch Agilent Technologies verboten.

## Handbuch-Teilenummer

G4000-92012

## Ausgabe

12/2003

Gedruckt in Deutschland

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

Microsoft<sup>®</sup> ist eine in den USA registrierte Handelsmarke der Microsoft Corporation.

## Softwareversion

Dieses Handbuch gilt für die Versionen A.02.xx der Software „Agilent Cerity Networked Data System für die pharmazeutische QA/QC“, wobei xx auf geringfügige Änderungen der Software – gleich oder größer als 02 - hinweist, die die technische Richtigkeit dieses Handbuchs nicht beeinflussen.

## Gewährleistung

**Agilent Technologies behält sich vor, die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen jederzeit ohne Vorankündigung zu ändern. Agilent Technologies übernimmt keinerlei Gewährleistung für die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen, insbesondere nicht für deren Eignung oder Tauglichkeit für einen bestimmten Zweck. Agilent Technologies übernimmt keine Haftung für Fehler, die in diesem Handbuch enthalten sind, und für zufällige Schäden oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Lieferung, Ingebrauchnahme oder Benutzung dieses Handbuchs. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine schriftliche Vereinbarung mit abweichenden Gewährleistungsbedingungen hinsichtlich der in diesem Dokument enthaltenen Informationen existiert, so gelten diese schriftlich vereinbarten Bedingungen.**

## Technologielizenzen

Die in diesem Dokument beschriebene Hardware und/oder Software wird/werden unter einer Lizenz geliefert und dürfen nur entsprechend den Lizenzbedingungen genutzt oder kopiert werden.

## Nutzungsbeschränkungen

Wenn Software für den Gebrauch durch die US-Regierung bestimmt ist, wird sie als „kommerzielle Computer-Software“ gemäß der Definition in DFAR 252.227-7014 (Juni 1955), als „kommerzielle Komponente“ gemäß der Definition in FAR 2.101(a), als „nutzungsbeschränkte Computer-Software“ gemäß der Definition in FAR 52.227-19 (Juni 1987) (oder einer vergleichbaren Agentur- oder Vertragsregelung) ausgeliefert und lizenziert. Nutzung, Vervielfältigung oder Weitergabe von Software unterliegt den standardmäßigen Bestimmungen für kommerzielle Lizenzen von Agilent Techno-

logies. US-Regierung und -Behörden (außer Verteidigungsministerium) erhalten keine Rechte, die über die Rechte an „nutzungsbeschränkter Computer-Software“ gemäß FAR 52.227-19(c)(1-2) (Juni 1987) hinausgehen. Zur US-Regierung zählende Benutzer erhalten keine Rechte, die über die Rechte an „nutzungsbeschränkter Computer-Software“ gemäß FAR 52.227-14 (Juni 1987) oder DFAR 252.227-7015 (b)(2) (November 1995) hinausgehen, soweit in irgendwelchen technischen Daten anwendbar.

## Sicherheitshinweise

### VORSICHT

Ein **VORSICHT**-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o. ä. aufmerksam, die bei falscher Ausführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis **VORSICHT** gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

### WARNUNG

Ein **WARNUNG**-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o. ä. aufmerksam, die bei falscher Ausführung zu Personenschäden, u. U. mit Todesfolge, führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis **WARNUNG** gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

# Inhalt

**Bevor Sie beginnen 5**

**Analyse von Routineproben 11**

**Grundübung 1a:  
Equilibrieren des Gerätes 15**

**Grundübung 2a:  
Analyse einer Einzelprobe zur Erstellung eines  
Beispielchromatogramms 21**

**Grundübung 2b:  
Analyse einer Gruppe von Einzelproben zur Substanzidentifizierung 27**

**Grundübung 3a:  
Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit  
einstufiger Kalibrierung 33**

**Grundübung 3b:  
Erneute Integration und Auswertung der Ergebnisse 43**

**Fortgeschrittene Übung 4a:  
Sequenzanalyse zur Substanzquantifizierung mit mehrstufiger  
Kalibrierung 49**

**Fortgeschrittene Übung 4b:  
Ändern der Probenvariablen in der Methode und Neuauswertung 57**

**Fortgeschrittene Übung 5a:  
Ausführen einer Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen 65**

**Fortgeschrittene Übung 5b:  
Einsatz einer anderen Methode zur Neuauswertung 71**

## **Erstellen von Methoden 75**

**Grundübung Nr. 1:  
Erstellen einer Equilibriermethode 77**

**Grundübung Nr. 2:  
Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Identifizierung  
von Substanzen 87**

**Grundübung Nr. 3:  
Erstellen einer einstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz 99**

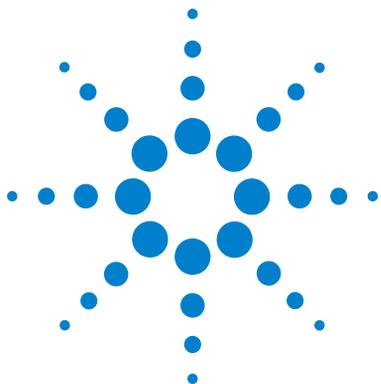
**Fortgeschrittene Übung 4:  
Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Aufnahme und Auswertung  
von Spektren 115**

**Fortgeschrittene Übung 5:  
Erstellen einer mehrstufigen Kalibriermethode für eine Sequenz 133**

**Fortgeschrittene Übung 6:  
Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung  
von Verunreinigungen 145**

**Fortgeschrittene Übung 7:  
Berechnung der mittleren Flächensumme der nicht identifizierten  
Verunreinigungen pro Charge 165**

**Fortgeschrittene Übung 8:  
Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der  
Systemeignung 173**



## Bevor Sie beginnen

Die Übungen aus dem Leitfaden „Übungen für Anwender“ ermöglichen Ihnen einen schnellen Einstieg in die Cerity-Anwendung für die pharmazeutische QA/QC. Nehmen Sie für die Aufgaben dieser Übungen den *Cerity-Konzeptleitfaden* zu Hilfe.

### Erstellen von Methoden

Wenn Sie für Ihr Labor Methoden erstellen, sollten Sie diese Übungen durchgehen. Sie können diese Methoden verwenden, um Proben und Sequenzen im Rahmen der Übungen „Analyse von Routineproben“ zu starten.

### Analyse von Routineproben

Wenn Sie Proben analysieren, aber keine Methoden entwickeln, können Sie für diese Übungen entweder die Standardmethoden des Cerity Networked Data System verwenden oder jene Methoden einsetzen, die im Rahmen der Übungen „Erstellen von Methoden“ erstellt worden sind.

### Bevor Sie beginnen

Sie bzw. Ihr Administrator müssen zunächst die Standardmethoden und Beispielchromatogramme von der Cerity CD-ROM in die Datenbank übertragen. Einzelheiten zur Übertragung und Nutzbarmachung der Daten im System erhalten Sie auf der nächsten Seite.



## Schritt 1. Wiederherstellen der Standardmethoden

Die Standardmethoden für die Grund- und fortgeschrittenen Übungen befinden sich auf der Cerity Software-CD unter **\GettingStarted\DefaultMethods**.

1 Stellen Sie die Standardmethoden wieder her.

Die Standardmethoden für die Grund- und fortgeschrittenen Übungen befinden sich auf der Cerity Software-CD unter **\GettingStarted\DefaultMethods**.

2 Wählen Sie **Start > Programme > Agilent Cerity > Administration and Maintenance > Archive and Restore**.

3 Geben Sie die Anmeldedaten ein und klicken Sie auf **OK**.

4 Wählen Sie **Restore** und klicken dann auf **Next**.

5 Klicken Sie auf die Schaltfläche...

6 Wählen Sie **\GettingStarted\DefaultMethods\Basic** (oder **\Advanced**) auf dem CD-Laufwerk.

7 Klicken Sie auf **OK**, dann auf **Next** und in allen anschließenden Meldungen auf **Yes**.

8 Klicken Sie auf die Schaltfläche **>>**, um die Standardmethoden in die Liste **Restore Objects** zu verschieben.

9 Klicken Sie auf **Next**, anschließend auf **Start** und dann auf **OK** für jede nachfolgende Meldung.

Es erscheint folgende Meldung: „These tables contain duplicates“ (diese Tabellen enthalten Duplikate).

## Schritt 2. Auflösen der Datenbankduplikate

1 Klicken Sie auf **Next**.

2 Vergewissern Sie sich, dass das Kontrollkästchen **Select instruments to enable** nicht markiert ist.

3 Klicken Sie auf **Next** und wählen Sie die zweite Administratorrolle.

- 4 Klicken Sie auf **Rename**, geben Sie den neuen Rollennamen Admin ein und klicken Sie auf **OK**.
- 5 Klicken Sie auf **Next**, dann auf **Start** und anschließend auf **OK**.
- 6 Klicken Sie auf **OK** und auch auf alle Schaltflächen **Close**.

### Schritt 3. Wiederherstellen des Beispielchromatogramms

Das Beispielchromatogramm befindet sich auf der Cerity-CD-1 unter **\GettingStarted\DefaultResults**. Vergewissern Sie sich, dass das Beispielchromatogramm wiederhergestellt worden ist.

- 1 Wiederholen Sie die Schritte 1 bis 4 in „[Schritt 1. Wiederherstellen der Standardmethoden](#)“ auf Seite 6.
- 2 Wählen Sie **\GettingStarted\DefaultResults** auf dem CD-Laufwerk, klicken Sie auf **OK** und dann auf **Next**.
- 3 Wählen Sie **defexchrom2a**, klicken Sie auf **>** und dann auf **Next**.
- 4 Klicken Sie auf **Start** und bei den anschließend angezeigten Meldungen auf **OK**. Klicken Sie dann auf **Close**.
- 5 Wählen Sie **Start > Programme > Agilent Cerity > Cerity Pharmaceutical QA/QC**.
- 6 Geben Sie die Anmeldedaten ein und klicken Sie auf **OK**.
- 7 Wählen Sie **Result** aus der Liste „Current View“ (Aktuelle Ansicht).
- 8 Wählen Sie **AllResultsRestored** aus der Query-Liste (Abfrageliste).

## Schritt 4. Kopieren der Standardmethode für den Gebrauch mit Ihrem Gerät

Schauen Sie bei Bedarf unter „Grundübung Nr. 2: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Identifizierung von Substanzen“ auf Seite 87.

- 1 Wählen Sie **Method** aus der Liste **Current View**.
- 2 Wählen Sie **AllMethodsRestored** aus der **Abfrageliste**.
- 3 Für jede Standardmethode:
  - a Wählen Sie **File > New > Method**.
  - b Klicken Sie auf **Browse**, wählen Sie **defaultmethodN** für die Grundübungen oder **AdvdefaultmethodN** für die fortgeschrittenen Übungen und klicken Sie auf **OK**.

### HINWEIS

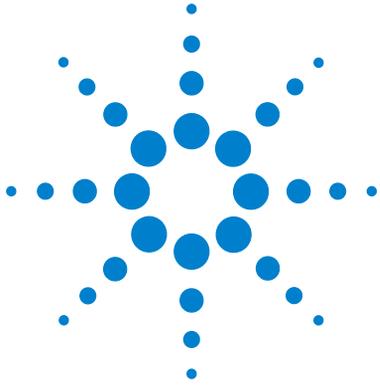
Beim ersten Kopieren und Umbenennen von **Advdefaultmethod4** geben Sie ihr den Namen **defexer4a**. Der erste Benutzer wird diese Methode in Übung 4b ändern. Anschließend müssen Sie **Advdefaultmethod4** kopieren und für den zweiten Benutzer dieser Methode in **defexer4b** umbenennen.

- c Geben Sie der neuen Methode den Namen **defexerN** und klicken Sie auf **Next**.
  - d Wählen Sie das Gerät für die Methode aus und klicken Sie dann auf **Next**.
  - e Klicken Sie auf *Next*, bis das Fenster „New Method Review“ erscheint.
  - f Klicken Sie auf **Finish** und dann auf **Save**, wenn die Meldung „Save to the Database“ (In der Datenbank speichern) erscheint.
- 4 Wählen Sie **AllMethods** aus der **Abfrageliste**.
- 5 Erweitern Sie **defexerN**.
- 6 Erweitern Sie **Instrument Setup** und passen Sie die Einstellungen an.
- 7 Passen Sie die Geräteeinstellungen der nicht übereinstimmenden LC- Module an.

Sie können die Standardmethoden NUR bei Geräten mit einem Agilent VWD verwenden. Ihre anderen LC-Module stimmen NICHT mit den Modulen überein, mit denen die Standardmethoden erstellt wurden (automatische Probengeber, quaternäre Pumpe, thermostatisierbarer Säulenraum).

Wenn Ihnen für diese Übungen kein Gerät mit einem VWD-Detektor zur Verfügung steht, kann der Administrator oder ein erfahrener Benutzer die Methoden gemäß den Abschnitten für das Erstellen von Methoden erstellen.





## Analyse von Routineproben

Diese Übungen zeigen Ihnen, wie Routineproben analysiert werden. Für die Übungen „a“ können Sie entweder die Standardmethoden oder die Methoden aus den Übungen „Erstellen von Methoden“ verwenden. Um die Übungen „b“ durchführen zu können, müssen Sie Ergebnisse aus den Übungen „a“ haben. Die Grund- und fortgeschrittenen Übungen decken folgende Themen ab:

### Grundübungen

**Übung 1 - Equilibrieren eines Gerätes** Lernen Sie, wie ein Gerät mit Hilfe des Gerätefensters oder einer Methode equilibriert wird.

**Übung 2a - Analyse einer Einzelprobe zur Erstellung eines Beispielchromatogramms** Lernen Sie, wie ein Beispielchromatogramm erzeugt wird, das zum Einrichten der Integration und Identifikation in einer Methode verwendet wird.

**Übung 2b – Analyse einer Gruppe von Einzelproben zur Substanzidentifizierung** Lernen Sie, wie eine Gruppe von Einzelproben eingetragen und mit einer Methode zur Identifizierung der Substanzen in der Probe analysiert wird.

**Übung 3a - Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einer einstufigen Kalibrierung** Lernen Sie, wie eine Sequenz mit einer einstufigen, sukzessiven Aktualisierung der Kalibriertabelle, ESTD-Quantifizierung und festen Mengen gestartet wird.



### **Übung 3b - Reintegrieren und Neuauswerten der Ergebnisse**

Lernen Sie, wie Sie Sequenzergebnisse manuell reintegrieren und die Ergebnisse mit der ursprünglichen Methodenversion neu auswerten. Weitere Informationen zur Analyse von Routineproben finden Sie im *Konzepte- Leitfaden* unter „Probenanalyse“.

#### **Fortgeschrittene Übungen**

**Übung 4a - Analyse einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einer mehrstufigen Kalibrierung** Lernen Sie, wie Sie eine für mehrstufige Gesamtkalibrierung, variable Substanzmengen und Probenvariablen eingerichtete Sequenz analysieren.

**Übung 4b - Ändern der Probenvariablen in der Methode und Neuauswertung** Lernen Sie, wie Sie Ergebnisse mit der aktuellsten Version der Methode und einer Version mit neuen Probenvariablen neu auswerten.

**Übung 5a - Analyse einer Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen** Lernen Sie, wie Sie eine für ISTD-Quantifizierung, benutzerdefinierte Berechnungen, Grenzwerte, umschließende Kalibriersequenzen und Systemleistungstests eingerichtete Sequenz analysieren.

**Übung 5b - Einsatz einer anderen Methode zur Neuauswertung** Lernen Sie, wie Sie mit einer neuen Methode eine erneute Auswertung durchführen.

#### **Bevor Sie beginnen**

Lesen Sie den Abschnitt „**Bevor Sie beginnen**“ auf Seite 5.

Wenn Sie bei diesen Übungen Standardmethoden verwenden möchten, vergewissern Sie sich, dass sich diese Methoden in Ihrer Datenbank befinden. Wählen Sie aus der Abfrageliste „AllMethodsRestored“ zur Anzeige von defexer1-5 oder „AllResultsRestored“ zur Anzeige von defexchrom2a.

Ihr Systemadministrator muss für Ihr System einen Agilent-Flüssigkeitschromatographen der Serie 1100 konfiguriert haben.

Wenn Sie die Übungen zu Analyse von Routineproben mit den Standardmethoden durchführen wollen, müssen Sie ein Gerät mit einem VWD-Detektor einsetzen. Wenn Sie die Methoden verwenden möchten, die Sie in den Übungen „Erstellen von Methoden“ erstellt haben, benötigen Sie nur einen automatischen Probengeber, eine Pumpe (quaternär oder binär) und einen UV-Vis Detektor (VWD, MWD, DAD).

Lösungsmittel A ist Wasser. Lösungsmittel B ist Methanol oder Azetonitril.

Verwenden Sie die Agilent Technologies Trennsäule Eclipse XDB-C8 (oder C-18), 4,6mm X 15 cm (5µm).

Bereiten Sie die folgenden drei Probenflaschen des isokratischen Standards Agilent Bestellnummer 01080-68704 vor: unverdünnt, verdünnt um den Faktor 2 und verdünnt um den Faktor 4.





## Grundübung 1a: Equilibrieren des Gerätes

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man

- ein Gerät im Fenster „Instrument“ der Cerity-Anwendung für die pharmazeutische QA/QC equilibriert
- eine Equilibrierprobe mit einer Methode zur Equilibrierung des Gerätes eingibt und analysiert (Leerprobenlauf).

Um das Gerät zu equilibrieren können Sie entweder eine Kopie der mit dem Gerät gelieferten Standardmethode oder jene Methode verwenden, die Sie in der [„Grundübung Nr. 1: Erstellen einer Equilibriermethode“](#) auf Seite 77 erstellt haben.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.

### Bevor Sie beginnen

Stellen Sie sicher, dass die Pumpe in Bereitschaft und die VWD-Lampe ausgeschaltet ist.

Stellen Sie sicher, dass die Methoden für diese Übung erstellt oder wiederhergestellt worden sind.



## Aufgabe 1. Spülen der Pumpe im Fenster „Instrument“

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

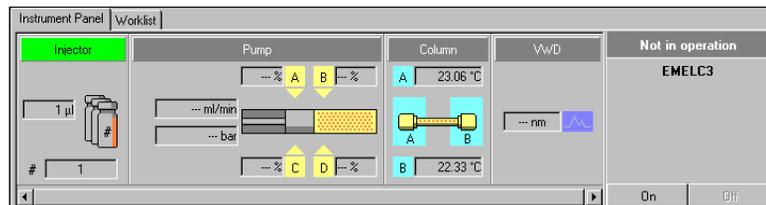
#### 1 Entkoppeln Sie die Pumpe und spülen Sie die Leitung B.

Flussrate: 5ml/min

%B = 100%

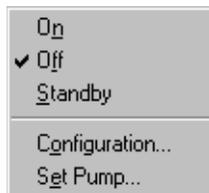
- Drehen Sie das schwarze Ventil an der Pumpe gegen den Uhrzeigersinn (zwei volle Umdrehungen).
- Wählen Sie **Instrument** aus der Liste **Current View**.
- Wählen Sie das Gerät, das Sie equilibrieren möchten.

Es erscheint das Fenster „Instrument“ zusammen mit dem Online-Plot.



- Klicken Sie auf das Pumpenmodul im Fenster „Instrument“.

Es erscheint ein Menü.



- Wählen Sie **Set Pump** (Pumpeneinstellungen).
- Geben Sie als Flow 5ml/min und %B=100 ein und klicken Sie auf **OK**.

#### 2 Spülen Sie Leitung A und schließen Sie die Pumpe wieder an.

%A = 100

- Wenn sich in der Leitung keine Luftblasen mehr befinden, wiederholen Sie die Schritte d und e aus dem Schritt 1.
- Setzen Sie %B = 0 und klicken Sie auf **OK**.
- Wenn keine Luftblasen mehr in der Leitung sind, klicken Sie auf das Pumpenmodul und wählen **Standby**.
- Schließen Sie das schwarze Ventil.

## Aufgabe 2. Equilibrieren des Gerätes vom Fenster „Instrument“ aus

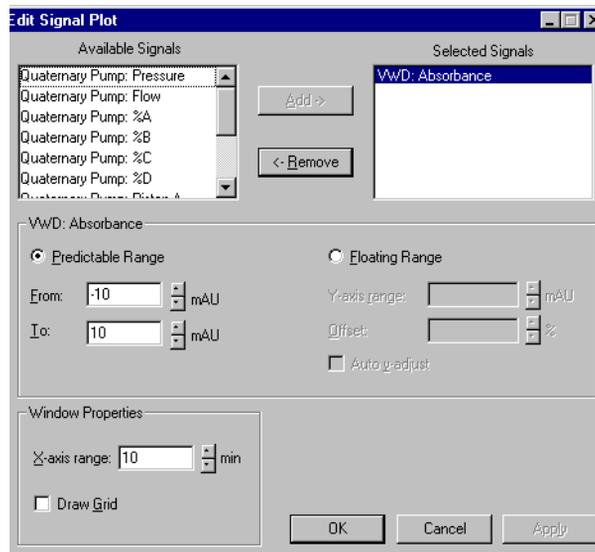
Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Tragen Sie die Pumpenparameter ein</b></p> <p>Methanol als Lösungsmittel B:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Flussrate: 2ml/min.</li> <li>Lösungsmittelzusammensetzung: 80%MeOH/20%H<sub>2</sub>O</li> </ul> <p>Azetonitril als Lösungsmittel B:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Flussrate: 1,5ml/min</li> <li>Lösungsmittelzusammensetzung: 65%ACN/35%H<sub>2</sub>O</li> </ul>	<p><b>a</b> Klicken Sie auf das Pumpenmodul im Fenster „Instrument“.</p> <p><b>b</b> Wählen Sie <b>Set Pump</b>.</p> <p>Es erscheint das Dialogfeld „Set Pump“ (Pumpeneinstellungen).</p> <p><b>c</b> Geben Sie die Pumpenparameter, wie in der linken Spalte gezeigt, ein und klicken Sie auf <b>OK</b>.</p> <div data-bbox="539 564 1025 937" style="border: 1px solid gray; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <p>The screenshot shows a dialog box titled 'Set pump LC_18'. At the top, there is a 'Flow' field set to '2' ml/min. Below this, there is a section for 'Solvents' with four rows (A, B, C, D). Row B is checked and set to 80%. To the right of the solvent selection, there are two columns of numerical input fields: 'Act. Fill (liters)' and 'Max. Fill (liters)'. At the bottom of the dialog are 'OK', 'Close', and 'Apply' buttons.</p> </div> <p><b>d</b> Klicken Sie auf das Pumpenmodul und wählen Sie <b>On</b>.</p>
<p><b>2 Schalten Sie die Detektorlampe ein</b></p>	<p><b>a</b> Klicken Sie auf das Detektormodul im Fenster „Instrument“.</p> <p><b>b</b> Wählen Sie <b>Lamp On</b>.</p> <p>Warten Sie, bis die Basislinie stabil ist.</p>

Schritte	Ausführliche Anleitung
----------	------------------------

**3 Überwachen Sie die Basislinie, bis sie stabil erscheint.**

Nach diesem Schritt sind Sie bereit für die restlichen Übungen, oder Sie machen mit der nächsten Aufgabe weiter, um die Equilibrierung des Gerätes mit einer Methode zu erlernen.

- Klicken Sie im unteren Teil des Online-Plot auf **Change**.  
Es erscheint das Dialogfeld „Edit Signal Plot“ (Signal-Plot bearbeiten).
- Wählen Sie das benötigte Detektorsignal aus der Liste **Available Signals** (Verfügbare Signale) aus und klicken dann auf die Schaltfläche **Add**, um das Signal in die Liste **Selected Signals** (Ausgewählte Signale) zu überführen. (Sie können auch den Pump Pressure (Pumpendruck) wählen).
- Setzen Sie den **Predictable Range (Y-axis)** (erwarteter Y-Achsenbereich) auf -10 bis +10.
- Setzen Sie den **X-Axis range** (X-Achsenbereich) auf 10 min.
- Klicken Sie auf **OK**.



- Klicken Sie auf das Detektormodul, nachdem die Lampe einige Minuten gebrannt hat.
- Wählen Sie **Balance** (Abgleich).  
Wenn die Basislinie nach dem Abgleich einige Minuten auf Null bleibt, kann die Basislinie als stabil betrachtet werden.

## Aufgabe 3. Equilibrieren des Gerätes mit einer Methode - Eingabe einer Equilibrierprobe

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Tragen Sie die Probenangaben ein

Probenname: equilsamp<sup>iii</sup>, wobei <sup>iii</sup> Ihre Initialen sind

Methode: defexer1 oder equilmeth<sup>iii</sup>

Anleitungen zum Wiederherstellen und Kopieren der Standardmethoden finden Sie im See „[Bevor Sie beginnen](#)“ auf Seite 5.

- a Wählen Sie **Instrument** aus der Liste **Current View**.
- b Erweitern Sie den Ordner **Sample Entry** für das zu equilibrierende Gerät.
- c Wählen Sie **Single Samples** (Einzelproben).
- d Geben Sie den **Sample Name** als equilsamp<sup>iii</sup> ein.
- e Wählen Sie als **Method** equilmeth<sup>iii</sup> oder defexer1.
- f Wählen Sie als **Sample Type** den Eintrag **Blank Run** (Leerprobe).
- g Klicken Sie auf **Apply**.

Sie können die Probe auch in der Probenansicht eintragen, wenn Sie Proben und Sequenzen während eines Laufes eintragen müssen.

#### 2 Tragen Sie die Aufgaben ein, die das System während der Analyse ausführen soll

- a Deaktivieren Sie die Kontrollkästchen **Quantify** und **Report**.
- b Klicken Sie auf **Apply**.

	INSTRUMENT NAME	METHOD NAME	SAMPLE NAME	NUM OF INJECTIONS
1	EMELC3	equilmethdec	equilsampdec	1
2				

Sample Entry | Sample Logbook

Sample Name:

Method:  ...

Sample Type:

Instrument:

Vial Number	Injections	Volume [µl]
<input type="text" value="1"/>	<input type="text" value="1"/>	as method

Run | Amounts | Identification | Description | Report Destination

Run with

Priority:  Schedule:

Task(s) to perform

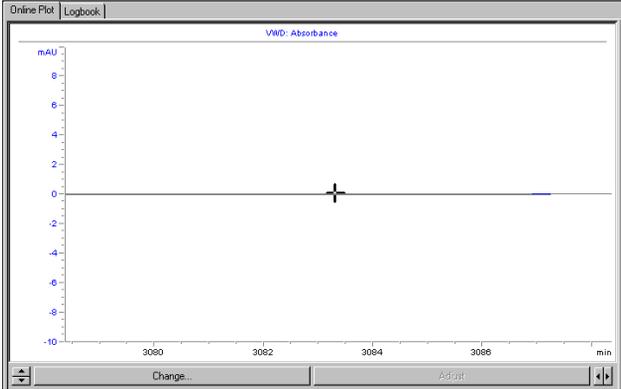
Acquire  Quantify

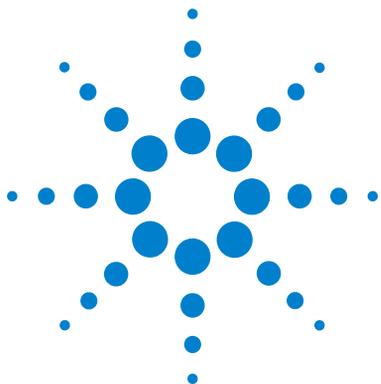
Integrate  Report

#### 3 Speichern Sie die Probe in der Datenbank

- a Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf .
- b Überprüfen Sie die Liste der Änderungen.
- c Bei **Reason for changes** (Änderungsgrund) tragen Sie eine Begründung ein oder wählen aus der Liste eine aus.
- d Tragen Sie Ihre elektronische Unterschrift ein, falls erforderlich.
- e Klicken Sie auf die Schaltfläche **Save**.

## Aufgabe 4. Equilibrieren des Gerätes mit einer Methode - Analyse der Equilibrierprobe

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>1 Analysieren Sie equilsamp111</b>	<p><b>a</b> Wählen Sie in der Proben-tabelle die Probe equilsamp111 aus. Die Schaltfläche „Run“ ist nun aktiviert.</p> <p><b>b</b> Klicken Sie auf die Schaltfläche „Run“  in der Symbolleiste „Actions“.</p>
<b>2 Beobachten Sie die Basislinie, bis sie stabil erscheint</b>	<p><b>a</b> Wählen Sie das Gerät, das Sie equilibrieren möchten. Es erscheint das Fenster „Instrument“ zusammen mit dem Online-Plot.</p> <p><b>b</b> Klicken Sie im unteren Teil des Online-Plot auf <b>Change</b>. Es erscheint das Dialogfeld „Edit Signal Plot“. (Siehe Abbildung auf Seite 18.)</p> <p><b>c</b> Wählen Sie das benötigte Detektorsignal aus der Liste <b>Available Signals</b> (Verfügbare Signale) aus und klicken dann auf die Schaltfläche <b>Add</b>, um das Signal in die Liste <b>Selected Signals</b> (Ausgewählte Signale) zu überführen.</p> <p><b>d</b> Setzen Sie den <b>Predictable Range (Y-axis)</b> (wahrscheinlicher Y-Achsenbereich) auf -10 bis +10.</p> <p><b>e</b> Setzen Sie den <b>X-Axis range</b> (X-Achsenbereich) auf 10 min.</p> <p><b>f</b> Klicken Sie auf <b>OK</b>.</p> 



## Grundübung 2a: Analyse einer Einzelprobe zur Erstellung eines Beispielchromatogramms

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- eine Einzelprobe zur Erzeugung eines Beispielchromatogramms eingibt
- eine Probe analysiert
- Ergebnisse überprüft

Ein Beispielchromatogramm kann jedes Chromatogramm sein, das Sie erstellen. Verwenden Sie das Beispielchromatogramm, um neue Integrationsparameter zu testen und Peaks als Substanzen zu identifizieren.

Für diese Übung können Sie eine der folgenden Methoden verwenden:

- Eine Kopie der Standardmethode, die mit dem Cerity Networked Data System ausgeliefert wird.
- Die gespeicherte Methode aus „[Aufgabe 3. Speichern und Protokollieren der Methodenänderungen](#)“ auf Seite 93 im Abschnitt „Erstellen von Methoden“.
- Eine in „[Grundübung Nr. 1: Erstellen einer Equilibrieremethode](#)“ auf Seite 77 erstellte Equilibrieremethode.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne die ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.



### Bevor Sie beginnen

Lesen Sie „[Analyse von Routineproben](#)“ auf Seite 11, um Näheres zur Analyse von Routineproben zu erfahren.

Equilibrieren Sie das Gerät. Siehe „[Grundübung 1a: Equilibrieren des Gerätes](#)“ auf Seite 15. Stellen Sie sicher, dass die Methoden für diese Übung erstellt oder wiederhergestellt worden sind.

## Aufgabe 1. Eintragen einer Einzelprobe

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>1 Öffnen Sie Geräteansicht, um zur Probentabelle für Einzelproben zu gelangen.</b>	<ul style="list-style-type: none"><li><b>a</b> Wählen Sie <b>Instrument</b> aus der Liste <b>Current View</b> (Aktuelle Ansicht).</li><li><b>b</b> Erweitern Sie den Ordner für das Gerät, das das Beispielchromatogramm erzeugen soll.</li><li><b>c</b> Wählen Sie <b>Single Samples</b> (Einzelproben). Im Arbeitsbereich erscheint die „Sample Table“ (Probentabelle) und das Fenster „Sample Entry“ (Probeneingabe).</li></ul>
<b>2 Tragen Sie eine Probe mit folgenden Angaben ein:</b> <ul style="list-style-type: none"><li>• Benennen Sie die Probe <i>exchromiii</i>, wobei <i>iii</i> Ihre Initialen sind.</li><li>• Wählen Sie entweder <i>defexer2</i>, <i>exer2iii</i> (wenn zuerst gespeichert) oder <i>equilmethiii</i></li><li>• Wählen Sie eine Probenflasche, die den unverdünnten isokratischen Standard enthält.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li><b>a</b> Tragen Sie <i>exchromiii</i> in das Feld <b>Sample Name</b> ein.</li><li><b>b</b> Wählen Sie eine Methode aus der Liste <b>Method</b>. Das Gerät, das mit der Methode verbunden ist, erscheint im Feld <b>Instrument</b>.</li><li><b>c</b> Wählen Sie <b>Sample</b> (Probe) aus der Liste <b>Sample Type</b> (Probentyp).</li><li><b>d</b> Tragen Sie die Probenflaschennummer für die Probe in das Feld <b>Vial Number</b> ein.</li><li><b>e</b> Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Apply</b> (Anwenden), um die Probenangaben in die Probentabelle zu übertragen. Übernehmen Sie für alle anderen Modulparameter die Vorgabewerte.</li></ul>

**Schritte**

**Ausführliche Anleitung**

**3 Tragen Sie Aufgaben ein, die während des Laufes ausgeführt werden sollen.**

**a** Deaktivieren Sie die Kontrollkästchen **Quantify** und **Report**.

**4 Speichern Sie die Probe.**

**a** Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf .

Es erscheint das Dialogfeld **Save Changes To The Database** (Änderungen in der Datenbank speichern).

**b** Überprüfen Sie die **List of changes** (Liste der Änderungen).

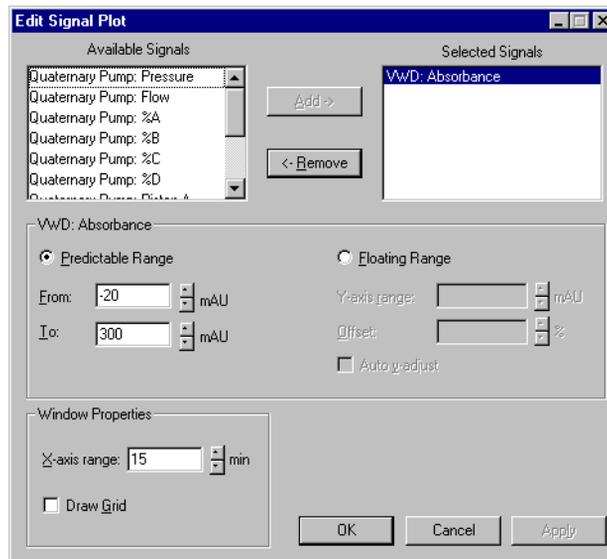
**c** Bei **Reason for changes** (Änderungsgrund) tragen Sie eine Begründung ein oder wählen aus der Liste eine aus.

**d** Tragen Sie Ihre elektronische Unterschrift ein, falls erforderlich.

**e** Klicken Sie auf die Schaltfläche **Save**.

## Aufgabe 2. Analyse der Probe

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>1 Prüfen Sie, ob das Gerät einsatzbereit ist.</b>	<ul style="list-style-type: none"><li><b>a</b> Wählen Sie in der Strukturansicht Ihr Gerät aus.</li><li><b>b</b> Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Online Plot</b> (Online-Aufzeichnung).</li><li><b>c</b> Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Change</b>. Es erscheint das Dialogfeld <b>Edit Signal Plot</b>.</li><li><b>d</b> Wählen Sie das benötigte Detektorsignal aus der Liste <b>Available Signals</b> (Verfügbare Signale).</li><li><b>e</b> Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Add</b>, um das Signal in die Liste <b>Selected Signals</b> (Ausgewählte Signale) zu überführen.</li><li><b>f</b> Wählen Sie die Option <b>Predictable Range</b> und stellen Sie den erwarteten Bereich auf -20mAU bis 300mAU ein.</li><li><b>g</b> Unter <b>Window Properties</b> tragen Sie 5 min in das Feld <b>X-Axis range</b> ein.</li><li><b>h</b> Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>OK</b>.</li></ul>

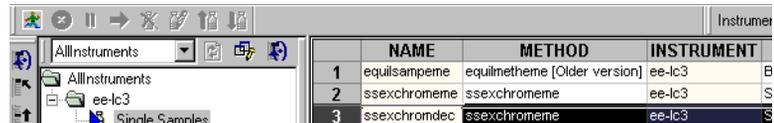


Schritte	Ausführliche Anleitung
----------	------------------------

**2 Analysieren Sie die Probe.**

- a Erweitern Sie in der Strukturansicht den Ordner „Instruments“.
- b Wählen Sie **Single Samples** (Einzelproben).
- c Wählen Sie die Probe *exchromiii*.

In der Symbolleiste Tools ist nun die Schaltfläche „Run“  aktiviert.

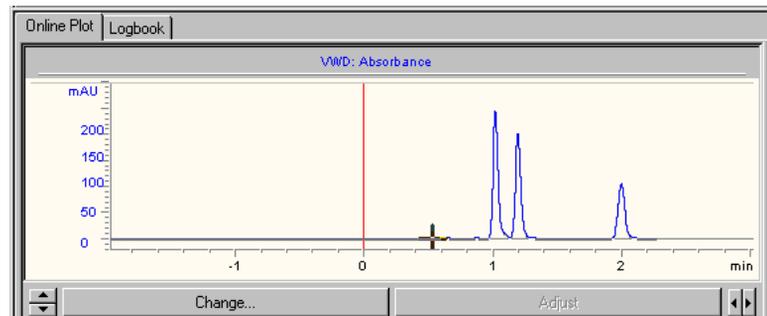


- d Klicken Sie auf die Schaltfläche **Run**.

Sie können die Probe auch in der Probenansicht starten.

**3 Beobachten Sie das Signal und verfolgen Sie den Status der Probe.**

- a Wählen Sie in der Strukturansicht Ihr Gerät aus.
- b Klicken Sie auf die Registerkarte **Online Plot**, um das Signal zu verfolgen. Ändern Sie bei Bedarf die Achsen.



- c Klicken Sie auf die Registerkarte **Worklist** (Arbeitsliste), um den Probenstatus zu verfolgen.

Sample Name	Status	Sample Type	Method	Pri
1 ssexchromeme2	Completed	Sample	metsscpcdseme	500

Nachdem Sie auf die Registerkarte **Worklist** geklickt haben, werden die Schaltflächen **Abort**, **Pause** und **Resume** verfügbar.

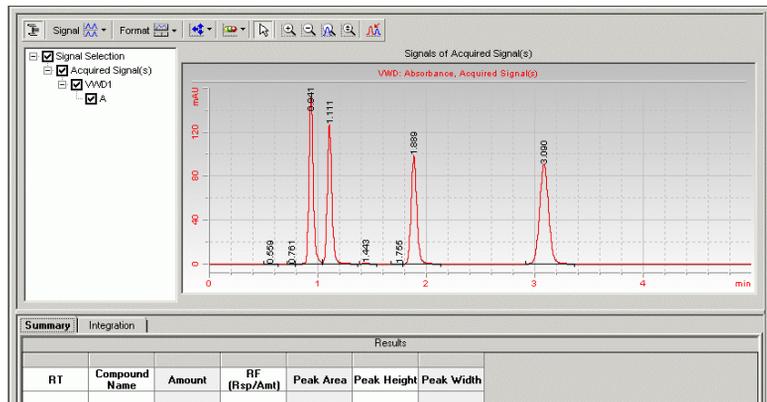
## Aufgabe 3. Überprüfen des Chromatogramms

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

1 Überprüfen Sie die Probenergebnisse und vergewissern Sie sich, dass alle vier Peaks integriert wurden.

- a Wählen Sie **Result** aus der Liste **Current View**.
- b Wählen Sie **MySamplesRunLast24h** aus der Liste **Query**.
- c Erweitern Sie den Ordner **Samples**.
- d Erweitern Sie den Ordner **exchromiii**.
- e Wählen Sie die Injektion **exchromiii #1**.
- f Prüfen Sie das Chromatogramm und die **Summary** Ergebnisse.

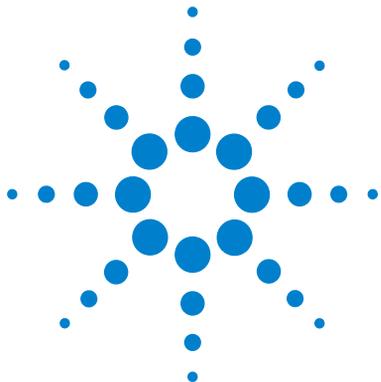


g Klicken Sie auf die Registerkarte **Integration**, um die Integrationsergebnisse zu sehen.

Summary   Integration					
RT	Peak Type and Separation Code	Peak Area	Peak Height	Peak Width	T
0.56	BB	0.5678	0.1215	0.0647	
0.76	BV	0.7701	0.3293	0.0375	
0.94	VV	419.6985	153.4289	0.0421	
1.11	VB	374.5102	126.7572	0.0447	
1.44	BB	2.6038	0.7431	0.0525	
1.75	BV	0.2067	0.0663	0.0495	
1.89	VB	357.0248	98.3153	0.0555	
3.09	BB	523.8801	90.8962	0.0891	

Initial Event Name		Initial Event Value
VWD Events		
Area Reject	0.0000	
Slope Sensitivity	1.00	
Peak Width	0.0400	
Shoulder Detection Mode	Disabled	
Height Reject	0.0000	
For All Signals		
Tail Peak Skim Height Ratio	0.00	
Front Peak Skim Height Ratio	0.00	
Skim Valley Ratio	20.00	
Baseline Correction	Classical	
Target Skim Mode	Standard	
Peak to Valley Ratio	500.00	



## Grundübung 2b: Analyse einer Gruppe von Einzelproben zur Substanzidentifizierung

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- eine Probe einträgt
- Gruppen von Einzelproben analysiert und verfolgt
- die Ergebnisse bezüglich der Substanzidentifizierung überprüft

Für diese Übung können Sie eine der folgenden Methoden verwenden:

- eine Kopie der mit dem Cerity Networked Data System (NDS) ausgelieferten Standardmethoden.
- die Methoden aus „[Grundübung Nr. 2: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Identifizierung von Substanzen](#)“ auf Seite 87.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.

### Bevor Sie beginnen

Lesen Sie „[Analyse von Routineproben](#)“ auf Seite 11.

Equilibrieren Sie das Gerät. Siehe „[Grundübung 1a: Equilibrieren des Gerätes](#)“ auf Seite 15.

Stellen Sie sicher, dass die Methoden für diese Übung erstellt oder wiederhergestellt worden sind.



## Aufgabe 1. Eingabe von drei Einzelproben

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Starten Sie die Geräteansicht, um zur Probenabelle für Einzelproben zu gelangen.</b></p>	<p>a Wählen Sie <b>Instrument</b> aus der Liste <b>Current View</b> (Aktuelle Ansicht).                      b Erweitern Sie Ihren Geräteordner.                      c Wählen Sie <b>Single Samples</b> (Einzelproben).                      Im Arbeitsbereich erscheinen die Probenabelle und die Registerkarte <b>Sample Entry</b> (Probeneintrag).</p>

<p><b>2 Tragen Sie eine Probe mit folgenden Angaben ein:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Benennen Sie die Probe <i>exer2biii1</i>, wobei <i>iii</i> Ihre Initialen sind.</li> <li>Wählen Sie die Methode für die Probe: <i>defexer2</i> oder <i>exer2iii</i></li> <li>Wählen Sie die Probenflaschennummer, die den unverdünnten isokratischen Standard enthält.</li> </ul>	<p>a Geben Sie <i>exer2biii1</i> in das Feld <b>Sample Name</b> ein.                      b Wählen Sie die Methode <i>exer2</i> aus der Liste <b>Method</b> (oder eine Kopie von <i>defexer2</i>).                      Im Feld <b>Instrument</b> erscheint das Gerät, das mit der Methode verbunden ist.                      c Wählen Sie <b>Sample</b> (Probe) aus der Liste <b>Sample Type</b> (Probentyp).                      d Geben Sie die <b>Vial Number</b> (Probenflaschennummer) ein, die den Standard enthält.                      e Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Apply</b> (Anwenden) um die Probenangaben in die Probenabelle zu übertragen.</p>
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

<p><b>3 Tragen Sie die Aufgaben ein, die das System während des Laufes ausführen soll.</b></p>	<p>a Aktivieren Sie das Auswahlkästchen <b>Quantify</b> und deaktivieren Sie das Auswahlkästchen <b>Report</b>.                      Sie müssen das Auswahlkästchen <b>Quantify</b> aktivieren, um die Proben zu identifizieren, auch wenn Kalibrierung und Quantifizierung nicht in der Methode eingerichtet sind.                      b Klicken Sie auf <b>Apply</b>.</p>
------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 4 Speichern Sie die Probe.

a Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf .

Es erscheint das Dialogfeld **Save Changes To The Database** (Änderungen in der Datenbank speichern).

b Überprüfen Sie die **List of changes** (Liste der Änderungen).

c Bei **Reason for changes** (Änderungsgrund) tragen Sie eine Begründung ein oder wählen aus der Liste eine aus.

d Klicken Sie auf die Schaltfläche **Save**.

#### 5 Wiederholen Sie Schritt 2 bis 4 für die nächsten zwei Proben.

Geben Sie den Proben die Namen *exer2biii2* und *exer2biii3*.

a Wählen Sie die leere Zeile aus.

b Führen Sie die Schritte 2a bis Schritt 4d für *exer2biii2* durch.

c Wiederholen Sie die Schritte a und b für *exer2biii3*.

	INSTRUMENT NAME	METHOD NAME	SAMPLE NAME	NUM OF INJECTIONS
1	EMELC3	exer2dec	exer2bdec3	1
2	EMELC3	exer2dec	exer2bdec2	1
3	EMELC3	exer2dec	exer2bdec1	1
4				

Sample Entry
Sample Logbook

Sample Name:

Method:  
 ...

Sample Type:

Instrument:

Vial Number    Injections    Volume [µl]

Run
Amounts
Identification
Description
Report Destination

Run with:

Priority:     Schedule:

Task(s) to perform:

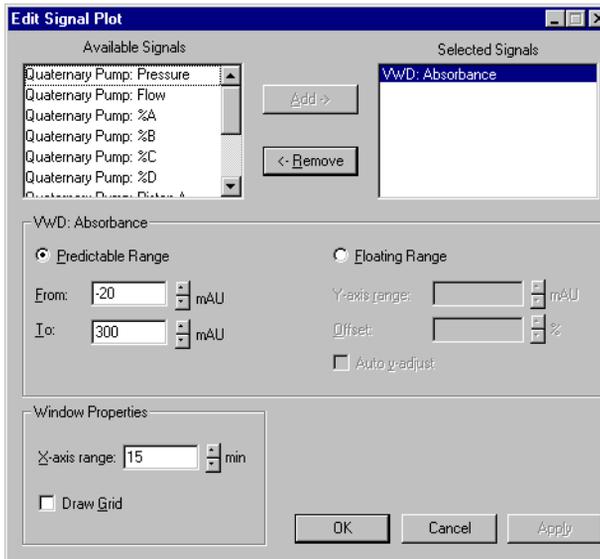
Acquire     Quantity

Integrate     Report

Analyst:

## Aufgabe 2. Analyse der Proben

Schritte	Ausführliche Anleitung
1 Prüfen Sie, ob das Gerät einsatzbereit ist.	<ul style="list-style-type: none"><li>a Wählen Sie <b>Instrument</b> aus der Liste <b>Current View</b>.</li><li>b Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Online Plot</b> (Online-Aufzeichnung).</li><li>c Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Change</b>.</li></ul> <p>Es erscheint das Dialogfeld <b>Edit Signal Plot</b>.</p> <ul style="list-style-type: none"><li>d Wählen Sie das benötigte Detektorsignal aus der Liste <b>Available Signals</b> (Verfügbare Signale).</li><li>e Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Add</b>, um das Signal in die Liste <b>Selected Signals</b> (Ausgewählte Signale) zu überführen.</li><li>f Wählen Sie die Option <b>Predictable Range</b> (erwarteter Bereich) und stellen Sie den erwarteten Bereich auf -20mAU bis 300mAU.</li><li>g Unter <b>Window Properties</b> tragen Sie 15 min in das Feld <b>X-Axis range</b> ein.</li><li>h Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>OK</b>.</li></ul>



Schritte	Ausführliche Anleitung
----------	------------------------

- |                                             |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
|---------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p><b>2 Analysieren Sie die Proben.</b></p> | <ul style="list-style-type: none"> <li>a Erweitern Sie Ihren Geräteordner.</li> <li>b Wählen Sie <b>Single Samples</b> (Einzelproben).</li> <li>c Wählen Sie die Probe <i>exer2biii1</i>.</li> <li>d Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Run</b> .</li> <li>e Wählen Sie die Probe <i>exer2biii2</i>.</li> <li>f Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Run</b>.</li> <li>g Wählen Sie die Probe <i>exer2biii3</i>.</li> <li>h Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Run</b>.</li> </ul> |
|---------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

Die Proben werden in der Reihenfolge analysiert, in der sie gestartet werden, es sei denn, *exer2biii3* hat eine höhere Priorität als *exer2biii2*. Dann wird *exer2biii3* vor *exer2biii2* analysiert. Die zuerst gestartete Probe wird allerdings immer zuerst analysiert, auch wenn sie eine geringere Priorität als die anderen Proben hat.

- |                                                                                    |                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |
|------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p><b>3 Überwachen Sie das Signal und verfolgen Sie den Status der Proben.</b></p> | <ul style="list-style-type: none"> <li>a Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Online Plot</b>, um das Signal zu verfolgen. Ändern Sie bei Bedarf die Achsen.</li> <li>b Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Worklist</b> (Arbeitsliste) und verfolgen Sie den Status der drei Proben.</li> </ul> |
|------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

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	

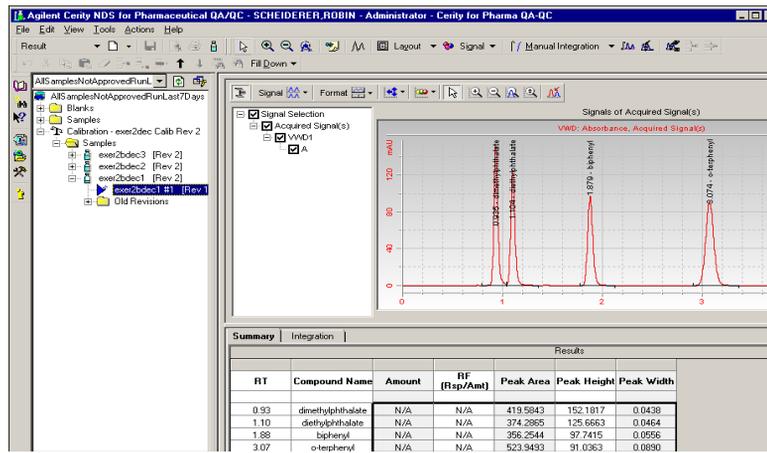
## Aufgabe 3. Überprüfen des Chromatogramms

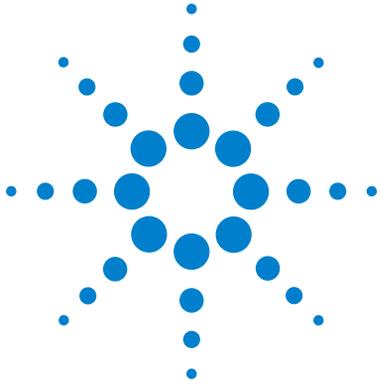
### Schritte

1 Überprüfen Sie die Probenergebnisse und vergewissern Sie sich, dass alle Substanzen in jeder Probe identifiziert worden sind.

### Ausführliche Anleitung

- a Wählen Sie **Result** aus der Liste **Current View**.
- b Erweitern Sie den Ordner Calibration - exer2iii oder defexer2.  
Auch wenn in der Methode keine Kalibrierung eingerichtet war, erscheint das Ergebnis in einem Ordner „Calibration“.
- c Erweitern Sie den Ordner **Samples**.
- d Erweitern Sie den Ordner exer2biii1.
- e Wählen Sie die Injektion exer2biii1 #1.
- f Sehen Sie sich das Ergebnis an.
- g Wiederholen Sie die Schritte d bis f für die folgenden Proben.
  - exer2biii2
  - exer2biii3.





## Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- eine Sequenz mit einer Methode erstellt, die für eine einstufige, sukzessiv aktualisierte Kalibrierung, ESTD-Quantifizierung und festgesetzte Substanzmengen ausgelegt ist
- Reporttypen auswählt und ein Verzeichnis für Reports anlegt
- eine Sequenz startet und verfolgt
- die Ergebnisse überprüft, um sicher zu gehen, dass alle Substanzen korrekt identifiziert und quantifiziert sind
- die Reports überprüft

Sie können bei dieser Übung zwischen zwei Methoden wählen:

- eine Kopie der mit dem System ausgelieferten Standardmethode
- die in „Grundübung Nr. 3: Erstellen einer einstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz“ auf Seite 99 erstellte Methode

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.



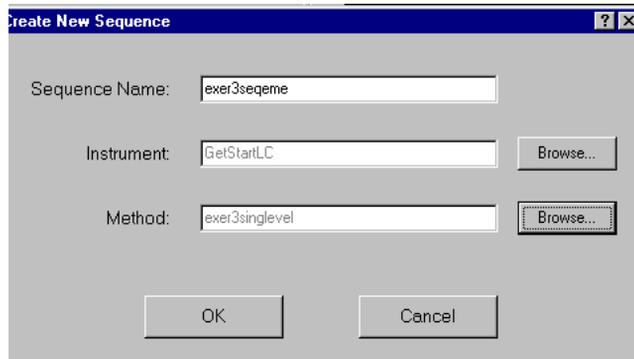
### Bevor Sie beginnen

Lesen Sie „[Analyse von Routineproben](#)“ auf Seite 11.

Equilibrieren Sie das Gerät. Siehe „[Grundübung 1a: Equilibrieren des Gerätes](#)“ auf Seite 15.

Stellen Sie alle vorbereiteten Proben in den ALS-Probenteller. Stellen Sie sicher, dass die Methoden für diese Übung erstellt oder wiederhergestellt worden sind.

## Aufgabe 1. Erstellen einer neuen Sequenz

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>Erstellen Sie eine neue Sequenz.</b></p> <p>Geben Sie der Sequenz den Namen <i>exer3seqiii</i>, wobei <i>iii</i> Ihre Initialen sind.</p> <p>Benutzen Sie eine der beiden folgenden Methoden:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>• <i>defexer3</i></li><li>• <i>exer3iii</i> (erstellt in Übung 3 der Methodenerstellung)</li></ul>	<p><b>a</b> Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf die Schaltfläche <b>New</b>  und wählen Sie <b>Sequence</b>.</p> <p>Es erscheint das Dialogfeld „Create New Sequence“ (Neue Sequenz erstellen).</p> <p><b>b</b> Geben Sie den <b>Sample Name</b> als <i>exer3seqiii</i> ein.</p> <p><b>c</b> Wählen Sie das <b>Instrument</b>, das für die Sequenz benutzt wird.</p> <p><b>d</b> Wählen Sie die <b>Method</b> für die Sequenz.</p> <p><b>e</b> Klicken Sie auf <b>OK</b>.</p> <div data-bbox="524 1029 1158 1388"></div> <p><b>f</b> Wenn das Dialogfeld „Save Changes to the Database“ (Änderungen in der Datenbank speichern) erscheint, wählen Sie, falls vorhanden, die Begründung für die Änderungen in <b>Reason for changes</b> (Änderungsgrund) und klicken Sie auf <b>Save</b>.</p>

## Aufgabe 2. Eintragen der Angaben zu Probe und Sequenz

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Überprüfen Sie die Sequenztafel

Beachten Sie, dass die Sequenztafel der, in der Methode erstellten, Sequenzvorlage entspricht.

- a Wählen Sie „Instrument“ aus der Liste „Current View“.
- b Erweitern Sie das verwendete Gerät und wählen Sie die gerade erstellte Sequenz.
- c Überprüfen Sie die Tabelle.

	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 Tragen Sie die Aufgaben ein, die während der Analyse durchgeführt werden sollen:

Quantifizierung und Reporterstellung. Datenerfassung und Integration sind immer aktiviert.

- a Klicken Sie auf die Registerkarte **Sequence Options**.
- b Stellen Sie sicher, dass die Kontrollkästchen **Quantify** und **Report** bei „Task(s) to perform“ (durchzuführende Aufgaben) aktiviert sind.

Sequence	Identification	Description	Report Destination
Run with			Task(s) to perform
Priority:	Schedule:		
Medium	Ready for Analysis	<input checked="" type="checkbox"/> Acquire	<input checked="" type="checkbox"/> Quantify
Calibration Mode:		<input checked="" type="checkbox"/> Integrate	<input checked="" type="checkbox"/> Report
Single Update Calibration		<input type="checkbox"/> Allow Online Editing	
Sequence Created by			

## Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 3 Tragen Sie den Zielpfad für die Reports ein, ohne sie zu drucken:

Geben Sie Exercise3iii ein, wobei „iii“ Ihre Initialen sind.

- Klicken Sie auf die Registerkarte **Report Destination** (Reportausgabeeinheit).
- Deaktivieren Sie nötigenfalls das Kontrollkästchen **Printer**.
- Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Path** und tragen Sie das Verzeichnis Exercise3iii ein.

Das System erstellt dieses Verzeichnis automatisch, wenn es nicht bereits besteht, und stellt die erzeugten Reports in das Verzeichnis Agilent\Cerity\Reports\Pharmaqc\Reports.

#### 4 Wählen Sie die folgenden zu erstellenden Reports:

Single Injection (Einzelinjektion)  
Standard Injection (Standardinjektion)  
Sequence (Sequenz)

- Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Print** (Drucken) für alle links angegebenen **Report Types**.
- Deaktivieren Sie das Kontrollkästchen **Print** für alle Reporttypen, die links nicht aufgeführt sind.

Print	Report Types	Report Template
<input checked="" type="checkbox"/>	Sample single injection	Inj_short.htm
<input checked="" type="checkbox"/>	Standard single injection	Sin_short.htm
<input type="checkbox"/>	Multi-Injection Summary Group	Smp_short.htm
<input type="checkbox"/>	Calibration Standards Group	Cal_short.htm
<input type="checkbox"/>	QC Sample Group	QC_short.htm
<input type="checkbox"/>	Sample Group	SuS_short.htm
<input type="checkbox"/>	Custom Sample Groups	Sum_short.htm
<input checked="" type="checkbox"/>	Sequence	Seq_short.htm

#### 5 Speichern Sie die Sequenz.

- Klicken Sie auf  und tragen Sie, falls Sie dazu aufgefordert werden, Ihre Begründung für die Änderung und Ihr Passwort ein.

## Aufgabe 3. Analysieren und Verfolgen der Sequenz

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

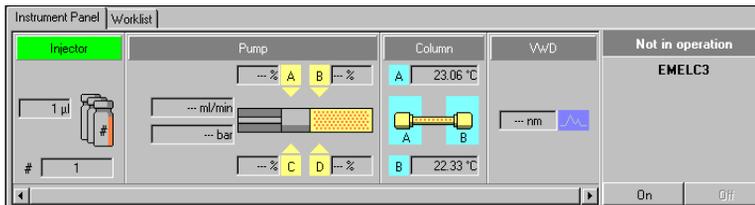
**1 Stellen Sie sicher, dass das Gerät einsatzbereit ist.**

Verwenden Sie dieselben Bedingungen, die in der Methode eingestellt wurden.

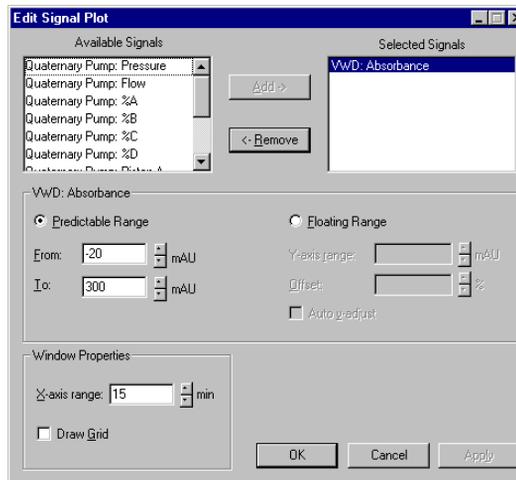
Einstellungen für den Online-Plot:

- Y-Achsenbereich: -20 bis 300
- X-Achsenbereich: 15 Minuten

- a Wählen Sie aus der Strukturansicht das Gerät für die Sequenz aus.
- b Stellen Sie sicher, dass das Gerät und die Säule equilibriert und die Bedingungen jenen gleichen jenen sind, die in der Methode für die Sequenz eingestellt wurden.



- c Klicken Sie im unteren Teil des Online-Plot auf **Change**.  
Es erscheint das Dialogfeld „Edit Signal Plot“ (Signal-Plot ändern).
- d Wählen Sie das gewünschte Signal aus der Liste „Available Signals“ (Verfügbare Signale) und klicken Sie dann auf **Add**, um das Signal in das rechte Feld zu verschieben.
- e Setzen Sie den **Predictable Range** (Wahrscheinlicher Bereich) auf -20 bis 300.
- f Setzen Sie den **X-Axis range** (X-Achsenbereich) auf 15 min.
- g Klicken Sie auf **OK**.



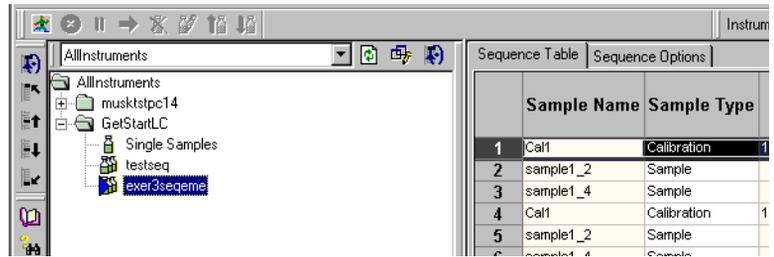
## Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 2 Starten Sie die Sequenz.

- a Erweitern Sie den Geräteordner.
- b Wählen Sie die gerade erstellte Sequenz aus.  
Es erscheint die Schaltfläche Run .
- c Klicken Sie auf die Schaltfläche **Run**.



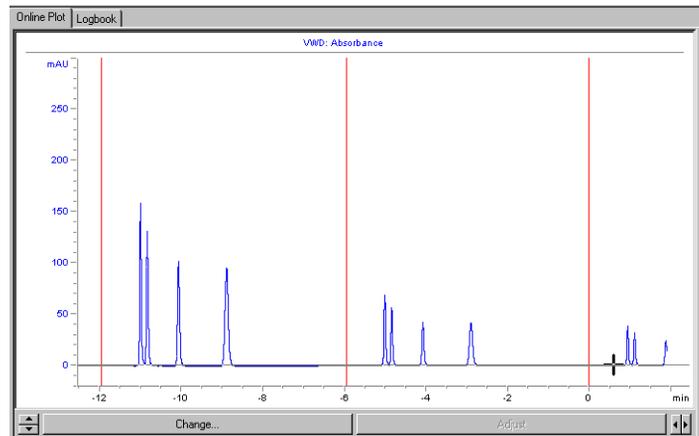
## Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**3 Überwachen Sie das Signal und verfolgen Sie den Status der Sequenz.**

- Wählen Sie das Gerät aus.
- Beobachten Sie das Signal auf der Registerkarte **Online Plot** und ändern Sie bei Bedarf die Achse.



- Klicken Sie auf die Registerkarte **Worklist** (Arbeitsliste) und verfolgen Sie den Status der Sequenz.

	Name	Status	Type	Method	Priority #	Vial #	Injections #	Descripti
1	defseq3	Running(3.1)	Sequence	defaultmethod3	500	N/A	N/A	

Beachten Sie, dass beim Öffnen der Arbeitsliste die Schaltflächen Abort, Pause, Resume (Abbrechen, Pause, Fortsetzen) erscheinen.

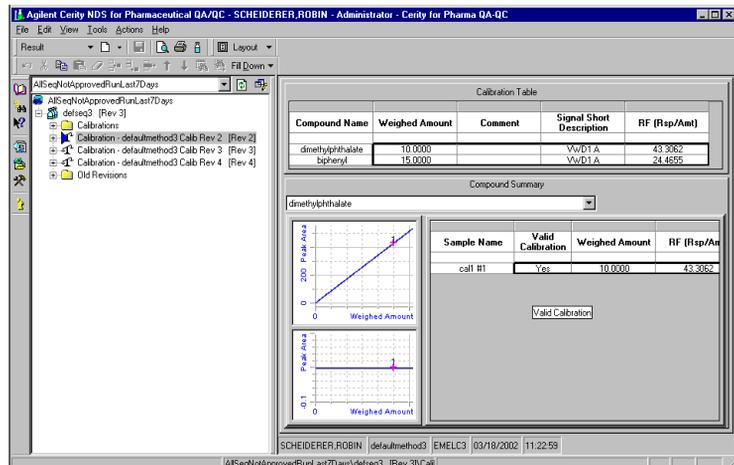
## Aufgabe 4. Überprüfen der Ergebnisse und Reports

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

1 Überprüfen Sie die Kalibriertabelle und -kurve für jede Version der Kalibrierung.

- Wählen Sie **Result** (Ergebnis) aus der Liste „Current View“ (Aktuelle Ansicht).
- Wählen Sie **AllSeqNotApprovedRunLast7Days** aus der Liste Query.
- Erweitern Sie den Ordner **exer3seq/iii**.
- Wählen Sie den Ordner **Calibration - exer3seq/iii Calib Rev 2**.  
Im Arbeitsbereich werden die Kalibriertabelle und Kalibrierkurve angezeigt.



- Wählen Sie den Ordner **Calibration - exer3seq/iii Calib Rev 3**.
- Wählen Sie den Ordner **Calibration - exer3seq/iii Calib Rev 4**.

## Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung

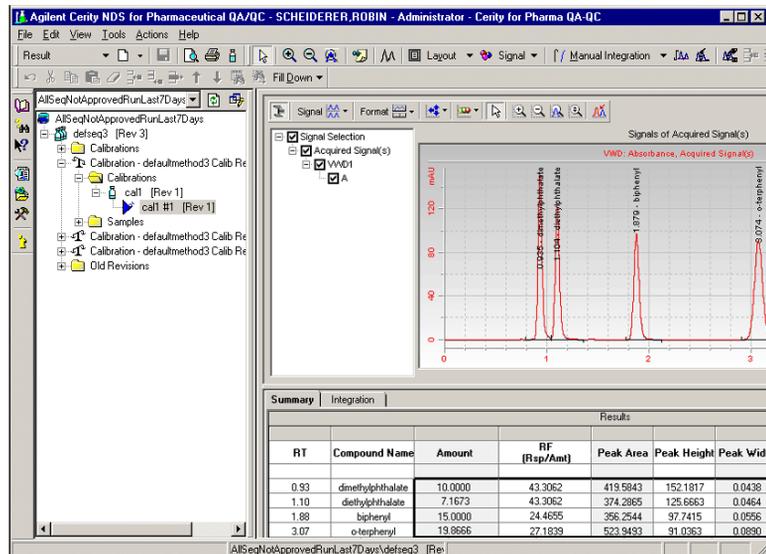
### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 2 Überprüfen Sie die Ergebnisse für jeden Kalibrierstandard in jeder Version.

Beachten Sie die verschiedenen, zur Quantifizierung der Proben verwendeten Responsefaktoren.

- a Erweitern Sie den Ordner **Calibration - exer3seq\iii Calib Rev 2.**
- b Erweitern Sie den Ordner **Calibrations.**
- c Erweitern Sie den Ordner **Cal1.**
- d Wählen Sie **Cal1 #1.**
- e Beachten Sie den Responsefaktor im Arbeitsbereich.



- f Erweitern Sie den Ordner **Calibration - exer3seq\iii Calib Rev 3.**
- g Wiederholen Sie die Schritte b-c.
- h Wählen Sie den zweiten Cal1 Standard.
- i Beachten Sie den Responsefaktor.
- j Erweitern Sie den Ordner **Calibration - exer3seq\iii Calib Rev 4.**
- k Wiederholen Sie die Schritte b-c.
- l Wählen Sie den dritten Cal1 Standard.
- m Beachten Sie den Responsefaktor.

## Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung

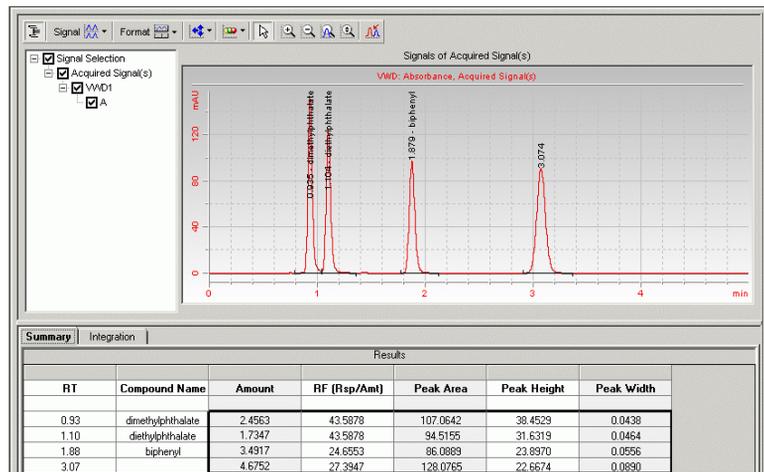
### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 3 Überprüfen Sie die Probenergebnisse für jede Version.

Beachten Sie die bei der Quantifizierung verwendeten Responsefaktoren.

- a Erweitern Sie den Ordner **Calibration - exer3seq/iii Calib Rev 2**.
- b Erweitern Sie den Ordner **Samples**.
- c Erweitern Sie den Ordner **Sample1\_2**.
- d Wählen Sie **Sample1\_2 Nr. 1**.
- e Beachten Sie den Responsefaktor im Arbeitsbereich.
- f Wiederholen Sie die Schritte c-e für **Sample1\_4**.

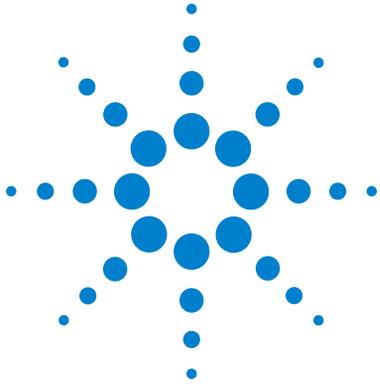


- g Erweitern Sie den Ordner **Calibration - exer3seq/iii Calib Rev 3**.
- h Wiederholen Sie die Schritte b-f.
- i Erweitern Sie den Ordner **Calibration - exer3seq/iii Calib Rev 4**.
- j Wiederholen Sie die Schritte b-f.

#### 4 Überprüfen Sie die Reports.

**Hinweis:** Benutzen Sie zum Öffnen der Reports den Report Viewer.

- a Wählen Sie **Start > Programme > Agilent Cerity > Report Viewer**.
- b Wählen Sie **File > Open**.
- c Öffnen Sie **Cerity > Agilent > Reports > PharmaQC > Reports > Exercise3/iii**.
- d Öffnen und betrachten Sie jeden Report.



## Grundübung 3b: Erneute Integration und Auswertung der Ergebnisse

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- manuell die Ergebnisse der Kalibrierstandards reintegriert
- die Werte der Probenvariablen ändert
- die Sequenz mit der ursprünglichen Methodenversion erneut auswertet

Sie können dazu die Daten aus der Übung 3a verwenden.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.

### **Bevor Sie beginnen**

Lesen Sie „[Analyse von Routineproben](#)“ auf Seite 11.



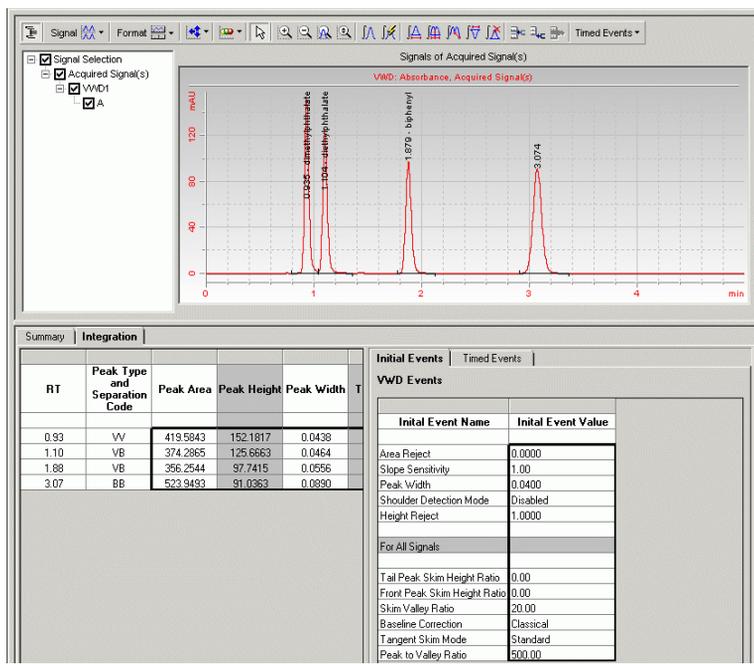
# Aufgabe 1. Änderungen der Ergebnisse und Probenangaben

## Schritte

1 Suchen Sie das Einzelergebnis der dritten Quantifizierung der Probe **sample1\_4** in der Sequenz **exer3seqiii**.

## Ausführliche Anleitung

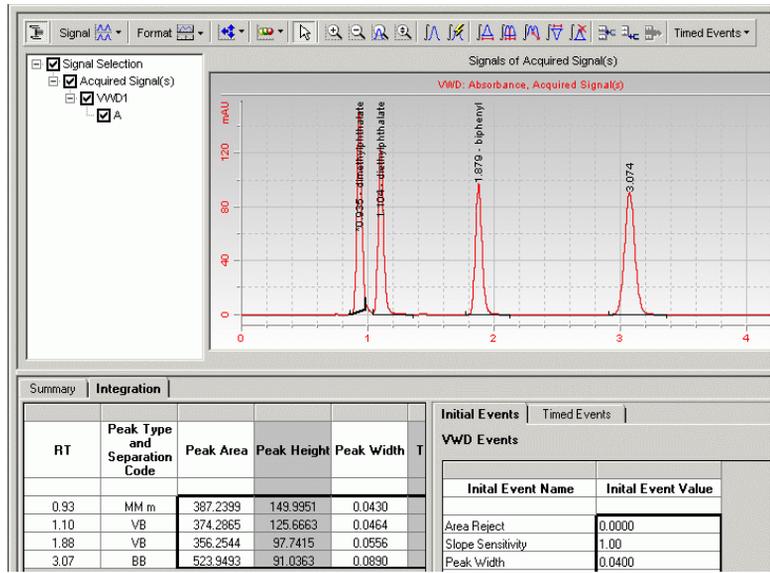
- a Wählen Sie **Result** (Ergebnis) aus der Liste „Current View“ (Aktuelle Ansicht).
- b Wählen Sie aus der Abfrageliste den Eintrag **MySeqNotApprovedRunLast7days**.
- c Erweitern Sie den Ordner **exer3seqiii**.
- d Erweitern Sie den Ordner **Calibration - exer3iii Calib Rev 4**.
- e Erweitern Sie den Ordner **Samples**.
- f Erweitern Sie den Ordner **sample 1\_4**.
- g Wählen Sie **sample 1\_4 #1**.
- h Klicken Sie auf die Registerkarte **Integration**.



**Schritte** **Ausführliche Anleitung**

**2 Reintegrieren Sie den Dimethylphthalat-Peak manuell.**  
 Ziehen Sie die Basislinie von der unteren linken Ecke des Peaks zum Wendepunkt an der unteren rechten Ecke des Peaks.  
 Beachten Sie, dass die Werte für „Amount“ und „RF“ verschwinden.

- a Klicken Sie in der Symbolleiste „Integration“ auf .  
 Es erscheint ein Mauszeiger in Form einer Glockenkurve im Chromatogramm.
- b Setzen Sie den Zeiger an der unteren linken Peakseite auf den Schnittpunkt zwischen Basislinie und Peak und klicken Sie einmal.
- c Halten Sie die Maustaste gedrückt und bewegen Sie den Zeiger zum Wendepunkt auf der rechten Peakseite.
- d Lassen Sie die Maustaste los.  
 Es erscheint die neue Basislinie, aber der Zeiger verbleibt noch in der Glockenform.
- e Klicken Sie in der Symbolleiste „Integration“ auf , um den Zeiger von der Glockenform zu einem normalen Zeiger zu ändern.



## Grundübung 3b: Erneute Integration und Auswertung der Ergebnisse

### Schritte

#### 3 Ändern Sie die Werte der

##### Probenvariablen.

- Verdünnung = 5
- Reinheit = 0,9

### Ausführliche Anleitung

- Wählen Sie die Sequenz `exer3seqiii`.  
Im Arbeitsbereich erscheinen die Sequenztafel und das Fenster „Sample Entry“ (Probeneintrag).
- Wählen Sie die erste Probe „sample 1\_4“ in der Sequenz.
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Amounts** (Mengen) und tragen Sie einen Standardwert von 5 für den Faktor **Dilution** (Verdünnung) ein.
- Tragen Sie einen Standardwert von 0,9 für **Purity** (Reinheit) ein und klicken Sie auf **Apply**.
- Wiederholen Sie die Schritte c und d für jede „sample 1\_4“ in der Sequenz.

The screenshot displays two parts of the software interface. The top part is the 'Sequence Table' window, which contains a table with the following data:

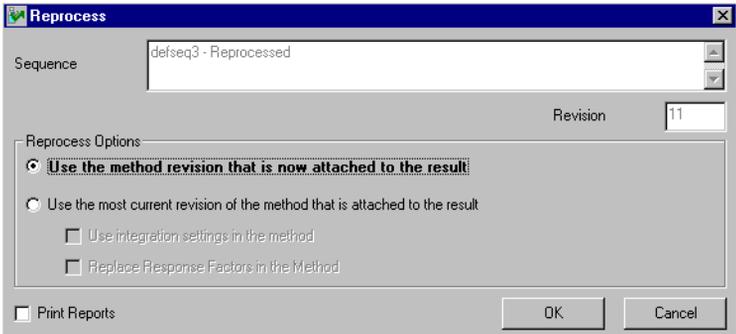
	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Custom Sample Group	Vial #	Inject #
1	cal1	Calibration	1		2	1
2	sample 1_2	Sample			5	1
3	sample 1_4	Sample			9	1
4	cal1	Calibration	1		2	1
5	sample 1_2	Sample			5	1
6	sample 1_4	Sample			9	1
7	cal1	Calibration	1		2	1
8	sample 1_2	Sample			5	1
9	sample 1_4	Sample			9	1

The bottom part is the 'Sample Entry' dialog box, which is currently on the 'Amounts' tab. It shows the following fields and values:

- Sample Name: sample 1\_4
- Sample Type: Sample
- Custom Sample Group: (empty)
- Sample Amount: 0
- Sample Amount U: mg/ml
- Multiplier: 1
- Dilution: 5
- Purity: .9

An 'Apply' button is located at the bottom of the dialog box.

## Aufgabe 2. Erneute Auswertung der Sequenzergebnisse

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Öffnen Sie das Fenster „Reprocess“ (Neu bearbeiten).</b></p> <p>Im <i>Konzepte- Leitfaden</i> finden Sie in Kapitel 3, „Probenanalyse“, ein Diagramm, das Ihnen bei der Auswahl der für die Neuauswertung richtigen Option hilft.</p>	<p><b>a</b> Wählen Sie die Sequenz <i>exer3seqiii</i>.</p> <p>Es erscheint das Dialogfeld „Save Reasons for Changes“ (Gründe für Änderungen speichern).</p> <p><b>b</b> Geben Sie alle erforderlichen Angaben ein und klicken Sie auf <b>Save</b>.</p> <p><b>c</b> Wählen Sie in der obersten Menüzeile den Eintrag <b>Actions &gt; Reprocess</b>.</p>
<p><b>2 Wählen Sie die Optionen zur Neubearbeitung aus, bei der Einstellungen der Originalmethode verwendet werden, außer den Integrationseinstellungen und den Werten für die Standardprobenvariablen.</b></p> <p>Im Cerity-System werden alle Angaben zu Probe, Sequenz, Methode und Gerät zum Ergebnis hinzugefügt.</p>	<p><b>a</b> Wählen Sie <b>Use the method revision now attached to the result</b> (Methodenversion verwenden, die jetzt mit dem Ergebnis verbunden ist).</p> <p><b>b</b> Klicken Sie auf <b>OK</b>.</p> <p>Das Cerity-System verwendet zur Auswertung der Sequenz die Einstellungen der Methode, die ursprünglich für den Lauf der Sequenz verwendet wurde, sowie die neuen manuellen Integrationseinstellungen und die neuen Variablenwerte.</p> 

## Grundübung 3b: Erneute Integration und Auswertung der Ergebnisse

### Schritte

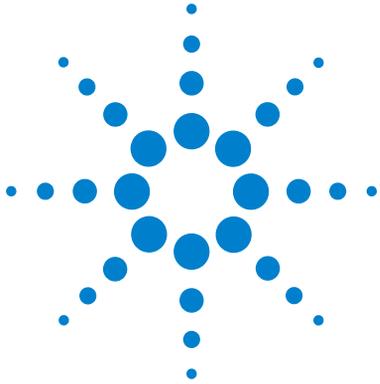
### Ausführliche Anleitung

- 3 Beobachten Sie die Neubearbeitung bis zu ihrem Abschluss.**
- a Wählen Sie die Sequenz *exer3seqiii*.
  - b Klicken Sie auf die Registerkarte **Sequence Options**.

The screenshot shows the 'Sequence Options' dialog box. On the left, the 'Sequence Name' is 'defseq3 - Reprocessed', the 'Instrument' is 'EMELC3', and there is an 'Apply' button. On the right, the 'Run with' section shows 'Priority' set to 'Medium' and 'Calibration Mode' set to 'Single Update Calibration'. The 'Schedule' section displays 'Running Reprocessing' in bold black text. At the bottom, there is a 'Sequence Created by' field.

Wenn das System die erneute Bearbeitung beendet hat, erscheint die Meldung „Completed Reprocessing“ (Neubearbeitung abgeschlossen) im Fenster „Sequence Options“.

This screenshot is identical to the one above, but the 'Schedule' section now displays 'Completed Reprocessing' in bold black text, indicating that the reprocessing process has finished.



## Fortgeschrittene Übung 4a: Sequenzanalyse zur Substanzquantifizierung mit mehrstufiger Kalibrierung

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- eine Sequenz mit einer Methode für mehrstufige Gesamtkalibrierung, ESTD-Quantifizierung und variablen Substanzmengen erstellt
- neue Angaben zu einzelnen Proben oder Standards einträgt
- eine Sequenz während der Analyse ändert
- die Ergebnisse überprüft, um den mehrstufigen Gesamtkalibrierungsprozess einzusehen
- die ersten Reports der Einzelergebnisse und den Sequenzreport anzeigt

Sie können bei dieser Übung zwischen zwei Methoden wählen:

- einer Kopie von *defexer4iii*, der von der Standardmethode des Systems kopierten Gerätemethode
- *Exer4iii*, der Methode, die Sie in „[Fortgeschrittene Übung 5: Erstellen einer mehrstufigen Kalibrieremethode für eine Sequenz](#)“ auf Seite 133 erstellt haben.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte die Schritte im linken Teil ohne ausführliche Anleitung durchzuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.



### Bevor Sie beginnen

Lesen Sie „[Analyse von Routineproben](#)“ auf Seite 11.

Equilibrieren Sie das Gerät. Siehe „[Grundübung 1a: Equilibrieren des Gerätes](#)“ auf Seite 15.

## Aufgabe 1. Erstellen einer neuen Sequenz und Eingabe der Proben- und Sequenzangaben

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Erstellen Sie eine neue Sequenz.</b></p> <p>Geben Sie der Sequenz den Namen <code>exer4seqiii</code>, wobei <i>iii</i> Ihre Initialen sind.</p> <p>Benutzen Sie eine der beiden folgenden Methoden:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>• <code>defexer4iii</code></li><li>• <code>exer4iii</code> (erstellt in Übung 4 der Methodenerstellung)</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Ausführliche Anleitungen finden Sie in „<a href="#">Aufgabe 1. Erstellen einer neuen Sequenz</a>“ auf Seite 34.</li></ul> <p>Nachdem Sie eine neue Sequenz erstellt haben, wird deren Versionsnummer auf 1 gesetzt.</p>
<p><b>2 Tragen Sie die Werte für die Probenmengen und Variablen ein.</b></p> <p>Geben Sie für die erste „sample 1_2“ Folgendes ein:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>• Probenmenge – 2,5 mg</li><li>• Verdünnungsfaktor – 2</li><li>• Reinheit – 0,93</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li><b>a</b> Wählen Sie <b>Instrument</b> aus der Liste „Current View“.</li><li><b>b</b> Erweitern Sie den Geräteordner.</li><li><b>c</b> Wählen Sie <code>exer4seqiii</code>.</li><li><b>d</b> Wählen Sie die erste „sample 1_2“ in der Sequenztafel.</li><li><b>e</b> Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Amounts</b>.</li><li><b>f</b> Tragen Sie 2,5 für <b>Sample Amount</b> (Probenmenge) ein.</li><li><b>g</b> Ändern Sie den Wert für <b>Dilution</b> (Verdünnung) auf 2.</li><li><b>h</b> Ändern Sie den Wert für <b>Purity</b> (Reinheit) auf 0,93.</li></ul>

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 3 Tragen Sie die Substanzmengen ein.

Um eine Substanz in einer Probe zu quantifizieren, müssen Sie die Substanzmenge des Standards verwenden.

Für den zweiten Satz an Kalibrierstandards für Dimethylphthalat geben Sie folgende Substanzmengen ein:

- Cal1 – 10,17 µg
- Cal2 – 37,62 µg

- a Klicken Sie auf die Registerkarte **Sequence Table** (Sequenztafel) und wählen Sie Cal1 aus dem zweiten Satz Standards.
- b Tragen Sie 10,17 als „Compound amount“ (Substanzmenge) ein.
- c Wählen Sie Cal2 aus dem zweiten Satz Standards.
- d Tragen Sie 37,62 als „Compound amount“ (Substanzmenge) ein.

The screenshot shows two parts of the software interface. The top part is the 'Sequence Table' with the following data:

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

The bottom part is the 'Sample Entry' form for 'cal2':

Sample Name: cal2

Sample Type: Calibration Standard

Custom Sample Group: [empty]

Sample variables:

- Sample Amount: 0
- Sample Amount U: mg/ml
- Multiplier: 1
- Dilution Factor: 5

Compound amounts:

Use	Name	Amount
<input checked="" type="checkbox"/>	dimethylphthal	39.75
<input checked="" type="checkbox"/>	biphenyl	60
<input type="checkbox"/>	diethylphthalat	0

#### 4 Tragen Sie die Aufgaben ein, die während der Analyse durchgeführt werden sollen:

Quantifizieren, Reporterstellung und Online-Änderung ermöglichen

- a Wählen Sie die gerade erstellte Sequenz aus.
- b Klicken Sie auf die Registerkarte **Sequence Options**.
- c Stellen Sie sicher, dass die Kontrollkästchen **Quantify** (Quantifizierung) und **Report** bei „Task(s) to perform“ (durchzuführende Aufgaben) aktiviert sind.
- d Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Allow Online Editing** (Online-Bearbeitung ermöglichen).

The screenshot shows the 'Sequence Options' form for sequence 'exer4seqdec':

Sequence Name: exer4seqdec

Instrument: EMELC3

Sequence Template: [empty]

Apply

Sequence Identification Description Report Destination

Run with: [empty]

Priority: Medium

Schedule: [empty]

Ready for Analysis

Calibration Mode: Overall Calibration

Task(s) to perform:

- Acquire
- Quantity
- Integrate
- Report
- Allow Online Editing

Sequence Created by: [empty]

## Fortgeschrittene Übung 4a: Sequenzanalyse zur Substanzquantifizierung mit mehrstufiger Kalibrierung

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>5 Tragen Sie den Zielpfad für die Reports ein, ohne zu drucken:</b> Geben Sie Exercise4iii ein, wobei „iii“ Ihre Initialen sind.	<ul style="list-style-type: none"><li>• Ausführliche Anleitungen hierzu finden Sie in <a href="#">Schritt 3</a> auf <a href="#">Seite 36</a>.</li></ul>
<b>6 Speichern Sie die Sequenz.</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf  und geben Sie bei Bedarf die Begründung für die Änderung und Ihr Passwort ein.</li></ul> <p>Nach dem Speichern der Sequenz erhöht sich die Version um eins. In diesem Fall wird die Versionsnummer auf 2 gesetzt.</p>

## Aufgabe 2. Bearbeiten der Sequenzvorlage während der Analyse

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>1 Starten Sie die Sequenz, wenn das Gerät bereit ist.</b>	<p>Ausführliche Anleitungen hierzu finden Sie in „<a href="#">Aufgabe 3. Analysieren und Verfolgen der Sequenz</a>“ auf Seite 37, Schritte 1 und 2.</p> <p>Beachten Sie, dass die Sequenz unterhalb des Geräteordners verschwindet.</p> <p>Nach dem Sequenzlauf erhöht sich die Version um eins. In diesem Fall wird die Versionsnummer auf 3 gesetzt.</p>

Schritte	Ausführliche Anleitung
----------	------------------------

**2 Bearbeiten Sie die Sequenz während des Analyselaufs:**

Nachdem der letzte Peak des ersten Standardlaufes eluiert ist, wählen Sie die sofortige Quantifizierung der ersten Probe „sample 1\_4“ in der Sequenz.

- a Wählen Sie in der Strukturansicht Ihr Gerät aus.
- b Klicken Sie im Arbeitsbereich des Geräts auf die Registerkarte **Worklist**.
- c Wählen Sie die Sequenz aus.
- d Nachdem der letzte Peak des ersten Standardlaufes eluiert ist, klicken Sie in der Symbolleiste auf .

Die Sequenz in der Arbeitsliste meldet nun „Preparing to edit“ (Bearbeitung wird vorbereitet). Nach Beendigung des Laufes wird die Sequenz angehalten und als Status „Editable“ (editierbar) angegeben.

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

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

- e Erweitern Sie den Geräteordner. (Beachten Sie, dass die Sequenz nun wieder zu sehen ist).  
Falls Sie die Sequenz nicht sehen, klicken Sie auf die Schaltfläche **Redo Query** (Abfrage wiederholen) oder drücken Sie F5.
- f Wählen Sie die Sequenz und dann die erste Probe „sample 1\_4“ in der Sequenztafel aus.
- g Doppelklicken Sie auf die Zelle **Immediate Quantitation** (sofortige Quantifizierung).
- h Doppelklicken Sie auf **Yes**.
- i Speichern und starten Sie die Sequenz.  
Nach dem Speichern der Sequenz erhöht sich die Versionsnummer auf 4.  
Nach dem Lauf der Sequenz erhöht sich die Versionsnummer auf 5.
- j Wählen Sie das Gerät und klicken Sie auf die Registerkarte **Worklist**. (Die Sequenz startet mit dem zweiten Standard).

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

## Aufgabe 3. Überprüfen der Kalibrierergebnisse

### Schritte

#### 1 Überprüfen Sie die Kalibriertabelle und -kurve.

Wenn Sie die Probe vor mehr als 7 Tagen analysiert haben, müssen Sie die Abfrage ändern, um ältere Ergebnisse aus der Datenbank zu laden. Einzelheiten dazu finden Sie in der Online-Hilfe *Wie man* unter „Definieren einer Abfrage.“

Beachten Sie, dass bei der ersten Betrachtung der Sequenzergebnisse in der Ergebnisansicht die Versionsnummer der Anzahl der erfolgten Speicherungen plus der Anzahl der durchgeführten Analyseläufe entspricht. Bei dieser Übung ist die Versionsnummer für das Sequenzergebnis 5.

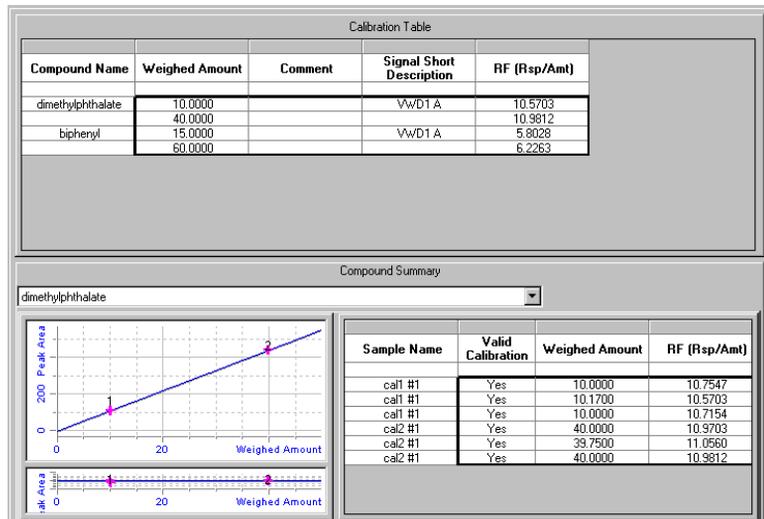
Siehe Kapitel 5, „Probenanalyse“, im *Konzepte- Leitfaden* nach Informationen zur Versionsführung bei Sequenzen und Kalibrierungen.

### Ausführliche Anleitung

- Wählen Sie **Result** aus der Liste „Current View“.
- Wählen Sie **AllSeqNotApprovedRunLast7Days** aus der Liste Query.
- Erweitern Sie den Ordner **exer4seq/iii**.

Es erscheint ein Ordner, der die Einzelergebnisse und die Ergebnisse der Kalibrierung enthält.

- Wählen Sie irgendeinen der Ordner **Calibration - exer4seq/iii Calib Rev 5**. Im Arbeitsbereich werden die Kalibriertabelle und Kalibrierkurve angezeigt.



- Beachten Sie, wie das System die Standards bei einer Gesamtkalibrierung zur Quantifizierung der Proben im Vergleich zu einer einstufigen Kalibrierung wie in Übung 3a nutzt., gegenüber einer einstufigen Kalibrierung wie in Übung 3a.

## Fortgeschrittene Übung 4a: Sequenzanalyse zur Substanzquantifizierung mit mehrstufiger Kalibrierung

### Schritte

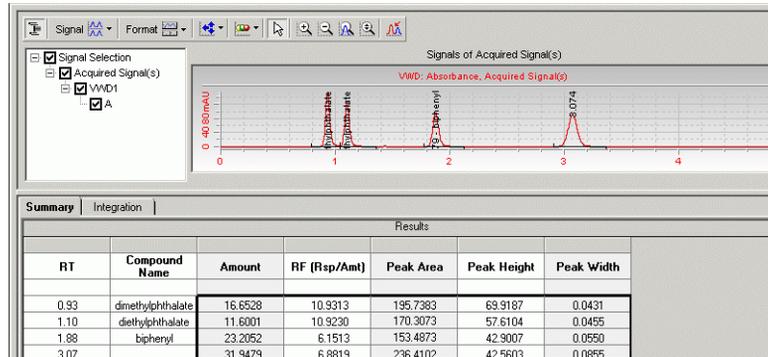
### Ausführliche Anleitung

#### 2 Überprüfen Sie die Einzelergebnisse für beide sample 1\_2-Injektionen.

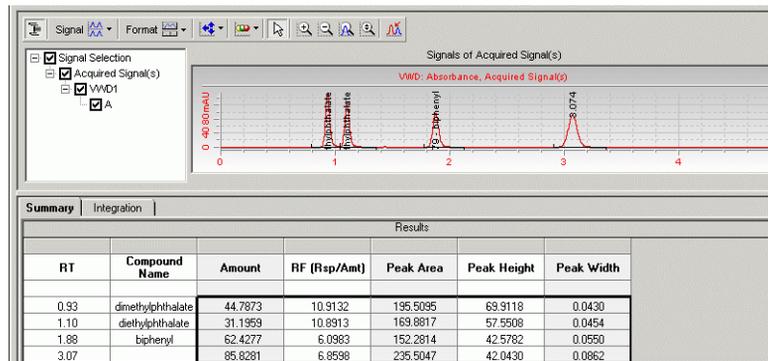
Beachten Sie, dass die erste Probe „sample 1\_2“ einen andere Menge aufweist. Warum?

„Amount“ ist die Substanzmenge in der Probe. Der Wert stellt in dieser Übung die Substanzmenge der Injektion multipliziert mit den Werten für Verdünnungsfaktor und Reinheit dar. Sie haben bei der Eingabe dieser Probe diese Werte geändert.

- a Erweitern Sie irgendeinen der Ordner **Calibration**.
- b Erweitern Sie den Ordner **Samples**.
- c Erweitern Sie den ersten Ordner **sample 1\_2**.
- d Wählen Sie die Einzelinjektion.
- e Notieren Sie den Wert in der Spalte „Amount“.



- f Erweitern Sie den zweiten Ordner **sample 1\_2**.
- g Wählen Sie die Einzelinjektion.
- h Vergleichen Sie die **Amounts** der ersten und zweiten Probe „sample1\_2“.



## Aufgabe 4. Überprüfen der Reports

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**1 Überprüfen Sie die zwei Einzelinjektions-Reports für die ersten Proben „sample 1\_2“ und „sample 1\_4“.**

Beachten Sie, dass es für jeden der zweiten Probensätze nur einen Ordner gibt, weil sie nicht für Immediate Quantitation (sofortige Quantifizierung) markiert waren.

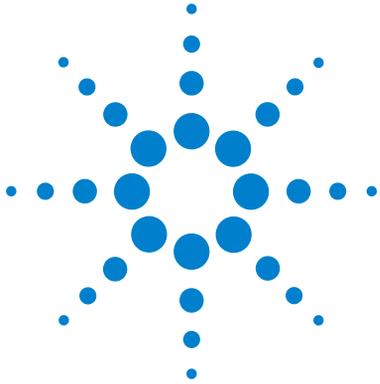
- a Wählen Sie **Start > Programme > Agilent Cerity > Report Viewer.**
- b Wählen Sie **File > Open** oder klicken Sie auf die Schaltfläche **Open.**
- c Erweitern Sie den Ordner **Exercise4iii.**
- d Erweitern Sie den Ordner **003 Multi-Injection Summary Group** und den Ordner **01 Sample single injection.**
- e Doppelklicken Sie auf **default.htm.**  
Beachten Sie die Substanzmengen.
- f Erweitern Sie den Ordner **003 Multi-Injection Summary Group 0001** und den Ordner **01 Sample single injection.**
- g Doppelklicken Sie auf **default.htm.**  
Beachten Sie die Substanzmengen.
- h Wiederholen Sie die Schritte d-g für die Ordner **004 Multi-Injection Summary Group.**

**2 Sehen Sie sich die Probenmenge für die erste Probe „sample 1\_2“ im Sequenzreport an.**

- a Klicken Sie auf die Schaltfläche **Open** und erweitern Sie den Ordner **Exercise4iii.**
- b Erweitern Sie den Ordner **Sequence** und klicken Sie auf 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



## Fortgeschrittene Übung 4b: Ändern der Probenvariablen in der Methode und Neuauswertung

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- die Integrationseinstellungen in der Methode ändert
- einen Kalibrierpunkt entfernt
- die Sequenz so ändert, dass keine Probe sofort nach der Auswertung quantifiziert wird
- die Sequenz mit der aktuellsten Methodenversion erneut auswertet
- eine neue Probenvariable zur Methode hinzufügt
- die Sequenz nach dem Hinzufügen einer neuen Variablen neu auswertet
- Reports neu erzeugt

Sie können dazu die Daten aus der Übung 4a verwenden.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.

### **Bevor Sie beginnen**

Lesen Sie „[Analyse von Routineproben](#)“ auf Seite 11.



## Aufgabe 1. Aktualisierung von Methode und Ergebnis

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Ändern Sie die Integrationseinstellungen in der Methode.

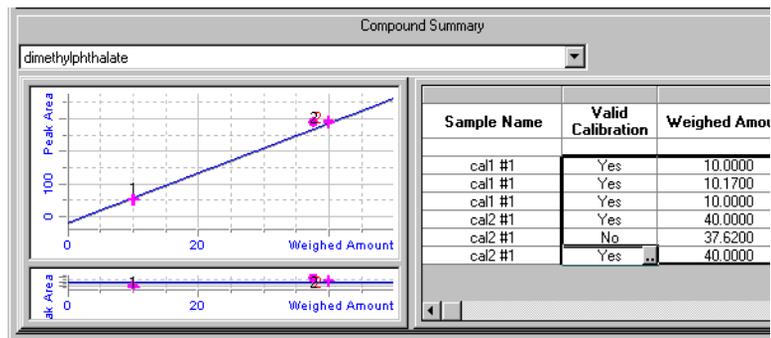
Setzen Sie den Schwellenwert für die Höhe auf 0.

Wenn Sie eine Kopie der Methode defexer4iii benutzen, stellen Sie sicher, dass kein anderer sie geändert hat. Prüfen Sie die alten Versionen. Falls sie geändert wurde, erstellen Sie eine andere Kopie der Standardmethode. Siehe „Bevor Sie beginnen“ auf Seite 5.

- a Wählen Sie **Method** aus der Liste „Current View“.
- b Erweitern Sie den Ordner **exer4iii**.
- c Erweitern Sie den Ordner **Data Analysis**.
- d Wählen Sie **Integration**.
- e Klicken Sie auf die Zelle **Height Reject** (Schwellenwert für die Höhe) und tragen Sie 0 ein.
- f Speichern Sie die Methode.

#### 2 Entfernen Sie den zweiten Cal2-Kalibrierpunkte für Dimethylphthalat.

- a Wählen Sie **Result** aus der Liste „Current View“.
- b Erweitern Sie den Ordner **exer4seqiii**.
- c Wählen Sie den Ordner **Calibration - Exer4iii**.
- d Klicken Sie auf die Zelle „Calibration“ für die zweite Cal2-Kalibrierung.
- e Klicken Sie auf die Schaltfläche ... und doppelklicken Sie dann auf die Zelle, um von **Yes** auf **No** zu wechseln.



## Fortgeschrittene Übung 4b: Ändern der Probenvariablen in der Methode und Neuauswertung

Schritte	Ausführliche Anleitung
----------	------------------------

- |                                                                                                            |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p><b>3 Ändern Sie die Sequenz so, dass keine Probe sofort nach der Auswertung quantifiziert wird.</b></p> | <ul style="list-style-type: none"> <li>a Wählen Sie die Sequenz <code>exer4seqiii</code>.</li> <li>b Doppelklicken Sie in der Sequenztabelle auf die Zelle <b>Immediate Quantitation</b> (sofortige Quantifizierung) für die erste Probe <code>sample1_2</code>.</li> <li>c Doppelklicken Sie auf <b>No</b>.</li> <li>d Wiederholen Sie die Schritte b und c für die erste Probe <code>sample1_4</code>.</li> <li>e Speichern Sie die geänderten Ergebnisse.</li> </ul> <p>Beachten Sie, dass die Version um 1 erhöht wurde.</p> |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

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

## Aufgabe 2. Neuauswertung und Überprüfung der Ergebnisse

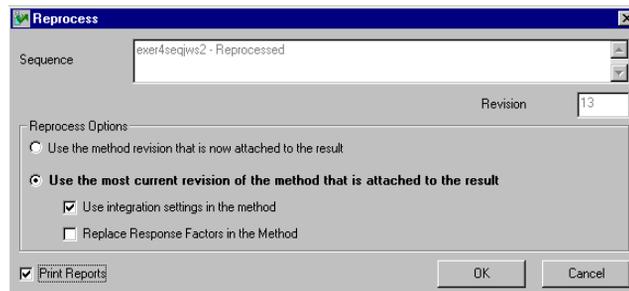
### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**1 Werten Sie die Sequenz mit der aktuellsten Methodenversion erneut aus.**

- Verwenden Sie die Integrations-einstellungen in der Methode.
- Richten Sie den Druck (erneute Generierung) der Reports ein.

- Wählen Sie die Sequenz *exer4seqiii*.
- Wählen Sie **Actions > Reprocess**.
- Wählen Sie **Use the most current revision of the method that is attached to the result** (die aktuellste Version der Methode, die mit dem Ergebnis verbunden ist, verwenden).
- Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Use integration settings in the method** (Integrationseinstellungen der Methode verwenden).
- Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Print Reports**.
- Klicken Sie auf **OK**.
- Um die Neuauswertung zu verfolgen, klicken Sie auf die Registerkarte **Sequence Options**.

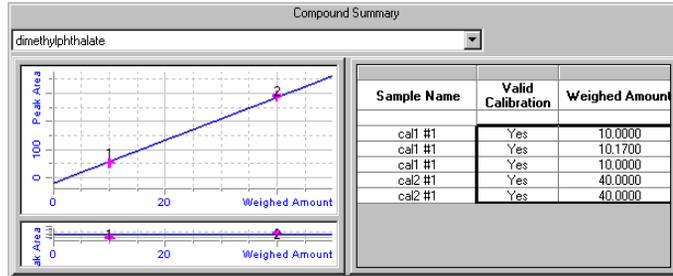


**2 Vergewissern Sie sich, dass die Integrationsänderungen bei den erneut ausgewerteten Ergebnissen erscheinen.**

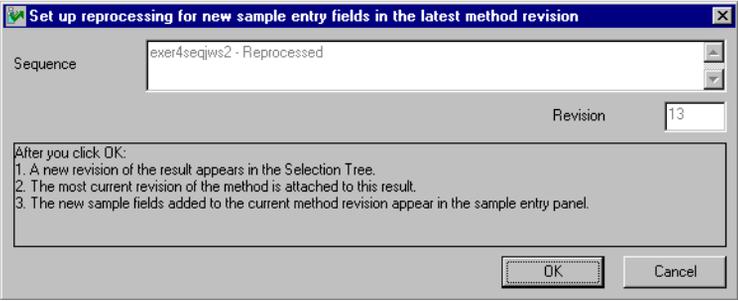
Wenn Sie das Chromatogramm des Kalibrierstandards wegen des Beispielchromatogramms nicht sehen können, klicken Sie auf die Schaltfläche **Layout** und deaktivieren Sie das Kontrollkästchen „**Display Example Chromatogram**“ (Beispielchromatogramm anzeigen).

- Erweitern Sie den zweiten Ordner **Calibration - Exer4iii**.
  - Erweitern Sie die Ordner **Calibrations** und **Cal1**.
  - Wählen Sie **Cal1 #1**.
- Beachten Sie, dass einer oder mehrere Peaks jetzt integriert sind und in der Ergebnistabelle erscheinen.

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>3 Überprüfen Sie die Kalibrierübersicht.</b></p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Wählen Sie den zweiten Ordner <b>Calibration - Exer4iii</b>.</li> </ul> <p>Beachten Sie, dass der Kalibrierpunkt, den Sie vor der Neuauswertung entfernt haben, verschwunden ist.</p>
<p><b>4 Überprüfen Sie die Reports für den ersten Probensatz, um sicherzustellen, dass sie mit allen Kalibrierstandards quantifiziert wurden.</b></p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>a Wählen Sie <b>Start &gt; Programme &gt; Agilent Cerity &gt; Report Viewer</b>.</li> <li>b Wählen Sie <b>File &gt; Open</b>.</li> <li>c Erweitern Sie <b>Exercise4iii-0001</b>.</li> </ul> <p>Beachten Sie, dass es nur einen Report für alle Proben gibt. Nach der Anfangsauswertung gab es zwei Reports für die erste Probe von „Sample1_2“ und „Sample1_4“.</p>



## Aufgabe 3. Hinzufügen einer neuen Probenvariablen zur Methode und Neuauswertung

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Fügen Sie eine neue Variable zur Methode hinzu.</b></p> <p>Fügen Sie einen Divisor namens „Attenuation factor“ (Abschwächungsfaktor) mit einem Standardwert von 3 hinzu.</p>	<p>a Wählen Sie <b>Method</b> aus der Liste „Current View“.</p> <p>b Erweitern Sie die aktuelle Version von exer4iii.</p> <p>c Wählen Sie <b>Sample Variables</b> (Probenvariablen).</p> <p>d Tragen Sie „Attenuation factor“ in eine Divisorzelle der Tabelle „System Sample Variables“ ein.</p> <p>e Tragen Sie einen <b>Default Value</b> (Standardwert) von 3 ein.</p> <p>f Speichern Sie die Methode.</p>
<p><b>2 Werten Sie die Sequenz mit der überarbeiteten Methode neu aus.</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Tragen Sie 7 als neuen Wert für den „Attenuation Factor“ (Abschwächungsfaktor) der ersten Sample 1_2 ein.</li> <li>Richten Sie den Druck (erneute Generierung) der Reports ein.</li> </ul>	<p>a Wählen Sie <b>Result</b> aus der Liste „Current View“.</p> <p>b Wählen Sie exer4seqiii.</p> <p>c Wählen Sie <b>Actions &gt; Set up reprocessing for new sample entry fields</b> (Neubearbeitung mit neuen Probenfeldern).</p>
	 <p>d Klicken Sie auf <b>OK</b>.</p> <p>Das neue Fenster „Sample Entry“ (Probeneintrag) erscheint.</p> <p>e Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Amounts</b> und geben Sie für den „Attenuation factor“ den Wert 7 ein.</p> <p>f Wählen Sie <b>Actions &gt; Reprocess</b> (Neubearbeitung).</p> <p>g Wählen Sie <b>Use the method revision now attached to the result</b> (Methodenversion verwenden, die jetzt mit dem Ergebnis verbunden ist).</p> <p>h Aktivieren Sie das Kontrollkästchen <b>Print Reports</b> (Report drucken).</p> <p>i Klicken Sie auf <b>OK</b>.</p>

## Fortgeschrittene Übung 4b: Ändern der Probenvariablen in der Methode und Neuauswertung

### Schritte

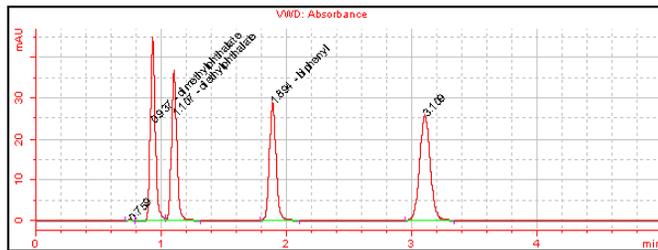
### Ausführliche Anleitung

**3 Suchen Sie den Report für die erste Probe „sample1\_2“.**

Beachten Sie, dass sich der Quantifizierungswert nach der Neuauswertung geändert hat. Die Software hat bei der Berechnung den „Attenuation factor“ (Abschwächungsfaktor) einbezogen.

- a Wählen Sie **Start > Programme > Agilent Cerity > Report Viewer**.
- b Wählen Sie **File > Open**.
- c Erweitern Sie **Exercise4iii-0002**.
- d Erweitern Sie den Ordner 003Multi-Injection Summary.
- e Erweitern Sie den Ordner „01Sample Single Injection“.
- f Doppelklicken Sie auf default.htm.

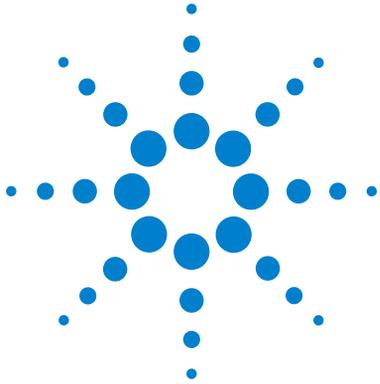
Der Report erscheint mit der neuen Menge für sample1\_2.



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

## Fortgeschrittene Übung 4b: Ändern der Probenvariablen in der Methode und Neuauswertung



## Fortgeschrittene Übung 5a: Ausführen einer Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

Diese Übung enthält eine Aufgabenfolge, die Ihnen bei der Überprüfung von Ergebnissen und Reports eines Sequenzlaufes mit einer Methode für mehrstufige, umschließende Kalibriersequenzen, ISTD-Quantifizierung und variablen Mengen helfen. Sie lernen, wie man:

- Ergebnisse einer Gesamtkalibrierung erkennt
- die Berechnungen für den Systemeignungstest findet, die im Layout zur Methodenüberprüfung ausgewählt worden sind
- die benutzerdefinierten Berechnungen findet, die in der Methode erstellt wurden
- die Reports auf die Berechnungen hin überprüft, die in der Reportvorlage eingerichtet wurden.

Sie können bei dieser Übung zwischen zwei Methoden wählen:

- der Gerätemethode, kopiert von der zum System gehörigen Standardmethode, defexer5.
- der Methode, die Sie in „[Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen](#)“ auf Seite 145 erstellt haben.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.



### Bevor Sie beginnen

Lesen Sie „[Analyse von Routineproben](#)“ auf Seite 11.

Equilibrieren Sie das Gerät. Siehe „[Grundübung 1a: Equilibrieren des Gerätes](#)“ auf Seite 15.

## Aufgabe 1. Erstellen und Ausführen der Sequenz

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>1 Erstellen Sie eine neue Sequenz.</b> Geben Sie der Sequenz den Namen <code>exer5seqiii</code> , wobei <code>iii</code> Ihre Initialen sind. Benutzen Sie eine der beiden folgenden Methoden: <ul style="list-style-type: none"><li>• <code>defexer5</code></li><li>• <code>exer5iii</code> (erstellt in Übung 5 der Methodenerstellung)</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Ausführliche Anleitungen finden Sie in „<a href="#">Aufgabe 1. Erstellen einer neuen Sequenz</a>“ auf Seite 34.</li></ul>
<b>2 Stellen Sie sicher, dass Quantifizierung und Reports ausgewählt sind.</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Ausführliche Anleitungen finden Sie in „<a href="#">Aufgabe 2. Eintragen der Angaben zu Probe und Sequenz</a>“ auf Seite 35, Schritt 2.</li></ul>
<b>3 Geben Sie den Zielpfad für die Reports an - ohne sie zu drucken - und speichern Sie die Sequenz ab.</b> Geben Sie <code>Exercise5iii</code> ein, wobei „ <code>iii</code> “ Ihre Initialen sind.	<ul style="list-style-type: none"><li>• Ausführliche Anleitungen finden Sie in „<a href="#">Aufgabe 2. Eintragen der Angaben zu Probe und Sequenz</a>“ auf Seite 35, Schritt 3.</li></ul>
<b>4 Starten und beobachten Sie die Sequenz.</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Ausführliche Anleitungen finden Sie in „<a href="#">Aufgabe 3. Analysieren und Verfolgen der Sequenz</a>“ auf Seite 37.</li></ul>

## Aufgabe 2. Überprüfen der Ergebnisse und Reports

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**1** Vergleichen Sie die Responsefaktoren (RF) für Dimethylphthalat für den ersten Satz Proben, die von Kalibrierstandards umschlossen sind, mit dem zweiten Satz Proben.

**Hinweis:** Wenn Sie die RFs nicht sehen können, klicken Sie auf den unteren Rand des Fensters „Compound Summary“ (Substanzübersicht), damit die Bildlaufleiste erscheint.

Beachten Sie, dass die RFs für die zweiten Cal1 und Cal2 für den ersten Satz Proben, die von Kalibrierstandards umschlossen sind, gleich sind, wie für die erste Cal1 und Cal2 für den zweiten, mit Satz Klammerproben.

- a Wählen Sie **Result** (Ergebnis) aus der Liste „Current View“.
- b Wählen Sie **AllSeqNotApprovedRunLast7Days** aus der Abfrageliste.
- c Erweitern Sie den Ordner **exer3seq/iii**.
- d Wählen Sie den zweiten Ordner **Calibration - exer3seq/iii**. Der erste Kalibrierordner enthält den Leerprobenlauf.
- e Scrollen Sie durch den Bildschirm, bis Sie die RFs sehen.
- f Wählen Sie den dritten Ordner **Calibration - exer5seq/iii**.
- g Scrollen Sie durch den Bildschirm, bis Sie die RFs sehen.
- h Vergleichen Sie die RFs.

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

## Fortgeschrittene Übung 5a: Ausführen einer Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 2 Überprüfen Sie die Berechnungen zur Systemeignung für Cal1 #1 im zweiten Kalibrierordner.

Beachten Sie die Werte für die Berechnungen der „Average Percent Specified Impurity“ und der „Average Percent Unspecified Impurity“, die als benutzerdefinierte Berechnungen in der Methode eingerichtet worden sind.

- a Erweitern Sie den zweiten Ordner **Calibration - exer3seq/// Calib.**
- b Erweitern Sie den Ordner **Calibrations.**
- c Erweitern Sie den Ordner Cal1.
- d Wählen Sie Cal1 #1.
- e Überprüfen Sie in der Ergebnistabelle die Berechnungen für den Systemeignungstest.

Sie müssen eventuell auf den unteren Rand der Ergebnistabelle klicken, um die Bildlaufleiste zu sehen.

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

## Fortgeschrittene Übung 5a: Ausführen einer Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

Schritte	Ausführliche Anleitung
----------	------------------------

**3 Überprüfen Sie die Ergebnisse der prozentualen Verunreinigung für die erste Probe Sample1\_2 und für die ganze Probengruppe.**

Beachten Sie, dass die Werte der prozentualen Verunreinigungen die Grenzwerte überschreiten.

- a Erweitern Sie den zweiten Ordner **Calibration - exer3seq/ii**.
- b Erweitern Sie den Ordner **Samples**.
- c Wählen Sie den Ordner **Sample1\_2**.

Beachten Sie, dass der mittlere Prozentanteil der bekannten und der unbekanntenen Verunreinigungen hier für beide Injektionen angezeigt wird.

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 Erweitern Sie den Ordner **Group Results**.
- e Wählen Sie **Samples**.

Hier erscheint der Mittelwert der prozentualen Verunreinigungen über alle Proben hinweg. Ebenso werden die Ergebnisse der Grenzwertprüfung auf für diese Verunreinigung angezeigt.

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

## Fortgeschrittene Übung 5a: Ausführen einer Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- 4 Überprüfen Sie den Einzelproben-Report für die erste Sample1\_2 und den Report für die Probengruppe.**

- a** Wählen Sie **Start > Programme > Agilent Cerity > Report Viewer**.
- b** Wählen Sie **File > Open**.
- c** Erweitern Sie **Exercise5iii**.
- d** Erweitern Sie „003Multi-InjectionSummary“.
- e** Erweitern Sie „01Sample Single Injection“ und doppelklicken Sie auf default.htm.

Beachten Sie die Werte der Berechnungen für den Systemeignungstest in der Tabelle, die in der Methode eingerichtet worden sind.

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** Erweitern Sie **Exercise5iii**.
- g** Erweitern Sie **Sample Group** (Probengruppe) und klicken Sie auf default.htm.

Beachten Sie die Berechnungen und Grenzwerte für prozentuale Verunreinigungen, die im Zuge der benutzerdefinierten Berechnungen und in der Reportvorlage der Methode eingerichtet worden sind.

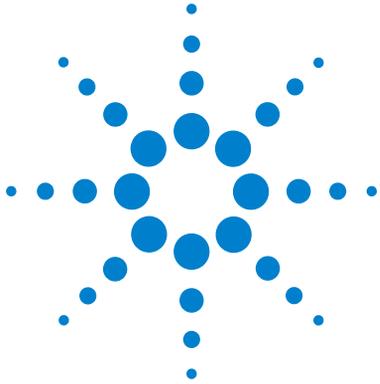
<b>Avg % S All Samples:</b>	13.73
<b>Avg % U All Samples:</b>	37.72

#### 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



## Fortgeschrittene Übung 5b: Einsatz einer anderen Methode zur Neuauswertung

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- eine unterschiedliche Methode mit einer neu kalibrierten Substanz erstellt
- die Neubearbeitung mit einer anderen Methode einrichtet
- die Sequenz mit dieser anderen Methode neu auswertet.

Sie können dazu die Daten aus der Übung 5a verwenden.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.

### **Bevor Sie beginnen**

Lesen Sie „[Analyse von Routineproben](#)“ auf Seite 11.



## Aufgabe 1. Erstellen einer anderen Methode

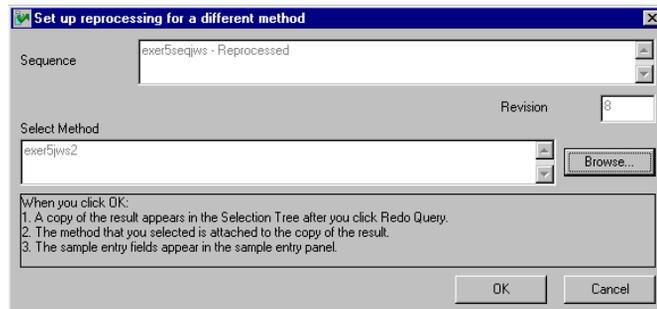
Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Kopieren Sie exer5iii und benennen Sie sie in exer5iii2 um.</b></p> <ul style="list-style-type: none"><li>• Oder kopieren Sie defexer5.</li><li>• Oder verwenden Sie defexer5iii2 zur Neubearbeitung.</li></ul>	<p><b>a</b> Wählen Sie <b>File &gt; New &gt; Method</b>.</p> <p><b>b</b> Klicken Sie im Methodenassistenten auf die Schaltfläche <b>Browse</b>.</p> <p><b>c</b> Wählen Sie <b>exer5iii</b>.</p> <p><b>d</b> Geben Sie als <b>New Method Name</b> <b>exer5iii2</b> ein und klicken Sie auf <b>Next</b>.</p> <p><b>e</b> Klicken Sie auf <b>Next</b>, bis das Fenster „New Method Review“ (Überprüfung einer neuen Methode) erscheint.</p> <p><b>f</b> Klicken Sie auf <b>Finish</b> und dann auf <b>Save</b>.</p>
<p><b>2 Fügen Sie Diethylphthalat als kalibrierte Substanz hinzu.</b></p> <ul style="list-style-type: none"><li>• Kalibrierstufe 1 - 8 µg</li><li>• Kalibrierstufe 2 - 32 µg</li><li>• Stellen Sie Biphenyl als ISTD für diese Substanz ein.</li></ul>	<p><b>a</b> Erweitern Sie den Ordner <b>exer5iii2</b>.</p> <p><b>b</b> Erweitern Sie den Ordner <b>Data Analysis</b>.</p> <p><b>c</b> Wählen Sie <b>Calibration</b>.</p> <p><b>d</b> Führen Sie in der Kalibriertabelle einen Rechtsklick aus und wählen Sie <b>Insert Compound</b>.</p> <p><b>e</b> Wählen Sie Diethylphthalat aus, klicken Sie auf <b>&gt;</b> und dann auf <b>OK</b>.</p> <p><b>f</b> Wählen Sie in der Kalibriertabelle den Eintrag Diethylphthalat.</p> <p><b>g</b> Klicken Sie bei der Stufe 1 auf die Zelle <b>Use Default Amount</b> (Standardmenge verwenden) und klicken Sie auf die Schaltfläche.</p> <p><b>h</b> Wählen Sie das Zeichen <b>+</b> und tragen Sie 8 µg in die Zellen <b>Weighed Amount</b> (Abgewogene Menge) und <b>Unit</b> (Mengeneinheit) ein.</p> <p><b>i</b> Wiederholen Sie die Schritte g und h für die Stufe 2 und mit 32 µg.</p> <p><b>j</b> Wählen Sie <b>Quantitation</b>.</p> <p><b>k</b> Wählen Sie Diethylphthalat.</p> <p><b>l</b> Aktivieren Sie das Kontrollkästchen <b>Use ISTD Compound</b> (ISTD-Substanz verwenden) und wählen Sie Biphenyl.</p> <p><b>m</b> Speichern Sie die Methode.</p>

## Aufgabe 2. Neubearbeitung der Sequenzergebnisse

Schritte	Ausführliche Anleitung
----------	------------------------

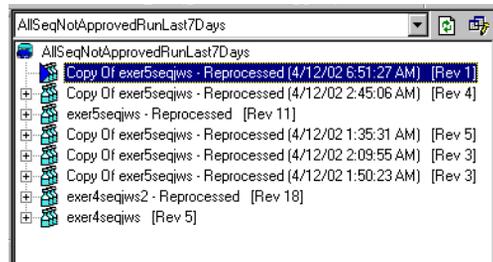
**1 Richten Sie die Neubearbeitung mit einer anderen Methode ein.**  
 Wählen Sie *exer5iii2* oder *defexer5iii2*.  
 Im *Konzepte Leitfad*en finden Sie in Kapitel 3, „Probenanalyse“, ein Diagramm, das Ihnen bei der Auswahl der für die Neubearbeitung richtigen Option hilft.

- a Wählen Sie **Result** aus der Liste „Current View“.
- b Wählen Sie aus der Abfrageliste den Eintrag **MySeqNotApprovedRunLast7days**.
- c Wählen Sie den Ordner **exer5seqiii**.
- d Wählen Sie **Actions > Set up reprocessing for a different method** (Neubearbeitung mit einer anderer Methode einrichten).



- e Klicken Sie auf **Browse**, wählen Sie *exer5iii2* und klicken Sie auf **OK**.
- f Klicken Sie auf **OK** und dann auf **Save**.

Es erscheint eine Kopie der Sequenz in der Strukturansicht, bereit zur Neubearbeitung. Diese Kopie ist nun an die neue Methode angehängt, besitzt aber noch keine untergeordneten Ordner, bis sie neu bearbeitet wird.



## Fortgeschrittene Übung 5b: Einsatz einer anderen Methode zur Neuauswertung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 2 Tragen Sie Mengen für jeden Kalibrierstandard der neu kalibrierten Substanz Diethylphthalat ein.

Stufe 1 - 8

Stufe 2 - 32

- Wählen Sie diese Kopie (beachten Sie Datum und Zeit dahinter).
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Amount** im Fenster „Sample Entry“ (Probeneintrag) im Arbeitsbereich der Sequenz.
- Für jeden Standard der Stufe 1 aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Use** für Diethylphthalat und geben Sie 8 ein.
- Für jeden Standard der Stufe 2 aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Use** für Diethylphthalat und geben Sie 32 ein.
- Speichern Sie das Ergebnis.

#### 3 Werten Sie die Kopie neu aus.

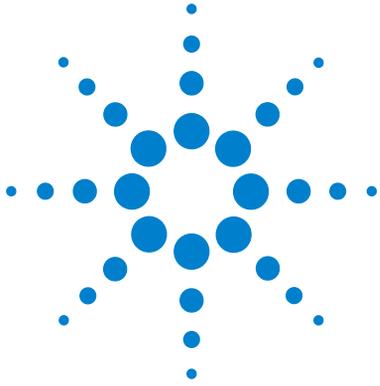
- Wählen Sie **Actions > Reprocess**.
- Stellen Sie sicher, dass **Use the method revision now attached to the result** (Die Methodenversion, die jetzt mit dem Ergebnis verbunden ist, verwenden) aktiviert ist.
- Klicken Sie auf **OK**.
- Überwachen Sie die Neubearbeitung im Fenster „Sequence Options“.
- Klicken Sie auf die Schaltfläche **Redo Query** (Abfrage wiederholen).
- Erweitern Sie die Kopie.
- Wählen Sie einen Kalibrierordner.
- Stellen Sie sicher, dass Diethylphthalat als kalibrierte Substanz aufgenommen worden ist.

The screenshot displays the Agilent Certify NDS software interface. The main window is titled "Agilent Certify NDS for Pharmaceutical QA/QC - SCHEIDERER.ROBIN - Administrator - Certify for Pharma QA-QC". The interface is divided into several sections:

- Left Panel:** A tree view showing the project structure, including "AISeqNoApprovedRunLast7Days", "Copy Of exer5seqs - Reprocessed (4/12)", "Calibrations", "Calibration - exer5jw2 Calb Rev 1", "Calibration - exer5jw2 Calb Rev 5", "Old Revisions", "exer5seqs - Reprocessed (Rev 11)", "Copy Of exer5seqs - Reprocessed (4/12)", "Copy Of exer5seqs - Reprocessed (4/12)", "Copy Of exer5seqs - Reprocessed (4/12)", "exer4seqs2 - Reprocessed (Rev 18)", and "exer4seqs (Rev 5)".
- Calibration Table:** A table with columns: Compound Name, Weighed Amount, Comment, Signal Short Description, and RF (R<sub>sp</sub>/Amt).
 

Compound Name	Weighed Amount	Comment	Signal Short Description	RF (R <sub>sp</sub> /Amt)
dimethylphthalate	10.0000		VW01 A	1.7832
	40.0000		VW01 A	1.7271
diethylphthalate	8.0000		VW01 A	1.9196
	32.0000		VW01 A	1.9107
biphenyl	15.0000		VW01 A	1.0000
	60.0000		VW01 A	1.0000
- Compound Summary:** A section for "diethylphthalate" showing a graph of Area Ratio (Y) vs. Weighed Amount (X) and a table of calibration points.
 

Sample Name	Valid Calibration	Weighed Amount	RF (R <sub>sp</sub> )
cal1 #1	Yes	8.0000	1.9196
cal1 #1	Yes	8.0000	1.9196
cal2 #1	Yes	32.0000	1.9107
cal2 #1	Yes	32.0000	1.9107
- Bottom Panel:** Shows the user "SCHEIDERER.ROBIN", method "exer5jw2", and date "04/12/2002 02:48:25".



# Erstellen von Methoden

Die folgenden Übungen helfen Ihnen beim Erstellen von Methoden für Ihr Laboratorium. Siehe Kapitel 4, „Methodenerstellung“, im dem *Konzepte-Leitfaden* für weitergehende Informationen als Hilfestellung bei diesen Übungen. Die Grundübungen und fortgeschrittenen Übungen decken folgende Themen ab:

## Grundübungen

**Übung 1 - Erstellen einer Equilibriermethode** Lernen Sie, wie eine Methodenvorlage erstellt wird und Geräteparameter eingetragen werden, um ein Gerät zu equilibrieren.

**Übung 2 - Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Substanzidentifizierung** Lernen Sie, wie mit einem Beispielchromatogramm die Integration und Substanzidentifikation für Einzelproben eingerichtet wird.

**Übung 3 - Erstellen einer einstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz** Lernen Sie, wie eine einstufige, einmalig aktualisierte Kalibrierung und ESTD-Quantifizierung mit festen Substanzmengen eingerichtet werden.

## Fortgeschrittene Übungen

**Übung 4 - Erstellen einer mehrstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz** Lernen Sie, wie eine mehrstufige Gesamtkalibrierung und ESTD-Quantifizierung mit variablen Substanzmengen und Probenvariablen eingerichtet werden.



**Übung 5 - Erstellen einer Methode für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen** Lernen Sie, wie eine ISTD-Quantifizierung, benutzerdefinierte Berechnungen, Grenzwerte, umschließende Kalibriersequenzen und Systemeignungstests eingerichtet werden.

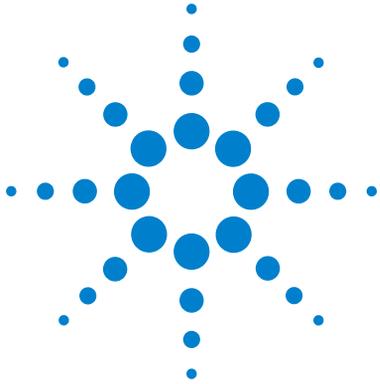
Nachdem Sie die Methoden in den Übungen 1-5 erstellt haben, können Sie diese für die Analyse von Proben und Sequenzen in den Übungen 1-5 des Abschnitts verwenden. Abschnitt–„[Analyse von Routineproben](#)“.

**Bevor Sie beginnen**

Lesen Sie [“Bevor Sie beginnen”](#) auf Seite 5.

Ihr Systemadministrator muss für Ihr System einen Agilent-Flüssigkeitschromatographen der Serie 1100 konfiguriert haben.

Wenn Sie eine Standardmethode kopieren möchten, um eine neue Methode wie in Übung 3 und 5 zu erstellen, stellen Sie sicher, dass sich die Standardmethoden auch in Ihrer Datenbank befinden. Wählen Sie aus der Abfrageliste „AllMethodsRestored“ zur Anzeige von defexer1-5. Wenn diese nicht erscheinen, lesen Sie in den Anleitungen im Abschnitt [„Bevor Sie beginnen“](#) nach, wie Sie diese Methoden von der CD-ROM in Ihre Datenbank übertragen.



## Grundübung Nr. 1: Erstellen einer Equilibriermethode

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- eine Methodenvorlage zur Einstellung der Geräteparameter erstellt
- Geräteparameter einstellt
- Methodenänderungen speichert und protokolliert
- sich die Historie der Methodenänderungen ansieht.

Eine *Methodenvorlage* ist ein Rahmenwerk, in das Sie nur die Bedingungen und Parameter eintragen müssen, die Sie für die Aufnahme und Auswertung der Daten benötigen. Eine *Methode* ist eine Methodenvorlage mit eingetragenen Parameterwerten.

Benutzen Sie diese Methode zum Equilibrieren des Gerätes, wie im Kapitel „[Grundübung 1a: Equilibrieren des Gerätes](#)“ auf Seite 15 beschrieben.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne die ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.

### Bevor Sie beginnen

Lesen Sie zur Erstellung von Methoden das Kapitel „[Erstellen von Methoden](#)“ auf Seite 75.



## Aufgabe 1. Erstellen einer Methodenvorlage zur Eingabe der Geräteparameter

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- 1 **Erstellen Sie eine neue Methodenvorlage für eine Einzelprobe.**
  - Geben Sie der Methodenvorlage den Namen *equilmethiii*, wobei *iii* Ihre Initialen sind.

- a Wählen Sie **File > New > Method** oder klicken Sie auf  und wählen Sie **Method**.  
Es erscheint der Method Wizard (Methodenassistent).
- b Geben Sie im Fenster „New Method“ (Neue Methode) den **Methodennamen** *equilmethiii* ein.
- c Wählen Sie **Single Sample** (Einzelprobe).



- d Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster „Instrument“ (Gerät) zu gelangen.

Schritte	Ausführliche Anleitung
----------	------------------------

**2 Wählen Sie das zu equilibrierende Gerät aus.**

**a** Wählen Sie im Fenster „Instrument“ das Gerät aus, das Sie equilibrieren möchten. Welche Geräte in der Liste **Available Instruments** (verfügbare Geräte) angezeigt werden, hängt von Ihrer Konfiguration des Cerity Networked Data System ab.



**b** Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster „Data Analysis“ (Datenanalyse) zu gelangen.

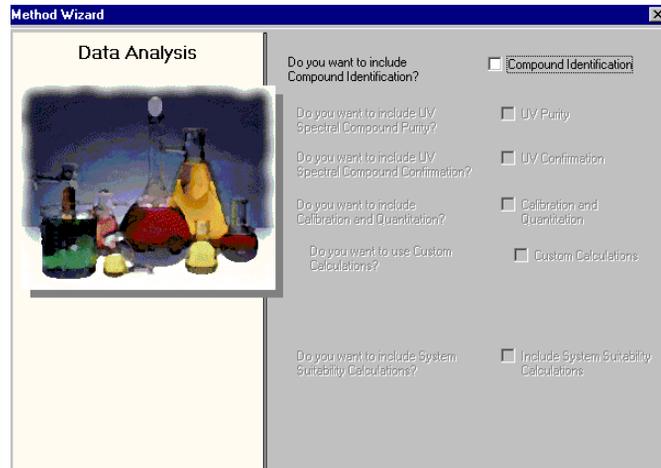
## Grundübung Nr. 1: Erstellen einer Equilibriermethode

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**3 Deaktivieren Sie alle ausgewählten Datenanalyse-Optionen.**

**a** Deaktivieren Sie im Fenster „Data Analysis“ das Kontrollkästchen **Compound Identification** (Substanzidentifizierung).



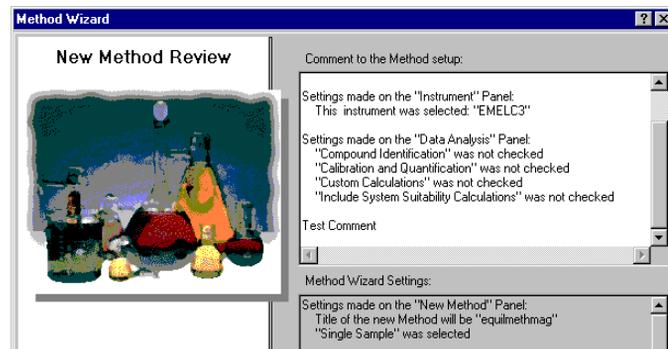
**b** Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster „New Method Review“ (Überprüfen einer neuen Methode) zu gelangen.

**4 Überprüfen und speichern Sie die Methodenvorlage.**

**a** Überprüfen Sie im Fenster „New Method Review“ die Einstellungen im Abschnitt **Method Wizard Settings**.

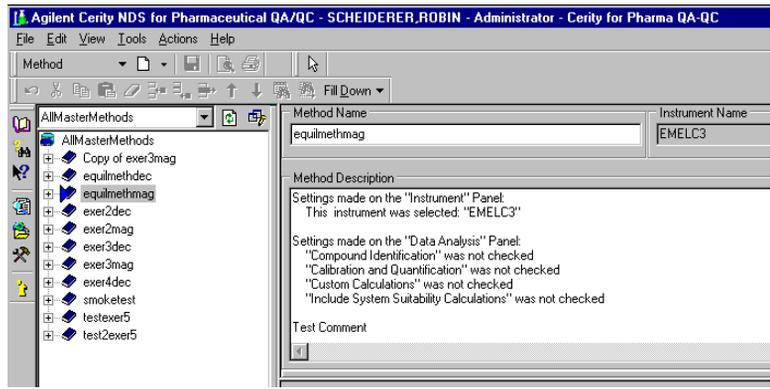
**b** Fügen Sie im Abschnitt **Comment** das Wort „Testkommentar“ ein.

**c** Klicken Sie auf **Finish**.



**d** Klicken Sie auf **Save**, wenn das Dialogfeld „Save Changes to the Database“ (Änderungen in der Datenbank speichern) erscheint.

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>5 Sehen Sie sich die Einstellungen des Methodenassistenten in der Methode an.</b></p>	<p>Nachdem Sie die Methodenvorlage gespeichert haben, erscheint die „Method View“ (Methodenansicht).</p> <p><b>a</b> Wählen Sie die eben erstellte Methode - equilmethiii - aus.</p> <p><b>b</b> Sehen Sie sich im Arbeitsbereich die <b>Method Description</b> (Methodenbeschreibung) an.</p> <p>Sie sehen, dass die Methodenbeschreibung dem Abschnitt „Comment“ des Fensters „New Method Review“ im Methodenassistenten entspricht.</p>



## Aufgabe 2. Eintragen der Gerätebedingungen für die Equilibrierung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Stellen Sie die Pumpenparameter ein:

Methanol als Lösungsmittel B:

- Flussrate: 2ml/min.
- Lösungsmittelzusammensetzung: 80 %MeOH/20 %H<sub>2</sub>O
- Laufzeit: 10 min.

Azetonitril als Lösungsmittel B:

- Flussrate: 1,5ml/min
- Lösungsmittelzusammensetzung: 65 %ACN/35 %H<sub>2</sub>O
- Laufzeit: 10 min.

- Erweitern Sie in der Strukturansicht den Methodenordner *equilmethiii*.
- Erweitern Sie den Ordner **Instrument Setup** und wählen Sie **Quaternary Pump** oder **Binary Pump**.
- Tragen Sie als **Flow** 2 ml/min ein.
- Markieren Sie unter **Solvents** das Auswahlkästchen **B** und tragen Sie 80 in das Feld % ein.  
Der Prozentanteil des Lösungsmittels A wird automatisch auf 20 % gesetzt.
- Wählen Sie unter **Stoptime** (Laufzeit) die Option **min** und tragen Sie 10 ein.
- Übernehmen Sie unter **Posttime** (Wartezeit) und **Pressure Limits** (Druckgrenzwerte) die Vorgabewerte.

#### 2 Stellen Sie das Injektionsvolumen für den automatischen Probengeber (ALS) auf Null.

- Wählen Sie den Ordner **ALS**.
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Setup**.
- Wählen Sie unter „Injection“ die Option **Standard Injection**.
- Setzen Sie das **Injection Volume** (Injektionsvolumen) auf Null.

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>3 Wählen Sie für alle Module die gleiche Laufzeit.</b> Laufzeit: 10 min.	<ul style="list-style-type: none"><li><b>a</b> Wählen Sie den Ordner <b>ALS</b>.</li><li><b>b</b> Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Auxiliary &amp; Time</b> (Sonstiges &amp; Zeiten).</li><li><b>c</b> Wählen Sie unter <b>Stoptime</b> die Option <b>as Pump</b> (wie Pumpe).</li><li><b>d</b> Wählen Sie den Ordner <b>DAD, MWD</b> oder <b>VWD</b>, der in Ihrer Detektorkonfiguration erscheint.</li><li><b>e</b> Wählen Sie unter <b>Stoptime</b> die Option <b>as Pump/Injector</b> (wie Pumpe/Injektor).</li><li><b>f</b> Wählen Sie den Ordner <b>TCC</b>.</li><li><b>g</b> Wählen Sie unter <b>Stoptime</b> die Option <b>as Pump/Injector</b> (wie Pumpe/Injektor).</li><li><b>h</b> Übernehmen Sie für alle anderen Modulparameter die Vorgabewerte.</li></ul>

## Aufgabe 3. Speichern und Protokollieren der Methodenänderungen

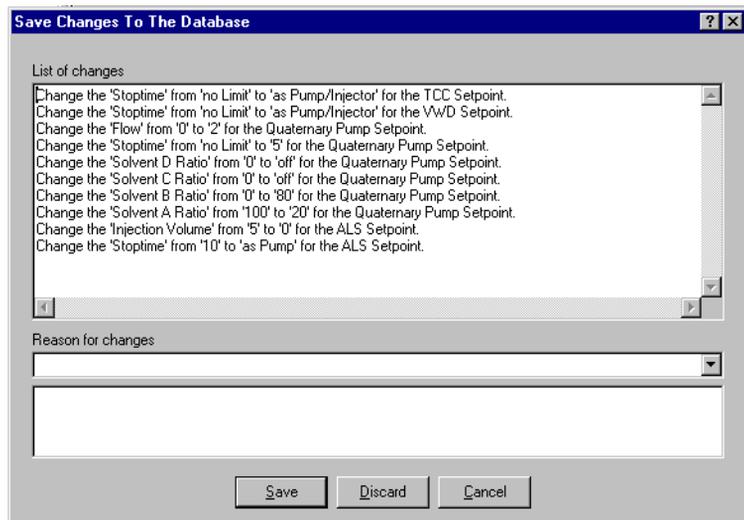
### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Speichern Sie die Methode.

Damit das Dialogfeld **Save Changes To The Database** (Änderungen in der Datenbank speichern) erscheint, muss der Cerity-Administrator das Auditing (Protokollierung) einschalten. Der Cerity-Administrator kann eine Liste mit Begründungen anbieten und von Ihnen die Eingabe Ihrer elektronischen Unterschrift zum Beenden dieses Dialogfeldes verlangen. Diese Aufforderungen erscheinen nur, wenn eine Cerity GMP-Lizenz installiert ist und die Auditaufzeichnung vom Cerity-Administrator aktiviert worden ist.

- a Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf . Es erscheint das Dialogfeld **Save Changes To The Database**.



- b Überprüfen Sie die **List of changes** (Liste der Änderungen).
- c Bei **Reason for changes** (Änderungsgrund) tragen Sie eine Begründung ein oder wählen aus der Liste eine aus.
- d Klicken Sie auf die Schaltfläche **Save**.

**Schritte** **Ausführliche Anleitung**

**2 Sehen Sie sich den Überblick der bisherigen Methodenänderungen an.**

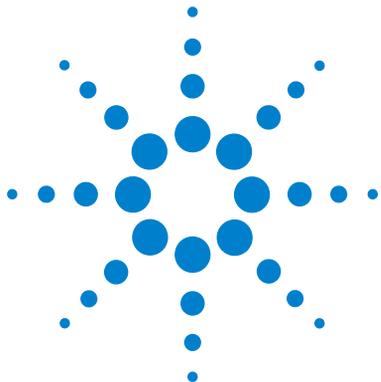
Wenn Sie diese Methode benötigen, bevor Sie eine andere Methode erstellt haben, verwenden Sie diese Methode zur Analyse von Routineproben, Grundübung 1, Equilibrieren des Gerätes.

- a Wählen Sie in der Strukturansicht die Methode *equilmethiii*.
- b Sehen Sie sich die Liste der bisherigen Methodenänderungen an.

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

Einzelne Änderungen der Einstellungen erscheinen in der Änderungshistorie nur dann, wenn eine Cerity GMP-Lizenz installiert ist und die Auditprotokollierung vom Cerity-Administrator aktiviert worden ist.

## Grundübung Nr. 1: Erstellen einer Equilibriermethode



## Grundübung Nr. 2: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Identifizierung von Substanzen

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- eine Methodenvorlage für Einzelproben erstellt, die nur die Substanzidentifizierung in der Methode enthält
- eine Methode zum Erzeugen eines Beispielchromatogramms erstellt und speichert
- mit einem Beispielchromatogramm die Integration einrichtet
- die Substanzidentifizierung einrichtet

Eine *Methodenvorlage* ist ein Rahmenwerk, in das Sie nur mehr die Bedingungen und Parameter eintragen müssen, die Sie für die Aufnahme und Auswertung der Daten benötigen.

Verwenden Sie die Methode, die Sie im ersten Teil der Übung zur Eingabe und Analyse einer Einzelprobe erzeugt haben, um ein Beispielchromatogramm zu erstellen. Mit der fertig gestellten Methode können Sie eine Probengruppe zur Substanzidentifizierung analysieren. Siehe „[Grundübung 2a: Analyse einer Einzelprobe zur Erstellung eines Beispielchromatogramms](#)“ auf Seite 21 und „[Grundübung 3b: Erneute Integration und Auswertung der Ergebnisse](#)“ auf Seite 43.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne die ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.



### Bevor Sie beginnen

Lesen Sie zur Erstellung von Methoden das Kapitel „Erstellen von Methoden“ auf Seite 75.

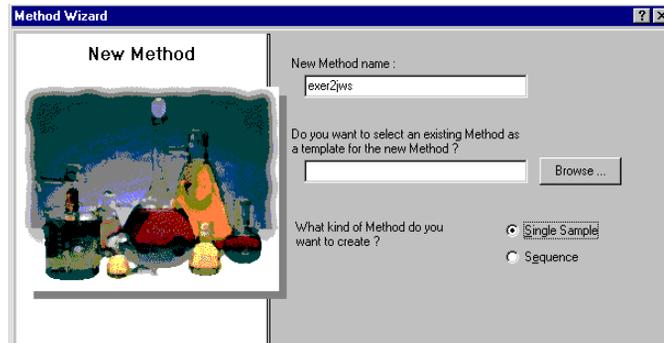
## Aufgabe 1. Erstellen einer Methodenvorlage nur zur Identifizierung von Substanzen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- 1 **Erstellen Sie eine neue Methodenvorlage für eine Einzelprobe.**
  - Geben Sie der Methodenvorlage den Namen *exer2iii*, wobei *iii* Ihre Initialen sind.

- a Wählen Sie **File > New > Method** oder klicken Sie auf  und wählen Sie **Method**.  
Es erscheint der „Method Wizard“ (Methodenassistenten).
- b Geben Sie *exer2iii* in das Feld **Method Name** ein.
- c Wählen Sie **Single Sample** (Einzelprobe).



- d Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster „Instrument“ des Methodenassistenten zu gelangen.

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

2 Wählen Sie ein Gerät für die Methode.

a Wählen Sie im Fenster „Instrument“ das Gerät zur Analyse der Probe aus.



b Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster „Data Analysis“ (Datenanalyse) zu gelangen.

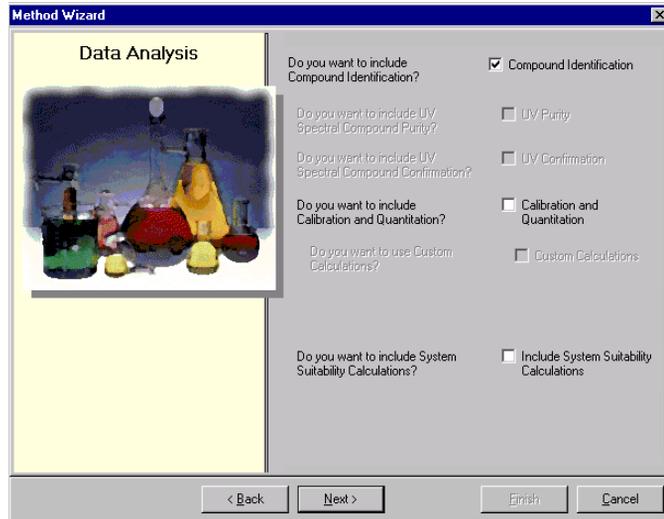
## Grundübung Nr. 2: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Identifizierung von Substanzen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**3 Markieren Sie nur "Compound Identification" (Substanzidentifizierung).**

**a** Deaktivieren Sie im Fenster „Data Analysis“ die Kontrollkästchen **Calibration and Quantification** (Kalibrierung und Quantifizierung) und **Include System Suitability Calculations** (Berechnung für den Systemeignungstest einschließen).



**b** Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster „Identification“ zu gelangen.

**4 Schließen Sie die Erstellung der Methodenvorlage ab.**

Markieren Sie keine Kontrollkästchen im Fenster „Method Wizard Identification“.

**a** Klicken Sie auf **Next** und dann auf die Schaltfläche **Finish**.

**b** Klicken Sie auf **Save**, wenn das Dialogfeld **Save Changes to the Database** (Änderungen in der Datenbank speichern) erscheint.

## Aufgabe 2. Eintragen der Gerätebedingungen für die Equilibrierung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Tragen Sie die Pumpenparameter ein:

Methanol als Lösungsmittel B:

- Flussrate: 2ml/min.
- Lösungsmittelzusammensetzung: 80 %MeOH/20 %H<sub>2</sub>O
- Laufzeit: 5 min.

Azetonitril als Lösungsmittel B:

- Flussrate: 1,5ml/min
- Lösungsmittelzusammensetzung: 65 %ACN/35 %H<sub>2</sub>O
- Laufzeit: 6 min.

- Erweitern Sie in der Strukturansicht den Methodenordner *exer2iii*.
- Erweitern Sie den Ordner **Instrument Setup** und wählen Sie **Quaternary Pump** oder **Binary Pump**.
- Tragen Sie als **Flow** 2 ml/min ein.
- Markieren Sie unter **Solvents** das Kontrollkästchen **B** und tragen Sie 80 in das Feld % ein.  
Der Prozentanteil des Lösungsmittels A wird automatisch auf 20 % gesetzt.
- Wählen Sie unter **Stoptime** (Laufzeit) die Option **min** und tragen Sie 5 ein.

#### 2 Tragen Sie das Injektionsvolumen und die Laufzeit für den automatischen Probengeber ein.

Injektionsvolumen: 1µl

Laufzeit: wie bei der Pumpe

- Wählen Sie in der Strukturansicht den Ordner **ALS**.
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Auxiliary & Time** (Sonstiges & Zeiten).
- Wählen Sie unter **Stoptime** (Laufzeit) die Option **as Pump** (wie Pumpe).
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Setup** und wählen Sie **Standard Injection**.
- Tragen Sie 1µl für das **Injection Volume** (Injektionsvolumen) ein.

## Grundübung Nr. 2: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Identifizierung von Substanzen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 3 Stellen Sie sicher, dass die Laufzeit für alle Gerätemodule gleich ist.

Laufzeit: wie bei der Pumpe

- a Wählen Sie in der Strukturansicht den Ordner **VWD**.
- b Wählen Sie unter **Stoptime** die Option **as Pump/Injector** (wie Pumpe/Injektor).
- c Wählen Sie in der Strukturansicht den Ordner **TCC**.
- d Wählen Sie unter **Stoptime** die Option **as Pump/Injector** (wie Pumpe/Injektor).

Signal & Time | Timetable | Options | Special Setpoints

Signal

Wavelength: 254 nm

Peakwidth (Responsetime): >0.10 min (2.0 s)

Stoptime:

as Pump / Injector

no Limit

0 min

Posttime:

Off

0 min

## Aufgabe 3. Speichern und Protokollieren der Methodenänderungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Speichern Sie die Methode.

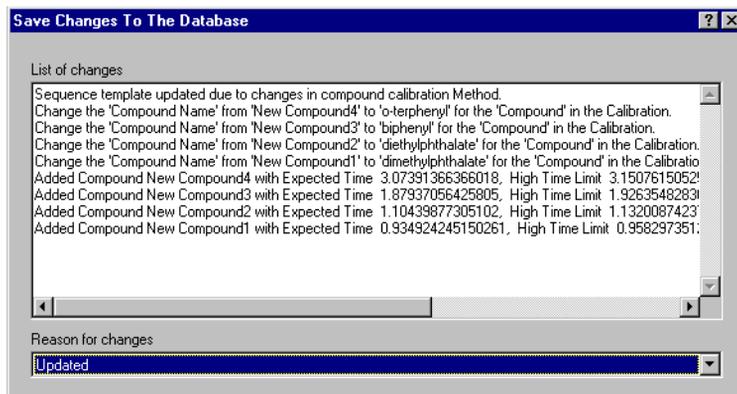
Nachdem Sie die Methode hier gespeichert haben, können Sie mit dieser Methode ein Beispielchromatogramm erzeugen.

Siehe „Grundübung 2a: Analyse einer Einzelprobe zur Erstellung eines Beispielchromatogramms“ auf Seite 21.

Fahren Sie nach Erstellen des Beispielchromatogramms mit der Aufgabe 4 fort.

- a Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf .

Es erscheint das Dialogfeld **Save Changes To The Database** (Änderungen in der Datenbank speichern).



- b Überprüfen Sie die **List of changes** (Liste der Änderungen).  
 c Bei **Reason for changes** (Änderungsgrund) tragen Sie eine Begründung ein oder wählen aus der Liste eine aus.  
 d Klicken Sie auf die Schaltfläche **Save**.

Damit das Dialogfeld **Save Changes To The Database** erscheint, muss der Cerity-Administrator das Auditing (die Protokollierung) einschalten. Der Cerity-Administrator kann eine Liste mit Begründungen anbieten und von Ihnen die Eingabe Ihrer elektronischen Unterschrift zum Beenden dieses Dialogfeldes verlangen.

## Aufgabe 4. Auswahl eines Beispielchromatogramms und Einrichten der Integration

### Schritte

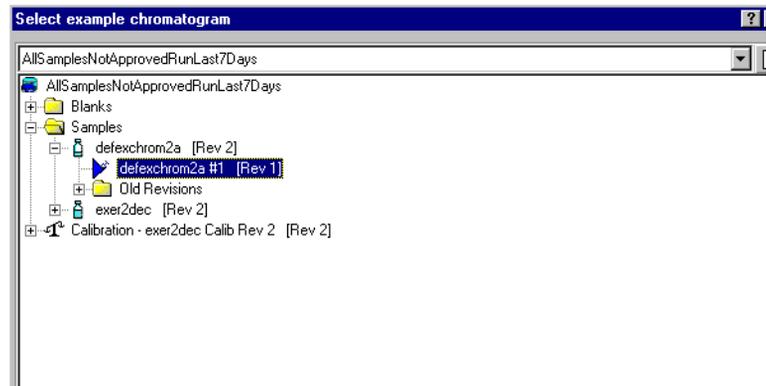
### Ausführliche Anleitung

#### 1 Wählen Sie ein Beispielchromatogramm.

Wenn kein Chromatogramm der isokratischen Probe vorhanden ist, müssen Sie eine Probe analysieren, um das Beispielchromatogramm zu erzeugen. Siehe „Grundübung 2a: Analyse einer Einzelprobe zur Erstellung eines Beispielchromatogramms“ auf Seite 21.

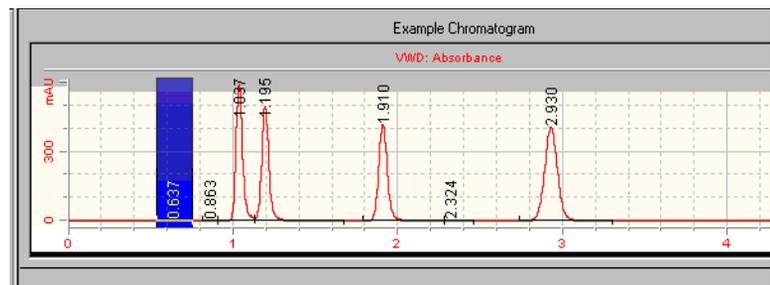
Um die Integration und Identifikation einzurichten, ist das Beispielchromatogramm zwar nicht erforderlich, aber empfehlenswert.

- a Erweitern Sie bei Bedarf in der Strukturansicht den Methodenordner *exer2iii*.
- b Erweitern Sie den Ordner **Data Analysis**.
- c Wählen Sie **Example Chromatogram**.
- d Klicken Sie in der Symbolleiste **Tools** auf .



- e Erweitern Sie den Ordner „Samples“.
- f Erweitern Sie den Ordner *exchromiii* oder *defexchrom2a*.
- g Wählen Sie den Probenamen mit der Injektionsnummer.
- h Klicken Sie auf die Schaltfläche **Select**.

Es erscheint das Beispielchromatogramm im Arbeitsbereich.

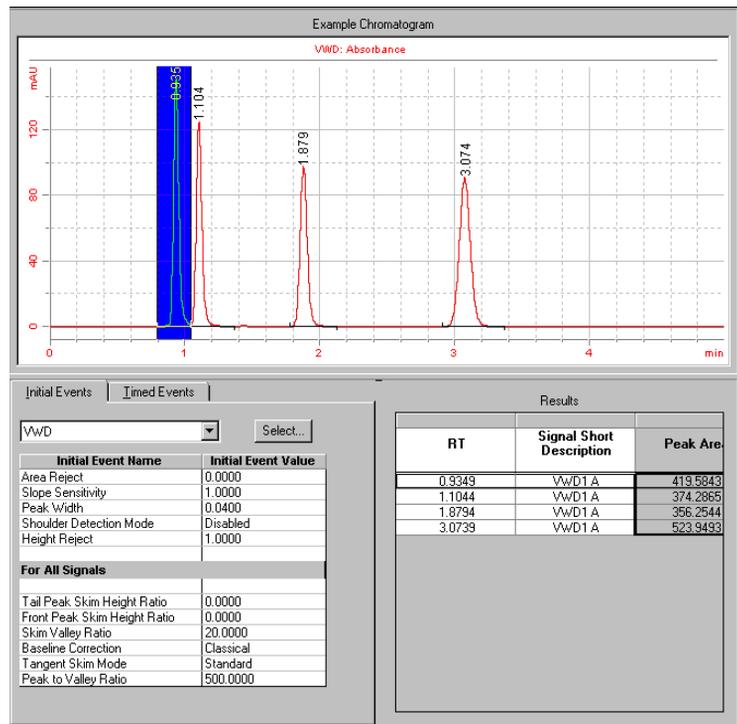


Schritte

Ausführliche Anleitung

2 Ändern Sie die Werte für die Initial Events (anfänglichen Parameter) so, dass nur vier Peaks integriert werden.

- a Wählen Sie in der Strukturansicht unter „Data Analysis“ (Datenanalyse) die Option **Integration**.  
Es erscheint das Beispielchromatogramm mit der Tabelle der Integrationsparameter.
- b Ändern Sie den Wert des Parameters **Height Reject** (Schwellenwert für die Höhe) auf 1 (bzw. den kleinsten Wert, der gerade noch die vier Hauptpeaks integriert).
- c Klicken Sie in der Symbolleiste „Actions“ auf .



## Aufgabe 5. Einrichten der Substanzidentifizierung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**1 Richten Sie die Compound Table (Substanztabelle) für folgende Substanzen ein:**

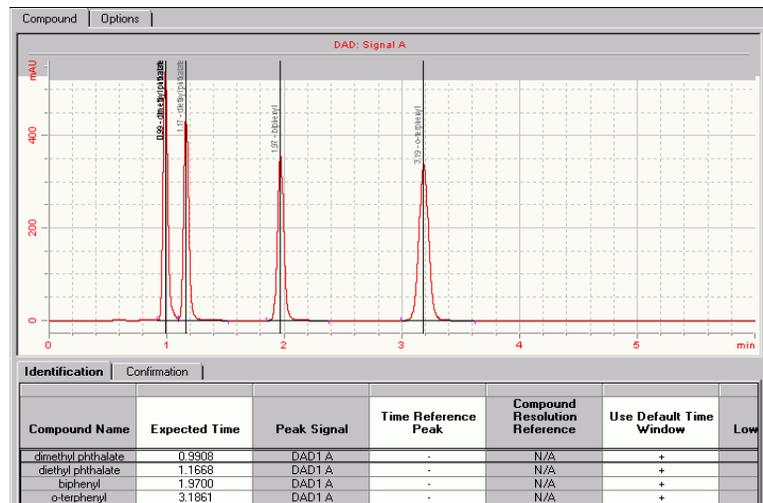
RT=0,9 bis 1,1: Dimethylphthalat

RT=1,1 bis 1,2: Diethylphthalat

RT=1,8 bis 2,1: Biphenyl

RT=3,0 bis 3,2: o-Terphenyl

- Wählen Sie in der Strukturansicht für die Datenanalyse den Punkt **Identification**.
- Klicken Sie in der Symbolleiste „Tools“ auf . Die Peaks erscheinen mit den Namen „New CompoundN“ in der Substanztabelle, wobei N = 1 - 4.
- Wählen Sie unter **Compound Name** (Substanzname) die erste Zelle und geben Sie Dimethylphthalat ein. Geben Sie den Namen nach der Auswahl der Zelle ein. Der vorherige Eintrag wird überschrieben.
- Wählen Sie unter **Compound Name** die zweite Zelle und geben Sie Diethylphthalat ein.
- Wählen Sie unter **Compound Name** die dritte Zelle und geben Sie Biphenyl ein.
- Wählen Sie unter **Compound Name** die vierte Zelle aus und geben Sie o-Terphenyl ein.



**Schritte**

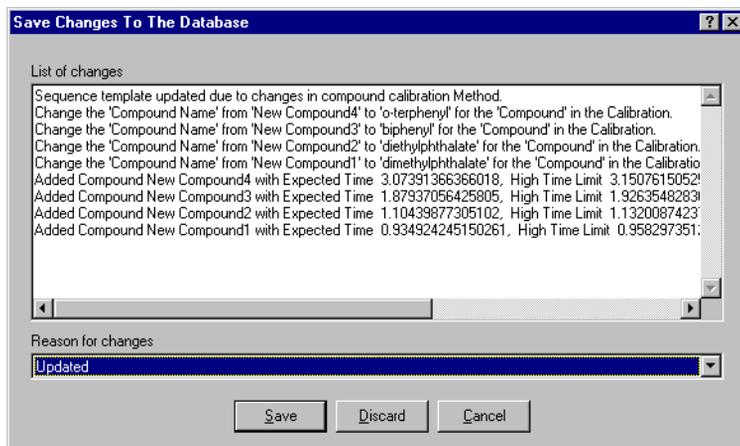
**Ausführliche Anleitung**

**2 Speichern Sie die Methode.**

Wenn Sie diese Methode zur Substanzidentifizierung benötigen, bevor Sie die anderen Methoden in diesen Übungen erstellen, benutzen Sie die Methode für die „Grundübung 2b: Analyse einer Gruppe von Einzelproben zur Substanzidentifizierung“ auf Seite 27.

a Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf .

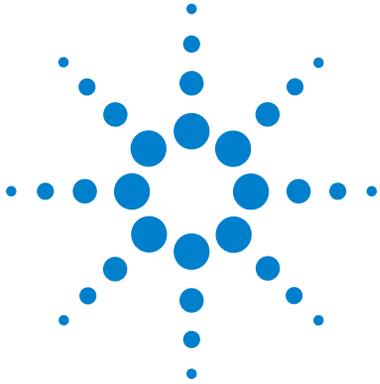
Es erscheint das Dialogfeld **Save Changes To The Database** (Änderungen in der Datenbank speichern).



- b Überprüfen Sie die **List of changes** (Liste der Änderungen).
- c Bei **Reason for changes** (Änderungsgrund) tragen Sie eine Begründung ein oder wählen aus der Liste eine aus.
- d Klicken Sie auf die Schaltfläche **Save**.

Damit das Dialogfeld **Save Changes To The Database** erscheint, muss der Cerity-Administrator das Auditing (die Protokollierung) einschalten. Der Cerity-Administrator kann eine Liste mit Begründungen anbieten und von Ihnen die Eingabe Ihrer elektronischen Unterschrift zum Beenden dieses Dialogfeldes verlangen.

## Grundübung Nr. 2: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Identifizierung von Substanzen



## Grundübung Nr. 3: Erstellen einer einstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- eine Methodenvorlage für eine Sequenz erstellt, die eine einstufige, sukzessiv aktualisierte Kalibrierung und eine ESTD-Quantifizierung enthält
- eine Kalibrierung und Quantifizierung mit festen Substanzmengen einrichtet
- eine Sequenzvorlage erstellt

Eine *Sequenzvorlage* ist eine Sequenztabelle, die die Reihenfolge der Kalibrierstandards und Proben enthält, die Sie mit dieser Methode analysieren. Eine Sequenzvorlage ist dann nützlich, wenn Reihenfolge, Probenamen und Charakteristika jedes Mal gleich sind, wenn Sie eine Sequenz mit dieser Methode analysieren.

Diese Methode können Sie in „[Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung](#)“ und „[Grundübung 3b: Erneute Integration und Auswertung der Ergebnisse](#)“ verwenden.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne die ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.

### Bevor Sie beginnen

Lesen Sie zur Erstellung von Methoden das Kapitel „[Erstellen von Methoden](#)“ auf Seite 75.



## Aufgabe 1. Kopieren einer Methode zur Erstellung einer Methodenvorlage für eine Sequenz

### Schritte

#### 1 Erstellen Sie eine neue Methodenvorlage aus einer bestehenden Methode.

- Geben Sie der Methodenvorlage den Namen *exer3iii*, wobei *iii* Ihre Initialen sind.
- Verwenden Sie *exer2iii* oder *defexer2* als Vorlage für die neue Methodenvorlage.
- Stellen Sie sicher, dass nur Compound Identification, Calibration und Quantitation (Identifizierung, Kalibrierung und Quantifizierung) markiert sind.

Eine Methode kopieren Sie dann, wenn Sie die Einstellungen für das Gerät und die Datenanalyse aus der alten Methode übernehmen möchten. Das spart Ihnen Sie müssen dann nicht mehr die Zeit für das Eintragen der Werte in die neue Methode aufwenden.

### Ausführliche Anleitung

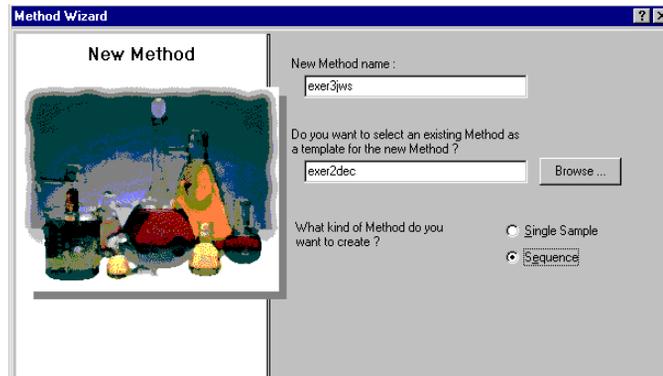
**a** Wählen Sie **File > New > Method** oder klicken Sie auf  und wählen dann **Method**.

Es erscheint das Fenster **Method Wizard New Method**.

**b** Klicken Sie auf die Schaltfläche **Browse** und wählen *exer2iii* oder *defexer2* im Dialogfeld **Method Template Selection**.

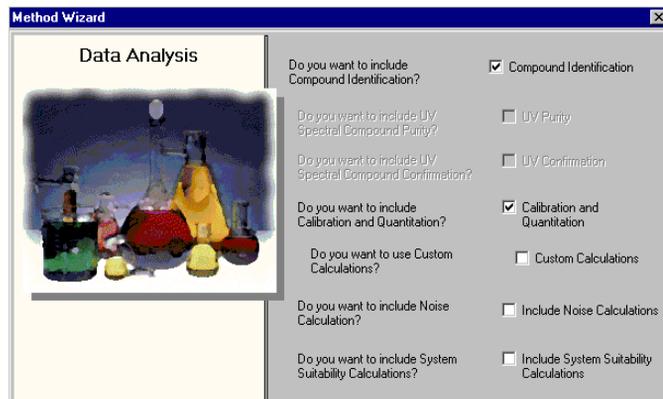
**c** Geben Sie *exer3iii* in das Feld **New Method Name** ein.

**d** Wählen Sie **Sequence** (Sequenz).



**e** Klicken Sie auf **Next**, bis Sie das Fenster **Data Analysis** (Datenanalyse) erreichen.

**f** Markieren Sie die Kontrollkästchen **Calibration und Quantitation**.



**Schritte**

**Ausführliche Anleitung**

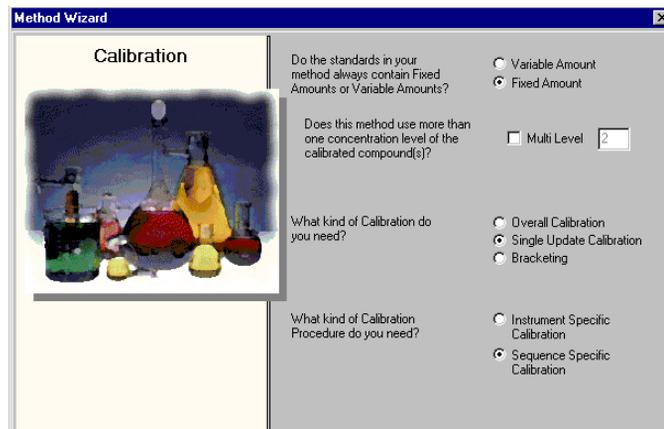
**2 Wählen Sie die Optionen aus, um die Substanztabelle beizubehalten und eine neue Kalibrierung zu erstellen.**

- Wählen Sie folgende Optionen:  
 single level calibration  
 (einstufige Kalibrierung)  
 fixed compound amounts  
 (festgelegte Substanzmengen)  
 single-update calibration  
 (sukzessive Aktualisierung  
 der Kalibriertabelle)  
 sequence-specific calibration  
 (sequenzspezifische Kalibrierung)

- a** Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster **Compound Table** zu wechseln.  
**b** Wählen Sie die Option **Keep Compound Calibration from Method template** (Substanzkalibrierung aus der Methodenvorlage übernehmen). Mit dieser Option übernehmen Sie die Substanztabelle aus der vorherigen Methode (auch wenn keine Kalibrierung eingestellt war).



- c** Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster **Identification** zu wechseln.  
**d** Aktivieren Sie im Fenster **Identification** keine Kontrollkästchen.  
**e** Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster **Calibration** (Kalibrierung) zu wechseln.  
**f** Wählen Sie **Fixed Amount** (feste Menge) und die Vorgabeoptionen.



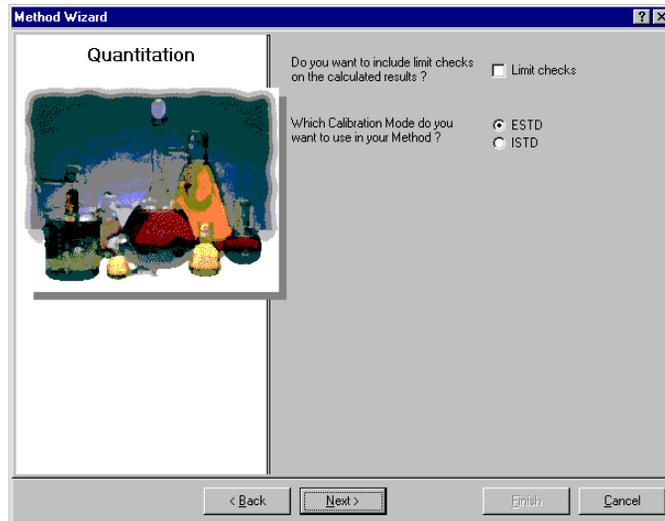
## Grundübung Nr. 3: Erstellen einer einstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**3 Richten Sie die Quantifizierung ein und überprüfen Sie dann Ihre neue Methode.**

- a Klicken Sie auf **Next** zum Wechsel zum Fenster **Quantitation**.
- b Vergewissern Sie sich, dass das Kontrollkästchen **Limit checks** (Grenzwertprüfungen) nicht markiert und die Option **ESTD** gewählt ist.



- c Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster **New Method Review** (Überprüfung einer neuen Methode) zu wechseln.
- d Überprüfen Sie die Einstellungen in **Method Wizard Settings**.
- e Klicken Sie auf die Schaltfläche **Finish**, um Ihre neue Methode zu speichern.

## Aufgabe 2. Auswahl eines Beispielchromatogramms

### Schritte

#### 1 Wählen Sie ein

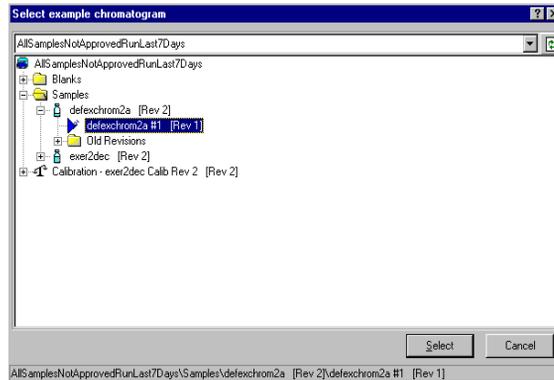
##### Beispielchromatogramm.

- Verwenden Sie das Beispielchromatogramm, das Sie in der Grundübung 2a oder 2b der „Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung“ und „Grundübung 3b: Erneute Integration und Auswertung der Ergebnisse“ erzeugt haben
- Oder verwenden Sie defexchrom2a.

Sie müssen kein Beispielchromatogramm auswählen. Jedoch können Sie dann leichter die Substanzidentifizierung ändern.

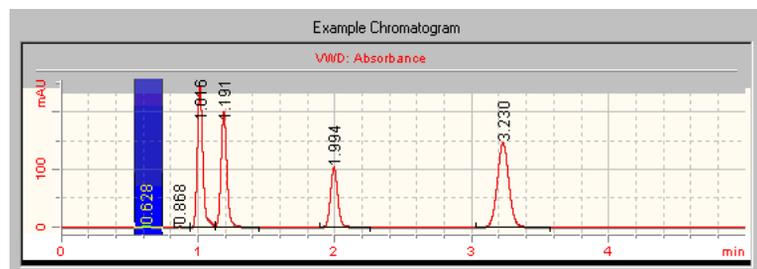
### Ausführliche Anleitung

- Erweitern Sie in der Strukturansicht den Ordner *exer3iii*.
- Erweitern Sie den Ordner **Data Analysis**.
- Wählen Sie den Eintrag **Example Chromatogram** (Beispielchromatogramm).
- Klicken Sie in der Symbolleiste **Tools** auf .



- Wählen Sie den Probenamen mit der Injektionsnummer aus, um das Beispielchromatogramm zu erzeugen.
- Klicken Sie auf die Schaltfläche **Select**.

Es erscheint das Beispielchromatogramm im Arbeitsbereich.



Nachdem Sie das Beispielchromatogramm ausgewählt haben, können Sie die zur Originalmethode gehörigen Einstellungen für die Integration und Identifikation sehen.

## Aufgabe 3. Ändern der Substanzidentifizierung

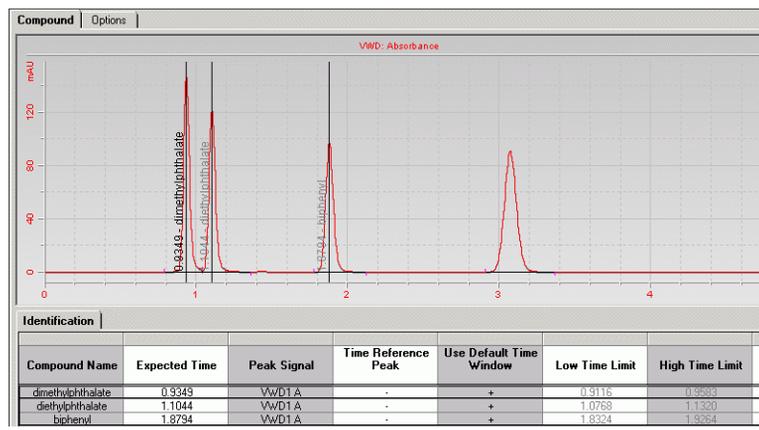
### Schritte

#### 1 Entfernen Sie eine Substanz aus der Substanztabelle.

Entfernen Sie die Substanz o-Terphenyl.

### Ausführliche Anleitung

- Wählen Sie in der Strukturansicht im Ordner „Data Analysis“ den Eintrag **Identification**.
- Markieren Sie die Zelle **o-Terphenyl**.
- Führen Sie auf der Zelle **o-Terphenyl** einen Rechtsklick aus und wählen Sie **Remove Compound** (Substanz löschen).



## Aufgabe 4. Einrichten der Kalibrierung

### Schritte

**1 Richten Sie die Kalibrierung von Dimethylphthalat ein.**

Dimethylphthalat - 10µg

### Ausführliche Anleitung

- a Wählen Sie in der Strukturansicht im Ordner „Data Analysis“ (Datenanalyse) den Eintrag **Calibration** (Kalibrierung).
- b Wählen Sie in der Kalibriertabelle den Eintrag Dimethylphthalat.
- c Tragen Sie in der Registerkarte **Options** den Wert 10 in das Feld **Weighed Amount** (abgewogene Menge) und µg in das Feld **Amount Unit** (Mengeinheit) ein.

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 :	<input type="text" value="dimethylphthalate"/>
Weighed Amount :	<input type="text" value="10"/>
Amount Unit :	<input type="text" value="µg"/>
Comment :	<input type="text"/>

## Grundübung Nr. 3: Erstellen einer einstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz

### Schritte

#### 2 Richten Sie die Kalibrierung von Biphenyl ein.

Biphenyl - 15µg

### Ausführliche Anleitung

- Wählen Sie in der Kalibriertabelle den Eintrag Biphenyl.
- Tragen Sie in der Registerkarte **Options** den Wert 15 in das Feld **Weighed Amount** (abgewogene Menge) und µg in das Feld **Amount Unit** (Mengeneinheit) ein.

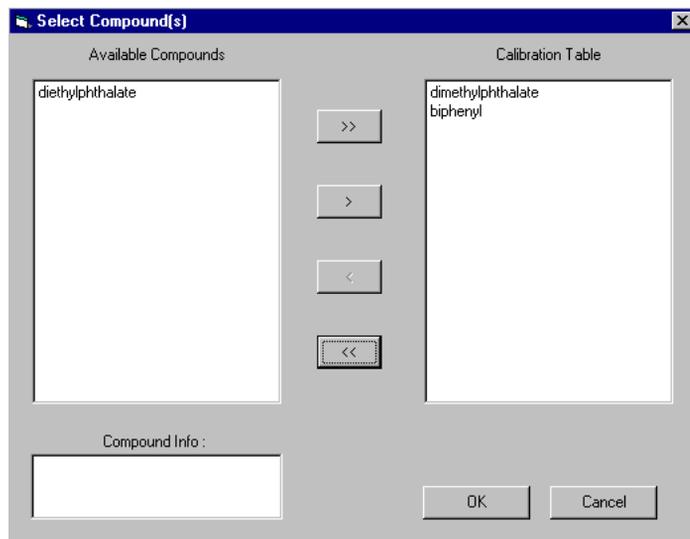
Compounds					
Compound Name	Expected Time	Weighed Amount	Amount Unit	Quantitation Based On	RF (Rsp/Amt)
dimethylphthalate	0.9349	10.0000	µg	area	0.0000
diethylphthalate	1.1044	0.0000		area	N/A
biphenyl	1.8794	15.0000	µg	area	0.0000

Options	
Compound Name :	<input type="text" value="biphenyl"/>
Weighed Amount :	<input type="text" value="15"/>
Amount Unit :	<input type="text" value="µg"/>
Comment :	<input type="text"/>

## Grundübung Nr. 3: Erstellen einer einstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>3 Entfernen Sie Diethylphthalat aus der Kalibriertabelle.</b>	<ol style="list-style-type: none"><li>Führen Sie an einer beliebigen Stelle der Kalibriertabelle einen Rechtsklick aus und wählen Sie <b>Remove Compound</b> aus dem Kontextmenü. Es erscheint das Dialogfeld <b>Select Compound(s)</b> (Substanzauswahl).</li><li>Wählen Sie aus der Liste <b>Calibration Table</b> (Kalibriertabelle) den Eintrag Diethylphthalat.</li><li>Klicken Sie auf die Schaltfläche &lt;, um Diethylphthalat in die Liste <b>Available Compounds</b> (verfügbare Substanzen) zu übernehmen.</li><li>Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>OK</b>.</li></ol>



## Aufgabe 5. Einrichten der Quantifizierung für alle vier Peaks

### Schritte

**1 Lassen Sie die Quantifizierung von Diethylphthalat auf der von Dimethylphthalat basieren.**

Verwenden Sie 0,8 als Mengenkoeffizient.

### Ausführliche Anleitung

- Wählen Sie in der Strukturansicht im Ordner „Data Analysis“ den Eintrag **Quantitation Setup** (Quantifizierung einrichten).
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Uncalibrated Compounds** (Nicht kalibrierte Substanzen).
- Wählen Sie unter **Compound Calibration Type** die Option **Use Compound** (Substanz verwenden).
- Wählen Sie Dimethylphthalat aus der Liste **Use Compound**.
- Tragen Sie 0,8 in das Feld **Amount Multiplier (Compound)** (Mengenmultiplikator) ein.

Calibrated Compounds		Uncalibrated Compounds		Unidentified Peaks	
Compound Name	Expected Time	Compound Calibration Type	Amount Multiplier (Compound)	RF (Rsp/AmI)	Compound Group
diethylphthalate	1.1044	dimethylphthalat ..	1.0000	N/A	

Compound Name:

Compound Calibration Type:

Use Compound

Amount Multiplier (Compound):

Manual Response Factor

No Quantification

Compound Group:

Compound Info:

**Schritte**

**Ausführliche Anleitung**

**2 Lassen Sie die Quantifizierung der nicht identifizierten Peaks auf der von Biphenyl basieren.**

Verwenden Sie 0,9 als Mengmultiplikator.

- a Klicken Sie auf die Registerkarte **Unidentified Peaks** (Nicht identifizierte Peaks).
- b Wählen Sie unter **Use for Quantitation** (Zur Quantifizierung verwenden) die Option **Use Compound** (Substanz verwenden).
- c Wählen Sie Biphenyl aus der Liste **Use Compound**.
- d Tragen Sie 0,9 in das Feld **Amount Multiplier (Unidentified Peak)** ein.

Calibrated Compounds				Uncalibrated Compounds				Unidentified Peaks			
		Use For Quantification	Amount Multiplier (Unidentified Peak)	RF (Unidentified Peaks)							
Not Identified Peaks		dimethylphthalate	1.0000	N/A							

Use For Quantification

Use Compound biphenyl

Amount Multiplier (Unidentified Peak) 0.9

Manual Response Factor N/A

No Quantification

## Aufgabe 6. Erstellen der Sequenzvorlage

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**1 Tragen Sie die folgenden Kalibrierstandards und Proben in die Sequenzvorlage ein:**

Cal1- unverdünnter isokratischer Standard

Sample 1\_2 - isokratischer Standard 1:2 mit Methanol verdünnt

Sample 1\_4 - isokratischer Standard 1:4 mit Methanol verdünnt

### HINWEIS

Sie können keine Sequenzvorlage mit Kalibrierstandards erstellen, bevor Sie nicht die Kalibrierung in „Data Analysis“ eingerichtet haben.

- a Wählen Sie in der Strukturansicht den Eintrag **Sequence Template** für die Methode aus.
- b Tragen Sie in der Probentabelle den Kalibrierstandard für Zeile 1 ein.
  - Tragen Sie Cal1 in das Feld **Sample Name** (Probenname) ein.
  - Wählen Sie **Calibration Standard** (Kalibrierstandard) aus der Liste **Sample Type** (Probentyp).
  - Tragen Sie die **Vial#** (Probengefäßnummer) ein, in der sich der Standard im ALS befindet.
  - Klicken Sie auf die Schaltfläche **Apply** (Anwenden), um die Probenangaben in die Probentabelle zu übertragen.
- c Tragen Sie sample 1\_2 in Zeile zwei ein.
  - Wählen Sie Zeile 2 der Probentabelle.
  - Tragen Sie sample 1\_2 in das Feld **Sample Name** ein.
  - Wählen Sie **Sample** (Probe) aus der Liste **Sample Type** (Probentyp).
  - Tragen Sie die **Vial#** (Probengefäßnummer) ein, in der sich die Probe im ALS befindet.
  - Klicken Sie auf die Schaltfläche **Apply** (Anwenden), um die Probenangaben in die Probentabelle zu übertragen.
- d Tragen Sie sample 1\_4 in Zeile drei ein.
  - Wählen Sie Zeile 3 der Probentabelle.
  - Tragen Sie sample 1\_4 in das Feld **Sample Name** ein.
  - Wählen Sie **Sample** (Probe) aus der Liste **Sample Type**.
  - Tragen Sie die **Vial#** (Probengefäßnummer) ein, in der sich diese Probe im ALS befindet.
  - Klicken Sie auf die Schaltfläche **Apply** (Anwenden), um die Probenangaben in die Probentabelle zu übertragen.

	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Summary Group	Vial #	Injections #	Injection Volume [µl]	Sampl 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

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

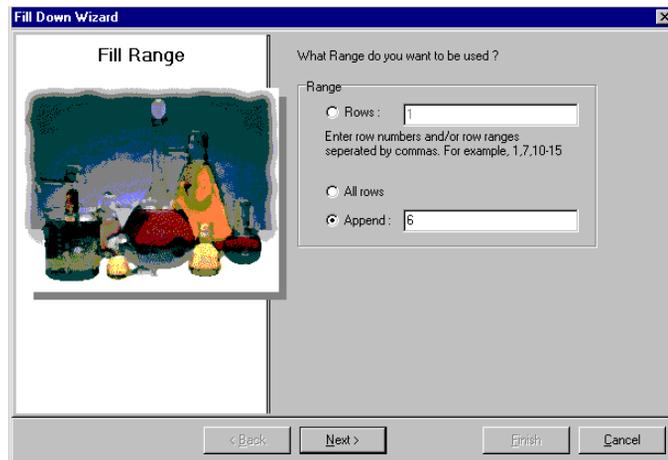
**2 Tragen Sie zwei weitere Sätze mit Cal1, sample1\_2 und sample 1\_4 in die Vorlage ein.**

**Hinweis:** Benutzen Sie den Fill Down Wizard (Assistant für die Dateneingabe) und den Befehl Copy.

Die Standards und Proben in der fertigen Vorlage erscheinen in folgender Reihenfolge:

- Kalibrierstandard
- zwei Proben,
- Kalibrierstandard
- zwei Proben,
- Kalibrierstandard
- zwei Proben

- Klicken Sie in der Symbolleiste Bearbeiten auf **Fill Down** und wählen Sie den **Fill Down Wizard**.  
Es erscheint der Fill Down Wizard (Assistant für die Dateneingabe).
- Unter **Range** wählen Sie **Append** (Anfügen), tragen 6 ein und klicken auf **Next**.



## Grundübung Nr. 3: Erstellen einer einstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- c Tragen Sie im Fenster **Sample Names** cal1 in das Feld **Name** ein und klicken Sie auf **Next**.
- d Deaktivieren Sie im Fenster **Vial Numbers** (Probenflaschennummern) das Kontrollkästchen **Define Vial numbers?** (Probengefäßnummern festlegen?) und klicken dann auf **Finish**.
- e Klicken Sie im Dialogfeld **Apply Sample Changes** (Probenänderungen durchführen) auf **Yes**.  
Sie sehen, dass sechs neue Zeilen als Kopie der ersten Zeile der Vorlage vorhanden sind.
- f Wählen Sie die zwei Proben in den Zeilen 2 und 3 und klicken Sie auf die Schaltfläche **Copy** in der Symbolleiste Bearbeiten.
- g Wählen Sie die Zeilen 5 und 6 und klicken Sie auf die Schaltfläche **Paste** (Einfügen) in der Symbolleiste Bearbeiten.
- h Wählen Sie die Zeilen 8 und 9 und klicken Sie auf die Schaltfläche **Paste** (Einfügen) in der Symbolleiste Bearbeiten.

	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

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 3 Legen Sie fest, wie die Kalibrierung aktualisiert werden soll:

Erste Cal1 - Ersetzen (sowohl RF als auch RT)

Zweite Cal1 - Mittelwert für RF und gleitender Mittelwert für RT (gewichtet 60 % nach RT)

Dritte Cal1 - Mittelwert für RF und gleitender Mittelwert für RT (gewichtet 75 % nach RT)

- a Wählen Sie in der Sequenztabelle die erste Cal1.
- b Klicken Sie auf die Registerkarte **Run**.
- c Wählen Sie „Replace“ (Ersetzen) unter „Calibration“ aus der Liste **Response Factor Update** (Responsefaktoraktualisierung) und wählen Sie „Replace“ aus der Liste **Retention Time Update** (Retentionszeitaktualisierung).
- d Wählen Sie in der Sequenztabelle die zweite Cal1.
- e Wählen Sie „Average“ (Mittelwertbildung) unter „Calibration“ aus der Liste **Response Factor Update** und wählen Sie auch „Average“ (Mittelwertbildung) aus der Liste **Retention Time Update**.
- f Wählen Sie 60 %.
- g Wiederholen Sie die Schritte d und e für die dritte Cal1.

	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Custom Sample Group	Vial #	Injections #	Injection Volume [µl]	Sample Amount	Multipl
1	cal1	Calibration	1		2	1	as method	0	1
2	sample 1_2	Sample			5	1	as method	0	1
3	sample 1_4	Sample			9	1	as method	0	1
4	cal1	Calibration	1		2	1	as method	0	1
5	sample 1_2	Sample			5	1	as method	0	1
6	sample 1_4	Sample			9	1	as method	0	1
7	cal1	Calibration	1		2	1	as method	0	1
8	sample 1_2	Sample			5	1	as method	0	1
9	sample 1_4	Sample			9	1	as method	0	1
10									

Sample Name:

Sample Type:

Custom Sample Group:

Vial Number:  Injections:  Volume [µl]:

Run | Amounts | Identification | Description |

Calibration

Calibration Mode: Single Update

Calibration Level:

Response Update:

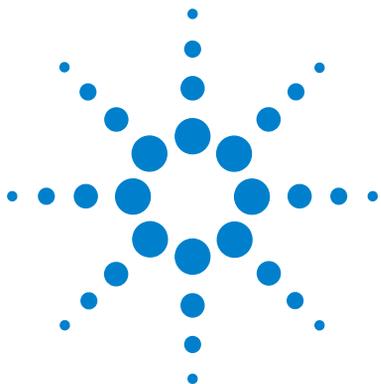
Retention Time Update:   %

#### 4 Speichern Sie die Methode.

Nachdem Sie diese Methode fertig gestellt haben, können Sie sie für den Start einer Sequenz verwenden. Siehe „Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung“ auf Seite 33 und „Grundübung 3b: Erneute Integration und Auswertung der Ergebnisse“ auf Seite 43.

- a Klicken Sie auf  und tragen Sie, falls Sie dazu aufgefordert werden, Ihre Begründung für die Änderung sowie Ihre elektronische Unterschrift ein.

### **Grundübung Nr. 3: Erstellen einer einstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz**



## Fortgeschrittene Übung 4: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Aufnahme und Auswertung von Spektren

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- eine Methodenvorlage für Einzelproben und Spektren erstellt, die nur die Substanzidentifizierung in der Methode enthält
- eine Methode zum Erzeugen eines Beispielchromatogramms erstellt und speichert
- mit einem Beispielchromatogramm die Integration einrichtet
- die Substanzidentifizierung einrichtet.
- eine UV-Substanzbestätigung einrichtet
- die UV-Reinheitsprüfung einrichtet
- die Spektrenhandhabung einstellt

### HINWEIS

Um diese Übungen durchzuführen, benötigen Sie einen Detektor, der Spektren aufnehmen kann, und eine Lizenz für die Spektrenaufnahme.

Verwenden Sie die Methode, die Sie im ersten Teil der Übung zur Eingabe und Analyse einer Einzelprobe erzeugt haben, um ein Beispielchromatogramm zu erstellen. Mit der fertig gestellten Methode können Sie eine Probengruppe zur Substanzidentifizierung analysieren.



## Fortgeschrittene Übung 4: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Aufnahme und Auswertung von Spektren

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.

### Bevor Sie beginnen

Lesen Sie zur Erstellung von Methoden das Kapitel „Erstellen von Methoden“ auf Seite 75.

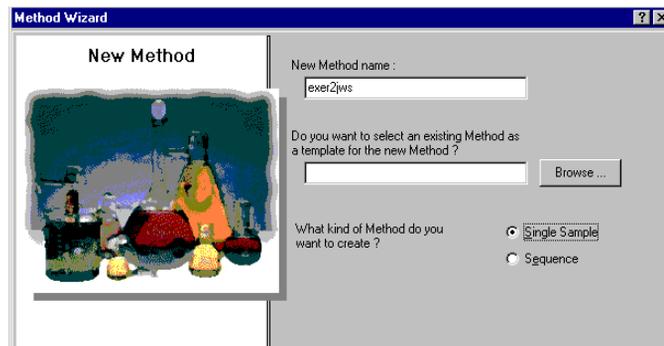
## Aufgabe 1. Erstellen einer Methodenvorlage nur zur Identifizierung von Substanzen

### Schritte

- 1 Erstellen Sie eine neue Methodenvorlage für eine Einzelprobe.**  
Geben Sie der Methodenvorlage den Namen *exer4iii*, wobei *iii* Ihre Initialen sind.

### Ausführliche Anleitung

- b** Wählen Sie **File > New > Method** oder klicken Sie auf  und wählen dann **Method**.  
Es erscheint der „Method Wizard“ (Methodenassistent).
- c** Geben Sie *exer4iii* in das Feld **Method Name** ein.
- d** Wählen Sie **Single Sample** (Einzelprobe).



- e** Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster „Instrument“ des Methodenassistenten zu gelangen.

## Fortgeschrittene Übung 4: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Aufnahme und Auswertung von Spektren

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 2 Wählen Sie ein Gerät für die Methode.

Wählen Sie als Gerät entweder einen Diodenarray-Detektor oder einen Fluoreszenzdetektor.

- a Wählen Sie im Fenster „Instrument“ das Gerät zur Analyse der Probe aus.
- b Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **UV Spectra**.



- c Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster „Data Analysis“ (Datenanalyse) zu gelangen.

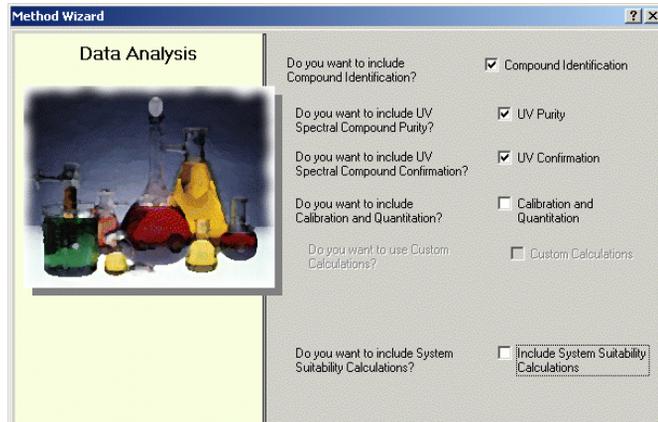
## Fortgeschrittene Übung 4: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Aufnahme und Auswertung von Spektren

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- 3 Aktivieren Sie Compound Identification, UV Purity und UV Confirmation (Identifikation, UV-Reinheit und UV-Bestätigung).**

- a** Aktivieren Sie im Fenster Datenanalyse die Kontrollkästchen **UV Purity** und **UV Confirmation** und deaktivieren Sie die Kontrollkästchen **Calibration and Quantification**, **Include Noise Calculations** und **Include System Suitability Calculations** (Kalibrierung, Quantifizierung, Rauschberechnung und Berechnung für den Systemeignungstest).



- b** Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster „Identification“ zu gelangen.

- 4 Schließen Sie die Erstellung der Methodenvorlage ab.**  
Markieren Sie keine Kontrollkästchen im Fenster „Identification“ des Methodenassistenten.

- a** Klicken Sie auf **Next** und dann auf die Schaltfläche **Finish**.  
**b** Klicken Sie auf **Save**, wenn das Dialogfeld „Save Changes to the Database“ (Änderungen in der Datenbank speichern) erscheint.

## Aufgabe 2. Eintragen der Gerätebedingungen für die Equilibrierung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Tragen Sie die Pumpenparameter ein:

Methanol als Lösungsmittel B:

- Flussrate: 2ml/min.
- Lösungsmittelzusammensetzung: 80 %MeOH/20 %H<sub>2</sub>O
- Laufzeit: 5 min.

Azetonitril als Lösungsmittel B:

- Flussrate: 1,5ml/min
- Lösungsmittelzusammensetzung: 65 %ACN/35 %H<sub>2</sub>O
- Laufzeit: 5 min.

- Erweitern Sie in der Strukturansicht den Methodenordner *exer4iii*.
- Erweitern Sie den Ordner **Instrument Setup** und wählen Sie **Quaternary Pump** oder **Binary Pump**.
- Tragen Sie als **Flow** 2 ml/min ein.
- Markieren Sie unter **Solvents** (Lösungsmittel) das Kontrollkästchen **B** und tragen Sie 80 in das Feld % ein.  
Der Prozentanteil des Lösungsmittels A wird automatisch auf 20 % gesetzt.
- Wählen Sie unter **Stoptime** (Laufzeit) die Option **min** und tragen Sie 5 ein.

#### 2 Tragen Sie das Injektionsvolumen und die Laufzeit für den automatischen Probengeber ein.

- Injektionsvolumen: 1µl
- Laufzeit: wie die Pumpe

- Wählen Sie in der Strukturansicht den Ordner **ALS**.
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Auxiliary & Time** (Sonstiges & Zeit).
- Wählen Sie unter **Stoptime** (Laufzeit) die Option **as Pump** (wie die Pumpe).
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Setup** und wählen Sie **Standard Injection**.
- Tragen Sie 1µl für das **Injection Volume** (Injektionsvolumen) ein.

## Fortgeschrittene Übung 4: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Aufnahme und Auswertung von Spektren

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 3 Stellen Sie sicher, dass die Laufzeit für alle Gerätemodule gleich ist.

Laufzeit: wie bei Pumpe/(Injektor)

- Wählen Sie in der Strukturansicht den Ordner **DAD** oder **FLD**.
- Wählen Sie unter **Stoptime** (Laufzeit) die Option **as Pump/Injector** (wie Pumpe/Injektor).
- Wählen Sie in der Strukturansicht den Ordner **TCC**.
- Wählen Sie unter **Stoptime** (Laufzeit) die Option **as Pump/Injector** (wie Pumpe/Injektor).

The screenshot shows a software interface with three tabs: 'Signal & Time', 'Timetable', and 'Options'. The 'Signal & Time' tab is active and contains the following settings:

- Signal Section:**
  - Store:  (checked)
  - Sample: 250 nm
  - Bw: 10 nm
  - On/Off:  (checked)
  - Reference: 400 nm
  - Bw: 100 nm
- Other Signal Options:**
  - B:  Not used
  - C:  Not used
  - D:  Not used
  - E:  Not used
- Stoptime Section:**
  - As pump / injector
  - No limit
  - 4 min
- Posttime Section:**
  - Off
  - 0 min
- Spectrum Section:**
  - Store: All
  - Range: 190 nm to 450 nm
  - Step: 2 nm
  - Threshold: 10 mAU
- Peakwidth (Responsetime) Section:**
  - >0.10 min [2.0 s]

#### 4 Einstellen der Parameter für die Spektrenaufnahme.

Signal

- A: 254 nm, Bandbreite: 4 nm
- Referenz: 400 nm, Bandbreite: 100 nm

Spektrum

- Speichern: Alles
- Bereich: 190 nm
- bis: 450 nm
- Schrittweite: 2 nm

- Wählen Sie in der Strukturansicht den Ordner **DAD** oder **FLD**.
- Aktivieren Sie unter **Signal** das Kontrollkästchen **Store** (Speichern) für **Signal A**, stellen die Wellenlänge für die **Sample** (Probe) auf 254 nm und die **Bw** (Bandbreite) auf 10
- Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **On/Off** und stellen die Wellenlänge für **Reference** (Referenzstrahl) auf 400 und die **Bw** (Bandbreite) auf 100.
- Unter **Spectrum** wählen Sie **All**, um alle Spektren zu speichern und stellen den **Range** (Bereich) auf 190 bis 450 nm mit einer **Step** (Schrittweite) von 2.

## Aufgabe 3. Speichern und Protokollieren der Methodenänderungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Speichern Sie die Methode.

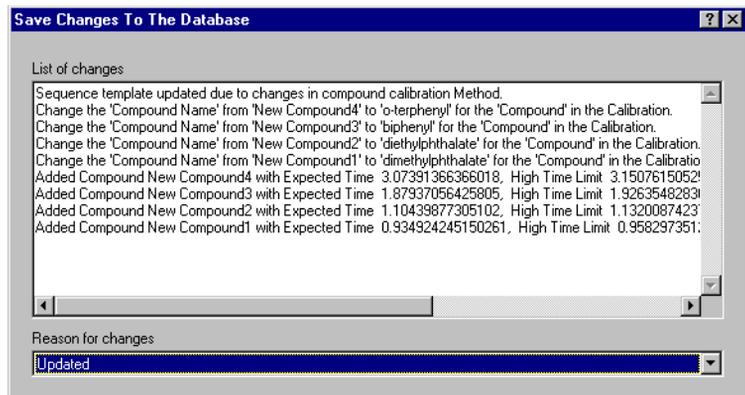
Nachdem Sie die Methode hier gespeichert haben, können Sie mit dieser Methode ein Beispielchromatogramm erzeugen.

Siehe „Grundübung 2a: Analyse einer Einzelprobe zur Erstellung eines Beispielchromatogramms“ auf Seite 21.

Fahren Sie nach Erstellen des Beispielchromatogramms mit der Aufgabe 4 fort.

- a Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf .

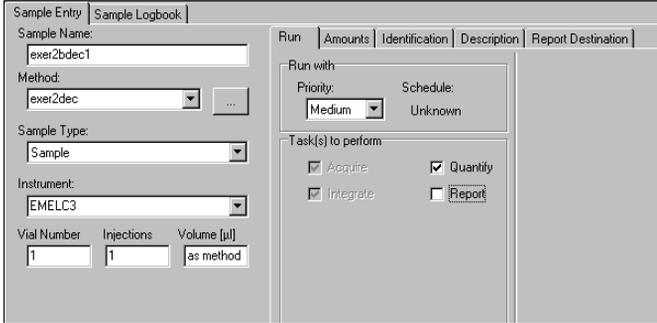
Es erscheint das Dialogfeld **Save Changes To The Database** (Änderungen in der Datenbank speichern).



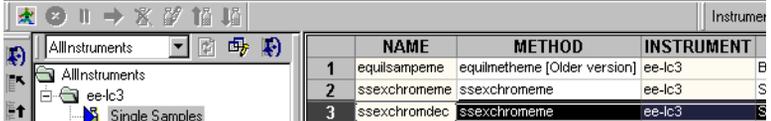
- b Überprüfen Sie die **List of changes** (Liste der Änderungen).  
c Bei **Reason for changes** (Änderungsgrund) tragen Sie eine Begründung ein oder wählen aus der Liste eine aus.  
d Klicken Sie auf die Schaltfläche **Save**.

Damit das Dialogfeld **Save Changes To The Database** erscheint, muss der Cerity-Administrator das Auditing (die Protokollierung) einschalten. Der Cerity-Administrator kann eine Liste mit Begründungen anbieten und von Ihnen die Eingabe Ihrer elektronischen Unterschrift zum Beenden dieses Dialogfeldes verlangen.

## Aufgabe 4. Eintragen und Analyse einer Einzelprobe

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>1 Öffnen Sie Geräteansicht, um zur Probentabelle für Einzelproben zu gelangen.</b>	<ol style="list-style-type: none"><li>Wählen Sie <b>Instrument</b> aus der Liste <b>Current View</b>.</li><li>Erweitern Sie den Ordner für das Gerät, das das Beispielchromatogramm erzeugen soll.</li><li>Wählen Sie <b>Single Samples</b> (Einzelproben). Im Arbeitsbereich erscheint die „Sample Table“ (Probentabelle) und das Fenster „Sample Entry“ (Probeneingabe).</li></ol>
<b>2 Tragen Sie eine Probe mit folgenden Angaben ein:</b> <ul style="list-style-type: none"><li>Benennen Sie die Probe <i>exchrom3Diii</i>, wobei <i>iii</i> Ihre Initialen sind.</li><li>Wählen Sie <i>exer4iii</i>.</li><li>Wählen Sie eine Probenflasche, die den unverdünnten isokratischen Standard enthält.</li></ul>	<ol style="list-style-type: none"><li>Tragen Sie <i>exchrom3Diii</i> in das Feld <b>Sample Name</b> ein.</li><li>Wählen Sie eine Methode aus der Liste <b>Method</b>. Das Gerät, das mit der Methode verbunden ist, erscheint im Feld <b>Instrument</b>.</li><li>Wählen Sie <b>Sample</b> (Probe) aus der Liste <b>Sample Type</b> (Probentyp).</li><li>Tragen Sie die Probenflaschennummer für die Probe in das Feld <b>Vial Number</b> ein.</li><li>Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Apply</b>, um die Probenangaben in die Probentabelle zu übertragen. Übernehmen Sie für alle anderen Modulparameter die Vorgabewerte.</li></ol>
<b>3 Tragen Sie Aufgaben ein, die während des Laufes ausgeführt werden sollen.</b>	<ol style="list-style-type: none"><li>Deaktivieren Sie die Kontrollkästchen <b>Quantify</b> und <b>Report</b>.</li></ol> 
<b>4 Speichern Sie die Probe.</b>	<ol style="list-style-type: none"><li>Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf . Es erscheint das Dialogfeld <b>Save Changes To The Database</b> (Änderungen in der Datenbank speichern).</li><li>Überprüfen Sie die <b>List of changes</b> (Liste der Änderungen).</li><li>Bei <b>Reason for changes</b> (Änderungsgrund) tragen Sie eine Begründung ein oder wählen aus der Liste eine aus.</li><li>Tragen Sie Ihre elektronische Unterschrift ein, falls erforderlich.</li><li>Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Save</b>.</li></ol>

## Fortgeschrittene Übung 4: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Aufnahme und Auswertung von Spektren

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>5 Analysieren Sie die Probe.</b></p>	<p>a Erweitern Sie in der Strukturansicht den Ordner „Instruments“.</p> <p>b Wählen Sie <b>Single Samples</b> (Einzelproben).</p> <p>c Wählen Sie die Probe <i>exchromiii</i>.</p> <p>In der Symbolleiste Tools ist nun die Schaltfläche „Run“  aktiviert.</p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>d Klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Run</b>.</p> <p>Sie können die Probe auch in der Probenansicht starten.</p>
<p><b>6 Beobachten Sie das Signal und verfolgen Sie den Status der Probe.</b></p>	<p>a Wählen Sie in der Strukturansicht Ihr Gerät aus.</p> <p>b Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Online Plot</b>, um das Signal zu verfolgen.</p> <p>Ändern Sie bei Bedarf die Achsen.</p> <p>Siehe „<a href="#">Grundübung 2a: Analyse einer Einzelprobe zur Erstellung eines Beispielchromatogramms</a>“ auf Seite 21 für weitere Angaben.</p>
<p><b>7 Überprüfen Sie die Probenergebnisse und vergewissern Sie sich, dass alle vier Peaks integriert wurden.</b></p>	<p>a Wählen Sie <b>Result</b> aus der Liste <b>Current View</b>.</p> <p>b Wählen Sie <b>MySamplesRunLast24h</b> aus der Liste <b>Query</b>.</p> <p>c Erweitern Sie den Ordner <b>Samples</b>.</p> <p>d Erweitern Sie den Ordner <i>exchrom3Diii</i>.</p> <p>e Wählen Sie die Injektion <i>exchrom3Diii</i> Nr. 1.</p> <p>f Prüfen Sie das Chromatogramm und die Ergebnisse.</p>

## Aufgabe 5. Auswahl eines Beispielchromatogramms und Einrichten der Integration

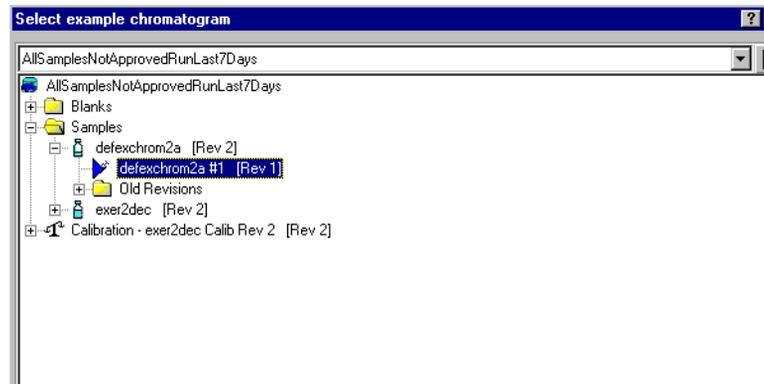
### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Wählen Sie ein Beispielchromatogramm.

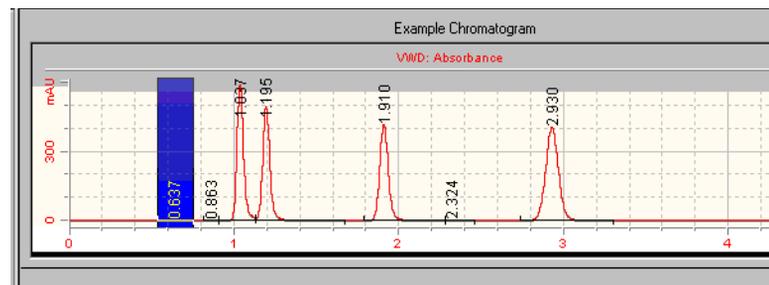
Um die Integration und Identifikation einzurichten, ist das Beispielchromatogramm zwar nicht erforderlich, aber empfehlenswert.

- Erweitern Sie bei Bedarf in der Strukturansicht den Methodenordner `exer4`.
- Erweitern Sie den Ordner **Data Analysis** (Datenanalyse).
- Wählen Sie **Example Chromatogram** (Beispielchromatogramm).
- Klicken Sie in der Symbolleiste **Tools** auf .



- Erweitern Sie den Ordner „Samples“.
- Erweitern Sie den Ordner `exchrom3Diii`.
- Wählen Sie den Probenamen mit der Injektionsnummer.
- Klicken Sie auf die Schaltfläche **Select**.

Es erscheint das Beispielchromatogramm im Arbeitsbereich.

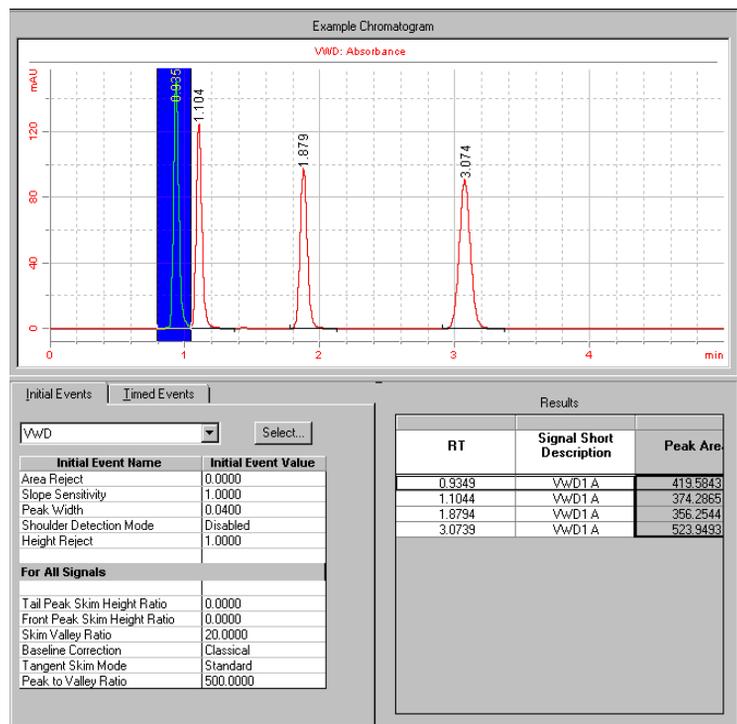


## Fortgeschrittene Übung 4: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Aufnahme und Auswertung von Spektren

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- 2 Ändern Sie die Werte für die „Initial Events“ (anfänglichen Parameter) so, dass nur vier Peaks integriert werden.
- a Wählen Sie in der Strukturansicht unter „Data Analysis“ die Option **Integration**.  
Es erscheint das Beispielchromatogramm mit der Tabelle der Integrationsparameter.
  - b Ändern Sie den Wert des Parameters **Height Reject** (Schwellenwert für die Höhe) auf 1 (bzw. den kleinsten Wert, der gerade noch die vier Hauptpeaks integriert).
  - c Klicken Sie in der Symbolleiste „Actions“ auf .



## Aufgabe 6. Einrichten der Substanzidentifizierung

### Schritte

**1 Richten Sie die „Compound Identification Table“ (Substanzidentifizierungstabelle) für folgende Substanzen ein:**

RT=0,9 bis 1,1: Dimethylphthalat

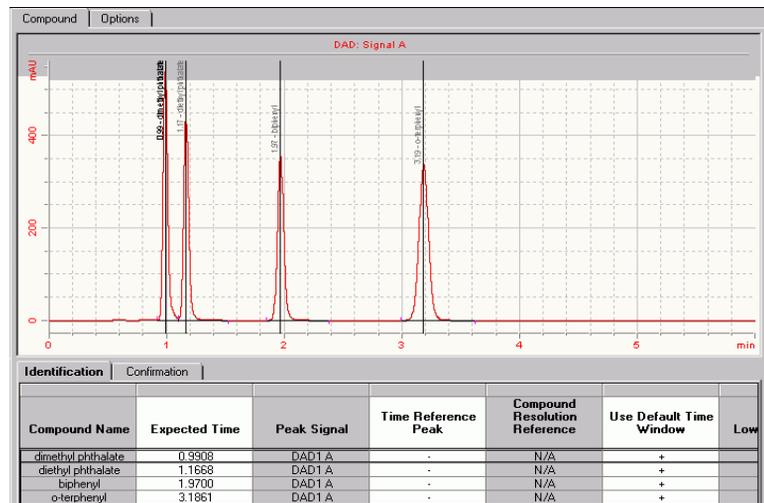
RT=1,1 bis 1,2: Diethylphthalat

RT=1,8 bis 2,1: Biphenyl

RT=3,0 bis 3,2: o-Terphenyl

### Ausführliche Anleitung

- Wählen Sie in der Strukturansicht für die Datenanalyse den Punkt **Identification**.
- Klicken Sie in der Symbolleiste „Tools“ auf . Die Peaks erscheinen mit den Namen „New CompoundN“ in der Substanztabelle, wobei N = 1 - 4.
- Wählen Sie unter **Compound Name** (Substanzname) die erste Zelle und geben Sie Dimethylphthalat ein. Geben Sie den Namen nach der Auswahl der Zelle ein. Der vorherige Eintrag wird überschrieben.
- Wählen Sie unter **Compound Name** die zweite Zelle und geben Sie Diethylphthalat ein.
- Wählen Sie unter **Compound Name** die dritte Zelle und geben Sie Biphenyl ein.
- Wählen Sie unter **Compound Name** die vierte Zelle aus und geben Sie o-Terphenyl ein.



## Aufgabe 7. Richten Sie die UV-spektrale Substanzbestätigung ein

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**1 Richten Sie für alle Substanzen die UV-spektrale Substanzbestätigung ein**

- a Klicken Sie im Arbeitsbereich **Identification** (Identifizierung) auf die Registerkarte **Confirmation** (Bestätigung).
- b Wählen Sie in der Tabelle **Confirmation** die erste Zeile.
- c Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Use UV spectral compound confirmation** (UV-spektrale Substanzbestätigung verwenden) in dem Feld unterhalb der Tabelle.
- d Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Use default options** (Standardoptionen verwenden) in dem Feld unterhalb der Tabelle.
- e Wählen Sie die anderen Zeilen der Tabelle **Confirmation** aus und wiederholen Sie (c) und (d) für jede Substanz.

Beachten Sie bitte, dass durch die Aktivierung der Kontrollkästchen ein Pluszeichen in die Spalten **Use UV spectral compound confirmation** und **Use Defaults** der Tabelle **Confirmation** eingetragen wird

The screenshot shows the 'Confirmation' tab in a software application. It features a table with the following data:

Compound Name	Expected Time	Peak Signal	Use UV Spectral Compound Confirmation	Use Defaults	Background correction	Use Background
dimethyl phthalate	0.9908	DAD1 A	+	+	Automatic	
diethyl phthalate	1.1668	DAD1 A	+	+	Automatic	
biphenyl	1.9700	DAD1 A	+	+	Automatic	
o-terphenyl	3.1861	DAD1 A	+	+	Automatic	

Below the table, there are two checked checkboxes: 'Use UV spectral compound confirmation' and 'Use default options'. To the right, there is a 'Format' dropdown menu and several icons for zooming and navigation.

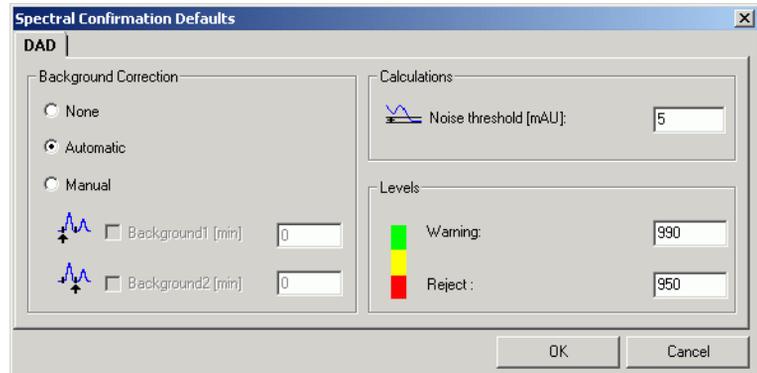
## Fortgeschrittene Übung 4: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Aufnahme und Auswertung von Spektren

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 2 Stellen Sie die Standardoptionen für die UV-spektrale Substanzbestätigung ein

- a Klicken Sie in dem Feld unterhalb der Tabelle **Confirmation** auf die Schaltfläche ... rechts von dem Kontrollkästchen **Use default options**. Es erscheint das Dialogfeld **Spectral Confirmation Defaults** (Standardwerte für die spektrale Bestätigung).



- b Wählen Sie in der Gruppe **Background Correction** (Untergrundkorrektur) die Option **Automatic**.
- c Stellen Sie in der Gruppe **Calculations** (Berechnungen) den **Noise threshold** (Schwellenwert für das Rauschen) auf 5 mAU.
- d Belassen Sie **Levels** bei den Standardwerten.

#### 3 Wählen Sie ein Referenzspektrum für die Bestätigung aus

- a Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf . Es erscheint das Dialogfeld **Compound Reference Spectrum Selection** (Auswahl des Substanzreferenzspektrums) für die gewählten Substanzen.
- b Erweitern Sie in der Strukturansicht den Ordner *exchrom3Diii*.
- c Wählen Sie den Probenamen mit der Injektionsnummer.
- d Klicken Sie in der Symbolleiste Dialogfeld auf .
- e Wählen Sie im Beispielchromatogramm den Peak der ausgewählten Substanz. Es wird im Spektrenfenster das Spektrum im Peakmaximum angezeigt.
- f Wählen Sie aus der Pulldown-Liste **Compound** die nächste Substanz.
- g Wählen Sie den Peak für diese Substanz.
- h Wiederholen Sie (f) und (g) für alle verbleibenden Substanzen.
- i Schließen Sie das Dialogfeld **Compound Reference Spectrum Selection**.

## Aufgabe 8. Richten Sie die UV-Reinheitsprüfung ein

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Stellen Sie die Parameter zur Spektrenhandhabung ein

- Stellen Sie den Wellenlängenbereich ein
- Stellen Sie die Untergrundkorrektur ein
- Stellen Sie die Peakspektren ein
- Stellen Sie die Berechnungen ein
- Stellen Sie die Stufen ein

- a Wählen Sie in der Strukturansicht für die Datenanalyse den Punkt **UV Purity**. Im Arbeitsbereich wird das Fenster mit den Optionen zur UV-Reinheitsprüfung gezeigt.

DAD

Wavelength Range

Low [nm]: 220

High [nm]: 400

Peak Spectra

Number of spectra: 5

Minimum response range [mAU]: 1

Background Correction

None

Automatic

Manual

Background 1 [min]: 0

Background 2 [min]: 0

Calculations

Noise threshold [mAU]: 0

Levels

Warning: 990

Reject: 950

- b Aktivieren Sie in der Gruppe **Wavelength Range** (Wellenlängenbereich) das Kontrollkästchen **Low** und tragen in das benachbarte Feld 220 ein.
- c Wählen Sie in der Gruppe **Background Correction** (Untergrundkorrektur) die Option **Automatic**.
- d Stellen Sie in der Gruppe "Peak Spectra" (Peakspektren) die **Number of spectra** (Spektrenanzahl) auf 7. Belassen Sie den **Minimum response range** beim Standardwert.
- e Stellen Sie in der Gruppe "Calculations" den **Noise threshold** (Schwellenwert für das Rauschen) auf 5 mAU.
- f Belassen Sie **Levels** bei den Standardwerten.

## Aufgabe 9. Stellen Sie die Spektrenhandhabung ein

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**1 Stellen Sie die Parameter für die UV-Reinheitsprüfung ein**

- Stellen Sie den Wellenlängenbereich ein
- Stellen Sie die Untergrundkorrektur ein
- Stellen Sie die Peakspektren ein

- a** Wählen Sie in der Strukturansicht für die Datenanalyse den Punkt **Spectra Handling**.  
Im Arbeitsbereich wird das Fenster mit den Optionen zur Spektrenhandhabung gezeigt.

The screenshot shows the 'DAD' software interface with the following settings:

- Wavelength Range:** A color spectrum icon is shown. The 'Low [nm]' checkbox is unchecked and the value is 210. The 'High [nm]' checkbox is unchecked and the value is 400.
- Background Correction:** The 'Automatic' radio button is selected. Below it, 'Background 1 [min]' and 'Background 2 [min]' are both unchecked with values of 0.
- Peak Spectra:** The 'Number of spectra' dropdown menu is set to 'All'. The 'Minimum response range [mAU]' is set to 1.

- b** Deaktivieren Sie in der Gruppe **Wavelength Range** (Wellenlängenbereich) die beiden Kontrollkästchen.  
Hierdurch wird der gesamte Wellenlängenbereich angezeigt.
- c** Wählen Sie in der Gruppe **Background Correction** (Untergrundkorrektur) die Option **Automatic**.
- d** Stellen Sie in der Gruppe "Peak Spectra" die **Number of spectra** (Spektrenanzahl) auf **All**. Belassen Sie den **Minimum response range** beim Standardwert.

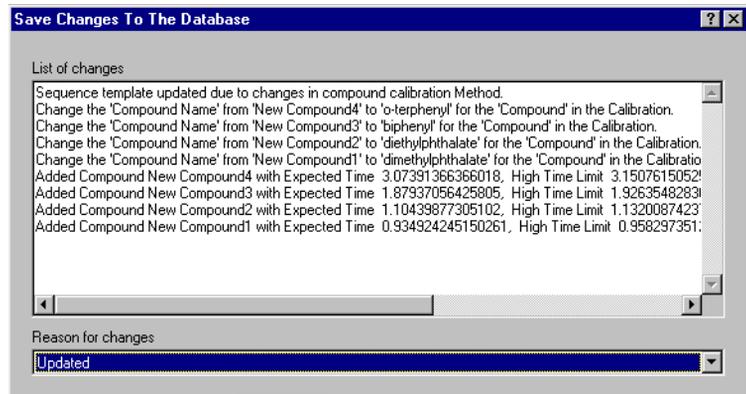
Schritte

Ausführliche Anleitung

2 Speichern Sie die Methode.

- a Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf .

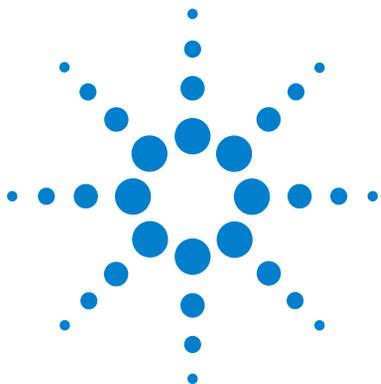
Es erscheint das Dialogfeld **Save Changes To The Database** (Änderungen in der Datenbank speichern).



- b Überprüfen Sie die **List of changes** (Liste der Änderungen).  
c Bei **Reason for changes** (Änderungsgrund) tragen Sie eine Begründung ein oder wählen aus der Liste eine aus.  
d Klicken Sie auf die Schaltfläche **Save**.

Damit das Dialogfeld **Save Changes To The Database** erscheint, muss der Cerity-Administrator das Auditing (die Protokollierung) einschalten. Der Cerity-Administrator kann eine Liste mit Begründungen anbieten und von Ihnen die Eingabe Ihrer elektronischen Unterschrift zum Beenden dieses Dialogfeldes verlangen.

## Fortgeschrittene Übung 4: Erstellen einer Methode für Einzelproben zur Aufnahme und Auswertung von Spektren



## Fortgeschrittene Übung 5: Erstellen einer mehrstufigen Kalibriermethode für eine Sequenz

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- eine bestehende Methode verwendet, um eine neue Methodenvorlage für eine Sequenz zu erstellen
- eine mehrstufige Gesamtkalibrierung und ESTD-Quantifizierung in eine Methode einfügt
- eine Kalibrierung mit variablen Substanzmengen für eine zweistufige Kalibriertabelle erstellt
- System-Probenvariablen einrichtet
- eine Sequenzvorlage für eine Gesamtkalibrierung erstellt
- eine neue Reportvorlage für den Report einer Einzelstandardinjektion erstellt.

In „Grundübung Nr. 3: Erstellen einer einstufig kalibrierten Methode für eine Sequenz“ auf Seite 99 wird erklärt, was eine Sequenzvorlage ist.

Diese Methode können Sie in „Fortgeschrittene Übung 4a: Sequenzanalyse zur Substanzquantifizierung mit mehrstufiger Kalibrierung“ auf Seite 49 und „Fortgeschrittene Übung 4b: Ändern der Probenvariablen in der Methode und Neuauswertung“ auf Seite 57 verwenden.

Bei den Aufgaben auf den folgenden Seiten versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne die ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.



### Bevor Sie beginnen

Lesen Sie zur Erstellung von Methoden das Kapitel „Erstellen von Methoden“ auf Seite 75.

## Aufgabe 1. Kopieren einer Methode zur Erstellung einer Methodenvorlage für eine Sequenz

### Schritte

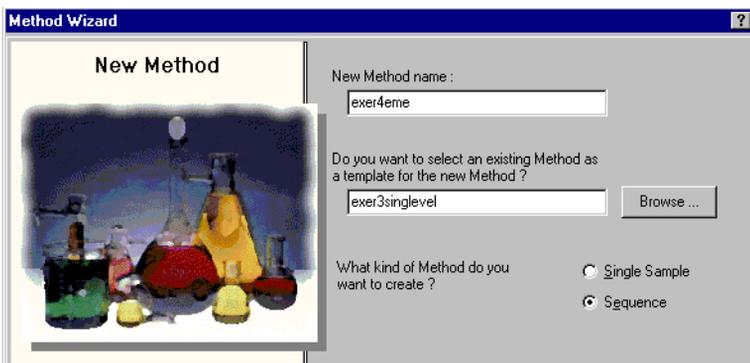
#### 1 Kopieren der Methode zur Erstellung einer neuen Vorlage.

- Kopieren Sie entweder *exer3iii* oder *defexer3*.
- Benennen Sie die Methodenvorlage *exer4iii*, wobei *iii* Ihre Initialen sind.
- Ändern Sie nichts, bis Sie das Fenster „Compound Table“ erreichen.

Beachten Sie, dass das Fenster „Method Wizard“ die in Übung 3 ausgewählten Methodenoptionen enthält.

### Ausführliche Anleitung

- Wählen Sie **File > New > Method** oder klicken Sie auf  und wählen dann **Method**.  
Es erscheint der Methodenassistent.
- Klicken Sie im Fenster „New Method“ auf die Schaltfläche **Browse** und wählen Sie *exer3iii* oder *defexer3*.
- Geben Sie *exer4iii* in das Feld **New Method Name** ein.



- Klicken Sie auf **Next**, bis Sie das Fenster „Compound Table“ erreichen.

## Fortgeschrittene Übung 5: Erstellen einer mehrstufigen Kalibriermethode für eine Sequenz

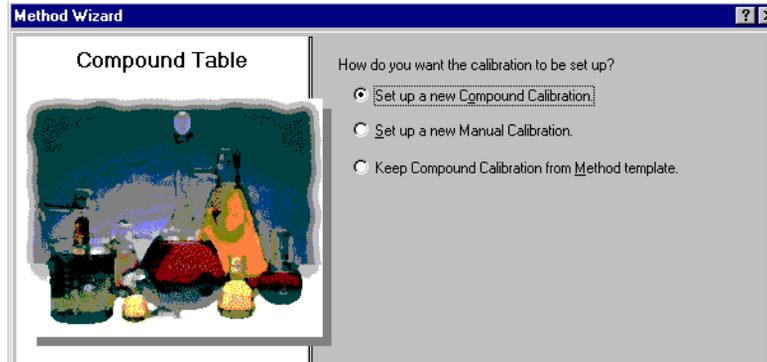
### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 2 Einstellungen im Fenster „Compound Table“.

Da Sie eine mehrstufige Kalibrierung einrichten möchten, erstellen Sie eine neue Kalibriertabelle.

- a Wählen Sie im Fenster „Compound Table“ (Substanztabelle) **Set up a new Compound Calibration** (Neue Substanzkalibrierung einrichten).



- b Klicken Sie auf **Next**, bis Sie das Fenster **Calibration** erreichen.

## Fortgeschrittene Übung 5: Erstellen einer mehrstufigen Kalibriermethode für eine Sequenz

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 3 Einstellungen im Fenster Kalibrierung.

Wählen Sie als Einstellung:

- mehrstufige Kalibrierung (2-stufig)
- variable Substanzmengen
- Gesamtkalibrierung
- sequenzspezifische Kalibrierung

- Wählen Sie **Variable Amount**. (Variable Mengen)
- Markieren Sie das Kontrollkästchen **Multi Level** (Mehrere Stufen) und tragen Sie 2 Stufen ein.
- Wählen Sie **Overall Calibration** (Gesamtkalibrierung).

Method Wizard

Calibration

Do the standards in your method always contain Fixed Amounts or Variable Amounts?

Variable Amount  
 Fixed Amount

Does this method use more than one concentration level of the calibrated compound(s)?

Multi Level

What kind of Calibration do you need?

Overall Calibration  
 Single Update Calibration  
 Bracketing

What kind of Calibration Procedure do you need?

Instrument Specific Calibration  
 Sequence Specific Calibration

< Back    Next >    Finish    Cancel

- Klicken Sie auf **Next**, bis Sie das Fenster **New Method Review** (Überprüfung einer neuen Methode) erreichen.

#### 4 Überprüfen Sie Ihre neue Methodenvorlage.

- Überprüfen Sie im Fenster **New Method Review** die Einstellungen im Abschnitt **Method Wizard Settings**.
- Klicken Sie auf die Schaltfläche **Finish**, um Ihre neue Methode zu speichern.
- Speichern Sie, falls erforderlich mit Begründung, alle Änderungen in der Datenbank.

## Aufgabe 2. Erstellen eines Beispielchromatogramms und der Substanzidentifizierung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Wählen Sie ein Beispielchromatogramm.

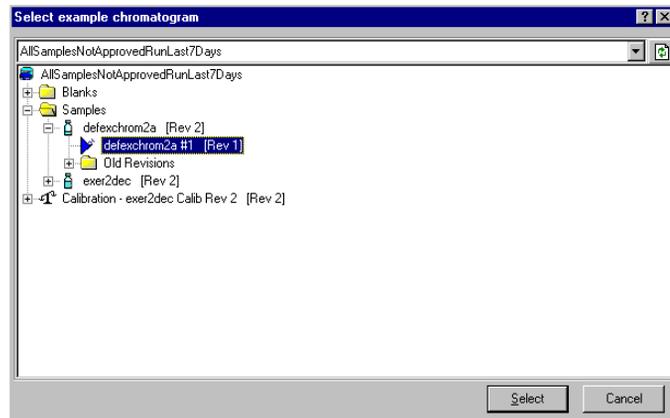
Verwenden Sie das Beispielchromatogramm, das Sie in „Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung“ und „Grundübung 3b: Erneute Integration und Auswertung der Ergebnisse“ erstellt haben.

Oder verwenden Sie defexchr2a. (Um dieses Chromatogramm zu verwenden, müssen Sie ein Gerät mit einem VWD-Detektor verwenden.)

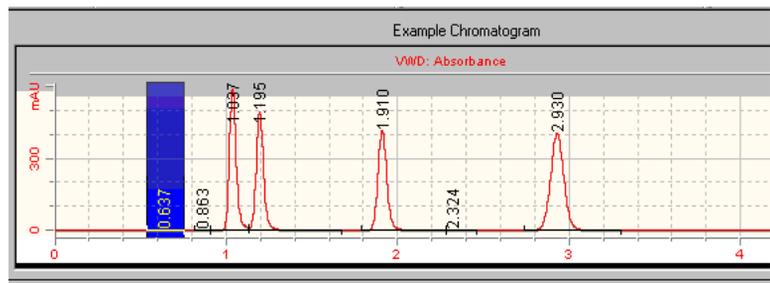
Wenn Sie die Probe nicht sehen, deren Chromatogramm Sie verwenden möchten, wählen Sie eine andere Abfrage.

**Hinweis:** Das Ergebnis, defexchr2a, ist ein wiederhergestelltes Ergebnis.

- Erweitern Sie in der Strukturansicht die neue Methodenvorlage exer4iii.
- Erweitern Sie den Ordner **Data Analysis** und wählen Sie **Example Chromatogram**.
- Klicken Sie in der Symbolleiste **Tools** auf . Es erscheint das Dialogfeld **Select example chromatogram** (Beispielchromatogramm wählen).



- Wählen Sie die Injektion aus der Analyse, die das Beispielchromatogramm für die neue Methode enthält. Wenn Sie defexchrom2a nicht im Ordner „Samples“ sehen, wählen Sie die Abfrage **AllResultsRestored**.
- Klicken Sie auf die Schaltfläche **Select**. Es erscheint das Beispielchromatogramm im Arbeitsbereich.



Die Integrationsparameter bleiben von der Methode aus Übung 3 erhalten. Sie müssen keine Integration einrichten.

## Fortgeschrittene Übung 5: Erstellen einer mehrstufigen Kalibriermethode für eine Sequenz

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 2 Richten Sie die Substanztabelle für diese Substanzen ein:

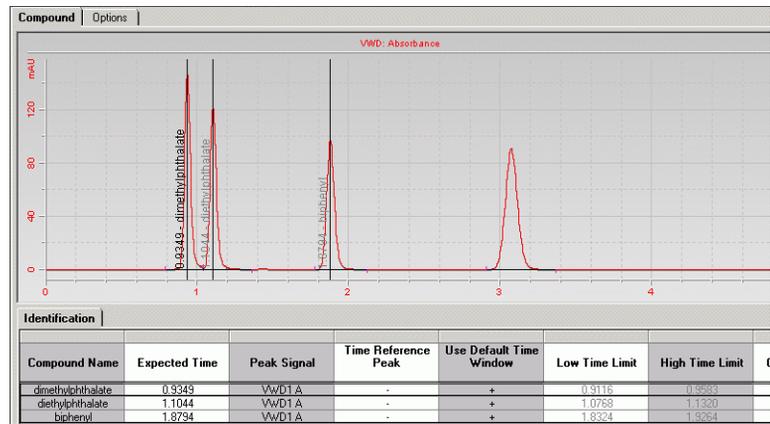
RT=0,9-1,1 min, Dimethylphthalat

RT=1,1-1,3 min, Diethylphthalat

RT=1,8-2,0 min, Biphenyl

Den vierten Peak sollten Sie nicht identifizieren. In einer anderen Übung werden Sie den vierten Peak als unbekannte Verunreinigung einrichten, die nicht auf Basis der Retentionszeit identifiziert wird.

- Wählen Sie in der Strukturansicht im Ordner „Data Analysis“ (Datenanalyse) den Eintrag **Identification**.
- Klicken Sie in der Symbolleiste „Tools“ auf . Die Peaks erscheinen in der Substanztabelle mit den Namen New Compound eins bis vier.
- Wählen Sie unter **Compound Name** (Substanzname) die erste Zelle und geben Sie Dimethylphthalat ein. Geben Sie den Namen nach der Anwahl der Zelle ein. Der vorherige Eintrag wird überschrieben.
- Wählen Sie unter **Compound Name** die zweite Zelle und geben Sie Diethylphthalat ein.
- Wählen Sie unter **Compound Name** die dritte Zelle und geben Sie Biphenyl ein.
- Führen Sie unter **Compound Name** einen Rechtsklick auf die vierte Zelle aus.
- Wählen Sie **Remove Compound** (Substanz entfernen).  
Im Arbeitsbereich „Identification“ sehen Sie drei identifizierte Peaks und einen nicht identifizierten Peak.



## Aufgabe 3. Einrichtung der Kalibrierung und Quantifizierung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**1 Richten Sie die Kalibrierung von Dimethylphthalat und Biphenyl ein.**

Vorgabewerte für Dimethylphthalat:

- Stufe 1 - 10µg
- Stufe 2 - 40µg

Vorgabewerte für Biphenyl:

- Stufe 1 - 15µg
- Stufe 2 - 60µg

Wenn Sie eine Methode mit variablen Substanzmengen erstellen, können Sie das tatsächliche Gewicht (Konzentration) der Standardsubstanzen bei der Probeneingabe eintragen.

- Wählen Sie in der Strukturansicht im Ordner „Data Analysis“ (Datenanalyse) den Eintrag **Calibration**.
  - Wählen Sie in der Substanztabelle den Eintrag Dimethylphthalat.
  - Klicken Sie im Blatt **Options** auf die Zelle **Use Default Amount** (Standardmengen verwenden) und wählen Sie +.
- Bei dieser Auswahl erscheint die Menge, die Sie in der Zelle „Weighed Amount“ für jede Stufe eintragen, im Blatt „Amounts“ der Probeneingabe.
- Tragen Sie 10 für Stufe 1 in das Feld **Weighed Amount** (Gewogene Menge) ein und µg in das Feld **Amount Unit** (Mengeinheit).
  - Für Stufe 2 tragen Sie 40 in das Feld **Weighed Amount** ein.
  - Wiederholen Sie die Schritte c-e für 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 Name: biphenyl					
Level Id	Weighed Amount	Use Default Amount	Amount Unit	Low Amount Limit	Use Low L
1	15.0000	+	ug	14.2000	-
2	60.0000			57.0000	

## Fortgeschrittene Übung 5: Erstellen einer mehrstufigen Kalibriermethode für eine Sequenz

### Schritte

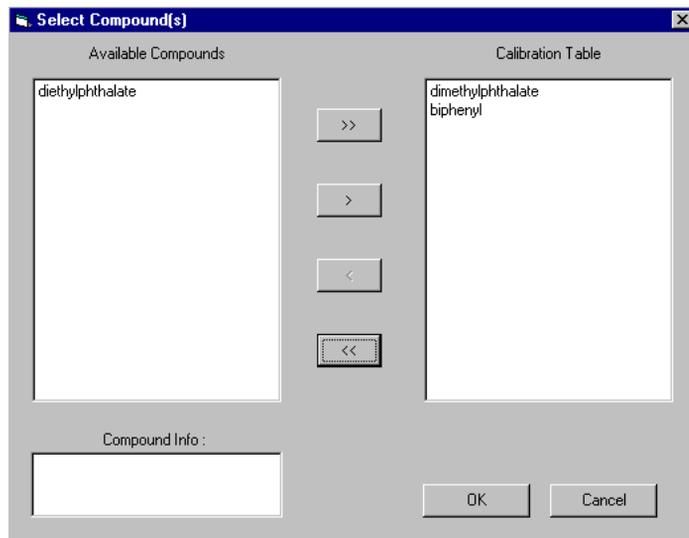
### Ausführliche Anleitung

#### 2 Entfernen Sie Diethylphthalat aus der Kalibriertabelle.

Das System hat automatisch alle Substanzen aus der Substanzidentifizierungstabelle der Kalibriertabelle hinzugefügt.

Bei diesem Schritt entfernen Sie Diethylphthalat, um es als nicht kalibrierte Substanz zu verwenden, die auf Basis des Responsefaktors einer anderen Substanz quantifiziert wird.

- a Führen Sie an einer beliebigen Stelle der Kalibriertabelle einen Rechtsklick aus und wählen Sie **Remove Compound** aus dem Kontextmenü. Es erscheint das Dialogfeld **Select Compound(s)** (Substanz auswählen).
- b Wählen Sie aus der Liste **Calibration Table** (Kalibriertabelle) den Eintrag Diethylphthalat.
- c Klicken Sie auf die Schaltfläche <, um Diethylphthalat in die Liste **Available Compounds** (verfügbare Substanzen) zu übernehmen.
- d Klicken Sie auf die Schaltfläche **OK**.



#### 3 Richten Sie die Quantifizierung so, wie in Übung 3, ein.

Siehe „Aufgabe 5. Einrichten der Quantifizierung für alle vier Peaks“ auf Seite 108.

## Aufgabe 4. Erstellen der System-Probenvariablen

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Richten Sie den Multiplikator „dilution factor“ (Verdünnungsfaktor) ein.</b> Benutzen Sie den Vorgabewert 5.</p>	<p><b>a</b> Wählen Sie in der Strukturansicht den Eintrag <b>Sample Variables</b> (Probenvariablen).  <b>b</b> Doppelklicken Sie auf die Zelle „Dilution“ (Verdünnung) und fügen Sie das Wort „Factor“ hinzu.  <b>c</b> Geben Sie als Vorgabewert die Zahl 5 ein.</p>
<p><b>2 Erstellen Sie einen Divisor namens „correction factor“ (Korrekturfaktor).</b> Benutzen Sie den Vorgabewert 2.</p>	<p><b>a</b> Klicken Sie einmal auf die Divisorzelle und geben Sie den Namen „Correction Factor“ ein.  <b>b</b> Geben Sie als Vorgabewert die Zahl 2 ein.</p>

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

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

## Aufgabe 5. Bearbeiten der Sequenzvorlage

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- 1 Ändern Sie die Vorlage, damit sie so aussieht:**
- zwei Kalibrierstandards (Stufe 1,2)
  - zwei Proben,
  - zwei Kalibrierstandards
  - zwei Proben,
  - zwei Kalibrierstandards

### HINWEIS

**Sie können keine Sequenzvorlage mit Kalibrierstandards erstellen oder bearbeiten, bevor Sie die Kalibrierung in „Data Analysis“ (Datenanalyse) eingerichtet haben.**

- Beachten Sie, dass die Sequenzvorlage noch die Angaben für die Methode aus Übung 3 enthält, aber die Kalibrierstandards nicht mehr identifiziert.
- a** Wählen Sie in der Strukturansicht den Eintrag **Sequence Template** (Sequenzvorlage).
  - b** Wählen Sie in der Probentabelle den Kalibrierstandard für Zeile 1.
  - c** Wählen Sie **Calibration Standard** (Kalibrierstandard) aus der Liste **Sample Type** (Probentyp).
  - d** Gehen Sie zu einer anderen Zeile oder klicken Sie auf **Apply**.
  - e** Wiederholen Sie die Schritte b-d für die nächsten zwei Standards.
  - f** Wählen Sie den Standard in der ersten Zeile.
  - g** Klicken Sie in der Symbolleiste auf die Schaltfläche **Insert** (Einfügen).
  - h** Ändern Sie den **Sample Name** (Probenname) des zweiten Standards auf Cal2.
  - i** Setzen Sie **Vial#** auf 3 und **Calibration Level** (Kalibrierstufe) auf 2.
  - j** Klicken Sie auf **Apply**.
  - k** Wiederholen Sie die Schritte g-j für die nächsten zwei Standards.
  - l** Wählen Sie die beiden letzten Probenzeilen und klicken Sie auf die Schaltfläche **Delete** (Löschen).

- 2 Stellen Sie die Quantifizierung der ersten Probe, Sample 1\_2, auf sofortige Quantifizierung.**

Wenn Sie diese Auswahl treffen, wird Sample1\_2 mit dem ersten Satz der Kalibrierstandards quantifiziert. Sample1\_2 wird auch später zusammen mit anderen Proben mit dem Mittelwert aller Kalibrierstandards quantifiziert.

- a** Doppelklicken Sie auf die Zelle Sample1\_2 unter der Überschrift **Immediate Quantitation** (Sofortige Quantifizierung).
- b** Doppelklicken Sie auf das angezeigte **Yes**.

	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							

## Fortgeschrittene Übung 5: Erstellen einer mehrstufigen Kalibriermethode für eine Sequenz

Schritte	Ausführliche Anleitung
----------	------------------------

**3 Verwenden Sie die Vorgabesubstanzmengen für alle Standards.**

- a Klicken Sie im Fenster „Sample Entry“ (Probeneintrag) auf die Registerkarte **Amounts** (Mengen).
- b Für jeden Kalibrierstandard:
  - Wählen Sie den Standard in der Sequenztafel.
  - Aktivieren Sie unter „Compound amounts“ (Substanzmengen) das Kontrollkästchen **Use** für Dimethylphthalat und Biphenyl.

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

Sample Name:	Run	Amounts	Identification	Description												
cal2																
Sample Type: Calibration Standard	Sample variables		Compound amounts													
Custom Sample Group: New	Sample Amount: 0	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Use</th> <th>Name</th> <th>Amount</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><input checked="" type="checkbox"/></td> <td>dimethylphthalate [u]</td> <td>40</td> </tr> <tr> <td><input type="checkbox"/></td> <td>diethylphthalate:</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td><input checked="" type="checkbox"/></td> <td>biphenyl [ug]</td> <td>60</td> </tr> </tbody> </table>			Use	Name	Amount	<input checked="" type="checkbox"/>	dimethylphthalate [u]	40	<input type="checkbox"/>	diethylphthalate:	0	<input checked="" type="checkbox"/>	biphenyl [ug]	60
Use	Name	Amount														
<input checked="" type="checkbox"/>	dimethylphthalate [u]	40														
<input type="checkbox"/>	diethylphthalate:	0														
<input checked="" type="checkbox"/>	biphenyl [ug]	60														
Vial Number: 3	Sample Amount U: mg/ml	Multiplier: 1														
Injections: 1	Dilution Factor: 5	Purity: 1														
Volume [µl]: as method	Correction Factor: 2															

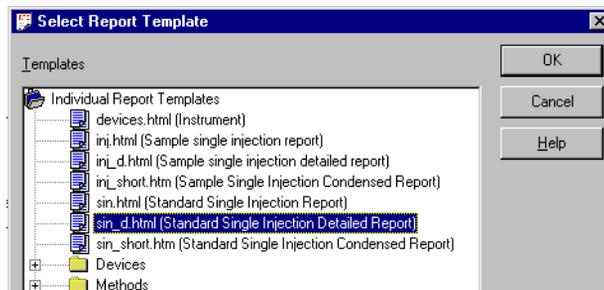
## Aufgabe 6. Auswählen einer neuen Reportvorlage für einen Report

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**1 Wählen Sie eine Reportvorlage für den Report einer Einzelstandardinjektion.**

- Wählen Sie in der Strukturansicht den Eintrag **Reporting** (Reporterstellung).
- Wählen Sie aus der Tabelle den Typ „Standard Single Injection Report“.
- Klicken Sie auf die Schaltfläche **Select Template...**  
Es erscheint das Dialogfeld **Select Report Template** (Reportvorlage auswählen).
- Wählen Sie im Dialogfeld **Select Report Template** die Reportvorlage „Standard Single Injection Detailed Report“.
- Klicken Sie auf **OK**.



**2 Wählen Sie diese Reporttypen für den Druck aus:**

- Einzelinjektion der Probe
- Einzelinjektion des Standards
- Sequenz

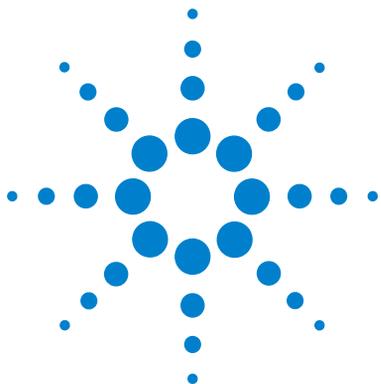
- Doppelklicken Sie auf die Zelle **Print** (Drucken) für den Report „Multi-Injection Summary Group“, um **Yes** auf **No** zu ändern.
- Wiederholen Sie den Schritt a für den „Calibration Standards Group“ Report, um von **Yes** auf **No** zu wechseln.

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 Speichern Sie die Methode.**

- Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf  und geben Sie bei Bedarf die Begründung für die Änderung sowie Ihre elektronische Unterschrift ein.



## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man:

- benutzerdefinierte Berechnungen und Auswertungen bezüglich Rauschen und Systemeignung in eine Methode für eine Sequenz einbringt
- eine umschließende Kalibriersequenzen- und ISTD-Quantifizierung in eine Methode einbringt
- eine benutzerdefinierte Berechnung zur Mittelwertbildung der prozentualen Verunreinigungen aller Proben einer Sequenz bei Mehrfachinjektionen erstellt
- Grenzwerte für die benutzerdefinierten Berechnungen von Grenzwerten und Systemeignungstests einstellt
- eine Sequenzvorlage mit umschließender Kalibriersequenz, Mehrfachinjektionen und einem Leerprobenlauf für die S/R-Berechnung erstellt
- das Layout der Ergebnisdarstellung so einstellt, dass benutzerdefinierte und systemeignungsspezifische Berechnungen sichtbar sind
- eine Reportvorlage für eine Probengruppe zur Aufnahme der benutzerdefinierten und systemeignungsspezifischen Berechnungen bearbeitet.



## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

Diese Methode können Sie in „Fortgeschrittene Übung 5a: Ausführen einer Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen“ auf Seite 65 und „Fortgeschrittene Übung 5b: Einsatz einer anderen Methode zur Neuauswertung“ auf Seite 71 verwenden.

Bei den Aufgaben in dieser Übung versuchen Sie bitte, die Schritte im linken Teil ohne die ausführliche Anleitung auszuführen. Wenn Sie mehr Hilfe benötigen, folgen Sie den detaillierten Anleitungen rechts.

### **Bevor Sie beginnen**

Lesen Sie zur Erstellung von Methoden das Kapitel „Erstellen von Methoden“ auf Seite 75.

## Aufgabe 1. Kopieren einer Methode zur Erstellung einer Methodenvorlage für eine Sequenz

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

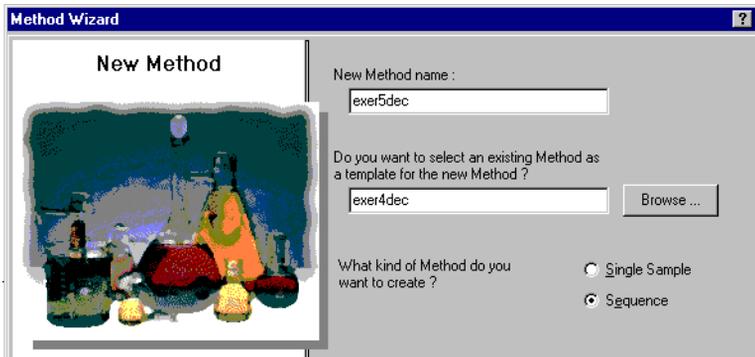
- 1 Kopieren der Methode zum Erstellen einer neuen Vorlage.**
- Kopieren Sie entweder *exer4iii* oder *defexer4iii*. Sie können die Originalmethode aus der Übung 4 benutzen oder die abgeänderte Methode aus Übung 4b.
  - Geben Sie der Methodenvorlage den Namen *exer5iii*, wobei *iii* Ihre Initialen sind.

Beachten Sie, dass das Fenster „Method Wizard“ die in Übung 4 ausgewählten Methodenoptionen enthält.

- a** Wählen Sie **File > New > Method** oder klicken Sie auf  und wählen dann **Method**.

Es erscheint der Methodenassistent.

- b** Klicken Sie auf die Schaltfläche **Browse** und wählen Sie *exer4iii* oder *defexer4iii*.
- c** Geben Sie *exer5iii* in das Feld **New Method Name** ein.



- d** Klicken Sie auf **Next**, bis Sie das Fenster „Data Analysis“ (Datenanalyse) erreichen.

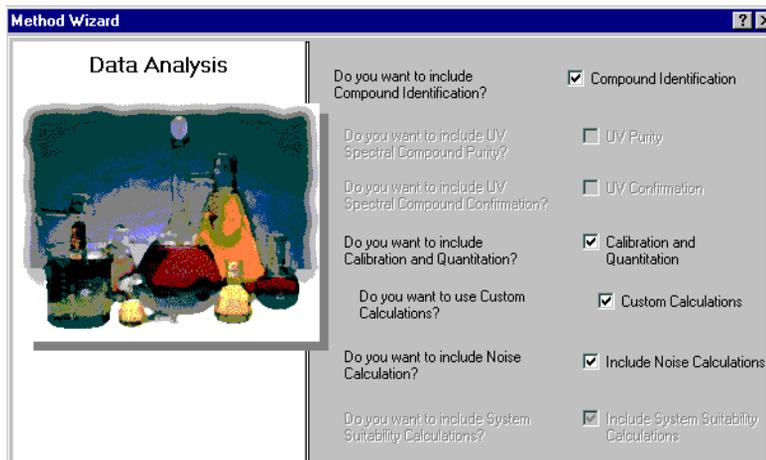
## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

2 Fügen Sie die Möglichkeit für benutzerdefinierte und System-eignungsberechnungen hinzu

- a Aktivieren Sie im Fenster „Data Analysis“ das Kontrollkästchen **Custom Calculations** (Benutzerdefinierte Berechnungen).
- b Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Include Noise Calculations** (Rauschberechnung einschließen).  
Beachten Sie, dass mit dem Aktivieren des Kontrollkästchens **Include Noise Calculations** das Kontrollkästchen **Include System Suitability** (Systemeignungstest einschließen) aktiviert und abgeblendet wird.



- c Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster „Compound Table“ (Substanztabelle) zu wechseln.

## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

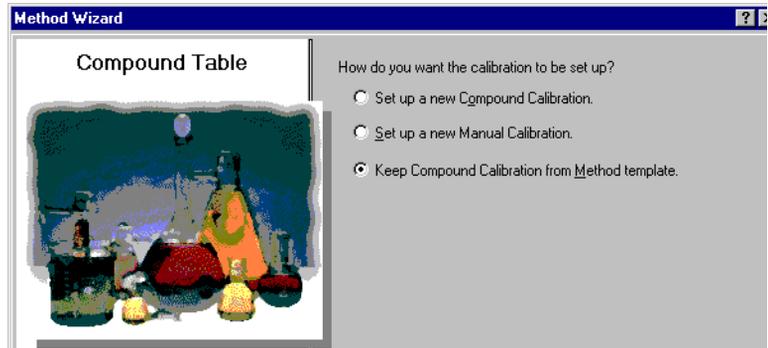
### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 3 Wählen Sie unter Compound Table eine Option aus.

Auch wenn Sie die Kalibrierform auf umschließende Kalibriersequenz ändern, können Sie die Kalibriereinstellung aus Übung 4 beibehalten.

- a Wählen Sie im Fenster „Compound Table“ die Option **Keep Compound Calibration from Method template** (Kalibrierung aus der Methodenvorlage übernehmen).

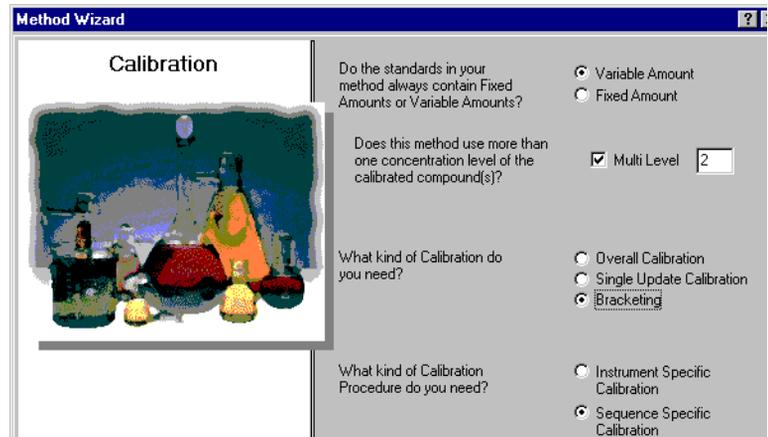


- b Klicken Sie auf **Next**, bis Sie das Fenster **Calibration** (Kalibrierung) erreichen.

#### 4 Wählen Sie die Optionen für die Kalibrierung.

Wählen Sie umschließende Kalibriersequenz und belassen alle anderen Optionen unverändert.

- a Wählen Sie im Fenster **Calibration** die Option **Bracketing** (Umschließende Kalibriersequenz).



- b Klicken Sie auf **Next** zum Wechsel zum Fenster **Quantitation**.

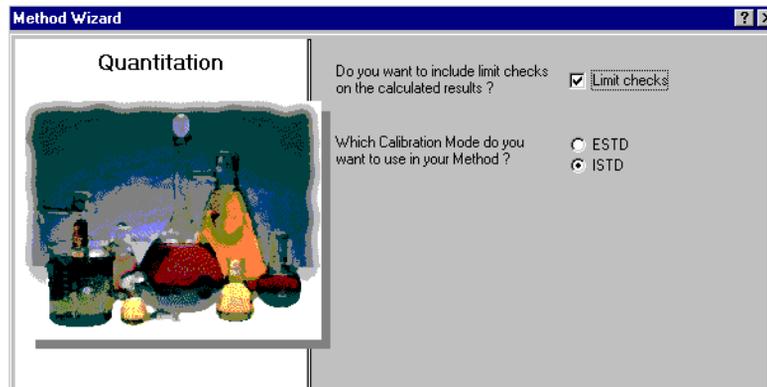
## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**5 Wählen Sie die Optionen zur Quantifizierung.**

- a Markieren Sie im Fenster **Quantitation** das Kontrollkästchen **Limit checks** (Grenzwertprüfung).
- b Wählen Sie **ISTD**.



- c Klicken Sie auf **Next**, um zum Fenster **New Method Review** (Überprüfung einer neuen Methode) zu wechseln.

**6 Überprüfen Sie Ihre neue Methodenvorlage.**

Die neue Methode enthält die gleichen Angaben zur Datenanalyse und Sequenzvorlage wie die Methode in Übung 4.

- a Überprüfen Sie im Fenster **New Method Review** die Einstellungen im Abschnitt **Method Wizard Settings**.
- b Klicken Sie auf die Schaltfläche **Finish**, um Ihre neue Methode zu speichern.
- c Speichern Sie alle Änderungen in der Datenbank, falls erforderlich mit Begründung.

## Aufgabe 2. Ändern der Quantifizierung für einen internen Standard

### Schritte

#### 1 Richten Sie die ISTD-Quantifizierung ein.

Legen Sie Biphenyl als internen Standard fest und benutzen Sie ihn zur Quantifizierung von Dimethylphthalat.

### Ausführliche Anleitung

- a Erweitern Sie die eben erstellte Methode und den Ordner „Data Analysis“.
- b Wählen Sie in der Strukturansicht den Eintrag **Quantitation Setup** (Quantifizierung einrichten).
- c Klicken Sie auf die Registerkarte **Calibrated Compounds** (Kalibrierte Substanzen).
- d Wählen Sie in der Kalibriertabelle den Eintrag Biphenyl.
- e Aktivieren Sie unter „Internal Standard“ die Option **Set this Compound as the ISTD** (Diese Substanz als ISTD verwenden).
- f Wählen Sie Dimethylphthalat.
- g Aktivieren Sie unter „Internal Standard“ die Option **Use ISTD compound** (ISTD-Substanz verwenden).
- h Klicken Sie auf den Abwärtspfeil und wählen Sie Biphenyl aus der Liste.

Calibrated Compounds		Uncalibrated Compounds		Unidentified Peaks	
Compound Name	Expected Time	Compound Group	ISTD	ISTD Name	Com
dimethylphthalate	0.9349			biphenyl	
biphenyl	1.8902		ISTD		

Compound Name:

Internal Standard:

Set this Compound as the ISTD

Use ISTD compound

Compound Group:

Compound Info

### Aufgabe 3. Einrichten einer benutzerdefinierten Berechnung zur Mittelwertbildung der prozentualen Verunreinigungen aller Proben einer Sequenz

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Erstellen Sie eine Berechnung der prozentualen Verunreinigungen in jeder Einzelinjektion.</b></p> <p>Der isokratische Standard ist eine genau definierte Probe mit bekannten Substanzen. Zum besseren Verständnis dessen, wie Sie eine benutzerdefinierte Berechnung einrichten, stellen Sie sich vor, der isokratische Standard wäre wie folgt zusammengesetzt:</p> <p>Hauptkomponente - Dimethylphthalat definierte Verunreinigung - Diethylphthalat ISTD - Biphenyl unbekannte Verunreinigung - unbekannter Peak</p> <p>Zur Angabe der Zellen in der Berechnung können Sie auch den Zellbezug mittels „Ziehen und Ablegen“ verschieben.</p>	<p><b>a</b> Wählen Sie in der Strukturansicht unter „Data Analysis“ (Datenanalyse) den Eintrag <b>Custom Calculations</b> (Benutzerdefinierte Berechnungen).</p> <p><b>b</b> Klicken Sie bei Bedarf auf die Registerkarte <b>Single Injection</b> (Einzelinjektion).</p> <p><b>c</b> Fügen Sie eine Zeile mit der Variablen „Amount“ für alle Substanzen/Peaks hinzu.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Führen Sie in der Tabelle einen Rechtsklick aus und wählen Sie <b>Add Column</b> (Spalte hinzufügen).</li> <li>Erweitern Sie „Compounds“ auf dem Blatt „Existing Column“ (Vorhandene Spalte) und wählen Sie <b>Amount</b> (Menge).</li> <li>Klicken Sie auf <b>Apply</b>.</li> </ul> <p><b>d</b> Fügen Sie eine Spalte für die Berechnung des Prozentsatzes bekannter Verunreinigungen hinzu.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Add a New Custom Calculation Column</b> (Neue Spalte für benutzerdefinierte Berechnung einfügen).</li> <li>Geben Sie für die bekannte Verunreinigung eine frei wählbare <b>Variable ID</b> ein, z.B. PercentSpecifiedImpurity (ohne Leerzeichen).</li> <li>Geben Sie den <b>Display Name</b> ein, z.B. „Percent Specified Impurity“.</li> <li>Wählen Sie als <b>Level</b> „Single Inj. Variables“ und klicken Sie auf <b>Apply</b>.</li> </ul> <p><b>e</b> Fügen Sie eine Spalte für die Berechnung des Prozentsatzes unbekannter Verunreinigungen hinzu.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Geben Sie die Variablen-ID sowie den Anzeigenamen ein und wählen als <b>Level</b> „Single Inj. Variables“. Klicken Sie anschließend auf <b>OK</b>.</li> </ul> <p><b>f</b> Tragen Sie die Formel für die prozentuale Berechnung der angegebenen Verunreinigung in die Zelle „Single Inj. Variables“ ein.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Tragen Sie die Syntax <math>=D8 / \text{SUM}(D7 : D13) * 100</math> ein, die die Menge an Diethylphthalat dividiert durch die Summe aller Peakmengen <math>\times 100</math> enthält. Sie können die Schaltfläche <math>f_x</math> verwenden, um die Funktion SUM zu erhalten, oder Sie geben einfach SUM ein.</li> </ul>

## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- g Tragen Sie die Formel für die prozentuale Berechnung der nicht angegebenen Verunreinigung in die Zelle „Single Inj. Variables“ ein. (Benutzen Sie die gleiche Syntax wie für die bekannte Verunreinigung.)

1	2	New		
		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		

### 2 Erstellen Sie die Berechnung des mittleren Prozentgehaltes an Verunreinigungen für alle Injektionen einer Probe.

Machen Sie dies sowohl für die bekannten als auch für die unbekannt Verunreinigungen.

- a Klicken Sie im Arbeitsbereich „Custom Calculations“ auf die Registerkarte **Multi-injection** (Mehrfachinjektionen).
- b Fügen Sie eine Spalte für die Berechnung des Prozentsatzes bekannter Verunreinigungen hinzu.
- Führen Sie in der Tabelle einen Rechtsklick aus und wählen Sie **Add Column** (Spalte hinzufügen).
  - Erweitern Sie in dem Blatt „Existing Column“ (Vorhandene Spalte) den Punkt „User Defined“ (Benutzerdefiniert) und wählen Sie **Percent Specified Impurity** (Prozent bekannter Verunreinigungen).
  - Klicken Sie auf **Apply**.
- c Fügen Sie eine Spalte für die Berechnung des Prozentsatzes unbekannter Verunreinigungen hinzu.
- Wählen Sie **Percent Unspecified Impurity** (Prozent unbekannter Verunreinigungen).
  - Klicken Sie auf **Apply**.
- d Fügen Sie eine Spalte für den Mittelwert der prozentualen bekannten Verunreinigungen aller Injektionen hinzu.
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Add a New Custom Calculation Column**.
  - Geben Sie Ihre gewünschte Bezeichnung als **Variable ID** ein, z.B. AvgPercentSpecified.
  - Geben Sie den **Display Name** (Anzeigenname) als eine Variante der ID ein, z.B. Avg Percent Specified.
  - Geben Sie den **Level** als „Multiple Inj. Variables“ an und klicken Sie dann auf **Apply**.

## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- e Fügen Sie eine Spalte für den Mittelwert der prozentualen unbekanntem Verunreinigungen aller Injektionen hinzu.
  - Geben Sie die Variablen-ID, den Anzeigename ein und den Level als „Multiple Inj. Variables“ ein.
  - Klicken Sie auf **OK**.
- f Tragen Sie die Formel für den Mittelwert der prozentualen bekannten Verunreinigung in die Zelle „Multiple Inj. Variables“ ein.
  - Tragen Sie die Syntax =AVERAGE(D6:D8) ein, die den Mittelwert der prozentualen Verunreinigungen für jede Probe oder alle Injektionen berechnet. Sie können die Schaltfläche  $f_x$  für den Aufruf der Funktion AVERAGE verwenden oder AVERAGE eintragen.
- g Tragen Sie die Formel für den Mittelwert der prozentualen unbekanntem Verunreinigung ein.

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				

### 3 Erstellen Sie die Berechnung des mittleren Prozentgehaltes an Verunreinigungen für alle Proben.

Machen Sie dies sowohl für die bekannten als auch für die unbekanntem Verunreinigungen.

- a Klicken Sie auf die Registerkarte **Sample Group** (Probengruppe) im Arbeitsbereich „Custom Calculations“ (Benutzerdefinierte Berechnungen).
- b Fügen Sie eine Spalte für den mittleren Prozentgehalt der bekannten Verunreinigungen hinzu.
  - Führen Sie in der Tabelle einen Rechtsklick aus und wählen Sie **Add Column** (Spalte hinzufügen).
  - Erweitern Sie **User Defined** (Benutzerdefiniert) und wählen Sie **Avg Percent Specified**.
  - Klicken Sie auf **Apply**.
- c Fügen Sie eine Spalte für den mittleren Prozentgehalt unbekannter Verunreinigungen hinzu.
  - Erweitern Sie in dem Blatt „Existing Column“ (Vorhandene Spalte) den Punkt „User Defined“ (Benutzerdefiniert) und wählen Sie **Avg Percent Unspecified**.
  - Klicken Sie auf **Apply**.

## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- d** Fügen Sie eine Spalte für den mittleren Prozentgehalt bekannter Verunreinigungen aller Proben hinzu.
  - Klicken Sie auf die Registerkarte **Add a New Custom Calculation Column**.
  - Tragen Sie Ihren gewünschte Bezeichnung als **Variable ID** ein, z.B. AvgPercentSAllSamples.
  - Geben Sie den **Display Name** (Anzeigename) als eine Variante der ID ein, z.B. Avg % S All Samples.
  - Geben Sie als **Level** „Sample Group Variables“ ein und klicken Sie auf **Apply**.
- e** Fügen Sie eine Spalte für den prozentualen Mittelwert der unbekanntem Verunreinigungen aller Proben hinzu, z.B. AvgPercentUAllSamples.
  - Geben Sie Variablen-ID, Anzeigename ein und „Sample Group Variables“ als Level ein.
  - Klicken Sie auf **OK**.
- f** Tragen Sie die Formel für den mittleren Prozentwert der bekannten Verunreinigung ein.
  - Tragen Sie die Syntax `=AVERAGE(F6:F8)` ein, die den Mittelwert der prozentualen Verunreinigungen für alle Proben berechnet. Sie können die Schaltfläche  $f_x$  für den Aufruf der Funktion AVERAGE verwenden oder AVERAGE eintragen.
- g** Tragen Sie die Formel für den Mittelwert der prozentualen unbekanntem Verunreinigung ein.

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	..					

## Aufgabe 4. Einrichten der Grenzwerte für benutzerdefinierte und systemeignungsspezifische Berechnungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Erstellen Sie Grenzwerte für die Berechnung für den Systemeignungstest.

- Wenn der Tailingfaktor > 1,7 ist, dann gilt Entspricht Nicht - alle Proben und nur Dimethylphthalat
- Wenn die Auflösung nach USP < 1,5 ist, dann gilt Entspricht Nicht - alle Proben und alle Substanzen
- Wenn das Signalrauschverhältnis kleiner 5 ist, dann gilt Entspricht Nicht.

- Wählen Sie **Limits** (Grenzwerte) in „Data Analysis“ (Datenanalyse).
- Achten Sie darauf, dass das Blatt „Single Injection“ (Einzelinjektion) erscheint.
- Führen Sie in der Tabelle „Limits“ einen Rechtsklick aus und wählen Sie **Insert New Limit** (Neuen Grenzwert einfügen).
- Erweitern Sie den Ordner **Peak** und wählen Sie „TailingFactor“.
- Aus der Liste **Condition** (Bedingung) wählen Sie > und für **Value** (Wert) geben Sie 1,7 ein.
- Wählen Sie aus der Liste **Apply to** Dimethylphthalat und klicken Sie auf **OK**.
- Wiederholen Sie die Schritte c und d für die Peakauflösung nach USP.
- Aus der Liste **Condition** wählen Sie < und für **Value** geben Sie 1,5 ein.
- Klicken Sie auf **OK**.
- Wiederholen Sie die Schritte c und d für „SignalToNoise“.
- Aus der Liste **Condition** wählen Sie < und für „Value“ geben Sie 5 ein.
- Klicken Sie auf **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

## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 2 Richten Sie Grenzwerte für die Mittelwerte sowohl der bekannten als auch der unbekannt Verunreinigungen aller Proben ein.

- Wenn die bekannte Verunreinigung > 10 % ist, gilt „Entspricht Nicht“
- Wenn die unbekannt Verunreinigung > 5 % ist, gilt „Entspricht Nicht“

**Hinweis:** Die Registerkarte „Summary Groups“ ermöglicht das Einrichten von Grenzwerten für alle Variablen und Berechnungen, die mit Proben- typgruppen (z.B. Probengruppe, Gruppe der Kalibrierstandards, benutzerdefinierte Probengruppe und QC-Gruppe) verbunden sind.

- Klicken Sie auf die Registerkarte **Summary Groups** (Übersichtsgruppen).
- Führen Sie in der Tabelle „Limits“ (Grenzwerte) einen Rechtsklick aus und wählen Sie **Insert New Limit** (Neuen Grenzwert einfügen).
- Erweitern Sie im Dialogfeld „Insert New Limit“ den Ordner **Single Values** (Einzelwerte) und wählen Sie „Avg % S All Samples“.
- Wählen Sie aus der Liste **Data Set** den Eintrag „Sample“.
- Wählen Sie aus der Liste **Condition** den Eintrag >.
- Geben Sie 10 als Wert ein und klicken Sie auf **OK**.
- Wiederholen Sie die Schritte b-f für Avg % U All Samples und dem Wert 5.

Limit Options for:

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

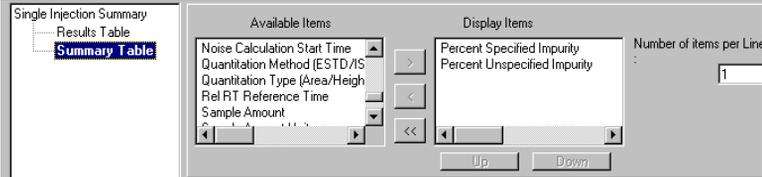
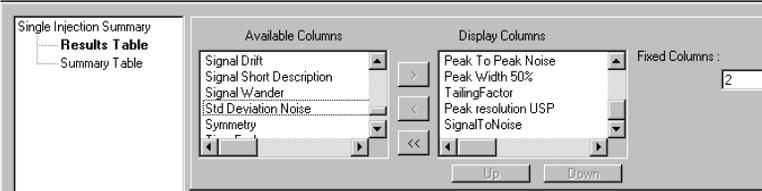
## Aufgabe 5. Ändern der Sequenzvorlage für umschließende Kalibriersequenz und Mehrfachinjektionen

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Richten Sie die umschließende Kalibriersequenz ein.</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Quantifizieren Sie den ersten Probensatz mit den mittleren RFs des ersten und zweiten Standardsatzes.</li> <li>Quantifizieren Sie den zweiten Probensatz mit den mittleren RFs des zweiten und dritten Standardsatzes.</li> </ul>	<p><b>a</b> Wählen Sie in der Strukturansicht den Eintrag <b>Sequence Template</b> (Sequenzvorlage).</p> <p><b>b</b> Doppelklicken Sie auf die Zelle <b>Bracketing</b> (Umschließende Kalibriersequenz) für Cal1 in Zeile 1 und ebenso auf <b>Open</b>.</p> <p><b>c</b> Doppelklicken Sie auf die Zelle <b>Bracketing</b> (Umschließende Kalibriersequenz) für Cal1 in Zeile 5 und ebenso auf <b>Open</b>.</p> <p><b>d</b> Doppelklicken Sie auf die Zelle <b>Bracketing</b> (Umschließende Kalibriersequenz) für Cal2 in Zeile 6 und ebenso auf <b>Close</b>.</p> <p><b>e</b> Doppelklicken Sie auf die Zelle <b>Bracketing</b> (Umschließende Kalibriersequenz) für Cal2 in Zeile 10 und ebenso auf <b>Close</b>.</p>

<p><b>2 Tragen Sie eine Leerprobe in die erste Zeile ein sowie zwei Injektionen für jede Probe.</b></p>	<p><b>a</b> Wählen Sie Zeile 1 und klicken Sie auf die Schaltfläche <b>Insert</b>. (Nutzen Sie den Fingerzeig.)</p> <p><b>b</b> Tragen Sie NoiseBlank als <b>Sample Name</b> ein und wählen Sie „Blank Run“ als <b>Sample Type</b>.</p> <p><b>c</b> Geben Sie eine andere „Vial#“ ein und klicken Sie dann auf <b>Apply</b>.</p> <p><b>d</b> Geben Sie 2 als „Injections #“ für jede Probe der Sequenz ein.</p>
---------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

	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

## Aufgabe 6. Layouteinstellung der Ergebnisansicht zur Anzeige der benutzerdefinierten und systemeignungsspezifischen Berechnungen

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Richten Sie die Anzeige des Prozentanteils der bekannten und unbekannt Verunreinigungen ein.</b></p>	<p><b>a</b> Erweitern Sie in der Strukturansicht den Ordner <b>Data Review Layout</b>.  <b>b</b> Wählen Sie in der Strukturansicht den Eintrag <b>Single Injection</b>.  <b>c</b> Wählen Sie im Arbeitsbereich den Eintrag <b>Summary Table</b> (Übersichtstabelle).  <b>d</b> Wählen Sie „Percent Specified Impurity“ (Prozent bekannter Verunreinigungen) aus der Liste <b>Available Items</b> (Verfügbare Einträge) und klicken Sie auf &gt;, um die Auswahl in die Liste <b>Display Items</b> (Anzuzeigende Einträge) zu verschieben.  <b>e</b> Wiederholen Sie Schritt d für „Percent Unspecified Impurity“ (Prozent unbekannter Verunreinigungen) und klicken Sie dann auf <b>Apply</b>.</p> 
<p><b>2 Richten Sie die Anzeige des Tailingfaktors, der Auflösung nach USP und des Signal-Rausch-Verhältnisses jeder Substanz ein.</b></p>	<p><b>a</b> Wählen Sie die <b>Results Table</b> (Ergebnistabelle).  <b>b</b> Wählen Sie „Tailing Factor“ (Tailingfaktor) aus der Liste <b>Available Items</b> und klicken Sie auf &gt;, um den Eintrag in die Liste <b>Display Items</b> zu verschieben.  <b>c</b> Wiederholen Sie den Schritt b für „Peak resolution USP“ (Peakauflösung nach USP) und „SignalToNoise“ (Signal-Rausch-Verhältnis) und klicken Sie dann auf <b>Apply</b>.</p> 

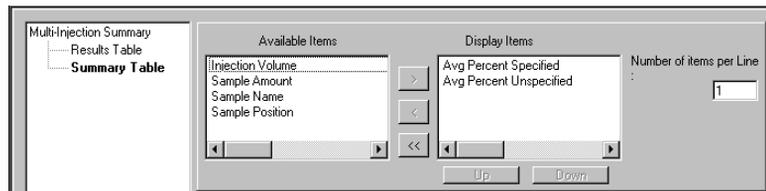
## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

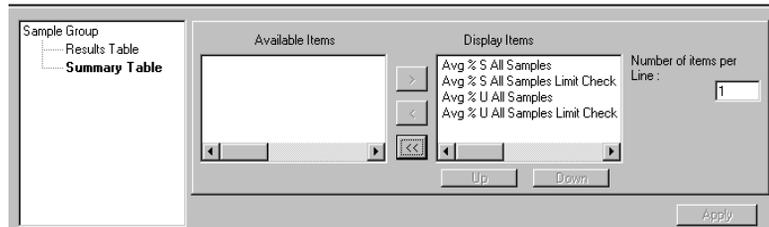
**3 Richten Sie die Anzeige der Mittelwerte der bekannten und unbekannt Verunreinigungen für jede Probe ein.**

- Wählen Sie in der Strukturansicht den Eintrag **Multiple Injection** (Mehrfachinjektion).
- Wählen Sie im Arbeitsbereich den Eintrag **Summary Table** (Übersichtstabelle).
- Wählen Sie „Avg Percent Specified“ aus der Liste **Available Items** und klicken Sie auf >, um die Auswahl in die Liste **Display Items** zu verschieben.
- Wiederholen Sie Schritt b für „Avg Percent Unspecified“ und klicken Sie dann auf **Apply**.



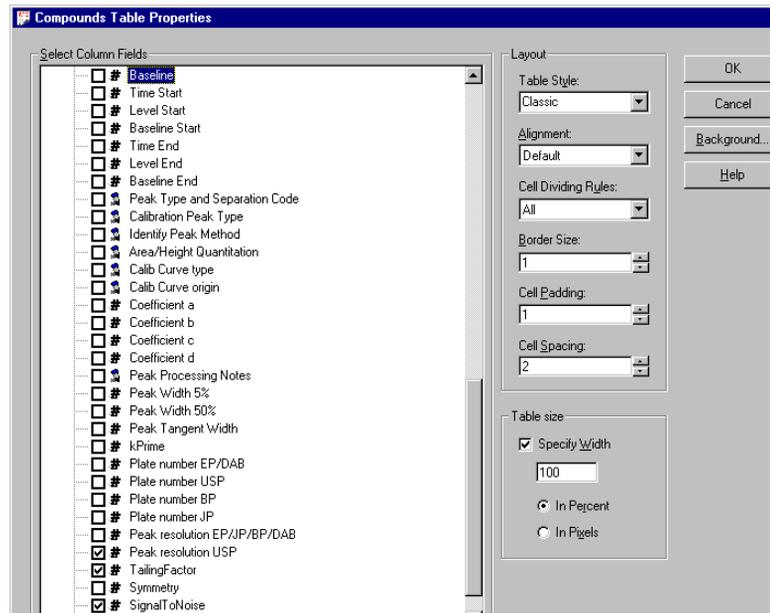
**4 Richten Sie die Anzeige der mittleren Prozentanteile der bekannten und unbekannt Verunreinigungen in allen Proben sowie deren Grenzwertprüfung ein.**

- Wählen Sie in Strukturansicht den Eintrag **Samples** (Proben).
- Wählen Sie im Arbeitsbereich den Eintrag **Summary Table** (Übersichtstabelle).
- Wählen Sie „Avg % S All Samples“ aus der Liste **Available Items** und klicken Sie dann auf >, um den Eintrag in die Liste **Display Items** zu verschieben.
- Wiederholen Sie den Schritt c für „Avg % U All Samples“, „Avg % S All Samples Limit Check“ und „Avg % U All Samples Limit Check“.
- Klicken Sie auf **Apply**.



## Aufgabe 7. Ändern einer Reportvorlage für die Probengruppe

Schritte	Ausführliche Anleitung
<p><b>1 Ändern Sie eine Reportvorlage für einen Einzelinjektions-Probenreport.</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Ändern Sie den Report inj.html.</li> <li>• Fügen Sie eine Spalte für die USP-Auflösung und das Signal-Rausch-Verhältnis zu der bestehenden Substanztabelle unter dem Chromatogramm hinzu.</li> <li>• Speichern Sie die Vorlage als exer5injiii, wobei <i>iii</i> Ihre Initialen sind.</li> </ul>	<p><b>a</b> Wählen Sie in der Strukturansicht den Eintrag <b>Reporting</b> (Reporterstellung).</p> <p><b>b</b> Wählen Sie den Reporttyp „Sample Single Injection“ (Einzelinjektion der Probe) und klicken Sie dann auf <b>Edit Template...</b></p> <p><b>c</b> Doppelklicken Sie auf <b>Individual Report Templates</b> (Individuelle Reportvorlage) und nochmals auf inj.html.</p> <p><b>d</b> Setzen Sie den Cursor in die letzte Spalte der Substanztabelle unterhalb des Chromatogramms.</p> <p><b>e</b> Führen Sie in der Tabelle einen Rechtsklick aus und wählen Sie <b>Table Properties</b> (Tabelleneigenschaft). Es erscheint das Dialogfeld „Compound Table Properties“.</p> <p><b>f</b> Aktivieren Sie in der Liste <b>Select Column Fields</b> (Spaltenfelder auswählen) die Kontrollkästchen <b>Peak resolution USP</b> (Peakauflösung nach USP) und <b>SignalToNoise</b> (Signal-Rausch-Verhältnis) und klicken Sie dann auf <b>OK</b>.</p>



## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

Die Substanztablette in der resultierenden Vorlage sieht folgendermaßen aus:

Retention Time	Compound Name	Amount	Response Factor	Trailing Factor	Peak resolution USP	SignalToNoise
#####.##	×	###.##	×.DDDD	#####.###	##.###	##.###

**b** Wählen Sie **File > Save As**, geben Sie `exer5injiii` ein und klicken Sie auf **OK**.

### 2 Ändern Sie die Vorlage für den detaillierten Probengruppen-Report (`sus_d.html`).

- Fügen Sie eine html-Tabelle unterhalb der Probengruppenvariablen ein.
  - Geben Sie den Text für „Avg. % S Impurity All Samples“ und „Av % U Impurity All Samples“ ein.
  - Geben Sie die Platzhalter für die Werte der %Verunreinigungen ein.
  - Tragen Sie unterhalb der Tabelle „Sample Group Limits“ die Angaben der Grenzwertprüfung für jede Probengruppe ein.
  - Speichern Sie die Vorlage als `exer5sgiii`, wobei *iii* Ihre Initialen sind.
- a** Verlassen Sie den Reportvorlagen-Editor.
  - b** Wählen Sie den Reporttyp „Sample Group“ (Probengruppe) und klicken Sie auf **Edit Template...**
  - c** Doppelklicken Sie auf **Individual Report Templates** (Individuelle Reportvorlage) und nochmals auf „`sus_d.html`“.
  - d** Fügen Sie eine Zeile unterhalb der Variablen-Tabelle der Probengruppe ein und klicken Sie auf die Schaltfläche **Insert HTML table**.
  - e** Wählen Sie im Dialogfeld „Insert Table“ den Eintrag „Classic Table“ unter **Style** und klicken Sie auf **OK**.
  - f** Klicken Sie auf die Registerkarte **Fields** und erweitern Sie den Ordner „Sample Group“.
  - g** Erweitern Sie den Ordner „Sample Group Variables Results“.
  - h** Setzen Sie den Cursor in die erste Zelle der HTML-Tabelle, drücken Sie die Taste **Alt** und doppelklicken Sie auf „Avg % S All Samples“.
  - i** Setzen Sie den Cursor in die zweite Zelle der ersten Reihe und doppelklicken Sie auf „Avg % S All Samples“.
  - j** Wiederholen Sie die Schritte h und i mit der zweiten Zeile für „Avg % U All Samples“.

## Fortgeschrittene Übung 6: Methodenerstellung für eine Sequenz zur Quantifizierung von Verunreinigungen

Schritte	Ausführliche Anleitung
----------	------------------------

- k** Setzen Sie den Cursor unterhalb der Tabelle mit den Grenzwertergebnissen der Probengruppe.
- l** Drücken Sie die Taste **Ctrl** und doppelklicken Sie auf „Avg % S All Samples Limit Check“.
- m** Wiederholen Sie den Vorgang für „Avg % U All Samples Limit Check“.
- n** Wählen Sie **File > Save As**, geben Sie `exer5sgjii` ein und klicken Sie auf **OK**.

Wenn Sie fertig sind, wird die Vorlage als die Probengruppenvorlage (Sample group) angezeigt.



### Sample group (detailed)

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

Number of unidentified peaks: ##

#### Sample group variables

#	Sample name	Amount	Position	Inj. vol.
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	##.DDDD	XXXXXXXXXX	###.DD

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

#### Sample group limit results

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

Avg % S All Samples Limit Check: XXXXXXXXXXXX

Avg % U All Samples Limit Check: XXXXXXXXXXXX

## Aufgabe 8. Auswahl der Reportvorlagen und Reporttypen

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Wählen Sie die Reportvorlagen für die Reporttypen aus.

- Verwenden Sie `exer5injiii` für den Einzelinjektions-Report.
- Verwenden Sie `exer5sgiii` für den Probengruppen-Report.

- Verlassen Sie den Cerity- Reportvorlagen-Editor.
- Wählen Sie den Reporttyp „Sample single injection“ (Einzelinjektion) der Probe und klicken Sie auf **Select Template...**
- Wählen Sie `exer5injiii` und klicken Sie auf **OK**.
- Wählen Sie den Reporttyp „Sample Group“ (Probengruppe) und klicken Sie dann auf **Select Template...**
- Wählen Sie `exer5sgiii` und klicken Sie auf **OK**.

#### 2 Wählen Sie folgende Reporttypen für den Druck:

- Einzelinjektion der Probe
- Einzelinjektion des Standards
- Übersicht von Mehrfachinjektionen
- Probengruppe
- Sequenz

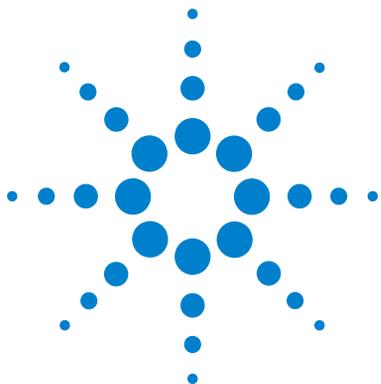
- Doppelklicken Sie auf die Zelle **Print** für den Report „Multi-Injection Summary Group“, um von **No** auf **Yes** zu wechseln.
- Wiederholen Sie Schritt (a) für den Report „Sample Group“, um von **Yes** auf **No** zu wechseln.

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 Speichern Sie die Methode.

Klicken Sie in der Standardsymbolleiste auf  und geben Sie bei Bedarf die Begründung für die Änderung sowie Ihre elektronische Unterschrift ein.



## Fortgeschrittene Übung 7: Berechnung der mittleren Flächensumme der nicht identifizierten Verunreinigungen pro Charge

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie man benutzerdefinierte Berechnungen einrichtet, um den Mittelwert der Flächensummen von nicht identifizierten Verunreinigungen pro Charge zu berechnen:

- Einrichten der Peakflächensummierung von nicht identifizierten Peaks bei einer Einzelinjektion
- Mittelwertbildung der Flächensummen von nicht identifizierten Peaks für alle Injektionen einer Probe
- Mittelwertberechnung der Flächensumme für die Proben einer Probengruppe

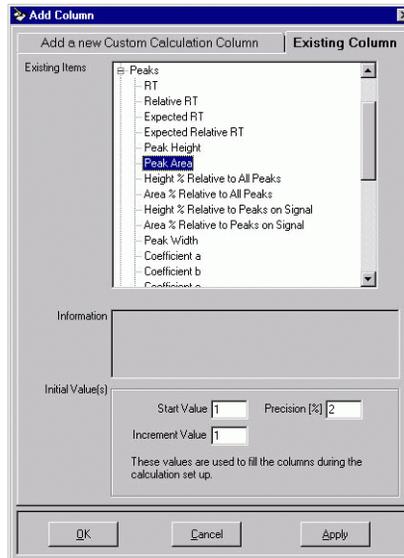
### HINWEIS

Für diese Berechnung müssen Sie die Substanzen nicht identifizieren, daher können Sie folgenden Anweisungen mit einer leeren Methode durchführen.



## Aufgabe 1. Einrichten der Peakflächensummierung von nicht identifizierten Peaks bei einer Einzelinjektion

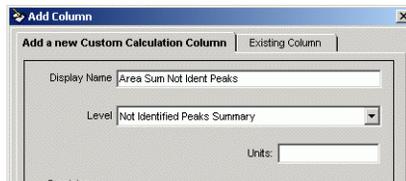
Schritte	Ausführliche Anleitung
1 Fügen Sie im Arbeitsblatt für eine Einzelinjektion eine Spalte mit dem bestehenden Integrationsergebnis, der Peakfläche, ein	<ul style="list-style-type: none"><li>a Erweitern Sie in der Strukturansicht den entsprechenden Methodenordner.</li><li>b Erweitern Sie den Ordner <b>Data Analysis</b> (Datenanalyse).</li><li>c Wählen Sie <b>Benutzerdefinierte Berechnungen</b>.</li><li>d Klicken Sie im Arbeitsbereich „Custom Calculations“ auf die Registerkarte <b>Single Injection</b> (Einzelinjektion).</li><li>e Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü <b>Add Column</b> (Spalte hinzufügen). Es erscheint das Dialogfeld <b>Add Column</b>.</li><li>f Erweitern Sie auf der Registerkarte <b>Existing Column</b> den Abschnitt <b>Peaks</b> und wählen <b>Peak Area</b> (Peakfläche). Klicken Sie auf <b>OK</b>, um das Dialogfeld zu schließen.</li></ul>



Der Arbeitsbereich enthält nun eine Spalte mit den Peakflächen für die nicht identifizierten Peaks.

## Fortgeschrittene Übung 7: Berechnung der mittleren Flächensumme der nicht identifizierten Verunreinigungen pro Charge

- | Schritte                                                                                                               | Ausführliche Anleitung                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p><b>2 Fügen Sie eine Spalte für die neuen Berechnung der Flächensumme der nicht identifizierten Peaks hinzu.</b></p> | <p><b>a</b> Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü <b>Add Column</b>.<br/>Es erscheint das Dialogfeld <b>Add Column</b>.</p> <p><b>b</b> Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Add a New Custom Calculation Column</b> (Neue Spalte für benutzerdefinierte Berechnung hinzufügen).</p> <p><b>c</b> Tragen Sie <b>Area Sum Not Ident Peaks</b> in das Feld <b>Display Name</b> (Anzeigename) ein.</p> <p><b>d</b> Klicken Sie bei <b>Level</b> auf den Abwärtspfeil und wählen <b>Not Identified Peaks Summary</b> (Übersicht nicht identifizierter Peaks).</p> |



Der Arbeitsbereich enthält nun eine Spalte für die neue verfügbare **Area Sum Not Ident Peaks**.

- |                                                                                                      |                                                                                                                                                                                                                                                                       |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p><b>3 Tragen Sie die Formel für die Flächensummierung der nicht identifizierten Peaks ein.</b></p> | <p><b>a</b> Tragen Sie in die Übersichtszeile <b>Not Identified Peaks</b> (Nicht identifizierte Peaks) der neuen Spalte die Formel zur Summenbildung der Flächen von nicht identifizierten Peaks ein.<br/><b>Hinweis:</b> Verwenden Sie die Syntax: =SUM(D8:D10).</p> |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

	A	B	C	D	E
1				Peak Area	New
2					Area Sum Not Ident. Peaks
3					
4			Single Injection		
5			Single Inj. Variables		
6			Identified Compounds		
7			Not Identified Peaks		6.01
8			Unknown 1	0.9993	
9			..	1.9968	
10			Unknown n	3.0126	

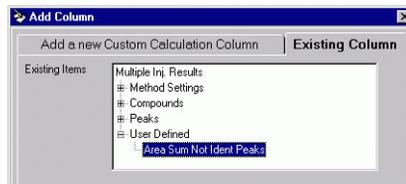
## Aufgabe 2. Einrichten der Mittelwertbildung der Flächensummen von nicht identifizierten Peaks für alle Injektionen einer Probe

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

1 Fügen Sie im Arbeitsblatt der Übersicht von Mehrfachinjektion eine Spalte zur Aufnahme der im Arbeitsblatt für Einzelinjektion erstellten Variablen, der Flächensumme von nicht identifizierten Peaks.

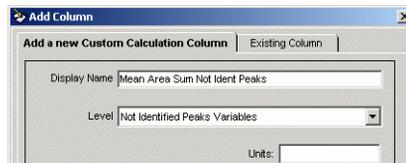
- Klicken Sie im Arbeitsbereich „Custom Calculations“ auf die Registerkarte **Multi Injection**.
- Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü **Add Column**.  
Es erscheint das Dialogfeld **Add Column**.
- Erweitern Sie auf der Registerkarte **Existing Column** (Vorhandene Spalte) den Abschnitt **User Defined** und wählen **Area Sum Not Ident Peaks**. Klicken Sie auf **OK**, um das Dialogfeld zu schließen.



Der Arbeitsplatz enthält nun eine Spalte mit der Flächensumme für die nicht identifizierten Peaks.

2 Fügen Sie eine Spalte hinzu, die die neue Berechnung für den Mittelwert der Flächensummen von nicht identifizierten Peaks aller Injektionen enthalten soll.

- Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü **Add Column**.  
Es erscheint das Dialogfeld **Add Column**.
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Add a New Custom Calculation Column**.
- Tragen Sie Mean Area Sum Not Ident Peaks (Mittlere Flächensumme nicht identifizierter Peaks) in das Feld **Display Name** (Anzeigename) ein.
- Klicken Sie bei **Level** auf den Abwärtspfeil und wählen **Not Identified Peaks Variables** (Nicht identifizierte Peakvariablen).



Der Arbeitsbereich enthält nun eine Spalte für die neue verfügbare **Mean Area Sum Not Ident Peaks**.

## Fortgeschrittene Übung 7: Berechnung der mittleren Flächensumme der nicht identifizierten Verunreinigungen pro Charge

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**3 Tragen Sie die Formel für den Mittelwert der Flächensummen der nicht identifizierten Peaks aller Injektionen ein.**

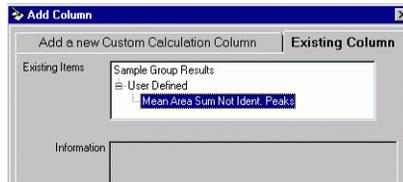
**a** Tragen Sie in die Variablenzeile **Not Identified Peaks** der neuen Spalte die Formel zur Mittelwertbildung der Flächensummen von nicht identifizierten Peaks ein.

**Hinweis:** Verwenden Sie die Syntax: =SUM(D8:D10).

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

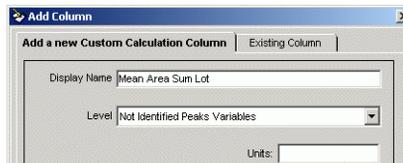
### Aufgabe 3. Mittelwertberechnung der Flächensumme für die Proben einer Probengruppe

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>1</b> Fügen Sie zum Arbeitsblatt der Probengruppe eine Spalte für die Variable aus dem Arbeitsblatt für Mehrfachinjektionen hinzu, den Mittelwert der Flächensummen aller Injektionen.	<ul style="list-style-type: none"><li>a Klicken Sie im Arbeitsbereich „Custom Calculations“ auf die Registerkarte <b>Sample Group</b>.</li><li>b Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü <b>Add Column</b>. Es erscheint das Dialogfeld <b>Add Column</b>.</li><li>c Erweitern Sie auf der Registerkarte <b>Existing Column</b> den Abschnitt <b>User Defined</b> und wählen <b>Area Sum Not Ident Peaks</b>. Klicken Sie auf <b>OK</b>, um das Dialogfeld zu schließen.</li></ul>



Der Arbeitsplatz enthält nun eine Spalte mit den gemittelten Flächensummen für die nicht identifizierten Peaks.

<b>2</b> Fügen Sie eine Spalte für die neue Berechnung des Mittelwertes der Flächensummen der nicht identifizierten Peaks einer Probencharge hinzu.	<ul style="list-style-type: none"><li>a Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü <b>Add Column</b>. Es erscheint das Dialogfeld <b>Add Column</b>.</li><li>b Klicken Sie auf die Registerkarte <b>Add a New Custom Calculation Column</b>.</li><li>c Tragen Sie <b>Mean Area Sum Lot</b> in das Feld <b>Display Name</b> ein.</li><li>d Klicken Sie bei <b>Level</b> auf den Abwärtspfeil und wählen <b>Not Identified Peaks Variables</b>.</li></ul>
-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------



Der Arbeitsbereich enthält nun eine Spalte für die neue Variable **Mean Area Sum Per Lot** (mittlere Flächensumme pro Charge).

## Fortgeschrittene Übung 7: Berechnung der mittleren Flächensumme der nicht identifizierten Verunreinigungen pro Charge

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

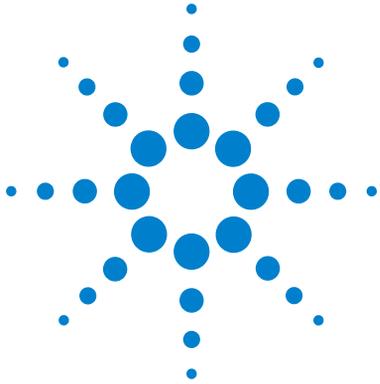
**3 Tragen Sie die Formel für den Mittelwert der Flächensummen der Charge ein.**

**a** Tragen Sie in die Variablenzeile **Not Identified Peaks** der neuen Spalte die Formel zur Mittelwertbildung der Flächensummen von nicht identifizierten Peaks ein.

**Hinweis:** Verwenden Sie die Syntax: =SUM(D8:D10).

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

## Fortgeschrittene Übung 7: Berechnung der mittleren Flächensumme der nicht identifizierten Verunreinigungen pro Charge



## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

Mit der Aufgabenfolge dieser Übung lernen Sie, wie benutzerdefinierte Berechnungen erstellt werden, um das Auflösungsverhältnis vom ersten zum letzten Peak zu berechnen, damit die Sequenz angehalten werden kann, wenn das Ergebnis außerhalb eines bestimmten Bereiches liegt:

- Erstellen einer Methode, die Berechnungen für den Systemeignungstest enthält
- Erstellen der benutzerdefinierten Berechnungen für den Systemeignungstest
- Einstellen der Grenzwertbedingungen
- Kennzeichnen der Proben für den Systemeignungstest in der Sequenz



## Aufgabe 1. Erstellen einer Methode, die Berechnungen für den Systemeignungstest enthält

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 1 Erstellen Sie eine neue Sequenz.

- Geben Sie der Sequenz den Namen *ssmethiii*, wobei *iii* Ihre Initialen sind.
- Verwenden Sie *exer2iii* oder *defexer2* als Vorlage für die neue Methode.

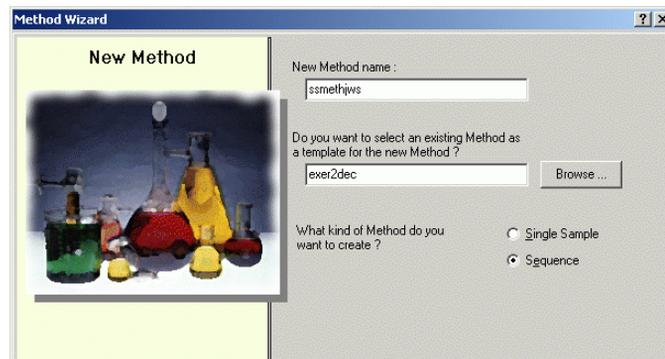
a Wählen Sie **File > New > Method** oder klicken Sie auf  und wählen dann **Method**.

Es erscheint das Fenster **Method Wizard New Method**.

b Klicken Sie auf die Schaltfläche **Browse** und wählen *exer2iii* oder *defexer2* im Dialogfeld **Method Template Selection**.

c Geben Sie *ssmethiii* in das Feld **New Method Name** (Neuer Methodenname) ein.

d Wählen Sie **Sequence** (Sequenz).

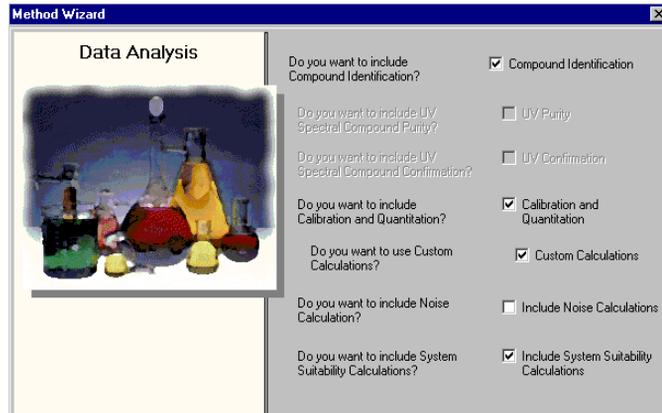


## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- e Klicken Sie auf **Next**, bis Sie das Fenster **Data Analysis** (Datenanalyse) erreichen.
- f Aktivieren Sie die Kontrollkästchen **Calibration und Quantitation**, **Custom Calculations** und **Include System Suitability** (Kalibrierung, Quantifizierung, benutzerdefinierte Berechnungen und Systemeignungstests).



- g Klicken Sie solange durch die verbleibenden Fenstern und treffen die entsprechenden Auswahlen, bis Sie den Methodenassistenten abgeschlossen haben.

## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

### Schritte

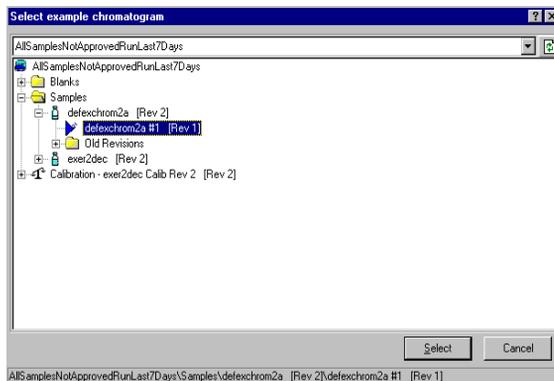
### Ausführliche Anleitung

#### 2 Wählen Sie ein

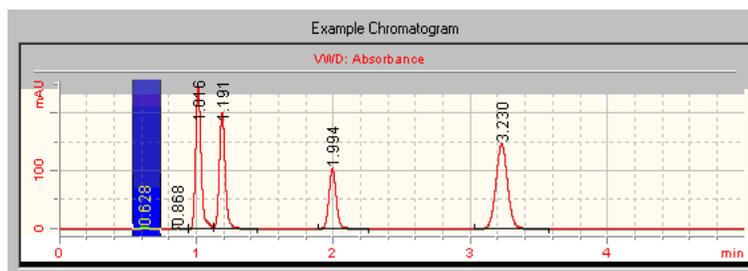
##### Beispielchromatogramm.

- Verwenden Sie das Beispielchromatogramm, das Sie in der Grundübung 2a oder 2b der „Grundübung 3a: Start einer Sequenz zur Quantifizierung von Substanzen mit einstufiger Kalibrierung“ und „Grundübung 3b: Erneute Integration und Auswertung der Ergebnisse“ erzeugt haben.
- Oder verwenden Sie defexchrom2a.

- Erweitern Sie in der Strukturansicht den Ordner *exer3iii*.
- Erweitern Sie den Ordner **Data Analysis**.
- Wählen Sie den Eintrag **Example Chromatogram** (Beispielchromatogramm).
- Klicken Sie in der Symbolleiste **Tools** auf .



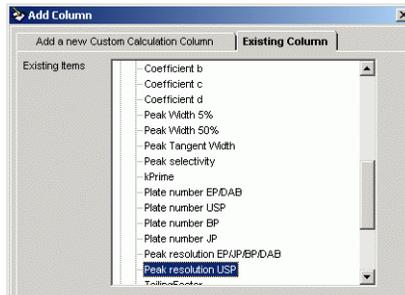
- Wählen Sie den Probenamen mit der Injektionsnummer aus, um das Beispielchromatogramm zu erzeugen.
- Klicken Sie auf die Schaltfläche **Select**.  
Es erscheint das Beispielchromatogramm im Arbeitsbereich.



- Nachdem Sie das Beispielchromatogramm ausgewählt haben, können Sie die zur Originalmethode gehörigen Einstellungen für die Integration und Identifikation sehen.
- Klicken Sie auf **Save**, wenn das Dialogfeld **Save Changes to the Database** (Änderungen in der Datenbank speichern) erscheint.

## Aufgabe 2. Erstellen der benutzerdefinierten Berechnungen für den Systemeignungstest

Schritte	Ausführliche Anleitung
<b>1</b> Fügen Sie in das Arbeitsblatt Zusammenfassung von Mehrfachinjektionen eine Spalte für die Auflösung jeder Substanz hinzu.	<p><b>a</b> Wählen Sie in dem Ordner <b>Data Analysis</b> (Datenanalyse) den Eintrag <b>Custom Calculator</b>.</p> <p><b>b</b> Klicken Sie im Arbeitsbereich „Custom Calculations“ (Benutzerdefinierte Berechnungen) auf die Registerkarte <b>Multi Injection</b>.</p> <p><b>c</b> Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü <b>Add Column</b> (Spalte hinzufügen).</p> <p>Es erscheint das Dialogfeld <b>Add Column</b>.</p> <p><b>d</b> Erweitern Sie auf der Registerkarte <b>Existing Column</b> (Vorhandene Spalte) den Abschnitt <b>Peaks</b> und wählen <b>Peak resolution USP</b> (Peakauflösung nach USP). Klicken Sie auf <b>OK</b>, um das Dialogfeld zu schließen.</p>



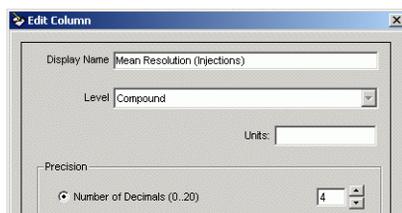
Der Arbeitsbereich enthält nun eine Spalte mit den Peakaufösungen für jede Substanz bei jeder Injektion.

## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

- 2 **Fügen Sie eine Spalte für die neue Berechnung des Mittelwertes der Peakauflösungen von wiederholten Injektionen hinzu.**
  - a Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü **Add Column**.  
Es erscheint das Dialogfeld **Add Column**.
  - b Klicken Sie auf die Registerkarte **Add a New Custom Calculation Column**.
  - c Tragen Sie **Mean Resolution (Injections)** (Mittlere Auflösung der Injektionen) in das Feld **Display Name** ein.
  - d Klicken Sie neben **Level** auf den Abwärtspfeil und wählen **Compound**.
  - e Stellen Sie **Number of Decimals** (Dezimalstellen) auf 4.



Der Arbeitsbereich enthält nun eine Spalte für die neue Variable **Mean Resolution (Injections)**.

- 3 **Tragen Sie die Formel für den Mittelwert der Auflösung bei wiederholten Injektionen für alle Substanzen ein.**
  - a Tragen Sie in jede Zeile der Substanzvariablen in der neuen Spalte die Formeln zur Mittelwertbildung der Auflösungen von wiederholten Injektionen ein.  
**Hinweis:** Benutzen Sie die Syntax: =AVERAGE(D10:D12).

	A	B	C	D	E
1					New
2				Peak resolution USP	Mean Resolution (Injections)
3					
4			Multi-Injection Summary		
5			Multi Injection Variable		
6			Single Injection #1		
7			...		
8			Single Injection #n		
9			dimethylphthalate		2.0029
10			Single Injection #1	0.999	
11			...	1.997	
12			Single Injection #n	3.013	
13			diethylphthalate		5.0166
14			Single Injection #1	4.016	
15				4.023	

## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

4 Fügen Sie im Arbeitsblatt „Group Identifier“ eine neue Gruppenkennung für die Proben der Systemeignungstests hinzu.

- a Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü **Add/Modify Group Identifiers** (Gruppenkennung hinzufügen/ändern). Es erscheint das Dialogfeld **Add/Modify Group Identifiers**.
- b Tragen Sie **SysSuit** in das Feld **New Group Identifier Name** ein und klicken auf **Add**.



- c Klicken Sie auf OK, um das Dialogfeld **Add/Modify Group Identifiers** zu schließen. Der Arbeitsbereich enthält nun eine Reihe neuer Zeilen in jedem Abschnitt für **Group Identifier SysSuit**.

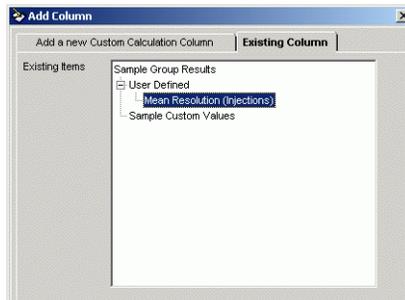
## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

### Schritte

5 Fügen Sie in das Arbeitsblatt „Group Identifier“ eine Spalte für den Mittelwert der Auflösung jeder Substanz hinzu.

### Ausführliche Anleitung

- a Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü **Add Column**.  
Es erscheint das Dialogfeld **Add Column**.
- b Erweitern Sie auf der Registerkarte **Existing Column** den Abschnitt **User Defined** und wählen **Mean Resolution (Injections)**. Klicken Sie auf **OK**, um das Dialogfeld zu schließen.



Der Arbeitsbereich enthält nun eine Spalte mit den gemittelten Peakauflösungen für jede Substanz. Beachten Sie, dass das Arbeitsblatt für jede Substanz Untergruppenkennungen einrichtet. In dieser Übung werden keine Untergruppenkennungen verwendet, daher befinden sich in jedem Falle die einzig interessierenden Nummern unter **Sub group identifier #1**. Um das Arbeitsblatt zu vereinfachen, können Sie die Zeilen ... und **Sub group identifier #2** für jede Substanz ausblenden.

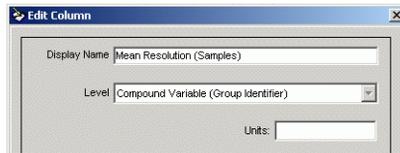
## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**6 Fügen Sie eine Spalte für die neue Berechnung des Mittelwertes der Peakauflösungen von verschiedenen Proben hinzu.**

- a** Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü **Add Column**.  
Es erscheint das Dialogfeld **Add Column**.
- b** Klicken Sie auf die Registerkarte **Add a New Custom Calculation Column**.
- c** Tragen Sie `Mean Resolution (Samples)` in das Feld **Display Name** ein.
- d** Klicken Sie bei **Level** auf den Abwärtspfeil und wählen **Compound Variable (Group Identifier)**.



Der Arbeitsbereich enthält nun eine Spalte für die neue Variable **Mean Resolution (Samples)** (Mittlere Auflösung der Proben).

## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

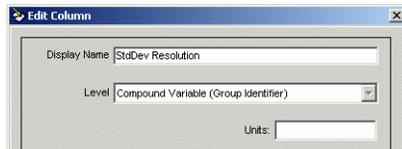
**7 Tragen Sie die Formel für den Mittelwert der Auflösung über die Proben hinweg für jede Substanz ein.**

- Geben Sie in die Zeile **SysSuit** der neuen Spalte für Dimethylphthalat die Formel zur Mittelwertbildung der Auflösung bei den Proben ein.  
**Hinweis:** Benutzen Sie die Syntax: =AVERAGE(F22:F24).
- Erweitern Sie die Auswahl, um die Zeilen „SysSuit“ für jede Substanz in die Spalte **Mean Resolution (Samples)** aufzunehmen.  
**Hinweis:** Halten Sie die linke Maustaste gedrückt, während Sie die Zellen auswählen.
- Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü **Fill Down**.  
Die Formel wird nun in alle verfügbaren Zellen kopiert.

	A	B	C	D	E	F	G
1							New
2						Mean Resolution (Injections)	Mean Resolution (Samples)
3							
4					Group Identifier		
5					- Sample Group Variable		
6					+ SysSuit		
19					- dimethylphthalate		
20					- SysSuit		3.01
21					- Sub group identifier #1		
22					Sample #1	1.0045	
23					..	3.0061	
24					Sample #n	5.0059	
25					+ ...		
29					+ Sub group identifier #n		
33					- diethylphthalate		
34					- SysSuit		21.02
35					- Sub group identifier #1		
36					Sample #1	19.0641	
37						20.9899	

**8 Fügen Sie eine Spalte für die neue Berechnung der Standardabweichung der mittleren Auflösungen hinzu.**

- Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü **Add Column**.  
Es erscheint das Dialogfeld **Add Column**.
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Add a New Custom Calculation Column**.
- Tragen Sie `StdDev Resolution` in das Feld **Display Name** ein.
- Klicken Sie bei **Level** auf den Abwärtspfeil und wählen **Compound Variable (Group Identifier)**.



Der Arbeitsbereich enthält nun eine Spalte für die neue Variable **StdDev Resolution**.

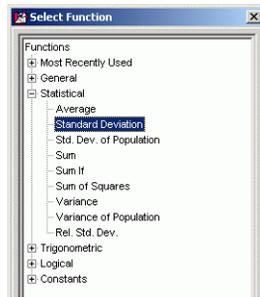
## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**9 Tragen Sie die Formel für die Standardabweichung der mittleren Auflösungen ein.**

- a** Wählen Sie die Zeile **SysSuit** in der neuen Spalte für Dimethylphthalat, führen einen Rechtsklick in dem Arbeitsblatt aus und wählen aus dem Kontextmenü **Select Function** (Funktion wählen).  
Es erscheint das Dialogfeld **Select Function**.
- b** Erweitern Sie den Abschnitt **Statistical** (Statistik) und wählen **Standard Deviation** (Standardabweichung) und klicken dann auf **Select**.



Die Funktion **STDEV** wird in die gewählte Zelle kopiert.

- c** Fügen Sie die Zellverweise für die Berechnung der Standardabweichung hinzu:

Die Syntax lautet =STDEV(F22:F24).

- d** Füllen Sie die Spalte nach unten mit der neuen Berechnung aus.

	A	B	C	D	E	F	G	H
1							New	New
2						Mean Resolution (Injections)	Mean Resolution (Samples)	StdDev Resolution
3	-							
4		Group Identifier						
5	-	Sample Group Variable						
6	+	SysSuit						
19	-	dimethylphthalate						
20	-	SysSuit					3.01	2.00
21	-	Sub group identifier #1						
22		Sample #1				1.0045		
23		"				3.0061		
24		Sample #n				5.0059		
25	+	"						
29	+	Sub group identifier #n						
33	-	diethylphthalate						
34	-	SysSuit					21.02	1.90
35	-	Sub group identifier #1						
36		Sample #1				19.0641		
37		"				20.0000		

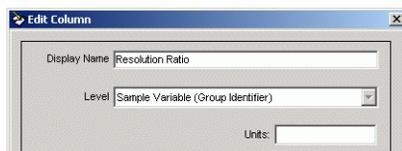
## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**10 Fügen Sie eine Spalte hinzu, um die neue Berechnung für den Systemeignungstest aufzunehmen.**

- Führen Sie im Arbeitsblatt einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü **Add Column**.  
Es erscheint das Dialogfeld **Add Column**.
- Klicken Sie auf die Registerkarte **Add a New Custom Calculation Column**.
- Tragen Sie *Resolution Ratio* (Auflösungsverhältnis) in das Feld **Display Name** ein.
- Klicken Sie bei **Level** auf den Abwärtspfeil und wählen **Sample Variable (Group Identifier)**.



Der Arbeitsbereich enthält nun eine Spalte für die neue Variable **Resolution Ratio**.

**11 Tragen Sie die Formel für das Verhältnis der Auflösungen ein.**

- Tragen Sie in die Zeile **SysSuit** der neuen Spalte für die **Sample Group Variable** die Formel für das Verhältnis der Auflösung des o-Terphenyl- Peaks zu der des Dimethylphthalat- Peaks ein.

**Hinweis:** Benutzen Sie die Syntax: =G62/G20.

I6		=G62/G20						
A	B	C	D	E	F	G	H	I
1					Mean Resolution (Injections)	New Mean Resolution (Samples)	New StdDev Resolution	New Resolution Ratio
2								
3								
4				Group Identifier				
5				Sample Group Variable				
6				+ SysSuit				18.95
19				- dimethylphthalate				
20				- SysSuit		3.01	2.00	
21				- Sub group identifier #1				
22				Sample #1	1.0045			
23				..	3.0061			
24				Sample #n	5.0059			
25				+ ...				
29				+ Sub group identifier #n				
33				- diethylphthalate				
34				- SysSuit		21.02	1.98	
35				- Sub group identifier #1				
36				Sample #1	19.0641			

## Aufgabe 3. Einstellen der Grenzwertbedingungen

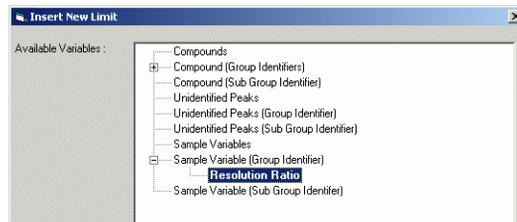
### Schritte

### Ausführliche Anleitung

**1 Fügen Sie im Fenster „Group Identifier Limits“ eine Grenzwertprüfung für den Systemeignungstest hinzu:**

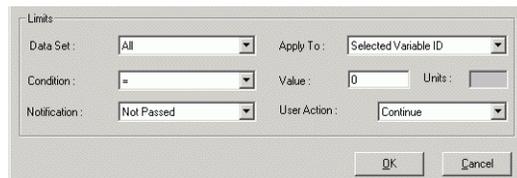
- Wenn das Verhältnis größer als 0,9 ist, ist die Prüfung bestanden und die Analyse wird fortgesetzt.

- a** Wählen Sie in dem Ordner **Data Analysis** den Eintrag **Limits**.
- b** Klicken Sie in dem Fenster „Limits“ (Grenzwerte) auf die Registerkarte **Group Identifier** (Gruppenkennung).
- c** Führen Sie auf die Tabellenüberschrift einen Rechtsklick aus und wählen aus dem Kontextmenü **Insert new limit**.  
Es erscheint das Dialogfeld **Insert new limit**.
- d** Erweitern Sie den Abschnitt **Sample Variable (Group Identifier)** und wählen **Resolution Ratio**.



- e** Stellen Sie in der Gruppe „Limits“ folgende Parameter ein:

- **Data Set: SysSuit**
- **Apply To: Selected Variable ID**
- **Condition: >**
- **Value: 0,9**
- **Notification: Passed**
- **User Action: Continue**



- f** Klicken Sie auf **OK**, um die neue Grenzwertprüfung in die Tabelle aufzunehmen.

## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung

### Schritte

### Ausführliche Anleitung

#### 2 Fügen Sie zwei weitere Grenzwertprüfungen für die Systemeignung ein:

- Wenn das Verhältnis größer als 0,8 (aber kleiner als 0,9) ist, soll eine Warnung ausgegeben werden, aber die Analyse soll fortgesetzt werden.
- Wenn das Verhältnis größer als 0,8 ist, ist die Prüfung nicht bestanden und die Analyse wird abgebrochen.

a Öffnen Sie für jede Grenzwertprüfung das Dialogfeld **Insert new limit** und erweiternden Sie den Abschnitt **Sample Variable (Group Identifier)** und wählen dann **Resolution Ratio**.

b Stellen Sie die Parameter auf:

- **Data Set: SysSuit**
- **Apply To: Selected Variable ID**
- **Condition: >**
- **Value: 0,8**
- **Notification: Warning**
- **User Action: Continue**

und

- **Data Set: SysSuit**
- **Apply To: Selected Variable ID**
- **Condition: <**
- **Value: 0,8**
- **Notification: Not Passed**
- **User Action: Abort**

Limit Options for:							
Single Injection	Multi Injection	Summary Groups	Group Identifier				
Header	Units	Data Set	Apply To	Condition	Value	Notification	User Action
Resolution Ratio			Selected Variable ID	<	0.75	Not Passed	Abort
Resolution Ratio			Selected Variable ID	>	0.8	Warning	Continue
Resolution Ratio			Selected Variable ID	>	0.9	Passed	Continue

## Aufgabe 3. Kennzeichnen der Proben für den Systemeignungstest in der Sequenz

Schritte	Ausführliche Anleitung
1 Erstellen Sie bei Bedarf eine Sequenz für die Methode.	a Siehe „Aufgabe 1. Erstellen einer neuen Sequenz“ auf Seite 34.
2 Tragen Sie die Proben in die Sequenztafel ein.	a Siehe „Aufgabe 2. Eintragen der Angaben zu Probe und Sequenz“ auf Seite 35.
3 Kennzeichnen Sie die Proben für den Systemeignungstest in der Sequenztafel.	<p>a Wählen Sie die Zeile mit den Proben für den Systemeignungstest in der Sequenztafel.</p> <p>b Klicken Sie in der Registerkarte <b>Sample Entry</b> (Probeneintrag) des Arbeitsplatzes auf die Registerkarte <b>Calculations</b> (Berechnungen).</p> <p>c Klicken Sie auf den Abwärtspfeil neben <b>Group Identifier</b> (Gruppenkennungen) und wählen <b>SysSuit</b> aus der Liste.</p>

Der Name der Gruppenkennung wird zur Spalte **Group Identifier** der Sequenztafel hinzugefügt. Proben mit diesem Namen werden im Arbeitsblatt für benutzerdefinierte Berechnungen und bei den Grenzwertprüfungen verwendet

## Fortgeschrittene Übung 8: Einrichtung von Gruppenkennungen zur Berechnung der Systemeignung



[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

## In diesem Buch

Übungen für Anwender befindet sich eine Sammlung grundlegender und fortgeschrittener Übungen für einen schnellen Einstieg in die Anwendung für die pharmazeutische QA/QC.

Die Übungen sind in zwei Gruppen eingeteilt:

Die **Übungen zu Routineproben** helfen dem Techniker im Labor bei der Analyse der Routineproben.

Die Übungen zum Erstellen von Methoden helfen dem Chemiker bei der Erstellung von Methoden für Ihr Labor.

© Agilent Technologies Deutschland GmbH 2003

Printed in Deutschland  
12/2003



G4000-92012



**Agilent Technologies**