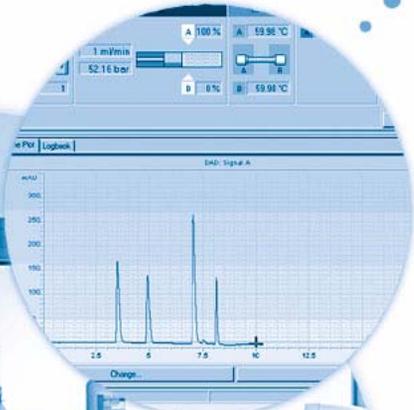
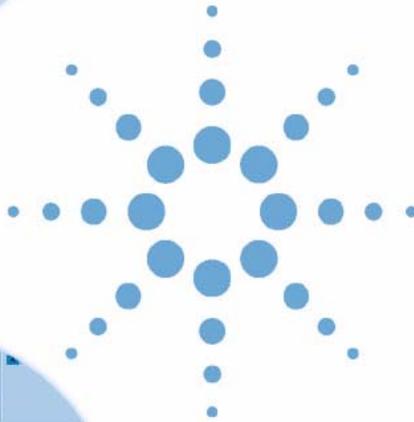




Agilent Système de données en réseau pour AQ/CQ pharmaceutique Cerity



Guide des concepts Les idées directrices



Agilent Technologies

Avertissements

© Agilent Technologies, Inc. 2003

Conformément aux lois nationales et internationales relatives à la propriété intellectuelle, toute reproduction totale ou partielle de ce manuel sous quelque forme que ce soit, par quelque moyen que ce soit, voie électronique ou traduction, est interdite sans le consentement écrit préalable de la société Agilent Technologies, Inc.

Référence du manuel

G4000-93024

Edition

12/2003

Imprimé en Allemagne

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

Microsoft[®] est une marque déposée de Microsoft Corporation aux Etats-Unis.

Révision du logiciel

Ce guide correspond à la révision A.02.xx du logiciel Agilent Système de données en réseau pour AQ/CQ pharmaceutique Cerity, où xx désigne les révisions mineures du logiciel supérieures ou égales à 02 n'ayant pas d'influence sur l'exactitude technique de ce guide.

Garantie

Les informations contenues dans ce document sont fournies "en l'état" et pourront faire l'objet de modifications sans préavis dans les éditions ultérieures. Dans les limites de la législation en vigueur, Agilent exclut en outre toute garantie, expresse ou implicite, quant à ce manuel et aux informations contenues dans ce dernier, notamment, mais sans s'y restreindre, toute garantie marchande et aptitude à un but particulier. En aucun cas, Agilent ne peut être tenu responsable des éventuelles erreurs contenues dans ce document, ni des dommages directs ou indirects pouvant découler des informations contenues dans ce document, de la fourniture, de l'usage ou de la qualité de ce document. Si Agilent et l'utilisateur ont souscrit un contrat écrit distinct dont les conditions de garantie relatives au produit couvert par ce document entrent en conflit avec les présentes conditions, les conditions de garantie du contrat distinct se substituent aux conditions stipulées dans le présent document.

Licences technologiques

Le matériel et le logiciel décrits dans ce document sont protégés par un accord de licence et leur utilisation ou reproduction sont soumises aux termes et conditions de ladite licence

Limitation des droits

L'utilisation du logiciel dans le cadre d'un contrat principal ou de sous-traitance avec le Gouvernement américain est soumise à la réglementation fédérale des Etats-Unis régissant les logiciels informatiques commerciaux (DFAR 252.227-7014, juin 1995) ou les produits commerciaux (FAR 2.101(a)) ou les logiciels informatiques sous licences (FAR 52.227-19, juin 1987) ou toute

réglementation ou clause de contrat équivalente. L'utilisation, la duplication ou la publication de ce logiciel est soumise aux termes de la licence commerciale standard délivrée par Agilent Technologies. Conformément à la directive FAR 52.227-19(c)(1-2) (juin 1987), les droits d'utilisation accordés aux départements et agences rattachés au Gouvernement américain sont limités aux termes de la présente limitation des droits. Les droits d'utilisation accordés au Gouvernement américain dans le cadre des données techniques sont limités conformément aux directives FAR 52.227-14 (juin 1987) ou DFAR 252.227-7015 (b)(2) (novembre 1995).

Mentions de sécurité

ATTENTION

Une mention **ATTENTION** signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, le produit risque d'être endommagé ou les données d'être perdues. En présence d'une mention **ATTENTION**, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

AVERTISSEMENT

Une mention **AVERTISSEMENT** signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, les personnes risquent de s'exposer à des lésions graves. En présence d'une mention **AVERTISSEMENT**, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

Dans ce guide...

Le guide Concepts contient des descriptions des concepts du système de données en réseau NDS (Networked Data System) Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique, de façon à vous permettre de mieux comprendre les différents composants NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity ainsi que leur fonctionnement.

Ce guide contient des informations sur les principes d'architecture, le comportement du système, les flux de commandes et d'informations dans le système Système de données en réseau Cerity (NDS). Il s'intéresse tout particulièrement à la sécurité et à l'intégrité des données selon les recommandations du document 21 CFR Part 11 de la FDA (enregistrements et signatures électroniques) ainsi que des règles de prédicats de bonnes pratiques de laboratoire ou de manipulation GMP, cGMP, GLP, etc.

Vous pouvez aussi utiliser les ressources suivantes pour plus de détails.

- Pour les détails des calculs utilisés dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity :
le Guide de référence
- Pour des tâches adaptées au contexte (« Comment faire ») :
le système d'aide
- Pour des détails sur l'installation du système et la préparation du site :
le Guide Installation
- Pour des détails sur les principes et tâches d'administration système :
le système d'aide en ligne Administration du système.

Merci d'avoir choisi Agilent Technologies.

1 Architecture du système Cerity

Ce chapitre contient une explication des composants du système NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity ainsi que de leurs interactions.

2 Sécurité du système et intégrité des données

Ce chapitre décrit la sécurité intégrée et les outils d'intégrité, il explique comment le système NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity est conforme au document 21 CFR part 11 de la FDA.

3 Concepts de base de Cerity AQ/CQ pharmaceutique

Ce chapitre explique l'interface utilisateur graphique de NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity, il décrit les quatre vues que vous utiliserez dans votre travail avec Cerity.

4 Acquisition des données

Ce chapitre contient une introduction aux procédés d'acquisition de données dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity.

5 Commande des instruments Cerity

Les différents aspects de la commande d'instrument dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity sont décrits dans ce chapitre.

6 Travail sur les méthodes Cerity

La méthode est un élément essentiel de l'application NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity, ce chapitre explique ces notions plus en détail.

7 Notion de traitement de données

Les concepts des procédures de traitement de données, de l'intégration à la mise en forme des rapports, sont expliqués dans le chapitre 7.

8 Rapports

Le chapitre 8 donne une description de l'éditeur de modèle de rapport, base de la production des rapports Cerity.

9 Administration et maintenance

Ce chapitre explique entre autres, l'utilitaire d'administration et de maintenance de Cerity.

10 Terminologie

Le chapitre 10 explique les termes utilisés dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity.

Sommaire

1	Architecture du système Cerity	13
	Introduction	14
	Quel système utilisez-vous ?	14
	Système professionnel (Agilent G4000AA)	14
	Système Client/Serveur (Agilent G4001AA)	15
	Architecture client/serveur	16
	Serveur de terminaux	21
2	Sécurité du système et intégrité des données	23
	Sécurité	24
	Accès autorisé	24
	Contrôles d'autorisation	29
	Intégrité	31
	Fiabilité et traçabilité des enregistrements	31
	Gestion de données et intégrité référentielle	32
	Protection d'enregistrements	37
	Verrouillage des résultats	42
	Conformité — QI/QO	43
	Qualification d'installation (QI)	43
	Qualification Opérationnelle/Vérification des Performances (QO/VP)	44
	Qualifications opérationnelles	45
	Résistance aux pannes	47
	Mise en tampon d'acquisition	47
	Grappe	47

Traçabilité	50
Audit	51
Contrôle de révision	56
Signatures électroniques	58
Rapports de méta-données et révisions de ces méta-données	60
Outil de consultation d'historique	62
Comment Cerity NDS répond aux exigences du document CFR 21 Part 11	63
3 Concepts de base de Cerity AQ/CQ pharmaceutique	67
L'espace de travail Cerity	68
L'arbre de sélection	69
Assistance en ligne	71
Les quatre vues	74
Vue Sample (Echantillon)	75
Vue Method (Méthode)	76
Vue Instrument	78
Vue Result (Résultats)	79
Rapports	81
Recherches dans la base de données	83
Traitement de données	85
Stockage des données	85
Enregistrement dans la base de données	85
Journaux d'audit	87
Exportation des résultats	89
4 Acquisition des données	91
Entrée des échantillons et des séquences	92
Entrée d'un échantillon individuel	92
Saisie des séquences	94
Préparation de l'analyse	96

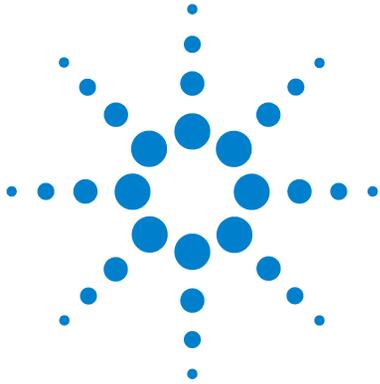
Programmation des analyses et du suivi	98
Programmation d'échantillons ou de séquences	98
Suivi de la progression d'un échantillon ou d'une séquence	99
Acquisition de spectres	100
Paramètres d'acquisition de spectres	100
5 Commande des instruments Cerity	103
Commande d'instruments reconnus automatiquement	104
Commande d'instruments d'autres fournisseurs	105
Maintenance préventive ou EMF (Early Maintenance Feedback)	106
6 Travail sur les méthodes Cerity	107
Méthodes Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique	108
Méthode maîtresse	108
Méthode d'instrument	109
Méthode d'échantillons individuels ou de séquences	110
Méthodes associées aux entrées et aux résultats	110
Entrées et modifications d'une méthode	111
Versions de méthode	111
Sections de méthodes Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique	112
Étalonnage	119
Choix possibles pour l'étalonnage dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity	119
Étalonnage à mise à jour simple	121
Encadrement	122
Encadrement global	123
Procédures d'étalonnage	124

Présentation de revue de données	125
Types de présentation	125
Choix sur l'affichage	125
Choix des résultats pour la table de résultats	126
Prévisualisation des choix	126
Adéquation du système	127
Types de rapport	128
7 Notion de traitement de données	131
Intégration	132
Généralités	132
Principe de fonctionnement	133
Reconnaissance du pic	137
Attribution de la ligne de base	147
Codes de séparation des pics	160
Evénements d'intégration	165
Auto-intégration	169
Intégration manuelle	171
Identification des pics	173
Vue d'ensemble	173
Principes d'identification des pics	175
Règles d'identification de pics	177
Techniques d'identification de pics	178
Identification des pics à l'aide des temps de rétention absolus	179
Identification des pics à l'aide des temps de rétention corrigés	181
Identification des pics à l'aide des temps de rétention relatifs	183
Identification de pics dans les analyses multi-acquisition	184
Résolution des conflits d'identification	185
Corrélation de signal : Attribution de pics non identifiés dans les analyses multi-acquisition	185
Groupement de pics	186
Confirmation UV de composé	186

Pureté UV	188
Plage de longueurs d'onde	188
Spectres de pic	188
Correction de bruit de fond	189
Calculs	189
Niveaux	189
Gestion des spectres	191
Plage de longueurs d'onde	191
Spectres de pic	191
Correction de bruit de fond	192
Etalonnage	193
Vue d'ensemble	193
Principes d'étalonnage	194
Etalonnage initial	196
Réétalonnage	202
Mise à jour de temps de rétention	205
Mise à jour des points d'étalonnage	206
Quantification	209
Vue d'ensemble	209
Principes de quantification	210
Calculs personnalisés	213
Elaboration des calculs personnalisés	214
Configuration de la feuille de calcul	216
Exemples de calculs personnalisés	224
Relations entre feuilles de calcul	225
Approbation/Rejet des résultats	228
Niveaux d'acceptation des échantillons	229
Droits de consultation des utilisateurs	229
Modes de consultation	230

Retraitement des méthodes étalonnées	231
Options de retraitement disponibles	231
Sélection des options de retraitement	232
Réintégration	237
Versions de résultats et de table d'étalonnage	238
Versions des résultats	238
Modification de révision dans le contexte de résultat	239
Versions d'une table d'étalonnage	240
8 Rapports	243
Editeur de modèles de rapport	244
Modèles de rapport	245
Création et enregistrement des modèles de rapport	251
Dictionnaire de données	251
Présentation de modèle	254
Style de modèle	255
Mises en forme de données	256
Enregistrement des modèles de rapports	257
Génération d'un rapport	259
Ordre d'enregistrement du rapport	259
Modèles de rapport par défaut	261
Modèles de rapport individuels	262
Modèles de rapport composites	278
Fonctions de création de rapport	280
Courbe d'étalonnage	280
Points de consigne et résultats de méthode spectrale	280
Inclusion dans les rapports des résultats spectraux	280
Création de rapport de résultats de calculs personnalisés	282
Rapports conditionnels	283

9	Administration et maintenance	285
	Configuration post-installation	286
	Application d'administration Cerity NDS	287
	Connexion à une base de données	288
	Licences Cerity NDS	289
	Licences de spectres UV	290
	Gestion des utilisateurs	291
	Gestion des instruments	292
	Administration et maintenance du système Cerity NDS	293
	Sécurité et audits	294
	Maintenance de la base de données	300
10	Terminologie	305
	Intégration	306
	Gestion des spectres	308
	Identification	309
	Etalonnage	311
	Quantification	314



1 Architecture du système Cerity

Système professionnel (Agilent G4000AA) 14

Système Client/Serveur (Agilent G4001AA) 15

Architecture client/serveur 16

Serveur de terminaux 21

Ce chapitre contient une explication des composants du système NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity ainsi que de leurs interactions.



Introduction

Le système de données en réseau (NDS) Cerity gère toutes les tâches associées à l'acquisition, au traitement et à l'enregistrement des données analytiques. Le système de gestion de base de données Cerity enregistre toutes les données brutes, méta-données et données de résultats pour garantir la sécurité et l'intégrité des données comme la fiabilité du système.

Quel système utilisez-vous ?

Votre système Cerity NDS est soit

- un système professionnel avec un poste de travail unique (voir [Figure 1](#)), soit
- un système client-serveur (voir [Figure 2](#) page 16).

Système professionnel (Agilent G4000AA)

Le système Cerity NDS Professionnel s'utilise sur un poste de travail Windows.

Le système est livré avec cinq licences utilisateur nominales pour Oracle, un seul utilisateur à la fois peut utiliser le système Cerity NDS.

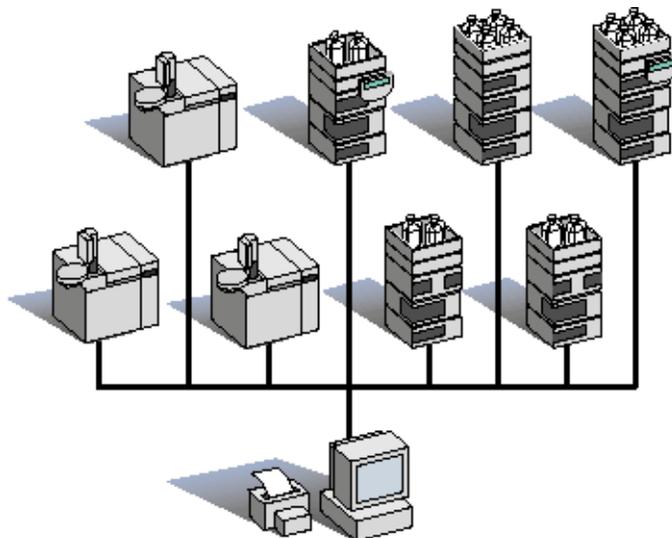


Figure 1 Système Cerity NDS professionnel

Système Client/Serveur (Agilent G4001AA)

Les composants de votre système Client/Serveur Cerity NDS sont installés et s'utilisent sur des postes de travail Microsoft Windows® dédiés. La grappe inclut tous les appareils réseau configurés pour le système client/serveur Cerity NDS, par exemple instruments, imprimantes et clients.

Vous pouvez configurer autant d'utilisateurs sous licence que nécessaire sur une grappe Cerity NDS. Les utilisateurs Cerity NDS et la commande d'instrument font l'objet de licences séparées. Une licence Oracle est nécessaire pour chaque utilisateur nommé du système. Cinq licences Oracle d'utilisateur nommé spécifiques de l'application sont incluses avec le système client/serveur.

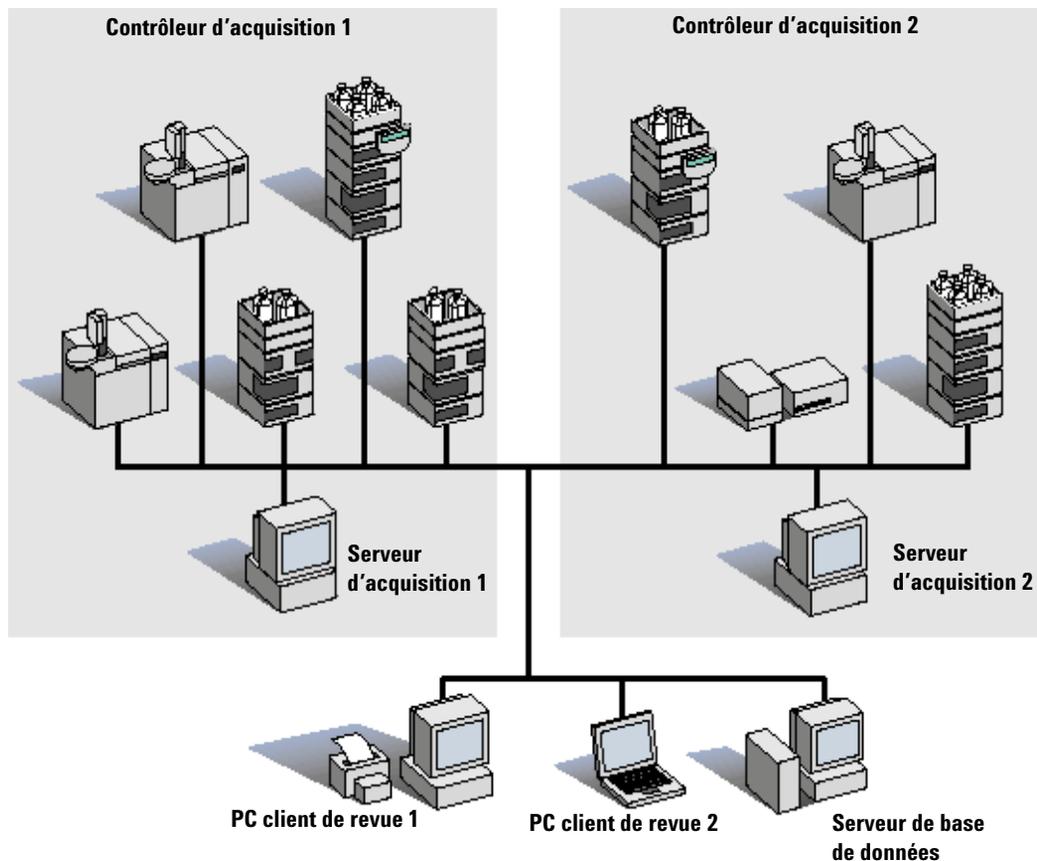


Figure 2 Système Client/Serveur Cerity NDS

Architecture client/serveur

Le système client/serveur Cerity NDS est un système à plusieurs niveaux comprenant :

- Un serveur de base de données central basé sur Oracle 9i pour stockage permanent des données, gestion centralisée et création de rapports
- Plusieurs contrôleurs d'acquisition utilisés comme serveurs de calcul et assurant la commande d'instrument

- Les clients intelligents Cerity permettant l'utilisation du système pour la saisie et la revue de données par plusieurs utilisateurs

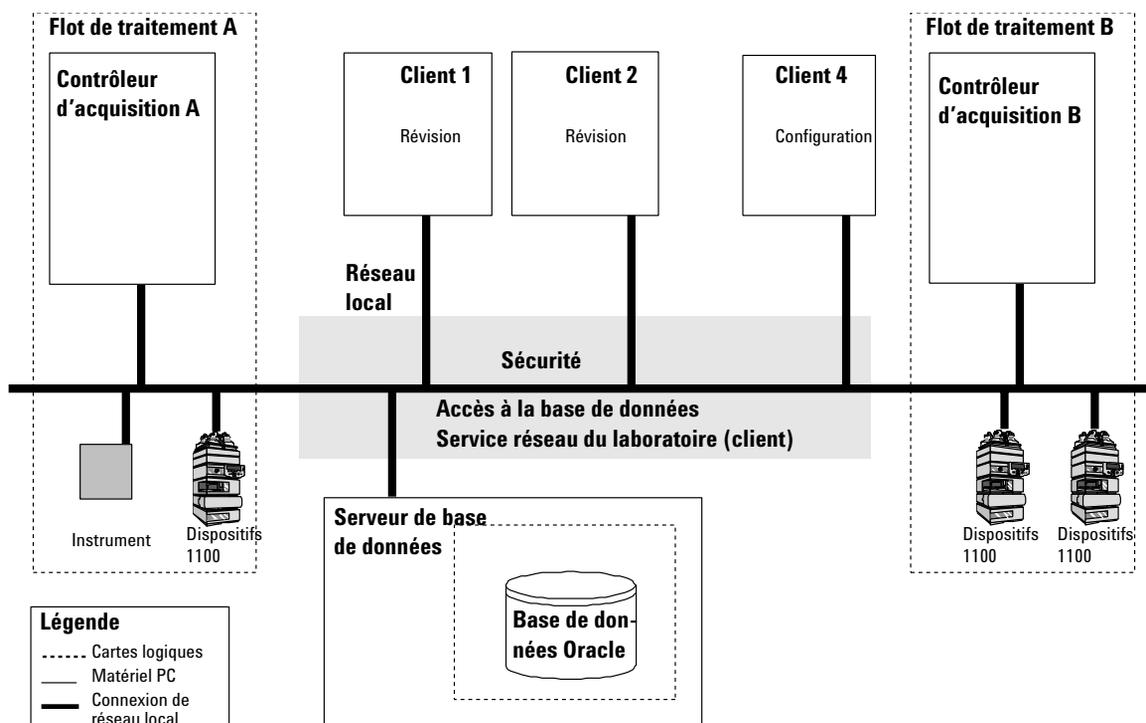


Figure 3 Vue générale de l'architecture d'un système client/serveur Cerity NDS

Le système Cerity NDS utilise des services dédiés qui communiquent selon le modèle d'objet composant distribué DCOM (distributed component object model) pour contrôler et sécuriser les flux d'informations entre les composants du système (voir [Figure 3](#)). Un utilisateur autorisé peut réviser ou configurer les données que le système enregistre sur le serveur central de base de données à partir de n'importe quel ordinateur client Cerity NDS. Des contrôleurs d'acquisition dédiés gèrent la commande d'instrument et l'acquisition de données des instruments reliés à Cerity NDS.

Serveur de bases de données

Le système client/serveur Cerity NDS contient un seul serveur de bases de données. Le serveur de bases de données Cerity assure la sécurité du système, surveille l'utilisation des licences de logiciels et contrôle les services réseau Cerity pour le laboratoire. Le serveur de base de données Cerity enregistre les données dans une base de données relationnelle Oracle.

Le serveur de bases de données assure la sécurité de la génération de rapports, de l'utilisation des licences et des services réseau du laboratoire. Le système de gestion de bases de données Cerity enregistre toutes les données faisant appel à la base de données relationnelle Oracle.

Contrôleur d'acquisition

Un ou plusieurs ordinateurs peuvent aussi être configurés comme contrôleurs d'acquisition. Le contrôleur d'acquisition exécute les procédures nécessaires pour le contrôle, l'acquisition et le traitement des données d'échantillons provenant des instruments reliés aux pilotes de périphériques Cerity. Voir par exemple la [Figure 4](#). Le moteur d'automatisation contrôle les ressources disponibles pour accomplir les différents travaux. Ces ressources peuvent être des instruments ou des emplacements de stockage de données.

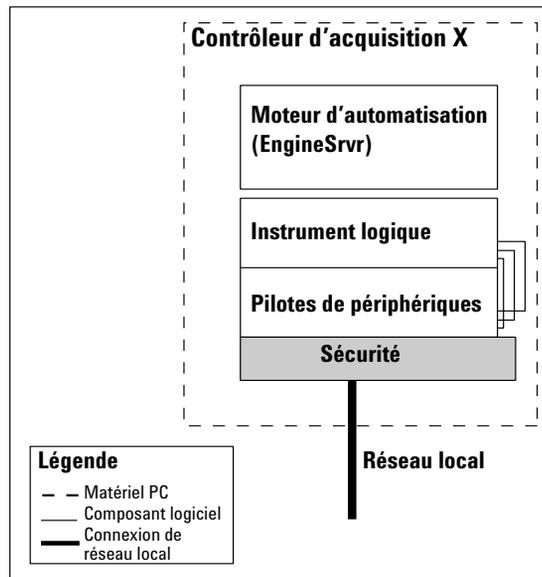


Figure 4 Contrôleur d'acquisition

Les contrôleurs d'acquisition peuvent aussi assurer le partage de charge des tâches de retraitement de données. Un contrôleur d'acquisition sans instrument connecté sert de serveur de retraitement dans le système.

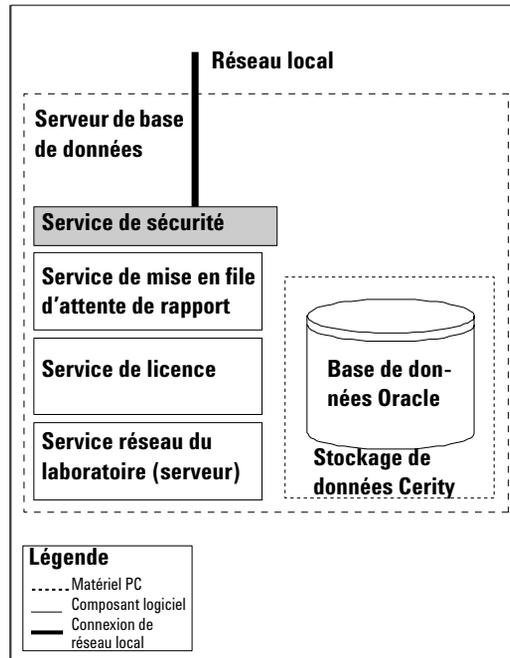


Figure 5 Sécurité du serveur de bases de données

Client de revue

Les ordinateurs client Cerity sont utilisables pour des tâches système courantes telles que la configuration de méthodes d'analyse, l'accomplissement d'analyses, la révision de résultats et l'administration de la sécurité du système par des rôles d'utilisateur et des procédures de signatures électroniques. La [Figure 3](#) page 17 présente le Client 4 utilisant l'application **Administration du logiciel Cerity** basée sur la console Microsoft MMC (Microsoft Management Console). Un administrateur Cerity autorisé utilise le client X pour configurer les rôles d'utilisateur ainsi que les droits de ces rôles pour les utilisateurs du laboratoire. Les utilisateurs autorisés peuvent se connecter au système depuis un ordinateur client Cerity (par exemple « client n »). Quand les utilisateurs sont connectés au système, ils peuvent effectuer les tâches qui leur ont été attribuées conformément à leur rôle, par exemple définition de séquence, révision de résultats ou approbation de données.

Serveur de terminaux

Configuration de serveur de terminaux

Dans la configuration de serveur de terminaux, le logiciel client de revue Cerity se trouve sur un serveur central plutôt que sur chaque client, les clients accèdent au logiciel en fonction de leur besoin. Ceci réduit le matériel nécessaire (mémoire, espace disque) sur les terminaux clients.

Chaque client se voit attribuer une partie des ressources du serveur (voir [Figure 6](#)). Le nombre de clients n'est donc limité que par les ressources disponibles sur le serveur.

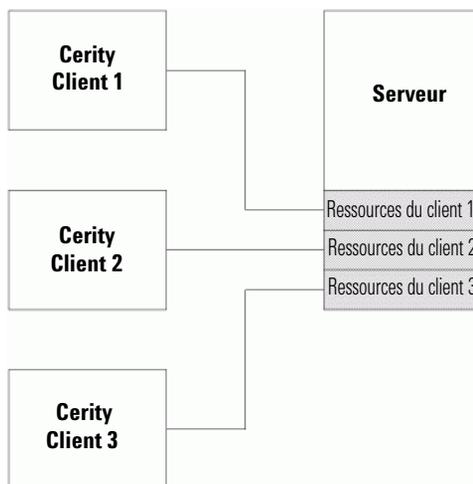
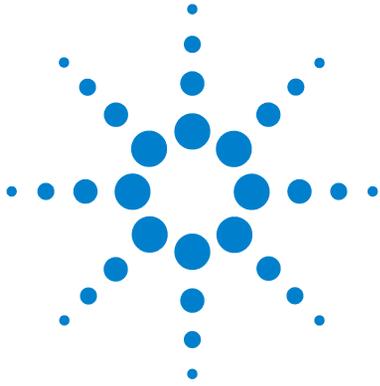


Figure 6 Configuration de serveur de terminaux

1 Architecture du système Cerity

Introduction



2 Sécurité du système et intégrité des données

Sécurité 24

Contrôles d'autorisation 29

Conformité — QI/QO 43

Résistance aux pannes 47

Traçabilité 50

Comment Cerity NDS répond aux exigences du document
CFR 21 Part 11 63

Ce chapitre décrit la sécurité intégrée et les outils d'intégrité, il explique comment le système NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity est conforme au document 21 CFR part 11 de la FDA.



Sécurité

Le Système de données en réseau Cerity (NDS) fournit les procédures et commandes nécessaires pour assurer la sécurité du système, l'intégrité des données et la traçabilité des enregistrements électroniques. La conception de Cerity NDS aide les laboratoires AQ/CQ pharmaceutiques à se conformer aux exigences réglementaires de précision et de fiabilité des enregistrements dans un système fermé.

Chaque fois qu'un utilisateur se connecte à Cerity NDS et démarre une application Cerity, Cerity NDS assure à la fois l'identification et l'accès sécurisé du client aux données enregistrées.

Accès autorisé

Les documents FDA 21 CFR part 11.10d et part 11.300 imposent aux laboratoires la restriction des accès aux systèmes fermés à des individus autorisés. Le système Cerity NDS réutilise le mécanisme d'identification du système d'exploitation Windows de façon que l'identité de tout utilisateur autorisé à accéder à Cerity NDS soit connue du système d'exploitation. L'administrateur préposé au système d'exploitation crée un compte pour chaque utilisateur du système. L'administrateur Cerity utilise le panneau de configuration de gestion des utilisateurs dans l'application d'administration du logiciel Cerity pour configurer l'accès de chaque utilisateur au système Cerity NDS. Si un utilisateur tente de se connecter à Cerity sans compte d'utilisateur, il ne peut pas accéder au système. Voir [Figure 8](#) page 29.

Accès à l'administration du logiciel Cerity.

L'administrateur Cerity doit d'abord ouvrir une session sur le système d'exploitation Windows avec des droits et autorisations d'administrateur. L'installation de Cerity configure le compte d'utilisateur Windows de l'administrateur Cerity ainsi que son propre compte pour lui donner un accès complet à tous les composants de Cerity NDS.

L'administrateur Cerity peut accéder à tous les composants de l'administration du logiciel Cerity pour la configuration de l'accès limité de chaque utilisateur au système. L'administrateur système Windows local a déjà attribué un compte d'utilisateur Windows à chaque utilisateur Cerity avant qu'il démarre l'application. Seul l'administrateur Cerity a un accès complet aux composants de l'administration du logiciel Cerity avant la configuration des droits d'accès et autorisations pour tous les utilisateurs Cerity par l'administrateur Cerity sur Cerity NDS.

Accès à Cerity AQ/CQ pharmaceutique

Chaque fois qu'un utilisateur se connecte à Cerity, Cerity NDS offre l'accès aux sources de données disponibles. C'est une session, ouverte au moment où l'utilisateur se connecte à Cerity pour le démarrer, qui établit le contexte de sécurité de l'utilisateur. La session est un moyen de connexion à une des sources de données. Un utilisateur ne peut se connecter qu'à une source de données par session. L'utilisateur doit se connecter à une base de données avant de pouvoir démarrer Cerity. La connexion à une base de données impose une identification par nom d'ouverture de session comme mécanisme de validation. Il peut exister plusieurs bases de données sur un réseau local ou LAN. Chaque système Cerity NDS contient un serveur de base de données et chaque session est caractérisée par la base de données associée.

2 Sécurité du système et intégrité des données

Sécurité

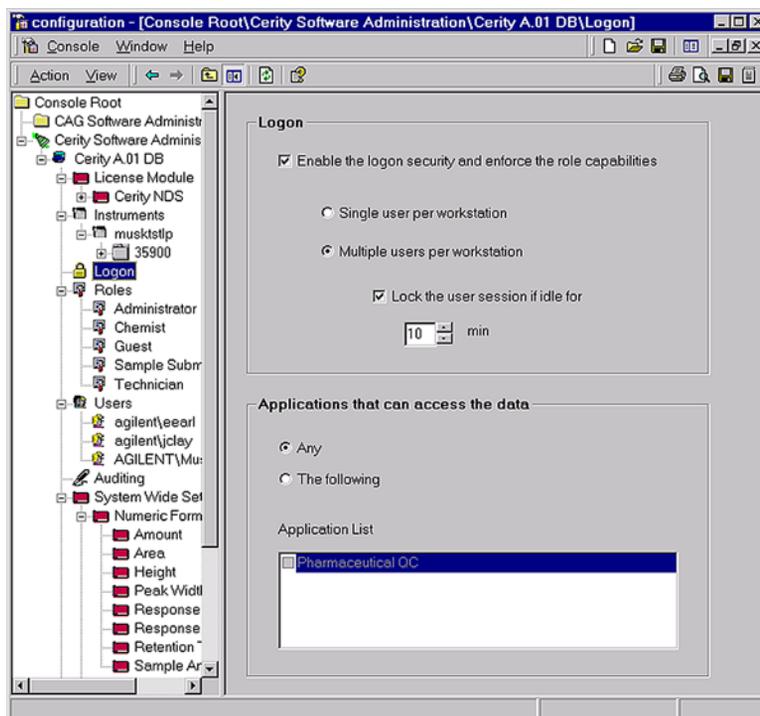


Figure 7 Ouverture de session

Le système Cerity NDS fonctionne comme système en réseau indépendant du système d'exploitation et gère le contrôle d'accès après l'ouverture de session initiale de l'utilisateur sur le système d'exploitation. Si un autre utilisateur doit accéder au système Cerity NDS, celui-ci doit ouvrir une autre session pour accéder au système Cerity et se connecter à la base de données.

Utilisateurs multiples Plusieurs utilisateurs d'un même laboratoire peuvent avoir à partager les matériels et applications. Le document 21 CFR part 11.10g de la FDA impose des mesures permettant d'assurer que seuls les individus autorisés utilisent le système de façon que pour chaque transaction, les services de sécurité puissent déterminer si l'utilisateur connecté a l'autorisation d'utiliser le système. Quand plusieurs utilisateurs peuvent accéder à Cerity, la solution Cerity permet d'utiliser un même nom de connexion pour le système d'exploitation Windows et la session Cerity.

Pour éviter le changement de session de l'utilisateur sur le système d'exploitation à l'arrêt de la session Cerity en cours, Cerity NDS autorise la configuration de stratégies d'ouverture de session d'utilisateurs supplémentaires en tant que **Multiple users per workstation (Utilisateurs multiples par poste de travail)**. Ce paramètre permet à plusieurs utilisateurs de se connecter à l'application Cerity NDS, avec leurs pièces justificatives spécifiques d'ouverture de session. Cette configuration est couramment utilisée quand plusieurs équipes travaillent dans un même environnement. Cerity NDS impose à l'utilisateur la saisie des pièces justificatives d'ouverture de session (c'est-à-dire nom d'utilisateur Windows et mot de passe) pour se connecter à l'application et à une base de données. Les droits d'accès de l'utilisateur en cours dans le cadre de Cerity NDS sont alors pris en compte pour la traçabilité et la responsabilité. Si un autre utilisateur tente d'utiliser Cerity sur le même ordinateur, celui-ci doit ouvrir une nouvelle session Cerity et entrer son nom d'identification et mot de passe d'ouverture de session.

Le document 21 CFR part 11.200 de la FDA impose des contrôles stricts pour éviter l'usurpation d'identité. Pour protéger la session contre l'utilisation de Cerity par un utilisateur usurpant l'identité d'un autre propriétaire de la session, l'utilisateur peut verrouiller la session Cerity. Le déverrouillage de la session verrouillée impose la saisie du nom d'identification et mot de passe de l'utilisateur. Cerity NDS assure une sécurité supplémentaire pour les utilisateurs multiples de poste de travail grâce à un verrouillage automatique de la session de l'utilisateur si celle-ci est inactive pendant un temps défini. La mise en œuvre de ces mesures de sécurité par Cerity évite les risques et protège le laboratoire contre l'usurpation d'identité et l'altération accidentelle ou même intentionnelle d'enregistrements de données.

Accès aux rapports Cerity

Tout utilisateur peut accéder au programme **Cerity Report Viewer (Programme de consultation des rapports Cerity)** pour consulter un rapport. Seuls les utilisateurs disposant des droits de tâche de modification de modèles de rapport peuvent accéder au programme **Cerity Report Template Editor (éditeur de modèle de rapport Cerity)**. Le programme **Cerity Report Template Editor (éditeur de modèle de rapport Cerity)** permet à l'utilisateur de modifier les modèles de rapport par défaut fournis sous forme de documents HTML et enregistrés sur le système de fichiers Cerity.

Les utilisateurs qui ont besoin des droits de modification et d'enregistrement des modèles de rapport doivent aussi disposer d'autorisations d'écriture sur le point de partage **CerityReports** et les répertoires suivants :

<CerityReports>\pharmaqc\pharmaqc.dd

<CerityReports>\pharmaqc\templates\ et ses sous-répertoires

Les utilisateurs disposant d'un accès en écriture sur le point de partage **CerityReports** sont limités à l'administrateur Cerity et aux utilisateurs auxquels cet administrateur Cerity donne des droits d'accès spécifiques sur des fichiers et répertoires.

Contrôles d'autorisation

Le document 21 CFR part 11.10d de la FDA impose la limitation de l'accès par l'administrateur du système aux utilisateurs autorisés. Cerity NDS limite l'accès au système par un dispositif de contrôles d'autorisation. Chaque utilisateur autorisé à utiliser le système est associé à un **Current Role (Rôle en cours)** définissant les droits d'accomplir un ensemble de tâches correspondant à ce rôle.

Rôles et droits d'utilisateur

L'administrateur Cerity doit attribuer un **Current Role (Rôle en cours)** à chaque utilisateur du système Cerity NDS. Le **Current Role (Rôle en cours)** donne l'autorisation ou les droits d'accomplir un ensemble de tâches définies par l'administrateur Cerity.

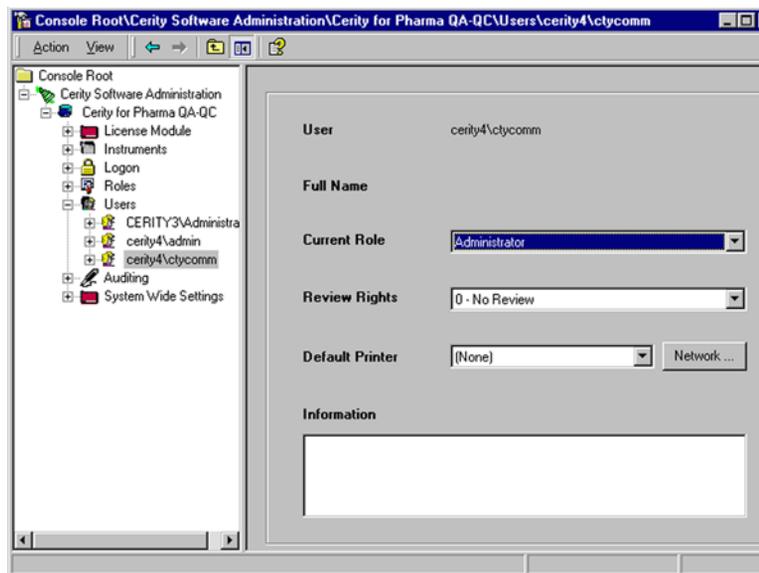


Figure 8 Configuration utilisateur

La configuration des rôles doit correspondre aux procédures d'exploitation standard ou SOP (Standard Operating Procedures) du laboratoire. Les rôles définissent un cadre permettant aux applications Cerity de mettre en place des interfaces et fonctionnalités configurables. Le système Cerity définit une opération ou tâche telle que « modification de méthode » que l'administrateur Cerity peut associer à un rôle pour lui attribuer des droits sur cette tâche. Quand un utilisateur ouvre une application Cerity, l'ensemble de tâches associées au rôle en cours détermine l'accès de l'utilisateur, la fonctionnalité et l'apparence de l'application Cerity. Les jeux de tâches de rôle sont des *options* permettant de personnaliser le comportement de l'application Cerity pour chaque utilisateur.

Droits des utilisateurs

Cerity NDS comporte un ensemble de tâches prédéfinies pour chaque rôle. Ces tâches correspondent à différentes options et choix de l'interface utilisateur, correspondant à un nom de tâche. Lors de la modification des rôles, une liste des tâches disponibles est proposée à l'administrateur système Cerity pour attribution ou suppression des droits correspondant à chaque rôle. Quand un utilisateur se voit attribuer un rôle et un ensemble de tâches par l'administrateur Cerity, les interfaces accessibles à cet utilisateur sont modifiées. Si par exemple un utilisateur n'a pas le droit d'effectuer une opération, l'option ou choix correspondant dans l'interface utilisateur apparaît grisé. La modification des ensembles de tâches est sécurisée et accessible seulement à l'administrateur Cerity.

REMARQUE

Par défaut, le rôle **Guest (Invité)** n'a aucun droit d'utilisateur, et ouvre donc une application vide à la connexion. La configuration du rôle **Guest** est de la responsabilité de l'administrateur système.

Intégrité

Fiabilité et traçabilité des enregistrements

La validation et la qualification du système deviennent essentielles quand un auditeur peut demander la régénération des données pour confirmer leur authenticité. Le document 21 CFR part 11.10a de la FDA impose une validation des systèmes permettant de garantir l'exactitude, la fiabilité, la constance des performances attendues comme la capacité à détecter les enregistrements non valides ou altérés. Cerity NDS fournit ces moyens de reconstruction de l'analyse à l'aide de la méthode et de l'équipement exactement identiques, même si une analyse spécifique n'est plus assurée dans le laboratoire. Cerity NDS assure l'intégrité des données :

- les méthodes utilisées ne sont pas modifiées, ni intentionnellement ni par accident,
- les données brutes sont enregistrées en sécurité, avec les résultats et méta-données associées,
- les résultats ne sont pas modifiés, ni intentionnellement ni par accident,

L'assistance Agilent Technologies propose la qualification à l'installation (QI) et la qualification opérationnelle/validation de performances (QO/VP) du matériel et du logiciel pour vérifier la protection et la validité des activités et informations retrouvées dans les analyses.

Qualification d'installation et qualification opérationnelle

Les contrôles de conformité réglementaire des systèmes fermés recherchent les preuves de test en usine des matériels individuels ainsi que les documents de validation logicielle présentant les plans de test, résultats des tests et le code source.

Agilent Technologies fournit une **Declaration of System Validation (Déclaration de validation du système)** avec tous ses produits. Le document **Declaration of System Validation** affirme que le produit a été développé, testé et validé avec succès conformément au manuel Software Life Cycles et Quality Manuals des divisions de Agilent Technologies. L'exploitation de Agilent Technologies est certifiée par les normes internationales telles que ISO 9001, cette certification est maintenue depuis de nombreuses années.

Gestion de données et intégrité référentielle

Le composant de gestion de données de Cerity NDS utilise un modèle objet associé à une méthode de recherche et d'enregistrement des données brutes. Le modèle d'information est un modèle de données commun ou de données partagées par toutes les applications Cerity. Le modèle de données Cerity permet d'assurer la maintenance de toutes les révisions des méthodes, données d'étalonnage, données de résultats, méta-données et de leurs relations entre elles. Seuls les utilisateurs autorisés à accéder aux informations de configuration peuvent configurer les droits sur des fonctions essentielles telles que les séquences, échantillons, méthodes et instruments. Voir la [Figure 3](#) page 17.

Le rôle des méta-données

Cerity NDS gère les données brutes, méta-données et résultats. Les méta-données sont des données concernant les données, elles sont nécessaires pour décrire la façon dont les résultats ont été dérivés à partir des données brutes. Ceci inclut les paramètres de commande d'instrument, de traitement, les calculs, journaux et traces d'audit. Toutes les informations nécessaires pour la vérification des résultats sont toujours sous contrôle de révision complet et soumis à une trace d'audit. Le système de gestion de base de données relationnelle objet de Cerity enregistre et assure l'intégrité référentielle des données brutes, des méta-données et des données de résultats, par construction.

Archivage et restauration

Le document 21 CFR part 11.10b de la FDA impose des copies complètes et exactes d'enregistrements. L'application d'archivage et restauration de Cerity permet au laboratoire d'enregistrer des copies de toutes les modifications des enregistrements existants.

L'application d'archivage et de restauration permet au laboratoire de gérer un historique complet des enregistrements et de retracer les responsabilités individuelles de création, modification ou suppression d'enregistrement (FDA 21 CFR part 11.10e c75). L'application d'archivage et de restauration effectue la plupart des tâches courantes de base de données :

- Archivage
- Suppression
- Restauration

2 Sécurité du système et intégrité des données

Intégrité

L'administrateur Cerity ou les utilisateurs qui ont reçu le droit d'utiliser l'application d'archivage et de restauration doivent démarrer l'application, sélectionner une base de données et se connecter à Cerity NDS pour accéder à l'application d'archivage et de restauration.

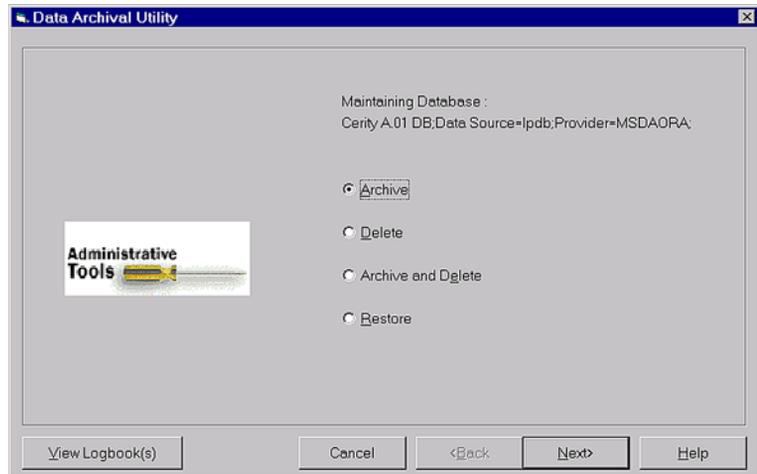


Figure 9 Utilitaire d'archivage de données

Archivage

L'**Archive (Archivage)** permet aux utilisateurs d'enregistrer les informations sur des supports de fichiers. L'utilisateur peut archiver des échantillons, des méthodes et des instruments. La boîte de dialogue **Archive (Archivage)** permet à l'utilisateur de sélectionner directement ou d'effectuer une requête sur les objets à archiver. Lors de la procédure d'archivage, les objets sélectionnés comme leurs révisions précédentes sont archivés avec les objets associés aux objets sélectionnés.

Suppression

La procédure **Delete (Suppression)** fait appel à une requête comparable à l'archivage. Mais avant qu'un objet puisse être supprimé de la base de données, les objets de données doivent avoir été archivés. Cette procédure répond aux exigences du document CFR part 11.10c de la FDA et aux contrôles et procédures CFR part 11.10f de la FDA pour les systèmes fermés.

REMARQUE

La suppression d'enregistrements nécessite les droits sur les tâches du rôle, elle est intégrée dans la trace d'audit.

Restauration

La restauration nécessite la recherche des informations par l'application **Archive and Restore (Archivage et restauration)**. Les boîtes de dialogue qui apparaissent sont les mêmes que dans la procédure d'archivage. Lors de la procédure de restauration, l'utilisateur restaure tous les objets y compris ceux qui sont associés aux objets sélectionnés, pour assurer la traçabilité et l'intégrité des données.

Les données peuvent être restaurées depuis une archive hors ligne vers la base de données d'origine, ou vers une autre base de données Cerity, par l'utilitaire de restauration. Le système garantit la cohérence des données restaurées. Si une révision historique (c'est-à-dire autre que la plus récente) d'un enregistrement est restaurée, le système n'autorise pas de modification sur la révision historique. Seule la révision la plus récente d'un enregistrement est accessible pour travail ou retraitement après restauration vers la base de données d'origine. Ce point est conforme aux exigences du document 21 CFR part 11.10e de la FDA pour éviter que les modifications d'enregistrements puissent masquer des informations enregistrées précédemment.

Rétention

La rétention des données est simplement la gestion des données enregistrées. Le document 21 CFR part 11.10c de la FDA impose la protection des enregistrements pour permettre de les retrouver de façon fiable et immédiate pendant la période de rétention des enregistrements. La rétention des enregistrements peut durer de dix à trente ans. La disponibilité de moyens suffisants d'archivage et de restauration d'enregistrements est donc critique.

L'archivage des enregistrements protège les données contre les pannes matérielles et les erreurs de bonne foi, ainsi que contre les virus ou autres activités malveillantes. Les systèmes informatiques conformes aux bonnes pratiques de laboratoire GMP, cGMP, GAMP peuvent être associés à des données brutes sous diverses formes, notamment supports magnétiques (bande, cassette, cartouche, disques durs ou disquettes), disques optiques, sorties imprimées d'ordinateur ou d'instrument, copies sur film ou fiches.

Le système de gestion de stockage Cerity assure la rétention des données en imposant que tous les objets de données utilisent les objets d'interface communs pour l'enregistrement et l'organisation des données brutes. Le système de gestion de stockage Cerity fournit un modèle objet décrivant le partitionnement et les relations de toutes les données enregistrées dans la base. Les applications Cerity doivent être conformes à ce modèle.

L'obsolescence des systèmes peut imposer une migration des données électroniques d'un système vers un autre. La procédure de migration doit valider les données brutes pour assurer leur intégrité. Lorsque la migration des données n'est pas envisageable, Cerity NDS permet au client de transférer les données brutes vers un autre support avant la destruction des enregistrements électroniques d'origine. Cerity NDS valide aussi l'exactitude de la copie des enregistrements électroniques des données brutes d'origine.

Spécifications d'importation/exportation

La génération d'un chemin de compatibilité des fichiers de données brutes pendant plus de dix ans impose la capacité d'enregistrer ces données brutes sous un format capable de résister à l'obsolescence des technologies informatiques d'aujourd'hui.

Le composant d'importation/exportation de Cerity NDS fournit une couche d'abstraction d'échange de données permettant d'importer ou d'exporter des échantillons, des listes de travaux, des séquences et des résultats depuis un système de gestion de laboratoire LIMS.

Importation d'échantillons ou de séquences Cerity NDS fournit une interface utilisateur d'importation d'échantillons ou d'une séquence. Le composant d'importation impose un fichier XML et un document XML DTD (Document Type Definition) générique pour la configuration d'un protocole de format de transfert de données brutes définissant ce qui peut être importé vers Cerity NDS. Après configuration par l'utilisateur du format de transfert des données, celui-ci peut remplir la boîte de dialogue **Import Sample XML Data (Importation de données XML d'échantillon)** pour importer des échantillons ou une séquence (consulter l'aide en ligne).

Protection d'enregistrements

L'intégrité des données sur Cerity NDS impose une gestion stricte de la part de l'agent d'administration. La configuration et la prise en charge de la traçabilité des événements pouvant modifier un objet de quelque façon que ce soit, assurant la responsabilité et le suivi des administrateurs et des utilisateurs responsables des actions prises, est essentielle pour l'intégrité des données et la bonne gestion du laboratoire. Cerity NDS capture, traite et enregistre les données dans le cadre de procédures automatiques conformes aux principes des bonnes pratiques de laboratoire GMP.

Pour l'intégrité des données partagées, l'agent d'administration Cerity gère les domaines de conformité réglementaires suivants :

- synchronisation d'accès aux objets
- corruption des données
- contrôles de périphériques

Synchronisation d'accès aux objets (verrouillage)

Le verrouillage désigne un mécanisme de synchronisation des accès aux objets de données. Le verrouillage est conforme aux exigences du document 21 CFR part 11.10f de la FDA de mise en œuvre de contrôles au niveau du système garantissant l'ordonnancement autorisé des étapes et événements. Le verrouillage assure une sérialisation correcte lors de l'accès d'un utilisateur à un objet, pour que les interactions avec cet objet se passent dans un ordre acceptable.

Si deux utilisateurs tentent d'accéder à un objet, le verrouillage contrôle l'ordre et le niveau d'accès autorisé sur cet objet. Le premier utilisateur ayant accès à l'objet détient le verrou ; la requête de l'autre utilisateur est bloquée. L'utilisateur détenant le verrou termine son accès à l'objet et ainsi le déverrouille. L'utilisateur bloqué peut alors demander l'objet. Ceci évite l'accès simultané ou entrelacé d'utilisateurs aux fonctions membres de l'objet qui pourrait conduire à des résultats incohérents.

Le verrouillage a deux fonctions essentielles :

- Coordination de l'accès aux objets partagés en temps réel
- Contrôle de la modification d'un objet enregistré dans la base de données

Le verrouillage assure une synchronisation coopérative de l'accès à un objet, ce n'est pas un mécanisme de sécurité. Les verrous doivent être à court terme. Un utilisateur ne doit pas verrouiller un objet plus longtemps que nécessaire pour assurer la synchronisation d'accès et l'intégrité des données. Si un utilisateur a accès à un objet, il peut accéder à cet objet à condition de répondre aux exigences de verrouillage de cet objet.

Contrôles de périphériques

Le document 21 CFR part 11.10h de la FDA précise « Utilisation de contrôle de périphérique (par exemple terminal) permettant de déterminer, selon le cas, la validité de la saisie de données ou des instructions d'exploitation ». Les contrôles de périphériques concernent essentiellement la saisie manuelle de données permettant de valider la source de la saisie et la qualification des équipements chromatographiques reliés à un système de données chromatographiques ou CDS (Chromatography Data System).

Cerity utilise les contrôles de périphériques suivants :

- Suivi du numéro de série de l'instrument et de la révision de microcode quand c'est possible sur le modèle d'instrument, prise en charge de l'utilisation des étiquettes d'identification de colonne pour assurer la traçabilité et l'enregistrement des informations sur les colonnes analytiques des appareils HPLC Agilent 1100.
- Marquage en rouge des champs comportant des valeurs manquantes pour vérification du format correct ou de la plage de valeurs numériques, verrouillage de cellules dépendant de la bonne configuration de la saisie de données
- Lancement d'un test d'étalonnage du convertisseur analogique-numérique (A/N) utilisé pour l'acquisition des données provenant des sorties des capteurs de signaux
- Lancement d'un test de qualification des paramètres du chromatographe incluant les débits de pompe, l'injection de l'échantillonneur automatique, la température du réchauffeur de colonne et la précision de la longueur d'onde du détecteur
- Vérification des performances chromatographiques à inclure dans le cadre d'une analyse automatisée comprenant un contrôle de limites et incluant le calcul d'adéquation du système permettant de confirmer que l'analyse est acceptable
- Fourniture d'un système de rôles et de droits, configuré par l'administration du logiciel Cerity, d'effectuer des tâches de limitation de l'accès de l'utilisateur aux tâches effectuées dans le laboratoire

- Fourniture de tests automatiques de qualification opérationnelle (QO) et vérification de performances (VP) de bas niveau, niveau moyen et niveau supérieur permettant de garantir la prise en charge par Agilent Technologies des analyses sur Cerity NDS
- Journalisation automatique des saisies de l'utilisateur, avec horodatage, par le système d'audit Cerity, permettant à l'utilisateur de qualifier ses actions par une signature électronique

Les contrôles de périphériques sont un moyen d'assurer l'exploitation précise du matériel pour éviter la saisie de données incorrectes et confirmer la validité des données sources entrées dans le système Cerity NDS. L'application d'administration du logiciel Cerity garantit que seuls les utilisateurs qualifiés accomplissent les tâches du laboratoire. Les tests QO/VP garantissent que les garde-fous assurant la protection et l'intégrité des données partagées fonctionnent correctement et que l'équipement est conforme aux normes industrielles. Cerity NDS assure en permanence la protection de la saisie manuelle des données avec l'indication visuelle de case de texte en rouge permettant à la fois d'avertir et de forcer l'utilisateur à saisir correctement les données. Cerity bloque aussi les fonctions auxquelles l'utilisateur n'a pas l'autorisation d'accéder et rend indisponibles certaines options en fonction des choix de l'utilisateur dans l'application. Cerity met en place des contrôles de limites et inclut des calculs d'adéquation du système permettant de faciliter l'analyse et la révision des données d'échantillon pour vérifier leur exactitude. Enfin, Cerity NDS journalise automatiquement chaque tâche accomplie par l'utilisateur pour assurer le suivi de la saisie de données. Le système Cerity enregistre le nom d'hôte du PC client d'origine lors de la création ou de la modification d'un enregistrement électronique pour que l'utilisateur puisse facilement isoler les domaines où apparaissent des saisies de données incorrectes.

Gestion d'erreurs

La complexité et la distribution inhérentes à Cerity NDS font de la gestion d'erreurs et du retour d'état une responsabilité critique des applications et utilitaires Cerity pour assurer l'intégrité des données partagées. L'application de conformité qui inclut la qualification d'installation pour une installation correcte et la qualification opérationnelle/vérification de performances pour les matériels et logiciels assure :

- Bon fonctionnement des opérations fondamentales nécessaires pour le fonctionnement d'une tâche
- Vérification automatique des données pour l'ordonnement d'analyses vérifiant le moteur de séquençage, les calculs d'étalonnage et les réétalonnages
- Vérification interactive des modules d'administration logiciels
- Vérification interactive des tâches d'archivage, suppression et restauration

Les erreurs qui surviennent pendant le fonctionnement du système de données en réseau Cerity apparaissent dans le journal correspondant à l'opération ou à la tâche. Toutes les autres erreurs apparaissent sous forme de fenêtre superposée décrivant les conditions d'erreur quand l'utilisateur ne peut pas ramener le système en état. Signalez ces erreurs à l'assistance technique Agilent en mentionnant le numéro du code d'erreur qui apparaît dans la fenêtre superposée.

Verrouillage des résultats

Les résultats (d'échantillons uniques ou de séquences) peuvent être placés en lecture seulement au stade d'approbation, par un utilisateur disposant des droits correspondants. Le résultat verrouillé peut être révisé, mais ne peut pas être modifié avant son déverrouillage. Seuls les utilisateurs disposant des droits correspondants peuvent déverrouiller le résultat pour modification ; toute tentative de déverrouillage d'un résultat verrouillé par un utilisateur ne disposant pas des droits appropriés se traduit par l'affichage d'un message d'erreur. Toutes les activités de verrouillage et déverrouillage sont enregistrées dans le suivi d'audit. Le numéro de révision du résultat ne dépend pas des activités de verrouillage/déverrouillage.

Conformité — QI/QO

Les contrôles de conformité réglementaire des systèmes fermés recherchent les preuves de test en usine des matériels individuels ainsi que les documents de validation logicielle présentant les plans de test, résultats des tests et le code source. Agilent Technologies fournit une Declaration of System Validation (Déclaration de validation du système) avec tous ses produits. Le document Declaration of System Validation affirme que le produit a été développé, testé et validé avec succès conformément au manuel Software Life Cycles et Quality Manuals des divisions de Agilent Technologies. L'exploitation de Agilent Technologies est certifiée par les normes internationales telles que ISO 9001, cette certification est maintenue depuis de nombreuses années.

Qualification d'installation (QI)

La qualification d'installation garantit que les matériels et logiciels Agilent neufs sont installés correctement de leur déballage au moment où ils sont prêts à l'utilisation – elle détaille le bon achèvement de l'expédition, de l'environnement d'exploitation et des composants du système.

Délai recommandé

- Installation de matériels et logiciels neufs
- Réparation d'un matériel important
- Modification du logiciel pouvant avoir une influence sur la sécurité du système, l'intégrité des données ou les contrôles d'administration
- Périodiquement pour vérifier la configuration du système

Caractéristiques

- Vérifie et détaille l'ensemble de la livraison pour s'assurer qu'elle est complète
- Inclut des listes de contrôles et spécifications détaillées d'installation
- Vérifie l'intégrité du matériel et logiciel installé par rapport à des normes connues

Qualification Opérationnelle/Vérification des Performances (QO/VP)

Après une opération QI, une prestation QO/VP permet de vérifier et d'établir la capacité d'un système matériel et logiciel Agilent à répondre à des critères de performances précis. La QO/VP inclut un test détaillé du système complet à l'aide de conditions définies et de caractéristiques d'échantillon connues. Les avantages essentiels de cette procédure sont de garantir l'exactitude et la précision de base de l'instrument ou du système et de découvrir les problèmes potentiels avant leur apparition. Agilent recommande d'effectuer la maintenance préventive sur votre instrument avant une opération de qualification opérationnelle/vérification de performances.

Délai recommandé

- Installation de matériels et logiciels neufs
- Réparation d'un matériel important
- Modification du logiciel pouvant avoir une influence sur la sécurité du système, l'intégrité des données ou les contrôles d'administration
- Périodiquement pour vérifier les performances du système en fonction de l'utilisation et de la tolérance aux risques (le plus souvent tous les 12 mois)

Caractéristiques

- Utilise des matériels de mesure et des kits standard conformes aux normes nationales et internationales
- Vérifie et établit la capacité d'un système à répondre aux critères conformes aux bonnes pratiques cGMP, GLP, ISO 9000, ISO 19075 et autres normes réglementaires
- Crée automatiquement des échantillons et des méthodes

Qualifications opérationnelles

Les qualifications suivantes sont disponibles pour Cerity NDS pour AQ/CQ pharmaceutique.

- Agilent Cerity Software IQ (Qualification d'installation du logiciel Agilent Cerity)
- Agilent Cerity TSE Thin Client IQ & OQ/PV (Qualification d'installation et qualification opérationnelle/vérification de performances du client léger édition Terminal serveur de Agilent Cerity)
- Agilent Cerity Software OQ/PV (Qualification opérationnelle/vérification de performances du logiciel Agilent Cerity)
- Agilent Cerity Instrument Communication OQ/PV (Qualification opérationnelle/vérification de performances des communications avec les instruments Agilent Cerity)
- Agilent 1100 Series HPLC IQ (Qualification d'installation du CPL HP Agilent série 1100)
- Agilent 1100 Series HPLC OQ/PV (Qualification opérationnelle/vérification de performances du CPL HP Agilent série 1100)
- Agilent 35900E ADC IQ (Qualification d'installation du convertisseur analogique-numérique Agilent 35900E)
- Agilent 35900E ADC IQ (Qualification opérationnelle/vérification de performances du convertisseur analogique-numérique Agilent 35900E)
- Agilent 6890 GC IQ (Qualification d'installation du CPG Agilent 6890)

- Agilent 6890 GC OQ/PV (Qualification opérationnelle/vérification de performances du CPG Agilent 6890)
- Agilent 6850 GC IQ (Qualification d'installation du CPG Agilent 6850)
- Agilent 6850 GC OQ/PV (Qualification opérationnelle/vérification de performances du CPG Agilent 6850)
- Waters Alliance HPLC IQ (Qualification d'installation du CPL HP Waters Alliance)
- Waters Alliance HPLC OQ/PV (Qualification opérationnelle/vérification de performances du CPL HP Waters Alliance)

Caractéristiques

- Protocoles d'exemple pour approbation avant qualification
- Protocoles incluant les caractéristiques détaillées du système au moment de la qualification et décrivant clairement la préparation et l'exécution de tests spécifiques de la configuration
- Automatisation des tests augmentant l'efficacité et réduisant les erreurs de l'opérateur
- Création de rapports pour chaque test automatisé, incluant les résultats et l'état passé/non passé
- Certificats pour chaque qualification incluant un récapitulatif des résultats de test et l'état de qualification générale
- Stockage sécurisé des protocoles, rapports et certificats pour permettre leur régénération si nécessaire
- Stockage des informations de qualification clé pouvant être rappelées pour la qualification périodique ultérieure

Prestation

Les opérations de qualification mentionnées ci-dessus doivent être commandées en tant que services auprès d'Agilent Technologies, elles sont assurées par des opérateurs formés et certifiés par Agilent.

Résistance aux pannes

Mise en tampon d'acquisition

Le tampon d'acquisition Cerity garantit en cas de défaillance du réseau se traduisant par une perte de connexion avec la base de données, l'absence de perte de données pour les séquences en cours d'analyse. L'acquisition se termine, mais le traitement de données est suspendu. Les données acquises, y compris les méta-données (par exemple journaux), sont enregistrées dans une zone tampon du contrôleur d'acquisitions, un indicateur d'état spécial dans la liste de travaux leur est associé, pour indiquer que la séquence est partielle suite à une défaillance du réseau.

A la restauration de la connexion réseau, les données sont mises en file d'attente vers la base de données, il est possible d'y accéder et de les retraiter par les procédures Cerity normales. Ceci se traduit par la production d'une révision supplémentaire pour ces tests.

Grappe

La notion de grappe permet de relier deux ou plusieurs ordinateurs travaillant ensemble pour assurer une fiabilité et une disponibilité supérieures à celles possibles avec un système unique. En cas de défaillance dans une grappe, les ressources sont redirigées et la charge de travail redistribuée. L'utilisateur n'est confronté qu'à une panne limitée pendant l'achèvement de la redirection et de la redistribution.

Principe de la mise en grappe

La grappe assure une haute disponibilité en répartissant les logiciels d'application et les données disponibles sur deux ou plusieurs serveurs (nœuds) indépendants reliés par un réseau privé. En cas de défaillance d'un des serveurs, la charge de travail du serveur défaillant est reportée automatiquement sur un autre serveur par la procédure de *reprise de panne*.

Cerity est compatible avec le système **Microsoft Cluster Server (MSCS)** et **Oracle Fail Safe (OFS)**. Les services des systèmes Cerity n'interagissent pas directement avec le système d'exploitation pour obtenir les événements de la grappe et y réagir, mais par l'intermédiaire de MSCS, répondent à une reprise de panne de la grappe, prévue ou imprévue. Les services Cerity qui s'exécutent sur les contrôleurs d'acquisition et les clients se reconnectent automatiquement au serveur de base de données après la reprise de panne ; ils sont en fait reliés à la grappe. Le délai de reprise de panne a été mesuré, il est inférieur à une minute mais les transactions en cours au moment de la reprise sont perdues. Pour le traitement de données, ces écritures de transaction en cours déclenchent le tampon d'acquisition mentionné ci-dessus.

Configuration en grappe

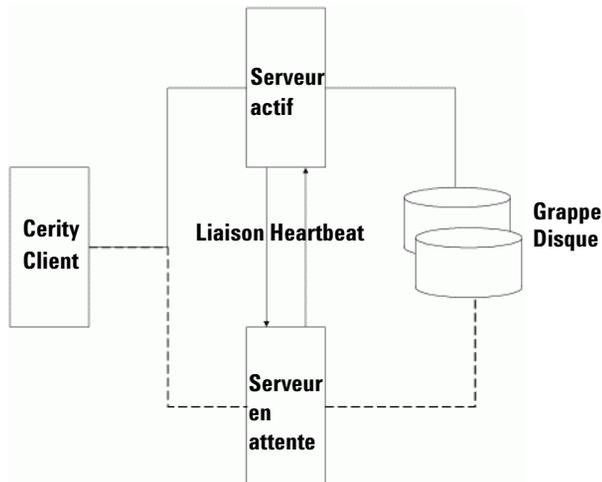


Figure 10 Grappe Cerity

Avec **MS Advanced Server**, la prise en charge de la mise en grappe est assurée au niveau du système d'exploitation. Pour Cerity, c'est le mode actif-passif (aussi appelé actif-en veille) qui est utilisé.

Dans une grappe Cerity, chaque système serveur est doublé d'un système serveur identique du point de vue matériel et logiciel (voir Figure 10). Les deux serveurs sont reliés par le réseau à la base de données Oracle, enregistrée sur une grappe de disques externes (le *disque de la grappe*). Les serveurs sont en contact permanent pour vérifier la disponibilité de chacun (par la liaison *heartbeat*). En cas de défaillance du serveur principal, la procédure de *reprise de panne* commute les applications sur le serveur de secours, qui reprend la charge de travail jusqu'à la remise en ligne du serveur principal. La disponibilité n'est compromise que pendant le temps nécessaire pour la commutation par la procédure de *reprise de panne*.

Traçabilité

La traçabilité des enregistrements électroniques dans un système fermé nécessite une identification. Une trace d'audit informatique du système de données du laboratoire fournit les preuves nécessaires pour savoir qui a agi sur un enregistrement et à quelle date. Le document 21 CFR part 11.10e de la FDA impose une trace d'audit pour les « actions de création, modification ou suppression d'un enregistrement électronique », cette trace doit être « sécurisée, informatisée, horodatée ».

Une trace d'audit permet de gérer, contrôler et consulter l'historique des modifications effectuées sur Cerity NDS. Les traces d'audit prennent par exemple une importance cruciale quand le client doit accepter ou rejeter des résultats. La procédure d'approbation électronique des résultats Cerity par les droits de révision des utilisateurs et les niveaux d'acceptation des résultats sont définis dans l'application d'administration du logiciel Cerity (FDA 21 CFR part 11.10f). Les résultats pour Cerity NDS fonctionnent sous un indicateur de révision strict défini par les exigences de la licence GMP Agilent (FDA 21 CFR part 11.10e c73). La suppression d'enregistrements est un autre exemple des contrôles du système de travail assurés par Cerity NDS. Tout enregistrement supprimé doit avoir été préalablement archivé, les droits de l'utilisateur à supprimer des enregistrements sont inclus dans la configuration de la trace d'audit par l'application d'administration du logiciel Cerity.

Audit

Le suivi de la trace d'audit jusqu'à l'utilisateur est un mécanisme propre de suivi permettant d'inspecter et d'évaluer les décisions prises sur les enregistrements électroniques. Le journal de méthode suit par exemple toutes les modifications effectuées sur une méthode. Les informations associées, par exemple journaux de méthode, journaux de séquence, journaux système et journaux de maintenance sont indispensables pour vérifier la validité des données brutes ou reconstruire une analyse enregistrée dans la base de données. Il est indispensable que la trace d'audit créée par Cerity NDS soit indépendante des opérateurs. Tout l'audit de Cerity NDS devient permanent pour éviter toute altération des activités enregistrées (FDA 21 CFR part 11.10e c73). Cerity NDS assure la conservation des traces d'audit complètes et la présentation de toutes les modifications des données, sans masquage des données d'origine (FDA 21 CFR part 11.10e).

Description	Comment	E-Sig	Timestamp	Source	Host
Change the 'Weighed Amount' from '0' to '15' for the 'biphenyl' in the Calibration.	Changing lab procedure	Signed	25/09/2001, 20:09:48	AGILENTMuskService	MUSKTSTPC14
Change the 'Compound Calibration Type' from 'RF from Compound' to 'None' for the 'diethylphthalate' in the Calibration.	Changing lab procedure	Signed	25/09/2001, 20:09:48	AGILENTMuskService	MUSKTSTPC14
Set the 'Amount Unit' to 'ug' for the 'dimethylphthalate' in the Calibration.	Changing lab procedure	Signed	25/09/2001, 20:09:48	AGILENTMuskService	MUSKTSTPC14
Change the 'Amount' from '0' to '10' for the 'dimethylphthalate' in the Calibration.	Changing lab procedure	Signed	25/09/2001, 20:09:48	AGILENTMuskService	MUSKTSTPC14
Change the 'Weighed Amount' from '0' to '10' for the 'dimethylphthalate' in the Calibration.	Changing lab procedure	Signed	25/09/2001, 20:09:48	AGILENTMuskService	MUSKTSTPC14
Removed Compound New Compound3 , with Expected Time 3.66259889982296 , on Signal VWD1 A	Changing lab procedure	None	25/09/2001, 20:09:48	AGILENTMuskService	MUSKTSTPC14
Change the 'Compound Name' from 'New Compound2' to 'biphenyl' for the 'Compound' in the Calibration.	Changing lab procedure	None	25/09/2001, 20:09:48	AGILENTMuskService	MUSKTSTPC14
Change the 'Compound Name' from 'New Compound1' to 'diethylphthalate' for the 'Compound' in the Calibration.	Changing lab procedure	None	25/09/2001, 20:09:48	AGILENTMuskService	MUSKTSTPC14
Change the 'Compound Name' from 'New Compound' to 'dimethylphthalate' for the 'Compound' in the Calibration.	Changing lab procedure	None	25/09/2001, 20:09:48	AGILENTMuskService	MUSKTSTPC14
Added Compound New Compound3 with					

Figure 11 Journal de méthode

La traçabilité implique le suivi d'activité sur le système pour assurer la fonctionnalité de l'audit. Cerity NDS assure la mise en œuvre des mesures suivantes de traçabilité :

- **Activation au niveau du système** - Les actions de l'utilisateur nécessitent une autorisation par le système.

- **Signature électronique** - Si les actions d'un utilisateur nécessitent une autorisation supplémentaire pour l'audit, un enregistrement informatique sous forme électronique identifie et authentifie un individu de façon équivalente à une signature manuscrite, par exemple par un nom d'utilisateur et un mot de passe.
- **Activation d'instance d'objet** - Le système gère un indicateur d'audit indépendant pour chaque instance d'objet dans la base de données. Une modification faite à une instance d'un objet impose un audit. Si par exemple un utilisateur crée une méthode, le système gère un indicateur d'audit indépendant.
- **Activation par utilisateur (ou rôle)** - Le système gère un indicateur d'audit pour chaque utilisateur (ou rôle). Une modification effectuée par un utilisateur particulier (ou membre du groupe spécifié) sur un objet du système impose un audit.

Quand le système demande à l'utilisateur un motif d'audit, la boîte de dialogue **Save Changes to the Database (Enregistrement des modifications dans la base de données)** apparaît :

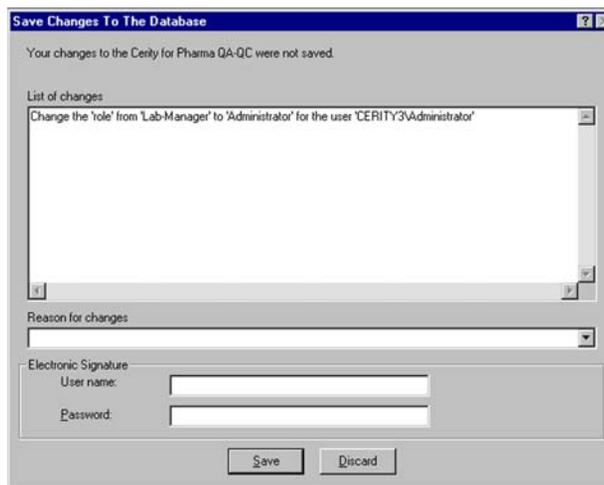


Figure 12 Motif d'audit avec signature électronique

Pendant la configuration du nœud **Auditing (Audit)** de l'application d'administration du logiciel Cerity, la session verrouille la configuration du système de trace d'audit jusqu'à ce que l'administrateur termine ses modifications et libère l'objet pour le restituer au système. Toutes les modifications sont enregistrées automatiquement dans la base de données par défaut. La base de données enregistre toutes les modifications des objets et autres activités système associées nécessaires pour l'audit, conformément aux exigences des bonnes pratiques cGMP/GLP, notamment la signature électronique de l'utilisateur (FDA 21 CFR part 11.70 et 11.200). Des informations supplémentaires enregistrées dans les journaux et concernant les erreurs et l'activité du système sont aussi enregistrées.

Trace d'audit et tâches administratives de suivi de journaux

Pour créer une trace d'audit pour des tâches spécifiques de l'utilisateur, l'administrateur Cerity doit :

- Fournir une liste de motifs dans une boîte de dialogue
- Ajouter ou supprimer les motifs d'audit dans la liste disponible pour l'utilisateur

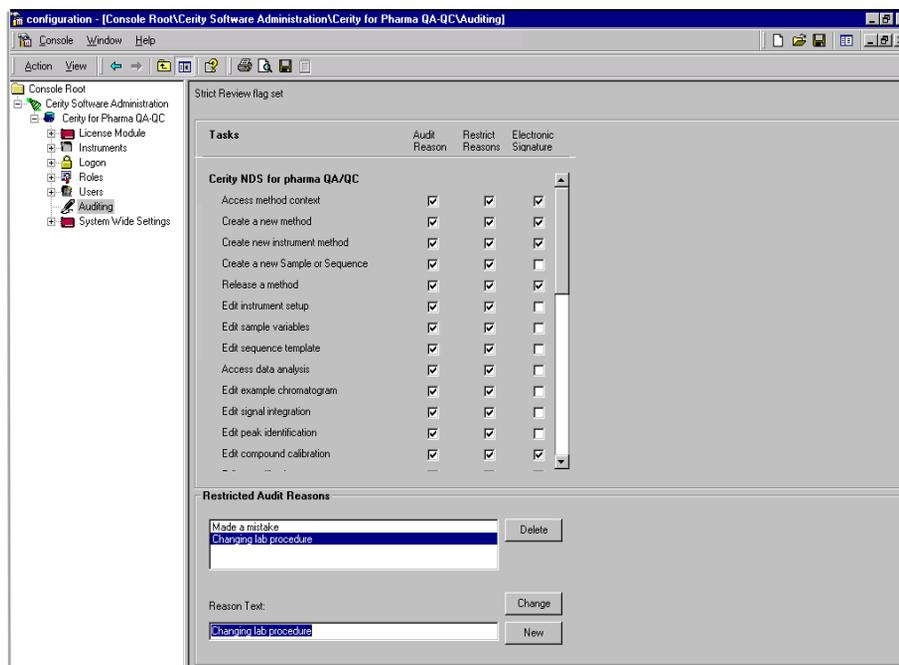


Figure 13 Audit

L'administrateur Cerity peut choisir une tâche sur la liste de NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity pour configurer la tâche pour des motifs d'audit prédéfinis, un motif restreint et inclure une signature électronique pour effectuer la tâche (FDA 21 CFR part 11.10g).

REMARQUE

La liste des tâches des rôles n'est pas identique à la liste des tâches imposant un motif d'audit. Cerity NDS propose une configuration pour les tâches de rôles et les tâches imposant un motif d'audit et une signature électronique.

Fonctions d'audit

La consultation de la trace d'audit d'un objet, l'archivage de la trace d'audit avec l'objet, l'ajout d'une entrée à la trace d'audit de l'objet sont des fonctions essentielles d'une trace d'audit.

La trace d'audit enregistre toutes les activités associées à la création, la modification ou la suppression d'enregistrements électroniques dans le système (FDA 21 CFR part 11.10e c75), notamment :

- Activité d'instrument
- Acquisition de données
- Traitement de données
- Erreurs
- Avertissements
- Résultats passé/non passé des tests de conformité aux spécifications
- Configuration du système
- Modification des listes de contrôle d'accès (ACL)

Les nœuds Logon (ouverture de session), Auditing (audit) et System Wide Settings (paramètres généraux du système) de l'application d'administration du logiciel Cerity disposent d'un menu de raccourci permettant d'accéder au journal système Cerity. L'utilisateur peut cliquer avec le bouton droit sur ces nœuds dans l'arbre de sélection pour choisir Display Logbook (Afficher le journal). L'outil de consultation des journaux apparaît alors, il affiche le journal système Cerity. La vue arborescente affiche la liste de tous les journaux disponibles dans la base de données (FDA 21 CFR part 11.10e).

Les nœuds Logon (ouverture de session), Auditing (Audit) et System Wide Settings (paramètres généraux du système) partagent le même journal. Les autres journaux sont notamment :

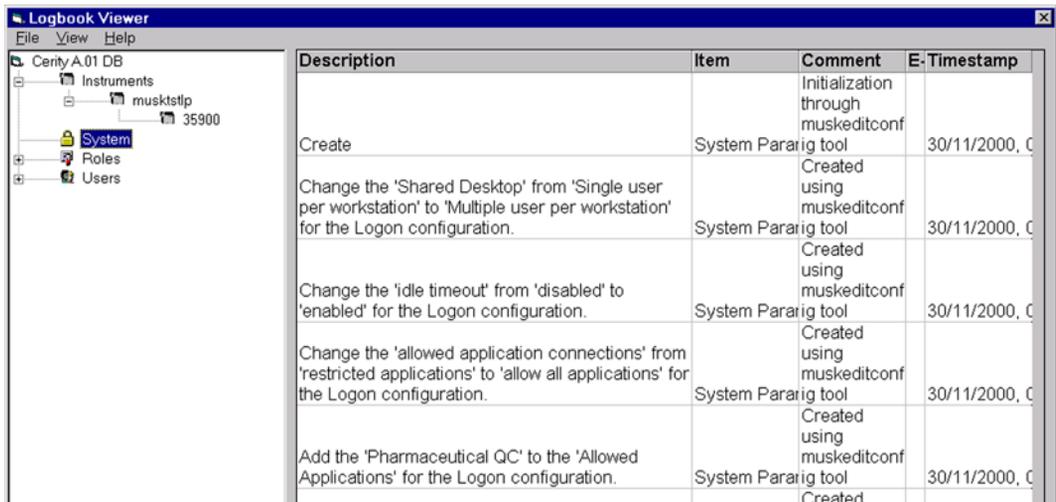
- Journal de licences
- Journal d'instruments
- Journal de rôles
- Journal d'utilisateurs
- Journal de méthode
- Journal des échantillons
- Journal des séquences
- Journal des archivages

2 Sécurité du système et intégrité des données

Traçabilité

- Journal des restaurations
- Journal des suppressions
- Journaux de test de conformité pour QI/QO/VP
- Journal d'événements Windows NT

Les serveurs d'acquisition n'ont pas de journal parce que les événements sont écrits automatiquement dans le journal d'instruments.



The screenshot shows the 'Logbook Viewer' application window. On the left, a tree view shows the hierarchy: Cerity A.01 DB > Instruments > muskststip > 35900 > System. The main pane displays a table of system events.

Description	Item	Comment	E-Timestamp
Create	System Pararig tool	Initialization through muskeditconf	30/11/2000, C
Change the 'Shared Desktop' from 'Single user per workstation' to 'Multiple user per workstation' for the Logon configuration.	System Pararig tool	Created using muskeditconf	30/11/2000, C
Change the 'idle timeout' from 'disabled' to 'enabled' for the Logon configuration.	System Pararig tool	Created using muskeditconf	30/11/2000, C
Change the 'allowed application connections' from 'restricted applications' to 'allow all applications' for the Logon configuration.	System Pararig tool	Created using muskeditconf	30/11/2000, C
Add the 'Pharmaceutical QC' to the 'Allowed Applications' for the Logon configuration.	System Pararig tool	Created using muskeditconf	30/11/2000, C

Figure 14 Journal système

Contrôle de révision

Cerity NDS propose deux mécanismes d'audit.

- Journaux d'audit
- Révision d'objet de données

Le document 21 CFR part 11.10e de la FDA impose que toutes les modifications d'enregistrements électroniques soient documentées, quel que soit leur motif, pour assurer un historique complet et exact. Cerity NDS fournit ces journaux d'audit permettant d'enregistrer tous les événements et modifications des données, avec la date et l'heure correspondantes, les motifs d'audit et la signature électronique. Chaque fois par exemple que l'utilisateur modifie la méthode d'analyse d'un échantillon, le système Cerity enregistre automatiquement les informations détaillées dans les journaux de trace d'audit correspondants.

La révision d'objet de données assure la *réétention interne* automatique des événements et modifications sur les données. Cerity NDS conserve un historique de chaque objet de données modifié et les enregistre dans sa base (FDA 21 CFR part 11.10e c73).

Historique d'objet de données

Cerity NDS gère l'historique de chaque objet de données par un numéro de révision (FDA 21 CFR part 11.10e c75). Le numéro de révision permet au système Cerity de suivre le cycle de révision d'un objet de données particulier. Le schéma d'identification de l'objet de données assure l'intégrité de chaque objet de données. Le schéma d'identification interne ou triplet d'objet de données est un champ combiné de :

- Identificateur unique global de l'objet (GUID)
- Numéro de révision
- Type d'objet

Le GUID est un identificateur unique associé à un objet de données particulier. Le numéro de révision est un entier long commençant à un pour la révision initiale et incrémenté par chaque révision successive. Le type désigne le genre d'objet de données, par exemple séquence, échantillon, méthode ou instrument logique. Les révisions anciennes d'un objet de données ne sont pas accessibles en modification, elles ne peuvent pas être incluses dans la révision actuelle de l'objet de données.

Certains objets de données, par exemple les échantillons ou méthodes, disposent à la fois d'une identification interne et d'une identification externe. L'identification externe apparaît comme nom de la méthode ou de l'échantillon.

Propriétés des révisions d'objet

Une application Cerity ne peut modifier que la révision en cours d'un objet de données. La recherche d'un objet de données pour modification par une application Cerity alors qu'il ne s'agit pas de la révision en cours renvoie une erreur.

Le chargement de révisions anciennes est à titre de référence. La réutilisation d'une révision précédente nécessite une nouvelle identification d'objet. Pour réutiliser une révision précédente, vous devrez effectuer une copie, le système attribue alors à l'objet une nouvelle identification interne. Si par exemple vous utilisez une méthode existante, vous devez donner à la nouvelle méthode un nom différent. Le nouveau nom est une identification externe correspondant à l'identification interne de l'objet.

Signatures électroniques

Les signatures électroniques sont des contrôles conçus pour assurer l'authenticité, l'intégrité et la confidentialité des enregistrements électroniques sur les systèmes informatiques fermés. Ils garantissent que le signataire ne pourra pas réfuter l'enregistrement signé. Le document 21 CFR part 11.50 de la FDA impose que les signatures électroniques contiennent les informations suivantes :

- 1 Nom imprimé du signataire
- 2 Date et heure de la signature
- 3 Signification associée à la signature

Cerity NDS enregistre automatiquement le nom du signataire ainsi que la date et l'heure dans le journal approprié.

Les informations du journal déterminent la signification ou le contexte de la signature électronique. Les signatures qui apparaissent dans le journal sont enregistrées dans l'enregistrement électronique.

Le document 21 CFR part 11.70 de la FDA impose que les signatures électroniques soient liées de façon vérifiable aux enregistrements correspondants pour garantir l'impossibilité de suppression, de copie ou de transfert pour falsifier un enregistrement. Toute saisie de données imposant une signature électronique pour Cerity NDS est générée par l'ordinateur, authentifiée, horodatée et enregistrée dans un journal ou fichier de transactions.

Le document 21 CFR part 11.200 de la FDA impose pour un utilisateur devant exécuter une série de signatures électroniques au cours d'une période unique et continue d'accès contrôlé à l'application, que la première signature soit effectuée à l'aide de tous les composants de la signature électronique ; les signatures ultérieures pouvant être effectuées par l'utilisateur à l'aide d'au moins un composant de la signature électronique. Cerity NDS impose à l'utilisateur d'entrer toutes les pièces justificatives de signature électronique pour se connecter à l'application. Les signatures ultérieures sont aussi effectuées à l'aide de pièces justificatives de signature électronique. Cerity NDS utilise les systèmes d'identification d'utilisateur et de mot de passe du système d'exploitation Windows pour les pièces justificatives de signature électronique Cerity. Une signature électronique par un utilisateur Cerity impose la collaboration de l'administrateur Cerity pour configurer son code d'identification et son mot de passe dans l'application d'administration du logiciel Cerity. Seul l'administrateur Cerity peut accéder à l'application d'administration du logiciel Cerity.

Le document 21 CFR part 11.300 de la FDA impose le contrôle des codes d'identification et mots de passe pour assurer la sécurité de l'utilisateur et l'intégrité des informations. Des contrôles doivent permettre d'assurer l'unicité de chaque combinaison de code d'identification et de mot de passe. La FDA doit disposer d'une garantie des contrôles périodiques, rappels ou révisions des émissions de code d'identification et mots de passe :

- Les laboratoires peuvent gérer les stratégies de codes d'identification et de mots de passe dans le système d'exploitation Windows pour Cerity NDS.
- Les laboratoires peuvent utiliser des méthodes de chiffrage pour les mots de passe dans le système d'exploitation Windows pour éviter toute utilisation non autorisée des mots de passe.
- Le système d'exploitation Windows autorise le verrouillage de certains comptes après un nombre à préciser d'échecs de tentatives d'ouverture de session sur le système.
- Le système d'exploitation Windows permet de configurer une durée de péremption des mots de passe pour la mise à jour des utilisateurs du système, de façon à garantir que les codes d'identification et mots de passe inutilisés puissent être repris ou révisés.

Rapports de méta-données et révisions de ces méta-données

Les méta-données de méthode, par exemple points de consigne d'instrument, paramètres de traitement de données et modèles de rapport, peuvent être imprimées à l'écran comme sur une imprimante. Les modèles de rapports ci-dessous permettent de consulter et d'imprimer les méta-données de méthode :

calibration.html	Paramètres d'étalonnage et table de composés
identification.html	Paramètres d'identification et table d'identification
instrument.html	Points de consigne d'instrument

integration.html	Table d'événements initiaux d'intégration
limits_mi.html	Tables de limites d'injection unique et multi-injection
limits_seq.html	Tables de limites de groupes de récapitulatif
main_log.html	Journal de méthode
method_description.html	Description de méthode
quant.html	Paramètres de quantification pour les composés et les pics non identifiés
report.html	Etat d'impression des modèles de rapports disponibles
seq_method.html	Tous les paramètres disponibles pour la méthode de séquence
seq_vars.html	Valeurs des variables d'échantillon de séquence
sequence_template.html	Table d'échantillons de séquence, table d'entrée d'échantillons de séquence et table de quantités d'échantillons
smp_vars.html	Valeurs des variables d'échantillons individuels
UVConfirmation.html	Paramètres de confirmation UV pour chaque composé
UVConfirmation_spectrum.html	Paramètres de confirmation UV, y compris le spectre de référence, pour chaque composé
UVPurity.html	Paramètres de pureté UV

Pour une impression de l'ensemble complet des paramètres et points de consigne de la méthode, utilisez le modèle seq_method.html.

Outil de consultation d'historique

Pour assurer la traçabilité des révisions de méthodes et du retraitement des résultats, toutes les révisions sont suivies, les révisions précédentes sont accessibles par le dossier **Old Revisions (Révisions anciennes)** de la méthode ou du résultat dans l'arbre de sélection.

Méthodes

Les révisions de méthodes anciennes contiennent tous les points de consigne de méthode et de traitement de données, accessibles par l'arbre de sélection exactement comme les points de consigne de la méthode en cours. Les points de consigne des anciennes révisions de la méthode peuvent être consultés, mais l'enregistrement est verrouillé et ces points de consigne ne peuvent pas être modifiés.

Vous pouvez vérifier tous les points de consigne de méthode correspondant à l'ancienne révision sélectionnée dans la sortie imprimée de la méthode.

Résultats

Vous pouvez accéder aux révisions précédentes des résultats pour des échantillons individuels ou des séquences à partir de l'arbre de sélection, tout comme pour les résultats en cours. Les anciennes révisions des résultats peuvent être consultées, mais l'enregistrement est verrouillé et le résultat n'est donc pas modifiable.

Les anciennes révisions de résultats peuvent être imprimées exactement comme les résultats en cours.

Comment Cerity NDS répond aux exigences du document CFR 21 Part 11

Tableau 1 Procédures et contrôles assurant la sécurité du système et l'intégrité des données

Exigences du document CFR 21 Part 11 de la FDA	Cerity répond à ces exigences par
21 CFR part 11.10a – assure la validation des systèmes permettant de garantir l'exactitude, la fiabilité, la constance des performances attendues comme la capacité à détecter les enregistrements non valides ou altérés.	<ul style="list-style-type: none"> a Services de qualification disponibles pour les matériels et logiciels, page 32 b Cycle de vie du logiciel Agilent Technologies, page 32 c Système de qualité de division, page 32 d Gestion des erreurs, page 41
21 CFR part 11.10b – Capacité à générer des copies exactes et complètes des enregistrements.	<ul style="list-style-type: none"> a Application d'archivage et de restauration Cerity, page 33 b Méta-données, page 33
21 CFR part 11.10c – protection des enregistrements pour permettre de les retrouver de façon fiable et immédiate pendant la période de rétention des enregistrements.	<ul style="list-style-type: none"> a Gestion stricte des enregistrements électroniques, page 32 b Rétention de données, page 35
21 CFR part 11.10d – Limitation de l'accès au système aux individus autorisés	<ul style="list-style-type: none"> a Accès autorisé, page 24 b Contrôles d'autorisation, page 29
21 CFR part 11.10e – Utilisation de traces d'audit sécurisées, informatisées et horodatées pour enregistrer les entrées de l'opérateur et actions de création, modification ou suppression d'enregistrements électroniques. Les modifications aux enregistrements ne doivent pas masquer les informations enregistrées précédemment.	<ul style="list-style-type: none"> a Traces d'audit Cerity, page 51 b Journaux, page 51 c Contrôle de révision, page 56 d Archivage, restauration et suppression d'enregistrements électroniques, page 33
21 CFR part 11.10e Commentaire 73 – La trace d'audit doit être créée par le système informatique indépendamment des opérateurs.	<ul style="list-style-type: none"> a Révision stricte Cerity, page 24 b Traces d'audit Cerity, page 53 c Contrôle de révision, page 56
21 CFR part 11.10e Commentaire 75 – Toutes les modifications aux enregistrements existants doivent être documentées, quels que soient leurs motifs, pour conserver un historique complet et exact, détailler les responsabilités individuelles et permettre la détection des falsifications d'enregistrements.	<ul style="list-style-type: none"> a Archivage, suppression et restauration de données, page 31 b Traces d'audit Cerity, page 53 c Contrôle de révision, page 56

2 Sécurité du système et intégrité des données

Comment Cerity NDS répond aux exigences du document CFR 21 Part 11

Tableau 1 Procédures et contrôles assurant la sécurité du système et l'intégrité des données (suite)

Exigences du document CFR 21 Part 11 de la FDA	Cerity répond à ces exigences par
21 CFR part 11.10f – Utilisation des contrôles du système d'exploitation pour mettre en œuvre le séquençage autorisé d'étapes et d'événements.	<p>a Niveau exigé pour l'acceptation ou le rejet de résultats, page 29</p> <p>b Archivage obligatoire des données avant suppression, page 34</p> <p>c Synchronisation d'accès aux objets (verrouillage), page 38</p>
21 CFR part 11.10g – Contrôles d'autorisation garantissant que seuls les individus autorisés utilisent le système, apposent une signature électronique sur un enregistrement ou modifient un enregistrement.	<p>a Accès autorisé, page 24</p> <p>b Contrôles d'autorisation, page 29</p> <p>c Utilisateurs multiples sur un système, page 27</p> <p>d Traces d'audit Cerity, page 53</p>
21 CFR part 11.10h – Le système doit mettre en place des contrôles de périphériques permettant de déterminer la validité de la source des saisies de données.	Contrôles de périphériques, page 39
Signatures électroniques	
Contrôles sur les systèmes ouverts	
21 CFR part 11.30a	
Éléments de signature	
21 CFR part 11.50a – Les enregistrements électroniques signés doivent contenir les informations suivantes :	Signatures électroniques Cerity, page 58
<ul style="list-style-type: none">• Nom imprimé du signataire• Date et heure locales de l'apposition de la signature (c101)• Signification de la signature. Celle-ci n'impose pas d'explications détaillées (c105)	
21 CFR part 11.50b – Les éléments définis en 11.50a sont soumis aux mêmes contrôles que pour les enregistrements électroniques, ils doivent être inclus dans toute forme lisible par un humain de l'enregistrement électronique.	Signatures électroniques Cerity, page 58
21 CFR part 11.70 – Les signatures électroniques doivent être liées de façon vérifiable aux enregistrements correspondants pour garantir l'impossibilité de suppression, copie ou transfert pour falsifier un enregistrement.	<p>a Signatures électroniques Cerity, page 58</p> <p>b Traces d'audit Cerity, page 53</p>

Tableau 1 Procédures et contrôles assurant la sécurité du système et l'intégrité des données (suite)

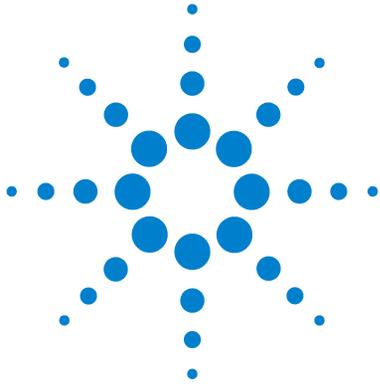
Exigences du document CFR 21 Part 11 de la FDA	Cerity répond à ces exigences par
<p>21 CFR part 11.200(1) – Les signatures électroniques non basées sur des critères biométriques doivent utiliser au moins deux composants d'identification distincts, par exemple un code d'identification et un mot de passe.</p>	<p>a Signatures électroniques Cerity, page 58 b Verrouillage de session Cerity, page 24</p>
<p>21 CFR part 11.200i – Quand une personne effectue une série de signatures lors d'une période continue et unique d'accès contrôlé au système, la première signature doit être effectuée à l'aide de tous les composants de la signature électronique ; les signatures ultérieures pouvant être effectuées à l'aide d'au moins un composant de la signature électronique utilisable seulement et conçu pour être utilisé exclusivement par la personne.</p>	
<p>21 CFR part 11.200 (2) (3) – Les signatures électroniques non basées sur des critères biométriques doivent être administrées et effectuées de façon à garantir que toute tentative d'utilisation de la signature électronique d'une personne par qui que ce soit d'autre que son propriétaire légitime impose la collaboration de deux ou plusieurs personnes.</p>	<p>Traces d'audit Cerity, page 53</p>
<p>Contrôles des codes d'identification et mots de passe</p>	
<p>21 CFR part 11.300a – Des contrôles doivent permettre d'assurer l'unicité de chaque combinaison de code d'identification et de mot de passe.</p>	<p>Signatures électroniques Cerity, page 58</p>
<p>21 CFR part 11.300b – Assurance de contrôle, rappel ou révision périodique des émissions de code d'identification et mot de passe</p>	<p>a Signatures électroniques Cerity, page 58 b Stratégies d'ouverture de session Windows NT, page 58</p>
<p>21 CFR part 11.300d – Utilisation de garde-fous dans les transactions pour éviter toute utilisation non autorisée des mots de passe</p>	<p>Signatures électroniques Cerity, page 58</p>
<p>Où le système utilise-t-il des signatures électroniques ? Quelles informations le système enregistre-t-il pour chaque utilisation d'une signature électronique ?</p>	<p>a Traces d'audit Cerity, page 53 b Journaux Cerity, page 53</p>

2 Sécurité du système et intégrité des données

Comment Cerity NDS répond aux exigences du document CFR 21 Part 11

Tableau 1 Procédures et contrôles assurant la sécurité du système et l'intégrité des données (suite)

Exigences du document CFR 21 Part 11 de la FDA	Cerity répond à ces exigences par
Les analyses et leurs rapports sont-ils révisés et approuvés dans le système ?	Cerity propose jusqu'à trois niveaux d'approbation des résultats. Le système peut être configuré pour mettre en œuvre une séquence d'étapes de révision telle que l'analyste d'origine puisse effectuer la révision d'analyse, une deuxième personne puisse signer après révision par un collègue et une troisième personne puisse signer après révision finale. La fonction d'acceptation ou de rejet est accessible aux utilisateurs autorisés à partir de l'espace de travail de révision de résultats Cerity, page 29
Le système autorise-t-il la péremption de mots de passe ?	Stratégies d'ouverture de session Windows NT, page 58
Le système autorise-t-il la désactivation ou la réactivation des comptes d'utilisateur ?	Le système réutilise les stratégies de sécurité et de mot de passe définies par le système d'exploitation.
Le système peut-il prendre en charge les verrouillages de comptes après un nombre à définir d'échecs de tentatives d'ouverture de session sur le système ?	Stratégies d'ouverture de session Windows NT, page 58
Comment le système enregistre-t-il les échecs de tentatives d'ouverture de session ? Comment l'administrateur du système peut-il accéder aux informations sur les échecs de tentatives d'ouverture de session ? Comment les autres problèmes de sécurité sont-ils identifiés, enregistrés et accessibles à l'administrateur du système ?	Les échecs de tentatives d'ouverture de session sont enregistrés dans l'observateur d'événements.



3

Concepts de base de Cerity AQ/CQ pharmaceutique

L'espace de travail Cerity	68
Les quatre vues	74
Rapports	81
Recherches dans la base de données	83
Traitement de données	85

Ce chapitre explique l'interface utilisateur graphique de NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity, il décrit les quatre vues que vous utiliserez dans votre travail avec Cerity.



L'espace de travail Cerity

L'interface utilisateur graphique de Cerity contient les éléments suivants :

- La **barre de menus**, dans sa position habituelle en haut de l'écran, contient les menus qui vous permettent de travailler avec Cerity. Les menus dépendent du contexte : ils changent en fonction des travaux en cours.
- Les **barres d'outils** dépendent aussi du contexte, vous pouvez les déplacer ailleurs sur l'écran à votre guise.
- Les **menus contextuels**, activés par un clic droit de la souris sur beaucoup d'éléments de l'interface utilisateur (par exemple, tables, chromatogrammes et spectres), contiennent précisément les commandes nécessaires pour travailler sur l'élément correspondant.
- L'**arbre de sélection**, à gauche de l'écran, permet de sélectionner des éléments individuels. Il fonctionne de façon intuitive, avec des nœuds qui peuvent être développés ou réduits. Vous pouvez modifier la place attribuée à l'arbre de sélection en faisant glisser sa bordure droite.
- L'**espace de travail** contient les éléments d'affichage appropriés pour l'élément sélectionné. Beaucoup des éléments d'affichage comportent des menus contextuels activés par un clic droit de la souris sur l'élément, pour la plupart vous pouvez redimensionner en faisant glisser leurs limites.

L'arbre de sélection

Barre d'outils standard – Contient les outils de la vue en cours et le bouton « New » (Nouveau).

Bouton « New » (Nouveau) – Permet de créer un modèle de méthode, une séquence ou une requête.

Sélection de la vue en cours – Permet de sélectionner une des quatre vues.

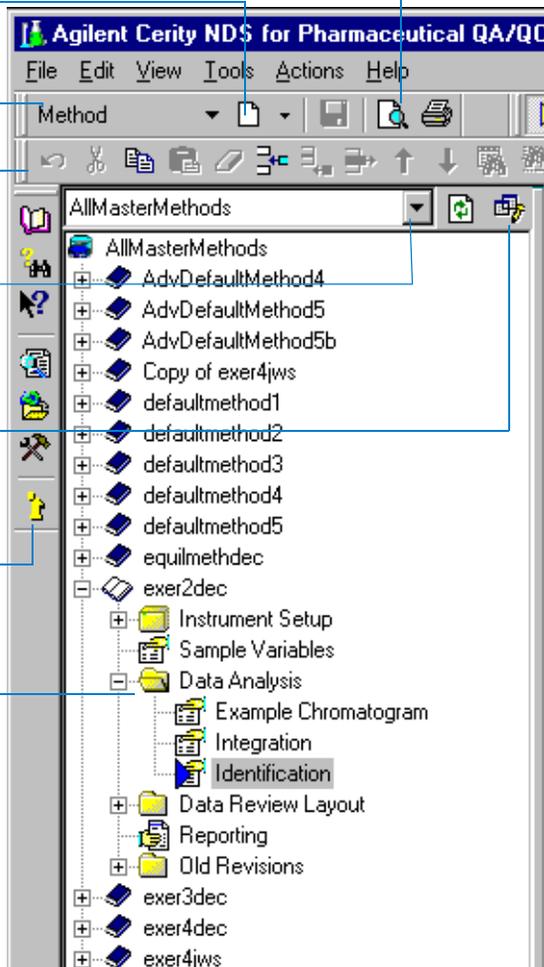
Barre d'outils d'édition – Les outils de la barre d'outils d'édition ne sont pas disponibles s'ils ne s'appliquent pas à l'espace de travail.

Liste de requêtes – Permet de sélectionner un groupe d'échantillons, d'instruments, de méthodes ou de résultats dans la base de données pour les afficher dans l'arbre de sélection.

Bouton de l'assistant requête – Permet de définir une nouvelle requête pour rechercher des échantillons, des instruments, des méthodes ou des résultats dans la base de données.

Barre d'outils d'aide – Permet d'accéder à l'assistance nécessaire.

Arbre de sélection – Vous pouvez développer un dossier ou sélectionner un élément d'un arbre de sélection pour définir ou modifier des données dans l'espace de travail.



3 Concepts de base de Cerity AQ/CQ pharmaceutique

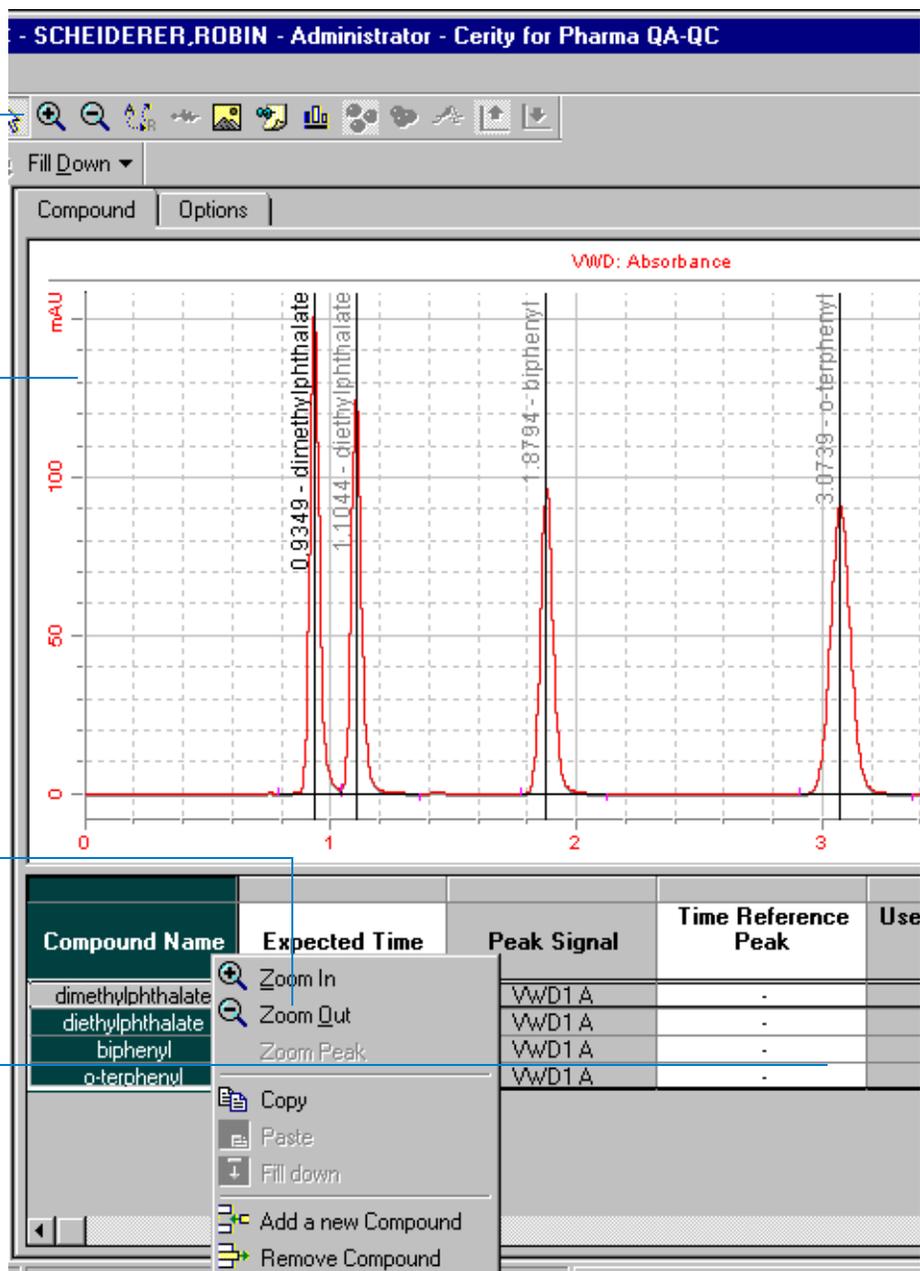
L'espace de travail Cerity

Outils ou barre d'outils – Permettent de modifier une table ou d'effectuer une tâche dans l'espace de travail.

Espace de travail - Utilisez les barres d'outils et les commandes pour afficher ou modifier les tableaux, graphiques, boîtes de dialogue ou les listes.

Menu contextuel – Un clic droit dans la cellule du tableau affiche un menu contextuel permettant de modifier le tableau.

Liste déroulante – Sélectionnez une cellule du tableau pour accéder à une liste.



Assistance en ligne

Vous trouverez l'assistance pour chacune des vues dans les zones suivantes :

- Aide contextuelle
- Barre d'outils d'aide
- Menu d'aide
- Info-bulles

Aide contextuelle

Lors de votre travail dans un panneau, une table, une boîte de dialogue ou autre élément d'interface utilisateur, la touche de fonction **F1** de votre clavier active généralement l'aide adaptée au contexte, permettant d'afficher une description de l'élément et de son utilisation. Quand l'élément concerné n'est pas évident, et si **F1** ne donne rien (par exemple dans les barres d'outils), l'outil **What's This ? (Qu'est-ce que c'est ?)** de la barre d'outils Aide (voir ci-dessous) permet d'accéder à l'aide contextuelle.

Barre d'outils d'aide

Consultez la description des icônes de la barre d'outils ci-après.

Sommaire - Ce bouton vous permet d'accéder au système d'aide en ligne. Utilisez le sommaire, l'index, le glossaire ou les outils de recherche pour trouver les rubriques « Comment faire pour » concernant la vue, la boîte de dialogue ou l'assistant en cours.

Recherche - L'outil de recherche vous aide à trouver la rubrique qui vous intéresse.

Qu'est-ce que c'est ? - Lorsque le pointeur se transforme en point d'interrogation, cliquez à l'intérieur de la vue, de la boîte de dialogue ou de l'assistant pour obtenir l'aide concernant cette interface utilisateur. Cette aide s'appelle « User Interface Help » (Aide sur l'interface utilisateur) dans l'arbre de sélection du Sommaire de l'aide en ligne.

Manuels en ligne - Vous pouvez accéder à la documentation Cerity enregistrée sous forme de fichiers PDF (Acrobat Portable Document Format).

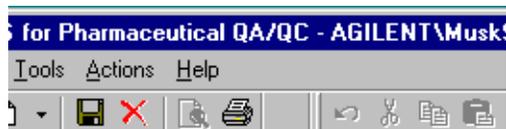
Autres ressources - Ce bouton renvoie sur le site Web d'Agilent où vous trouverez les fournitures, les consommables et le support technique.

MON - Si votre administrateur l'a configuré, ce bouton vous permet d'accéder aux Modes Opératoires Normalisés de votre laboratoire ou à une autre adresse de votre intranet.



Menu d'aide

Vous pouvez accéder à l'aide depuis la barre d'outils d'aide ou le menu d'aide.



Info-bulles des barres d'outils

Déplacez le pointeur sur le bouton de la barre d'outils pour faire afficher le nom du bouton après un bref instant.



Les quatre vues

Les quatre vues sont l'interface entre l'utilisateur et les quatre types d'objets principaux – échantillons et séquences saisis, instruments, résultats d'échantillons et de séquences ou méthodes – que Cerity NDS enregistre dans la base de données. Les données sont constituées de données brutes et de résultats calculés, avec toutes les méta-données nécessaires : paramètres, champs, formules et configurations.

Vue Sample (Echantillon)

La vue **Sample (Echantillon)** procure un espace de travail pour entrer les échantillons et définir les séquences. Pour accéder à la vue **Sample (Echantillon)**, choisissez l'option **Sample (Echantillon)** de la liste Current View (Vue en cours) (voir [Figure 15](#)).

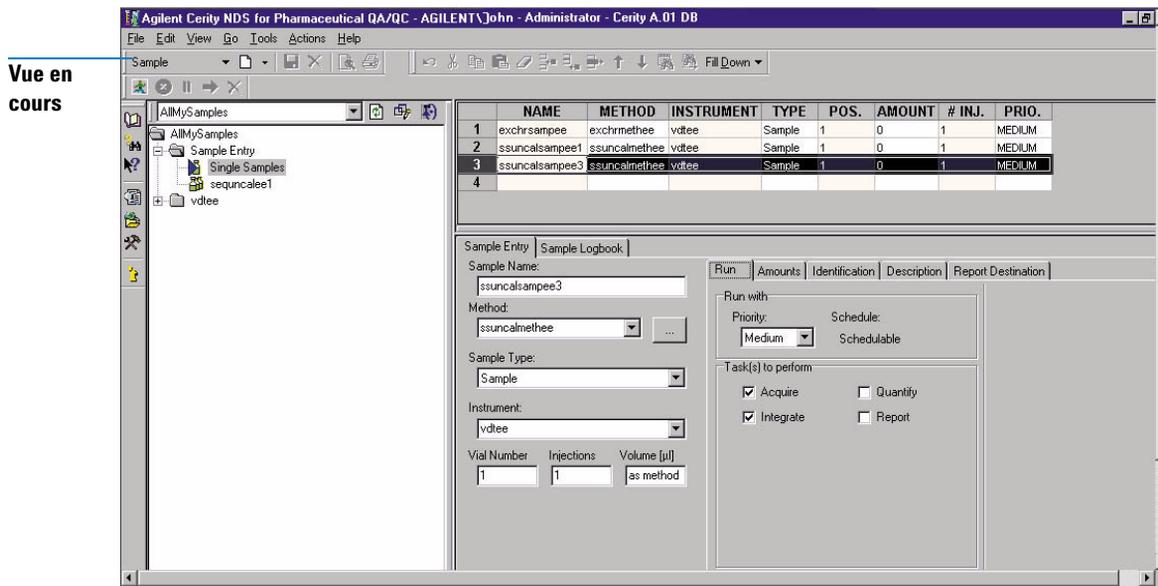


Figure 15 Vue Sample (Echantillon)

Vue Method (Méthode)

La vue **Method (Méthode)** procure un espace de travail pour configurer les méthodes et les rapports. Une méthode Cerity contient toutes les informations nécessaires pour l'acquisition ou le traitement d'un échantillon individuel ou d'un ensemble d'échantillons (une *Séquence*). Pour accéder à la vue **Method (Méthode)**, choisissez l'option **Method (Méthode)** dans la liste Current View (Vue en cours).

Vue en
cours

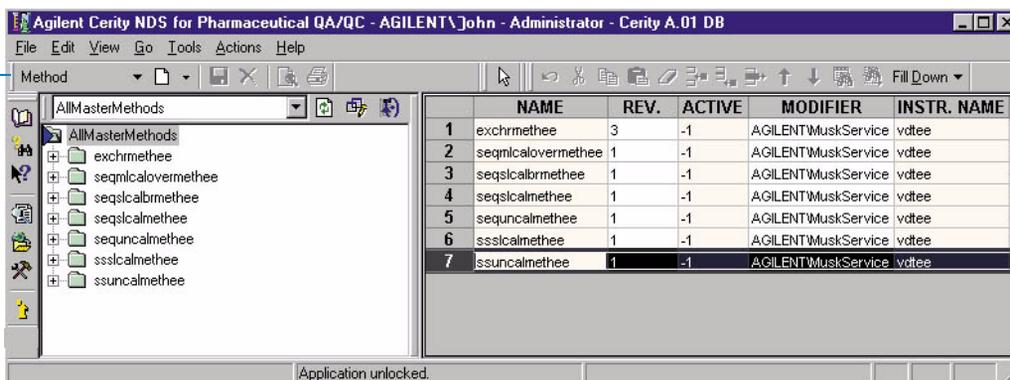


Figure 16 Vue Method (Méthode)

Que pouvez-vous faire avec les méthodes NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity ?

Grâce aux méthodes NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity vous pouvez :

- Attribuer une méthode à un instrument en vue de son contrôle.
- Utiliser vos propres multiplicateurs et diviseurs pour calculer la concentration de chaque échantillon.
- Utiliser vos propres variables d'échantillon personnalisées pour des calculs spécifiques et l'élaboration des rapports.
- Utiliser une table de séquence comme modèle pour les séquences similaires ou identiques.

- Utiliser un chromatogramme-exemple pour vous aider à intégrer et à identifier les pics.
- Utiliser les spectres UV de composés de référence pour confirmer l'identité de pics.
- Utiliser les spectres UV pour vérifier l'homogénéité d'un pic chromatographique.
- Effectuer la somme des aires de tout le chromatogramme.
- Entrer les quantités variables des composés pour chaque étalonnage mono ou multiniveau.
- Quantifier les échantillons dans les séquences en utilisant un étalonnage avant les échantillons, un étalonnage avant et après les échantillons ou tous les étalonnages de la séquence.
- Analyser des échantillons avec une méthode contenant déjà des facteurs de réponse ou analyser des séquences dont la quantification des échantillons est mise à jour avec les échantillons d'étalonnage de la séquence.
- Quantifier les composés non étalonnés et les pics non identifiés en utilisant les facteurs de réponse des composés étalonnés.
- Utiliser vos propres variables et formules personnalisées pour calculer les statistiques d'un groupe de résultats ainsi que d'autres calculs dont votre laboratoire aurait besoin.
- Observer les annotations réussite/échec et les avertissements émis lorsque le résultat des calculs ne tombe pas dans une fourchette prédéfinie.
- Consulter tous les champs, toutes les variables et tous les calculs présents dans le tableau de résultats et dans le rapport.
- Utiliser les variables d'adéquation du système déjà présentes pour tester ses performances.

Utiliser des types de rapport prédéfinis associés à des modèles que vous modifiez ou créez pour élaborer les rapports dont vous avez besoin.

Vue Instrument

La vue **Instrument** est un espace de travail qui permet d'examiner l'état d'un instrument. Vous pouvez analyser des échantillons et des séquences et suivre leur évolution depuis la vue **Instrument**. Pour accéder à la vue **Instrument**, choisissez l'option **Instrument** dans la liste Current View (Vue en cours).

Vue en cours

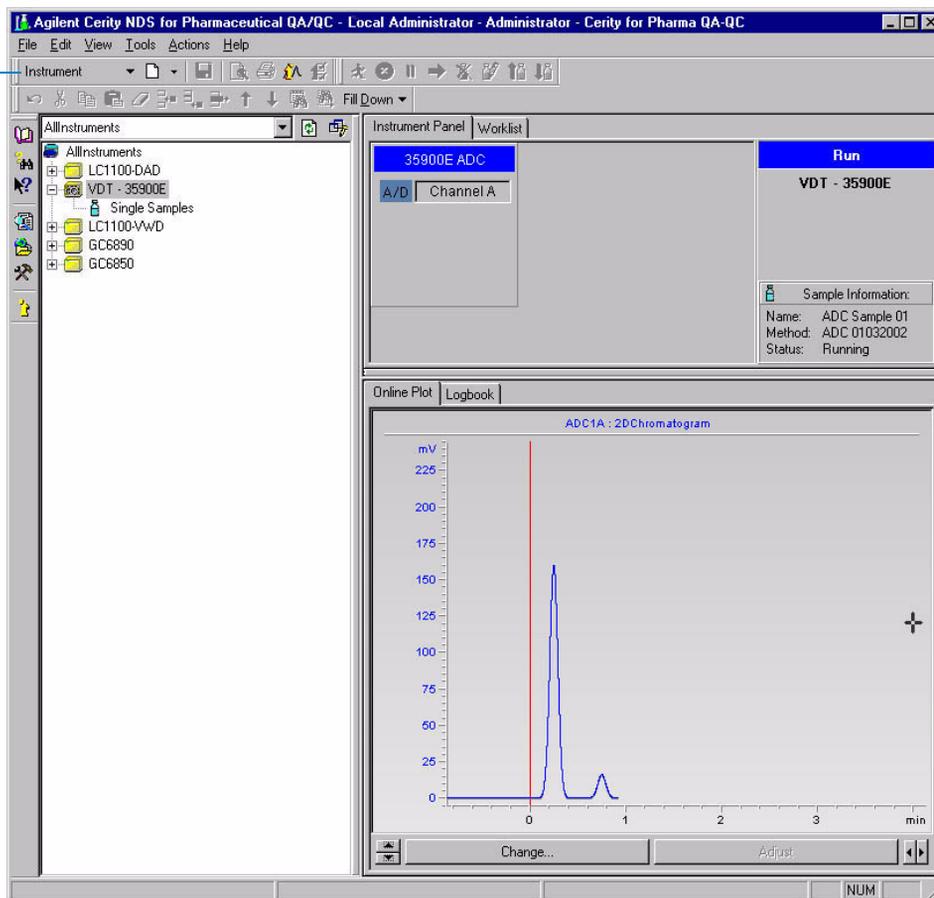


Figure 17 Vue Instrument

Vue Result (Résultats)

La vue **Result (Résultats)** est un espace de travail qui permet de consulter et retraiter les échantillons et les séquences.

Pour accéder à la vue **Result (Résultats)**, choisissez l'option **Result (Résultats)** dans la liste Current View (Vue en cours).

Vue en cours

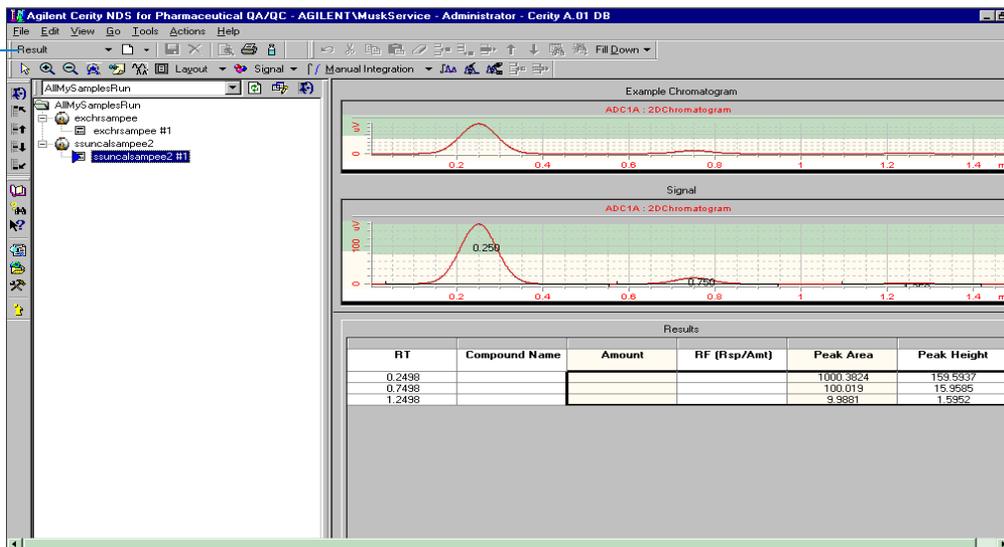


Figure 18 Vue Result (Résultats)

Que pouvez-vous faire avec les résultats NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity ?

Quand vous consultez, retraitez et approuvez les résultats, vous pouvez effectuer les tâches suivantes :

- Consulter les résultats pour l'ensemble des autres jeux de résultats.
- Réintégrer.
- Modifier les données d'échantillons et de séquences.
- Supprimer des points d'étalonnage.
- Recalculer les valeurs **UV Purity (Pureté UV)**.

3 Concepts de base de Cerity AQ/CQ pharmaceutique

Les quatre vues

- Refaire les calculs avec la méthode liée aux résultats à l'origine.
- Retraiter avec la version en cours de la méthode.
- Saisir des valeurs pour les variables des composés et des échantillons ajoutées à la méthode.
- Retraiter avec une méthode différente.
- Importer et retraiter un fichier ChemStation Agilent ou ANDI.
- Approuver ou rejeter un résultat.
- Marquer un résultat nécessitant un retraitement.
- Verrouiller le résultat pour éviter toute modification jusqu'à son déverrouillage.

Rapports

NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity facilite la génération des rapports. Les rapports peuvent comprendre :

- Des chromatogrammes et des images.
- Des résultats et des tableaux récapitulatifs.
- Des calculs standard et personnalisés.
- Des informations d'en-tête et de pied de page.

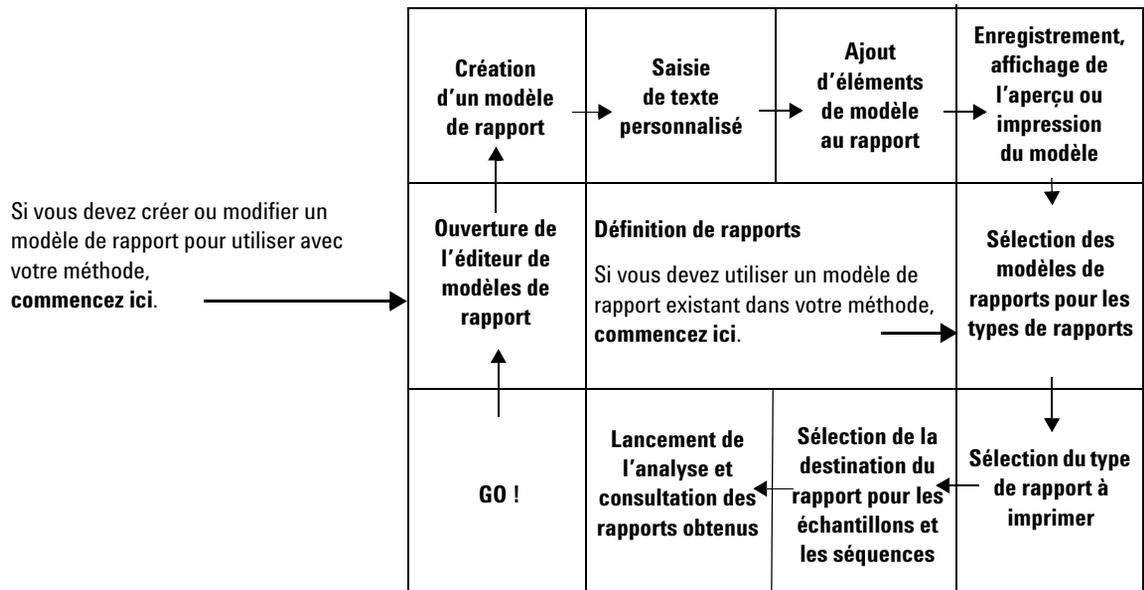
Voir le Guide de référence technique pour plus de détails sur la façon dont NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity crée des rapports.

Les rapports sont élaborés une fois que la quantification d'un échantillon est terminée. Pour chaque type de rapport, l'élaboration organise et présente les champs et les résultats au moyen de modèles prédéfinis. L'élaboration du rapport n'exécute aucun calcul. Vous sélectionnez le type de rapport et le modèle dans la méthode. Pour consulter ou imprimer des rapports, utilisez le programme **Report Viewer (Programme de consultation des rapports)** de Cerity.

Le schéma ci-dessous montre aux analystes et aux utilisateurs expérimentés les étapes de la configuration, de l'élaboration et de l'affichage d'un rapport. Démarrez à la case **GO!**

3 Concepts de base de Cerity AQ/CQ pharmaceutique

Rapports



Recherches dans la base de données

Assistant Requête

L'**assistant Requête** vous aide à rechercher les informations dont vous avez besoin. Cerity NDS propose un **assistant Requête** pour chaque vue.

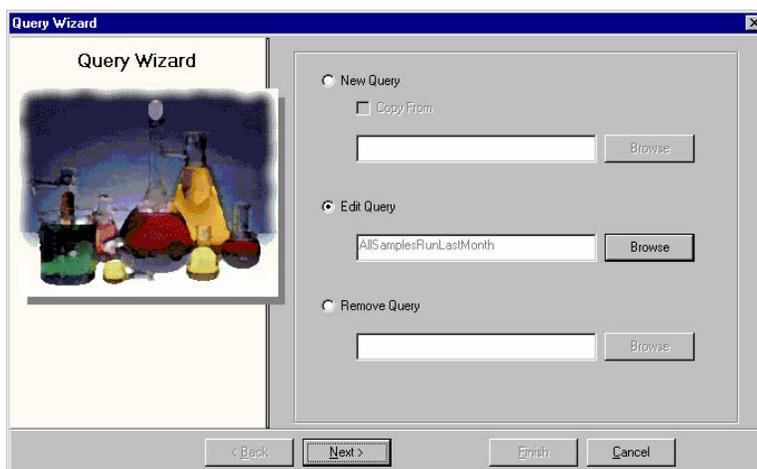


Figure 19 Assistant Requête

Pour consulter ou retraiter des résultats, vous devez tout d'abord trouver les résultats qui vous intéressent.

Requêtes de résultats

Pour consulter les résultats de la base de données vous devez effectuer une requête. Le système Cerity NDS est livré avec des requêtes par défaut pour vous aider à démarrer.

- Sélectionnez une requête dans la liste **Query List** au-dessus de l'arbre de sélection, et consultez les résultats déjà créés avec le **Query Wizard (Assistant Requête)** (voir [Figure 20](#) page 84).

- Si vous êtes un utilisateur avisé, vous pouvez aussi définir vos propres requêtes personnalisées par le **Query Wizard (Assistant Requête)**. Vous élaborez les requêtes en définissant les critères de recherche dans la base de données pour trouver les résultats à consulter.

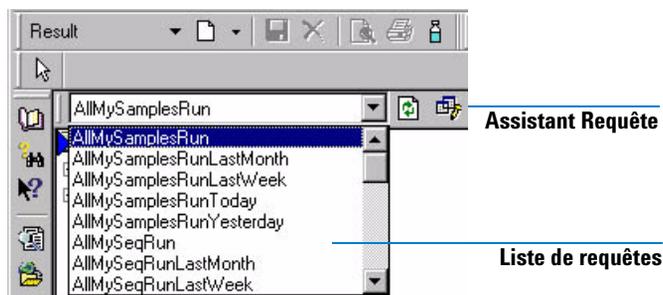


Figure 20 Liste de requêtes et assistant requête

Requêtes de méthodes

Vous sélectionnez également une requête pour trouver les méthodes à modifier.

Autres requêtes

Vous pouvez également chercher un lot déterminé d'échantillons non encore analysés, des séquences ou des instruments non configurés, ces requêtes sont toutefois plus rares.

Traitement de données

Stockage des données

Le *serveur de base de données* Cerity NDS enregistre les méthodes et les données acquises. Une fois que le traitement des données est terminé, les résultats sont enregistrés dans la base de données. Vous pouvez extraire ces données pour les consulter à l'aide des outils de requête Cerity NDS.

L'espace de stockage nécessaire pour les données dépend :

- Du nombre d'utilisateurs simultanés.
- Du nombre d'instruments simultanés.
- De la quantité de données accessibles en ligne dans la base de données.
- Du nombre d'échantillons traités.
- Du nombre de cycles de retraitement (les informations de versions et du processus d'audit viennent augmenter le volume des données à chaque cycle).

Enregistrement dans la base de données

Un administrateur Cerity NDS peut configurer le comportement de l'audit pour certaines tâches accomplies dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity. Cerity NDS fournit un formulaire pour introduire les commentaires d'audit et enregistre un journal des entrées d'audit lorsque vous enregistrez des données dans la base de données.

Entrées d'audit

Lorsque vous enregistrez des modifications d'une méthode, la saisie d'un échantillon, d'une séquence, des résultats ou lorsque vous passez d'une méthode à une autre ou d'un échantillon à un autre, la boîte de dialogue **Save Changes to the Database (Enregistrement des modifications dans la base de données)** s'ouvre. Il s'agit du formulaire que Cerity NDS utilise pour saisir les commentaires d'audit.

Vous pourriez avoir à consulter les modifications et sélectionner un motif de modification. Une signature électronique incluant votre nom d'utilisateur et votre mot de passe peuvent être nécessaires pour enregistrer les modifications.

Cerity NDS permet à l'administrateur du système de configurer les tâches qui nécessitent des commentaires d'audit et une validation par signature électronique.

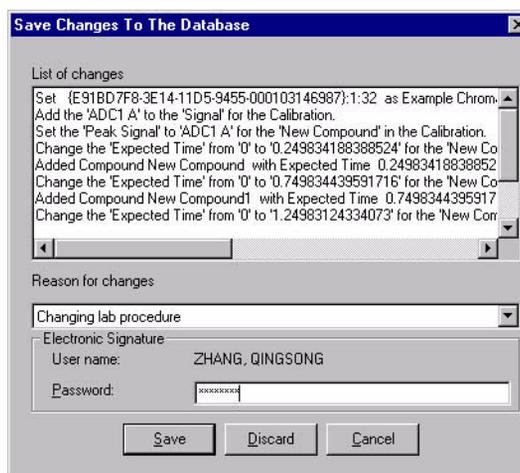


Figure 21 Boîte de dialogue **Save Changes To The Database (Enregistrement des modifications dans la base de données)**

Journaux d'audit

Cerity NDS maintient un strict contrôle de version et des procédures d'audit indépendantes de l'utilisateur pour les enregistrements qu'il gère. Toutes les traces d'audit apparaissent dans les journaux des différentes vues.

- Méthodes** Le journal **Method (Méthode)** apparaît dans l'espace de travail de description des méthodes quand vous sélectionnez une méthode dans l'arbre de sélection de la vue **Method (Méthode)**.
- Echantillons individuels** La trace d'audit pour les échantillons saisis mais pas encore analysés se trouve dans le **Sample Logbook (Journal d'échantillon)**. Le **Sample Logbook (Journal d'échantillon)** apparaît dans l'espace de travail Single Samples (Echantillons individuels) dans la vue **Sample (Echantillon)** ou la vue **Instrument**.
- Après l'analyse d'échantillons individuels, le journal correspondant à chaque échantillon peut être affiché dans la vue **Result (Résultats)** en cliquant sur le bouton **Sample Details (Détails d'échantillon)** de la barre d'outils.
- Séquences** La trace d'audit des séquences saisies mais pas encore analysées peut être affichée dans le **Sequence Logbook (Journal de séquence)** d'une séquence dans la vue **Sample (Echantillon)** ou la vue **Instrument**.
- Après l'analyse d'une séquence, vous pourrez trouver le **Sequence Logbook (Journal de séquence)** dans la vue **Result (Résultats)** en sélectionnant la séquence dans l'arbre de sélection.
- Analyses d'échantillons et de séquences** Vous pouvez consulter le processus d'audit pour l'analyse d'un échantillon ou d'une séquence dans le journal accessible sur l'espace de travail instrument de la vue **Instrument**.

3 Concepts de base de Cerity AQ/CQ pharmaceutique

Traitement de données

La Figure 22 présente un exemple de journal ; les colonnes du journal dont l'explication n'est pas évidente sont détaillées dans le Tableau 2.

Description	Item	Comment	E-Sig	Timestamp	Source	Type	Host
Change the 'To' from '1000' to '180' for the 35900SetPoints, Channel A.	35900SetPoints_Channel A	Updated	None	06/11/2002, 08:22:37	wadlc001\demo	Audit	WADLC001
Change the 'From' from '0' to '20' for the 35900SetPoints, Channel A.	35900SetPoints_Channel A	Updated	None	06/11/2002, 08:22:37	wadlc001\demo	Audit	WADLC001
Change the 'External State (Remote Bus Mode)' from 'ACTIVE' to 'OFF' for the 35900SetPoints, Channel A.	35900SetPoints_Channel A	Updated	None	06/11/2002, 08:22:37	wadlc001\demo	Audit	WADLC001
Change the 'Stop Time (min)' from '1' to '1.4' for the 35900SetPoints, Channel A.	35900SetPoints_Channel A	Updated	None	06/11/2002, 08:22:37	wadlc001\demo	Audit	WADLC001
Method revised, new revision: 2	---	---	None	06/11/2002, 08:22:18	wadlc001\demo	Information	WADLC001
Created Method created by operator: Demo User	Method	Initial configuration	Signed	06/11/2002, 08:22:05	wadlc001\demo	Audit	WADLC001

Figure 22 Journal de méthode présentant toutes les colonnes

Tableau 2 Explication du contenu du journal

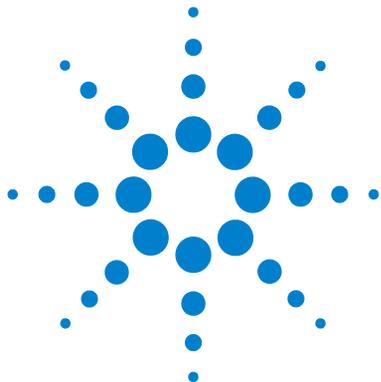
Nom de colonne	Exemple de contenu affiché	Fonction
E-Sig (Signature élect.)	Signed (Signé) None [Aucun(e)]	Identifie les actions pour lesquelles une signature électronique (E-Sig) est configurée et appliquée dans le logiciel Administration de Cerity NDS.
Source	cerity_test\sspencer Automation UserStamp	Quand E-sig est configuré, le nom d'utilisateur du signataire est enregistré. Quand E-Sig n'est pas configuré, c'est soit UserStamp (nom d'utilisateur) qui est associé à l'action, soit Automation pour les actions automatisées.
Type	Audit Information	Affiche la destination des détails : pour audit ou pour information.
Commentaire	Changing lab procedure (Modification de procédure de laboratoire) Method released (Publication de méthode)	Quand des motifs d'audit sont configurés dans l'administration du logiciel NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity, affiche le journal de méthode présentant toutes les colonnes (voir Figure 22).

Exportation des résultats

L'objet d'interface commune assure une interface uniforme sur les données d'objet quel que soit leur format. Vous pouvez exporter les résultats vers un système de gestion de laboratoire ou LIMS par « saisie de données en boucle fermée » ou par un fichier de données ANDI.

3 Concepts de base de Cerity AQ/CQ pharmaceutique

Traitement de données



4 Acquisition des données

Entrée des échantillons et des séquences 92

Préparation de l'analyse 96

Programmation des analyses et du suivi 98

Acquisition de spectres 100

Ce chapitre est une présentation des procédés d'acquisition de données dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity.



Entrée des échantillons et des séquences

Un échantillon individuel ou une séquence NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity contiennent toutes les informations concernant la méthode, l'échantillon et la séquence nécessaires pour acquérir et traiter les données. Ces informations sont ajoutées à toutes les informations de l'analyse et aux données brutes et traitées pour produire le résultat NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity pour l'échantillon individuel ou la séquence.

Entrée d'un échantillon individuel

Vous pouvez entrer des échantillons individuels en trois endroits différents :

- Vue **Sample (Echantillon)** – espace de travail des échantillons individuels sous le dossier Sample Entry (Entrée des échantillons).
- Vue **Sample (Echantillon)** – espace de travail des échantillons individuels sous le dossier Instrument.
- Vue **Instrument** – espace de travail des échantillons individuels sous le dossier Instrument.

Quel que soit le point de départ, le panneau **Sample Entry (Entrée des échantillons)** permet de saisir les mêmes informations sur l'échantillon. Cliquez sur le bouton **Apply (Appliquer)** pour assurer l'entrée des informations dans le système.

Tâches à effectuer sur l'analyse - vous devez cocher Quantify (Quantifier) pour identifier les composés.

Mise à jour d'étalonnage - Vous pouvez choisir le niveau et le type de mise à jour pour vos échantillons d'étalonnage.

Sample variables (Variables d'échantillon) - Vous entrez la quantité d'échantillons et les valeurs pour tout multiplicateur ou diviseur désignés comme variable d'échantillons dans la méthode.

Compound amounts (Quantités de composés) - Si vous avez spécifié des quantités variables de composés dans la méthode étalonnée, vous devez également modifier ces quantités.

Report Destination (Destination du Rapport) - Consultez « Types de rapport » page 128. Vous y trouverez des informations vous permettant de configurer, produire et imprimer des rapports.

Use	Name	Amount
<input checked="" type="checkbox"/>	New Compound2	10
<input checked="" type="checkbox"/>	New Compound5	5
<input type="checkbox"/>	New Compound3	0
<input type="checkbox"/>	New Compound6	0

Enregistrement de l'entrée échantillon Cliquez sur le bouton **Apply (Appliquer)** dans l'espace de travail d'entrée des échantillons pour transférer les informations d'échantillons dans la table d'échantillons et sur le bouton **Save (Enregistrer)** pour enregistrer les entrées et les modifications dans la base de données.

Journal d'échantillon A l'enregistrement de votre échantillon dans la base de données Cerity NDS, le processus d'audit NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity peut vous demander d'entrer un motif et de fournir une signature électronique avant d'effectuer l'analyse. Une description des modifications apparaît dans le **Sample Logbook (Journal d'échantillon)**.

Saisie des séquences

Une séquence Cerity est un élément d'une méthode Cerity. Elle est constituée d'un groupe d'échantillons analysés automatiquement avec la même méthode. Les échantillons peuvent être classés comme **Blank (Blanc)**, **Sample (Echantillon)**, **Calibration (Etalon)** ou **QC (contrôle qualité)**. Chaque échantillon de la séquence est entré sous forme d'une ligne dans une **Sequence Table (Table de séquence)** ; les lignes de la table sont analysées l'une après l'autre au démarrage de la séquence.

Nouvelles séquences Utilisez le bouton **New (Nouveau)** pour créer des séquences.



Après avoir créé une séquence, vous pouvez entrer les informations correspondantes en trois endroits différents :

- Vue **Sample (Echantillon)** sous Sample Entry (Entrée des échantillons).
- Vue **Sample (Echantillon)** sous le dossier Instrument.
- Vue **Instrument** sous le dossier Instrument.

Options des séquences Vous pouvez entrer les informations sur les séquences dans le même panneau **Sample Entry (Entrée des échantillons)** que pour des échantillons individuels, mais vous trouverez les **Tasks to perform (Tâches à effectuer)** et la **Report Destination (Destination du rapport)** dans Sequence Options (Options de séquence).

Tasks to perform (Tâches à effectuer)

- Ce sont les mêmes que pour les échantillons individuels, mais la case à cocher **Allow Online Editing (Autoriser la modification en ligne)** ne concerne que les séquences.

Report Destination (Destination du rapport) - Vous saisissez ici la destination du rapport pour toute la séquence et non pas dans le panneau d'entrée des échantillons.

Enregistrement de l'entrée séquence Cliquez sur le bouton **Apply (Appliquer)** dans l'espace de travail d'entrée des échantillons pour transférer les informations d'échantillon dans la table d'échantillons et le bouton **Save (Enregistrer)** pour enregistrer les entrées et les modifications dans la base de données.

Lors de la saisie d'un échantillon individuel ou une séquence, leur numéro de version est positionné à 1. Le numéro de version est incrémenté lorsque l'échantillon individuel ou la séquence sont modifiés.

Journal de séquence Lorsque vous enregistrez une séquence dans la base de données Cerity NDS, le processus d'audit NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity peut vous demander d'entrer un motif et de fournir une signature électronique avant que vous ne puissiez lancer la séquence. Une description des modifications apparaît dans le **Sequence Logbook (Journal de séquence)**.

Préparation de l'analyse

Stabilisation de l'instrument et de la colonne

Lorsqu'un instrument est créé, son numéro de version est positionné à 1. Le numéro de version est incrémenté lorsque la configuration de l'instrument est modifiée interactivement.

Vous pouvez laisser l'instrument et la colonne se stabiliser à partir du panneau Instrument de la vue **Instrument**.

Le panneau Instrument affiche une représentation graphique des modules instrument que vous pouvez configurer. Pointez et cliquez sur un module pour accéder aux rubriques de menu permettant d'entrer les paramètres de l'instrument. Par exemple, vous pouvez démarrer et arrêter une pompe.

Entrez vos paramètres de stabilisation dans la boîte de dialogue **Set Pump (Configuration de pompe)**. Vous pouvez démarrer la pompe et suivre la ligne de base qui apparaît en temps réel.

Valeurs réelles du périphérique

Vous pouvez observer en temps réel les valeurs de consigne et les valeurs instantanées des paramètres de l'instrument sélectionné en choisissant **Device Actuals (Valeurs réelles du périphérique)** dans le menu **View (Vue)**.

Pour entrer ces « valeurs réelles » dans la fenêtre **Device Actuals (Valeurs réelles du périphérique)**, vous devez sélectionner **Setup Actuals Window (Fenêtre de valeurs réelles)** dans le menu **View (Vue)**. Vous pouvez ajouter ou supprimer des paramètres.

Tracé en temps réel

Avant l'analyse d'un échantillon ou d'une séquence, vous pouvez définir les axes et l'apparence du tracé en temps réel par l'option **Change (Modifier)** du menu contextuel. Si vous utilisez un détecteur capable de collecter des spectres (par exemple un détecteur à barrette de diodes ou à fluorescence), vous pouvez cocher la case **Show Spectra (Afficher les spectres)** pour afficher les spectres pendant leur acquisition.

Programmation des analyses et du suivi

Programmation d'échantillons ou de séquences

Vous pouvez analyser des échantillons individuels ou des séquences à partir des emplacements suivants :

- Dossier Sample Entry (Entrée des échantillons) pour la vue **Sample (Echantillon)**.
- Dossier Instruments pour la vue **Sample (Echantillon)**.
- Dossier Instruments pour la vue **Instrument**.



Quel que soit l'endroit où vous choisissez de démarrer l'analyse, vous devez sélectionner un échantillon individuel ou un groupe d'échantillons à analyser dans la table d'échantillons. Démarrez une analyse d'échantillons ou de séquence avec le bouton **Run (Analyses)** quand vous avez sélectionné le ou les échantillons individuels ou la ou les séquences à analyser.

Pour programmer les analyses, les règles suivantes s'appliquent :

- Quand vous démarrez l'analyse d'un groupe ou d'échantillons individuels ou de séquences, l'analyse du premier échantillon ou de la première séquence que vous sélectionnez démarre. Le reste des échantillons ou des séquences est placé dans une file d'attente d'analyses.
- L'ordre dans lequel vous lancez l'analyse d'un échantillon ou d'une séquence détermine sa position dans la file d'attente.
- Vous pouvez définir l'ordre d'analyse en fonction des priorités des échantillons. La priorité la plus élevée est **High (Haute)**, suivie de **Medium (Moyenne)** et **Low (Basse)**.

Il n'est pas nécessaire d'établir un calendrier des analyses pour mettre un échantillon ou une séquence dans la file d'attente.

Suivi de la progression d'un échantillon ou d'une séquence

Vous pouvez suivre la progression d'un échantillon ou d'une séquence en deux emplacements différents :

- Dans le dossier Instrument de la vue **Sample (Echantillon)**, la colonne **Status (Etat)** de la table indique l'échantillon en cours d'analyse. L'échantillon en cours d'analyse est indiqué par **Running(x:y) [Analyse(x:y)]**, où x est le numéro de ligne de la séquence et y le numéro d'injection.
- Dans le dossier Instrument de la vue **Instrument**, l'onglet **Instrument Panel (Panneau d'instrument)** indique l'état en cours de l'instrument, avec le nom de la séquence ou de l'échantillon en cours dans le panneau **Sequence Information (Informations de séquence)**.

Acquisition de spectres

Si vous utilisez un détecteur capable d'acquérir des spectres, par exemple un détecteur à barrette de diodes ou à fluorescence, vous pouvez choisir d'acquérir les spectres pendant la création de la méthode. Vous pouvez alors utiliser les spectres acquis pour

- confirmation de composé, les spectres acquis sont alors comparés avec le spectre d'exemple,
- pureté de pic, les spectres acquis dans un pic chromatographique servent à analyser l'homogénéité du pic.

De plus, vous pouvez réviser, manipuler et créer des rapports sur les spectres.

Paramètres d'acquisition de spectres

Les paramètres d'acquisition de spectres sont accessibles par le nœud Instrument Setup (Configuration d'instrument) de la configuration de méthode.

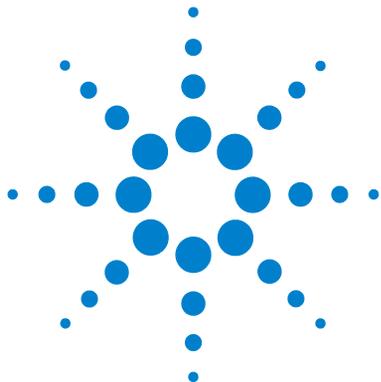
Store (Enregistrer) Vous pouvez enregistrer tous les spectres de l'analyse, une sélection des spectres de cette analyse (pour réduire la quantité d'espace disque nécessaire) ou aucun spectre. Les choix disponibles dépendent du détecteur utilisé ; consultez l'aide en ligne pour plus de détails.

Range (Plage) Par défaut, c'est la plage complète de longueurs d'onde du détecteur qui est utilisée pour l'acquisition des spectres. Mais vous pouvez choisir de limiter la plage de longueurs d'onde pour n'inclure que les bandes d'absorbance qui vous intéressent. La réduction de la plage de longueurs d'onde réduit aussi le besoin d'espace disque.

- Step (Incrément)** L'incrément spécifie la résolution d'acquisition spectrale. La résolution la plus élevée est obtenue avec un incrément de 1 nm ; l'acquisition de spectres à résolution inférieure (avec incrément plus élevé) réduit les besoins d'espace disque, mais aussi l'exactitude des spectres.
- Threshold (Seuil)** Il est aussi possible de réduire l'espace disque nécessaire en définissant une valeur de seuil pour le signal du détecteur ; en dessous de ce seuil, aucun spectre n'est acquis.

4 Acquisition des données

Acquisition de spectres



5 Commande des instruments Cerity

Commande d'instruments reconnus automatiquement	104
Commande d'instruments d'autres fournisseurs	105
Maintenance préventive ou EMF (Early Maintenance Feedback)	106

Les différents aspects de la commande d'instrument dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity sont décrits dans ce chapitre.



Commande d'instruments reconnus automatiquement

Les modules de CPL HP Agilent série 1100 ainsi que les CPG Agilent 6850 et 6890 sont reconnus automatiquement par Cerity s'ils sont allumés au démarrage de l'instrument. Chaque instrument, qui dans le cas du système CPL HP Agilent 1100 est constitué d'un certain nombre de modules, est relié à, est commandé par, un contrôleur d'acquisition, qui peut être intégré dans un système Cerity Professional (indépendant), ou une entité séparée sur un système client-serveur. Chaque instrument est identifié dans le système par un **Instrument Name (Nom d'instrument)** unique, attribué au moment de l'ajout initial de l'instrument au contrôleur d'acquisition.

Ajout et suppression d'instruments

Les instruments peuvent être ajoutés et supprimés à l'aide des options proposées par le programme d'administration du logiciel Cerity. Les instruments sont ajoutés aux contrôleurs d'acquisition existants par l'assistant **Add Instrument Wizard (Ajout d'instrument)**, accessible à partir du menu **Action** quand le nom du contrôleur d'acquisition est sélectionné dans l'arbre de sélection.

Ajout et suppression de modules

Les modules Agilent 1100, aussi appelés **dispositifs** dans le programme d'administration du logiciel Cerity, sont reconnus automatiquement par Cerity s'ils sont allumés au démarrage de l'instrument. Les dispositifs qui ne sont pas reconnus automatiquement peuvent être ajoutés par la commande **Add Device (Ajouter un dispositif)**, disponible sur le menu **Action** quand le nom de l'instrument est sélectionné dans l'arbre de sélection.

Les dispositifs ne peuvent être supprimés des instruments que si ces derniers sont arrêtés ; pour arrêter un instrument, utilisez la commande **Stop and Suspend (Arrêter et suspendre)**, accessible dans le menu **Action** quand le nom de l'instrument est sélectionné dans l'arbre de sélection.

Interface de commande d'instrument

C'est la vue **Instrument** qui permet d'accéder à la commande d'instrument. Sélectionnez le nom de l'instrument dans l'arbre de sélection, la partie supérieure de l'espace de travail contient un panneau pour chacun des modules constituant l'instrument sélectionné. La couleur de la barre de titre indique l'état du module, selon le tableau suivant :

Gris	Not available (Non disponible)
Jaune	Not Ready (Non prêt)
Vert	Etat Pre-run (Préanalyse) ou Paused (En pause)
Magenta	Waiting (Attente)
Bleu	Running (Analyse en cours)
Rouge	Error state (Erreur)

Le menu contextuel de chaque module, accessible par un clic droit sur le panneau du module, contient une série de commandes de contrôle et de configuration du module.

Les points de consigne de méthode associés au module sont accessibles en sélectionnant le module dans la section **Instrument** de la configuration de méthode en vue **Method (Méthode)**.

Commande d'instruments d'autres fournisseurs

Les modules de CPL HP autres que Agilent série 1100, par exemple des instruments d'autres constructeurs, sont gérés par l'application GIC (Generic Instrument Control). GIC offre des possibilités de commande d'instrument niveau 3 par un pilote de périphérique spécialement conçu. Pour plus de détails, consultez les manuels GIC.

Maintenance préventive ou EMF (Early Maintenance Feedback)

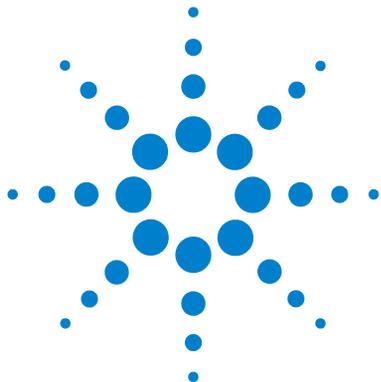
L'icône EMF à gauche de la barre de titre du module dans le panneau d'instrument indique l'état en cours du module (voir [Table 3](#)).

Tableau 3 Indicateurs d'état EMF

Icône EMF	Etat de l'instrument
	Toutes les limites EMF sont correctes.
	Au moins une limite EMF a été dépassée ; un entretien est nécessaire.
	Le module est dans un état inconnu, par exemple hors ligne.

Quand une limite EMF est dépassée, une entrée correspondante est écrite dans les journaux d'échantillon et d'instrument pour chaque injection. La sortie imprimée de diagnostic de l'instrument contient les informations sur l'état EMF.

Les compteurs EMF, qui sont la base de l'affichage EMF, sont réinitialisés par un contrôleur portatif Agilent 1100. Vous ne pouvez réinitialiser les compteurs EMF que quand l'instrument est arrêté. Si aucune limite n'est définie, l'état EMF est indiqué comme OK.



6 Travail sur les méthodes Cerity

Méthodes Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique 108

Etalonnage 119

Présentation de revue de données 125

Types de rapport 128

La méthode est un élément essentiel de l'application NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity, ce chapitre explique ces notions plus en détail.



Méthodes Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique

Une méthode NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity comprend tous les paramètres permettant de contrôler l'instrument, l'acquisition, le traitement et l'évaluation des données. En outre, la méthode contient les variables d'échantillon que vous avez définies et des modèles pour les séquences (sequence template), la consultation des résultats (data review layout) et les rapports (report template).

Méthode maîtresse

Une *méthode maîtresse* est une méthode attribuée à un nombre limité d'utilisateurs qui seuls peuvent l'éditer. Mais tous les utilisateurs peuvent utiliser une méthode maîtresse. Les méthodes maîtresses peuvent servir de modèles pour d'autres méthodes maîtresses ou méthodes d'instrument.

Lorsque vous êtes prêt à permettre à d'autres utilisateurs de modifier la méthode maîtresse, vous pouvez publier la version en cours. Si votre administrateur a activé l'audit de la tâche **Release a method (Publier une méthode)** vous devrez éventuellement entrer votre nom d'utilisateur et votre mot de passe pour publier la méthode.

Quand la méthode maîtresse est publiée, toute personne possédant les droits d'édition des méthodes peut modifier la version publiée. Si vous modifiez la méthode maîtresse, la nouvelle version n'est pas publiée tant que vous ne le faites pas explicitement.

Quand une méthode maîtresse est publiée, elle peut être attribuée à un instrument différent de celui pour lequel elle a été créée.

Méthode d'instrument

Une *méthode d'instrument* est une méthode maîtresse publiée attribuée à un instrument différent. Tout utilisateur peut éditer et utiliser une méthode d'instrument. Les méthodes d'instrument sont toujours créées à partir d'un modèle.

Après publication d'une méthode maîtresse, vous pouvez l'attribuer à un autre instrument par l'assistant **Method Wizard**. Pour attribuer la méthode vous devez créer une *méthode d'instrument* ayant pour modèle la méthode publiée. Les utilisateurs peuvent alors modifier les paramètres originaux dans la vue **Method (Méthode)** s'ils en possèdent le droit attribué par l'administrateur Cerity NDS.

Si l'instrument auquel vous attribuez la méthode est configuré de façon différente de celui de la méthode d'origine, vous devez prendre garde à modifier les paramètres d'instrument en vue **Method (Méthode)**.

Vous pouvez commencer à créer une méthode d'instrument en sélectionnant **Instrument Method (Méthode d'instrument)** dans la liste **New (Nouveau)** de la barre d'outils standard.

Une *méthode de stabilisation* est une méthode configurée avec des paramètres instrumentaux uniquement dans le but de laisser la colonne atteindre sa température d'équilibre pour stabiliser la ligne de base.

Vous pouvez utiliser une méthode de stabilisation pour stabiliser l'instrument et la colonne avant une analyse ou à la fin d'une séquence pour préparer la colonne à la séquence suivante. Prenez soin d'indiquer un volume d'injection nul pour l'échantillonneur automatique.

Voir « [Vue Method \(Méthode\)](#) » page 76 pour plus d'informations sur la vue **Method (Méthode)**, et « [Sections de méthodes Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique](#) » page 112 pour plus d'informations sur les sections de méthode.

Méthode d'échantillons individuels ou de séquences

NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity permet de créer des méthodes pour des échantillons individuels comme pour des séquences. La table de séquence est un élément de la méthode, donc une seule méthode est utilisée pour tous les échantillons d'une séquence.

Il y a plusieurs différences entre les méthodes d'échantillons individuels et les méthodes de séquences :

- Une méthode de séquence renferme un tableau dans lequel vous définissez une séquence que vous utilisez fréquemment.
- Une méthode de séquence regroupe les échantillons et les étalons pour des calculs spécifiques et les rapports, par exemple groupe d'échantillons CQ, groupe d'échantillons d'étalonnage, groupe d'échantillons et groupe d'échantillons personnalisés.
- Vous pouvez inclure des **Noise Calculations (Calculs de bruit)** pour des séquences mais pas pour des échantillons individuels.
- Les séquences permettent également de choisir l'ordre d'étalonnage et les procédures d'étalonnage.

Méthodes associées aux entrées et aux résultats

Lorsque vous entrez un échantillon individuel ou que vous créez une nouvelle séquence, sélectionnez la méthode à utiliser avec l'échantillon ou la séquence. Les informations et instructions incluses dans la méthode restent associées à l'échantillon ou à la séquence pendant toute l'analyse et dans les résultats.

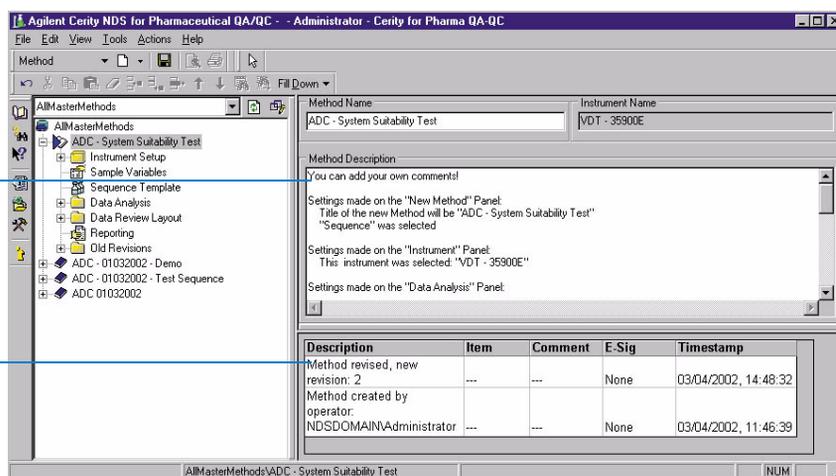
Donc si vous modifiez la valeur d'une entrée d'échantillon ou d'un paramètre d'intégration puis retraitez l'analyse, les calculs sont effectués à nouveau avec la version de méthode associée à l'origine aux résultats. Si vous modifiez une méthode ou si vous voulez utiliser une méthode différente pour retraiter les résultats, vous devez d'abord respectivement associer aux résultats la version en cours ou la nouvelle méthode.

Entrées et modifications d'une méthode

Les entrées effectuées dans l'assistant Method Wizard lors de la création de la méthode sont indiquées dans le panneau **Method Description (Description de la méthode)**. Les modifications à ces paramètres de méthode sont journalisées dans le **Method Logbook (Journal de méthode)**. La **Method Description (Description de méthode)** et le **Method Logbook (Journal de méthode)** apparaissent lorsque vous sélectionnez le nœud de la méthode en vue **Method (Méthode)**, comme sur la figure ci-dessous.

Description de méthode - Les sélections dans l'assistant méthode apparaissent dans le cadre Method Description.

Journal de méthode - Les entrées et les modifications de la méthode apparaissent dans le cadre Method Logbook.



Versions de méthode

Lorsque vous créez et enregistrez un modèle de méthode par l'assistant Method Wizard, vous créez la révision 1 de la méthode. A chaque modification et enregistrement de la méthode après la révision 1, une nouvelle révision est créée. Une nouvelle version est également créée par l'opération de publication d'une méthode maîtresse.

Si vous sélectionnez une révision dans le dossier Old Revisions (Révisions anciennes) d'un dossier de méthode sélectionné, la **Method Description (Description de méthode)** et le **Method Logbook (Journal de méthode)** de la révision apparaissent dans l'espace de travail.

Sections de méthodes Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique

Commencez la création d'une méthode maîtresse en sélectionnant **Method (Méthode)** dans la liste **New (Nouveau)** de la barre d'outils standard. L'assistant **Method Wizard** vous guide dans la procédure de création ; sur chaque page de l'assistant Method Wizard, vous pouvez sélectionner les paramètres de base pour une section différente de la méthode. Vous pouvez ensuite accéder aux différentes sections de la méthode en vue **Method (Méthode)** pour préciser en détail les paramètres de la méthode.

Configuration de l'instrument

Cette section vous permet d'entrer les paramètres pour les instruments configurés. Chaque module de l'instrument comporte un nœud dans l'arbre de sélection.

Variables d'échantillon

Les variables d'échantillon sont des facteurs et des variables utilisés pour la quantification, les calculs personnalisés et les rapports.

Variables d'échantillon système

L'application AQ/CQ pharmaceutique fournit un multiplicateur et un diviseur comme variables de quantification. L'attribution d'un nom d'en-tête active ces variables.

Quand vous attribuez une méthode qui utilise ces variables à un échantillon ou une séquence, les variables avec leurs valeurs par défaut apparaissent sur l'onglet **Amounts (Quantités)** du panneau **Sample Entry (Saisie d'échantillon)**. Vous pouvez modifier les valeurs de ces variables pour chaque échantillon avant l'analyse.

System Defined Sample Variables (Set by the user in Sample Entry and used in quantification)				
	Variable ID	Display Name	Default Value	
1	Multiplier_1	Multiplier	1	
2	Multiplier_2	Dilution	1	
3	Multiplier_3	Purity	1	
4	Multiplier_4		1	
5	Multiplier_5		1	
6	Divider_1	Divisor	1	
7	Divider_2		1	
8	Divider_3		1	
9	Divider_4		1	

Custom Sample Variables (Set by the user in Sample Entry and used in custom calculators and report generators)				
	Variable ID	Display Name	Default Value	Units
1				

Variables d'échantillon personnalisées

Vous pouvez définir votre propre groupe de variables, multiplicateurs ou diviseurs; elles sont utilisées dans des calculs personnalisés et les rapports. Vous pouvez entrer des noms d'en-tête, des valeurs par défaut et des commentaires qui apparaissent dans les tableaux de rapport des échantillons.

Modèle de séquence

Un *modèle de séquence* permet d'indiquer l'ordre et le nombre des échantillons d'étalonnage et des échantillons inconnus dans la table de séquence.

Le modèle de séquence apparaît comme la table de séquence dans la vue **Sample (Echantillon)** quand vous avez créé une séquence pour la méthode utilisant ce modèle. Vous pouvez programmer l'analyse de la séquence sans effectuer de changement dans la table basée sur le modèle.

Si vous devez entrer des étalons dans le modèle de séquence, vous devez commencer par configurer l'étalonnage dans le traitement des données.

	Sample Name	Sample Type	Cal. Level	Bracketing	Custom Sample Group	Vial #
1	wfj_171001_j20_1FA_cl_1.1	Calibration	1	Open	1FA_cl_1	1
2	wfj_171001_j20_1FA_cl_2.1	Calibration	2	None	1FA_cl_2	1
3	wfj_171001_j20_1FA_cl_3.1	Calibration	3	None	1FA_cl_3	1
4	wfj_171001_j20_1FA_sa_1.1	Sample			1FA_sa_1	1
5	wfj_171001_j20_1FA_sa_2.1	Sample			1FA_sa_2	1
6	wfj_171001_j20_1FA_sa_3.1	Sample			1FA_sa_3	1
7	wfj_171001_j20_1FA_cl_1.2	Calibration	1	None	1FA_cl_1	1
8	wfj_171001_j20_1FA_cl_2.2	Calibration	2	None	1FA_cl_2	1
9	wfj_171001_j20_1FA_cl_3.2	Calibration	3	None	1FA_cl_3	1
10	wfj_171001_j20_1FA_sa_1.2	Sample			1FA_sa_1	1
11	wfj_171001_j20_1FA_sa_2.2	Sample			1FA_sa_2	1

Chromatogramme d'exemple

Tout chromatogramme acquis au cours d'une injection unique et que vous choisissez pour définir les paramètres d'intégration et d'identification constitue un *chromatogramme d'exemple*.

Vous pouvez commencer par créer un *chromatogramme d'exemple* avant de définir les paramètres de traitement des données de la méthode. Le chromatogramme d'exemple permet de tester les paramètres et événements d'intégration pour identifier les composés. Vous pouvez aussi utiliser ce chromatogramme pour comparer vos résultats à d'autres échantillons.

Consultez l'aide en ligne « Produce an example chromatogram » (Production d'un chromatogramme d'exemple) pour savoir comment initialement produire un chromatogramme d'exemple pour une méthode.

Sélectionnez un chromatogramme dans la base de données ou analysez un échantillon pour obtenir le chromatogramme d'exemple. Il suffit d'une méthode de base (paramètres d'instrument seulement) pour produire un tel chromatogramme. Il n'est pas nécessaire de sélectionner un chromatogramme d'exemple pour configurer le traitement des données.

Intégration

Événements initiaux et programmés Vous pouvez définir les événements initiaux et chronoprogrammés pour un signal donné ou pour tous les signaux d'un détecteur.

Outils d'intégration d'un chromatogramme Si les paramètres d'intégration du chromatogramme d'exemple ne vous conviennent pas, vous pouvez modifier les paramètres d'intégration dans cette section de la méthode.



- **Integrate (Intégrer)** – Le bouton **Integrate (Intégrer)** permet d'intégrer le chromatogramme d'exemple une fois que vous avez modifié les événements.
- **Autointegrate (Intégrer automatiquement)** – Cette fonction calcule les paramètres par défaut du chromatogramme.

Identification des composés

Possibilité d'ajouter ou de supprimer des critères d'identification



Vous pouvez utiliser la barre d'outils ou le menu contextuel, dans le chromatogramme ou la table des composés, pour ajouter ou supprimer des identifications. Pour identifier tous les pics en tant que composés, le plus facile est d'utiliser le bouton **Add Times of Signal (Ajouter les temps d'acquisition)**.

Voir le Guide de référence technique pour plus de détails sur les algorithmes d'intégration et les procédés utilisés par NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity pour l'identification des composés.

Sommation de pics Vous ne pouvez activer la sommation de pics qu'en sélectionnant l'option **Peak Summing (Sommation de pics)** dans l'assistant **Method Wizard**. Vous pouvez ensuite interactivement délimiter la zone d'action sur le chromatogramme.

Confirmation Si votre méthode est configurée pour acquérir des spectres, vous pouvez utiliser les spectres pour confirmer l'identité du composé par comparaison du spectre de sommet avec un spectre de référence sélectionné. Le spectre de référence peut être un spectre unique ou un spectre moyen obtenu sur toute la plage de longueurs d'onde ou une plage spécifiée, il peut aussi inclure une soustraction de bruit de fond.

Pureté UV

Si votre méthode est configurée pour acquérir des spectres, vous pouvez utiliser les spectres acquis pour vérifier l'homogénéité du pic chromatographique. Chaque spectre acquis dans le pic est comparé au spectre de sommet ; les différences sont calculées sous forme d'une valeur de pureté, qui permet d'afficher un avertissement ou une notification de rejet. Vous pouvez définir les calculs de pureté sur toute la plage de longueurs d'onde ou une plage spécifiée, à l'aide de tous les spectres acquis ou d'une sélection seulement, en incluant éventuellement une soustraction de bruit de fond. Vous pouvez aussi définir un seuil de bruit pour les calculs de pureté, et indiquer les niveaux auxquels sont envoyées des notifications d'avertissement et de rejet.

Gestion des spectres

La configuration de gestion des spectres précise les paramètres d'affichage des spectres en revue de données. Vous pouvez choisir de réviser les spectres sur toute la plage de longueurs d'onde acquises ou une plage réduite, avec tous les spectres acquis ou une sélection seulement, en incluant éventuellement une soustraction de bruit de fond.

Étalonnage

L'application AQ/CQ pharmaceutique apporte de nombreux choix pour configurer l'étalonnage. Les deux qui se dégagent pour distinguer l'étalonnage de NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity d'autres programmes sont notamment :

- Vous pouvez entrer des quantités d'étalons pour chaque échantillon.

- Vous pouvez définir des étalonnages dont les facteurs de réponse sont enregistrés dans la méthode et utiliser des étalons pour confirmer de temps en temps l'étalonnage. Vous pouvez aussi définir un étalonnage comportant un réétalonnage fréquent avec des étalons disséminés au long de la séquence. Pour plus d'informations, voir « [Étalonnage](#) » page 119.

Quantification

Un *groupe de composés* est un groupe de composés étalonnés ou non pour lequel vous pouvez définir des calculs personnalisés et des limites.

Les composés identifiés supprimés de la table d'étalonnage apparaissent dans l'espace de travail **Quantitation (Quantification)** comme composés non étalonnés. Pour les composés non étalonnés et les pics non identifiés, vous pouvez spécifier un facteur de réponse basé sur le facteur de réponse d'un composé étalonné. Vous pouvez également définir des *groupes de composés* pour les composés étalonnés et non étalonnés.

Calculs personnalisés

L'application AQ/CQ pharmaceutique vous permet d'inclure des calculs additionnels et des conditions agissant sur les données issues de la quantification. Ces calculs personnalisés peuvent être utilisés dans des calculs ultérieurs et peuvent être affichés dans la vue **Result (Résultats)** et dans les rapports imprimés. Ils sont enregistrés dans la base de données avec les résultats produits automatiquement par le logiciel. Pour plus d'informations, voir « [Présentation de revue de données](#) » page 125.

Limites

Vous pouvez définir des limites pour les types de résultats suivants :

- Injections uniques
- Récapitulatifs d'injections multiples
- Groupes de type d'échantillons – uniquement avec les séquences

Les variables et calculs disponibles sont ceux qui étaient disponibles ou que vous avez configurés pour les différents types de résultats dans l'espace de travail **Custom Calculations (Calculs personnalisés)**. A l'intérieur de chaque type de résultats, vous pouvez définir les limites pour différents groupes d'échantillons et appliquer ces limites à tous les composés ou aux groupes de composés que vous définissez dans la quantification.

Tous les résultats de comparaison aux différentes limites établies pour un même élément sont regroupés en un seul résultat.

REMARQUE

Vous pouvez par exemple définir des limites pour les phthalates qui apparaissent dans vos résultats d'injection unique pour l'étalon. Pour cela, dans la quantification, vous définissez un groupe de composés appelé phthalates et vous lui attribuez à la fois les phthalates étalonnés et non étalonnés du groupe.

Présentation de revue de données

Les éléments de la table de résultats et des récapitulatifs qui apparaissent en vue **Result (Résultats)** dépendent de vos choix de présentation de revue de données. Pour plus d'informations, voir « [Présentation de revue de données](#) » page 125.

Rapports

Configuration des rapports dans la méthode. Vous pouvez modifier certains des paramètres de la méthode pour chaque échantillon individuel ou pour une séquence. Les rapports sont automatiquement produits lorsque l'échantillon ou la séquence sont analysés et peuvent être produits de nouveau lors d'un retraitement. Pour plus d'informations, voir « [Rapports](#) » page 243.

Étalonnage

Choix possibles pour l'étalonnage dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity

L'*Étalonnage* détermine les facteurs de réponse par l'utilisation d'étalons permettant de calculer les concentrations absolues dans les échantillons.

Un *étalon* est un échantillon contenant une quantité connue du composé à quantifier.

Un *facteur de réponse* est la valeur soit du rapport réponse/quantité de chaque pic, soit du rapport quantité/réponse. Il peut également être calculé par une régression.

Un *étalonnage à un seul niveau* n'utilise qu'une seule concentration d'étalon pour la courbe d'étalonnage. La courbe d'étalonnage se réduit à la droite passant par les deux points constitués par l'origine et le rapport concentration/réponse de l'étalon.

Un *étalonnage multiniveau* utilise plusieurs concentrations de la solution d'étalon, vous pouvez alors sélectionner le type de courbe correspondant le mieux aux données.

La plupart des choix d'étalonnage pour NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity s'effectuent dans l'assistant **Method Wizard**. Après l'achèvement de l'assistant **Method Wizard** et enregistrement de vos choix d'étalonnage, ceux-ci ne sont plus modifiables. Pour utiliser des sections d'étalonnage différentes, vous devez créer une méthode avec ces nouveaux choix.

Table d'étalonnage des composés

Vous pouvez définir une nouvelle table d'étalonnage, garder l'ancienne table d'étalonnage d'une méthode que vous copiez, ou définir un étalonnage manuel.

Modes d'étalonnage

Pour les échantillons individuels comme pour les séquences, vous pouvez définir l'étalonnage avec l'assistant Method Wizard avec les options suivantes :

- Une quantité fixe ou variable pour un étalonnage à un seul niveau.
- Une quantité fixe ou variable pour un étalonnage multiniveau.
- Etalonnage manuel.

Si vous avez choisi **Variable Amounts (Quantités variables)** dans l'assistant **Method Wizard**, vous pouvez entrer une nouvelle quantité lors de la saisie d'un échantillon ou d'une séquence en vue **Sample (Echantillon)**. Si vous avez choisi **Fixed Amounts (Quantités fixes)** dans l'assistant **Method Wizard**, vous devez entrer les quantités correspondant à chaque composé sous **Calibration (Etalonnage)** en vue **Method (Méthode)**. Il est impossible d'entrer une nouvelle quantité lors de la saisie d'un échantillon en vue **Sample (Echantillon)**.

Réétalonnage et ordre de quantification

Pour les séquences, vous pouvez sélectionner le type de réétalonnage et l'ordre de quantification des échantillons avec les étalons :

- **Etalonnage à mise à jour simple**
Un ensemble d'échantillons est quantifié à partir de l'étalon ou de la moyenne des étalons qui précèdent l'ensemble d'échantillons.
- **Etalonnage global**
Les étalons sont analysés et leur moyenne calculée avant que les échantillons ne soient quantifiés (cette méthode est aussi appelée encadrement par la « grande moyenne »).
- **Encadrement**
Un groupe d'échantillons est quantifié sur la base de la moyenne d'étalons analysés avant et après l'échantillon à quantifier.

Étalonnage à mise à jour simple

Dans l'étalonnage à mise à jour simple, la table d'étalonnage est mise à jour après chaque analyse d'un étalon. La table d'étalonnage mise à jour est utilisée pour quantifier les échantillons suivants jusqu'au prochain étalon. La séquence des événements est présentée sur la [Figure 23](#).

La table d'étalonnage peut être initialisée avec des temps de rétention et des facteurs de réponse par la fonction de substitution **Replace (Remplacer)** pour l'étalonnage. Ce mode est particulièrement utilisé au début d'une séquence d'analyses en CLHP.

Pour produire une moyenne mobile des temps de rétention ou des facteurs de réponse des étalons, l'option **Average (Moyenne)** doit être utilisée pour l'étalonnage. Ce mode est utilisé en particulier après le remplacement des données d'étalonnage.

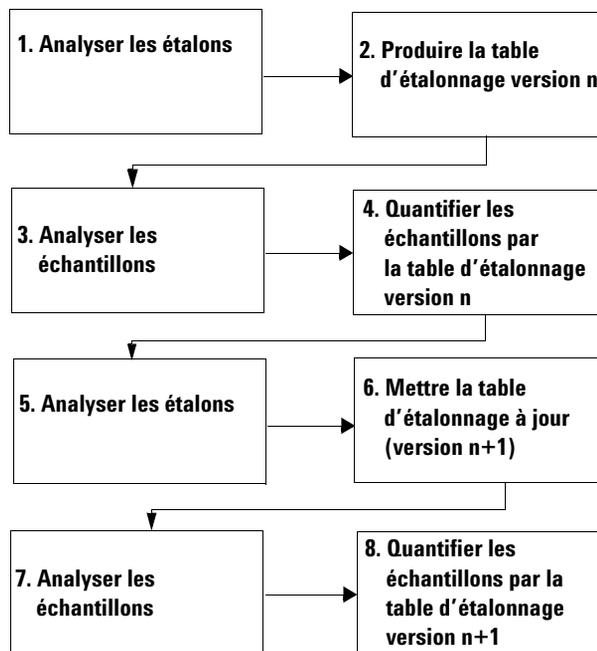


Figure 23 Déroulement du réétalonnage à mise à jour simple

Encadrement

Dans l'étalonnage avec encadrement, la table d'étalonnage est mise à jour au moyen de 2 groupes d'étalons placés avant et après le groupe d'échantillons à analyser. Les échantillons ne sont pas quantifiés jusqu'à l'analyse du second groupe d'étalons. La séquence des événements est présentée sur la Figure 24.

Les facteurs de réponse sont remplacés au début de l'encadrement, puis la moyenne avec les facteurs de réponse obtenus à la fin de l'encadrement est effectuée. Les temps de rétention sont traités de la même manière que dans l'étalonnage à mise à jour simple.

Pour l'évaluation des analyses d'adéquation du système, le système permet un étalonnage à mise à jour simple initial à insérer au tout début de la séquence, avant l'étalonnage encadrant.

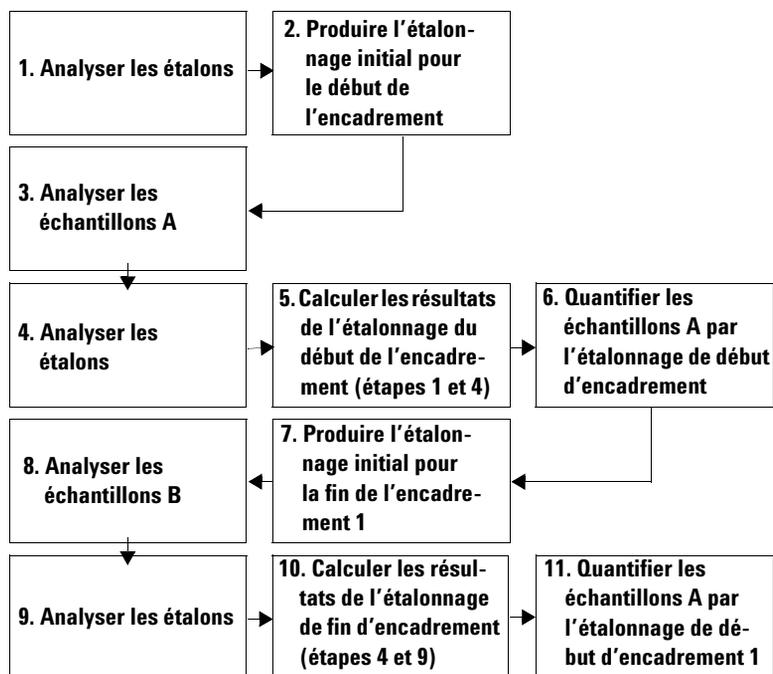


Figure 24 Déroulement d'un réétalonnage encadrant

Encadrement global

Dans l'étalonnage avec encadrement global, la table d'étalonnage est initialisée au démarrage de la séquence. Les résultats du premier ensemble d'étalons de la séquence remplacent les résultats d'étalonnage existants. Tous les étalons de la séquence sont alors utilisés pour produire une table d'étalonnage à la fin de la séquence. Ceci permet de quantifier tous les échantillons. La séquence des événements est présentée sur la [Figure 25](#).

Les facteurs de réponse sont remplacés au début de la séquence par les valeurs du premier étalon puis la moyenne avec l'ensemble des étalons de la séquence est effectuée. Les temps de rétention sont traités de la même manière que dans l'étalonnage à mise à jour simple.

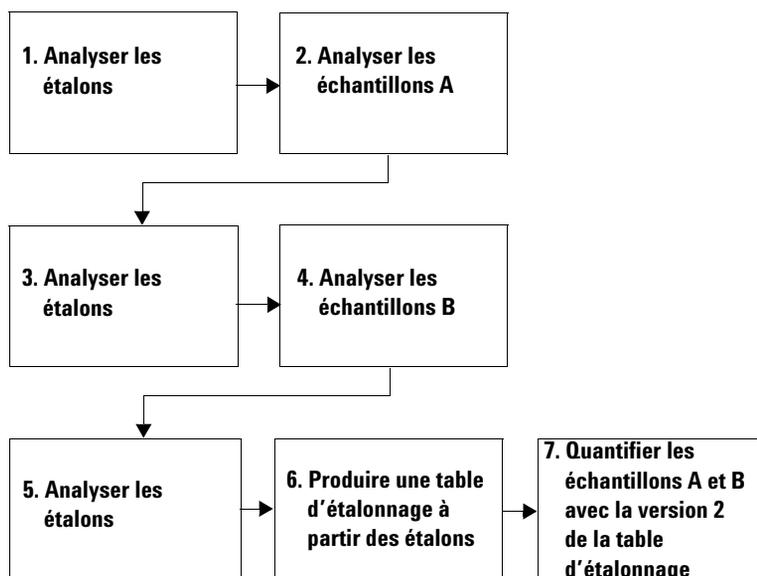


Figure 25 Déroulement d'un réétalonnage encadrant global

Procédures d'étalonnage

Pour les séquences, vous pouvez choisir entre deux procédures d'étalonnage :

- Etalonnage spécifique de l'instrument
- Etalonnage spécifique de la séquence

Étalonnage spécifique de l'instrument Ce type de procédure d'étalonnage permet d'étalonner un instrument pour une analyse donnée. Utilisez cette procédure lorsque l'étalonnage est stable pendant une longue période. Lorsque vous analysez les étalons avec la méthode, les facteurs de réponse et les courbes d'étalonnage sont enregistrés avec la méthode. Tous les échantillons utilisant cette méthode sont ensuite quantifiés avec les facteurs de réponse de la méthode. Vous pouvez choisir de mettre à jour l'étalonnage avec de nouveaux étalons. Utilisez cette procédure principalement avec les analyses en CPG. Vous analyserez les échantillons individuels avec ce type de procédure.

Étalonnage spécifique de la séquence Ce type de procédure d'étalonnage permet d'étalonner un instrument pour la séquence en cours uniquement. Utilisez cette procédure lorsque l'étalonnage est stable pendant une courte période seulement. Les facteurs de réponse ne sont pas enregistrés avec la méthode. Ils sont mis à jour à chaque fois que vous analysez la séquence avec des étalons pour une méthode donnée. Utilisez cette procédure principalement avec les analyses en CPL.

Présentation de revue de données

Types de présentation

NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity affiche les résultats dans la vue **Result (Résultats)** pour les ensembles de résultats suivants :

- Injection unique, récapitulatif d'injections multiples et étalonnage.

Pour les séquences, l'application affiche des résultats pour les groupes suivants de type d'échantillon :

- Groupe d'échantillons CQ
- Groupe d'échantillons
- Groupe d'étalons
- Groupe d'échantillons personnalisés
- Groupe de qualification

Choix sur l'affichage

La section **Data Review Layout (Présentation de revue de données)** de la méthode permet de choisir d'afficher dans la vue **Result (Résultats)** les résultats et tables récapitulatives, les titres d'informations et lignes d'état pour chaque ensemble de résultats, avec les différences suivantes.

- Vous pouvez choisir d'afficher le signal, uniquement pour la vue de résultats de l'injection unique.
- Vous pouvez choisir d'afficher la table et la courbe d'étalonnage ainsi que le tracé des résidus, uniquement dans la vue de résultats d'étalonnage.

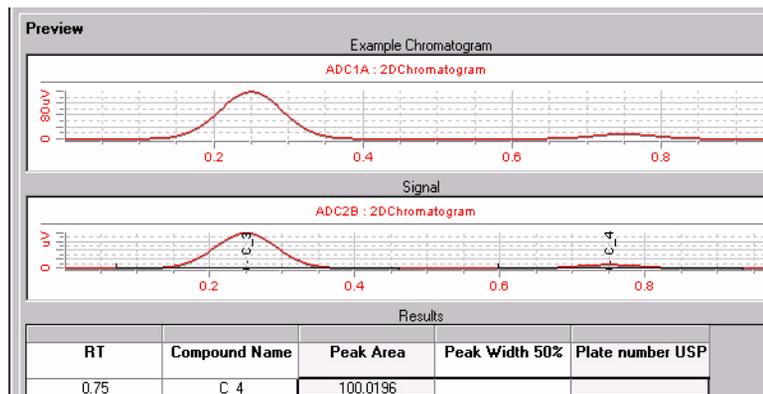
Choix des résultats pour la table de résultats

Pour chacune des tables que vous choisissez d'afficher, vous pouvez choisir les champs et les variables qui apparaîtront soit en en-tête de colonne, soit comme élément d'une table.

Les champs et les variables qui apparaissent pour chacun des résultats sont ceux que le système fournit ou que vous définissez comme variable personnalisée ou variable de calcul personnalisée. Seules les variables que vous définissez pour chaque groupe de type d'échantillon dans les calculs personnalisés apparaissent ici pour ce groupe de type d'échantillon.

Prévisualisation des choix

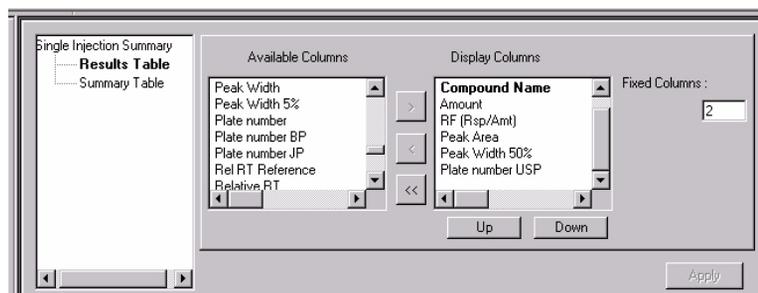
Lors d'une sélection ou modification, la présentation correspondante apparaît dans la section Preview (Aperçu) de l'espace de travail **Data Review Layout (Présentation de revue de données)**. Les changements sont pris en compte lorsque vous cliquez sur le bouton **Apply (Appliquer)**.



Adéquation du système

Vous pouvez produire des valeurs d'adéquation du système dans la vue **Result (Résultats)** par deux actions dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity :

- Cochez la case d'adéquation du système dans l'assistant **Method Wizard**.
- Sélectionnez les calculs d'adéquation du système dont vous souhaitez faire calculer les valeurs dans l'élément **Data Review Layout (Présentation de revue de données)** correspondant à des injections uniques.



Les résultats d'adéquation du système apparaissent alors dans la **Results Table (Table de résultats)** pour les injections uniques.

Types de rapport

A chaque type de résultat correspond un *type de rapport*.

La première fois que vous définissez une méthode, vous sélectionnez les types de rapport que vous voulez imprimer lorsqu'une analyse ou une séquence est effectuée avec la méthode. Les types de rapport disponibles pour la méthode apparaissent sur l'espace de travail **Reporting (Création de rapport)**. Il n'est pas possible d'ajouter de nouveaux types de rapport à la liste.

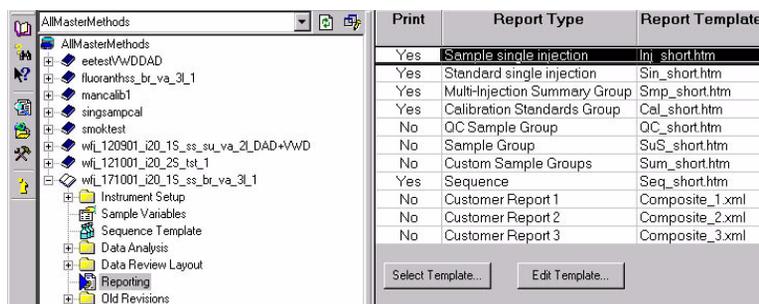


Figure 26 Zone de travail des rapports de la vue Method (Méthode).

Types de rapport pour les échantillons individuels

Pour définir une méthode pour des échantillons individuels, vous pouvez utiliser les types de rapport correspondant aux trois types de résultats suivants :

- Injection unique d'un échantillon.
- Injection unique d'un étalon.
- Récapitulatif d'injection multiple.

Types de rapport pour les séquences

Pour définir une méthode de séquence, vous disposez de onze types de rapport :

- Injection unique d'un échantillon.
- Injection unique d'un étalon.
- Récapitulatif d'injection multiple.
- Groupe d'étalons.
- Groupe d'échantillons CQ.
- Groupe d'échantillons.
- Groupes personnalisés d'échantillons.
- Séquence.
- Rapports clients 1, 2 ou 3.

Destination du rapport

Vous pouvez modifier les types de rapport déjà préparés dans la vue **Method (Méthode)** pour qu'ils s'impriment quand vous entrez un échantillon individuel ou que vous définissez une séquence. Vous utilisez pour cela l'onglet **Report Destination (Destination du rapport)** du panneau **Sample Entry (Entrée d'échantillons)** de la vue **Sample (Echantillon)**.

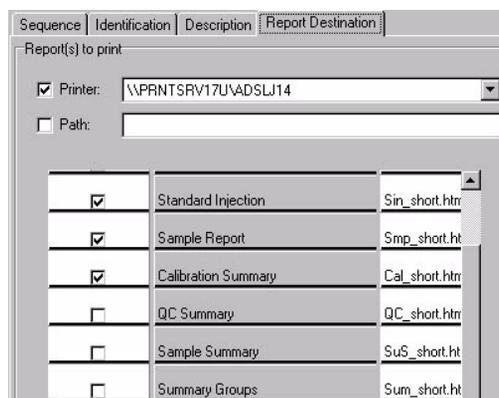


Figure 27 Onglet de destination du rapport du panneau des options de séquences

REMARQUE

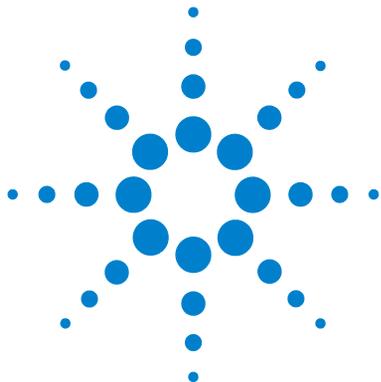
Vous devez ajouter le nom de l'échantillon ou de la séquence au chemin pour retrouver rapidement le rapport de l'échantillon ou de la séquence.

L'administrateur Cerity NDS définit les chemins et les imprimantes permettant d'enregistrer et d'imprimer vos rapports. Vous pouvez modifier l'imprimante de destination des rapports ou le répertoire de destination des rapports sous l'onglet **Report Destination (Destination des rapports)** du panneau d'entrée d'échantillons.

Programme de consultation des rapports Cerity

L'administrateur Cerity NDS définit le chemin vers le répertoire d'enregistrement de vos rapports. Le programme Cerity **Report Viewer** (Outil de consultation des rapports) ouvre le répertoire contenant vos rapports d'échantillons ou de séquences. Vous ne pouvez imprimer les rapports qu'à partir de Cerity **Report Viewer (Programme de consultation des rapports)**.

Vous pouvez imprimer les rapports de méthode depuis le menu **File (Fichier)** de la vue **Method (Méthode)**. La base de données remplit les champs du modèle de rapport et place le rapport dans le programme Cerity **Report Viewer**. Vous pouvez imprimer le rapport à partir de **Report Viewer**.



7 Notion de traitement de données

Intégration	132
Identification des pics	173
Pureté UV	188
Gestion des spectres	191
Étalonnage	193
Quantification	209
Calculs personnalisés	213
Retraitement des méthodes étalonnées	231
Versions de résultats et de table d'étalonnage	238

Les concepts des procédures de traitement de données, de l'intégration à la mise en forme des rapports, sont expliqués dans le chapitre 7.



Intégration

Généralités

Pour intégrer un chromatogramme, l'intégrateur :

- 1 définit la ligne de base initiale,
- 2 suit et met à jour continuellement la ligne de base,
- 3 identifie le temps de début pour un pic et marque ce point avec une graduation verticale,
- 4 trouve le sommet de chaque pic et imprime le temps de rétention/migration,
- 5 identifie le temps de fin pour un pic et marque ce point avec une graduation verticale,
- 6 construit une ligne de base, et
- 7 calcule l'aire, la hauteur et la largeur pour chaque pic.

Ce processus est contrôlé par des *événements d'intégration*. Les événements les plus importants sont **initial slope sensitivity (seuil de pente initiale)**, **peak width (largeur de pic)**, **area reject (réjection d'aire)** et **height reject (réjection de hauteur)**. Vous pouvez définir des valeurs initiales pour ces événements et pour d'autres. Les valeurs initiales prennent effet au début du chromatogramme. De plus, la fonction d'intégration automatique fournit un ensemble d'événements initiaux que vous pouvez optimiser ultérieurement.

Dans la plupart des cas, les événements initiaux donnent de bons résultats d'intégration sur la totalité du chromatogramme, mais parfois vous souhaitez mieux contrôler la progression d'une intégration.

Le logiciel permet de contrôler le mode d'intégration en vous permettant de programmer de nouveaux événements d'intégration à des temps appropriés sur le chromatogramme.

Pour plus d'informations, voir « [Événements d'intégration](#) » page 165.

Principe de fonctionnement

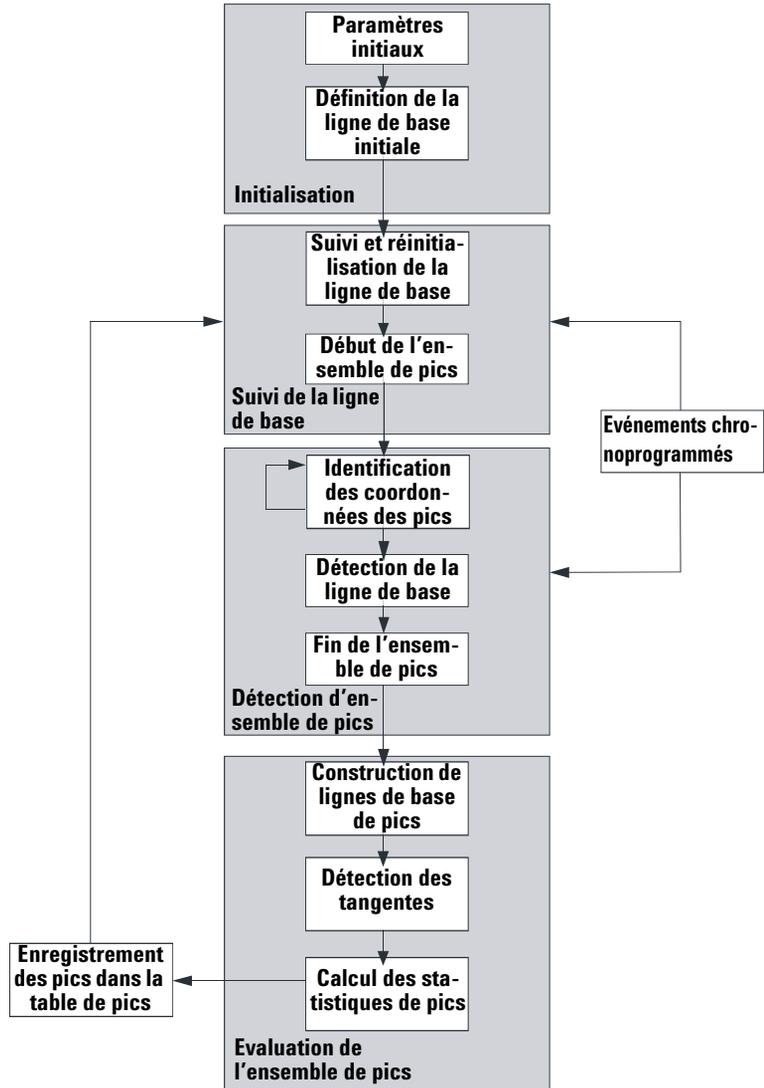


Figure 28 Diagramme de fonctionnement de l'intégrateur

Définition de la ligne de base initiale

Les conditions de la ligne de base dépendent de l'application et du matériel utilisé pour le détecteur, l'intégrateur utilise donc des paramètres provenant de la méthode comme du fichier de données pour optimiser la ligne de base.

Pour que l'intégrateur puisse intégrer des pics, celui-ci doit établir un *point de ligne de base*. Au début de l'analyse, l'intégrateur définit un niveau de ligne de base initiale, en prenant le premier point de données comme ligne de base provisoire. Il essaie ensuite de redéfinir ce point de ligne de base initial en se basant sur la moyenne du signal d'entrée. S'il n'obtient pas un point de ligne de base initial redéfini, il garde le premier point de données comme point de ligne de base initiale potentiel.

Suivi de la ligne de base

L'intégrateur échantillonne les données numériques à une fréquence déterminée par la largeur de pic initiale ou par la largeur de pic calculée, au fur et à mesure de l'analyse. Il considère chaque point de données comme un point de ligne de base potentiel.

L'intégrateur détermine une *enveloppe de ligne de base* à partir de sa pente, dans l'algorithme de suivi la pente est la dérivée première et la courbure la seconde dérivée. L'enveloppe de ligne de base peut être vue comme un cône, dont la pointe se situe au point de données en cours. Les niveaux d'acceptation supérieure et inférieure du cône sont :

+ pente montante + courbure + décalage de ligne de base doit être inférieur au niveau de seuil

- pente montante - courbure + décalage de ligne de base doit être plus positive (c'est-à-dire moins négative) que le niveau de seuil

Au fur et à mesure de l'acceptation de nouveaux points de données, le cône avance jusqu'à l'apparition d'une rupture.

Pour être accepté comme point de ligne de base, un point de données doit répondre aux conditions suivantes :

- il doit se trouver à l'intérieur de l'enveloppe de ligne de base définie.
- la courbure de la ligne de base au point de donnée (déterminée par les filtres de dérivation), doit être une valeur critique, déterminée par le réglage de sensibilité de pente en cours.

Le point de ligne de base initial, établi au début de l'analyse, est ensuite révisé continuellement à une fréquence déterminée par la largeur du pic, pour la *moyenne mobile* des points de données inclus *dans l'enveloppe de la ligne de base* sur une période déterminée par la largeur du pic. L'intégrateur suit et révisé périodiquement la ligne de base pour compenser sa dérive, jusqu'à la détection d'un front montant de pic.

Attribution de la ligne de base

L'intégrateur attribue la ligne de base chromatographique pendant l'analyse à une fréquence définie par la valeur de largeur de pic. Quand l'intégrateur a échantillonné un certain nombre de points de données, il réinitialise la ligne de base du point de ligne de base initial au point de ligne de base en cours. L'intégrateur reprend le suivi de la ligne de base sur les points de données suivants définis et réinitialise à nouveau la ligne de base. Ce processus continue jusqu'à ce que l'intégrateur identifie le début d'un pic.

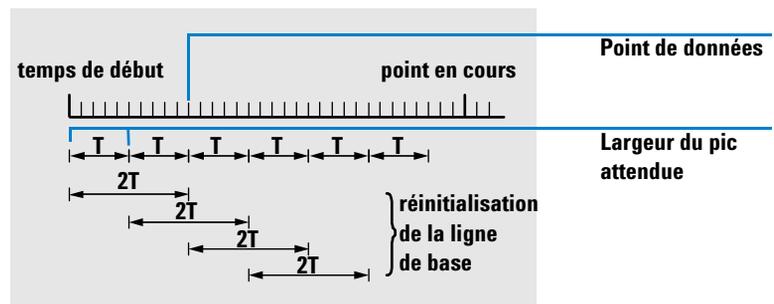


Figure 29 Ligne de base

Au début de l'analyse, ce réglage de ligne de base est utilisé comme ligne de base initiale. Si la valeur n'est pas définie, c'est le premier point de données qui est utilisé. Ce point de données est ensuite révisé périodiquement selon la formule suivante :

Les aires sont additionnées sur un temps T (largeur de pic attendue). Ce temps ne peut jamais être inférieur à l'intervalle entre les points de données. La procédure se poursuit tant que la condition sur la ligne de base existe. La pente et la courbure sont aussi calculées. Si la pente et la courbure sont toutes deux inférieures au seuil, deux aires sommées sont ajoutées, et comparées avec la ligne de base précédente. Si la nouvelle valeur est inférieure à la ligne de base précédente, cette nouvelle valeur remplace immédiatement la précédente. Si la nouvelle valeur est supérieure à la précédente, elle est enregistrée comme valeur possible de nouvelle ligne de base et confirmée si une ou plusieurs valeurs sont conformes aux critères de pente et de platitude de la courbure. Cette dernière limitation n'est pas prise en compte si les pics négatifs sont autorisés. Pendant le suivi de la ligne de base, un contrôle doit aussi être effectué pour examiner les solvants à montée rapide. Ceux-ci peuvent être trop rapides pour la détection de front montant. (Au moment où la pente montante est confirmée, le critère de solvant peut ne plus être valide). A la première occurrence le premier point de données est sur la ligne de base. Il est remplacé par la moyenne sur $2T$ si le signal est sur la ligne de base. La ligne de base est ensuite réinitialisée à chaque période T (voir [Figure 29](#) page 135).

Identification des points cardinaux d'un pic

L'intégrateur détermine qu'un pic pourrait être en cours lorsque les points de ligne de base potentiels se situent hors de l'enveloppe de la ligne de base et que la courbure de la ligne de base dépasse une certaine valeur, définie par le paramètre de seuil de l'intégrateur. Si cette condition persiste, l'intégrateur reconnaît le front montant d'un pic, le pic est alors traité.

Début

- 1 Pente et courbure dans la limite : suivre la ligne de base.
- 2 Pente et courbure au-dessus de la limite : possibilité d'un pic.
- 3 La pente reste au-dessus de la limite : pic reconnu, point cardinal défini.
- 4 La courbure devient négative : point d'inflexion avant.

Sommet

- 5 La pente passe par zéro et devient négative : sommet du pic, point cardinal défini.
- 6 La courbure devient positive : point d'inflexion arrière.

Fin

- 7 Pente et courbure dans la limite : la fin du pic est proche.
- 8 La pente et la courbure restent dans la limite : fin du pic, point cardinal défini.
- 9 L'intégrateur revient en mode de suivi de ligne de base.

Reconnaissance du pic

L'intégrateur utilise différents *outils* pour reconnaître et caractériser un pic :

- la largeur du pic,
- les filtres de reconnaissance du pic,
- le regroupement de tranches d'intégration (bunching),
- l'algorithme de reconnaissance du pic,
- l'algorithme de sommet du pic, et
- des calculs non gaussiens (par exemple de traînée, fusion de pics).

Largeur du pic

Pendant l'intégration, la largeur du pic est calculée à partir de l'aire et de la hauteur du pic :

$$Width = Area/Height$$

ou, si les points d'inflexion sont disponibles, à partir de la largeur entre les points d'inflexion.

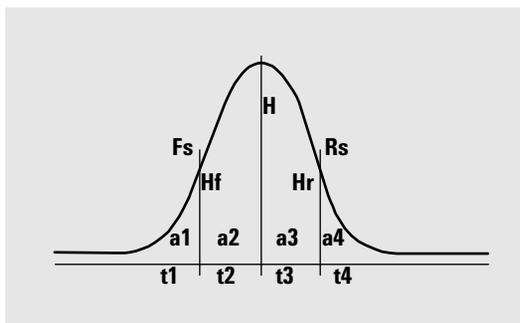


Figure 30 Calcul des largeurs de pics

Sur la [Figure 30](#), l'aire totale, A, est la somme des aires a1, a2, a3 et a4. Fs est la pente avant au point d'inflexion, Rs est la pente arrière au point d'inflexion. Si l'un ou l'autre point d'inflexion est introuvable, la largeur de pic est définie par :

$$Width = Adjusted\ area/Adjusted\ height$$

Le paramètre de largeur de pic gère la capacité de l'intégrateur à distinguer les pics du bruit de la ligne de base. Pour de bonnes performances, la largeur du pic doit être fixée proche de la largeur des pics chromatographiques réels.

La largeur du pic peut être changée de trois manières :

- avant l'analyse, vous pouvez spécifier la largeur initiale du pic,
- pendant l'analyse, l'intégrateur met automatiquement à jour la largeur du pic de manière à maintenir une bonne correspondance avec les filtres de reconnaissance du pic,
- pendant l'analyse, vous pouvez réinitialiser ou modifier la largeur de pic par un événement chronogrammé.

Pour consulter les définitions de largeurs de pics utilisées par les calculs d'adéquation du système, consultez le Guide de référence technique.

Filtres de reconnaissance de pic

L'intégrateur comporte trois filtres de reconnaissance de pic qu'il utilise pour reconnaître les pics en détectant des variations de la pente et de la courbure dans un ensemble de points de données contigus. Ces filtres contiennent la dérivée première (pour mesurer la pente) et la dérivée seconde (pour mesurer la courbure) des points de données analysés par l'intégrateur. Les filtres de reconnaissance sont :

- Filtre 1** Pente (courbure) de deux (trois) points de données contigus
- Filtre 2** Pente de quatre points de données contigus et courbure de trois points de données non contigus
- Filtre 3** Pente de huit points de données contigus et courbure de trois points de données non contigus

Le filtre réel utilisé est déterminé par le réglage de largeur du pic. Par exemple, au début d'une analyse, le filtre 1 peut être utilisé. Si la largeur de pic augmente pendant l'analyse, le filtre passe au filtre 2, puis au filtre 3. Pour que les filtres de reconnaissance soient performants, la largeur du pic doit être réglée proche de la largeur des pics chromatographiques réels. Pendant l'analyse, l'intégrateur met à jour la largeur de pic si nécessaire pour optimiser l'intégration.

L'intégrateur calcule la largeur de pic mise à jour de différentes façons, selon la configuration d'instrument :

Pour les configurations CPL, le calcul de largeur de pic par défaut utilise un calcul composite

$$(0,3 \times \text{Right inflection point} - \text{Left inflection point}) + 0,7 \times \text{Area/Height}$$

Pour les configurations CPG, le calcul de largeur de pic par défaut utilise aire/hauteur. Ce calcul ne surestimera pas la largeur quand des pics sont fusionnés au-dessus du point de mi-hauteur.

Dans certains types d'analyse, par exemple les analyses CPG isotherme et CPL isocratique, les pics peuvent s'élargir notablement au cours de l'analyse. Pour compenser cela, l'intégrateur met à jour automatiquement la largeur du pic au fur et à mesure que les pics s'élargissent pendant une analyse. Il le fait automatiquement, sauf si la mise à jour a été désactivée ou si la largeur de pic a été définie à une valeur particulière par un événement chronoprogrammé.

La mise à jour de la largeur du pic est pondérée de la manière suivante :

$$0,75 \times (\text{existing peak width}) + 0,25 \times (\text{width of current peak})$$

Si un événement d'intégration programmé désactive ou définit la largeur du pic à une valeur particulière, l'ajustement automatique de la largeur du pic est désactivé.

Regroupement des tranches d'intégration

Le regroupement est le moyen utilisé par l'intégrateur pour conserver les pics élargis dans la plage efficace des filtres de reconnaissance de pics et conserver une bonne sélectivité.

L'intégrateur ne peut continuer à augmenter indéfiniment la largeur des pics. En effet, au-delà d'une certaine largeur, les filtres de reconnaissance des pics ne pourraient plus voir les pics. Pour outrepasser cette limitation, l'intégrateur regroupe les points de données, ce qui revient à réduire la largeur du pic en conservant la même aire.

Lors du regroupement de données, les points sont regroupés par deux puissance facteur de regroupement, c'est-à-dire sans regroupement = 1x, regroupés une fois = 2x, regroupés deux fois = 4x, etc.

Le regroupement se base sur la fréquence d'échantillonnage des données et la largeur de pic. L'intégrateur utilise ces paramètres pour définir le facteur de regroupement et donner le nombre de points de données approprié (voir [Tableau 4](#)).

Le regroupement s'effectue par puissance de deux en fonction de la largeur de pic attendue ou reconnue. L'algorithme de regroupement est résumé dans le [Tableau 4](#) :

Tableau 4 Crières de regroupement

Largeur de pic attendue	Filtre(s) utilisé(s)	Regroupement
0 - 10 points de données	Premier	Aucun
8 - 16 points de données	Deuxième	Aucun
12 - 24 points de données	Troisième	Aucun
16 - 32 points de données	Deuxième	Une fois
24 - 48 points de données	Troisième	Une fois
32 - 96 points de données	Troisième, deuxième	Deux fois
64 - 192 points de données	Troisième, deuxième	Trois fois

L'algorithme de reconnaissance du pic

L'intégrateur identifie le début du pic avec un point de ligne de base déterminé par l'algorithme de reconnaissance de pic. L'algorithme de reconnaissance de pic compare en premier les sorties des filtres de reconnaissance de pic à la valeur de seuil de la sensibilité de pente initiale pour augmenter ou diminuer l'accumulateur de pente montante. L'intégrateur déclare le point auquel la valeur de l'accumulateur de pente montante est ≥ 15 comme point indiquant le début d'un pic.

L'algorithme de reconnaissance de pic est présenté sur la [Figure 31](#).

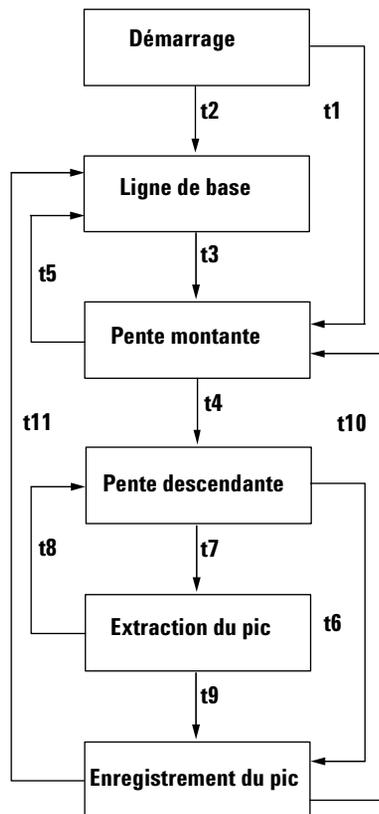


Figure 31 Reconnaissance d'un pic

Les critères sont les suivants :

- t1** Le compteur de pente montante est supérieur ou égal à 1
- t2** Le compte de pente montante est égal à zéro
- t3** Le compteur de pente montante est supérieur ou égal à 2
- t4**
 - a Sommet de pic détecté et demi-largeur de pic détectée ou
 - b Sommet de pic détecté et compteur de pente descendante supérieur ou égal à 2
- t5**
 - a Abandon de pic ou
 - b Réinitialisation immédiate de la ligne de base

- t6**
 - a** Vallée de pic détectée et compteur de pente montante supérieur ou égal à 2 ou
 - b** Sigma de pente descendante supérieur à deux fois le sigma de fin de pic ou
 - c** Réinitialisation immédiate de la ligne de base ou
 - d** Réinitialisation de ligne de base à la vallée suivante et vallée de pic détectée
- t7** Le critère de pente descendante n'est plus respecté
- t8** Le critère de pente descendante est respecté à nouveau
- t9**
 - a** Vallée de pic détectée et compteur de pente montante supérieur ou égal à 2 ou
 - b** Compteur de pente descendante égal à zéro ou
 - c** Sigma de pente descendante supérieur au sigma de fin de pic ou
 - d** Réinitialisation immédiate de la ligne de base ou
 - e** Réinitialisation de la ligne de base à la vallée suivante
- t10** Le compteur de pente montante est supérieur ou égal à 2
- t11** Le compteur de pente montante est inférieur ou égal à 1

Début du pic Dans le [Tableau 5](#) la largeur du pic attendu détermine quelles valeurs de pente et de courbure de filtre sont comparées au seuil. Par exemple, quand la largeur de pic attendue est faible, ce sont les nombres du filtre 1 qui sont ajoutés à l'accumulateur de pente montante. Si la largeur de pic attendue augmente, ce sont les nombres du filtre 2 et finalement ceux du filtre 3 qui sont utilisés.

Quand la valeur de l'accumulateur de pente montante est ≥ 15 , l'algorithme reconnaît la possibilité de début d'un pic.

Tableau 5 Valeurs incrémentales de l'accumulateur de pente montante

Filtre de dérivée 1 - 3	Filtre 1	Filtre 2	Filtre 3
Sorties en fonction du seuil de sensibilité de pente			
Pente > Seuil	+8	+5	+3
Courbure > Seuil	+0	+2	+1
Pente < (-) Seuil	-8	-5	-3
Pente > Seuil	-4	-2	-1
Courbure < (-) Seuil	-0	-2	-1

Fin du pic Dans le [Tableau 6](#) la largeur du pic attendu détermine quelles valeurs de pente et de courbure de filtre sont comparées au seuil. Par exemple, quand la largeur de pic attendue est faible, les nombres du filtre 1 sont ajoutés à l'accumulateur de pente descendante. Si la largeur de pic attendue augmente, ce sont les nombres du filtre 2 et finalement ceux du filtre 3 qui sont utilisés.

Quand la valeur de l'accumulateur de pente descendante est ≥ 15 , l'algorithme reconnaît la possibilité de fin d'un pic.

Tableau 6 Valeurs incrémentales pour l'accumulateur de pente descendante

Sorties des filtres de dérivée 1 – 3 en fonction du seuil de sensibilité de pente	Filtre 1	Filtre 2	Filtre 3
Pente > Seuil	+8	+5	+3
Courbure > Seuil	+0	+2	+1
Pente < (-) Seuil	-11	-7	-4
Pente > Seuil	-28	-18	-11
Courbure < (-) Seuil	-0	-2	-1

L'algorithme de sommet du pic Le sommet du pic est reconnu comme le point le plus élevé du chromatogramme par construction d'une adaptation parabolique passant par les points de données les plus hauts.

Calculs non Gaussiens

Pics fusionnés La fusion des pics apparaît quand un pic commence avant que la fin du précédent ait été détectée. La [Figure 32](#) illustre comment l'intégrateur gère les pics fusionnés.

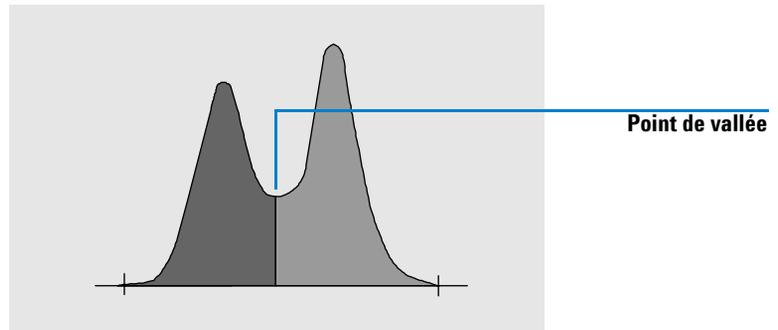


Figure 32 Pics fusionnés

L'intégrateur gère les pics fusionnés de la manière suivante :

- 1 il cumule l'aire du premier pic jusqu'au point de vallée.
- 2 au point de vallée, la sommation d'aires à partir du premier pic s'arrête et la sommation pour le second pic commence.
- 3 quand l'intégrateur trouve la fin du second pic, la sommation d'aires s'arrête. Ce processus peut être vu comme une séparation des pics fusionnés par une ligne perpendiculaire partant du point de vallée entre les deux pics.

Épaulements Les épaulements sont des pics non résolus sur le front ou sur la traîne d'un pic plus grand. Il n'y a pas de vraie vallée dans le sens d'une pente négative suivie d'une pente positive. Un pic peut avoir un nombre quelconque d'épaulements avant et/ou arrière.

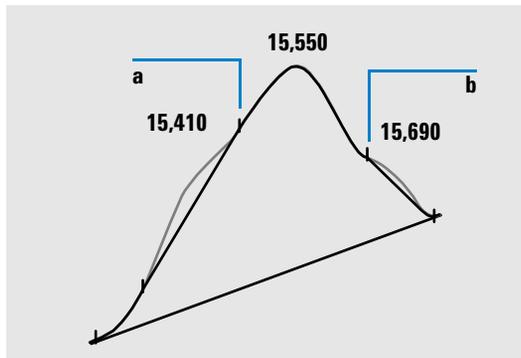


Figure 33 Epaulements de pic

Les épaulements sont détectés à partir de la courbure du pic, mesurée par la dérivée seconde. Quand la courbure passe par zéro, l'intégrateur identifie un point d'inflexion, tels que les points *a* et *b* de la [Figure 33](#).

- Il existe un épaulement avant potentiel quand un second point d'inflexion est détecté avant le sommet du pic. Si un épaulement est confirmé, le début de l'épaulement est défini au point de courbure positive maximale avant le point d'inflexion.
- La détection d'un second point d'inflexion avant la fin du pic ou la vallée indique la possibilité d'un épaulement arrière. Si un épaulement est confirmé, le début de cet épaulement est défini au point cible à partir du point de départ sur la courbe.

Le temps de rétention est déterminé à partir du point de courbure négative maximale de l'épaulement. Avec un événement d'intégration programmé, l'intégrateur peut aussi calculer les aires d'épaulement comme des pics normaux avec des lignes descendantes aux points d'inflexion du pic d'épaulement.

L'aire de l'épaulement est soustraite de celle du pic principal.

Les épaulements peuvent être traités comme des pics normaux à l'aide d'un événement d'intégration programmé.

Attribution de la ligne de base

Après la fin d'un groupe de pics et la détection de la ligne de base, l'intégrateur demande à l'algorithme d'attribution de ligne de base d'attribuer la ligne de base par essais et erreurs. Il utilise des corrections d'aire trapézoïdale et des hauteurs proportionnelles afin de normaliser et de maintenir la ligne de base la plus basse possible. Les entrées dans l'algorithme d'allocation de la ligne de base incluent également des paramètres provenant des fichiers de méthodes et de données, identifiant le détecteur et l'application que l'intégrateur utilise pour optimiser ses calculs.

Construction de la ligne de base par défaut

Dans les cas les plus simples, l'intégrateur construit la ligne de base comme une suite de segments de droite entre :

- le début de la ligne de base,
- les graduations,
- la fin du pic.

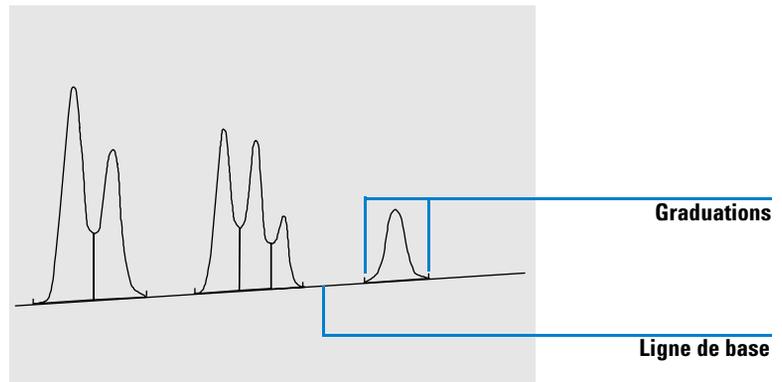


Figure 34 Construction de la ligne de base par défaut

Le début de la ligne de base

Si aucune ligne de base n'est détectée au début de l'analyse, le début de la ligne de base est défini d'une des manières suivantes :

- du début de l'analyse au premier point de ligne de base, si le point de début de l'analyse est plus bas que le premier point de la ligne de base,
- du début de l'analyse au premier point de vallée, si le point de début de l'analyse est plus bas que la première vallée,
- du début de l'analyse au premier point de vallée, si la première vallée pénètre une ligne imaginaire tracée du début de l'analyse à la première ligne de base,
- du début de l'analyse une ligne de base horizontale prolongée depuis le premier point de la ligne de base.

Graduations

Les graduations identifient le début et la fin d'un pic. Leurs positions sont déterminées par les temps de début du pic et de fin du pic enregistrés dans la table des pics.

La fin de la ligne de base

Le dernier point validé de la ligne de base sert à désigner la fin de la ligne de base. Quand l'analyse ne se termine pas sur la ligne de base, la fin de la ligne de base est calculée à partir du dernier point de ligne de base valide jusqu'à la dérive connue de la ligne de base.

Si un pic se termine sur une vallée apparente mais que le pic suivant se trouve en dessous de la valeur de réjection d'aire définie, la ligne de base est projetée à partir du début du pic jusqu'au vrai point de ligne de base suivant. Si un pic débute de manière similaire, la même règle s'applique.

Pénétration de la ligne de base

Une pénétration est définie par une descente du signal en dessous de la ligne de base construite (point **a** sur la [Figure 35](#)). En cas de pénétration de la ligne de base, cette partie de ligne de base est généralement reconstruite comme pour le point **b** de la [Figure 35](#).

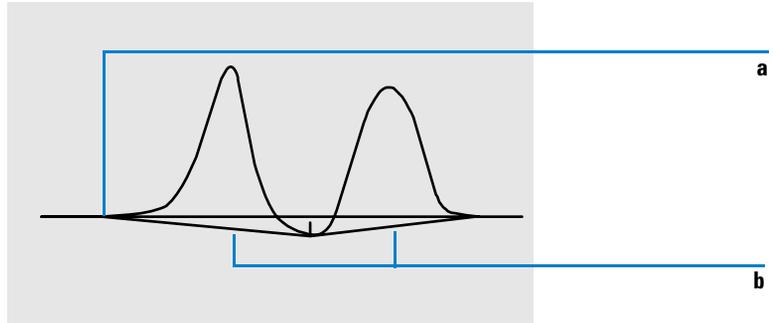


Figure 35 Pénétration de la ligne de base

Les options de suivi de la ligne de base suivantes permettent de supprimer les pénétrations de la ligne de base :

**Classical
Baseline
Tracking (no
penetrations)**
[Suivi classique
de la ligne de
base (sans
pénétration)]

Quand cette option est sélectionnée, une recherche de pénétration de la ligne de base est effectuée sur chaque groupe de pics. Si des pénétrations sont détectées, les points de début et/ou de fin du pic sont décalés jusqu'à éliminer toutes les pénétrations (comparez les lignes de base des [Figure 36](#) et [Figure 35](#)).

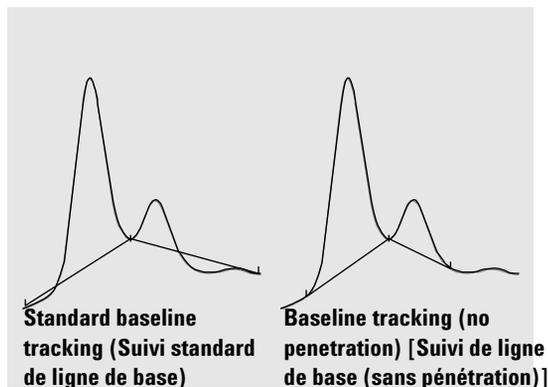


Figure 36 Suivi standard de ligne de base et suivi de ligne de base (sans pénétration)

REMARQUE

Le suivi de ligne de base (sans pénétration) n'est pas disponible pour les pics de solvant, accompagnés de leurs pics fils et épaulements.

Advanced Baseline Tracking (Suivi évolué de la ligne de base)

Dans le mode de suivi évolué de la ligne de base, l'intégrateur tente d'optimiser les emplacements de début et de fin de pics, il redéfinit la ligne de base pour un groupe de pics et supprime les pénétrations des lignes de base (voir « [Pénétration de la ligne de base](#) » page 149). Dans beaucoup de cas, le mode de suivi évolué de la ligne de base donne une ligne de base plus stable, moins dépendante du seuil de pente.

Peak Valley Ratio (Rapport pic vallée) Ce paramètre utilisateur est un élément du mode de suivi évolué de la ligne de base. Il permet de décider si deux pics qui ne présentent pas de séparation de ligne de base sont séparés par une projection ou une ligne de base de vallée. L'intégrateur calcule le rapport entre la hauteur corrigée de la ligne de base du pic le plus petit et la hauteur corrigée de la ligne de base de la vallée. Quand le rapport pic vallée est inférieur à la valeur indiquée par l'utilisateur, c'est une projection qui est utilisée ; sinon, une ligne de base est tracée à partir de la ligne de base au début du premier jusqu'à la vallée, puis depuis la vallée jusqu'à la ligne de base à la fin du deuxième pic (comparez la [Figure 36](#) avec la [Figure 37](#)).

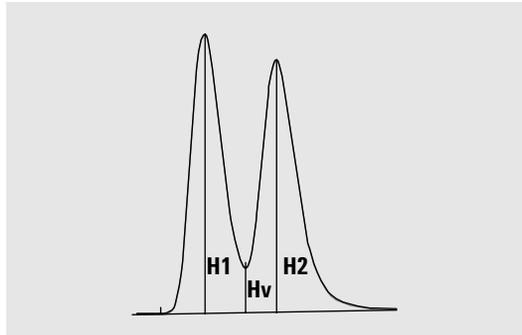


Figure 37 Rapport pic vallée

Le rapport pic vallée est calculé par les équations suivantes :

$$H1 \geq H2, \text{ Peak valley ratio} = H2/Hv$$

et

$$H1 < H2, \text{ Peak valley ratio} = H1/Hv$$

La [Figure 38](#) montre comment la valeur du rapport pic vallée indiquée par l'utilisateur modifie les lignes de base.

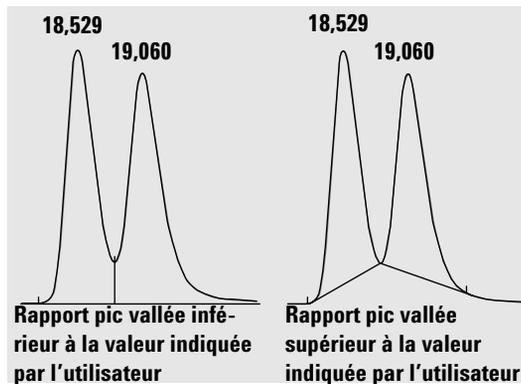


Figure 38 Effet du rapport pic vallée sur les lignes de base

Intégration tangentielle

L'intégration tangentielle est une forme de construction de ligne de base pour les pics détectés sur le front ou la traîne d'un autre pic. Quand l'intégration tangentielle est activée, quatre modèles permettent de calculer les aires des pics correspondants :

- adaptation de courbe exponentielle (nouveau mode),
- adaptation de courbe exponentielle,
- segment de droite tangent,
- combinaison d'exponentielles et de segments de droite pour une meilleure adaptation (tangente standard).

Adaptation de courbe exponentielle nouveau mode Ce modèle d'intégration tangentielle trace une courbe à l'aide d'une équation exponentielle permettant d'obtenir une approximation du front montant ou de la traîne du pic parent. La courbe passe sous un ou plusieurs pics suivant le pic parent (pics fils). L'aire sous la courbe tracée est soustraite des pics fils et ajoutée au pic principal. Il est possible d'intégrer plus d'un pic fils par le même modèle exponentiel ; tous les pics après le premier pic fils sont séparés par des projections, en commençant à la fin du premier pic fils et projetés seulement sur la courbe d'approximation (voir Figure 39). Les pics intégrés de cette façon ont le code de type de pic E.

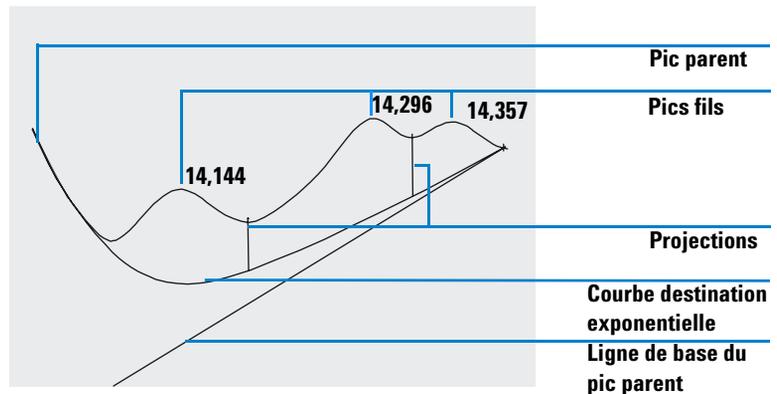


Figure 39 Approximation exponentielle nouveau mode

Adaptation de courbe exponentielle (ancien mode) Ce modèle d'intégration trace une courbe à l'aide d'une équation exponentielle passant par le début et la fin du pic fils (la hauteur du début du pic fils est corrigée de la pente du pic parent). La courbe passe sous chaque pic fils suivant le pic parent ; l'aire sous la courbe d'approximation est soustraite des pics fils et ajoutée au pic parent (voir Figure 40).

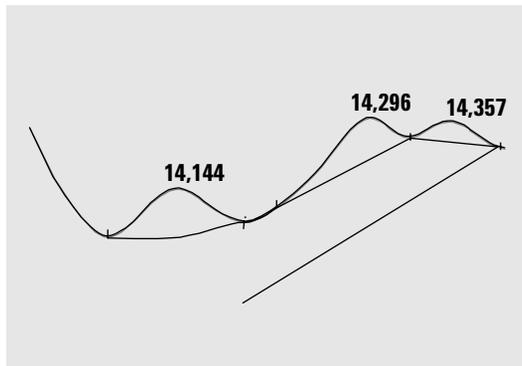


Figure 40 Approximation exponentielle (ancien mode)

Segment de droite tangent Ce modèle d'approximation trace un segment de droite du début à la fin d'un pic fils. La hauteur du début du pic fils est corrigée de la pente du pic parent. L'aire sous le segment de droite est soustraite du pic fils et ajoutée au pic parent (voir [Figure 41](#)).

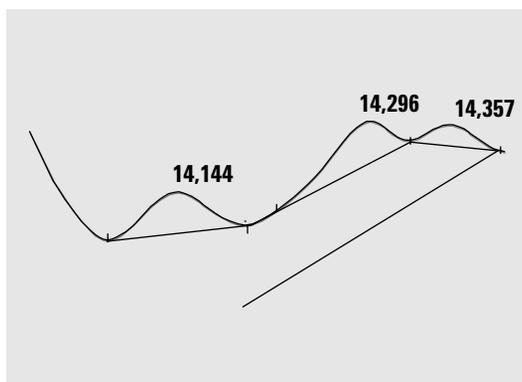


Figure 41 Segment de droite tangent

Approximations standard Le calcul approprié est choisi en fonction de l'application ; par défaut, la méthode choisie est une combinaison de calculs exponentiels et de segments de droite permettant d'obtenir la meilleure adaptation.

Le passage du calcul exponentiel au calcul linéaire est effectué de manière à éviter toute discontinuité importante de hauteur ou d'aire.

- Lorsque le signal est nettement au-dessus de la ligne de base, le calcul de régression sur la traîne est exponentiel.
- Quand le signal se situe dans l'enveloppe de la ligne de base, le calcul d'ajustement de la traîne est une ligne droite.

Les calculs de combinaison sont signalés comme intégration exponentielle ou tangentielle.

Critères d'approximation

Deux critères déterminent l'utilisation d'une ligne d'approximation pour calculer l'aire d'un pic fils éluant sur la traîne d'un pic parent :

- rapport hauteur traîne
- rapport hauteur vallée

Ces critères ne sont pas utilisés si un événement programmé est actif pour une exponentielle, ou si le pic parent est lui-même un pic fils. Le code de séparation entre le pic parent et le pic fils doit être du type vallée.

Rapport hauteur traîne C'est le rapport de la hauteur corrigée de la ligne de base du pic parent (H_p sur la [Figure 42](#)) à la hauteur corrigée de la ligne de base du pic fils (H_c sur la [Figure 42](#)). Ce rapport doit être supérieur à la valeur indiquée pour que le pic fils soit intégré.

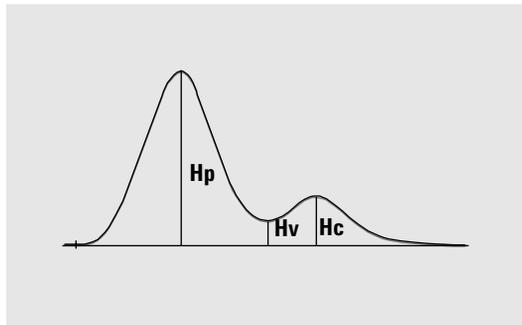


Figure 42 Critères d'intégration

Vous pouvez désactiver l'estimation exponentielle dans toute l'analyse en définissant la valeur du rapport hauteur traîne à une valeur très élevée, ou à zéro.

Rapport hauteur vallée C'est le rapport de la hauteur du pic fils au-dessus de la ligne de base (H_c sur la [Figure 42](#)) à la hauteur de la vallée au-dessus de la ligne de base (H_v sur la [Figure 42](#)). Ce rapport doit être inférieur à la valeur indiquée pour que le pic fils soit intégré.

Calcul d'adaptation de courbe exponentielle pour les estimations

L'équation ci-dessous permet de calculer une approximation exponentielle (voir [Figure 43](#)) :

$$H_b = H_o \times \exp(-B \times (Tr - T_o)) + A \times Tr + C$$

où

H_b = hauteur de l'estimation exponentielle au temps Tr

H_o = hauteur (au-dessus de la ligne de base) du début de l'approximation exponentielle

B = facteur de décroissance de la fonction exponentielle

T_o = temps correspondant au début de l'approximation exponentielle

A = pente de la ligne de base du pic parent

C = ordonnée à l'origine de la ligne de base du pic parent

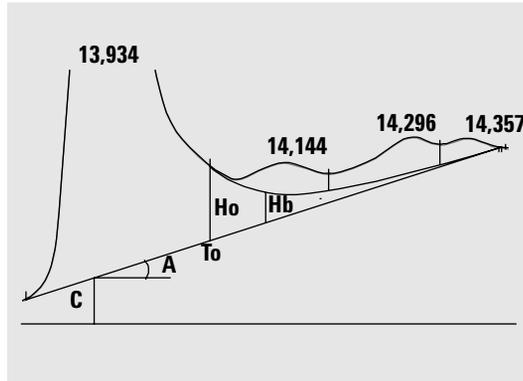


Figure 43 Valeurs utilisées pour calculer une approximation exponentielle

Le modèle exponentiel est adapté sur la partie de la traîne du pic parent située immédiatement avant le premier pic fils. La [Figure 44](#) montre la courbe corrigée d'un pic fils après intégration tangentielle

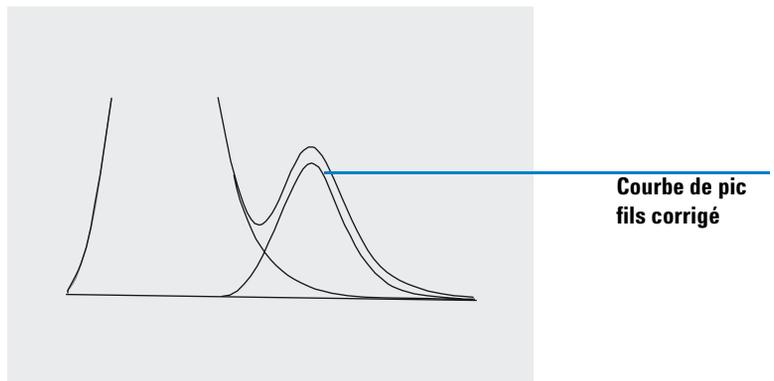


Figure 44 Pic fils corrigé de la traîne

Approximation de front de pic

Comme pour les pics fils sur la traîne d'un pic parent, une intégration spéciale est nécessaire pour certains pics situés sur le front ou la pente montante d'un pic, voir [Figure 45](#).

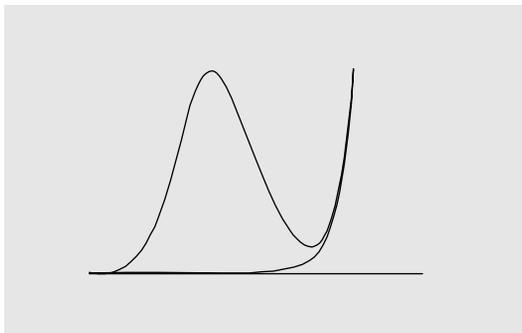


Figure 45 Approximation de front de pic

L'approximation de front de pic est traitée de la même façon que l'approximation de traîne, par les mêmes modèles d'approximation.

Les critères d'approximation sont :

- rapport hauteur front
- rapport hauteur vallée

Le rapport hauteur vallée a la même valeur pour l'approximation de front de pic que pour l'approximation de traîne (voir « [Rapport hauteur vallée](#) » page **156**) ; le rapport hauteur front est calculé comme le rapport hauteur traîne (voir « [Rapport hauteur traîne](#) » page **155**), mais peut avoir une valeur différente.

Pics non attribués

Pour certaines constructions de ligne de base, il y a des aires de faible valeur au-dessus de la ligne de base et en dessous du signal qui ne font partie d'aucun pic identifié. Ces aires ne sont normalement ni mesurées, ni intégrées dans les rapports. Si l'option « unassigned peaks » (Pics non attribués) est activée, ces aires sont mesurées et mentionnées dans le rapport comme étant des pics non attribués. Le temps de rétention pour ces aires est le point milieu entre le début et la fin de l'aire, comme indiqué sur la [Figure 46](#).

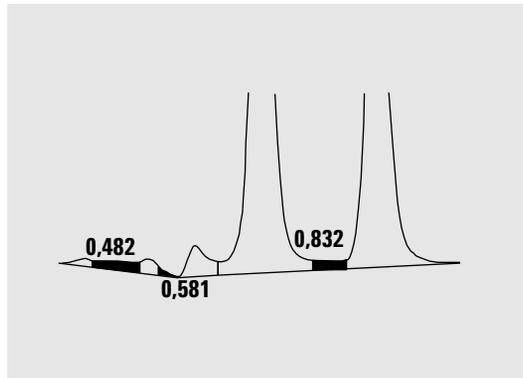


Figure 46 Pics non attribués

Codes de séparation des pics

Dans les rapports, chaque pic se voit attribuer un code à deux ou trois caractères décrivant le mode de tracé de la ligne de base.

Caractères 1 et 2

Le premier caractère indique la ligne de base du début du pic, le deuxième caractère décrit la ligne de base à la fin du pic.

- B** Le pic a commencé ou s'est arrêté sur la ligne de base.
- V** Le pic a commencé ou s'est arrêté par une ligne verticale de vallée.
- P** Le pic a commencé ou s'est arrêté pendant la pénétration de la ligne de base.
- H** Le pic a commencé ou s'est arrêté sur une ligne de base horizontale forcée.
- F** Le pic a commencé ou s'est arrêté sur un point forcé.
- M** Le pic a été intégré manuellement.
- U** Le pic n'était pas attribué.

D'autres indicateurs peuvent être ajoutés (par ordre de priorité) :

Caractère 3

Le troisième caractère (vide pour un pic normal) décrit le type de pic :

- S** Le pic est un pic de solvant.
- N** Le pic est négatif.
- +** Le pic est une sommation d'aires.
- T** Pic calculé par intégration tangentielle (approximation standard)
- X** Pic calculé par intégration tangentielle (approximation exponentielle ancien mode).

- E** Pic calculé par intégration tangentielle (approximation exponentielle nouveau mode).
- m** Pic défini par une ligne de base manuelle.
- n** Pic négatif défini par une ligne de base manuelle.
- t** Pic à intégration tangentielle défini par une ligne de base manuelle.
- R** Le pic est un pic de solvant recalculé.
- f** Pic défini par une tangente d'épaulement de front.
- b** Pic défini par une tangente d'épaulement de traîne.
- F** Pic défini par une projection verticale d'épaulement de front.
- B** Pic défini par une projection verticale d'épaulement de traîne.
- U** Pic non attribué.
- D** Pic déformé.
- A** Intégration abandonnée.
- U** Détection de limite inférieure de plage.
- O** Détection de limite supérieure de plage.

Etape 1. Mesure de l'aire du pic

La dernière étape dans l'intégration du pic consiste à déterminer son aire finale.

Les aires de pic sont calculées à partir du contenu du fichier de points cardinaux. Les points cardinaux sont ceux choisis par l'intégrateur pour définir et quantifier un pic (voir « [Identification des points cardinaux d'un pic](#) » page 136). Ce sont les points de ligne de base, les points de vallée, le sommet du pic, les points à mi-hauteur du pic. Les points cardinaux ont une coordonnée horizontale de temps écoulé, une coordonnée verticale de hauteur à partir de la ligne de base, l'aire et d'autres paramètres que l'intégrateur utilise pour calculer les aires du pic.

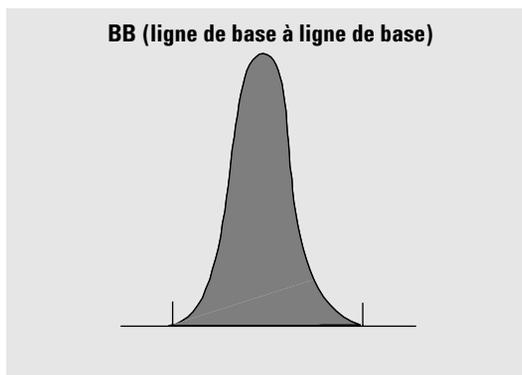


Figure 47 Mesure d'aire pour des pics de ligne de base à ligne de base

Dans le cas d'un pic simple isolé, l'aire du pic est déterminée par l'aire cumulée au-dessus de la ligne de base entre le début et la fin du pic (identifiée par des graduations).

Détermination de l'aire

L'aire que l'intégrateur calcule pendant l'intégration est déterminée de la manière suivante :

- pour des pics de ligne de base à ligne de base (BB), l'aire est au-dessus de la ligne de base entre les graduations, comme sur la [Figure 47](#) page 162

- pour les pics de vallée à vallée (VV), l'aire au-dessus de la ligne de base est découpée au niveau des graduations selon des lignes verticales, comme sur la [Figure 48](#)

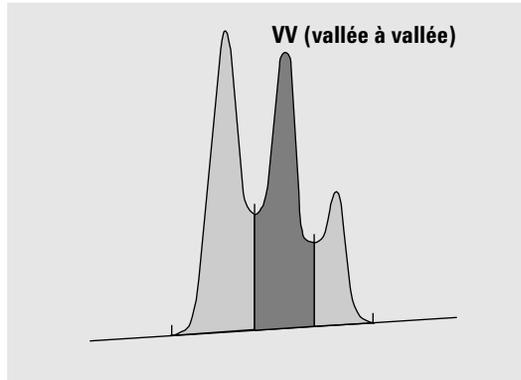


Figure 48 Mesure d'aire pour des pics de vallée à vallée

- pour les pics tangentiels (T), l'aire est au-dessus de la ligne de base réinitialisée,
- pour les pics de solvant (S), l'aire est au-dessus du prolongement horizontal du dernier point de ligne de base trouvé et sous la ligne de base réinitialisée attribuée aux pics tangentiels (T). Il arrive qu'un pic de solvant s'élève trop lentement pour être reconnu, ou que l'on rencontre en cours d'analyse un groupe de pics qui vous semble devoir être traité comme un pic de solvant avec ensemble de pics portés. Il s'agit généralement d'un groupe de pics mal résolus dont le premier est beaucoup plus grand que les autres. Le simple traitement par projection verticale exagèrerait les autres pics, parce qu'ils se trouvent en réalité sur la traîne du premier. En forçant la reconnaissance du premier pic en tant que solvant, le reste du groupe est éliminé de la traîne.
- Les pics négatifs (au-dessous de la ligne de base) ont une aire positive comme le montre la [Figure 49](#) page 164.

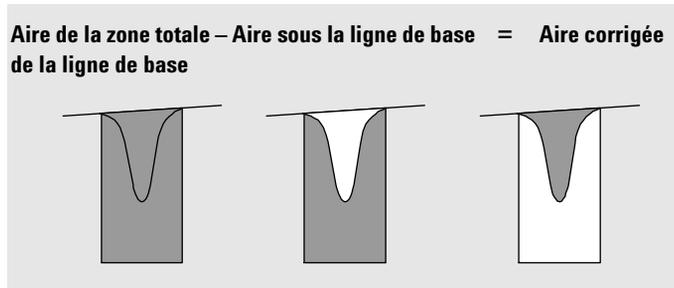


Figure 49 Mesure d'aire pour des pics négatifs

Unités et facteurs de conversion

Extérieurement, les données contiennent un ensemble de points de données, qui peuvent être issues d'un échantillonnage ou d'une intégration. Dans le cas des données intégrées, chaque point de données correspond à une aire, exprimée sous la forme $Height \times Time$. Pour les données échantillonnées, chaque point de données correspond à une hauteur.

Donc, pour les données intégrées, la hauteur est une entité calculée, obtenue par division de l'aire par le temps écoulé depuis le point de données précédent. Pour les données échantillonnées, l'aire est calculée par multiplication des données par le temps écoulé depuis le point de données précédent.

Le calcul d'intégration utilise les deux types d'entités. Les unités utilisées par l'intégrateur sont : *counts* \times *milliseconds* pour l'aire et *counts* pour la hauteur. Ceci permet d'assurer une base commune pour les troncatures d'entiers éventuellement nécessaires. Les mesures de temps, d'aire et de hauteur sont signalées en unités physiques réelles, quelles que soient leurs méthodes de mesure, de calcul et d'enregistrement dans le logiciel.

Événements d'intégration

L'intégrateur propose un certain nombre d'événements initiaux et programmés. De nombreux événements sont constitués par des paires actif (on)/inactif (off), de début (start)/fin (stop).

Événements initiaux

- | | |
|--------------------------------|--|
| Largeur de pic initiale | La largeur initiale de pic définit la largeur de pic interne pour l'intégrateur au début de l'analyse. La valeur de largeur du pic initiale est utilisée pour mettre à l'échelle l'accumulateur qui détecte la pente montante, la pente descendante et la traîne du pic. L'intégrateur met à jour la largeur du pic si nécessaire pendant l'analyse pour optimiser l'intégration. Vous pouvez indiquer la largeur de pic en unités de temps, c'est la largeur à mi-hauteur du premier pic attendu (en excluant le pic de solvant). |
| Seuil de pente | Le seuil ou sensibilité de pente est un réglage de sensibilité de détection de pic. Il est modifiable sur une échelle linéaire. |
| Réjection de hauteur | La réjection de hauteur détermine le rejet de pics en fonction de leur hauteur finale. Les pics de hauteur inférieure à la hauteur minimale ne sont pas inclus dans les calculs. |
| Réjection d'aire | La réjection d'aire définit le rejet des pics en fonction de leur aire finale. Tous les pics dont les aires sont inférieures à l'aire minimum ne seront pas rapportés. |
| Détection d'épaulement | Quand la détection d'épaulement est activée, l'intégrateur détecte les épaulements en utilisant la courbure du pic donnée par la dérivée seconde. Lorsque cette courbure atteint zéro, l'intégrateur identifie ce point d'inflexion comme un épaulement potentiel. Si l'intégrateur identifie un autre point d'inflexion avant le sommet du pic, un épaulement a été détecté. |

Largeur de pic

La valeur de largeur du pic contrôle la sélectivité de l'intégrateur pour distinguer les pics du bruit de la ligne de base. Pour obtenir de bonnes performances, définissez la largeur de pic proche de la largeur à mi-hauteur des pics chromatographiques réels. L'intégrateur met à jour la largeur du pic si nécessaire pendant l'analyse pour optimiser l'intégration.

Choix de la largeur de pic

Choisissez la valeur qui fournit juste assez de filtrage pour empêcher que le bruit ne soit interprété comme des pics, sans déformer l'information du signal.

- Pour choisir une largeur de pic initiale appropriée pour un pic intéressant unique, utilisez l'étendue temporelle de pic comme base de référence.
- Pour choisir une largeur de pic initiale appropriée lorsqu'il y a plusieurs pics intéressants, définissez la largeur de pic initiale à une valeur égale ou inférieure à la largeur du pic le plus étroit, pour obtenir une sélectivité de pic optimale.

Si la largeur de pic initiale sélectionnée est trop basse, le bruit risque d'être interprété comme des pics. Si des pics larges et étroits sont mélangés, vous pouvez décider d'utiliser des événements programmés à l'exécution pour ajuster la largeur de certains pics. Parfois, les pics peuvent s'élargir de façon importante au fur et à mesure de l'analyse, par exemple pour des analyses en CPG isotherme ou CPL isocratique. Pour compenser cela, l'intégrateur met à jour automatiquement la largeur de pic au fur et à mesure que les pics s'élargissent pendant une analyse, sauf si celle-ci est désactivée ou définie avec un événement programmé.

La mise à jour de la largeur de pic est pondérée de la manière suivante :

$$0,75 \times (\text{existing peak width}) + 0,25 \times (\text{width of current peak})$$

Si un événement d'intégration programmé désactive ou définit la largeur du pic à une valeur particulière, l'ajustement automatique de la largeur du pic est désactivé.

Réjection de hauteur et largeur de pic

La largeur de pic et la réjection de hauteur jouent toutes deux un grand rôle dans le processus d'intégration. En changeant leurs valeurs, vous obtiendrez des résultats différents.

- Augmentez la réjection de hauteur et la largeur de pic lorsque des composants relativement dominants doivent être détectés et quantifiés dans un environnement très bruyant. Une largeur de pic accrue augmente le filtrage du bruit et une réjection de hauteur accrue permet d'ignorer le bruit aléatoire.
- Diminuez la réjection de hauteur et la largeur de pic pour détecter et quantifier des composants traces, ceux dont les hauteurs approchent celles du bruit lui-même. En diminuant la largeur de pic, vous diminuez le filtrage des signaux, tandis qu'en diminuant la réjection de hauteur, vous vous assurez que les petits pics ne seront pas rejetés pour cause de hauteur insuffisante.

Quand une analyse contient des pics de largeurs différentes, définissez la largeur de pic en fonction des pics les plus étroits et réduisez la réjection de hauteur pour éviter que les pics les plus larges soient ignorés à cause de leur hauteur réduite.

Optimisation de l'intégration

Il est souvent utile de changer les valeurs des seuil, largeur de pic, réjection de hauteur et réjection d'aire pour personnaliser l'intégration.

La [Figure 50](#) montre comment ces paramètres influencent l'intégration de cinq pics dans un signal.

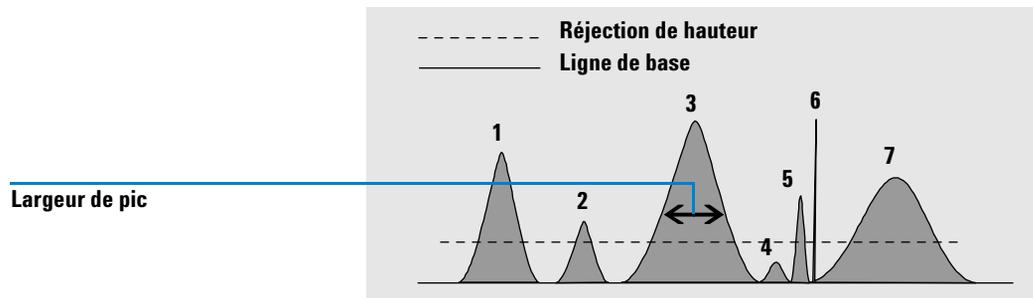


Figure 50 Utilisation d'événements initiaux

Un pic n'est intégré que quand les quatre critères sur les paramètres d'intégration sont conformes. En utilisant la largeur de pic pour le pic 3, la réjection d'aire et le seuil présentés sur la [Figure 50](#), seuls les pics 1, 3, 5 et 7 sont intégrés.

- Le pic 1** est intégré car les quatre événements d'intégration sont conformes.
- Le pic 2** est rejeté parce que l'aire se situe au-dessous de la valeur de réjection d'aire définie.
- Le pic 3** est intégré car les quatre événements d'intégration sont conformes.
- Le pic 4** n'est pas intégré parce que la hauteur du pic est au-dessous de la réjection de hauteur.
- Le pic 5** est rejeté parce que l'aire se situe au-dessous de la valeur de réjection d'aire définie.
- Le pic 6** n'est pas intégré ; le filtrage et le regroupement rendent ce pic invisible.
- Le pic 7** est intégré.

Tableau 7 Valeurs de réjection de hauteur et d'aire

Paramètre d'intégration	Pic 1	Pic 2	Pic 3	Pic 4	Pic 5	Pic 7
Réjection de hauteur	au-dessus	au-dessus	au-dessus	en dessous	au-dessus	au-dessus
Réjection d'aire	au-dessus	en dessous	au-dessus	en dessous	en dessous	au-dessus
Pic intégré	Oui	Non	Oui	Non	Non	Oui

Événements chronoprogrammés

Vous pouvez utiliser des événements chronoprogrammés pour personnaliser la construction de la ligne de base du signal lorsque la construction par défaut ne convient pas. Ces événements peuvent être utiles pour l'addition des aires de pics et pour corriger des aberrations de la ligne de base à court et à long terme. Pour plus d'informations sur les événements d'intégration, voir « [Événements d'intégration](#) » page 165.

Auto-intégration

Vue d'ensemble

La fonction d'auto-intégration est un point de départ pour la définition d'événements initiaux. C'est en particulier utile lors de la mise en place d'une méthode nouvelle. Vous pouvez commencer par une table d'événements d'intégration par défaut ne contenant aucun événement programmé ; vous pourrez ensuite optimiser les paramètres proposés par la fonction d'auto-intégration pour utilisation générale.

Principes de fonctionnement

La fonction d'auto-intégration lit les données du chromatogramme et calcule les valeurs optimales des paramètres d'intégration initiaux pour chaque signal de l'objet chromatogramme.

L'algorithme examine 1% au début et à la fin du chromatogramme pour déterminer le bruit et la pente de cette partie. Le bruit est calculé comme 3 fois l'écart type de la régression linéaire divisé par la racine carré du nombre de points en pourcentage utilisés dans la régression. Ces valeurs sont utilisées pour attribuer des valeurs appropriées au seuil et à la réjection de hauteur pour l'intégration. L'algorithme attribue ensuite une valeur temporaire à la largeur de pic, en fonction de la longueur du chromatogramme, le plus souvent 0,5% en CPL et 0,3% à 0,2% en CPG. La valeur initiale de réjection d'aire est définie à zéro et une intégration d'essai est effectuée. L'essai est répété plusieurs fois si nécessaire, en modifiant les paramètres à chaque fois jusqu'à ce qu'au moins 5 pics soient détectés ou qu'une intégration soit effectuée avec une réjection de hauteur initiale de 0. L'intégration d'essai se termine si les conditions ci-dessous ne sont pas atteintes après 10 essais.

Les résultats de l'intégration sont examinés et la largeur de pic ajustée en fonction des largeurs des pics détectés, ce qui décale le calcul vers les pics initiaux. La symétrie des pics détectés est utilisée pour n'inclure que les pics dont la symétrie est comprise entre 0,8 et 1,3 pour le calcul de largeur de pic. S'il n'est pas possible de détecter suffisamment de pics symétriques, cette limite est étendue à $\text{minSymmetry}/1.5$ et $\text{maxSymmetry} * 1.5$. La ligne de base entre les pics est ensuite examinée pour optimiser les valeurs précédentes de seuil et de réjection de hauteur. La réjection d'aire est définie à 90% de l'aire minimale du pic le plus symétrique détecté pendant l'intégration d'essais.

Le chromatogramme est réintégré avec ces valeurs finales des paramètres d'intégration, les résultats de l'intégration sont alors enregistrés.

Paramètres d'auto-intégration

Les paramètres ci-dessous sont définis par la fonction d'auto-intégration :

- Seuil initial
- Hauteur initiale
- Largeur initiale du pic
- Réjection d'aire initiale

Intégration manuelle

Vue d'ensemble

Ce type d'intégration permet d'intégrer certains pics ou groupes de pics. Sauf pour la valeur initiale de réjection d'aire, les événements d'intégration du logiciel sont ignorés dans la plage indiquée d'intégration manuelle. Si un ou plusieurs des pics résultant de l'intégration manuelle se trouvent en dessous du seuil de réjection d'aire, ils sont ignorés. Les événements d'intégration manuelle utilisent des valeurs de temps absolues. Ils ne s'ajustent pas pour tenir compte de la dérive du signal.

L'intégration manuelle vous permet de définir les points de début et de fin du pic, puis d'inclure les aires recalculées dans les modules de quantification et de rapport. Les pics intégrés manuellement sont signalés dans les rapports par le code de séparation de pics M.

L'intégration manuelle offre les fonctions suivantes :

- | | |
|--|--|
| Draw Baseline
(Tracer la ligne
de base) | Spécifie quand les lignes de base doivent être tracées pour un pic ou un ensemble de pics. Vous pouvez aussi spécifier si les pics dans la plage donnée doivent être automatiquement séparés à tous les points de vallée. |
| Negative Peaks
(Pics négatifs) | Spécifie quand il faut traiter toutes les aires au-dessous de la ligne de base en tant que pics négatifs. Vous pouvez aussi spécifier si les pics dans la plage donnée doivent être automatiquement séparés à tous les points de vallée. |

Tangent skim (Intégration tangentielle)	Calcule les aires de pics soustraites d'un pic principal par l'intégration tangentielle. L'aire du pic soumis à l'intégration tangentielle est soustraite de l'aire du pic principal.
Split Peak (Pic dédoublé)	Spécifie un point où il faut diviser un pic par une ligne verticale.
Delete Peak(s) [Supprimer le(s) pic(s)]	Supprime un ou plusieurs pics des résultats d'intégration.

Codes de séparation de pics pour les pics intégrés manuellement

- Les pics intégrés manuellement sont étiquetés dans les rapports d'intégration par le code de pic MM.
- S'il existe un pic avant le pic intégré manuellement, et que la fin de ce pic soit modifiée par l'intégration manuelle, elle reçoit le code F (forcé).
- Un pic de solvant affecté par une intégration manuelle, par exemple une intégration tangentielle, est étiqueté R (solvant recalculé).

Documentation des événements d'intégration manuelle

Les résultats générés après application des événements d'intégration manuelle sont enregistrés et un journal d'audit des opérations d'intégration manuelle est créé. Les événements d'intégration manuelle sont indiqués avec des valeurs absolues de temps de rétention et de hauteur, ils sont donc spécifiques du chromatogramme. En conséquence, le système n'applique pas automatiquement les événements d'intégration manuelle aux autres chromatogrammes.

Identification des pics

Vue d'ensemble

L'identification de pics identifie les composants d'un échantillon inconnu à partir de leurs caractéristiques chromatographiques, déterminées précédemment par l'analyse d'un étalon bien défini. Le chromatogramme de référence, contenant tous les composés intéressants, est sélectionné et affiché dans l'espace de travail comme chromatogramme d'exemple (voir Figure 51).

L'identification de ces composants est indispensable si la méthode d'analyse impose une quantification. Les caractéristiques de signal de chaque composant concerné sont enregistrées dans le tableau d'étalonnage de la méthode.

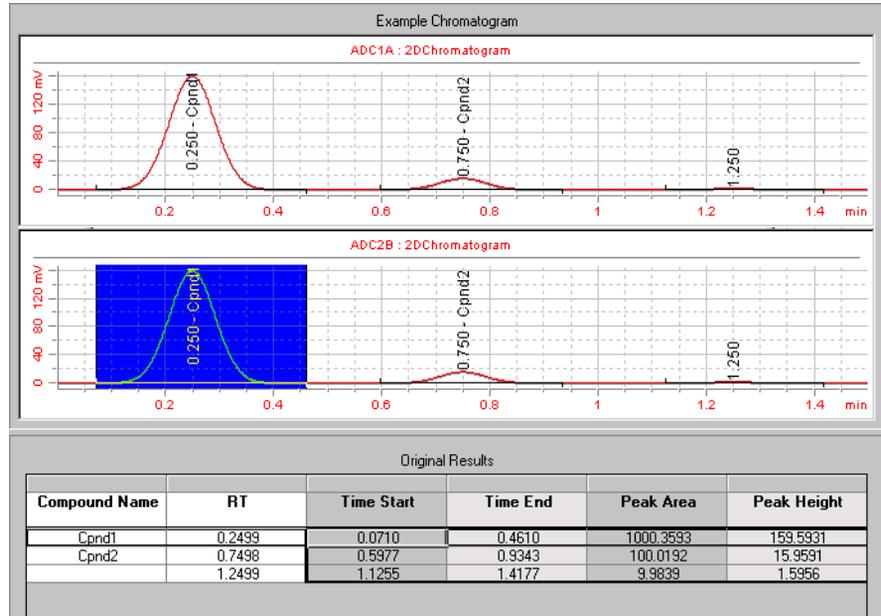


Figure 51 Chromatogramme d'exemple

La fonction de la procédure d'identification de pic est de comparer chaque pic du signal avec les pics enregistrés dans la table d'identification.

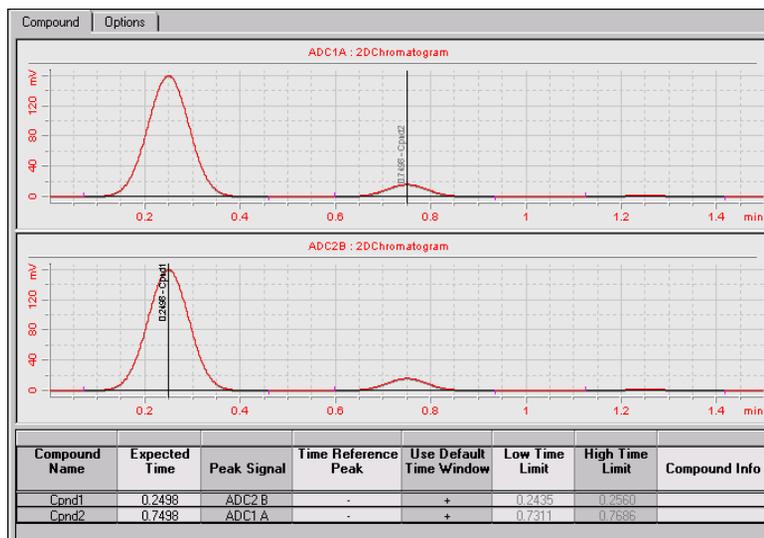


Figure 52 Table d'identification de pics

La table d'identification, présentée dans l'espace de travail d'identification sous le chromatogramme (voir [Figure 52](#)) contient les temps de rétention attendus pour les composés intéressants. Un pic correspondant au temps de rétention d'un pic dans la table d'identification reçoit les attributs de ce composé, par exemple nom et facteur de réponse. Les pics qui ne correspondent à aucune des entrées de la table d'identification sont classés comme non identifiés. Le processus est contrôlé par :

- le temps de rétention dans la table d'identification pour les pics indiqués comme pics de référence de temps,
- les fenêtres de temps de rétention spécifiées pour les pics de référence,
- le temps de rétention dans la table d'identification pour les pics qui ne sont pas de référence,
- la fenêtre de temps de rétention spécifiée pour ces pics autres que de référence.

Principes d'identification des pics

La Figure 53 présente les étapes principales de la procédure d'identification de pics.

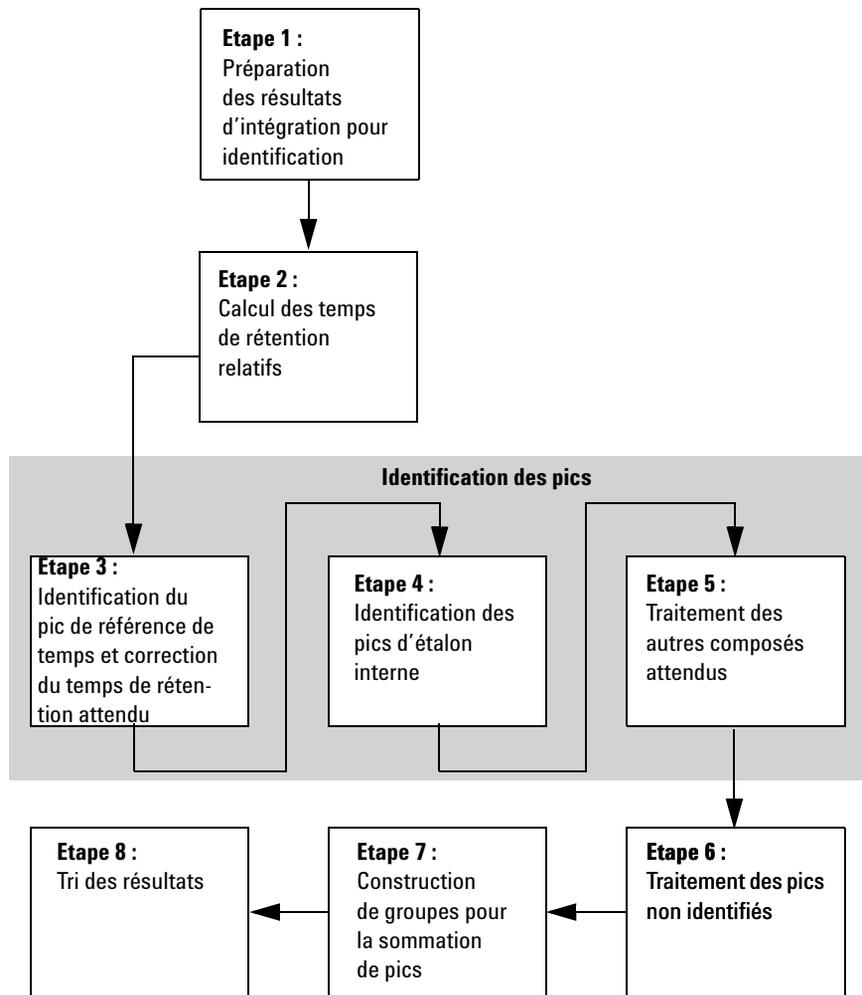


Figure 53 Flot de traitement d'identification des pics

Etape 1 : Préparation des résultats d'intégration pour identification

La première étape de la procédure d'identification copie et initialise les paramètres d'identification depuis les informations d'étalonnage vers les résultats d'identification.

Etape 2 : Calcul des temps de rétention relatifs

Dans la quatrième étape, le pic de référence pour le calcul des temps de rétention relatifs est recherché, les temps de rétention relatifs à chaque pic sont alors calculés. Si le pic de référence est introuvable, c'est le temps enregistré dans les résultats d'identification qui est utilisé pour les calculs.

Etape 3 – 5 : Identification des pics

La procédure d'identification des pics fait trois passes sur les composés des informations d'étalonnage et des pics intégrés.

Dans la première passe, étape 3, les pics de référence de temps des informations d'étalonnage sont identifiés dans les résultats. La dérive des pics de référence de temps permet de corriger les temps de rétention attendus pour les autres pics étalonnés. Ce traitement est effectué séparément pour chaque signal.

Dans la deuxième passe, étape 4, les étalons internes sont identifiés dans les résultats.

Dans la troisième passe, étape 5, les autres composés attendus dans les données d'étalonnage sont traités.

La procédure d'identification de pic copie les informations des pics attendus détectés vers les pics mesurés, elle relie les pics de composés attendus correspondants avec les signaux. Pour les pics attendus mais non trouvés, des entrées vides sont créées.

Etape 6 : Traitement des pics inconnus

Dans l'étape 6, chaque pic inconnu est associé à un composé identifié existant à condition qu'il se trouve dans la fenêtre de temps spécifiée et que le composé ne comporte pas d'autre pic dans le même signal. S'il existe des pics inconnus ne pouvant pas être associés à un composé existant, chaque ensemble de pics de signaux différents se trouvant dans la même fenêtre de temps est regroupé dans un nouveau composé non identifié.

Etape 7 : Construction de groupes pour la sommation de pics

Dans cette étape, la table de composés est explorée pour y rechercher des composés de sommation de pics. Chaque pic d'un composé de sommation de pics représente une section du chromatogramme pour laquelle une somme de pics est créée. Les pics dans les limites de la fenêtre de temps de la sommation sont traités, leurs réponses sont additionnées.

Etape 8 : Tri des résultats

Dans la dernière étape, les pics sont triés sur le temps de rétention mesuré (ou le temps de rétention attendu si aucun temps mesuré n'est disponible). Les composés sont triés par pics principaux.

Règles d'identification de pics

Les règles ci-dessous s'appliquent à la procédure d'identification de pics :

- Si un pic d'échantillon se trouve dans la fenêtre de temps de rétention attendu d'un pic composant de la table d'identification, et si l'identificateur de signal (nom ou description du signal) est identique, le pic reçoit les attributs de ce composant.
- si plus d'un pic d'échantillon se trouve dans la fenêtre de temps de rétention attendu, le pic le plus proche du temps de rétention attendu est identifié comme ce composant,

- si plus d'un pic se trouve dans une fenêtre de référence de temps ou d'étalon interne, le pic le plus important de la fenêtre est identifié comme ce composant,
- si un pic d'échantillon ne se trouve dans aucune fenêtre de correspondance des pics, il est indiqué comme composant non identifié.

Techniques d'identification de pics

Il existe plusieurs techniques permettant de faire correspondre les pics d'échantillons avec ceux de la table d'identification.

Utilisation des temps de rétention absolus

Le temps de rétention du pic d'échantillon est comparé au temps de rétention attendu spécifié pour chaque composant de la table d'identification.

Utilisation des temps de rétention corrigés

Les temps de rétention attendus des pics de composant sont corrigés à partir des temps de rétention réels d'un ou plusieurs pics de référence et la correspondance est faite avec ces temps de rétention corrigés. Le ou les pics de référence doivent être spécifiés dans la table d'identification.

Utilisation des temps de rétention relatifs

Un temps de rétention relatif est calculé pour chaque pic d'échantillon ; celui-ci est ensuite comparé au temps de rétention relatif spécifié pour chaque composant de la table d'identification.

Identification des pics à l'aide des temps de rétention absolus

La procédure d'identification de pic prend chacun des composés attendus dans les informations d'étalonnage et recherche les composés correspondants dans les résultats intégrés. Chaque composé attendu comporte un ou plusieurs pics ; si le composé comporte plus d'un pic, le pic principal est identifié d'abord, avant les pics secondaires.

Pour une identification certaine, le temps mesuré doit être à l'intérieur d'une fenêtre de temps, l'identificateur du signal du pic mesuré doit correspondre à celui du pic étalonné.

La fenêtre de temps dans laquelle s'effectue la recherche du pic mesuré est un intervalle de temps construit autour du temps de rétention attendu pour le pic. Elle permet d'autoriser une dérive dans le système d'analyse. L'intervalle de temps peut être asymétrique par rapport au temps de rétention attendu, c'est-à-dire que le temps de rétention attendu ne se trouve pas forcément au centre de cette fenêtre. Si des pics de référence de temps ont été spécifiés, des fenêtres de temps corrigées sont utilisées (voir « [Identification des pics à l'aide des temps de rétention corrigés](#) » page 181).

La [Figure 54](#) présente une fenêtre de temps de rétention pour le pic 2 situé entre 1,809 et 2,631 minutes, alors que le temps de rétention attendu est de 2,22 minutes. Il existe deux possibilités pour le pic 2 : une à 1,85 minute, l'autre à 2,33 minutes.

- Si le pic attendu n'est pas un pic de référence, le pic le plus proche du temps de rétention attendu de 2,22 minutes est sélectionné.
- Si le pic attendu correspond à une référence ou à un étalon interne, le pic le plus grand dans la fenêtre est sélectionné.

Dans les deux cas, c'est le pic à 2,33 minutes qui est sélectionné. Si les deux pics de la fenêtre sont de taille identique, c'est le pic le plus proche du centre de la fenêtre qui est sélectionné.

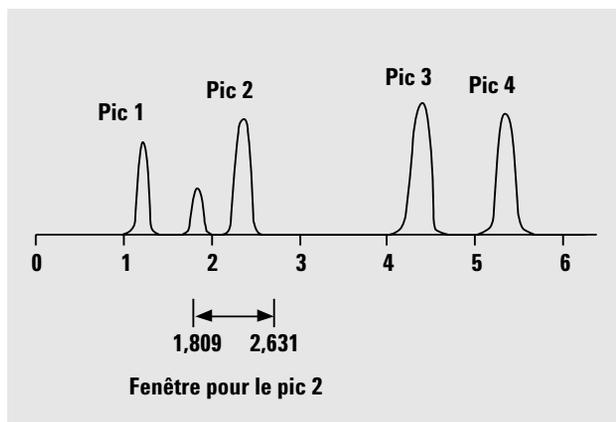


Figure 54 Fenêtres de temps de rétention

Correspondances multiples

Très souvent, un seul pic correspond à la fenêtre de temps et à l'identificateur de signal du pic attendu. Dans ce cas, les informations de pic d'étalonnage sont copiées vers les résultats et le pic est lié au composé attendu correspondant.

Si plusieurs pics mesurés se trouvent dans la fenêtre de temps attendu, c'est le pic le plus proche du temps attendu qui est sélectionné.

Si plusieurs pics mesurés se trouvent dans une fenêtre de temps de référence (soit une référence de temps soit un étalon interne), c'est le pic le plus large de la fenêtre qui est sélectionné.

Si un pic mesuré se trouve dans plus d'une fenêtre de temps attendu, il est cloné pour chaque fenêtre et marqué comme dupliqué.

Les pics autres que celui donnant la meilleure correspondance ainsi que les pics dupliqués sont supprimés pour ne garder que les meilleures correspondances.

Pics manquants

Si aucun pic mesuré ne se trouve dans la fenêtre de temps attendu, les informations des pics attendus sont copiées des données d'étalonnage vers les résultats, liées au composé attendu et marquées comme « introuvables ».

Identification des pics à l'aide des temps de rétention corrigés

L'identification des pics par les temps de rétention absolus n'est pas toujours fiable, parce que les temps de rétention individuels peuvent varier légèrement suite à de petites variations des conditions ou la technique. De ce fait, certains pics peuvent sortir des fenêtres de correspondance et seront donc non identifiés.

Une technique permet de corriger les fluctuations inévitables des temps de rétention absolus, elle consiste à exprimer les temps de rétention des composés de façon relative à un ou plusieurs pics de référence.

Les pics de référence sont identifiés dans la table d'identification ; la technique de correspondance relative des pics utilise les temps de rétention du ou des pics de référence pour modifier l'emplacement des fenêtres de correspondance des pics et compenser les dérives dans les temps de rétention des pics d'échantillon.

Si aucun pic de référence n'est spécifié, ou si au moins un pic de référence ne peut pas être identifié pendant l'analyse, ce sont les temps de rétention absolus qui sont utilisés pour l'identification des pics.

Pics de référence uniques

Une fenêtre de temps de rétention pour le pic de référence est créée aux alentours de son temps de rétention. Le plus grand pic se situant dans cette fenêtre est considéré comme le pic de référence. Les temps de rétention attendus pour tous les autres pics de la table d'identification sont corrigés en fonction du rapport du temps de rétention attendu au temps de rétention réel du pic de référence :

$$\text{Corrected Expected Peak Time} = \text{Expected Peak Time} \times \frac{\text{Actual Reference Time}}{\text{Expected Reference Time}}$$

Pics de référence multiples

La correction des temps de rétention à partir d'un seul pic de référence suppose que l'écart des temps de rétention réels par rapport aux temps de rétention attendus est uniformément distribué et linéaire au cours de l'analyse. Or, pendant une longue analyse, il est fréquent que les temps de rétention changent de manière non uniforme. Dans ces conditions, l'utilisation de plusieurs pics de référence répartis tout au long de l'analyse offre de meilleurs résultats. Ceci divise le signal en plusieurs zones ; dans chaque zone, la déviation entre les temps de rétention est supposée linéaire, mais le rythme de variation est déterminé séparément pour chaque zone.

La correction utilise la formule suivante :

$$\text{Corrected Expected Peak Time} = b + m \times \text{Expected Peak Time}$$

où

b est le décalage de la zone de correction de temps

m est la pente de la zone de correction de temps

REMARQUE

L'algorithme de correction du temps peut échouer si les temps de rétention de pics de référence multiples sont trop proches les uns des autres et ne sont pas distribués sur la totalité du temps d'analyse.

Correction de temps de rétention de signaux multiples

Dans les analyses multi-acquisition (voir « [Identification de pics dans les analyses multi-acquisition](#) » page 184), que les signaux proviennent du même détecteur ou de détecteurs différents, les temps de rétention peuvent être corrigés de façon commune pour tous les détecteurs ou spécifiquement à chacun.

Correction pour tous les détecteurs

La correction est effectuée par la même courbe de correction unique pour tous les signaux de tous les détecteurs. Un décalage de temps de rétention d'un pic de référence dans un signal provenant d'un détecteur se traduit par une correction des fenêtres de temps de rétention de tous les signaux de tous les détecteurs.

Cette technique est utile pour les analyses utilisant des détecteurs de mêmes caractéristiques de détection (par exemple un détecteur à barrette de diodes et un détecteur à longueur d'onde variable), qui détectent des analytes éluant de la même colonne.

Correction pour chaque détecteur

Une courbe de correction de temps séparée est utilisée pour chaque signal d'un détecteur. Un décalage de temps de rétention d'un pic de référence dans un signal provenant d'un détecteur se traduit par une correction des fenêtres de temps de rétention des signaux de ce détecteur seulement.

Cette technique est importante pour les analyses à colonne divisée, ou les analyses où des détecteurs ont des caractéristiques de détection différentes (par exemple un détecteur à barrette de diodes et un détecteur à spectrométrie de masse).

Identification des pics à l'aide des temps de rétention relatifs

Beaucoup de méthodes réglementaires imposent d'utiliser des temps de rétention relatifs pour l'identification de composés mineurs, impuretés connues ou produits de dégradation. Les temps de rétention relatifs sont des paramètres stables, calculés par rapport au temps de rétention d'un pic de référence principal :

$$RRT_i = (k'_i + 1)/(k'_{ref} + 1) = (RT_i)/(RT_{ref})$$

où

RRT_i est le temps de rétention relatif du composant

k'_i est le facteur de capacité du composant

k'_{ref} est le facteur de capacité de référence

RT_i est le temps de rétention du composant

RT_{ref} est le temps de rétention de la référence

Lors de l'utilisation des temps de rétention relatifs dans la procédure d'identification des pics, les temps de rétention attendus dans les données d'étalonnage sont remplacés par les temps de rétention relatifs attendus. Avant le démarrage de la procédure d'identification des pics, le pic de référence principal à utiliser pour le calcul des temps de rétention relatifs est identifié, tous les temps de rétention des résultats d'intégration sont ensuite convertis en temps de rétention relatifs. La procédure d'identification de pics se poursuit ensuite de la même façon qu'avec les temps de rétention absolus (voir « [Identification des pics à l'aide des temps de rétention absolus](#) » page 179).

Identification de pics dans les analyses multi-acquisition

Les identifications de pics peuvent inclure un nombre quelconque de signaux étalonnés et/ou mesurés. Chaque composé étalonné comporte un ou plusieurs pics, le plus souvent (mais pas obligatoirement) dans des signaux différents. Un des pics, d'habitude le plus grand, d'un signal est indiqué comme cible ou pic principal. Les autres pics, dans les autres signaux, sont considérés comme pics secondaires.

L'identification de pics fait la différence entre les signaux, mais pas entre les détecteurs. Donc des signaux provenant de détecteurs différents sont gérés exactement de la même façon que des signaux différents provenant du même détecteur.

REMARQUE

Si le pic principal n'est pas identifié, par exemple parce qu'il a dérivé hors de la fenêtre de temps de rétention, les pics secondaires sont aussi non identifiés.

Résolution des conflits d'identification

Si, pendant la procédure d'identification des pics, plusieurs pics mesurés se trouvent dans la fenêtre de temps attendu, c'est la meilleure correspondance qui est retenue (voir « [Correspondances multiples](#) » page 180), les autres correspondances sont ignorées.

De même, si un pic mesuré se trouve dans deux ou plusieurs fenêtres de temps attendus pendant la procédure d'identification de pics, il est cloné pour chaque fenêtre, mais un seul des pics clonés (c'est-à-dire la meilleure correspondance) est utilisé, les pics dupliqués sont ignorés.

Si un pic se trouve dans la fenêtre de temps correspondant à deux composés différents, le composé ayant la meilleure correspondance est identifié, l'autre composé est marqué comme non identifié.

Cette procédure ne conserve que les meilleures correspondances dans les résultats.

Corrélation de signal : Attribution de pics non identifiés dans les analyses multi-acquisition

A la fin de la procédure d'identification de pics, les résultats contiennent une entrée pour chaque pic des informations d'étalonnage ; les pics sont liés aux composés et acquisitions attendus correspondants.

La procédure de corrélation de signal tente ensuite de faire correspondre les pics mesurés non identifiés à des composés connus, dans une fenêtre de corrélation de signal de 0,03 minute. La corrélation de signal procède comme indiqué ci-dessous :

- 1 Si des pics voisins dans d'autres signaux se trouvent dans la fenêtre de corrélation, le pic non identifié est associé à ces pics.
- 2 Si le pic voisin est un pic connu, le pic non identifié est lié au composé connu.

- 3 Si le pic voisin est un pic non identifié, les pics sont associés et la procédure de corrélation de signal se poursuit pour traiter tous les pics.
- 4 Pour les associations de pics qui ne contiennent que des pics non identifiés, un nouveau composé inconnu est ajouté aux résultats, les pics sont liés au composé inconnu.

A la fin de la procédure de corrélation de signal, chaque pic mesuré est associé à un composé, qui peut être connu ou inconnu.

La corrélation de signal est indépendante de l'identification de pics. Les signaux peuvent être corrélés même s'il n'y a pas de pics attendus dans les informations d'étalonnage.

Groupement de pics

La fonction de groupement de pics calcule une réponse totale pour tous les pics dans une plage de temps indiquée. La plage de temps peut être contiguë (par exemple 4 – 6 minutes) ou non contiguë (par exemple 1 – 3 minutes et 6 – 8 minutes). Le groupe de pics est quantifié à l'aide du facteur de réponse d'un pic de référence.

REMARQUE

Il n'est pas possible d'utiliser un pic de référence de temps pour effectuer des corrections de temps de rétention sur des groupes de pics.

Confirmation UV de composé

Le calcul de confirmation UV de composé n'est disponible que pour les méthodes qui incluent l'acquisition de spectres. Le calcul compare le spectre au sommet du pic à un spectre de référence sélectionné et calcule une valeur de conformité.

Les paramètres de confirmation UV de composé indiquent comment le spectre de sommet de pic doit être utilisé dans le calcul, et comment la confirmation de composé UV doit être signalée.

Les calculs de confirmation UV de composé ne sont possibles que sur les pics identifiés.

Correction de bruit de fond

Vous pouvez choisir de corriger les spectres de la contribution de l'absorbance de fond par un ou deux spectres de bruit de fond. Les spectres utilisés pour la correction de bruit de fond peuvent être sélectionnés automatiquement ou manuellement. Les spectres sélectionnés automatiquement sont ceux de début et de fin du pic. Les spectres de bruit de fond sélectionnés manuellement peuvent provenir d'une partie quelconque du spectre.

Pour plus de détails sur la correction de bruit de fond, voir « [Correction de bruit de fond](#) » page 189.

Calculs

Vous pouvez indiquer un seuil de bruit pour la confirmation UV de composé. Les signaux en dessous de la valeur de seuil sont considérés comme du bruit, et ne sont pas utilisés dans le calcul de confirmation UV de composé.

Niveaux

Trois niveaux de notification sont proposés pour la confirmation UV de composé :

- **Accepted (Accepté)** est indiqué en vert quand la valeur de conformité est au-dessus du niveau spécifié pour **Warning (Avertissement)**.
- **Warning (Avertissement)** est indiqué en jaune quand la valeur de conformité est en dessous du niveau spécifié pour **Warning (Avertissement)**, mais au-dessus du niveau **Reject (Rejeter)**.
- **Rejected (Rejeté)** est indiqué en rouge quand la valeur de conformité est en dessous du niveau spécifié pour **Reject (Rejeter)**.

Si les valeurs **Warning (Avertissement)** et **Reject (Rejeter)** sont identiques, seules les valeurs **Accepted (Accepté)** et **Rejected (Rejeté)** sont indiquées.

Si la valeur de conformité est en dessous du niveau indiqué pour **Reject (Rejeter)**, le composé n'est pas utilisé dans les calculs d'étalement et de quantification. Dans ce cas, la quantité indiquée est N/A (non disponible).

Pureté UV

Le calcul de pureté UV n'est possible que pour les méthodes qui incluent l'acquisition de spectres. Le calcul compare chaque spectre extrait au spectre au sommet du pic et calcule une valeur de conformité. La valeur de pureté UV est la moyenne des valeurs de conformité.

Les paramètres de pureté UV spécifient les spectres à utiliser dans les calculs, leur mode d'utilisation ainsi que l'indication de pureté UV.

Plage de longueurs d'onde

Par défaut c'est la totalité de la plage de longueurs d'onde du spectre acquis qui est utilisée pour le calcul de pureté. Le groupe de plage de longueurs d'onde permet d'indiquer une plage réduite.

Spectres de pic

Nombre de spectres

Vous pouvez choisir d'utiliser tous les spectres acquis dans le calcul de pureté UV ou un nombre réduit de spectres de chaque pic extrait des données.

Si vous choisissez d'utiliser un nombre réduit de spectres, ceux-ci sont extraits à des points à peu près équidistants du sommet du pic.

Plage de réponse minimale

La valeur **Minimum response range (Plage de réponse minimale)** indique la différence minimale entre les réponses maximale et minimale se traduisant par l'inclusion d'un pic dans le calcul de pureté UV. Les pics en dessous de la **plage de réponse minimale** ne sont pas utilisés dans les calculs.

Correction de bruit de fond

Vous pouvez choisir de corriger les spectres de la contribution de l'absorbance de fond par un ou deux spectres de bruit de fond. Les spectres utilisés pour la correction de bruit de fond peuvent être sélectionnés automatiquement ou manuellement. Les spectres sélectionnés automatiquement sont ceux de début et de fin du pic. Les spectres de bruit de fond sélectionnés manuellement peuvent provenir d'une partie quelconque du spectre.

Pour plus de détails sur la correction de bruit de fond, voir « [Correction de bruit de fond](#) » page 189.

Calculs

Vous pouvez indiquer un seuil de bruit pour les calculs de pureté UV. Les signaux en dessous de la valeur de seuil sont considérés comme du bruit, et ne sont pas utilisés dans le calcul de pureté UV.

Niveaux

Trois niveaux de notification sont proposés pour la pureté UV :

- **Accepted (Accepté)** est indiqué en vert quand la valeur de pureté UV est au-dessus du niveau spécifié pour **Warning (Avertissement)**.

7 Notion de traitement de données

Pureté UV

- **Warning (Avertissement)** est indiqué en jaune quand la valeur de pureté UV est en dessous du niveau Warning (Avertissement), mais au-dessus du niveau **Reject (Rejeter)**.
- **Rejected (Rejeté)** est indiqué en rouge quand la valeur de pureté UV est en dessous du niveau spécifié pour **Reject (Rejeter)**.

Si les valeurs **Warning (Avertissement)** et **Reject (Rejeter)** sont identiques, seules les valeurs **Accepted (Accepté)** et **Rejected (Rejeté)** sont indiquées.

Si la valeur de pureté est en dessous du niveau indiqué pour **Reject (Rejeter)**, le composé n'est pas utilisé dans les calculs d'étalonnage et de quantification. Dans ce cas, la quantité indiquée est N/A (non disponible).

Gestion des spectres

La gestion des spectres n'est possible que pour les méthodes qui incluent l'acquisition de spectres. Les paramètres de gestion de spectres précisent le mode d'affichage des spectres dans l'onglet **Spectra (Spectres)** de la vue de résultats d'échantillon individuel.

Plage de longueurs d'onde

Par défaut, c'est la totalité de la plage de longueurs d'onde acquises qui est affichée pour les spectres. Le groupe de plage de longueurs d'onde permet d'indiquer une plage réduite pour l'affichage.

Spectres de pic

Nombre de spectres

Vous pouvez choisir d'afficher tous les spectres acquis ou d'indiquer un nombre réduit de spectres de chaque pic à extraire des données.

Si vous choisissez d'afficher un nombre réduit de spectres, ceux-ci sont extraits à des points à peu près équidistants du sommet du pic. Pour plus de détails sur l'extraction des spectres, voir le Guide de référence technique.

Plage de réponse minimale

La valeur **Minimum response range (Plage de réponse minimale)** indique la différence minimale entre les réponses maximale et minimale se traduisant par l'affichage d'un pic. Les pics en dessous de la **Minimum response range (Plage de réponse minimale)** ne sont pas affichés.

Correction de bruit de fond

Vous pouvez choisir de corriger les spectres de la contribution de l'absorbance de fond par un ou deux spectres de bruit de fond. Les spectres utilisés pour la correction de bruit de fond peuvent être sélectionnés automatiquement ou manuellement. Les spectres sélectionnés automatiquement sont ceux de début et de fin du pic. Les spectres de bruit de fond sélectionnés manuellement peuvent provenir d'une partie quelconque du spectre.

Chaque spectre de composé du pic est ensuite corrigé par soustraction d'une moyenne pondérée des deux spectres de bruit de fond sélectionnés. Chaque spectre de bruit de fond est pondéré par sa relation temporelle avec le spectre du composé ; le spectre du sommet d'un pic symétrique a donc des contributions égales des deux spectres de bruit de fond soustraits. Un spectre sur la pente montante du pic se voit soustraire une contribution supérieure du spectre de début ; un spectre sur la pente descendante se voit soustraire une contribution supérieure du spectre de fin. La somme des pondérations est toujours égale à 1.

Si un seul spectre de bruit de fond est sélectionné, aucune pondération n'est effectuée.

Étalonnage

Vue d'ensemble

La procédure d'étalonnage peut se diviser en deux procédures séparées, entreprises dans des conditions différentes qui dépendent de la situation d'analyse.

L'étalonnage initial est la procédure de démarrage d'une nouvelle méthode analytique. Les facteurs de réponse (relation entre la réponse du détecteur et la concentration du composé) sont déterminés pour chaque composé, à l'aide d'étalons préparés spécialement, contenant des quantités connues du composé. Les facteurs de réponse permettent de calculer les concentrations absolues des composés dans les échantillons. Les données de réponse et de concentration des composés (ainsi que les données de temps de rétention pour l'identification des pics) sont enregistrées dans la table d'étalonnage.

Après configuration de la table d'étalonnage pour la méthode analytique, les informations d'étalonnage (temps de réponse et de rétention) de la table d'étalonnage peuvent être mises à jour en fonction de nouvelles injections des étalons. C'est la procédure de réétalonnage, qui peut être entreprise à tout moment, et éventuellement inclure les données d'étalonnage existantes dans les calculs de mise à jour.

Principes d'étalonnage

La Figure 55 décrit les étapes principales de la procédure d'étalonnage.

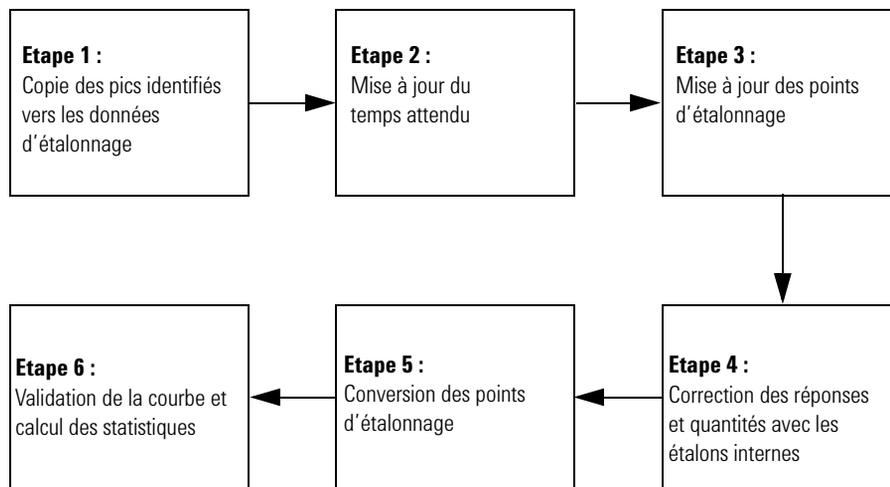


Figure 55 Flot de traitement d'étalonnage

Etape 1 : Copie des pics identifiés vers les données d'étalonnage

La première étape de la procédure d'étalonnage trouve les pics identifiés et les copie depuis les résultats d'identification de pics vers les données d'étalonnage. Tous les pics sont copiés. Les pics non valides (par exemple étalons internes manquants) sont marqués.

Etape 2 : Mise à jour des temps attendus

Dans la deuxième étape, les fenêtres de temps des pics attendus et identifiés sont mises à jour. Si cela a été demandé lors de la configuration de la méthode, les fenêtres de temps attendus des pics attendus qui ont été détectés sont aussi mises à jour par interpolation des temps mesurés des pics les plus proches avant et après le temps attendu pour le pic.

Etape 3 : Mise à jour des points d'étalonnage

Dans la troisième étape, les points d'étalonnage de tous les pics valides détectés sont mis à jour ou recalculés. Pour les étalonnages de quantité fixe, le point d'étalonnage est calculé soit par moyenne soit par remplacement selon les paramètres indiqués dans la méthode. S'il n'existe pas déjà un point d'étalonnage à cette valeur, un point est ajouté. Pour les étalonnages de quantité variable, les nouveaux points d'étalonnage sont ajoutés au pic, la courbe d'étalonnage est recalculée à partir de tous les points d'étalonnage mesurés.

Etape 4 : Correction des réponses et quantités avec les étalons internes

Pour les méthodes ISTD (étalon interne), l'étape 4 corrige les points d'étalonnage par référence aux réponses et quantités des étalons internes. Pour les méthodes ESTD (étalon externe), aucune correction n'est effectuée ; ce sont des quantités et réponses relatives qui sont calculées.

Etape 5 : Conversion de la courbe d'étalonnage

Les points d'étalonnage de tous les pics sont mis en correspondance avec le type de courbe d'étalonnage spécifié, en prenant en compte les facteurs de pondération des points d'étalonnage.

Etape 6 : Validation de la courbe et calcul des statistiques

Dans la sixième étape, le type de courbe d'étalonnage ainsi que le traitement de l'origine sont validés par rapport au nombre de points d'étalonnage. Après validation, les coefficients de la courbe d'étalonnage sont calculés et évalués, les statistiques de la courbe sont aussi calculées.

Étalonnage initial

Table d'étalonnage

La table d'étalonnage fournit la conversion des aires ou hauteurs des pics dans les unités choisies en fonction de la procédure de calcul sélectionnée. La table d'étalonnage contient une liste des temps de rétention provenant d'une analyse d'étalonnage. Ces temps de rétention sont comparés à ceux des pics produits par l'analyse d'un échantillon. S'il y a correspondance, le pic de l'échantillon est supposé représenter le même composé que celui qui figure dans la table d'étalonnage. Voir « [Identification des pics](#) » page 173. Durant une analyse ou pendant la génération d'un rapport, les quantités entrées pour chaque pic sont utilisées pour calculer les quantités pour la procédure de calcul sélectionnée pour le rapport. Le type et la quantité d'informations nécessaires pour créer un tableau d'étalonnage varient selon le type de procédure de calcul désirée.

La création d'une table d'étalonnage requiert les informations suivantes :

- le temps de rétention de chaque pic de composant d'un mélange étalon, et
- la quantité de chaque composé utilisée dans le mélange étalon, exprimée en unités homogènes.

Courbe d'étalonnage

Une courbe d'étalonnage est la représentation graphique des données de quantité et de réponse pour un composé, obtenues à partir d'un ou de plusieurs étalons.

Normalement, une aliquote de l'étalon est injectée, un signal obtenu, et la réponse déterminée en calculant l'aire ou la hauteur du pic, comme dans la Figure 56.

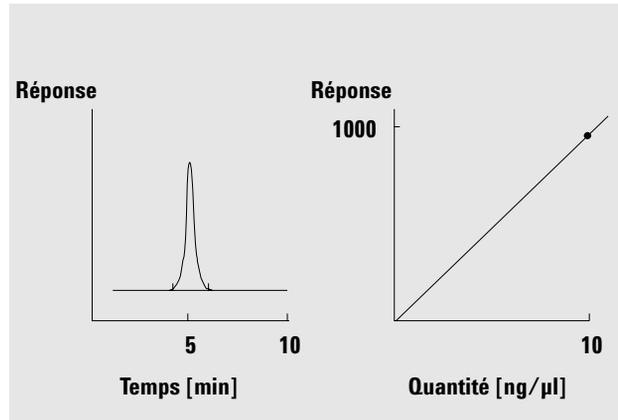


Figure 56 Etalon (10 ng/µl) et courbe d'étalonnage

Echantillons

Un échantillon contient une quantité inconnue du composé à quantifier.

Pour connaître la quantité du composé dans l'échantillon inconnu, vous devez :

- 1 créer une courbe d'étalonnage pour le composé,
- 2 injecter une aliquote de votre échantillon inconnu et exécuter l'analyse de la même manière que pour l'étalon,
- 3 à partir du signal, déterminer la réponse, c'est-à-dire l'aire ou la hauteur du pic par rapport à la quantité inconnue du composé, et
- 4 utiliser la courbe d'étalonnage pour calculer la quantité du composé dans l'échantillon inconnu.

Par exemple, si l'aire d'un pic d'un échantillon inconnu est 500, vous pouvez déterminer que la quantité du composé correspondant dans l'échantillon inconnu est 5 ng/ μ l en utilisant la courbe d'étalonnage de la [Figure 57](#).

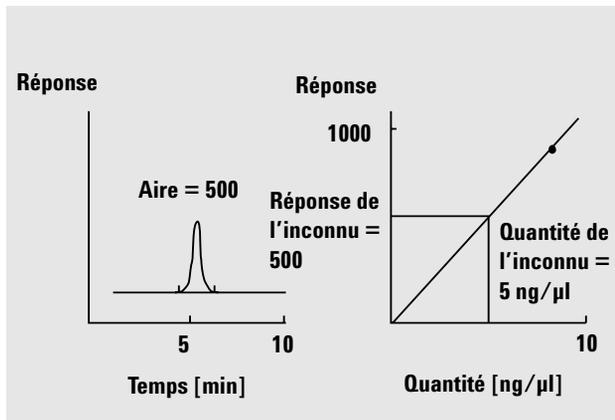


Figure 57 Signal d'un échantillon inconnu et courbe d'étalonnage

Types d'étalonnage

Le logiciel propose deux types d'étalonnage : à un seul niveau et multiniveau

Etalonnage à un seul niveau

La courbe d'étalonnage présentée dans la [Figure 58](#) contient un point, c'est-à-dire un niveau. Pour cette courbe, la réponse du détecteur est supposée linéaire sur la plage utile des concentrations pour les échantillons concernés. Le facteur de réponse pour un pic de composé donné est fourni par l'inverse de la pente de la ligne de la courbe d'étalonnage passant par le point et l'origine. L'un des inconvénients de l'étalonnage à un seul point est que la réponse du détecteur à la concentration d'échantillon est supposée linéaire et passer par l'origine. Cela n'est pas toujours vrai et peut conduire à des résultats inexacts.

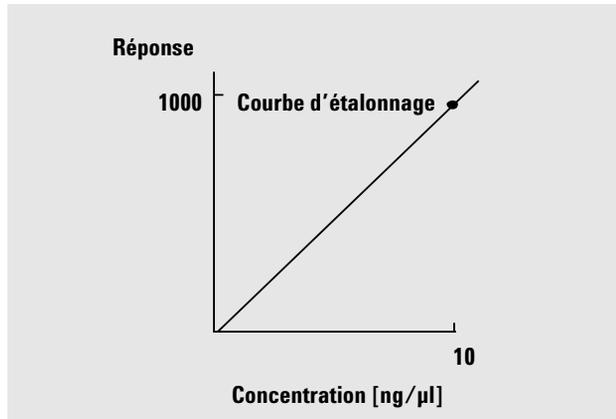


Figure 58 Etalonnage à un seul point

Etalonnage multiniveau

Pour obtenir des résultats quantitatifs exacts, une courbe d'étalonnage doit avoir au moins deux points. Ces points doivent encadrer les quantités attendues dans les échantillons inconnus.

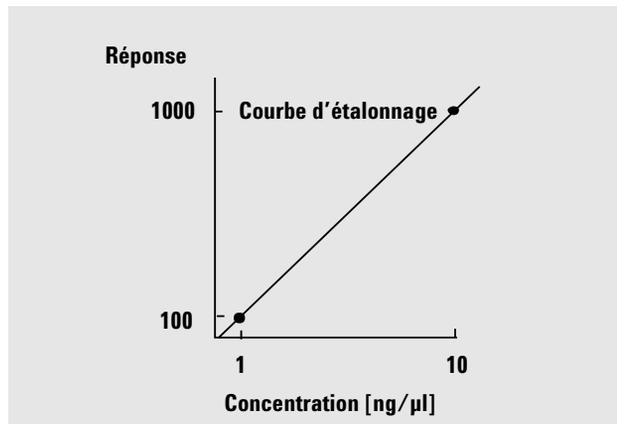


Figure 59 Courbe d'étalonnage à deux points

Par exemple, si vous voulez quantifier un composé et s'il est prévu que les échantillons inconnus soient de 1 à 10 ng/µl, une courbe d'étalonnage doit avoir au moins deux points, comme illustré dans la [Figure 59](#).

L'étalonnage multiniveau peut être utilisé lorsqu'on peut supposer qu'un composé a une réponse non linéaire ou pour confirmer la linéarité de la plage d'étalonnage. Chaque point d'étalonnage correspond à un étalon avec une concentration particulière. Les étalons doivent être préparés de telle sorte que la concentration de chaque composé varie sur toute la plage des concentrations prévues dans les échantillons inconnus. Ainsi, il est possible de permettre une variation de la réponse du détecteur avec la concentration pour calculer les facteurs de réponse en conséquence.

La courbe d'étalonnage multiniveau présentée sur la [Figure 60](#) a trois niveaux et montre une réponse linéaire passant par l'origine. Cette méthode d'ajustement linéaire passant par l'origine est comparable à un étalonnage à un seul point. La réponse du détecteur à la concentration est supposée être linéaire. La différence entre les deux types d'étalonnage est que, avec l'ajustement linéaire, la pente de la réponse du détecteur peut être déterminée par un meilleur ajustement passant par un certain nombre de points.

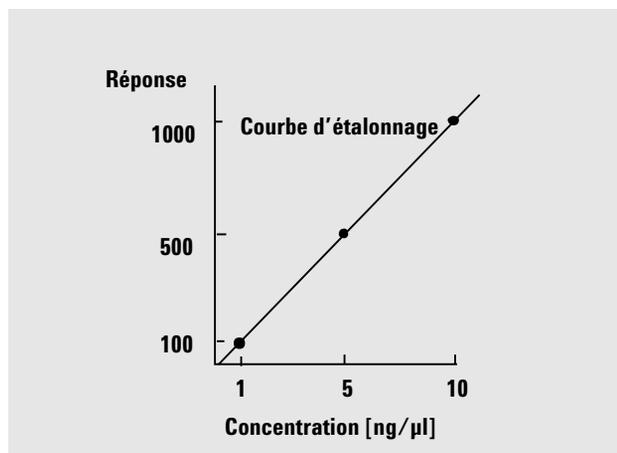


Figure 60 Courbe d'étalonnage à trois points

Le tableau d'étalonnage correspondant, qui contient les informations utilisées pour générer cette courbe, pourrait ressembler à celui du [Tableau 8](#) :

Tableau 8 Tableau d'étalonnage

Point	Quantité (ng/μl)	Réponse (calcul de l'aire)
1	1	100
2	5	500
3	10	1000

Dans cet exemple, les étalons utilisés pour générer les trois points sont appelés 1, 2 et 3.

Plages d'étalonnages

Chaque étalonnage à plusieurs points est valable sur la plage des concentrations utilisées dans les mélanges étalons. L'extrapolation d'une courbe d'étalonnage, en particulier si elle est non linéaire, est au mieux une approximation.

Ajustements de la courbe d'étalonnage

Divers calculs d'ajustement de la courbe peuvent être utilisés avec un étalonnage multiniveau.

- Segment de droite linéaire
- Linéaire
- Logarithme
- Puissance
- Exposant
- Quadratique
- Cubique
- Pente moyenne

Ajustements non linéaires

Dans certains cas, la réponse du détecteur aux variations de concentration d'échantillon n'est pas linéaire. Pour ces types d'analyses, une méthode d'étalonnage par régression linéaire n'est pas adaptée et un calcul d'étalonnage multiniveau non linéaire doit être entrepris. Pour le calcul des courbes d'étalonnage non linéaires, c'est une adaptation par la méthode des moindres carrés qui est utilisée.

Réétalonnage

Le réétalonnage est le processus qui sert à mettre à jour un point sur une courbe d'étalonnage. Lors d'un réétalonnage, vous analysez un autre échantillon contenant les mêmes composés étalons que l'original. Pour les méthodes à étalonnages de quantités fixes, il est essentiel d'utiliser les mêmes quantités de composés étalons. Lorsque vous analysez l'étalon, vous obtenez des facteurs de réponse et des temps de rétention mis à jour. Vous pouvez aussi choisir d'obtenir la moyenne des facteurs de réponse sur plusieurs analyses d'étalonnage, afin que les facteurs de réponse soient pondérés de manière égale.

Pourquoi réétalonner ?

La plupart des étalonnages ont une durée de vie limitée, par suite des variations de conditions d'analyse qui ne sont pas totalement sous contrôle de l'instrument. Pour maintenir l'exactitude de l'analyse, le réétalonnage est nécessaire. Par exemple, supposons que vous ayez créé un tableau d'étalonnage pour le composé caféine que vous utilisez chaque fois que vous devez quantifier des échantillons contenant de la caféine. A un moment donné, vous devrez remplacer la colonne ou le capillaire. Même si la colonne est remplacée par un type exactement identique, la nouvelle colonne ne se comportera pas exactement de la même façon que la précédente qui avait été utilisée lors de la création de la table d'étalonnage de la caféine. Par conséquent, pour préserver la cohérence, vous devez réétalonner les points dans le tableau d'étalonnage avant d'utiliser la nouvelle colonne, pour analyser des échantillons contenant des quantités inconnues de caféine. Ce faisant, vous quantifiez des échantillons analysés dans les mêmes conditions.

Réétalonnage manuel

Vous pouvez entrer les informations d'étalonnage de pic manuellement pour normaliser la table d'étalonnage. Habituellement, une nouvelle méthode d'étalonnage est créée en injectant un mélange étalon, créant la table et en entrant les quantités de tous les pics étalonnés pour obtenir les facteurs de réponse. Cette approche est insuffisante dans le cas de certaines applications, comme celles de l'industrie pétrolière où les mêmes composés sont analysés depuis des années et les facteurs de réponse des différents composés et détecteurs parfaitement connus.

Vous créez manuellement le tableau d'étalonnage en entrant les pics et leurs facteurs de réponse dans le tableau d'étalonnage et en réétalonnant la méthode à l'aide d'un étalon qui contient au moins un pic de référence.

Options de réétalonnage pour les étalonnages de quantité fixe

Vous disposez d'un certain nombre de méthodes pour mettre à jour les réponses des tables d'étalonnage avec de nouvelles données d'étalonnage.

REMARQUE

Les étalonnages de quantité fixe remplacent toujours les valeurs de la table d'étalonnage, il n'y a donc pas d'historique d'étalonnage de quantité fixe.

Moyenne La moyenne de toutes les sessions d'étalonnage est calculée par la formule suivante :

$$Response = \frac{n \times Response + MeasResponse}{n + 1}$$

où

n = nombre d'étalonnages précédents

$MeasResponse$ = réponse mesurée

La nouvelle réponse moyenne remplace la valeur précédente.

Remplacer Les nouvelles valeurs de réponses remplacent les anciennes, le compteur n est réinitialisé à 1.

Pas de m.à.j Ne pas utiliser ce point comme point d'étalonnage

Options de réétalonnage pour les étalonnages de quantité variable

Le choix des options de réétalonnage adéquates pour le réétalonnage de quantité variable est identique à celui des réétalonnages de quantité fixe, mais le mode de fonctionnement est différent.

Moyenne Toutes les valeurs de réponses précédentes sont conservées, la nouvelle est ajoutée à cette liste.

Remplacer Toutes les valeurs de réponses enregistrées précédemment sont supprimées, la nouvelle valeur de réponse est utilisée pour l'étalonnage.

Pas de m.à.j Ne pas utiliser ce point comme point d'étalonnage

Méthodes de réétalonnage

Le logiciel propose trois modes de réétalonnage pendant une séquence d'analyse automatisée :

- mise à jour simple, la table d'étalonnage est mise à jour après chaque étalon,

- encadrement, les groupes d'échantillons sont analysés avec des ensembles d'étalons analysés avant et après le groupe d'échantillons,
- encadrement global, où tous les échantillons sont analysés avec tous les étalons dans la séquence.

Mise à jour de temps de rétention

Les calculs d'étalonnage définissent ou mettent à jour les temps de rétention attendus dans les informations d'étalonnage. Différents calculs sont possibles pour effectuer la moyenne des erreurs aléatoires des analyses d'étalonnage comme pour compenser la dérive des conditions d'analyse :

Averaging (Calcul de moyenne) il est possible d'utiliser les données d'étalonnage de plus d'un étalonnage pour compenser les erreurs aléatoires. La dérive est mieux compensée en remplaçant les données d'étalonnage existantes par les nouvelles valeurs mesurées ou par calcul d'une moyenne flottante.

La mise à jour des temps de pic est indépendante de la mise à jour des points d'étalonnage. Les calculs sont identiques pour l'étalonnage initial et le réétalonnage ; les calculs de réétalonnage se basent sur les données d'étalonnage depuis le dernier remplacement des valeurs d'étalonnage.

Moyenne flottante

La moyenne flottante calcule les nouvelles valeurs d'étalonnage à l'aide des valeurs mesurées et pondérées. Pour plus de détails sur les calculs, voir le Guide de référence technique.

Remplacement

Le remplacement substitue les temps de pics attendus actuels par les nouvelles valeurs mesurées et réinitialise le compteur de mise à jour de temps de pic à 1.

Mise à jour des pics non identifiés

Les pics attendus qui ne se trouvent pas dans les résultats d'identification de pic peuvent être mis à jour à partir de la dérive de temps des pics adjacents détectés. La dérive de temps des pics non détectés est interpolée à partir des temps attendus et mesurés des pics détectés avant et après. S'il n'y a pas de pic avant, le temps est interpolé à partir du temps zéro jusqu'au pic de temps le plus faible. S'il n'y a pas de pic après, le temps est extrapolé à partir de zéro jusqu'au dernier pic. S'il manque des pics, un avertissement apparaît.

Tri des pics et composés étalonnés

Les pics sont triés par temps attendu. Les composés sont triés par temps de pic primaire (principal).

Calculs de limite de fenêtre de temps

Les limites de fenêtre de temps des pics sont recalculées après mise à jour des temps attendus. Pour plus de détails sur les calculs utilisés, voir le Guide de référence technique.

Mise à jour des points d'étalonnage

Les calculs d'étalonnage définissent ou mettent à jour les réponses et quantités dans les informations d'étalonnage. La mise à jour des points d'étalonnage est indépendante de la mise à jour des temps de pics. Les calculs de réétalonnage utilisent les données d'étalonnage depuis le dernier remplacement des valeurs d'étalonnage.

Étalonnages à quantité fixe

Pour les étalonnages à quantité fixe, où les quantités d'étalon injectées sont identiques à l'entrée de la table d'étalonnage à chaque niveau et chaque lancement d'étalonnage, deux méthodes de calcul permettent de mettre à jour les points d'étalonnage :

Calcul de moyenne Les données d'étalonnage de plus d'une analyse d'étalonnage peuvent permettre de compenser les erreurs aléatoires. La dérive est mieux compensée par remplacement des données d'étalonnage existantes par les nouvelles valeurs mesurées.

REMARQUE

Les étalonnages de quantité fixe remplacent toujours les valeurs de la table d'étalonnage, il n'y a donc pas d'historique d'étalonnage de quantité fixe.

Remplacement Le remplacement substitue les valeurs d'aire ou de hauteur par les nouvelles valeurs mesurées et réinitialise le compteur de mise à jour de réponse à 1. Les valeurs de temps sont calculées et mises à jour d'abord (voir « [Mise à jour de temps de rétention](#) » page 205), la mise à jour des réponses est effectuée ensuite.

Pas de m.à.j Ne pas utiliser ce point comme point d'étalonnage

Méthodes à étalon interne

Pour les calculs d'étalon interne, les données de hauteur brute, d'aire et de quantité sont remplacées par les rapports des réponses de composés et d'étalons internes. La courbe d'étalonnage est calculée à partir du rapport de réponse et du rapport de quantité des points d'étalonnage.

Étalonnages à quantité variable

Quand les moyennes de points de réponse d'étalonnage et de quantité sont calculées pour les étalonnages à quantité fixe, les valeurs historiques mesurées sont perdues. Donc les calculs de courbe d'étalonnage sont difficiles à valider. Pour éviter les problèmes causés par le calcul de moyenne de points d'étalonnage, toutes les mesures peuvent être enregistrées sous forme de points séparés ; dans ce mode, chaque point peut avoir une quantité et une réponse différente – ce qui correspond aux situations réelles où chaque étalon peut avoir une concentration légèrement différente.

Moyenne Pour un étalonnage à quantité variable, la mise à jour d'étalonnage ajoute toujours des points d'étalonnage.

7 Notion de traitement de données

Étalonnage

Remplacement Le remplacement substitue les valeurs actuelles d'aire, de hauteur et de quantité par les nouvelles valeurs mesurées et réinitialise le compteur de mise à jour de réponse à 1. Les valeurs de temps sont calculées et mises à jour d'abord (voir « [Mise à jour de temps de rétention](#) » page 205), la mise à jour des réponses est effectuée ensuite.

REMARQUE

Dans les étalonnages à quantité variable, le remplacement supprime toutes les entrées historiques d'étalonnage du niveau remplacé.

Pas de m.à.j Ne pas utiliser ce point comme point d'étalonnage.

Quantification

Vue d'ensemble

Une fois les pics intégrés et identifiés, l'étape suivante dans l'analyse est la quantification. La quantification utilise la réponse (aire ou hauteur de pic) pour déterminer la concentration d'un composé dans un échantillon.

Une analyse quantitative complète comporte de nombreuses étapes, brièvement résumées ci-après :

- Connaître le composé que vous êtes en train d'analyser,
- Etablir une méthode pour analyser des échantillons contenant ce composé,
- Analyser un ou plusieurs échantillons contenant une ou plusieurs concentrations connues du composé, pour obtenir la réponse qui convient à cette concentration,
- Vous pouvez aussi analyser un certain nombre de ces échantillons avec différentes concentrations des composés concernés, si votre détecteur a une réponse non linéaire. Ce processus est appelé *étalonnage multiniveau*,
- Analyser l'échantillon contenant une concentration du composé, pour obtenir la réponse en rapport avec la concentration inconnue,
- Comparer de la réponse de la concentration à rechercher avec celle de la concentration connue pour déterminer la quantité du composé.

Pour obtenir une comparaison valable de la réponse de l'échantillon inconnu avec celle du mélange étalon, les données doivent être acquises et traitées dans des conditions identiques.

Principes de quantification

La Figure 61 présente les étapes principales de la procédure de quantification.

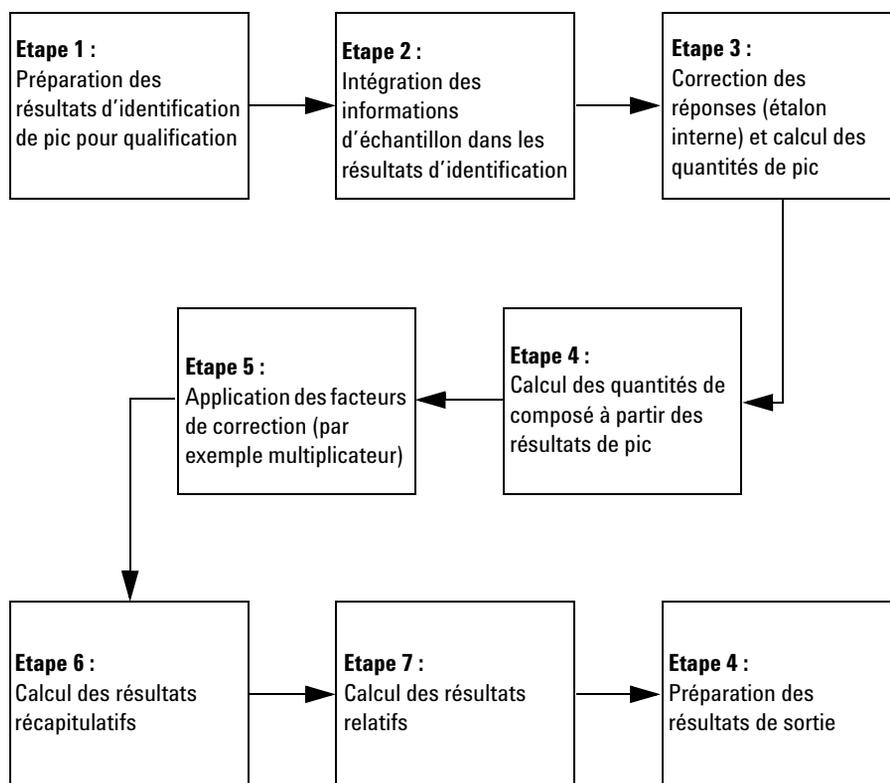


Figure 61 Flot de traitement de quantification

Etape 1 : Préparation des résultats d'identification de pic pour qualification

La première étape de la procédure de quantification copie les paramètres essentiels (base et type de calcul) des informations d'étalonnage vers les résultats de quantification.

Etape 2 : Intégration des informations d'échantillon dans les résultats d'identification

Dans la deuxième étape de la procédure de quantification, les informations d'échantillon sont intégrées en résultats de procédure d'identification de pic.

Etape 3 : Correction des réponses (étalon interne) et calcul des quantités de pic

L'étape 3 se divise en deux : dans la première, chaque réponse de pic est corrigée par référence à la réponse de l'étalon correspondant. Dans la deuxième, les quantités de pics sont calculées à partir des réponses corrigées.

La première recherche est celle du pic de référence d'étalon interne dans le signal. S'il n'est pas trouvé dans ce signal, c'est le pic principal du composé de référence interne qui est utilisé pour effectuer les corrections.

Dans la deuxième partie, la quantité de chaque pic est calculée. Les calculs se basent sur les informations d'échantillon, la réponse du pic (hauteur ou aire) et la courbe d'étalonnage correspondante.

Les quantités des pics inconnus sont calculées d'abord ; les paramètres de quantification indiquent si les pics inconnus doivent être calculés avec un facteur de réponse fixe, le facteur d'un pic connu ou pas du tout.

Les paramètres spécifiques de pic sont d'habitude extraits de la courbe d'étalonnage. Mais il est possible d'utiliser les données d'étalonnage d'un composé et pic différent ou d'utiliser un facteur fixe.

Etape 4 : Calcul des quantités de composé à partir des résultats de pic

Dans l'étape 4, les quantités de composé sont calculées à partir des résultats du pic principal.

Etape 5 : Application des facteurs de correction

Cette sixième étape applique aux quantités calculées de pic et de composé tous les facteurs de correction provenant des données d'échantillon, par exemple multiplicateurs, facteur de dilution et calculs de quantité d'échantillon.

Etape 6 : Calcul des résultats récapitulatifs

Dans l'étape 7, les résultats récapitulatifs, par exemple sommes d'aires, de hauteurs et de quantités, sont calculés à partir des résultats corrigés. Les composés étalons internes ne sont pas inclus dans les calculs.

Etape 7 : Calcul des résultats relatifs

L'étape 8 calcule les résultats relatifs, Area% (pourcentage d'aire), Height% (pourcentage de hauteur) et Norm% (pourcentage normalisé) à partir des réponses de pics (aire ou hauteur), des quantités de composés et des résultats récapitulatifs de l'étape 7. Les résultats pour les composés étalons internes sont toujours égaux à zéro.

Etape 8 : Préparation des résultats de sortie

Dans la dernière étape, les résultats ESTD% et ISTD% (%étalon externe et %étalon interne) sont préparés pour sortie par mise à échelle des résultats de quantité en fonction de la quantité d'échantillon.

Calculs personnalisés

Vous pouvez accéder aux calculs personnalisés NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity par une interface du type tableur, comparable à Excel de Microsoft. Le nombre et le type des feuilles de calcul que vous pouvez définir dépend du type de la méthode – échantillons individuels ou séquence – et du type de résultats. Les variables de la base de données disponibles dépendent également du type de résultats.

Types de résultats disponibles pour les calculs personnalisés

Un *type de résultats* est une catégorie correspondant à une injection, un groupe d'échantillons ou d'étalons ou une séquence.

Pour les échantillons individuels, les calculs personnalisés peuvent être définis pour les résultats d'injections individuelles ou pour les récapitulatifs d'injections multiples. Vous utilisez les variables de la méthode, y compris les variables d'échantillon personnalisées définies dans la méthode, ainsi que les résultats de quantification des composés et des pics pour définir les calculs.

Un *groupe de type d'échantillon* est un groupe de résultats d'une séquence, regroupés en fonction du type d'échantillon, à savoir : échantillons d'étalonnage, échantillons CQ, ou groupes d'échantillons. Vous pouvez définir vous-même des groupes d'échantillons personnalisés.

Pour les séquences, les calculs personnalisés peuvent être définis pour les résultats d'injections individuelles ou pour les récapitulatifs d'injections multiples et les *groupes de type d'échantillon*. Vous pouvez aussi définir des calculs sur plusieurs groupes d'échantillons à l'aide de feuilles de calcul **group identifier (identificateur de groupe)** et **sub-group identifier (identificateur de sous-groupe)**.

Procédure de définition des calculs personnalisés

Au cours de la définition des calculs personnalisés, vous ajoutez des colonnes à la feuille de calcul pour y entrer des champs, des variables et des résultats déjà présents dans la base de données, vous ajoutez ensuite de nouvelles colonnes pour accueillir les formules de calcul des nouvelles variables que vous définissez.

Un grand nombre d'opérateurs mathématiques et d'instructions conditionnelles sont disponibles pour agir sur les variables. La syntaxe d'utilisation des variables avec ces fonctions est essentiellement la même que celle de Microsoft Excel. Consultez l'aide en ligne, onglet référence, pour trouver la description de toutes les variables et fonctions disponibles.

Remarquez que si vous ajoutez ultérieurement des composés à la méthode, vous devrez modifier les feuilles de calcul personnalisées pour calculer les résultats de composés supplémentaires.

Elaboration des calculs personnalisés

Pour vous aider à comprendre la procédure, regardez comment un calcul personnalisé est élaboré. En examinant cette figure, notez que le système utilise des résultats de calculs personnalisés d'injections individuelles pour calculer les résultats récapitulatifs des injections multiples. Ces résultats à leur tour peuvent être utilisés pour calculer des résultats relatifs à un type ou un groupe d'échantillons. Tous les résultats sont enregistrés dans la base de données et toutes les données en proviennent.

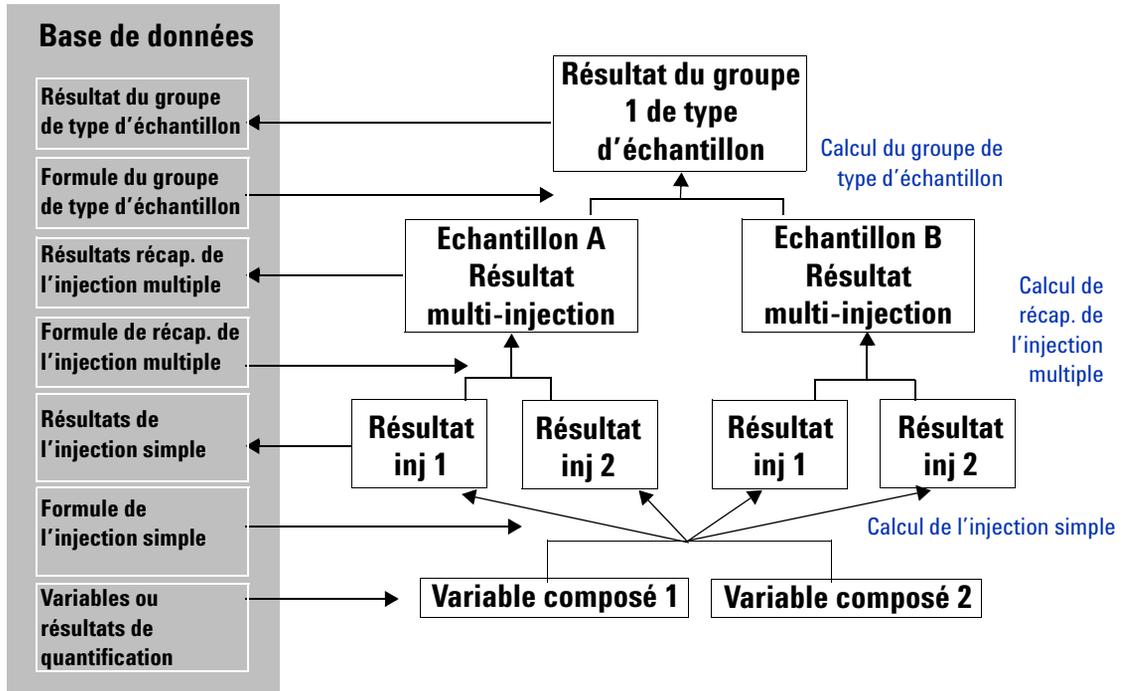


Figure 62 Hiérarchie des calculs effectués

Exemple de calculs

Calculs par groupe d'échantillons
(Ecart type relatif des quantités = STDEV
(Qté échantillon A, Qté échantillon B))

Calculs par échantillons (Qté moyenne =
moyenne(Qté Inj1 + Qté Inj2))

Calculs par injection (Quantité% =
quantité impureté / quantité composé
principal *100)

Ecart type des quantités

Quantité moyenne

Quantité (résultat existant)

Quantité% (calculs par injection)

Groupe d'échantillons 1				Groupe d'échantillons 2			
Echantillon A		Echantillon B		Echantillon C		Echantillon D	
Inj 1	Inj 2	Inj 1	Inj 2	Inj 1	Inj 2	Inj 1	Inj 2
0,14				0,08			
1,86		2,06		3,56		3,44	
1,8	1,92	2,01	2,11	3,51	3,60	3,49	3,40
0,15	0,16	0,17	0,18	0,29	0,30	0,29	0,28

Configuration de la feuille de calcul

Vous pouvez accéder aux calculs personnalisés par une interface du type tableur, comparable à Microsoft Excel. Ces feuilles de calcul permettent de définir et d'effectuer des calculs sur les différents types de résultats à chaque étape du processus de calcul.

- La feuille de calcul **Single injection (Injection unique)**, qui est prise en compte après la quantification, permet de définir un calcul d'injection unique pour tous les types d'échantillons. (Figure 64)
- La feuille de calcul de récapitulatif des **injections multiples** permet de définir des calculs sur les injections multiples d'un même échantillon (un type de calcul valable pour tous les types d'échantillon). (Figure 65)

- La feuille de calcul de groupe de type d'échantillon permet de définir des calculs pour un groupe d'un même type d'échantillon ou un groupe d'échantillons personnalisé. (Figure 66)
- La feuille de calcul **Group Identifier (Identificateur de groupe)** permet d'effectuer des calculs sur des échantillons sélectionnés dans une séquence, par exemple un ensemble d'échantillons désigné pour les tests d'adéquation du système. (Figure 67)

Ajout de résultats/variables existants

Dans les feuilles de calcul, vous commencez par ajouter une colonne qui contient une variable ou un résultat existant avant de pouvoir définir une nouvelle formule ou un nouveau calcul utilisant cette variable ou ce résultat. Les variables ou résultats existants disponibles dépendent du type du résultat.

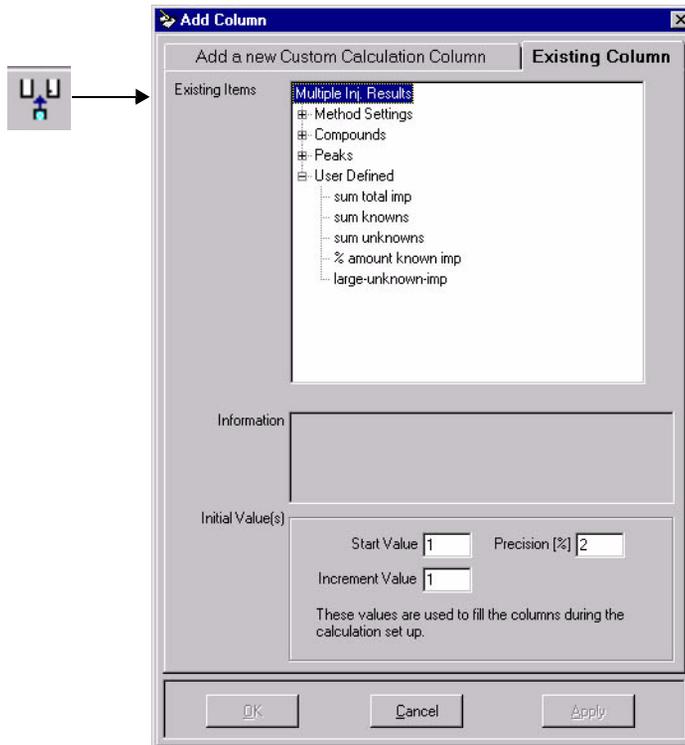


Figure 63 Liste des variables et résultats existants pour les calculs récapitulatifs d'injections multiples

Variables et résultats d'injection simple

- Variables d'échantillons et de méthodes
- Intégration des composés et résultats de quantification.
- Intégration des pics et résultats de quantification.
- Variables d'échantillon personnalisées (définies dans la section Variables d'échantillon de la méthode).

Variables et résultats de récapitulatifs d'injections multiples

- Variables de méthode
- Intégration des composés et résultats de quantification.
- Intégration des pics et résultats de quantification.
- Variables ou résultats définis par l'utilisateur – ce sont les résultats des calculs personnalisés produits par la formule définie dans la feuille de calcul des injections uniques.

Variables ou résultats d'un groupe de type d'échantillon

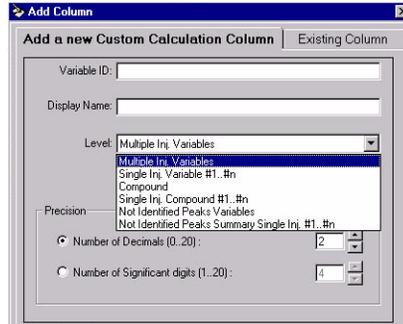
Seuls les résultats des calculs personnalisés définis par l'utilisateur dans la feuille de calcul récapitulative d'injections multiples sont disponibles en tant que variables pour établir un calcul au niveau du groupe de type d'échantillon.

Variables ou résultats d'identificateur de groupe

Tous les résultats et variables des calculs personnalisés définis dans la feuille de calcul récapitulative multi-injection sont disponibles comme variables pour définir un calcul pour les identificateurs de groupes.

L'interface utilisateur du programme Cerity **Report Template Editor (Editeur de modèles de rapport)** ainsi que le glossaire de l'aide en ligne contiennent des descriptions de toutes les variables et résultats disponibles pour les calculs personnalisés.

Définition d'un nouveau calcul personnalisé Vous ajoutez également une colonne à la feuille de calcul pour définir une formule pour un calcul personnalisé dont le résultat peut être utilisé comme variable pour les autres calculs. Vous entrez le **Display name (Nom d'affichage)** et l'identificateur système pour le calcul que vous voulez définir.



Un *niveau* est une ligne de la feuille de calcul contenant la formule ou le résultat du nouveau calcul.

Vous sélectionnez également un *niveau (level)* pour le calcul. Les niveaux de calcul de la feuille de calcul dépendent du type de résultat. Examinez les exemples de feuilles de calcul ci-dessous ainsi que sur la page suivante pour connaître le niveau à choisir pour les calculs.

Niveaux pour la feuille de calcul d'injection simple

La figure ci-dessous décrit les niveaux pour une injection unique.

	A	B	C	D	E	F	G	H
Niveau des variables d'injection unique — Cette ligne contient la formule pour obtenir un résultat récapitulatif pour l'injection unique.	1					New	New	New
	2			Amount	Peak Area	Perc. of Nicotin	Sum Metabolites	AreaSum not ident. Peaks
	3	-				%	mg/kg	
Niveau récapitulatif des composés identifiés ou des pics non identifiés — Ces lignes contiennent les formules pour obtenir les résultats récapitulatifs des composés identifiés et des pics non identifiés.	4	Single Inj. Results						
	5	Single Inj. Variables					2.996	
	6	Identified Compounds						
	7	Nicot. Metabolit I			0.9993	1.0097	24.885	
	8	Nicot. Metabolit II			1.9968	1.9896	49.724	
	9	PCH			3.0126	2.9811		
	10	Nicotin			4.0158	3.9833		
Niveaux 1 à n des composés identifiés ou pics non identifiés — Ces lignes contiennent des formules pour le calcul des composés individuels ou des pics.	11	Not Identified Peaks						18.005
	12	Unknown 1				5.0455		
	13	..				6.0103		
	14	Unknown n				6.9492		

Figure 64 Feuille de calcul d'injection unique

Niveaux pour la feuille de calcul de récapitulatif d'injection multiple

La figure ci-dessous décrit les niveaux pour un récapitulatif d'injection multiple.

Niveau des variables d'inj. multiple —

Cette ligne contient la formule pour obtenir un résultat récapitulatif de toutes les injections uniques.

Niveaux 1 à n des variables d'inj. multiple

— Ces lignes contiennent les formules pour les calculs sur les résultats des injections uniques obtenus par le calcul avec la variable d'injection unique définie dans la feuille de calcul des injections uniques.

Niveau récapitulatif des composés identifiés ou des pics non identifiés —

Ces lignes contiennent les formules pour obtenir les résultats récapitulatifs pour toutes les injections unique pour un composé identifié ou un pic non identifié.

Niveaux 1 à n des composés identifiés ou pics non identifiés —

Ces lignes contiennent des formules pour le calcul des injections uniques individuelles pour chaque composé ou pic.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1				Amount	Sum Metabolites	New Mean Amount	New RSD of Sum Amount Metabolites	AreaSum not ident. Peaks	New Mean of AreaSum not ident. Peaks
2									
3	-				mg/kg	mg/kg	%		
4	Multiple Inj. Results								
5	-	Multiple Inj. Variable					12.58		
6		Single Inj. #1			2.998				
7		..			3.182				
8		Single Inj. #n			3.978				
9	-	Nicot. Metabolit I				1.777			
10		Single Inj. #1		0.9993					
11		..		1.9496					
12		Single Inj. #n		2.3811					
13	-	Nicot. Metabolit II				3.018			
14		Single Inj. #1		1.9968					
15		..		3.0455					
16		Single Inj. #n		4.0103					
17	+	PCH				7.976			
21	-	Nicotin				5.347			
22		Single Inj. #1		4.0158					
23		..		5.9183					
24		Single Inj. #n		6.1065					
25	-	Not Identified							18.78
26		Single Inj. #1						18.006	
27		..						17.346	
28		Single Inj. #n						20.999	

Figure 65 Récapitulatif d'injection multiple

Niveaux pour la feuille de calcul d'un groupe de type d'échantillons

La Figure 66 présente les niveaux des groupes de types d'échantillons.

Niveau des variables de groupe de type d'échantillon — Cette ligne contient la formule pour obtenir un résultat récapitulatif pour chaque groupe d'échantillons de la feuille.

Niveaux 1 à n des variables (échantillon) de récapitulatif d'injections multiples — Ces lignes contiennent les formules pour les calculs sur les résultats des injections simples obtenus par le calcul avec la variable d'injection multiple définie dans la feuille de calcul récapitulative des injections multiples.

Niveau récapitulatif des composés identifiés ou des pics non identifiés — Ces lignes contiennent les formules pour obtenir les résultats récapitulatifs pour tous les échantillons du groupe pour un composé ou un pic.

Niveaux 1 à n des composés identifiés ou pics non identifiés — Ces lignes contiennent des formules pour le calcul des échantillons des groupes individuels pour chaque composé ou pic.

1	A	B	C	D	E	F	G	H	I
				Mean Amount	New Mean Amount per Lot	RSD of Sum Amount Metabolites	New Mean of RSD Metabolites	Mean of AreaSum not ident. Peaks	New Mean AreaSum per Lot
2									
3	-			mg/kg	mg/kg	%	%		
4			User Sample Groups						
5	-		Sample Group Variable				12.59		
6			Sample Inj. #1			12.58			
7			..			12.02			
8			Sample Inj. #n			12.97			
9	-		Nicot. Metabolit I		2.002				
10			Sample Inj. #1	1.777					
11			..	1.996					
12			Sample Inj. #n	3.002					
13	-		Nicot. Metabolit II		4.995				
14			Sample Inj. #1	3.018					
15			..	4.988					
16			Sample Inj. #n	5.982					
17	+		PCH		8.003				
21	-		Nicotin		10.933				
22			Sample Inj. #1	5.347					
23			..	10.980					
24			Sample Inj. #n	11.883					
25	-		Not Identified						22.295
26			Sample Inj. #1				18.78		
27			..				22.02		
28			Sample Inj. #n				22.97		

Figure 66 Feuille de calcul du groupe de type d'échantillon

Feuille de calcul d'identificateur de groupe

La feuille de calcul **Group Identifier (Identificateur de groupe)** permet d'attribuer des échantillons à différents groupes pour effectuer différents calculs. Vous pouvez par exemple inclure un ensemble d'échantillons de test d'adéquation dans votre séquence. Ces échantillons devront être traités différemment des autres, car ils nécessitent un jeu de calculs différent. Vous pouvez définir les échantillons d'adéquation du système sous forme de groupes et effectuer ces calculs d'adéquation du système dans la feuille de calcul **Group Identifier (Identificateur de groupe)**. La feuille de calcul **Group Identifier (Identificateur de groupe)** base ses calculs sur les valeurs de la feuille de calcul **Multi-Injection** ; les valeurs des autres feuilles de calcul n'ont aucun effet.

Les **Group Identifiers (Identificateurs de groupes)** sont définis dans la feuille de calcul du calculateur personnalisé lors de la configuration de la méthode. Vous attribuez des échantillons aux groupes lors de la définition de la table de séquence. La table de séquence propose aussi un niveau de classification supplémentaire, les **Sub-group Identifier (Identificateurs de sous-groupe)**. Les **Sub-group Identifiers (Identificateurs de sous-groupes)** ne sont pas définis lors du développement de la méthode, mais inclus dans la définition de la séquence. Ceci offre une grande souplesse dans l'utilisation des **Sub-group Identifiers (Identificateurs de sous-groupes)**, car ils peuvent être spécifiés et attribués de façon différente pour chaque séquence. La [Figure 66](#) présente l'apparence de la feuille de calcul **Group Identifier (Identificateur de groupe)**.

Niveau variable de groupe d'échantillons
— Cette ligne contient la formule de calcul d'un résultat récapitulatif pour chaque identificateur de groupe.

Niveau de composé identifié — Chaque niveau de composé contient tous les identificateurs de groupes.

Niveau d'identificateur de groupe — Ces lignes contiennent les formules de calcul des résultats pour les identificateurs de groupes de tous les composés individuels.

Niveau d'identificateur de sous-groupe — Ces lignes contiennent les formules de calcul des résultats pour les identificateurs de sous-groupes dans les identificateurs individuels correspondant à chaque composé.

	A	B	C	D	E	F	G
1							New
2						Mean Resolution	Mean Resolution overall
3					-		
4					Group Identifier		
5					- Sample Group Variable		
6					- Group Identifier 1		
7					- Sub group identifier #1		
8					Sample #1		
9					...		
10					Sample #n		
11					- ...		
12					Sample #1		
13					.		
14					Sample #n		
15					- Sub group identifier #n		
16					Sample #1		
17					.		
18					Sample #n		
19					+ Group Identifier 2		
32					- Cmpd 1		
33					- Group Identifier 1		2.00
34					- Sub group identifier #1		
35					Sample #1	1.00	
36					..	2.00	
37					Sample #n	2.99	
38					- ...		
39					Sample #1	4.02	
40					..	5.02	
41					Sample #n	5.96	
42					- Sub group identifier #n		
43					Sample #1	6.95	
44					..	7.99	
45					Sample #n	8.91	
46					+ Group Identifier 2		
59					- Cmpd 2		
60					+ Group Identifier 1		
73					+ Group Identifier 2		
86					- Cmpd 3		
87					+ Group Identifier 1		

Figure 67 Feuille de calcul Group Identifiers (Identificateurs de groupes)

Consultez l'aide en ligne, onglet Référence, pour trouver la définition de toutes les fonctions et de toutes les instructions conditionnelles disponibles.



Fonctions et instructions conditionnelles

Pour définir une formule, entrez dans une cellule une fonction mathématique ou une instruction conditionnelle et les lignes opérées. Un calcul doit commencer par le signe égal (=). Par exemple, l'entrée pour calculer la moyenne de la quantité du métabolite I de la nicotine d'un lot dont il est question à la Figure 66 page 221, ressemblerait à : =AVERAGE(D10:D12).

Vous pouvez accéder à la liste complète des fonctions mathématiques de l'espace de travail des calculs personnalisés en cliquant sur le bouton **Function (Fonction)** de la barre d'outils.

Valeurs affichées pendant la phase de définition

Pendant la phase de définition des calculs, NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity produit des nombres aléatoires pour remplir les cellules puisque les résultats ne peuvent pas toujours être disponibles.

Exemples de calculs personnalisés

Consultez l'exercice du manuel de mise en route, « Définir une méthode pour identifier les impuretés », pour vous exercer à définir un calcul personnalisé.

Vous pouvez trouver des instructions dans l'aide en ligne (Commentaire pour/Définition de méthodes/Définition de calculs personnalisés) pour définir les calculs personnalisés suivants :

- Statistiques d'aires de pics pour des injections multiples.
- Pourcentage d'une impureté connue.
- Pourcentage total des impuretés connues.
- Pourcentage d'une impureté inconnue.
- Pourcentage total des impuretés inconnues.
- Facteur de réponse moyen pour des injections multiples.
- Facteur de réponse moyen de chaque composé du groupe d'échantillons d'étalonnage.
- Ecart type du facteur de réponse moyen de chaque composé des étalons.
- Ecart type relatif du facteur de réponse moyen de chaque composé des étalons.

- Facteur de réponse relative entre pics.
- Précision des étalons de vérification comparée aux étalons.
- Concentration et quantité réelle d'un échantillon.
- Quantité corrigée pour des composés individuels.

Relations entre feuilles de calcul

Les feuilles de calculs sont liées entre elles comme indiqué dans l'exemple ci-dessus et les [Figure 68](#) et [Figure 69](#). Les résultats des feuilles de calcul d'injection uniques sont utilisés dans la feuille de calcul récapitulatif des injections multiples. Ces résultats sont alors tous utilisés dans la feuille de calcul du groupe de type d'échantillons.

7 Notion de traitement de données Calculs personnalisés

FEUILLE DE CALCUL D'INJECTION UNIQUE

Valeur personnalisée calculée

Résultats de quantification

Résultats de l'intégration

	A	B	C	D	E	F	G	H
1				Amount	Peak Area	New Perc. of Nicotin	New Sum Metabolites	New AreaSum not ident. Peaks
2								
3		-				%	mg/kg	
4	Single Inj. Results						2.996	
5	Single Inj. Variables							
6	- Identified Compounds							
7			Nicot. Metabolit I	0.9993	1.0097	24.885		
8			Nicot. Metabolit II	1.9968	1.9896	49.724		
9			PCH	3.0126	2.9811			
10			Nicotin	4.0158	3.9833			
11	- Not Identified Peaks							
12			Unknown 1		5.0455			18.005
13			..		6.0103			
14			Unknown n		6.9492			

Emplacement des injections multiples

Certains champs peuvent être
masqués pour faciliter la lecture

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1				Amount	Sum Metabolites	New Mean Amount	New RSD of Sum Amount Metabolites	AreaSum not ident. Peaks	New Mean of AreaSum not ident. Peaks
2									
3		-			mg/kg	mg/kg	%		
4	Multiple Inj. Results								
5	- Multiple Inj. Variable						12.58		
6			Single Inj. #1		2.996				
7			..		3.182				
8			Single Inj. #n		3.978				
9	- Nicot. Metabolit I					1.777			
10			Single Inj. #1	0.9993					
11			..	1.9496					
12			Single Inj. #n	2.3811					
13	- Nicot. Metabolit II								
14			Single Inj. #1	1.9968		3.018			
15			..	3.0455					
16			Single Inj. #n	4.0103					
17	+ PCH					7.975			
21	- Nicotin								
22			Single Inj. #1	4.0158		6.347			
23			..	5.9183					
24			Single Inj. #n	6.1065					
25	- Not Identified								
26			Single Inj. #1					18.005	18.78
27			..					17.345	
28			Single Inj. #n					20.996	

Figure 68 Relations entre la feuille de calcul d'injection unique et la feuille récapitulative multi-injection

FEUILLE DE CALCUL DE RÉCAPITULATIF
D'INJECTION MULTIPLE

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1				Amount	New	New	New	AreaSum not ident. Peaks	New
2			Sum Metabolites		Mean Amount	RSD of Sum Amount Metabolites	Mean of AreaSum not ident. Peaks		
3	-		mg/kg		mg/kg	%			
4	Multiple Inj. Results								
5	- Multiple Inj. Variable						12.58		
6			Single Inj. #1		2.996				
7			..		3.182				
8			Single Inj. #n		3.978				
9	- Nicot. Metabolit I					1.777			
10			Single Inj. #1	0.9993					
11			..	1.9496					
12			Single Inj. #n	2.3811					
13	- Nicot. Metabolit II					3.018			
14			Single Inj. #1	1.9968					
15			..	3.0465					
16			Single Inj. #n	4.0103					
17	+ PCH					7.975			
21	- Nicotin					5.347			
22			Single Inj. #1	4.0158					
23			..	5.9183					
24			Single Inj. #n	6.1065					
25	- Not Identified							18.005	18.78
26			Single Inj. #1					17.345	
27			..					20.999	
28			Single Inj. #n						

FEUILLE DE CALCUL DU GROUPE DE TYPES
D'ÉCHANTILLONS

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1				Mean Amount	New	RSD of Sum Amount Metabolites	New	Mean of AreaSum not ident. Peaks	New
2				Mean Amount per Lot	Mean Amount per Lot	RSD of Sum Amount Metabolites	Mean of RSD Metabolites	Mean of AreaSum not ident. Peaks	Mean AreaSum per Lot
3	-			mg/kg	mg/kg	%	%		
4	User Sample Groups								
5	- Sample Group Variable						12.59		
6			Sample Inj. #1			12.58			
7			..			12.02			
8			Sample Inj. #n			12.97			
9	- Nicot. Metabolit I				2.002				
10			Sample Inj. #1	1.777					
11			..	1.996					
12			Sample Inj. #n	3.002					
13	- Nicot. Metabolit II					4.995			
14			Sample Inj. #1	3.018					
15			..	4.988					
16			Sample Inj. #n	5.982					
17	+ PCH					8.003			
21	- Nicotin					10.933			
22			Sample Inj. #1	5.347					
23			..	10.980					
24			Sample Inj. #n	11.883					
25	- Not Identified								22.295
26			Sample Inj. #1					18.78	
27			..					22.02	
28			Sample Inj. #n					22.97	

Emplacement des échantillons dans le groupe de types d'échantillons

Figure 69 Relations entre la feuille récapitulative multi-injection et la feuille de calcul du groupe de types d'échantillons

Approbation/Rejet des résultats

NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity vous permet d'approuver, de rejeter, de retravailler, de verrouiller et déverrouiller des résultats conformément aux procédures adoptées dans votre laboratoire. Vous confirmez la consultation de chaque résultat grâce à la boîte de dialogue **Accept/Reject Results (Approbation/rejet des résultats)**.

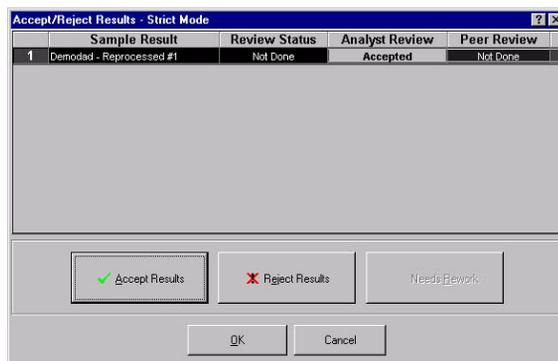


Figure 70 Boîte de dialogue **Accept/Reject Results (Approbation/rejet des résultats)**

La consultation s'applique à tous les résultats d'un échantillon c'est-à-dire que les injections individuelles sont consultées individuellement et que le résultat récapitulatif est attribué à l'échantillon ou à la séquence.

Niveaux d'acceptation des échantillons

Pour tous les résultats, NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity comporte trois niveaux d'acceptation :

- 1** Révision demandée par un analyste (niveau 1)
L'approbation peut être effectuée par les utilisateurs disposant de droits de révision de niveau 1, 2 ou 3.
- 2** Révision demandée par un collègue (niveau 2)
L'approbation peut être effectuée par les utilisateurs disposant de droits de révision de niveau 2 ou 3.
- 3** Révision demandée par un responsable (niveau 3)
L'approbation ne peut être effectuée que par des utilisateurs disposant de droits de révision de niveau 3.

Droits de consultation des utilisateurs

L'application d'administration de Cerity NDS permet à l'administrateur d'attribuer l'un des quatre droits de consultation à chaque utilisateur. Ces droits permettent aux utilisateurs d'accepter ou de rejeter les résultats à des niveaux d'acceptation différents.

- | | |
|-----------|--|
| 0 | Consultation non autorisée |
| 10 | L'analyste peut consulter ses propres résultats (niveau 1). |
| 20 | L'analyste peut consulter ses résultats et ceux de ses collègues (niveau 2). |
| 30 | Consultation par un responsable de laboratoire, incluant les deux niveaux précédents (niveau 3). |

Modes de consultation

Au moment de l'installation, l'administrateur système définit le mode de consultation comme strict ou non.

Consultation stricte

La consultation stricte obéit à des règles définies par le système pour lesquelles le laboratoire peut choisir seulement le nombre de niveaux d'approbation. Le mode de consultation stricte obéit aux règles suivantes :

- Pour qu'un résultat puisse atteindre un état global **Approuvé**, tous les niveaux de révision du résultat doivent avoir la valeur **Approuvé**.
- Chaque niveau doit être jugé avant que le niveau suivant puisse être jugé à son tour (c'est-à-dire que l'acceptation de niveau 1 doit être effectuée pour que l'on puisse effectuer l'acceptation de niveau 2, etc.).
- Seul un réviseur disposant du plus haut niveau d'approbation défini pour le résultat peut modifier l'état du résultat de **Accepted (Approuvé)** en **Needs Rework (A refaire)**.

Consultation non stricte

La consultation non stricte obéit à des règles définies par le laboratoire. Le mode de consultation non stricte obéit aux règles suivantes :

- Il n'est pas nécessaire que tous les niveaux d'acceptation soient jugés ; un niveau supérieur peut permettre l'acceptation de niveau inférieur ou prévaloir sur celui-ci.
- Les niveaux d'acceptation peuvent être effectués dans un ordre quelconque.
- Tous les consultants peuvent faire passer l'état d'acceptation de **Accepted (Approuvé)** à **Needs Rework (A refaire)**, mais seul le niveau supérieur peut faire revenir l'état global d'acceptation à **Needs Rework (A refaire)**.

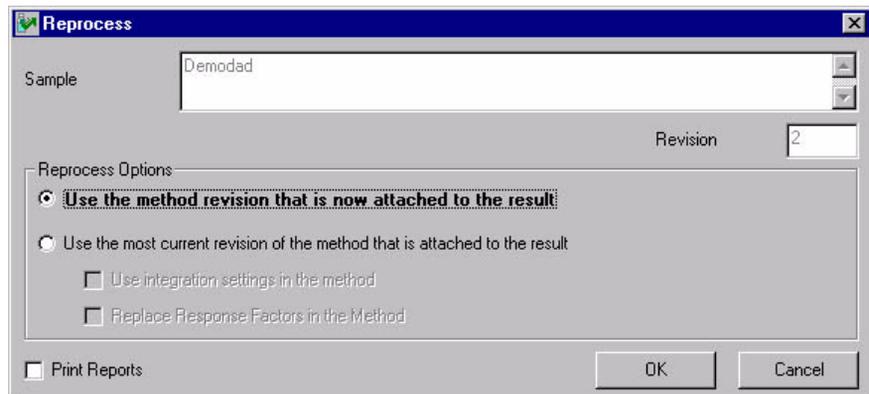
Retraitement des méthodes étalonnées

Le *retraitement* est l'action de recalculer les résultats d'une analyse après modification des paramètres de traitement. On peut retraiter uniquement un échantillon individuel ou une séquence. Il n'est pas possible de retraiter des injections individuelles ni des échantillons individuels à l'intérieur d'une séquence.

Si un échantillon ou une séquence nécessite un retraitement, vous pouvez modifier les résultats ou la méthode puis retraiter le résultat.

Options de retraitement disponibles

Tous les paramètres de la méthode et toutes les informations d'échantillon utilisés pour produire un résultat sont joints à ce résultat. Cette conception détermine les options de retraitement possibles.



Sélection des options de retraitement

Les options de retraitement que vous sélectionnez dépendent des motifs de retraitement. Lors du retraitement de méthodes étalonnées, vous devez définir précisément ce que vous tentez d'obtenir. Les règles suivantes vous permettront de faire votre choix :

- **Pour des étalons utilisant des méthodes d'étalonnage spécifiques de l'instrument :**

Lors du retraitement d'un étalon d'échantillon individuel ou de séquence spécifique d'un instrument contenant des étalons, si vos modifications doivent avoir une influence sur les quantifications ultérieures, sélectionnez **Use the most current revision of the method that is attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat)** et (important) cochez la case **Replace Response Factors in the Method (Remplacer les facteurs de réponse de la méthode)**.

Si votre réétalonnage ne doit pas mettre à jour la méthode, ne cochez pas la case **Replace Response Factors in the Method (Remplacer les facteurs de réponse de la méthode)** et sélectionnez l'option **Use the method revision that is now attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat)**. Ceci dissocie les effets du réétalonnage de la méthode. Ce n'est que si vous souhaitez mettre en œuvre les modifications de méthode sur la quantification d'échantillon ou de séquence que vous devez sélectionner **Use the most current revision of the method that is attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat)**.

- **Pour les échantillons individuels qui ne sont pas des étalons et séquences qui utilisent des méthodes d'étalonnage spécifiques :**

Lors du retraitement de blancs, d'échantillons ou de contrôle qualité d'échantillons individuels, de séquences sans réétalonnage spécifique de l'instrument ou de séquences à étalonnage spécifique de la séquence, sélectionnez l'option **Use the method revision that is now attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat)**.

Seulement si vous souhaitez utiliser les modifications d'étalonnage ou des autres paramètres de la méthode – sélectionnez l'option **Use the most current revision of the method that is attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat)**.

- **Réexécution de données anciennes :**

L'option **Use the method revision that is now attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat)** permet aussi de réexécuter exactement les mêmes calculs que ceux qui ont été effectués précédemment. Elle est aussi utile pour afficher des résultats historiques datant de plusieurs années et les évaluer à nouveau. Elle prouve aussi que rien dans les résultats n'a été modifié depuis lors.

Le [Tableau 9](#) permet de trouver l'option de retraitement à utiliser pour les cas les plus courants.

7 Notion de traitement de données

Retraitement des méthodes étalonnées

Tableau 9 Aidez-vous de ce tableau pour sélectionner les options de retraitement dans les différentes situations

Si le motif pour lequel vous retraitez est :	Alors faites ceci :	NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity fait alors :
<ul style="list-style-type: none"> • Modifier certains paramètres d'intégration pour des injections individuelles ou, • Saisir de nouvelles valeurs pour les champs d'entrée de l'échantillon ou, • Retirer des échantillons d'étalonnage des données d'étalonnage ou, • Retraiter un échantillon ou une séquence acquise sans traitement ou avec un traitement partiel. 	<ul style="list-style-type: none"> • Après avoir effectué les modifications, sélectionnez l'option de retraitement Use the method revision that is now attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat). 	<ul style="list-style-type: none"> a Initialise la table d'étalonnage avec les données de la table d'étalonnage initiale de l'échantillon ou de la séquence. b Pour les méthodes spécifiques de l'instrument, si la table d'étalonnage est à jour, la méthode est mise à jour en fonction des étalons et paramètres. Dans tous les autres cas, un nouveau nœud d'étalonnage, séparé de la méthode, est créé. Les étalons invalidés dans l'espace de travail de l'étalonnage NE SONT PAS utilisés. c Effectue la quantification, les calculs personnalisés et les limites.
<ul style="list-style-type: none"> • Utiliser de nouveaux paramètres d'intégration avec la version la plus récente de la méthode pour toutes les injections ou, • Retraiter les données de l'ancienne séquence en utilisant une nouvelle table d'étalonnage avec la version la plus récente de la méthode. 	<ul style="list-style-type: none"> • Sélectionnez l'option de retraitement Use the most current revision of the method that is attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat). 	<ul style="list-style-type: none"> a Initialise la table d'étalonnage avec la version la plus récente de la table d'étalonnage de la méthode. b Pour retraiter des données d'une révision d'étalonnage précédente, ou si la méthode est spécifique de la séquence, si vous souhaitez mettre à jour la méthode, cochez la case Replace the response factors in the method (Remplacer les facteurs de réponse de la méthode). Dans tous les autres cas, la méthode est mise à jour automatiquement. Les étalons invalidés dans l'espace de travail de l'étalonnage NE SONT PAS utilisés. c Quantifie les échantillons d'étalonnage avec la version la plus récente de la table d'étalonnage. d Effectue la quantification, les calculs personnalisés et les calculs de limites avec les nouveaux paramètres de méthode.

Tableau 9 Aidez-vous de ce tableau pour sélectionner les options de retraitement dans les différentes situations (suite)

Si le motif pour lequel vous retraitez est :	Alors faites ceci :	NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity fait alors :
<ul style="list-style-type: none"> Retraiter les données avec une version mise à jour de la méthode incluant de nouvelles variables d'échantillon (aucun impact sur l'étalonnage). 	<ul style="list-style-type: none"> Après avoir effectué vos modifications sur la méthode, définissez le retraitement pour les nouveaux champs d'entrée échantillon. Entrez les valeurs pour les nouvelles variables d'échantillon et sélectionnez l'option Use the most current revision of the method that is attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat). 	<ul style="list-style-type: none"> Effectue les mêmes étapes que ci-dessus. Toute autre modification est également prise en compte dans ce cas et le cas précédent. <p>Parce que NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity associe la révision la plus récente de la méthode au résultat lors de la définition du traitement pour les champs de saisie de nouvel échantillon, choisissez Use the method revision that is now attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat).</p>

7 Notion de traitement de données

Retraitement des méthodes étalonnées

Tableau 9 Aidez-vous de ce tableau pour sélectionner les options de retraitement dans les différentes situations (suite)

Si le motif pour lequel vous retraitez est :	Alors faites ceci :	NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity fait alors :
<ul style="list-style-type: none"> Retraiter les données avec une version mise à jour de la méthode incluant de nouveaux composés (modifie l'étalonnage). 	<ul style="list-style-type: none"> Après avoir effectué vos modifications sur la méthode, définissez le retraitement pour les nouveaux champs d'entrée d'échantillon. Entrez les valeurs pour les nouvelles variables d'échantillon et sélectionnez l'option Use the most current revision of the method that is attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat). 	<ul style="list-style-type: none"> a Réintègre les injections individuelles avec les paramètres de la méthode. b Met à jour la table d'étalonnage selon les paramètres de la méthode et les échantillons d'étalonnage de la séquence. Les étalons invalidés dans l'espace de travail de l'étalonnage sont utilisés. c Effectue la quantification, les calculs personnalisés et les calculs de limites avec les nouveaux paramètres de méthode. Toute autre modification est également prise en compte.
<ul style="list-style-type: none"> Retraiter avec une méthode différente. 	<ul style="list-style-type: none"> Définition d'un retraitement pour une méthode différente Entrez les valeurs pour les nouvelles variables d'échantillon ou quantités des composés dans la nouvelle méthode et sélectionnez l'option Use the method revision that is now attached to the result (Utiliser la révision la plus récente de la méthode associée au résultat). 	<ul style="list-style-type: none"> a Réintègre les injections individuelles avec les paramètres de la méthode. b Met à jour la table d'étalonnage selon les paramètres de la méthode et les échantillons d'étalonnage de la séquence. Les étalons invalidés dans l'espace de travail de l'étalonnage sont utilisés. c Effectue la quantification, les calculs personnalisés et les calculs de limites avec les nouveaux paramètres de méthode. Toute autre modification est également prise en compte.

ATTENTION

Lors du retraitement avec une méthode différente, un nœud d'étalonnage supplémentaire portant exactement le même nom est inséré dans l'arbre de sélection.

Réintégration

L'AQ/CQ pharmaceutique comporte des outils permettant la réintégration. Vous pouvez réintégrer les données avec des événements initiaux ou chronoprogrammés modifiés ou utiliser l'intégration automatique pour laisser le système choisir les paramètres d'intégration. Vous pouvez également intégrer manuellement chaque pic en choisissant vous-même la ligne de base. Vous enregistrez les nouveaux paramètres et résultats dans la base de données. Vous devez cependant encore retraiter ces résultats pour effectuer le réétalonnage et quantifier à nouveau.

Versions de résultats et de table d'étalonnage

Pour suivre le retraitement des résultats, il est nécessaire de comprendre le système de numérotation des versions de résultats et de table d'étalonnage.

Versions des résultats

Lorsqu'un échantillon individuel ou une séquence sont créés, leur numéro de version est positionné à 1. Le numéro de version est incrémenté lorsque l'échantillon individuel ou la séquence sont enregistrés dans la base de données. Analyser l'échantillon individuel ou la séquence incrémente le numéro de version d'une unité.

Le résultat produit a le même numéro de version que l'échantillon individuel ou la séquence analysés. Cela vient du fait que le résultat contient la révision de toutes les informations d'échantillon, de séquence ou de méthode contenue dans l'échantillon individuel ou la séquence qui ont été analysés. Le numéro de version du résultat est incrémenté d'une unité si un ou plusieurs paramètres sont modifiés dans le résultat.

Modification de révision dans le contexte de résultat

Séquence de mise à jour simple (sans encadrement)

Tableau 10 Changement de révision pour une séquence de mise à jour simple

Incré- ment	Action (toujours en utilisant <i>Save to database (Enregistrer dans la base de données)</i>)	Vues	Numéros de révision		
			Séquence.	Echantillon	Injection Chromatogramme
1	Création d'une séquence	Echantillon 1		N/D	N/D
2	Ajout d'un échantillon à la table de séquence	Echantillon 2		N/D	N/D
3	Modification des quantités de composés pour un échantillon de la table de séquence	Echantillon 3		N/D	N/D
4	Analyse d'acquisition de séquence sur l'instrument		4	1	1
5	Modification d'une entrée d'échantillon de quantités différentes	Résultat	5	1	1
6	Intégration manuelle du chromatogramme d'une injection	Résultat	6	2	2
7	Retraitement de la séquence	Résultat	8*	3	3
8	Modification d'une entrée d'échantillon de quantités différentes	Résultat	9	3	3
9	Intégration manuelle du chromatogramme d'une injection	Résultat	10	4	4
10	Retraitement de la séquence	Résultat	12*	5	5

* Le retraitement incrémente la révision de deux unités, par suite du traitement interne.

Séquence encadrée

Pour une séquence encadrée, le calcul du numéro de révision est différent :

Révision d'étalons :

- Les étalons d'un encadrement **ouvrant** voient le numéro de révision de l'échantillon et du chromatogramme augmenter d'une unité.

- Les étalons d'un encadrement **ouvrant et fermant** voient le numéro de révision de l'échantillon et du chromatogramme augmenter de deux unités.

Révision d'échantillons inconnus calculés (y compris les échantillons de contrôle qualité et les blancs) :

- Le numéro de révision augmente d'une unité lors du calcul du résultat.

Séquence à encadrement global

Révision d'étalons :

- Les étalons ont le numéro de révision 1 après l'acquisition.

Révision d'échantillons inconnus calculés (y compris les échantillons de contrôle qualité et les blancs) :

- La révision augmente d'une unité lors du calcul du résultat, par exemple 2 après l'acquisition initiale.

Versions d'une table d'étalonnage

Lorsqu'une table d'étalonnage est créée, son numéro de version est positionné à 1. Le numéro de version est incrémenté lorsque la table d'étalonnage est mise à jour. L'exemple suivant illustre le contrôle de version de la table d'étalonnage. Dans tous les cas, par hypothèse on effectue une seule injection par étalon. Le numéro de version de la table d'étalonnage est augmenté d'une unité à chaque analyse d'un étalon. Pour un étalonnage spécifique d'une séquence, n vaut toujours 1.

Tableau 11 Etalonnage de mise à jour simple

Ordre de la séquence	Nom d'échantillon	Version de la table d'étalonnage	
		Utilisée	Produite
1	Etalon 1, analyse 1	n	n+1
2	Etalon 2, analyse 1	n+1	n+2
3	Echantillon 1a	n+2	

Tableau 11 Etalonnage de mise à jour simple (suite)

Ordre de la séquence	Nom d'échantillon	Version de la table d'étalonnage	
		Utilisée	Produite
4	Echantillon 1b	n+2	
5	Etalon 1, analyse 2	n+2	n+3
6	Etalon 2, analyse 2	n+3	n+4
7	Echantillon 2a	n+4	
8	Echantillon 2b	n+4	
9	Etalon 1, analyse 3	n+4	n+5
10	Etalon 2, analyse 3	n+5	n+6

Tableau 12 Etalonnage encadrant

Ordre de la séquence	Nom d'échantillon	Version de la table d'étalonnage		Encadrement
		Utilisée	Produite	
1	Etalon 1, analyse 1	n	n+1	1 ouvrant
2	Echantillon 1a	n+2		1
3	Echantillon 1b	n+2		1
4	Etalon 1, analyse 2	n+1	n+2/n+3*	1 fermant, 2 ouvrant
5	Echantillon 2a	n+4		2
6	Echantillon 2b	n+4		2
7	Etalon 1, analyse 3	n+3	n+4	2 fermant

* Version n+2 à la fermeture de l'encadrement 1, Version n+3 à l'ouverture de l'encadrement 2.

7 Notion de traitement de données

Versions de résultats et de table d'étalonnage

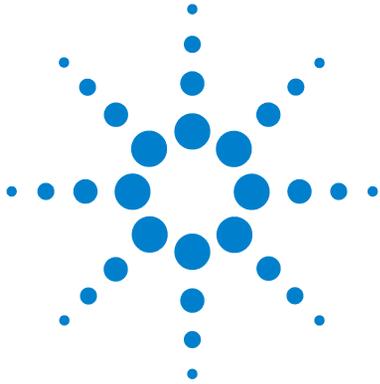
Le numéro de version de la table d'étalonnage change à chaque modification. Pour l'encadrement, des versions intermédiaires de la table d'étalonnage sont produites, elles ne sont pas directement utilisées pour l'étalonnage des échantillons (par exemple la version 3 dans le [Tableau 12](#)).

Tableau 13 Etalonnage avec encadrement global

Ordre de la séquence	Nom d'échantillon	Version de la table d'étalonnage	
		Utilisée	Produite
1	Etalon 1, analyse 1	n	n+1
2	Echantillon 1a	n+3	
3	Echantillon 1b	n+3	
4	Etalon 1, analyse 2	n+1	n+2
5	Echantillon 2a	n+3	
6	Echantillon 2b	n+3	
7	Etalon 1, analyse 3	n+2	n+3

Dans l'encadrement global, les échantillons ne sont pas quantifiés tant que tous les étalons n'ont pas été analysés. Donc la table d'étalonnage est initialisée au début de la séquence puis mise à jour deux fois (lignes 4 et 7) pour produire des numéros de version 2 et 3. Les échantillons sont quantifiés en utilisant la version 3 qui représente la moyenne de tous les points d'étalonnage.

Pour la traçabilité de la régularité des performances chromatographiques, les échantillons d'étalonnage doivent être distribués régulièrement au long de la séquence. Un problème de précision d'étalonnage peut être détecté moyennant l'utilisation de statistiques adéquates ou de facteurs de réponse.



8 Rapports

- Editeur de modèles de rapport [244](#)
- Création et enregistrement des modèles de rapport [251](#)
- Génération d'un rapport [259](#)
- Modèles de rapport par défaut [261](#)
- Fonctions de création de rapport [280](#)
- Rapports conditionnels [283](#)

Le chapitre 8 décrit l'éditeur de modèles de rapport, base de la production des rapports Cerity.



Editeur de modèles de rapport

L'**éditeur de modèles de rapport** Cerity permet de créer et de modifier des modèles de rapport. Utilisez l'**éditeur de modèles de rapport** pour personnaliser et mettre en forme des rapports NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity correspondant aux besoins de votre laboratoire.

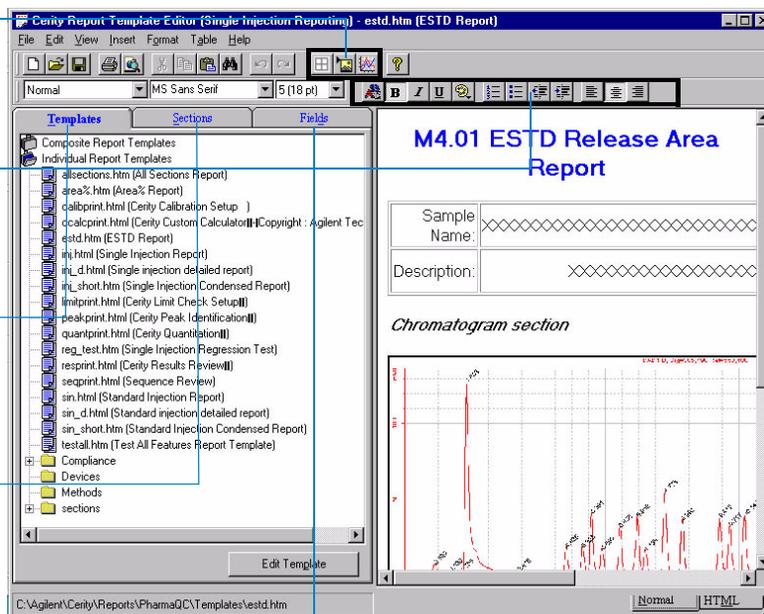
Barre d'outils Insert (Insertion) - Utilisez ces outils pour insérer une table, une image ou un chromatogramme dans le modèle.

Barre d'outils Format - Utilisez ces outils pour formater le texte du modèle et du rapport.

Onglet Template (Modèle) - Sélectionne un modèle à éditer. Les modèles apparaissent dans l'espace de travail.

Onglet Sections - Sélectionne une section à insérer dans le modèle.

Onglet Fields(Champs) - Sélectionne un champ ou une variable à insérer dans le modèle.



Arbre de sélection

Espace de travail

Modèles de rapport

Un *modèle de rapport* est un cadre qui conserve la mise en page des champs, des tracés, des images et des tableaux que vous voulez voir figurer dans le rapport.

Chaque type de rapport est lié à un modèle par défaut produisant un rapport du type sélectionné. Lorsqu'un échantillon ou une séquence est analysé, le modèle de rapport donne les instructions à la base de données pour remplir les champs avec les valeurs des champs et variables définis dans la mise en page du modèle.

Pour sélectionner un modèle de rapport, vous pouvez :

- Utiliser le modèle par défaut déjà lié au type de rapport.
- Sélectionner un modèle par défaut différent pour ce type de rapport.
- Créer un nouveau modèle de rapport ou éditer un modèle existant avant de le sélectionner comme modèle pour ce type de rapport.

Si vous choisissez d'éditer un modèle pour un type de rapport donné, seuls les modèles correspondant à ce type apparaissent dans l'**éditeur de modèles de rapport** Cerity.

Nouveaux modèles de rapport

Vous pouvez créer un modèle de rapport en cliquant sur le bouton **New (Nouveau)** du programme **Report Template Editor (Editeur de modèles de rapport)** Cerity.

L'**éditeur de modèles de rapport** Cerity utilise deux types de modèles : les **modèles de rapport individuels** et les **modèles de rapport composites**.

Modèles de rapport individuels

Utilisez les **modèles de rapport individuels** pour insérer des éléments simples comme des tables, des chromatogrammes, des images ou des champs.

Les **modèles de rapport individuels** comprennent :

- Les rapports d'injection unique.
- Les rapports de méthode.
- Les rapports de conformité.
- Les rapports de dispositifs.

Après avoir sélectionné « new.htm » pour créer un modèle de rapport individuel, un modèle de rapport apparaît dans l'espace de travail avec l'en-tête **Report Title**. Vous devez nommer et enregistrer le nouveau modèle de rapport pour qu'un titre de modèle apparaisse dans le dossier des **Individual Report Templates (Modèles de rapport individuels)**.

Modèles de rapport composites

Le **modèle de rapport composite** permet d'insérer plusieurs modèles individuels de rapports existants dans le modèle de rapport final.

Les **modèles de rapport composites** comprennent :

- Les rapports d'injections multiples.
- Les rapports de séquences.

Vous pouvez créer des *modèles multi-injection* à partir de modèles individuels en utilisant les composants de rapport suivants :

- Page de garde
- Instrument
- Récapitulatif d'injection multiple
- Injections uniques
- Injections d'étalons

Le modèle de rapport enregistré apparaît comme un fichier XML dans le répertoire des **modèles de rapport composites**.

Vous pouvez créer des *modèles de séquence* à partir de modèles individuels en utilisant les composants de rapport suivants :

- Page de garde
- Séquence
- Instrument

- Groupe d'échantillons personnalisés
- Groupe d'échantillons
- Groupe d'échantillons CQ
- Groupe d'étalons
- Récapitulatif d'injection multiple
- Injections uniques
- Injections d'étalons

Le modèle de rapport sauvegardé apparaît comme un fichier XML dans le répertoire **Composite Report Template (Modèles de rapport composites)**.

Titres des modèles

Le titre du modèle apparaît dans les emplacements suivants après enregistrement du fichier :

- Une description du nom du fichier du modèle ou d'une section.
- Sur la barre de titre d'Internet Explorer de Microsoft quand vous affichez l'aperçu du rapport.
- Le nom du fichier lorsque vous enregistrez le modèle pour la première fois.

Le titre du modèle et l'en-tête du rapport qui apparaissent dans le nouveau modèle ne sont pas identiques. Vous pouvez modifier l'en-tête du rapport comme bon vous semble pour la sortie du rapport.

Nouveaux modèles à partir de modèles existants

Vous pouvez créer des modèles de rapport à partir des rapports par défaut de Cerity NDS ou en concevoir de totalement nouveaux. Tous les modèles sont accessibles sous l'onglet **Templates (Modèles)**. Après avoir sélectionné et modifié un modèle de rapport existant, il suffit de l'enregistrer sous un nouveau nom de fichier. Le nouveau modèle de rapport apparaît dans le dossier des modèles de rapport individuels ou composites.

Editeur de texte

L'éditeur de texte du programme **Report Template Editor (Editeur de modèles de rapport)** Cerity utilise des outils courants que vous trouverez dans la plupart des programmes de traitement de texte. L'édition du modèle de rapport commence avec le curseur prêt à éditer l'en-tête du rapport. Pour insérer un élément dans le rapport, le curseur doit être placé au-dessous de l'en-tête du rapport.

Vous pouvez effectuer les opérations suivantes pour entrer le contenu voulu dans le rapport :

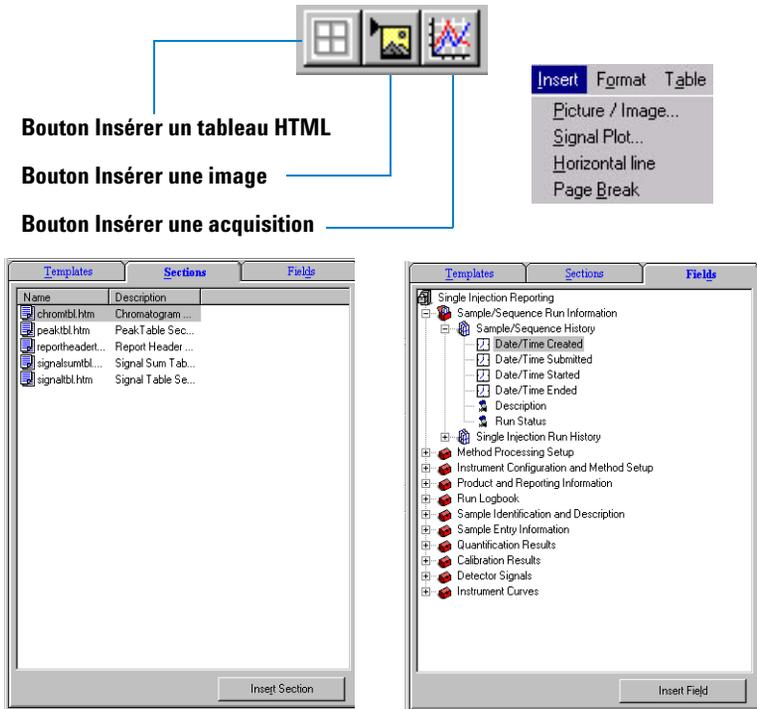
- Entrer le nom et la description des champs.
- Changer la police et la taille du texte.
- Changer la position du texte.
- Changer la mise en valeur du texte.
- Créer une liste avec des numéros ou des puces.
- Définir les propriétés de l'arrière-plan.
- Modifier l'alignement du texte.
- Changer le style des paragraphes.
- Changer la couleur du texte
- Restaurer le formatage normal.
- Créer ou modifier un en-tête ou pied de page

Eléments des modèles de rapport

Le programme **Report Template Editor (Editeur de modèles de rapport)** Cerity comporte des sections et des champs permettant d'insérer des éléments dans le modèle. Vous pouvez insérer des modèles de rapport individuels enregistrés précédemment en tant que sections. Ces sections sont accessibles sous l'onglet **Sections** du programme **Report Template Editor (Editeur de modèles de rapport)** Cerity.

L'onglet **Fields (Champs)** propose tous les champs disponibles dans les vues **Sample (Echantillon)**, **Method (Méthode)**, **Instrument** et **Result (Résultats)**.

Vous pouvez insérer des champs, tableaux, images, acquisitions et tracés ainsi que d'autres éléments de rapport dans un modèle de rapport.



Format des éléments de rapport

Vous pouvez définir des mises en forme dans les boîtes de dialogue **Picture/Image (Image)**, **Signal Plot (Tracé d'acquisition)** et **Table**. Utilisez chacune des boîtes de dialogue pour sélectionner les options de format. Vous ne pouvez pas définir de mise en forme pour les sections ni les champs individuels.

Aperçu et impression des modèles de rapport

Dans l'espace de travail du programme **Report Template Editor (Editeur de modèle de rapport)**, vous pouvez seulement imprimer le modèle de rapport qui y apparaît. L'option **Preview template (Aperçu du modèle)** du menu **File (Fichier)** permet de vérifier que le modèle de rapport est terminé et prêt à imprimer. Vous pouvez imprimer le modèle à partir du programme Internet Explorer de Microsoft.

Enregistrement d'un modèle de rapport

Plusieurs options sont disponibles pour enregistrer un modèle de rapport :

- Enregistrer le modèle de rapport sous le même nom après modification.

Les modèles par défaut fournis par le système NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity sont en lecture seule. Ces modèles ne peuvent pas être modifiés sauf si l'administrateur Cerity NDS modifie l'attribut du répertoire des modèles de rapport en lecture/écriture.

- Enregistrer le modèle de rapport sous un nouveau nom après modification. Utilisez la commande **Save As (Enregistrer sous)** du menu **File (Fichier)**.
- Enregistrer le modèle de rapport en tant que section.

Il est nécessaire de changer le titre du modèle de rapport avant de changer le nom du fichier sous lequel il est enregistré. Le nouveau modèle apparaît sous l'onglet **Sections** et dans le dossier **Sections** de l'onglet **Templates (Modèles)**. Vous pourrez ensuite ajouter cette nouvelle section à un autre modèle.

Création et enregistrement des modèles de rapport

Les paragraphes ci-dessous expliquent la méthode de création et d'enregistrement des modèles de rapport :

- Le dictionnaire de données Cerity, affiché sous l'onglet Fields (Champs) de l'éditeur de modèle de rapport, définit les champs et informations de mise en forme dans un modèle de rapport.
- Vous pouvez créer une présentation de modèle de rapport dans la méthode lors de la modification de la présentation de modèle de rapport dans l'éditeur Cerity.
- Les feuilles de style CSS (Cascading Style sheets) fournissent des paramètres de style de modèle de rapport permettant d'obtenir une présentation cohérente des polices et dimensions de police de chaque rapport.
- Les mises en forme de données Cerity s'appliquent aux données numériques.
- Vous pouvez enregistrer les rapports dans le répertoire des rapports Cerity sous le répertoire partagé CerityReports. Vous pouvez aussi définir vos propres répertoires de rapport sous le répertoire partagé CerityReports. L'application AQ/CQ pharmaceutique enregistre les rapports dans le répertoire CerityReports share\PharmaQC\Reports.

Dictionnaire de données

Le dictionnaire de données Cerity décrit le contenu de la base de données relationnelle Cerity qui enregistre et organise les données Cerity provenant de plusieurs sources. Toutes les données peuvent être incluses dans les rapports. Cerity NDS décrit les éléments de données individuelles sous forme de champs. L'onglet **Fields (Champs)**, dans l'éditeur de modèle de rapport, affiche le dictionnaire de données. Les données de résultats, mises en forme en fonction des définitions du dictionnaire de données, s'affichent dans les rapports générés.

Le dictionnaire de données contient :

- mode d'affichage des noms de champs
- informations d'accès pour génération de rapports
- informations de mise en forme pour la mise en forme des résultats

Par exemple, le modèle de récapitulatif multi-injection affiche les dossiers et noms de champs suivants dans l'éditeur de modèle de rapport Cerity :

- Informations d'analyse d'échantillon/séquence
 - Historique d'échantillon/séquence
 - Historique d'analyse multi-injection
- Définition de traitement de méthode
 - Informations de méthode
 - Définition d'injection unique et multi-injection
 - Définition de séquence
- Configuration d'instrument et définition de méthode
- Informations sur le produit et les rapports
- Journal d'analyse
- Révision d'approbation/rejet
- Identification et description d'échantillon
- Informations d'entrée d'échantillon
- Paramètres d'intégration
- Résultats de récapitulatifs multi-injections
 - Variables multi-injections
 - Composés
 - Pics non identifiés
 - Résultats de chaque injection

Le modèle de rapport de séquence affiche les dossiers et noms de champs suivants dans l'éditeur de modèle de rapport Cerity :

- Informations d'analyse d'échantillon/séquence
- Définition de traitement de méthode
- Configuration d'instrument et définition de méthode

- Informations sur le produit et les rapports
- Journal d'analyse
- Révision d'approbation/rejet
- Informations de séquence
- Exécution de séquence
- Informations d'entrée de séquence
 - Paramètres globaux de séquence
 - Table d'informations d'échantillon de séquence
 - Table d'échantillons de modèle de séquence
 - Informations d'entrée d'échantillon
- Groupe d'étalons
 - Variables de groupe d'étalons
 - Composés
 - Pics non identifiés
 - Résultats de chaque étalon
- Groupe d'échantillons CQ
- Groupe d'échantillons
- Groupes d'échantillons personnalisés

Vous trouverez le fichier du dictionnaire de données, `pharmaqc.dd`, dans le répertoire **CerityReports** `share\PharmaQC\`.

Présentation de modèle

Les modèles de rapport par défaut de Cerity fournissent une présentation des rapports générés. L'espace de travail de rapport en vue **Method (Méthode)** permet de sélectionner les types de rapports appropriés parmi les modèles de rapports par défaut de Cerity pour génération d'un rapport. Le programme Cerity **Report Template Editor (Editeur de modèle de rapport)** permet aussi de modifier les modèles de rapport Cerity par défaut ou d'en créer de nouveaux. Vous pouvez accéder au programme Cerity **Report Template Editor (Editeur de modèle de rapport)** pendant la création ou la modification de méthode à partir de l'espace de travail **Reporting (Rapports)**.

Les éléments **Individual Report Templates (Modèles de rapport individuel)** et **Composite Report Templates (Modèles de rapport composite)** proposent des composants de rapport à modifier ou ajouter à un nouveau modèle. Lors de l'insertion de champs de résultats dans un modèle de rapport, un élément `` Hypertext Markup Language (HTML) utilisant un attribut `ExpandTo` ainsi qu'un identificateur de texte de champ est inséré dans le code HTML. La valeur de l'attribut `ExpandTo` fait référence à la définition du champ dans le dictionnaire de données. Par exemple, l'élément de dictionnaire de données **Single Injection Reporting (Rapport d'injection unique)** sous **Method Processing Setup (Définition de traitement de méthode)**, champ **method name (Nom de méthode)** s'affiche en HTML comme suit :

```
<SPAN expand to=
"Method.Method.Title">XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX</SPAN>
```

Le champ de données s'affiche dans le modèle de données sous la forme :

```
XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
```

Lors de la génération du rapport, le champ de données ci-dessus est remplacé par la valeur correspondante.

REMARQUE

L'attribut `ExpandTo` de la définition `` HTML n'est pas un attribut HTML standard. L'attribut `ExpandTo` est un attribut Cerity.

Vous pouvez aussi insérer des champs spécifiques de la méthode, tels que les calculs personnalisés, les variables d'échantillon personnalisées et les éléments spécifiques du dispositif pour une méthode dans l'éditeur de modèle de rapport Cerity.

Style de modèle

Pour assurer la clarté du rapport, vous devez bien connaître les relations entre le style à l'écran et le style imprimé. Les feuilles de style CSS2 (Cascading Style Sheets), extension de HTML 4.0, proposent des paramètres de style permettant d'assurer une présentation cohérente des rapports. Cerity NDS définit le style à l'écran dans le fichier `ScreenStyle.css` et le style imprimé dans le fichier `PrintStyle.css`.

Les rapports qui s'affichent dans le programme Cerity **Report Viewer (Programme de consultation des rapports)** appliquent le style d'écran défini par le fichier `ScreenStyle.css`. Le style d'écran fournit une mise en forme permettant d'afficher correctement le rapport. Le style d'impression, défini par le fichier `PrintStyle.css`, fournit une mise en forme permettant d'imprimer correctement le rapport. Le style d'écran et le style d'impression peuvent appliquer des mises en forme différentes. Vous pouvez modifier le fichier `PrintStyle.css` pour le faire correspondre au fichier `ScreenStyle.css`. Le style d'écran nécessite la police fixe MS Sans Serif pour assurer un bon alignement du séparateur décimal dans les cellules et colonnes d'un tableau. Le texte en dehors du tableau fournissant les titres, en-têtes, titres de colonnes, pieds de page et légende du tableau peuvent utiliser la police proportionnelle par défaut, Arial avec chiffres de largeur fixe.

Les exigences du matériel Cerity pour un bon affichage des rapports sont une carte graphique configurée en 1024 x 768 pixels pour la dimension d'écran et des couleurs vraies (High Color). Le programme Cerity **Report Viewer (Programme de consultation des rapports)** fournit les paramètres de mise en forme nécessaires pour l'affichage et l'impression d'un rapport.

REMARQUE

Pour des raisons réglementaires, vous devez utiliser le programme **Cerity Report Viewer (Programme de consultation des rapports)** pour imprimer les rapports vers un fichier. Tout rapport utilisant Microsoft Internet Explorer (MSIE) pour imprimer le rapport affiche un en-tête et pied de page différent de celui utilisé par le programme **Cerity Report Viewer (Programme de consultation des rapports)**. Le rapport imprimé par MSIE n'est pas considéré comme valide.

Mises en forme de données

L'application **Cerity Software Administration (Administration du logiciel Cerity)** permet, si vous avez les autorisations nécessaires par votre rôle, de définir les mises en forme de données Cerity pour les données de résultats apparaissant dans un rapport. L'application QA/QC pharmaceutique met en œuvre les mises en forme de champs par défaut à chaque affichage d'un champ, sauf si des mises en forme spécifiques de la méthode ont priorité sur les mises en forme par défaut. Vous ne pouvez modifier que les champs définis par un **Format Type (Type de mise en forme)** défini dans l'application **Cerity Software Administration (Administration du logiciel Cerity)** dans les **System Wide Settings (Paramètres globaux)** pour les options **Numeric Format (Format numérique)** et **Date and Time Format (Format de date et heure)**. Tout utilisateur autre que l'administrateur Cerity ne doit pas avoir le droit de modifier les **System Wide Settings (Paramètres globaux)**. Pour plus de détails, voir le chapitre Référence du système dans le Guide de référence Cerity.

Les spécifications de mises en forme de données Cerity ne s'appliquent qu'aux données numériques. Toutes les données textuelles apparaissent dans le rapport, de façon que la génération de rapport ne risque pas de tronquer les données textuelles si elles dépassent la largeur de champ.

Les modèles de rapport peuvent fournir des données de remplacement de champ par défaut sans données de résultats correspondantes dans un rapport. Les données de remplacement par défaut pour les données textuelles apparaissent sous forme de caractères X. Les données de remplacement par défaut pour les données numériques apparaissent selon les spécifications de mise en forme définies par Cerity. Par exemple, un champ numérique peut s'afficher sous la forme #####.DDD.

Enregistrement des modèles de rapports

Le système de données en réseau Cerity NDS (Network Data System) enregistre les modèles de rapports sur le système de fichier du serveur et crée un répertoire partagé, **CerityReports**, lors de l'installation du système client-serveur Cerity NDS. Cerity NDS crée le point de partage **CerityReports** sur l'ordinateur local lors de l'installation du système professionnel Cerity NDS. Le point de partage **CerityReports** offre l'accès au :

- fichiers de modèle de rapport
- rapports enregistrés dans un fichier
- consultation de rapport dans le programme Report Viewer (Programme de consultation des rapports)

L'installation de Cerity permet à l'installation de définir l'emplacement du répertoire du point de partage **CerityReport**. Consultez le Guide d'installation pour plus d'informations. Le point de partage **CerityReport** crée les répertoires suivants :

Tableau 14 Point de partage CerityReport

Répertoire	Contient
Pharmaqc	le fichier pharmaqc.dd
Pharmaqc\Reports	fichiers de rapports générés
Pharmaqc\Templates	modèles de rapports individuels (HTM, HTML)
Pharmaqc\Templates\Compliance	modèles pour les rapports QI/QO/VP

Tableau 14 Point de partage CerityReport

Répertoire	Contient
Pharmaqc\Templates\Composite	modèles de rapports composites (XML)
Pharmaqc\Templates\Images	images de rapport
Pharmaqc\Templates\Sections	modèles pouvant être insérés dans d'autres modèles
Pharmaqc\templates\New	modèles de base pour création de nouveaux modèles
Pharmaqc\Templates\Preview	modèles d'impression d'une vue ou d'une table à partir de l'interface utilisateur
Pharmaqc\templates\Methods	modèles d'impression de contenu de méthode seulement
Pharmaqc\templates\Devices	modèles d'impression de paramètres de périphérique
Pharmaqc\templates\Compliance	modèles de rapport de conformité
Pharmaqc\templates\Preview	modèles d'impression de vues ou de tables en mode interactif

Les utilisateurs peuvent créer des sous-répertoires supplémentaires pour ranger leurs rapports. Les utilisateurs créent les sous-répertoires supplémentaires dans la boîte de dialogue **Sample Entry (Entrée d'échantillon)** ou **Sequence Sample Entry Report Destination (Destination de rapport d'entrée d'échantillons de séquence)**, vous n'avez pas à créer les sous-répertoires de destination de rapport dans le système de fichier car le système crée les sous-répertoires lors de la génération des rapports. Pendant la génération des rapports, les répertoires et leurs contenus sont en lecture seulement. Pour éviter l'écrasement de répertoires, un suffixe numérique (-####) est ajouté au répertoire de destination pour garantir son unicité.

Cerity NDS limite l'accès aux répertoires du point de partage **CerityReport**. Voir « [Accès aux rapports Cerity](#) » page 28 pour plus d'informations.

Génération d'un rapport

L'espace de travail **Reporting (Rapports)** d'une méthode permet de sélectionner un modèle de rapport par défaut pour chaque type de rapport. Vous pouvez activer ou désactiver un type de rapport de façon que seuls les rapports activés puissent être générés lors d'une analyse d'échantillon individuel ou de séquence. L'application Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique génère les rapports activés pour une analyse d'injection unique, d'échantillon ou de fin de séquence. L'ordre exact dépend de l'étalonnage ou de l'encadrement exact de la séquence. Par exemple, les étalons peuvent être inclus plus d'une fois dans le rapport avec un encadrement.

Ordre d'enregistrement du rapport

Voici un exemple d'enregistrement de rapport de séquence et des rapports individuels dans le système de fichiers :

```
MySeqReport\
  \001 Multi-injection Summary Group\
    default.htm, *.gif, *.css, report.xml
    \01 Standard Single Injection\default.htm, *.gif, *.css,
      *.wmf, report.xml
    \02 Standard Single Injection\default.htm, *.gif, *.css,
      *.wmf, report.xml
  \002 Multi-injection Summary Report\
    default.htm, *.gif, *.css, report.xml
    \01 Sample Single Injection\default.htm, *.gif, *.css,
      *.wmf, report.xml
    \02 Sample Single Injection\default.htm, *.gif, *.css,
      *.wmf, report.xml
```

```
\003 Multi-injection Summary Report\  
  default.htm, *.gif, *.css, report.xml  
  \01 Standard Single Injection\default.htm, *.gif, *.css,  
  *.wmf, report.xml  
  \02 Standard Single Injection\default.htm, *.gif, *.css,  
  *.wmf, report.xml  
  
\Sequence  
  default.html, *.gif, *.css  
  
\QC Sample Group  
  default.html, *.gif, *.css
```

Le rapport peut utiliser le fichier GIF du logo Agilent, vous pouvez aussi insérer votre propre fichier image. Cerity NDS enregistre les fichiers images dans le dossier Images du répertoire **Templates**. Tous les fichiers images copiés dans un modèle de rapport doivent être enregistrés dans le dossier **Images**. Cerity NDS enregistre les fichiers CSS (Cascading Style Sheet) dans le dossier **Templates**. Chaque modèle de rapport doit inclure le fichier ScreenStyle.css et le fichier PrintStyle.css pour créer des modèles cohérents. Le fichier WMF (Windows Meta File) est un fichier de chromatogramme fournissant l'image de ce chromatogramme. Les rapports qui génèrent un chromatogramme enregistrent aussi le fichier WMF dans le dossier du rapport d'injection. Le fichier report.xml contient les informations de fichier du rapport, notamment nom de fichier du rapport, nom du serveur, imprimante, application et informations de méta-données.

Modèles de rapport par défaut

Cerity NDS propose des modèles de rapport par défaut pour générer un rapport d'échantillon individuel ou de séquence. Vous pouvez accéder aux modèles de rapports par défaut à partir de l'espace de travail **Reporting (Rapports)** d'une méthode. Pour chaque type de rapport, vous pouvez choisir le modèle de rapport standard ou une version condensée ou détaillée de ce modèle de rapport standard. Les noms de fichier des trois niveaux de type de rapport par défaut sont :

- Modèle standard - <nom modèle>.html
- Modèle condensé - <nom modèle_short>.htm
- Modèle détaillé - <nom modèle_d>.html

Pour chaque type de rapport, il est possible de sélectionner des modèles de rapports individuels à placer dans un rapport. Vous pouvez aussi choisir de créer un modèle de rapport composite. Le rapport composite peut inclure tous les modèles de rapports pour une séquence. Vous pouvez sélectionner les modèles de rapports à inclure dans le rapport composite.

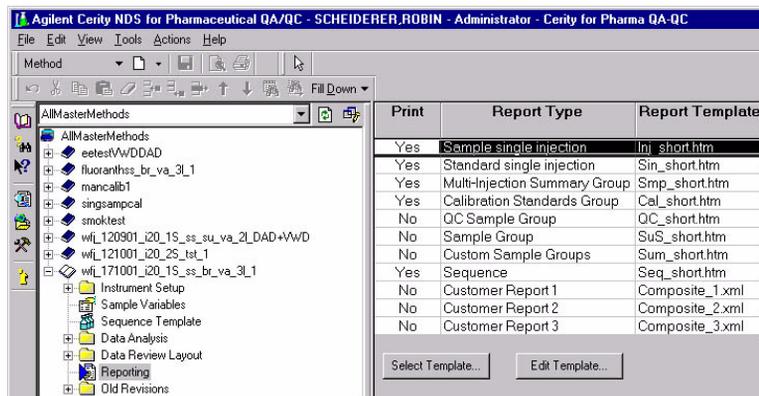


Figure 71 Espace de travail de rapports

Modèles de rapport individuels

Les **Individual Report Templates (Modèles de rapports individuels)** indiquent un type de rapport pouvant inclure des **Single Injection templates (Modèles d'injection unique)** pour les injections d'échantillons et des **Standard Injection templates (Modèles d'injection d'étalon)** pour les injections d'étalons. Les **Individual report templates (Modèles de rapports individuels)** pour les groupes et récapitulatifs incluent les **Multi-Injection Summary (Récapitulatif multi-injection)**, **Calibration Standard Group (Groupe d'échantillons d'étalonnage)**, **QC Sample Group (Groupe d'échantillons CQ)**, **Sample Group (Groupe d'échantillons)**, **Custom Samples Group (Groupe d'échantillons personnalisés)** et **Sequence Report (Rapport de séquence)**. Les modèles individuels peuvent afficher les informations suivantes :

- L'identification d'échantillon contient l'identification d'un échantillon, notamment nom d'échantillon, date et heure d'injection et nom de l'instrument.
- La **Method Reference (Référence de méthode)** désigne la méthode appliquée. La **Method Reference (Référence de méthode)** doit fournir suffisamment d'informations pour permettre de reproduire le test. Les informations facultatives sont notamment le journal d'échantillon, les paramètres de méthode, résultats d'adéquation du système, historique de l'instrument, référence de séquence, propriétés de colonnes et limites. Vous pouvez identifier l'opérateur et l'instrument ainsi que les paramètres modifiés.
- La section **Results (Résultats)** peut fournir un résultat dans une table avec un index unique pour les composés ou pics et injection ou nom d'échantillon en tant qu'index secondaire. La section **Results (Résultats)** contient les données de quantité et récapitulatifs statistiques, y compris un rapport sur les contrôles de limites.
- La section **Chromatogram** contient le chromatogramme des injections superposées ou dans des graphiques séparés avec la même échelle de temps.
- Le module d'instrument fournit des informations d'instrument de base notamment numéro de modèle, fabricant, numéro de série, version et microcode.

8 Rapports

Modèles de rapport par défaut

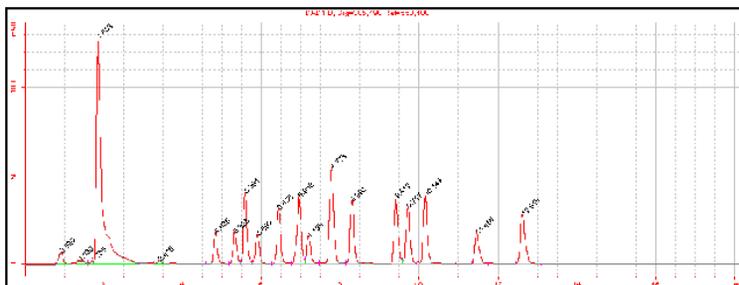
Sample single injection report

Sample identification

Sample name	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	
Sample type	XXXXXXXX	
Date	Start	sys_date, sys_time
	End	sys_date, sys_time
Instrument	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	
Acquisition	sys_date, sys_time	
Injection	## of ##	

Sample Method Description

Method Name	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Calibration Creation	sys_Date, sys_Time
Sample scheduler	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Calibration Modification	sys_Date, sys_Time
Instrument Name	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Instrument Revision	sys_Date, sys_Time



Sample single injection compounds

Retention Time	Compound Name	Amount	Unit	Response Factor	Tailing Factor
#####	X	###.##	XXXX	X.DDDD	#####

Instrument: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 Info: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 Acquisition Server: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 Acq. Server Name: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Instrument Description

ID: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 Name: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 Revision: #####
 Information: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Instrument Module Description

Model	Manufacturer	Serial #	Version	Firmware
XXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXX

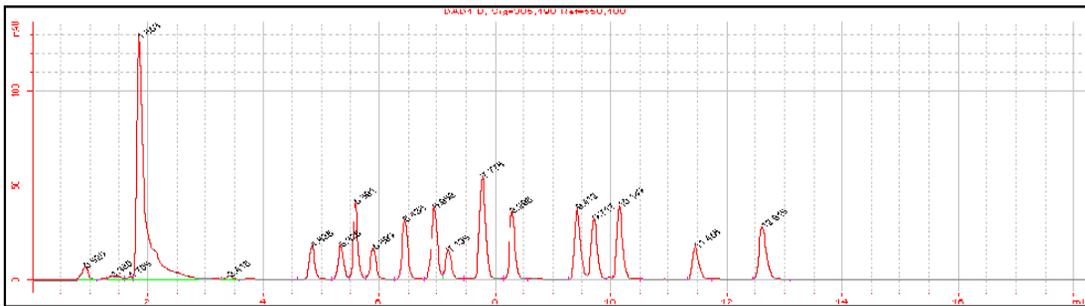
Sample single injection detailed report

Sample identification

Sample name		XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
Sample type		XXXXXX
Date	Start	sys_date, sys_time
	End	sys_date, sys_time
Instrument		XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
Acquisition		sys_date, sys_time
Injection		## of ##

Sample method description

Method name	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Method revision	###
Calibration creation	sys_Date, sys_Time	Calibration modification	sys_Date, sys_Time
Instrument name	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Instrument revision	###



Sample single injection compounds

Compound	RT	Amount	Units	Area %	Tailing	Limit Check (Compound)
XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	X.DD	X.DDDD	XXXXX	X.DDDD	##.###	XXXXXXXXXX

Instrument: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 Info: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 Acquisition server: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 Acq. server name: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Instrument module reports will replace this section. Don't edit this box.

Six modèles de rapports détaillés incluent aussi divers tracés de spectres.

Modèle d'injection unique d'étalon

Noms de modèle par défaut : Sin.html, Sin_short.htm, Sin_D.html

Les modèles d'injection unique d'étalons fournissent les résultats d'injection des étalons. Chaque injection d'étalon fournit un rapport d'injection standard.

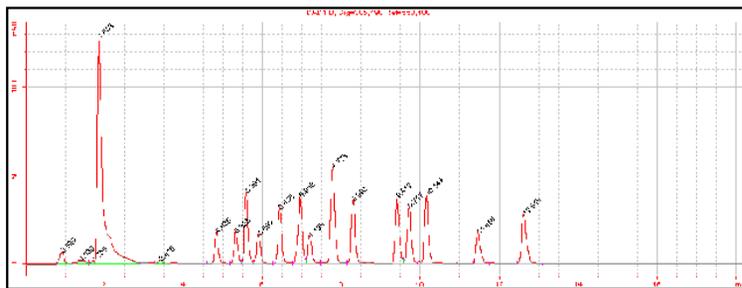
Standard single injection condensed report

Sample identification

Sample name	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX		
Sample type	XXXXXXXX		
Date	Start	sys_date, sys_time	
	End	sys_date, sys_time	
Instrument	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX		
Acquisition	sys_date, sys_time		
Injection	## of ##		

Sample method description

Method (Rev)	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX (###)	Calibration created	sys_Date, sys_Time
Sample scheduler	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Calibration modified	sys_Date, sys_Time
Instrument	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Instrument rev.	sys_Date, sys_Time



Compound calibration info

Compound	Area	Amount	Unit	RF Rsp/Amt	Amt calc. method	Calib.
XXXXXXXXXX	X.DDDD	X.DDDD	XXXXX	##.DDDD	XXXXXXXXXX	XXXX

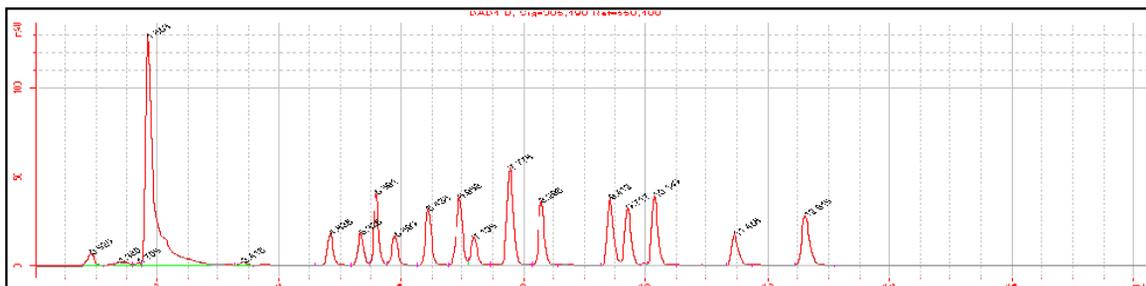
Standard single injection detailed report

Sample identification

Sample name	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX		
Sample type	XXXXXXXX		
Date	Start	sys_date, sys_time	
	End	sys_date, sys_time	
Instrument	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX		
Acquisition	sys_date, sys_time		
Injection	## of ##		

Sample method description

Method name	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Method revision	###
Calibration creation	sys_Date, sys_Time	Calibration modification	sys_Date, sys_Time
Instrument name	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Instrument revision	###



Quantification results of compounds

Compound	Amount	Unit	RF (Rsp/Amt)	Limit Check (Compound)	Used for cal.
XXXXXXXX	X.DDDD	XXXXX	X.DDDD	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX

Quantification results of peaks

Compound	RT	Height	Area	Area %	Width	Tailing	Symmetry
XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	X.DD	X.DDDD	X.DDDD	X.DDDD	X.DDDD	##.###	##.###

Quantification results of peaks

Compound	RT	Plate # USP	Plate # BP	Plate # JP	Peak resolution EP/JP/BP/DAB	Peak resolution USP
XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	X.DD	##.###	##.###	##.###	##.###	##.###

Calibration standard group

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

Number of unidentified Peaks: ##

Standard sample group variables

#	Standard name	Amount	Position	Inj. vol.
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	##.DDDD	XXXXXXXXXX	###.DD

Standard sample group limit results

#	Standard name	Compound	Limit (Calib Sample)
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX

Calibration standard group report

Sequence Start:	sys_Date, sys_Time
Sequence End:	sys_Date, sys_Time
Method:	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Sample	Seq. order	Compound name	Limit check (Sample)
##	##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX

Sample	Seq. order	Compound name	Limit check (Compound)
##	##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX

Number of Unknowns: ##

8 Rapports

Modèles de rapport par défaut

Modèle de groupe d'échantillon CQ

Noms de fichier de modèle par défaut : QC.html, QC_Short.htm, QC_D.html

Les modèles de rapport de groupe d'échantillons CQ conviennent aux groupes d'échantillons de contrôle qualité.

QC sample group (condensed)

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

Number of unidentified peaks: ##

QC sample results

#	Sample	Position	Inj. vol.	Limit (Sample)
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX	###.DD	XXXXXXXXXX

QC sample group

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

Number of unidentified peaks: ##

QC sample group variables

#	QC name	Amount	Position	Inj. vol.
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	##.DDDD	XXXXXXXXXX	###.DD

QC sample group limit results

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

QC sample group (detailed)

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

Number of unidentified peaks: ##

QC sample group variables

#	QC name	Amount	Position	Inj. vol.
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	##.DDDD	XXXXXXXXXX	###.DD

QC sample group limit results

#	QC name	Compound	Limit (Compound)	Limit (QC Sample)
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX

Modèle de groupe d'échantillons

Noms de fichier de modèle par défaut : Sus.html,
Sus_Short.htm, Sus_D.html

Les modèles de rapport de groupe d'échantillons conviennent
aux groupes d'échantillons.

Sample group (condensed)

Sequence name:	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
Sequence start:	sys_Date, sys_Time
Sequence end:	sys_Date, sys_Time
Method (rev):	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX (###)

Number of unidentified peaks: ##

Sample results

#	Sample	Position	Inj. vol.	Limit (Sample)
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXX	###.DD	XXXXXXXXXX

Custom sample groups

Number of Custom Groups: ##

Samples in Group	Group Name
##	XXXXXXXXXXXX

Group	Sample	Amount	Position	Inj. Vol.
XXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	X.DDDD	XXXXXXXX	###.DD

Compound	Limit (Compound)	Sample	Position	Limit (Sample)
XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXX	XXXXXXXX

Modèle de séquence

Noms de fichier de modèle par défaut : Seq.html,
Seq_Short.htm, Seq_D.html

Les modèles de séquence fournissent tous les rapports
d'injections d'échantillons et d'injections d'étalons.

Sequence report (condensed)

Sequence Name (rev):	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Revision:	###
Sequence description: *			
Start:	sys_Date, sys_Time	End:	sys_Date, sys_Time
Instrument ID:	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Instrument name:	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Method parameters

Method: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
Revision: ### Last modified: sys_Date, sys_Time

Reporting

Destination: XXXXXXXX
Printer: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
File: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Sequence rollout

	Sample Type	Calibration Level	Bracketing
##	XXXXXXXX	XXX	XXXXXXXXXXXX

Sequence samples

	Name	Position	Modified inj. volume	Amount	Unit	Cal. level
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXX	###.DD	#.DDDD	XXXX	XXXXXXXX

8 Rappports

Modèles de rapport par défaut

Sequence report

Sequence Name (rev):	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Revision:	###
Sequence description:	*		
Start:	sys_Date, sys_Time	End:	sys_Date, sys_Time
Instrument ID:	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Instrument name:	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Method parameters

Method: XX
 Revision: ### Last modified: sys_Date, sys_Time
 Description: xxxxxxxx

Reporting

Destination: XXXXXXXX
 Printer: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 File: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Report	Enabled	Report type	Template
##	XX	XXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXX

Instrument

Module	Model	Ord #	Manufacturer	Serial #	Version	Firmware version
##	XXXXXX	#	XXXXXX XXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Sequence rollout

	Sample Type	Calibration Level	Bracketing
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Sequence samples

	Name	Position	Modified inj. volume	Amount	Unit	Cal. level
##	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXX	###.DD	##.DDDD	XXXXX	XXXXXXXX

Sequence report (detailed)

Sequence Name (rev):	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Revision:	###
Sequence description:	*		
Start:	sys_Date, sys_Time	End:	sys_Date, sys_Time
Instrument ID:	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Instrument name:	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Method parameters

Method: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 Revision: ### Last modified: sys_Date, sys_Time
 Description: xxxxxxxx

Reporting

Destination: XXXXXXXX
 Printer: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 File: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Report	Enabled	Report type	Template
##	XX	XXXXXXXX	XXXXXXXXXXXX

Instrument

Module	Model	Ord #	Manufacturer	Serial #	Version	Firmware version
##	XXXXXX	#	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

LogBook name: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Event Description	Entity	Audit Comment	Time Value (local)	ESig Auth.
## Description	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	Comment	Time Stamp	XXXX

Sequence rollout

Sample Type	Calibration Level	Bracketing
## XXXXXXXXXXXXXXXX	XXXX	XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Sequence samples

Name	Position	Modified inj. volume	Amount	Unit	Cal. level
## XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX	XXXX	###.DD	#.DDDD	XXXXXX	XXXXXXXX

Modèles de rapport composites

Les **modèles de rapport composite** associent un groupe de modèles de rapports individuels en un rapport unique avec une page de garde. Par exemple, les rapports composites peuvent associer les résultats commençant par un rapport d'injection unique et se terminant par un rapport de séquence. Les fichiers **Composite report templates (Modèles de rapport composite)** sont des fichiers XML organisant les modèles de rapport sélectionnés pour les imprimer vers un fichier ou une imprimante désignée.

Les noms de fichier des trois niveaux de rapport composite sont :

- Rapport personnalisé 1 : Composite_1.xml
- Rapport personnalisé 2 : Composite_2.xml
- Rapport personnalisé 3 : Composite_3.xml

Vous pouvez créer un nouveau type de **Customer Report (Rapport personnalisé)** pour une séquence seulement. Le nom de fichier du nouveau **Customer Report (Rapport personnalisé)** pour une séquence est `sequence.xml`.

Le fichier **composite report template (modèle de rapport composite)** est défini séparément des rapports individuels. Un **composite report template (Modèle de rapport composite)** pourrait par exemple définir l'ordre de rapport ci-dessous :

- Page de garde
- Séquence
- Instrument
- Groupes d'échantillons personnalisés
- Groupe d'échantillons
- Groupe d'échantillons CQ
- Groupe d'étalons

- Groupe 1 de récapitulatifs multi-injections
 - Injection 1 unique d'échantillon
 - Injection 2 unique d'échantillon
 - Injection n unique d'échantillon
- Groupe n de récapitulatifs multi-injections

La numérotation de page est continue sur tout le rapport.

Fonctions de création de rapport

Courbe d'étalonnage

CalibrationCurve.html est un modèle de rapport d'injection unique par défaut incluant la courbe d'étalonnage. Les courbes d'étalonnage peuvent aussi être ajoutées à n'importe quel modèle d'injection unique à partir de la section **Compounds (Composés)** du nœud **Calibration Results (Résultats d'étalonnage)**. D'autres informations d'étalonnage sont disponibles dans le nœud **Calibration Points (Points d'étalonnage)** de la section **Compounds (Composés)**.

Points de consigne et résultats de méthode spectrale

Les points de consigne de méthode peuvent être inclus dans les rapports soit à partir du programme Cerity **Report Template Editor (Editeur de modèle de rapport)** soit à partir de la vue **Method (Méthode)** par la commande **Print Method (Imprimer la méthode)**. Les modèles sont communs aux deux options de création de rapport. Pour des descriptions des modèles disponibles, voir « [Rapports de méta-données et révisions de ces méta-données](#) » page 60.

Inclusion dans les rapports des résultats spectraux

Six modèles d'injection unique sont proposés pour les résultats spectraux :

- Inj_d_3D.html est un modèle de rapport détaillé pour la création de rapport de résultats de confirmation UV de composé. Pour chaque composé, il inclut les tracés individuels des spectres de référence de composé et du spectre de sommet, avec un tracé superposé des deux spectres.

- Inj_short_3D_ApexAndRawApexSpectrumOverlaid.html pour l'inclusion dans les rapports des résultats de spectres. Pour chaque composé, il inclut un tracé superposé du spectre de sommet corrigé du bruit de fond et du spectre de sommet brut, ainsi qu'un tracé du spectre de bruit de fond.
- Inj_short_3D_CompRefAndApexSpectrumOverlaid.html pour la création de rapports de résultats de confirmation UV de composé. Pour chaque composé, il inclut un tracé superposé du spectre de référence du composé et du spectre de sommet, ainsi qu'un tracé du spectre de fond.
- Inj_short_3D_PuritySpectrumOverlaid.html pour la création de rapports de résultats de pureté UV. Pour chaque composé, il inclut un tracé du spectre de pureté du pic ainsi qu'un tracé du spectre de résidus. Les tables de pureté UV sont aussi incluses dans le rapport.
- Inj_short_3D_ResidualOfApexAndCompRefSpectrum.html pour la création de rapports de résultats de confirmation UV de composé. Pour chaque composé, il inclut un tracé du spectre de résidus en fonction du spectre de référence du composé, ainsi qu'un tracé du spectre de bruit de fond.
- Inj_short_3D_ResidualOfApexAndPuritySpectrumOverlaid.html pour la création de rapports de résultats de pureté UV. Pour chaque composé, il inclut un tracé du spectre de pic de résidus en fonction du spectre de sommet, ainsi qu'un tracé du spectre de bruit de fond.

De plus, il est possible d'ajouter les **UV Spectral Compound Purity Setpoints (Points de consigne de pureté UV spectrale de composé)**, **UV Confirmation Default Setpoints (Points de consigne par défaut de confirmation UV)** et **Spectra Handling Setpoints (Points de consigne de gestion de spectre)**, ainsi que les spectres dans n'importe quel modèle de rapport d'injection unique.

Création de rapport de résultats de calculs personnalisés

Les résultats du calculateur personnalisé sont inclus dans les rapports par un outil de création de rapport dédié ; les paramètres d'inclusion dans les rapports sont définis dans le nœud **Custom Calculator (Calculateur personnalisé)** de la définition **Data Analysis (Traitement de données)** de la vue **Method (Méthode)**. Les rapports du calculateur personnalisé sont définis par une boîte de dialogue à onglets permettant de définir la présentation de rapports multi-pages, d'ajouter des en-têtes et des bas de page, et de spécifier les éléments de la feuille de calcul personnalisée à imprimer.

Rapports conditionnels

Les rapports conditionnels permettent de modifier la présentation d'un élément de rapport en fonction du résultat d'un test. Vous pouvez modifier la présentation d'une table complète, d'une colonne d'une table, d'une cellule individuelle dans une table ou d'un champ. Vous pouvez par exemple appliquer des mises en forme à un élément (modification de police, mise en gras, en italique ou en couleur), afficher ou masquer un élément en fonction du résultat d'un test.

Les tests sont de deux types :

- Une **Internal Condition (Condition interne)** n'utilise pas d'opérande, elle est évaluée à partir d'états internes. Les opérateurs disponibles sont les suivants :

INSEQUENCE	Teste si le rapport s'exécute sous forme de rapport de séquence.
INSEQSUBTEST	Teste si le rapport s'exécute sous forme de rapport d'échantillon dans une séquence.
INMETHOD	Teste si le rapport est un rapport de méthode.

Si le résultat du test est vrai, l'élément est inclus dans le rapport ; si le résultat est faux, l'élément est omis.

- Une **External Condition (Condition externe)** utilise des opérandes et des références. Les opérateurs disponibles sont les suivants :

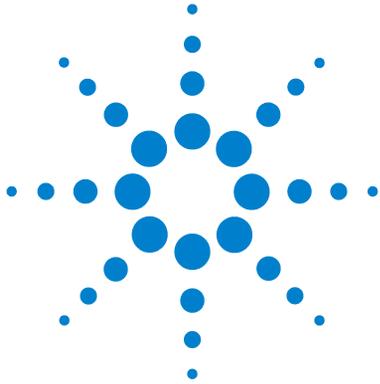
IN	Teste si la chaîne de Référence est un des Opérandes .
NOTIN	Teste si la chaîne de Référence n'est pas un des Opérandes .
LESS	Teste si la valeur de Référence est inférieure à la valeur du ou des Opérandes .
LESSEQUAL	Teste si la valeur de Référence est inférieure ou égale à la valeur du ou des Opérandes .

8 Rapports

Rapports conditionnels

GREATER	Teste si la valeur de Référence est supérieure à la valeur du ou des Opérandes .
GREATEREQUAL	Teste si la valeur de Référence est supérieure ou égale à la valeur du ou des Opérandes .
EQUAL	Teste si la valeur de Référence est égale à la valeur du ou des Opérandes .
UNEQUAL	Teste si la valeur de Référence n'est pas égale à la valeur du ou des Opérandes .

Vous pouvez sélectionner la **Reference (Référence)** dans un arbre de sélection incluant toutes les références disponibles. Si le résultat du test est vrai, l'élément est inclus dans le rapport ; si le résultat est faux, l'élément est omis.



9 Administration et maintenance

Configuration post-installation [286](#)

Administration et maintenance du système Cerity NDS [293](#)

Ce chapitre explique entre autres, l'utilitaire d'administration et de maintenance de Cerity.



Configuration post-installation

Après l'installation du logiciel NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity, l'administrateur Cerity NDS doit configurer les utilisateurs Cerity NDS de l'application AQ/CQ pharmaceutique.

L'administrateur Cerity NDS doit accomplir les tâches suivantes :

- Démarrer l'administration Cerity NDS
- Se connecter à la base de données.
- Définir la configuration **bootp** seulement dans le cas où le laboratoire n'utilise pas DHCP pour ses instruments.
- Ajout de licences.
- Vérifier la réussite de l'installation.
- Définir une imprimante par défaut pour l'utilisateur du service Cerity NDS.
- Synchroniser les horodatages sur les machines Cerity NDS
- Ajouter des utilisateurs
- Ajouter des contrôleurs d'acquisition.
- Ajouter des instruments.
- Ajouter un dispositif
- Enregistrer les modifications dans la base de données

Consultez l'aide en ligne du logiciel d'administration du système pour des instructions sur ces tâches. Les concepts abordés dans cette section aident l'administrateur à effectuer ces tâches.

Application d'administration Cerity NDS

Vous utilisez les outils de configuration de l'administration Cerity NDS pour gérer le système. Sélectionnez l'option **Cerity Software Administration (Administration du logiciel Cerity)** sur le menu **Démarrer** pour accéder à la fenêtre de configuration.



Figure 72 Option de menu Administration Cerity NDS

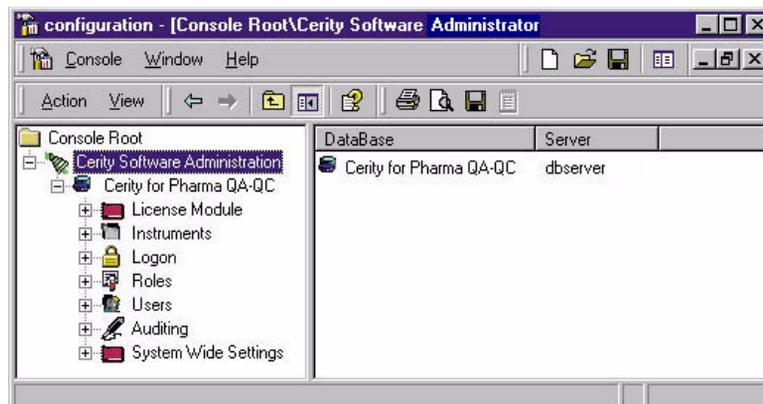


Figure 73 Fenêtre de configuration de l'administration du logiciel Cerity

Connexion à une base de données

Il est nécessaire d'ajouter la base de données que les outils de configuration de l'administration du logiciel Cerity utilisent. Un clic droit sur le dossier Cerity Software Administration (Administration du logiciel Cerity) de la fenêtre principale permet d'ajouter une base de données. Une fois la base de données ajoutée, ouvrez le dossier de la base pour accéder à ses propriétés et à sa configuration.

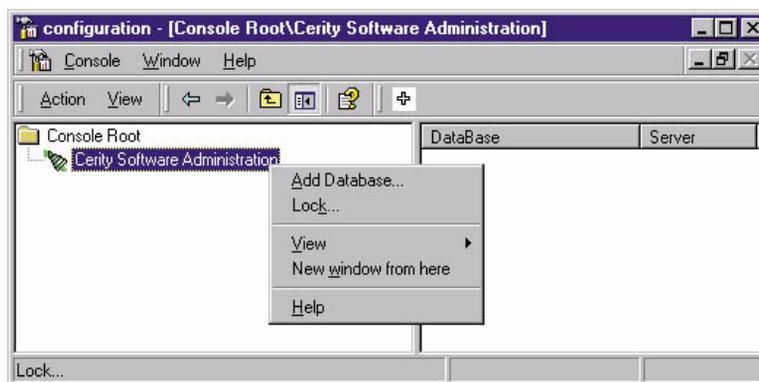


Figure 74 Menu contextuel d'ajout d'une base de données

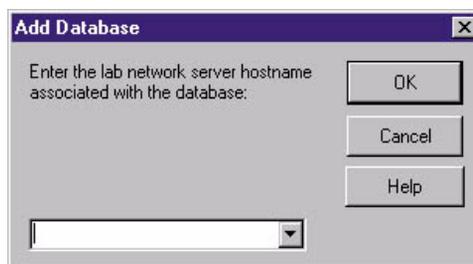


Figure 75 Boîte de dialogue d'ajout d'une base de données

S'il s'agit d'une installation autonome (Cerity NDS Professionnel), utilisez le nom du PC autonome.

Licences Cerity NDS

Au cours de l'installation, le système autorise un jeu de licences de « démonstration » pour vos instruments et les modules Cerity NDS. Ce type de licence est temporaire. Il n'est pas possible d'utiliser une licence de démonstration pendant plus de 30 jours. S'il vous faut une licence au-delà de la période de démonstration de 30 jours, vous devez ajouter la licence nécessaire achetée auprès de Agilent Technologies dans le module License (Licence). Après l'achat d'une licence, vous devez autoriser l'utilisation de cette nouvelle licence en approuvant l'accord de licence.

Le dossier **License Module (Module de licence)** permet de :

- Consulter l'utilisation de la licence sur tous les modules installés.
- Autoriser l'utilisation d'une licence
- Mettre à jour ou ajouter une licence Cerity NDS.

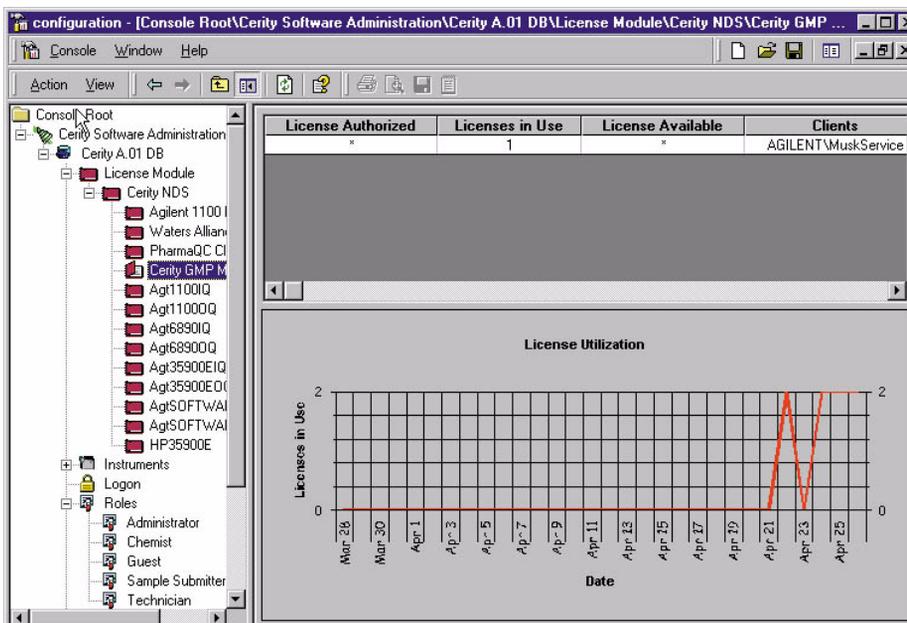


Figure 76 Option Licence

Types de licence

Trois types de licence sont possibles pour NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity :

Démonstration C'est la licence par défaut lorsque vous installez le logiciel NDS Cerity. La licence de démonstration autorise un nombre illimité d'utilisateurs à accéder aux modules et instruments. La **Démonstration** est périmée à une date prédéfinie ; à la date de péremption (ou avant), vous devez entrer les informations de licence provenant de votre certificat de licence Agilent.

Expiration Ce type de licence est utilisé par l'utilitaire de conformité et de validation Cerity (IQ et OQ/PV). Le système compte le nombre d'exécutions de l'utilitaire de conformité et d'impressions de certificat. Lorsque ce nombre atteint la valeur prédéfinie, contactez Agilent Technologies pour renouveler vos licences.

Aucun Ce type de licence permet à un nombre spécifié d'utilisateurs d'accéder simultanément au module logiciel ou à l'instrument. Le nombre d'utilisateurs est stipulé dans votre commande négociée avec Agilent Technologies.

Licences de spectres UV

Une licence de spectres UV n'est nécessaire que pour l'acquisition des spectres UV ; le traitement des spectres ne nécessite pas de licence. La licence de spectres UV est attribuée à un instrument, elle permet d'acquérir les spectres UV sur cet instrument. Si la licence n'est plus valide, les spectres acquis peuvent toujours être traités (confirmation de spectre UV de composé, pureté UV), mais il est impossible d'acquérir d'autres spectres UV, les méthodes avec acquisition de spectre UV ne peuvent plus être créées.

Gestion des utilisateurs

Le dossier Users (Utilisateurs) permet de définir les utilisateurs de votre Cerity NDS.

Vous pouvez :

- Ajouter des utilisateurs Cerity NDS
- Activer et désactiver les utilisateurs.
- Attribuer leurs **Current Roles (Rôles en cours)** à leurs utilisateurs
- Attribuer leurs Review Rights (Droits de révision) aux utilisateurs
- Attribuer une imprimante par défaut à chaque utilisateur
- Copier les utilisateurs d'une base dans une autre.

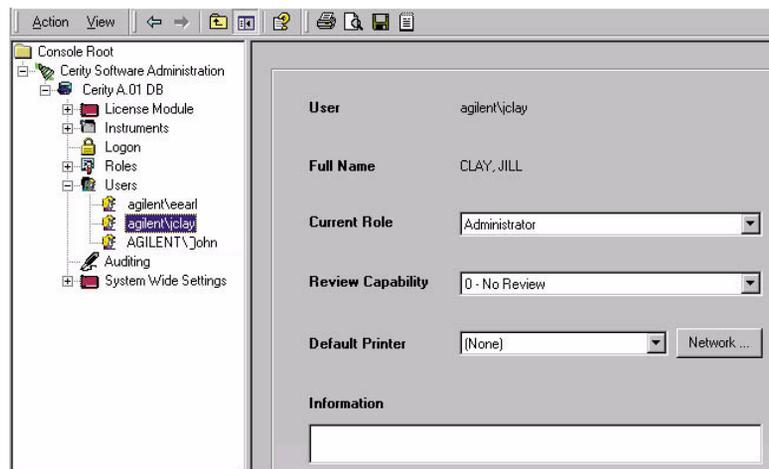


Figure 77 Dossier Users (Utilisateurs)

Gestion des instruments

Utilisez le dossier Instruments pour ajouter des contrôleurs d'acquisition, des instruments logiques et des dispositifs. Vous devrez entrer des paramètres pour les instruments et les dispositifs dans l'application AQ/CQ pharmaceutique.

Vous pouvez :

- Ajouter ou supprimer des contrôleurs d'acquisition.
- Ajouter ou supprimer des instruments logiques.
- Ajouter ou supprimer des dispositifs.
- Modifier les propriétés de connexion des dispositifs, instruments et serveurs d'acquisition.
- Déplacer un instrument logique et ses dispositifs associés vers un contrôleur d'acquisition différent.
- Arrêter et suspendre un instrument
- Reprendre après suspension et arrêter un instrument
- Ajouter une licence de spectres UV
- Supprimer une licence de spectres UV

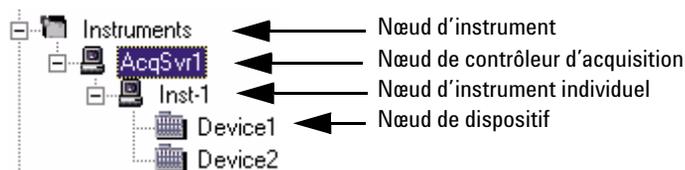


Figure 78 Dossier Instruments

Administration et maintenance du système Cerity NDS

Après l'accomplissement par l'administrateur des tâches postinstallation, celui-ci doit assurer la maintenance de son système, il peut aussi personnaliser Cerity NDS en fonction des besoins de son laboratoire. Les administrateurs doivent comprendre l'utilisation des fonctions de Cerity NDS suivantes :

Sécurité et audits

Pour être certain que le système est sécurisé, les administrateurs peuvent :

- Définir et modifier la sécurité d'accès aux sessions
- Changer le mot de passe du compte Cerity NDS Network Server et du compte CAGDbAdmin.
- Restreindre l'accès à l'éditeur du Registre
- Définir les droits d'accès aux répertoires Cerity NDS et Oracle.
- Définir le rôle des utilisateurs afin de restreindre leur accès aux fonctions de NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity.
- Définir les audits de sorte que pour chaque changement, le système enregistre la nature, l'auteur, la date et le motif selon les procédures en vigueur dans votre société.

Formats système globaux

Les administrateurs peuvent définir ou modifier les formats numériques ou d'horodatage pour l'ensemble du système Cerity NDS.

Maintenance de la base de données

Pour la maintenance de la base de données, les administrateurs recourent aux tâches suivantes :

- Archivage, restauration et suppression de données.
- Sauvegarde de la base de données
- Résolution des incohérences/incompatibilités après restauration des données.

Maintenance du système

Pour la maintenance du système, les administrateurs recourent aux tâches suivantes :

- Impression des paramètres de la configuration d'administration du logiciel Cerity NDS.
- Affichage des informations sur l'hôte Cerity NDS.
- Vérification de l'état, démarrage ou arrêt des services Cerity NDS

Consultez l'aide en ligne du logiciel d'administration du système pour des instructions sur ces tâches. Les concepts abordés dans cette section aident l'administrateur à effectuer ces tâches.

Sécurité et audits

Accès aux sessions

La rubrique d'accès aux sessions **Logon** de la fenêtre de configuration de l'administration du logiciel Cerity contrôle l'accès à votre serveur Cerity ainsi qu'aux systèmes clients. Vous pouvez par exemple contrôler le nombre d'utilisateurs qui peuvent se connecter à Cerity NDS à partir du même poste de travail Windows.

Vous pouvez :

- Activer et désactiver la sécurité d'accès aux sessions.
- Autoriser un utilisateur par ordinateur.

- Autoriser plusieurs utilisateurs pour un ordinateur client donné.
- Définir une durée d'inactivité permettant de bloquer l'application d'une session utilisateur ouverte sur un ordinateur client partageant plusieurs sessions.
- Spécifier les applications Cerity NDS pouvant accéder à la base de données.

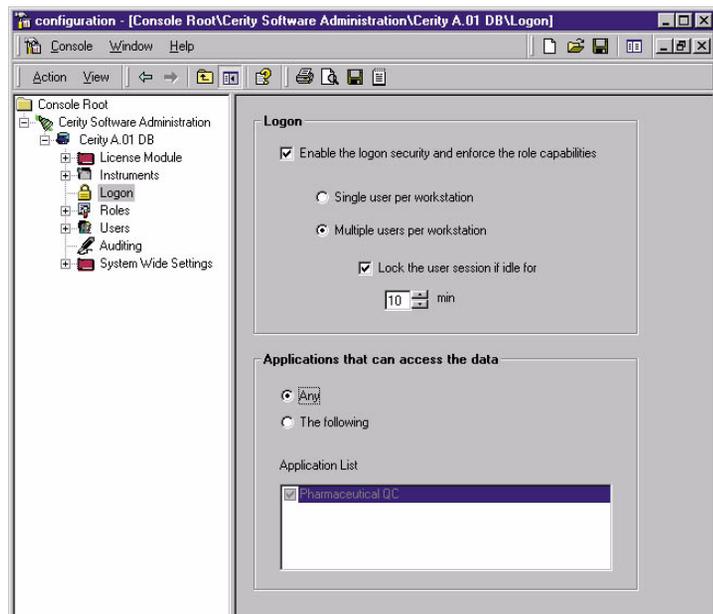


Figure 79 Option Logon item (Ouverture de session)

Changements de mot de passe

Vous pouvez changer les mots de passe pour le compte du serveur et pour la base de données à l'aide de la liste des outils Administration et Maintenance. Ces deux outils sont accessibles depuis le menu **Démarrer**. Après le choix des options de menu **Change Password (Changer le mot de passe)**, les boîtes de dialogue correspondantes apparaissent.

9 Administration et maintenance

Administration et maintenance du système Cerity NDS



Figure 80 Option Change Password (Changer le mot de passe)

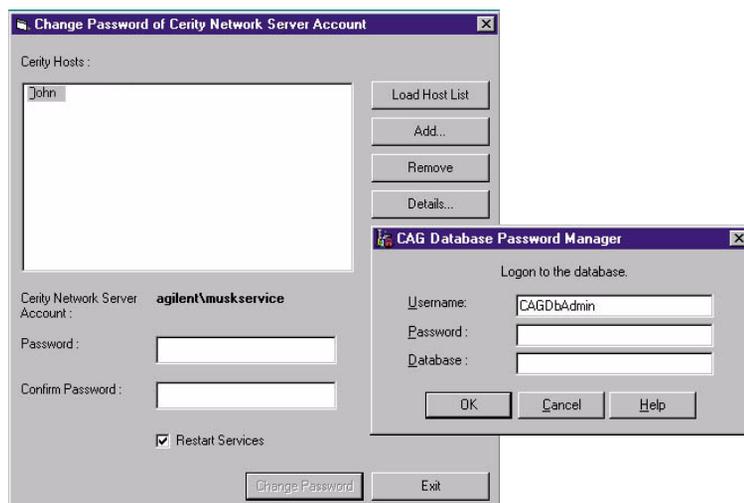


Figure 81 Boîte de dialogue Change Password (Changement de mot de passe)

Droits d'accès aux répertoires Cerity NDS et Oracle.

Le tableau ci-dessous donne un résumé des répertoires importants de Cerity NDS et d'Oracle et des droits d'accès recommandés.

Tableau 15 Autorisations sur les répertoires Windows

Nom du répertoire	Utilisateur ou groupe	Droits d'accès recommandés
Entrée de registre Cerity NDS (HKeyLocalMachine\Agilent\Cerity)	Groupe Administrateurs ; TOUT LE MONDE	Droits d'accès au partage et au système de fichiers : Contrôle total Droits d'accès au partage :
Oracle\Ora81\Bin	SYSTEM	Droits d'accès au système de répertoires : Contrôle total
	Groupe Administrateurs	Droits d'accès au système de répertoires : Lecture seulement
Oracle\...\Oradata	SYSTEM	Droits d'accès au système de répertoires : Contrôle total
	Tous les autres utilisateurs	Droits d'accès au système de répertoires : Aucun
Entrée Oracle du registre (HKeyLocalMachine\Agilent\Oracle)	SYSTEM	Droits d'accès au système de répertoires : Contrôle total
	Tous les autres utilisateurs	Droits d'accès au système de répertoires : Aucun
Répertoire système temporaire (p. ex., C:\Temp), si certains services ne démarrent pas.	Tous les utilisateurs	Droits d'accès au système de répertoires : Contrôle total
Cerity\Reports	TOUT LE MONDE	Droits d'accès au partage :
	<ul style="list-style-type: none"> • Tout utilisateur Windows utilisant Cerity NDS • Tous les clients Cerity NDS • Administrateur Cerity NDS 	Droits d'accès au partage : Contrôle total
Cerity\Reports\PharmaQC\ Templates	TOUT LE MONDE	Droits d'accès au système de fichiers : Lecture seulement
	Tout utilisateur Cerity NDS devant modifier des modèles de rapports	Droits d'accès au système de fichiers : Contrôle total
Cerity\Reports\PharmaQC\ pharmaqc.dd (Répertoire de données — contient tous les champs, variables et résul- tats accessibles à l'utilisateur)	Tous les utilisateurs et groupes	Droits d'accès au système de fichiers : Lecture seulement
Cerity\Reports\PharmaQC\Reports	TOUT LE MONDE	Droits d'accès au système de fichiers : Lecture seulement
	Utilisateur Service Cerity NDS	Droits d'accès au système de fichiers : Contrôle total

Attribution des rôles

Le dossier **Roles (Rôles)** vous permet de définir des droits d'effectuer des tâches pour les rôles par défaut : Administrator, Chemist, Guest, Sample Submitter et Technician. Voir « [Rôles et droits d'utilisateur](#) » page 29 pour plus d'informations.

Audit

REMARQUE

Par défaut, le rôle Guest (Invité) n'a aucun droit d'utilisateur, et ouvre donc une application vide à la connexion. La configuration du rôle Guest (Invité) est de la responsabilité de l'administrateur système.

NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity comporte un groupe de tâches d'audit des enregistrements électroniques conforme aux exigences des directives légales. La rubrique Auditing vous permet de configurer les exigences d'audit pour chacune des tâches.

Vous pouvez :

- Demander aux utilisateurs de motiver l'exécution d'une tâche.
- Contraindre les utilisateurs à se conformer aux motifs d'audit définis par l'administrateur Cerity NDS.
- Exiger une signature électronique pour accomplir la tâche.
- Créer une liste de motifs d'audit.
- Retirer des motifs de la liste des motifs d'audit.
- Affecter/désaffecter une exigence d'audit à une tâche donnée.

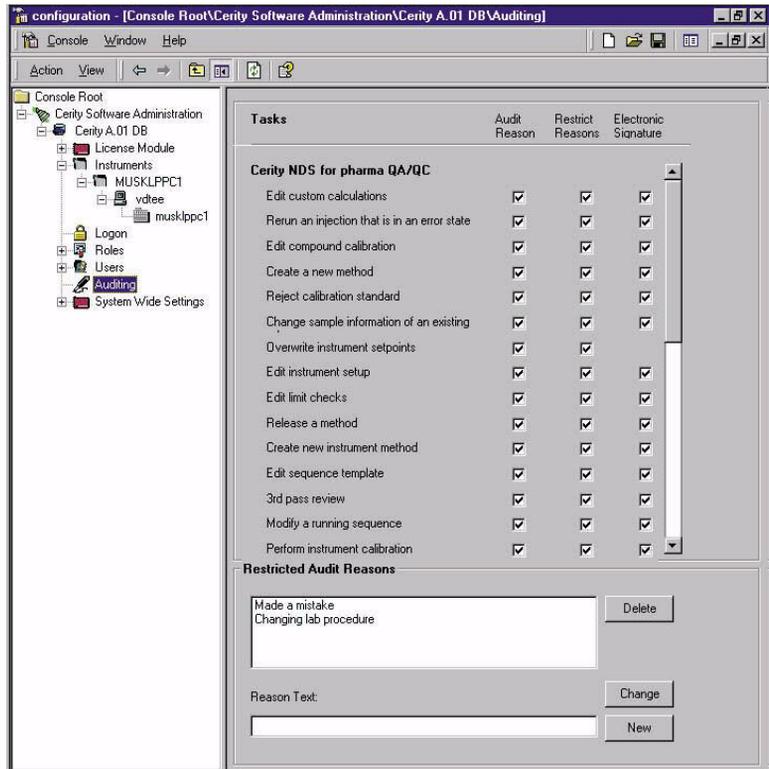


Figure 82 Rubrique d'audit

Maintenance de la base de données

Archivage et restauration

Utilisez l'application Archive and Restore pour archiver, restaurer ou supprimer des données de la base. Sélectionnez l'option **Archive and Restore (Archivage et restauration)** du menu **Démarrer** pour accéder au premier écran de l'application Archivage et restauration.



Figure 83 Option Archive and Restore (Archivage et restauration)

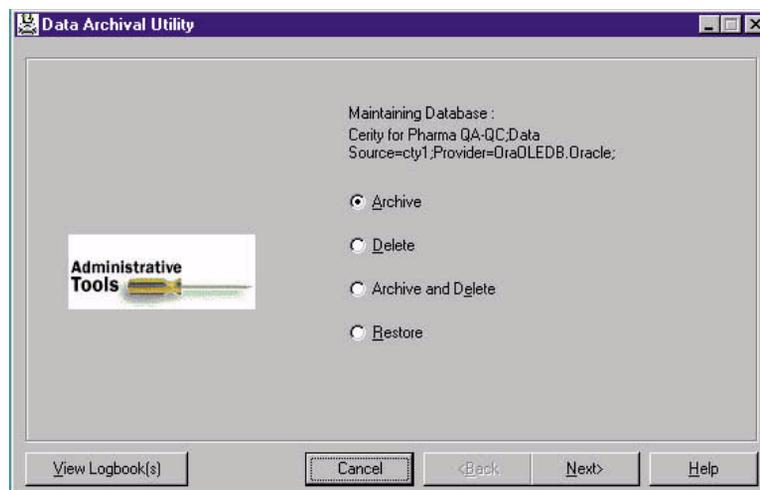


Figure 84 Premier écran de l'utilitaire d'archivage des données

Recherche dans la base de données des « objets » à archiver ou supprimer L'utilitaire d'archivage des données Cerity NDS permet de sauvegarder les « objets » de la base de données comme les échantillons et les séquences enregistrées, les résultats d'échantillons et de séquences, les informations d'instruments et de méthode sur un support d'archivage (disque ou autre système d'enregistrement). L'utilitaire d'archivage est destiné aux sauvegardes à long terme. Cet outil est également utilisé pour déplacer des données d'une base de données à une autre. Une fois que les données ont été archivées, il est possible de retirer les données d'origine de la base. Il est nécessaire de réduire périodiquement la quantité de données de la base pour maintenir une bonne performance d'ensemble du système. Le système Cerity NDS enregistre les objets archivés sur les répertoires du système de fichiers Windows.

L'utilitaire d'archivage des données utilise le même **Query Wizard (Assistant requête)** pour trouver les objets à archiver que l'application AQ/CQ pharmaceutique utilise pour trouver les objets à définir ou éditer. Pour en savoir plus sur l'assistant requête, voir « [Recherches dans la base de données](#) » page 83.

Restauration des « objets » dans la base de données L'utilitaire d'archivage des données restaure les objets placés dans le système de fichiers Windows vers n'importe quel disque du réseau, dans une base de données quelconque du réseau (base d'origine ou autre base).

Lorsque l'utilitaire d'archivage des données restaure des objets archivés dans une base de données différente de la base d'origine, l'utilitaire Database Resolve (Résolution de base de données) démarre de lui-même pour résoudre les incohérences entre les bases de données. Vous devez décider des versions à utiliser en cas de doublons.

Cerity NDS sauvegarde

Pour plus de détails sur les sauvegardes à chaud et à froid à l'aide des outils Oracle standard (par exemple RMAN), consultez la documentation sur le CD-ROM de l'application Cerity. Les scénarios de sauvegarde et restauration à l'aide de programmes de sauvegarde et restauration externes tels que ceux de Veritas Software peuvent être mis au point et fournis par l'organisation de services professionnels Agilent (PSO) dans le cadre de ces services.

Vous pourrez collaborer avec votre agent Agilent Cerity NDS pour définir des calendriers de sauvegarde, d'archivage et de suppression adaptés à votre système.

Résolution des conflits de noms de bases de données

Vous pouvez résoudre les conflits de noms de bases de données à l'aide de l'utilitaire de résolution des bases de données. Sélectionnez l'option **Database Resolve (Résolution de base de données)** sur le menu **Démarrer** pour lancer l'utilitaire.



Figure 85 Option Database Resolve (Résolution de bases de données)

Après l'ouverture de session, le système lance l'utilitaire et affiche soit un message indiquant qu'il n'y a pas de conflit, soit un écran qui affiche les conflits de noms à résoudre. Si des doublons de noms sont détectés, vous pouvez résoudre le nom du rôle ou de l'utilisateur et choisir d'activer un instrument.

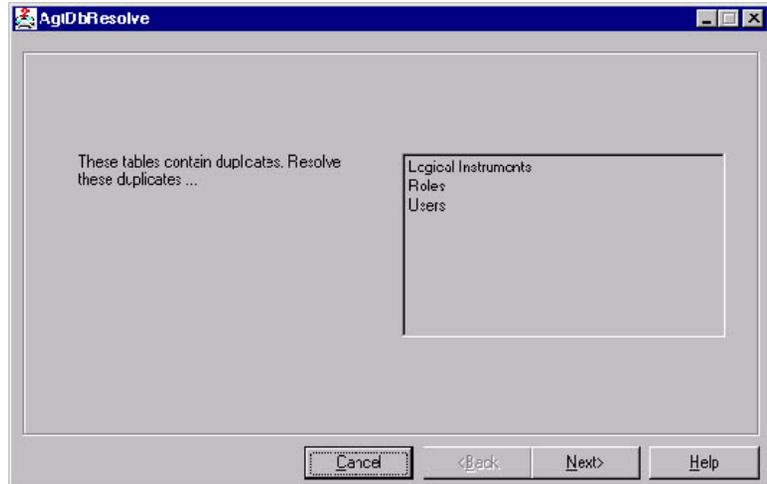


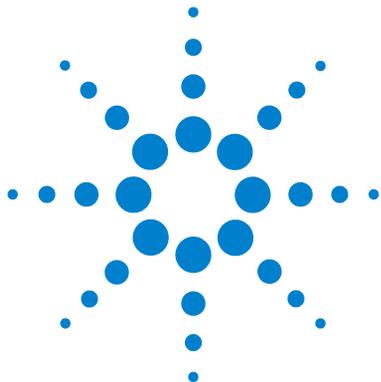
Figure 86 Ecran de résolution de bases de données

L'utilitaire **Archive and Restore (Archivage et restauration)**, lance automatiquement le programme **Database Resolve (Résolution de base de données)** lorsqu'il tente de restaurer des données d'une base de données vers une autre.

Verrouillage d'objet

Lorsqu'une application accède à un objet de la base de données, par exemple un échantillon ou une méthode, l'objet est automatiquement verrouillé. En cas de panne du système, le verrou n'est pas levé, l'objet reste indisponible pour les autres ordinateurs du réseau. Le redémarrage de l'application à partir de l'ordinateur où s'est produit le blocage permet de réaccéder aux objets verrouillés dans la plupart des cas. Mais dans le cas où l'objet ne serait pas libéré par le redémarrage de l'application, l'exécution d'une des commandes de la requête *lockedobjects.sql* permet d'accéder à nouveau à l'objet.

9 Administration et maintenance
Administration et maintenance du système Cerity NDS



10 Terminologie

Intégration	306
Gestion des spectres	308
Identification	309
Etalonnage	311
Quantification	314

Le chapitre 10 explique les termes utilisés dans NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity.



Intégration

Points cardinaux

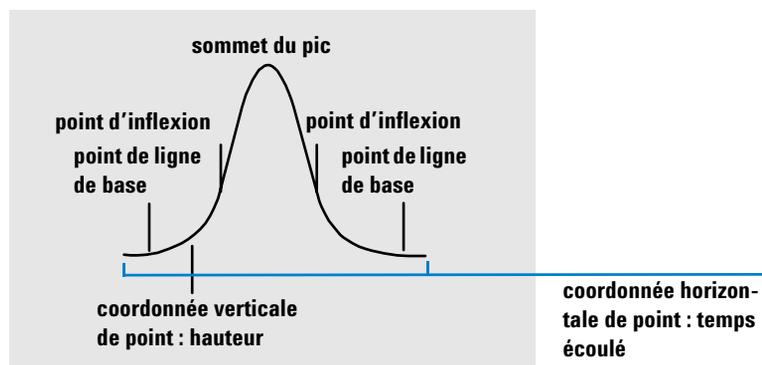


Figure 87 Points cardinaux

Les points cardinaux sont ceux choisis par l'intégrateur pour définir et quantifier un pic. Les points de ligne de base, les points de vallée, le sommet du pic et les points d'inflexion sont désignés comme points cardinaux et enregistrés. Chaque point cardinal est caractérisé par une coordonnée horizontale de temps écoulé, une coordonnée verticale de hauteur à partir de la ligne de base et d'autres paramètres, par exemple le type de pic, les codes de séparation, les valeurs de début et de fin de pic potentiel, ainsi que les hauteurs, aires et pentes correspondantes, utilisés par l'intégrateur pour calculer les aires des pics.

Pic de solvant

Le pic de solvant est généralement très grand, mais ne joue aucun rôle sur le plan analytique et n'est pas intégré habituellement. Cependant, lorsque de petits pics, intéressants analytiquement parlant, sont élués tout près du pic de solvant, par exemple, pendant la traînée du pic de solvant, des conditions d'intégration particulière peuvent être définies pour calculer une aire qui tient compte de la traînée du pic de solvant.

Épaulements (avant, arrière)

Les épaulements apparaissent quand deux pics sont si proches qu'il n'existe plus de vallée entre eux, ils ne sont donc pas résolus. Les épaulements peuvent apparaître sur le front montant (avant) du pic ou sur le front descendant (traîne) du pic. Lors de la détection d'épaulement, il est possible de les intégrer par intégration tangentielle ou projection sur la ligne de base.

Pente

La pente d'un pic reflète le changement de la concentration du composé en fonction du temps, elle sert à déterminer le point de départ du pic, son sommet et sa fin.

Gestion des spectres

Extraction de spectre

Quand tous les spectres acquis ne sont pas nécessaires pour une tâche de traitement de spectre, il est possible d'extraire du jeu de données un nombre réduit de spectres (3, 5, 7 ou 9).

Spectre de sommet

Spectre au sommet du pic chromatographique. Le spectre de sommet est toujours inclus dans tous les calculs de traitement de spectre.

Spectre de référence

Un spectre connu, extrait d'une analyse précédente, utilisé pour comparaison dans la confirmation spectrale de composé.

Spectre de fond

Spectre ne contenant que les absorbances de bruit de fond, soustrait du spectre pour donner un spectre corrigé du bruit de fond ne contenant que l'absorbance due à l'échantillon.

Correction de bruit de fond

Suppression des absorbances de bruit de fond du spectre de pic par soustraction d'un ou plusieurs spectres de bruit de fond.

Confirmation spectrale de composé

Comparaison du spectre de sommet avec un spectre de référence, calcul d'une valeur de correspondance.

Pureté UV

Comparaison de tous les spectres extraits dans un pic avec le spectre de sommet pour vérifier l'homogénéité du pic.

Valeur de correspondance

Mesure de similarité de deux spectres ; des spectres identiques donnent une valeur de correspondance égale à 1000.

Identification

Pics et composés

Un pic est l'intégration de l'enveloppe du signal sur une partie du signal chromatographique. Un composé peut être constitué d'un seul pic ou de plusieurs pics, par exemple, provenant de différentes acquisitions sur des détecteurs différents.

Pic principal

Lorsqu'un composé est constitué de plusieurs pics, l'un d'entre eux (en général, le plus grand) est spécifié comme pic principal pour l'identification du composé. Tous les autres pics sont alors classés comme pics secondaires.

Table d'identification des pics

La table d'identification des pics est une base de données qui comprend les temps de rétention attendus et un identificateur de l'acquisition (nom du signal ou description) des composés présents dans l'analyse.

Temps de rétention attendu

Le temps de rétention attendu est le temps auquel l'analyste s'attend à voir le pic éluer. C'est le temps de rétention du pic dans la table d'identification des pics, le cas échéant corrigé d'une possible dérive déterminée à l'aide de pics de référence.

Temps de rétention relatif

Les temps de rétention relatifs sont spécifiés dans de nombreuses méthodes réglementaires pour l'identification des composés mineurs. Les temps de rétention relatifs sont calculés relativement à un pic de référence principal.

Pics de référence de temps

Un pic de référence de temps est un pic dont le temps de rétention est utilisé pour corriger les dérives éventuelles.

Fenêtre de temps

La fenêtre de temps est la fenêtre encadrant le temps de rétention attendu d'un pic à l'intérieur de laquelle le pic est censé apparaître. La fenêtre de temps de rétention peut être dissymétrique par rapport au temps de rétention attendu des pics.

Acquisition

Une acquisition est la réponse mesurée par le détecteur en fonction du temps sur toute l'analyse. Quand un détecteur peut être configuré pour donner plusieurs mesures (par exemple un détecteur à barrette de diodes ou à longueur d'onde multiple), chaque réponse est considérée comme une acquisition différente.

Corrélation des acquisitions

La corrélation des acquisitions attribue à un même composé deux pics mesurés dans des acquisitions de détecteur différentes dans une même fenêtre temporelle. Lorsque la corrélation de signal n'est pas active, les pics éluant au même temps de rétention dans des signaux de détecteur différents sont traités comme des composés différents.

Étalonnage

Étalonnage

L'étalonnage est le processus consistant à déterminer les facteurs de réponse utilisés pour calculer les valeurs absolues des concentrations des analytes en injectant des mélanges d'étalonnage préparés à cet effet.

Réétalonnage

Le réétalonnage est une procédure de mise à jour des informations d'étalonnage (réponses et temps de rétention) dans la table d'étalonnage en fonction des nouvelles injections des étalons. Le réétalonnage peut être effectué à tout moment et la mise à jour peut inclure ou exclure les données d'étalonnage préexistantes.

Composé

Un composé chimique peut comprendre plusieurs pics dans un étalonnage multiacquisition, en général, une acquisition. Dans un étalonnage avec une seule acquisition un composé correspond à un pic.

Niveau d'étalonnage

Un niveau d'étalonnage rassemble les résultats des mesures d'étalonnage pour une concentration donnée d'un étalon. Dans un étalonnage multiacquisition, les points d'étalonnage peuvent être distribués sur plusieurs signaux.

Point d'étalonnage

Un point d'étalonnage désigne le couple quantité/réponse d'un pic d'étalonnage sur le graphique de la courbe d'étalonnage.

Étalon

Un étalon est un échantillon qui contient une quantité connue du (des) composé(s) à quantifier. Dans le logiciel, l'étalon est désigné comme une injection à partir du flacon d'échantillon étalon.

Vous pouvez acheter les étalons chez les fournisseurs de produits chimiques ou les préparer en utilisant une quantité très précise du composé pur. La quantité du composé dans l'étalon est généralement exprimée sous forme de concentration, par exemple en unités ng/ μ l.

Étalonnage à un seul niveau

Pour un étalonnage à un seul niveau, la réponse du détecteur est supposée linéaire sur la plage de concentrations utilisée pour les échantillons. Un seul étalon est analysé, une courbe d'étalonnage linéaire est construite à l'aide de la réponse de l'étalon et de l'origine. La pente de la courbe d'étalonnage donne le facteur de réponse.

Étalonnage multiniveau

Pour un étalonnage multiniveau, la courbe d'étalonnage est caractérisée par les réponses de plusieurs étalons analysés à des concentrations différentes. La courbe d'étalonnage, qui peut ne pas être linéaire, est construite par adaptation d'une courbe à tous les points.

Table d'étalonnage

La table d'étalonnage est une matrice multidimensionnelle qui définit la réponse de chacun des analytes pour chacune des concentrations.

Courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage définit la réponse du détecteur à différentes concentrations d'un analyte.

$$Response = f(Amount)$$

C'est une représentation graphique de la quantité en fonction de la réponse de l'analyte dans la table d'étalonnage.

Facteur de réponse relative

Le facteur de réponse relatif d'un analyte est un facteur de réponse exprimé relativement à celui d'un autre analyte, généralement important dont le facteur de réponse est particulièrement bien caractérisé. Les facteurs de réponse relatifs sont utilisés lorsque des mélanges étalons ne sont pas disponibles.

Précision d'étalonnage

Dans les étalonnages effectués avec plusieurs mesures, la précision d'étalonnage peut être calculée sous forme d'écart type relatif (RSD) des facteurs de réponse.

Étalonnage à quantité fixe

Dans l'étalonnage à quantité fixe, les quantités d'échantillon étalon injectées sont exactement les mêmes que celles spécifiées dans l'entrée correspondante de la table d'étalonnage pour chaque analyse d'étalonnage d'un niveau donné. Les facteurs de réponse peuvent être alors remplacés par la nouvelle valeur ou une moyenne de toutes les valeurs au cours du réétalonnage.

Étalonnage à quantité variable

Dans les étalonnages à quantité variable, les masses ou concentrations individuelles des étalons sont saisies pour chaque étalonnage. Les étalonnages à quantité variable permettent de conserver l'historique d'étalonnage et de calculer la précision d'étalonnage.

Quantification

Réponse

La réponse est l'image de l'intensité du signal fourni par le détecteur. La réponse peut se mesurer comme la hauteur du signal à son intensité maximale ou l'aire du signal au-dessus de la ligne de base.

Facteur de réponse

Le facteur de réponse d'un analyte représente le rapport de la réponse (l'intensité du signal en hauteur ou en aire) sur la concentration de l'analyte :

$$\text{Response Factor} = \text{Response} / \text{Amount}$$

Pourcentage d'aire et pourcentage de hauteur

Méthode (Area%) de calcul de l'aire de chaque pic sous forme d'un pourcentage de la somme des aires de tous les pics de l'analyse.

Méthode (Height%) de calcul de la hauteur de chaque pic sous forme d'un pourcentage de la hauteur totale de tous les pics de l'analyse.

ESTD

Méthode de quantification dite ESTD (External Standard) ou étalonnage externe dans laquelle la réponse de l'échantillon inconnu est comparée à la réponse d'un ou plusieurs étalons analysés dans les mêmes conditions.

Norm%

Méthode Norm% de calcul des quantités par application de facteurs de réponse avant de calculer le résultat pour chaque pic comme pourcentage des quantités totales de tous les pics de l'analyse.

ISTD

Dans la méthode de quantification ISTD (Internal Standard ou étalon interne), une quantité connue d'un composé est ajoutée à tous les échantillons et composés de référence. Ce composé est utilisé comme facteur de normalisation permettant de compenser par exemple des variations dans la réponse du détecteur.

Index

A

accès
administration du logiciel, 25
autorisé, 3
Cerity AQ/CQ pharmaceutique, 25
entrelacé, 38
objets de données, 38
accès à l'administration du logiciel, 25
accès autorisé, 3
accès des utilisateurs, 25
accès à la base de données, 294
configuration des utilisateurs, 294
durée d'inactivité d'une session, 294
sécurité, 294
accès entrelacé, 38
acquisition, 310
acquisition de spectres, 100
acquisitions multiples, 184
adéquation du système
configuration, 127
injections, 122
résultats, 127
valeurs, 127
administrateur, 298
administrateur Cerity, 25
administration du logiciel Cerity
ajout d'une base de données, 288
outils de configuration, 287
agent d'administration Cerity, 37
aire de pic, 162
ajouter les temps d'acquisition, 115
analyse
échantillons individuels, 98
interruption, 98
ordre, 98
règles de programmation, 98
séquence, 98

ANDI, 89
appareils, 292
approximation de front de pic, 158
arbre de sélection, 68
archivage, 294, 300
area%, 314
attribution de ligne de base, 135, 147
attribution des rôles, 298
audit
d'un changement, 293
exigences, 298
journal d'échantillon, 86
journal de séquence, 86
motif, 293, 298
pour une tâche, 298
sélection de tâches, 85
signature électronique, 298
autorisation
capacités, 29
rôles, 29

B

barre d'outils, 68
aide, 71
éditer, 70
barre de menus, 68
base de données
ajout, 288
incohérences, 302
outils de configuration, 288
base de registre, 293

C

calculateur de groupe d'échantillons, 220
calculateur personnalisé
groupe d'échantillons, 220

calculs personnalisés
ajout d'un calcul, 218
ajout de colonnes, 217
autres exemples, 224
configuration, 213, 224
élaborer, 214
feuille de calcul, 216
nouvelle formule, 217
traitement des données, 117
type de résultats, 217
types de résultats, 213
variables existantes, 217
Cerity
accès des utilisateurs, 25
modèles, 297
rapports, 297
utilisateurs, 25
Cerity NDS
utilisateurs, 286
champs en rouge, 39
changement du mot de passe, 295
chimiste, 298
chromatogramme d'exemple
utilisation, 114
client de revue, 20
client/serveur, 15
codes de séparation des pics, 160
commande d'instrument générique, 105
composants de rapport
modèles d'injections multiples, 246
modèles de séquence, 246
composé, 309, 311
compte d'utilisateur, 24
configuration de la feuille
de calcul, 216, 224
configuration de la méthode
destination de rapport, 129

Index

configuration des rôles, 30
configuration des utilisateurs, 294
confirmation, 186
confirmation UV de composé, 186
conformité, 43
construction de ligne de base, 147
consultation des journaux, 55
contrôles de périphériques, 39 bis 40
contrôleur d'acquisition, 18, 104
correction de bruit de fond, 187, 189, 192
corrélation de signal, 185
corrélation des acquisitions, 310
correspondances multiples, 180
critères d'approximation, 155

D

début de pic, 137
défini par l'utilisateur
 résultats, 218
 variables, 218
demandeur d'analyse, 298
dérivée, 134, 139
destination de rapport, 93, 95, 129
détection d'épaulement, 165
dictionnaire de données, 251, 297
disponibilité, 47
dispositif, 104
disque de la grappe, 49
Distributed COmponent Model, 17
documents
 confidentialité, 58
données
 archivage, 34
 incorrectes, 40
 migration, 36
 restauration, 35
 rétention, 35
 supprimer, 294, 300
 traitement automatisé, 37
données d'archive, 34

droit d'effectuer des tâches, 298
droits d'accès, 296
droits d'accès aux répertoires, 296
durée d'inactivité d'une session, 294

E

échantillon, 197
 entrer, 76
 vue, 75
éditeur de modèles de rapport, 28
éditeur de modèles de rapport Cerity
 créer des modèles, 244
 éditeur de texte, 248
 modifier des modèles, 244
 Onglet Fields (Champs), 244
 onglet Sections, 244
 onglet Template (Modèle), 244
 outils, 244
EMF, 106
encadrement, 120
enregistrement de rapport, 259
enregistrement des modifications dans la
 base de données, 86
enregistrements électroniques, 298
entrée d'échantillon
 copie d'informations dans la table, 93
 destination de rapport, 129
 enregistrement d'informations, 93
entrée d'échantillon individuel
 vue Echantillon, 92
 vue Instrument, 92
entrée de séquence
 vue Echantillon, 94
 vue Instrument, 94
épaulement, 145, 307
équilibrage de charge, 19
espace de travail, 68, 70
ESTD, 195, 314
étalon externe, 195, 314
étalon interne, 195, 207, 315

étalonnage, 193, 311
 ajustement de courbe, 201
 configuration, 116
 courbe, 312
 échantillon, 119
 encadrement, 122, 241
 encadrement global, 123, 242
 étalon, 311
 étalons, 116
 facteurs de réponse, 116, 121, 122
 mise à jour simple, 121, 240
 mononiveau, 312
 multiniveau, 312
 niveau, 119
 plages, 201
 point, 195, 311
 précision, 313
 quantité fixe, 120, 203, 206, 313
 quantité variable, 120, 204, 207, 313
 table, 121, 196, 200, 312
 temps de rétention, 121
 traitement des données, 116
étalonnage à mise à jour simple, 120, 121
étalonnage à quantité fixe, 203, 206, 313
étalonnage à quantité
 variable, 204, 207, 313
étalonnage à un seul
 niveau, 119, 198, 312
étalonnage de mise à jour
 simple, 204, 240
étalonnage encadrant, 122, 241
étalonnage encadrant
 global, 123, 205, 242
étalonnage global, 120
étalonnage multiniveau, 119, 200, 312
étalonnage spécifique de l'instrument, 124
étalonnage spécifique de la séquence, 124
étalons, 116
 facteurs de réponse, 119
 moyenne, 121
état de révision
 à refaire, 230
 accepté, 230

événements chrono-programmés, [115](#)
 événements chronoprogrammés, [169](#)
 événements d'intégration, [132](#), [165](#)
 événements initiaux, [115](#)

F

facteur de réponse, [198](#), [314](#)
 facteurs de réponse, [116](#), [119](#), [121](#), [122](#)
 FDA 21 CFR part 11.10a, [31](#)
 FDA 21 CFR part 11.10b, [33](#)
 FDA 21 CFR part 11.10c, [34](#), [35](#)
 FDA 21 CFR part 11.10d, [3](#), [23](#), [24](#), [29](#)
 FDA 21 CFR part 11.10e, [35](#), [50](#), [51](#), [55](#),
[57](#)
 FDA 21 CFR part 11.10e c73, [50](#), [51](#), [57](#)
 FDA 21 CFR part 11.10e c75, [33](#), [55](#), [57](#)
 FDA 21 CFR part 11.10f, [34](#), [38](#), [50](#)
 FDA 21 CFR part 11.10g, [27](#), [54](#)
 FDA 21 CFR part 11.10h, [39](#)
 FDA 21 CFR part 11.200, [28](#), [53](#), [59](#)
 FDA 21 CFR part 11.300, [24](#), [60](#)
 FDA 21 CFR part 11.50, [58](#)
 FDA 21 CFR part 11.70, [53](#), [59](#)
 fenêtre de temps, [179](#), [206](#), [310](#)
 feuille de calcul, [216](#), [224](#)
 fiabilité, [47](#)
 fichier ANDI, [80](#)
 fichier ChemStation Agilent, [80](#)
 fichier journal
 instrument, [55](#)
 rôles, [55](#)
 séquence, [95](#)
 système, [55](#)
 utilisateurs, [55](#)
 fichier XML, [246](#)
 filtre
 reconnaissance de pic, [139](#)
 fin du pic, [137](#)
 fonctions, [224](#)
 fonctions d'audit, [54](#)
 fonctions mathématiques, [224](#)
 formats d'horodatage, [293](#)
 formats numériques, [293](#)

formats système globaux
 horodatage, [293](#)
 numérique, [293](#)

G

génération de rapports, [252](#)
 gestion de stockage, [36](#)
 GIC, [105](#)
 grappe, [15](#), [47](#)
 groupement de pics, [186](#)
 GUID, [57](#)

H

height%, [314](#)
 historique d'objet, [57](#)

I

identificateur d'acquisition, [309](#)
 identificateur de signal, [177](#), [179](#)
 identificateur unique global d'objet, [57](#)
 identificateurs de groupes, [218](#)
 identification, [24](#)
 identification du composé
 ajout ou suppression, [115](#)
 incrément, [101](#)
 info-bulles, [71](#), [73](#)
 information d'échantillon individuel
 copie dans la table, [95](#)
 instructions conditionnelles, [224](#)
 instrument, [104](#)
 colonne, [96](#)
 configuration, [112](#), [292](#)
 méthode, [109](#)
 instrument logique, [292](#)
 instruments logiques, [292](#)
 intégration
 changer le chromatogramme, [115](#)
 événements chrono-programmés, [115](#)
 événements initiaux, [115](#)
 traitement des données, [115](#)
 intégration automatique, [169](#)
 intégration des pics, [218](#)

intégration manuelle, [171](#)
 intégration tangentielle, [152](#)
 intégrité des données partagées, [37](#)
 interruption de l'analyse, [98](#)
 invité, [298](#)
 ISTD, [195](#), [207](#), [315](#)

J

journal
 méthode, [87](#)
 journal d'instrument, [55](#)
 journal d'utilisateurs, [55](#)
 journal de rôles, [55](#)
 journal de séquence, [87](#), [95](#)
 journal système, [55](#)

L

largeur de pic, [136](#), [138](#), [166](#), [167](#)
 largeur initiale de pic, [165](#)
 liaison heartbeat, [49](#)
 licence
 ajout, [289](#)
 autorisation, [289](#)
 mise à jour, [289](#)
 utilisation, [289](#)
 licence mise à jour, [289](#)
 licence utilisateur, [14](#)
 ligne de base initiale, [132](#), [134](#)
 limites
 configuration, [117](#)
 traitement des données, [117](#)
 types de résultats, [117](#)

M

maintenance de la base de données, [294](#)
 maintenance préventive, [106](#)
 menu contextuel, [70](#)
 menu d'aide, [71](#)
 menus contextuels, [68](#)
 méta-données, [60](#), [74](#)

Index

- méthode
 - à propos de, 76
 - anciennes révisions, 111
 - entrées associées, 110
 - fichier journal, 111
 - journal, 87
 - maîtresse, 108
 - présentation de revue de données, 125
 - rapports, 118
 - résultats associés, 110
 - révisions, 111
 - version, 108
 - vue, 76
 - méthode maîtresse, 108
 - migration, 36
 - mise à jour d'étalonnage, 93
 - mise en forme de données, données de résultats, 256
 - mise en forme des résultats, 252
 - mise en tampon
 - acquisition, 47
 - mise en tampon d'acquisition, 47
 - modèle de données, 32
 - modèle de rapport
 - composite, 278
 - création, 245
 - création à partir d'un modèle existant, 247
 - groupe d'étalons, 270
 - insertion d'éléments, 248
 - options d'enregistrement, 250
 - options d'impression, 250
 - options de mise en forme, 249
 - modèle de séquence, 114
 - modèles d'injections multiples, 246
 - modèles de rapport, 254
 - Groupe d'échantillons CQ, 272
 - injection unique d'un échantillon, 263
 - Injection unique d'un étalon, 266
 - Récapitulatif d'injection multiple, 269
 - modèles de rapport composites
 - injection multiple, 246
 - séquence, 246
 - modèles de rapport individuels
 - conformité, 245
 - dispositif, 245
 - enregistrement d'un nouveau rapport, 246
 - injection unique, 245
 - méthode, 245
 - modèles de rapport, par défaut, 261
 - modèles de rapports, enregistrement, 257
 - modèles de séquence, 246
 - modèles d'étalonnage
 - mononiveau, 119
 - multiniveau, 119
 - modèles de consultation
 - consultation non stricte, 230
 - consultation stricte, 230
 - module, 104
 - mot de passe, 293, 295
 - moteur d'automatisation, 18
 - moyenne flottante, 205
- ## N
- niveaux de calcul
 - à propos de, 219
 - groupe de type d'échantillons, 220
 - injection unique, 219
 - récapitulatif d'injection multiple, 220
 - nœud d'audit, 53
 - Norm%, 314
 - numéro de révision
 - incréments, 238
 - version de résultats, 238
- ## O
- objets verrouillés, 303
 - obsolescence, 36
 - Onglet Fields (Champs), 248
 - onglet Sections, 248
 - onglet Template (Modèle), 244
 - options de séquence
 - destination de rapport, 94
 - tâches à effectuer sur les analyses, 94
 - OO/PV, 44
 - outils d'intégration, 237
 - ouverture de session partagée, 27
- ## P
- panneau d'instrument
 - entrée des paramètres, 96
 - modules, 96
 - paramètres d'instrument
 - valeurs de consigne, 96
 - valeurs en temps réel, 96
 - paramètres de stabilisation, 96
 - pénétration de la ligne de base, 149
 - pente, 307
 - pic, 309
 - pic de référence, 174, 181
 - pic de référence de temps, 309
 - pic de référence temporelle, 174, 176
 - pic de solvant, 163, 306
 - pic négatif, 136
 - pic principal, 309
 - pics de référence multiples, 182
 - pics fusionnés, 145
 - pics manquants, 181
 - pics non attribués, 159
 - pics normaux (pas de référence), 174
 - plage de longueurs d'onde, 100
 - plage de réponse minimale, 191
 - points cardinaux (d'un pic), 136, 306
 - poste de travail, 14
 - poste de travail unique, 14
 - poste de travail Windows, 14
 - pourcentage d'aire, 314
 - pourcentage de hauteur, 314
 - présentation de revue de données
 - aperçu, 126
 - table de résultats, 118
 - présentation, rapports, 254
 - procédures d'étalonnage
 - étalonnage spécifique de l'instrument, 124
 - étalonnage spécifique de la séquence, 124

processus d'audit, 51
 actions, 50
 activité, 55
 permanent, 51
 trace, 50
 programmation des analyses, 98
 programme de consultation des rapports Cerity
 rapports enregistrés, 130
 propriétés de connexion, 292
 publication de méthode, 108
 pureté UV, 188

Q

qualification d'installation, 43
 qualification opérationnelle, 44
 quantification
 composés non étalonnés, 117
 pics non identifiés, 117
 résultats, 218
 traitement des données, 117
 quantité, 196
 quantité d'échantillon
 modification, 93
 quantité d'échantillon variable
 diviseurs, 93
 multiplicateurs, 93

R

rapport hauteur traîne, 155
 rapport hauteur vallée, 156
 rapport pic vallée, 151
 rapports
 affichage ou impression, 81
 configuration, 81
 élaboration, 81
 format, 248
 schéma de progression, 81
 reconnaissance de pic, 141
 filtre, 139
 réétalonnage, 119, 202, 311
 manuel, 203
 réétalonnage manuel, 203
 règle 21 CFR, 24
 regroupement de tranches
 d'intégration, 140
 réintégration
 événements chronoprogrammés, 237
 événements initiaux, 237
 réjection d'aire, 165
 réjection de hauteur, 165, 167
 relations entre feuilles de calcul, 225 bis
 227
 répertoire des modèles, 28
 réponse, 197, 314
 réponse relative
 facteur, 313
 reprise de panne, 48
 requête
 par défaut, 83
 résultats, 83
 restauration, 294, 300
 restauration de données, 35
 résultats
 approbation/rejet, 79
 approuver, 228
 champs, 126
 comment afficher, 125
 intégration automatique, 237
 intégration des composés, 218
 intégration des pics, 218
 quantification, 218
 rejet, 228
 retraitement, 79
 révision, 79
 variables, 126
 vue, 79
 résultats, verrouillage, 42
 rétention, 35
 retour d'état, 41
 retraitement
 action de, 231
 motifs de, 234 bis 236
 options, 231
 retraitement des résultats, 231
 révision des droits d'accès, 229

révisions
 anciennes, 111
 méthode, 111
 rôles
 administrateur, 298
 chimiste, 298
 demandeur d'analyse, 298
 invité, 298
 technicien, 298

S

saisie manuelle de données, 39
 schéma de progression
 configuration des rapports, 81
 sécurité
 accès des utilisateurs, 293, 294
 changement du mot de passe, 293
 droits d'accès aux répertoires, 293
 rôles, 293
 sensibilité de pente, 165
 séquence, 204
 analyse, 98
 configuration, 76
 serveur, 18
 serveur d'acquisition, 292
 serveur de bases de données, 18
 serveur de retraitement, 19
 serveur de terminaux, 21
 services Cerity NDS, 294
 session, 25
 seuil, 101, 187
 bruit de fond, 187, 189
 seuil de bruit, 187, 189
 signature électronique, 58
 audit, 298
 exigences, 86
 motif de modification, 86
 signaux multiples, 182
 sommation de pics, 115, 177
 sommet, 132
 sommet du pic, 137, 145
 sortie imprimée de diagnostic, 106

Index

source des données
 exigences de connexion, 25
 ouverture de session, 25
spectres
 acquisition, 100
stabilisation
 colonne, 96
 instrument, 96
stockage de données, 36
style de modèle, rapports, 255
suivi de la ligne de base, 134, 150
suivi de ligne de base
 (sans pénétration), 149
synchronisation de l'accès aux objets, 38
système Cerity Client/Serveur, 14
système Cerity professionnel, 14

T

table d'étalonnage de composés, 119
table d'identification, 174, 309
table des composés, 177
tâches à effectuer sur les analyses, 93
technicien, 298
temps de début, 132
temps de fin, 132
temps de rétention, 121, 174, 196
 mise à jour, 205
temps de rétention absolu, 179
temps de rétention attendu, 309
temps de rétention corrigé, 181
temps de rétention relatif, 176, 183, 309
traçabilité
 activation au niveau du système, 51
 activation d'instance d'objet, 52
 activation de classe d'objet, 51
 activation par utilisateur, 52
 signature électronique, 51
tracé en temps réel, 97

traitement des données
 calculs personnalisés, 117
 chromatogramme d'exemple, 114
 étalonnage, 116
 identification, 115
 intégration, 115
 limites, 117
 quantification, 117
traitement des erreurs, 41
types de rapport
 définition de la méthode, 128
 pour un échantillon individuel, 128
 pour une séquence, 128

U

utilisateurs, 25
utilisateurs multiples
 accès, 27
 ouverture de session partagée, 27
 par poste de travail, 27
 traçabilité, 27
utilitaire d'archivage et de restauration
 Cerity, 300
utilitaire de résolution de bases
 de données, 301

V

valeur de conformité, 187
valeurs réelles
 périphérique, 96
valeurs réelles de périphériques, 96
variables
 échantillon, 218
 échantillon personnalisé, 218
 groupe de type d'échantillons, 218
 méthode, 218
variables d'échantillon, 218
 modification, 113
 personnalisé(e)(s), 113
 system, 112

variables d'échantillon
 personnalisées, 113, 218
variables d'échantillon système, 112
variables de groupe de type
 d'échantillons, 218
variables de méthode, 218
variables existantes, 217
vérification de performances, 44
vérification des données, 41
verrouillage d'objet, 303
verrouillage de cellules, 39
verrouillage de session, 27
verrouillage des résultats, 42
versions d'une table
 d'étalonnage, 240 bis 242
versions de résultats, 238
vue
 échantillon, 75
 en cours, 75
 méthode, 76
 résultats, 79
vue en cours, 75

www.agilent.com

Contenu de ce manuel

Le Guide des Concepts contient des descriptions des concepts du système de données en réseau NDS (Networked Data System) Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique, de façon à vous permettre de mieux comprendre les différents composants NDS pour l'AQ/CQ Pharmaceutique Cerity ainsi que leur fonctionnement.

Ce guide contient des informations sur les principes d'architecture, le comportement du système, les flux de commandes et d'informations dans le système Système de données en réseau Cerity (NDS).

© Agilent Technologies, Deutschland GmbH 2003

Imprimé en Allemagne
12/2003



G4000-93024



Agilent Technologies