



HPLC

Methode Einsatz und Optimierung

Karl-Heinz Jansen

SYKAM CHROMATOGRAPHIE



Stellungnahme

Vorliegender Vortrag wurde konzipiert im Jahre 2005 als Training und Weiterbildung im Bereich der Aminosäuren Analytik und im Laufe der Jahre kontinuierlich in Hinsicht auf IC und HPLC erweitert. Einzelne Abbildungen und Inhalte (vor allem alle Formeln) wurde aus Lehrbüchern und Internet-Dokumentationen übernommen. Es kann keine Haftung für die richtige und Original-basierende Zitierung übernommen werden. Es wurde versucht Basis und weiterführende Informationen in Form von links in die einzelnen Folien zu integrieren.

Auszüge und Zitate erfordern der Absprache mit dem Autor und sind genehmigungspflichtig.

Fürstenfeldbruck 5.07.2016

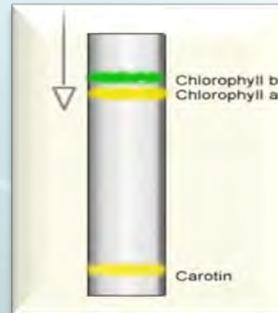
Karl-Heinz Jansen
SYKAM Chromatographie Vertriebs GmbH

info@sykam.de

Chromatographie Basis*

Tswett hatte ein Glasrohr mit Inulin (Polysaccharid) gefüllt und ein Chlorophyll-Extrakt in Ligroin darauf gegeben. Er goss weiter Ligroin (Leichtbenzin) darüber. Zuerst kam eine farblose Flüssigkeit, dann wurde ein gelber Ring (Carotin) vor einem grünen Ring am oberen Ende der Säule sichtbar, der sich während des Laufes in einen grünen und einen gelben teilte.

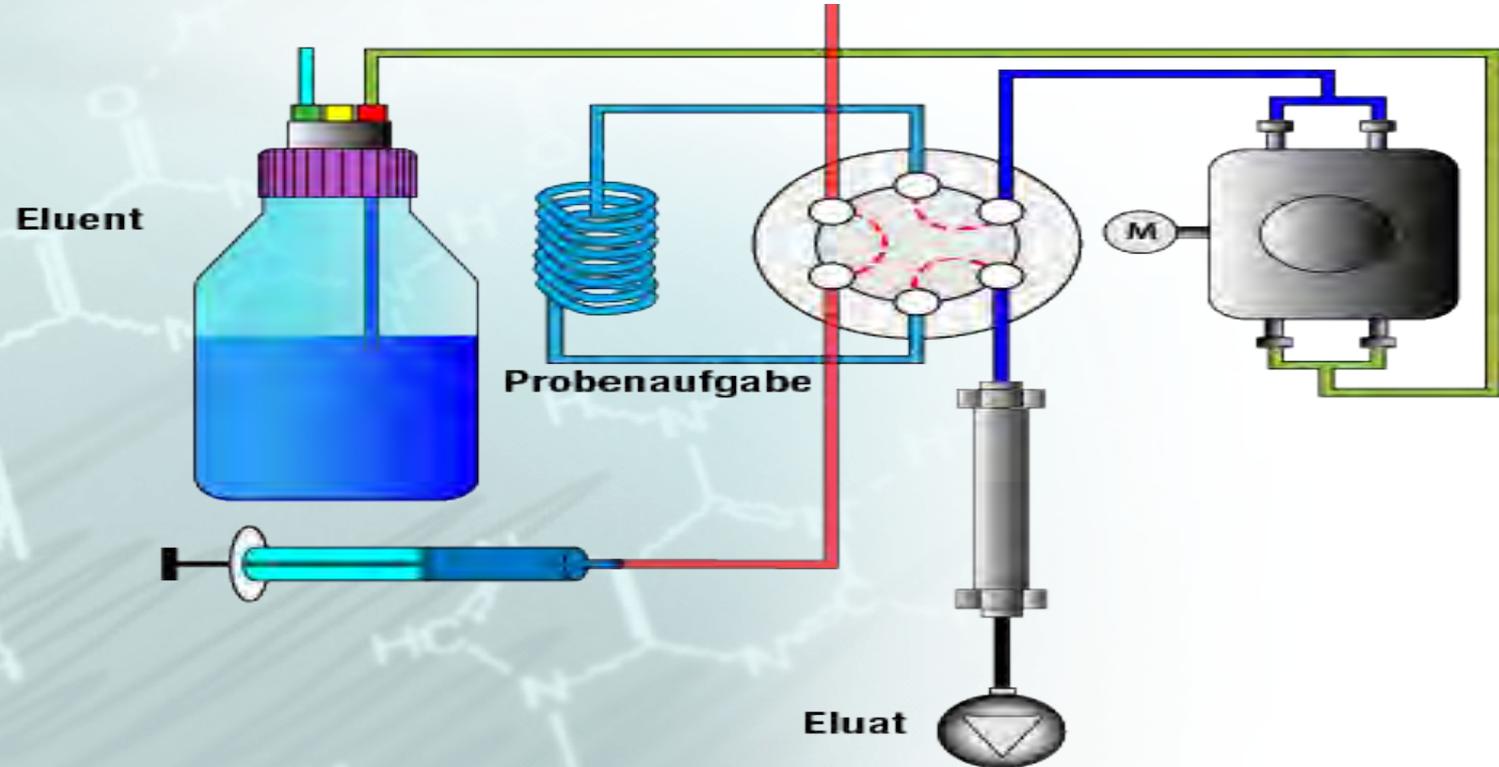
grün: Chlorophyll a
gelb: Chlorophyll b



Tswett nannte seine Methode Chromatographie (Farbschreibung).

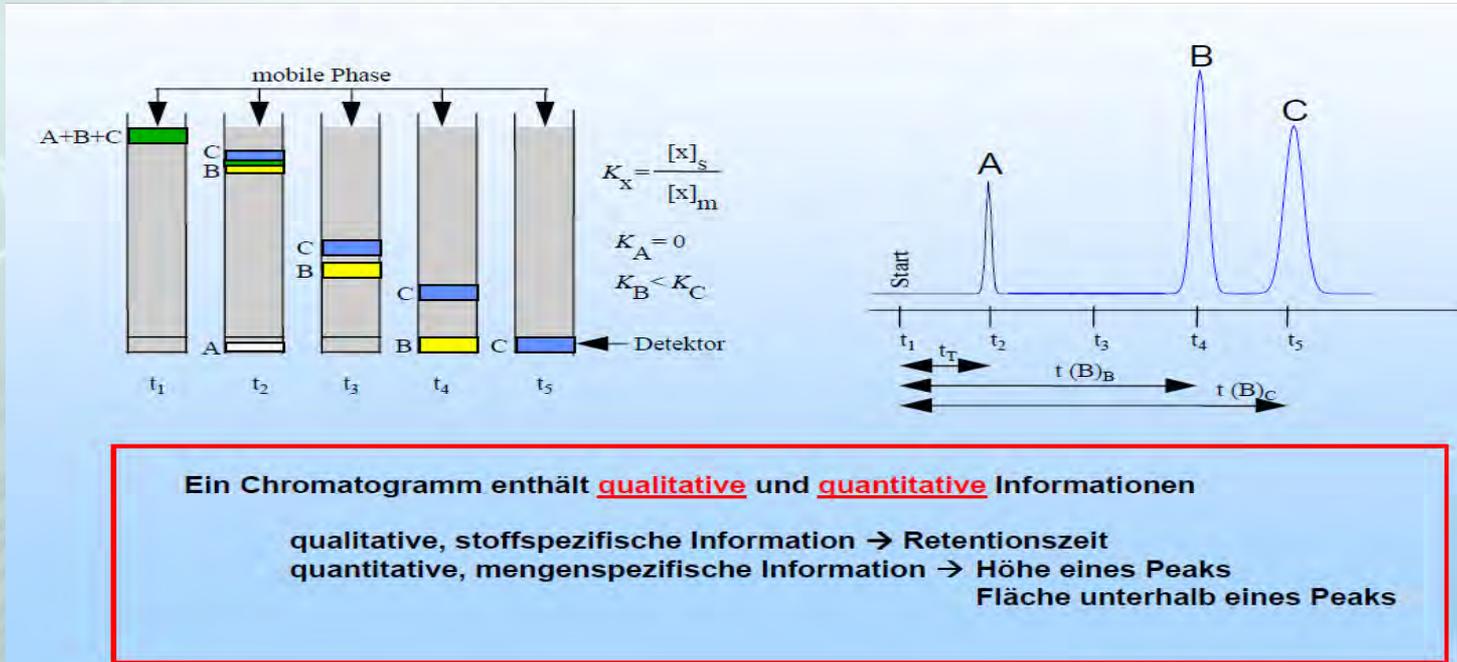


Chromatographie Basis



Auftrennung*

Chromatogramm: Auftragung des Detektorsignals gegen die Zeit

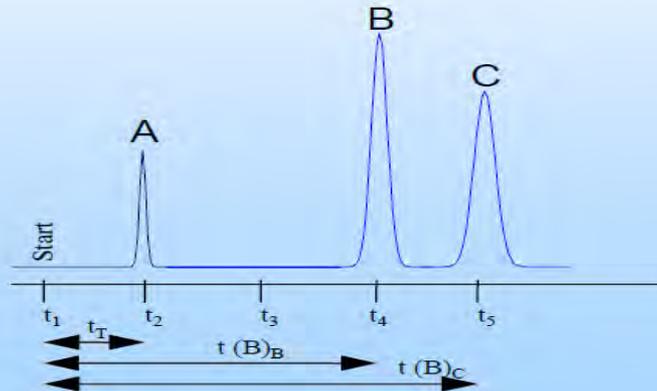


*<http://www.chemie.uni-mainz.de/Praktikum/AC/AC2a/pdf/Seminar-SoSe-08%20Chromatographie.pdf>

Kenndaten*

Grundgrößen:

- L** Länge der chromatographischen Säule [cm]
- t_T** **Durchflußzeit (auch Totzeit):** kleinste mögliche Retentionszeit für Substanzen, die keine Wechselwirkung mit der stationären Phase eingehen. [s]
- t_B** **Bruttoretentionszeit:** Zeit zwischen Aufbringen der Komponenten auf die Säule (Injektion) und der Detektion (Peakmaximum). [s]



*<http://www.chemie.uni-mainz.de/Praktikum/AC/AC2a/pdf/Seminar-SoSe-08%20Chromatographie.pdf>



Kenndaten*

Abgeleitete Größen:

Mittlere Strömungsgeschwindigkeit der mobilen Phase v:

$$v = L/t_T$$

Nettoretentionszeit t':

$$t' = t_B - t_T$$

Kapazitätsfaktor k' (auch Retentionsfaktor):

$$k' = \frac{t'}{t_T} = \frac{t(B) - t_T}{t_T}$$

- => andere Größe zur Beschreibung der Retention (Maß um wieviel länger sich eine Substanz in der stationären Phase aufhält als in der mobilen Phase).
- => k' (dimensionslos) ergibt sich unmittelbar aus dem Chromatogramm ideale Werte für k liegen zwischen 1 und 5

*<http://www.chemie.uni-mainz.de/Praktikum/AC/AC2a/pdf/Seminar-SoSe-08%20Chromatographie.pdf>



Kenndaten*

Trennfaktor α (auch Selektivität):

$$\alpha = \frac{k'(C)}{k'(B)} = \frac{t'(C)}{t'(B)}$$

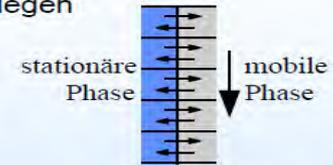
- => relative Retention zweier Substanzen (dimensionslos)
- => Quotient der Kapazitätsfaktoren der beiden benachbarten Signale
- => definitionsgemäß ist α immer größer oder gleich 1
- => bei $\alpha = 1$ eluieren beide Substanzen gleichzeitig (Coelution) => keine Trennung

*<http://www.chemie.uni-mainz.de/Praktikum/AC/AC2a/pdf/Seminar-SoSe-08%20Chromatographie.pdf>

Kenndaten*

Trennstufenzahl und Bodenhöhe (HETP):

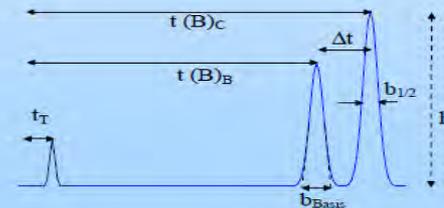
- ⇒ der eigentlich dynamische chromatographische Trennvorgang lässt sich zerlegen in nacheinander ablaufende diskrete Trennschritte (Abb.)
- ⇒ in jedem dieser theoretischen Böden kommt es zur Gleichgewichtseinstellung zwischen den beiden Phasen (höhere Bodenzahl ⇒ bessere Trennung)
- ⇒ die theoretische Trennstufenzahl (N_{th}) lässt sich aus der Signalbreite (Halbwertsbreite $b_{1/2}$) oder der Basislinienbreite (b_{Basis}) ermitteln
- ⇒ Höhe einer theoretischen Trennstufe (HETP, *height equivalent to a theoretical plate*) ergibt sich dann:



$$N_{th} = 16 \left(\frac{t(B)}{b_{Basis}} \right)^2$$

- ⇒ Höhe einer theoretischen Trennstufe (HETP, *height equivalent to a theoretical plate*) ergibt sich dann:

$$HETP = \frac{L}{N_{th}}$$

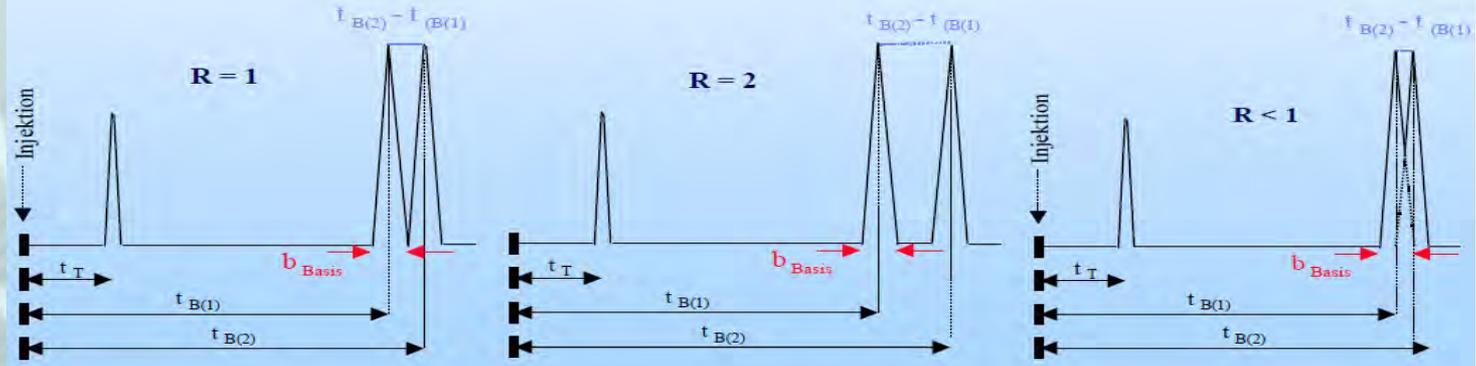


Kenndaten*

Auflösung R (Resolution)

⇒ im Gegensatz zum Trennfaktor bezieht die Auflösung die Signalformen zur Beschreibung der Trennung mit ein:

$$R = \frac{t(B)_C - t(B)_B}{\frac{b_{Basis(C)} + b_{Basis(B)}}{2}} \quad \text{und mit } b_{Basis(B)} \equiv b_{Basis(C)} \equiv b_{Basis} \quad \Rightarrow \quad R = \frac{\Delta t}{b_{Basis}}$$



*<http://www.chemie.uni-mainz.de/Praktikum/AC/AC2a/pdf/Seminar-SoSe-08%20Chromatographie.pdf>



Kenndaten*

Chromatographische Auflösung

$$R = \left(\frac{\alpha - 1}{\alpha} \right) \frac{k'(C)}{1 + k'(C)} \frac{\sqrt{N_{th}}}{4}$$

=> Grundlage zur Optimierung von Trennungen

z.B. zur Auswahl:

des Säulenmaterials (α)

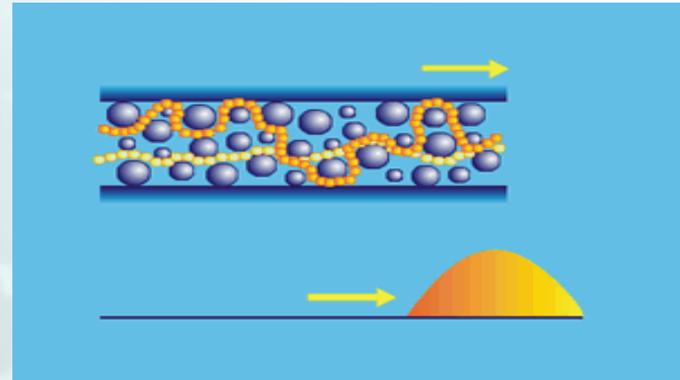
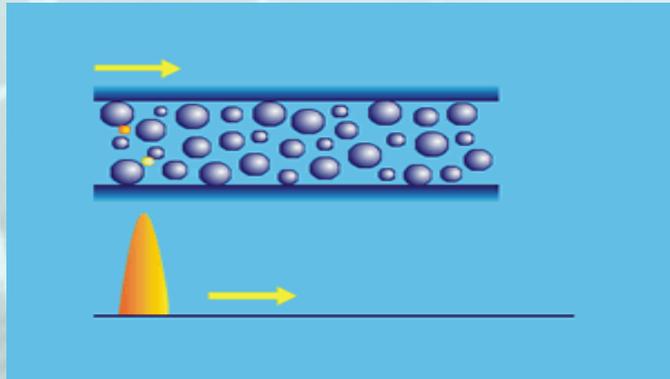
der Menge an stationärer Phase (k')

der notwendige Säulenlänge (N_{th})

*<http://www.chemie.uni-mainz.de/Praktikum/AC/AC2a/pdf/Seminar-SoSe-08%20Chromatographie.pdf>

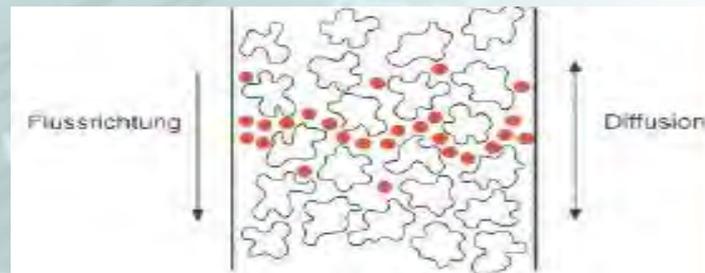
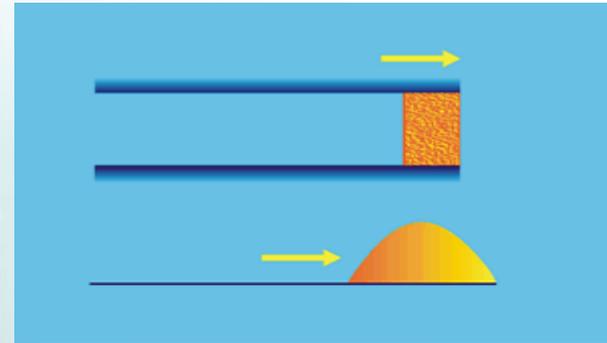
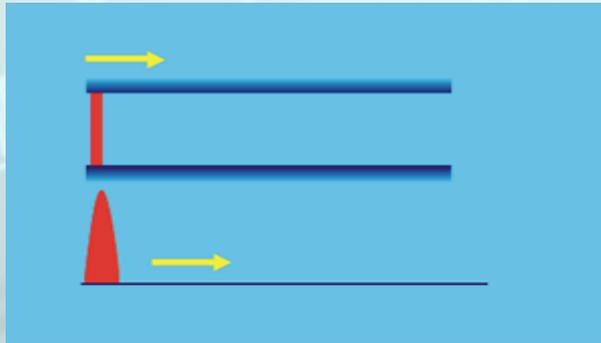
Eddy - Diffusion

unterschiedliche Wegstrecken durch das Packungsmaterial ansonsten gleicher Moleküle führen zu einem Erreichen des Detektors zu unterschiedlichen Zeitpunkten



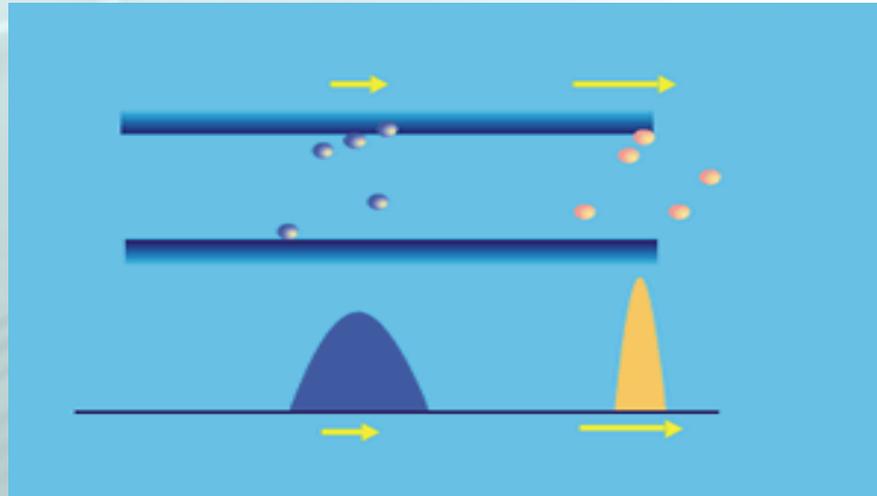
Rückdiffusion

Auch Longitudinaldiffusion: zufällige Bewegung der Moleküle (molekulare Diffusion) entlang der Säulenachse



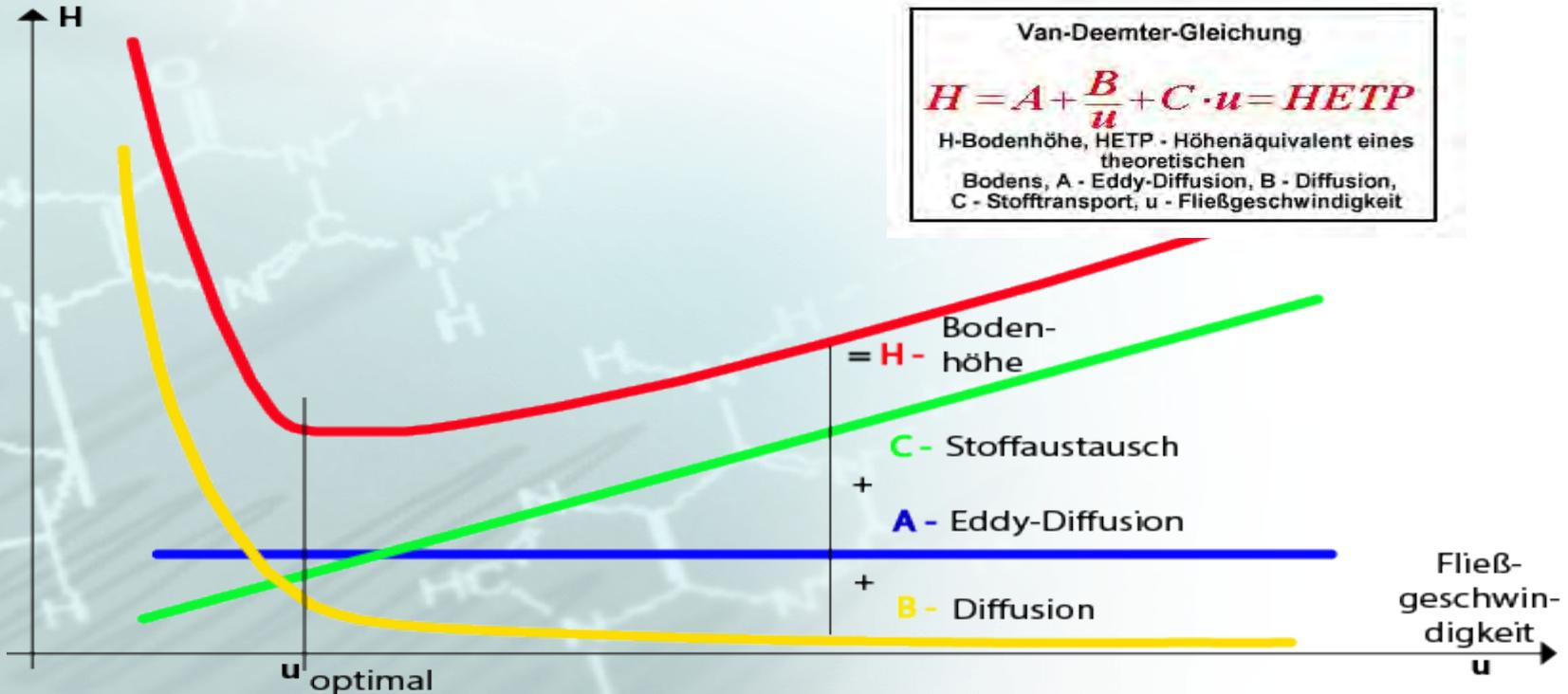
Stoffaustausch

Massentransfer: Gleichgewichtseinstellung an der Phasengrenze stationäre/mobile Phase benötigt Zeit, da die mobile Phase aber in Bewegung ist, kann sich der Gleichgewichtszustand nicht vollständig einstellen





Van – Deemter – Gleichung*



*http://www.chemgapedia.de/vsengine/vlu/vsc/de/ch/3/anc/croma/chromatographie_grundlagen.vlu/Page/vsc/de/ch/3/anc/croma/basics/saulen_chr/deemter/van_deemterm57ht0500.vscml.html



Chromatographie – Basis

Die Chromatographie ist ein Verfahren zur Auftrennung von Stoffgemischen.

Grundlage der Chromatographie sind Wechselwirkungen zwischen einer nicht beweglichen ("stationären") Phase und den Komponenten einer beweglichen ("mobilen") Phase, welche die zu trennende Stoffmischung enthält. Die nicht bewegliche Phase kann fest oder flüssig sein. Die mobile Phase ist entweder flüssig (Flüssigkeits-Chromatographie) oder gasförmig (Gas-Chromatographie).

Chromatographie – Basis

Absorption: d.h. Trennung durch Verteilung, mit einer Flüssigkeit als stationärer Phase

Adsorption: d.h. Trennung durch Wechselwirkung, mit einem Feststoff als stationärer Phase



ABsorption



ADsorption



Chromatographie – Basis

Adsorptions-Chromatographie

Bei der Adsorptions-Chromatographie ist die stationäre Phase fest und die Substanzen werden an ihrer Oberfläche adsorbiert. Zwischen fester stationärer und flüssiger mobiler Phase stellt sich für jede Verbindung ein Adsorptionsgleichgewicht ein.



Chromatographie – Basis

Verteilungs-Chromatographie

Bei der Verteilungs-Chromatographie ist die stationäre Phase ein Flüssigkeitsfilm, der auf der Oberfläche eines festen Trägermaterials haftet. Zwischen flüssiger mobiler und flüssiger stationärer Phase stellt sich für jede Komponente ein Verteilungsgleichgewicht ein. Adsorption und Verteilung können auch gleichzeitig an der Trennung beteiligt sein.



Chromatographie – Basis

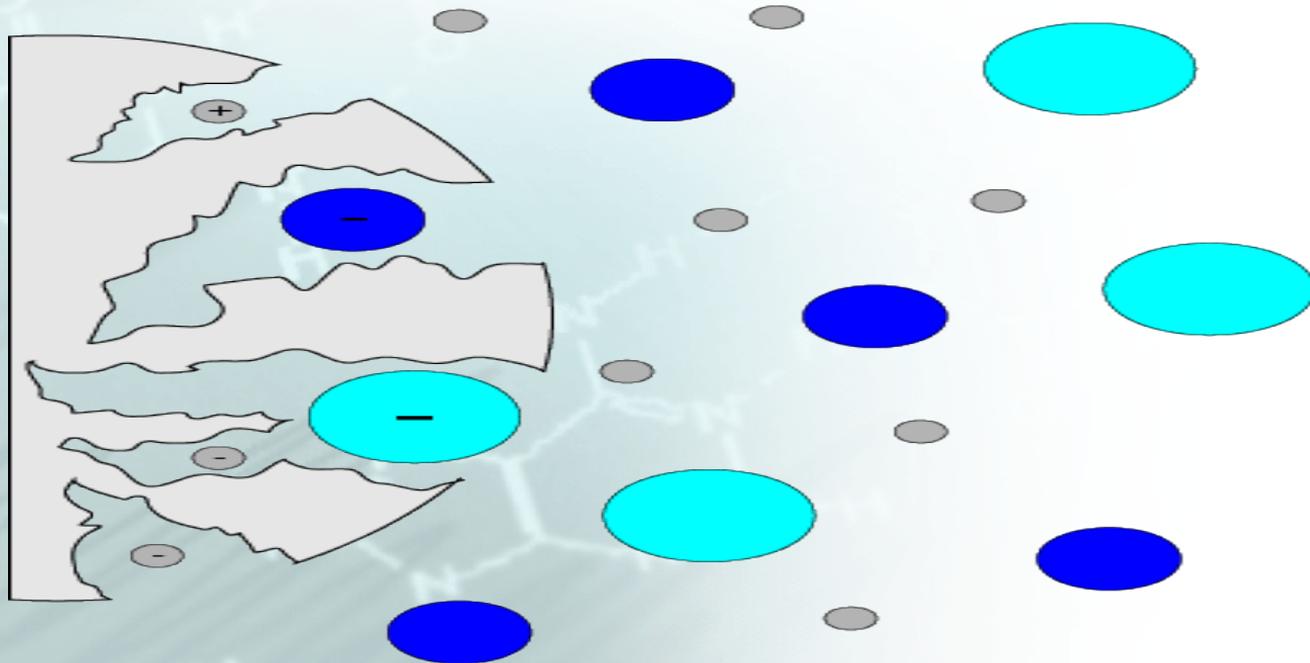
Die Gel-Chromatographie ist eine Sonderform, da es keine Wechselwirkung zwischen fester und mobiler Phase gibt.

Bei den Ionenaustauscher- und Affinitäts-Chromatographie basiert die Trennung der Substanzen auf der Ausbildung von Bindungen.

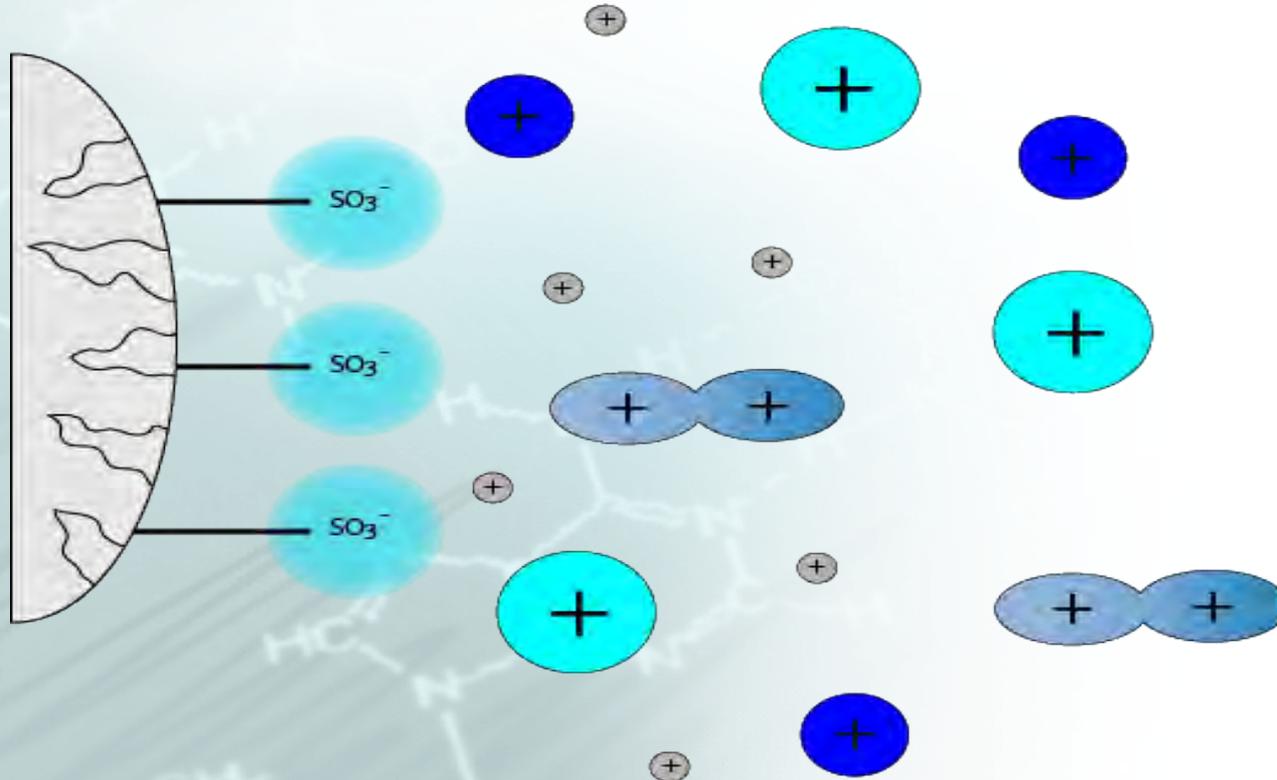


Partikel und Pore

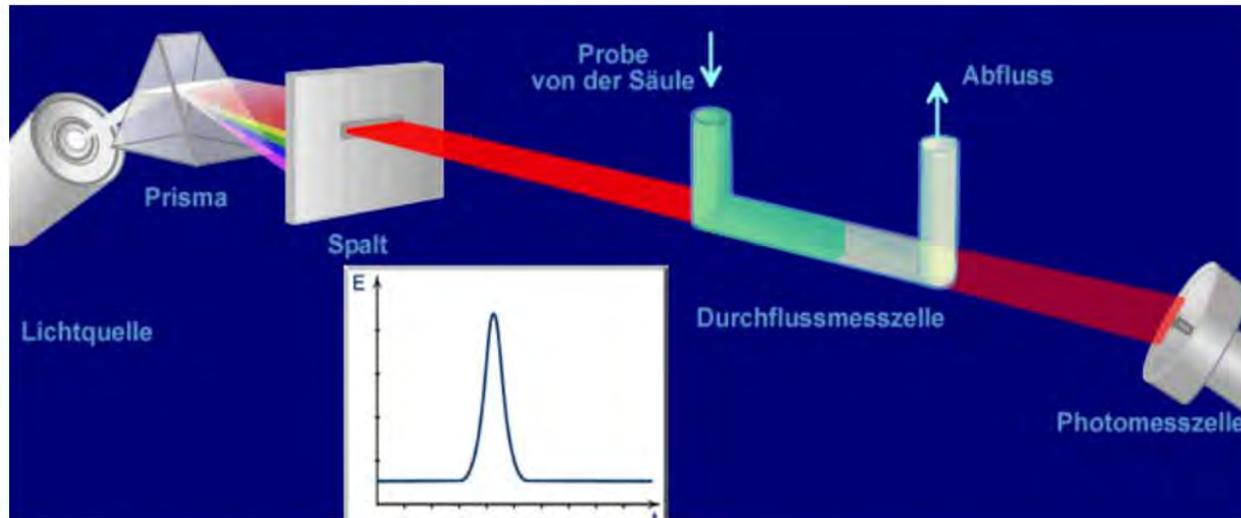
Trennmethoden Ionenausschluss



Kationenaustausch



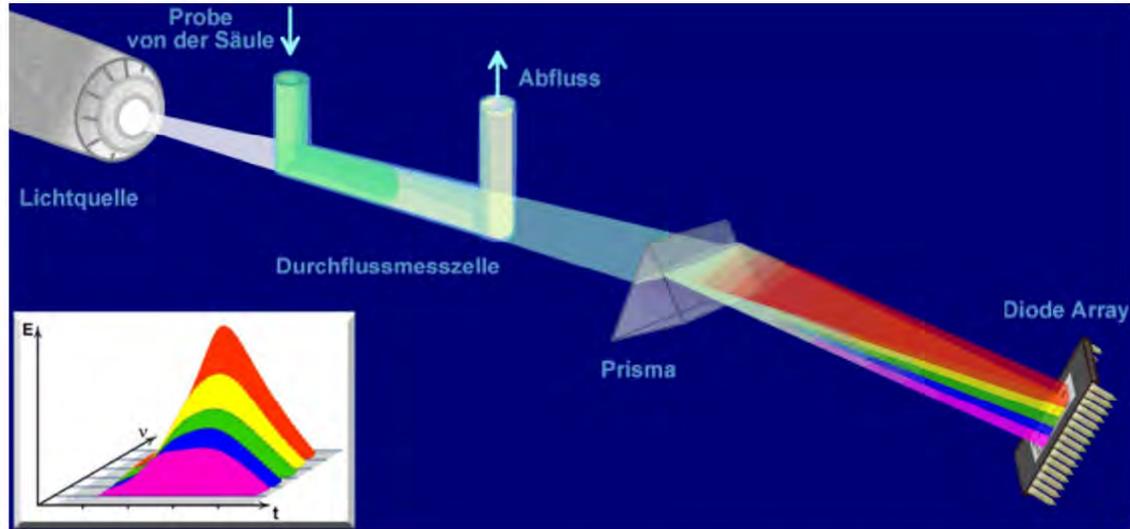
UV/Vis Detektion



Lichtquellen: Deuteriumlampe ($\lambda = 190-370 \text{ nm}$) und/oder
Wolfram-Halogenlampe ($\lambda = 370-800 \text{ nm}$)

Wellenlänge wählbar mittels eines Monochromators (z.B. Prisma + Spalt)

Diodenarray Detektor



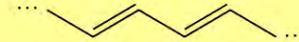
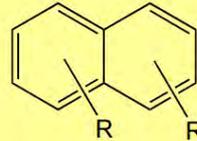
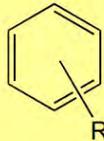
Polychromatische Anregung (Deuteriumlampe und/oder Wolfram-Halogenlampe)

Zu jedem Zeitpunkt wird das ganze Spektrum von einem Diodenarray erfasst.

Basis UV-Detektion

Der UV/VIS-Detektor erfasst nur Analyten, die **ausreichend UV-Strahlung bzw. sichtbares Licht (VIS) absorbieren**.

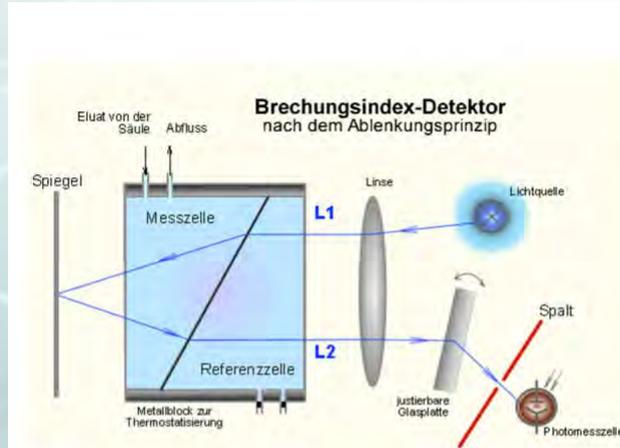
Bei kleinen Wellenlängen um 200 nm absorbieren viele Substanzen, meist **aber auch der Eluent**. Das Absorptionsmaximum des Analyten soll längerwellig als die Eluentabsorption sein.



UV/VIS-aktiv:

- (polyzyklische) Aromaten, konjugierte Doppelbindungssysteme
- Doppel- und Mehrfachbindungen
- Carbonylgruppen C=O
- -Br, -I

Brechungsindex-Detektor (RI)



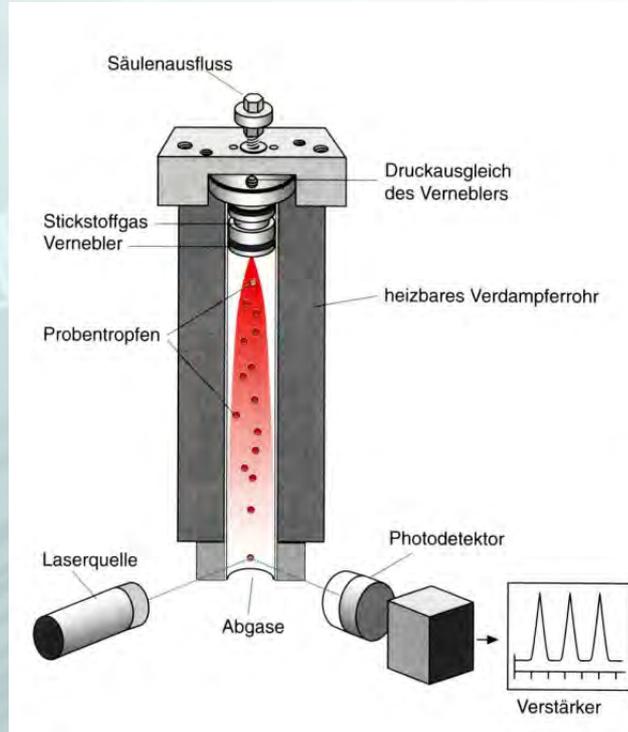
Signal: Brechungsindex-Änderung
im Vergleich zum Eluenten

Prinzip: Durchflussrefraktometer
Messung der Änderung von
Brechungswinkeln



- **Vielseitig, da praktisch jeder Analyt den Brechungsindex ändert, aber unspezifisch**
- **Empfindlichkeit** bei vielen Analyten um 2–3 Größenordnungen **schlechter** als bei UV/VIS-Detektion. **Nicht kompatibel mit Gradientenelution.**
- **Verwendung: Zuckerbestimmung in Wein**

Verdampfungs-Lichtstreuendetektor (ELSD)



Signal: Intensität des an festen Analytpartikeln gestreuten Lichts

Prinzip: Eluent + Analyt werden fein vernebelt. Lösungsmittel verdampft

Das an den festen Analytpartikeln gestreute Laserlicht wird von einem Photodetektor erfasst

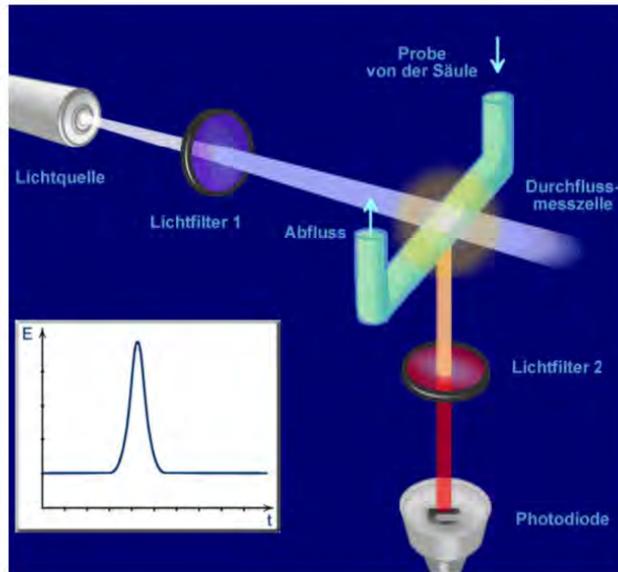
Universeller Detektor

Siedepunkt Eluent < Siedepunkt Analyten

Kompatibel mit Gradientenelution

Inkompatibel mit salzhaltigen Eluenten

Fluoreszenz-Detektor



$$I_f \propto I_0 \cdot \Phi \cdot \varepsilon(\lambda_{\text{Anregung}}) \cdot c \cdot d$$

I_f Fluoreszenzintensität

Φ ... Quantenausbeute

ε Extinktionskoeffizient

c Konzentration

d Schichtdicke

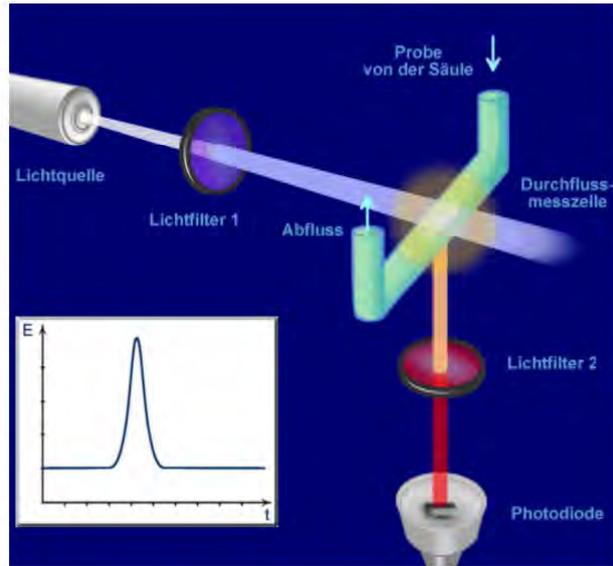
$$\lambda_{\text{Emission}} \geq \lambda_{\text{Anregung}} \text{ (Rotverschiebung)}$$

Im Gegensatz zu UV/VIS:

Signal(Photodiode) = 0 bei $c = 0$

Signal $\propto I_0$

Fluoreszenz-Detektor



Signal: Fluoreszenzintensität

Prinzip: Anregung mit einer definierten Wellenlänge (Lichtfilter 1)

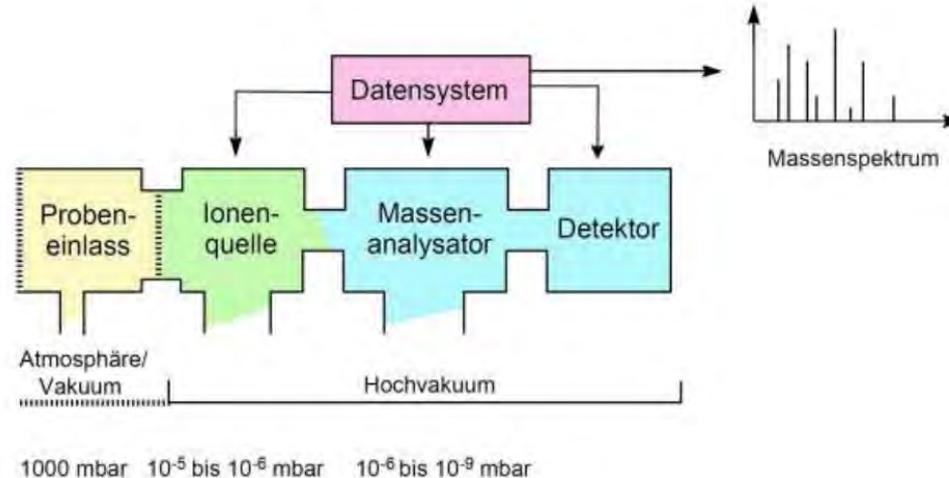
Detektion meist im 90° - Winkel der rot verschobenen (Lichtfilter 2) Fluoreszenzstrahlung

Sehr empfindlich
(Faktor 100–1000 besser als UV/VIS)

Nicht universell – abhängig von der chemischen Natur der Analyten

Nur fluoreszierende Analyten (z.B. polyzyklische Aromaten), alternativ: Derivatisierung

Massendetektor



Um Analyten mit Massenspektrometern zu detektieren, muss man die Analytenmoleküle vorher ionisieren! = IONENQUELLE

ESI = Electrospray ionization

EI = Electron impact ionization

CI = Chemical Ionisation

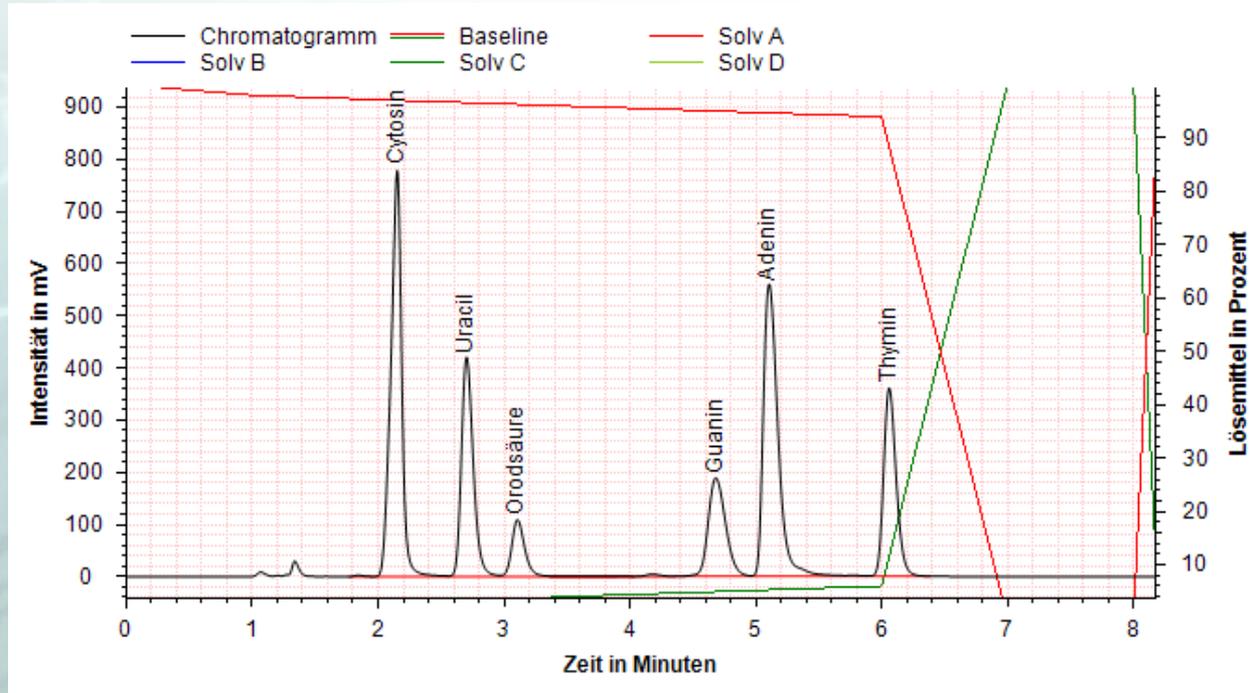
MALDI = Matrix Assisted Laser Desorption Ionization (Selten an LC gekoppelt)



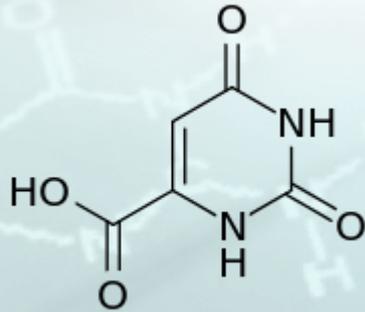
Vergleich LC-Detektoren

Detektor	Empfindlichkeit	Linearbereich	Analyten
UV/VIS	+	+++	UV- und VIS-Absorber
RID	--	+	universeller Detektor
ELSD	0	++	universeller Detektor
Fluoreszenz	+++	+++	Fluorophore
Elektrochemisch	++ / +++	++	reduzier- und oxidierbare Analyten
MS	+ / +++	+ / ++	universeller Detektor + massenselektive Detektion + Massenspektren zur Strukturaufklärung

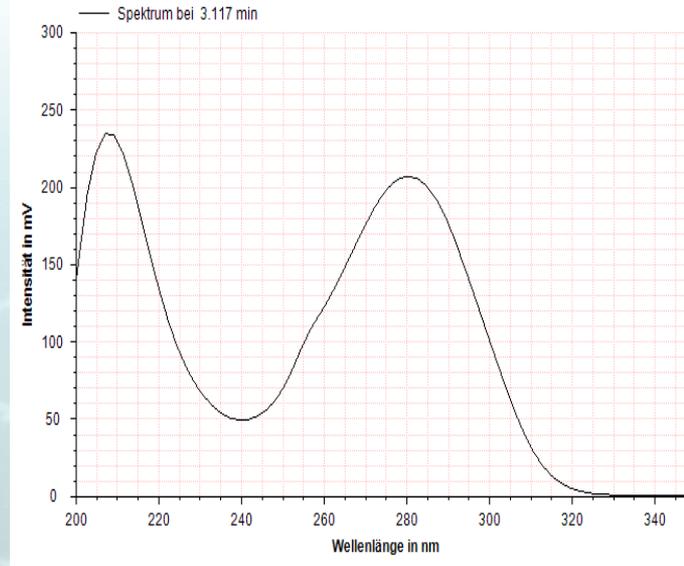
Nukleobasen



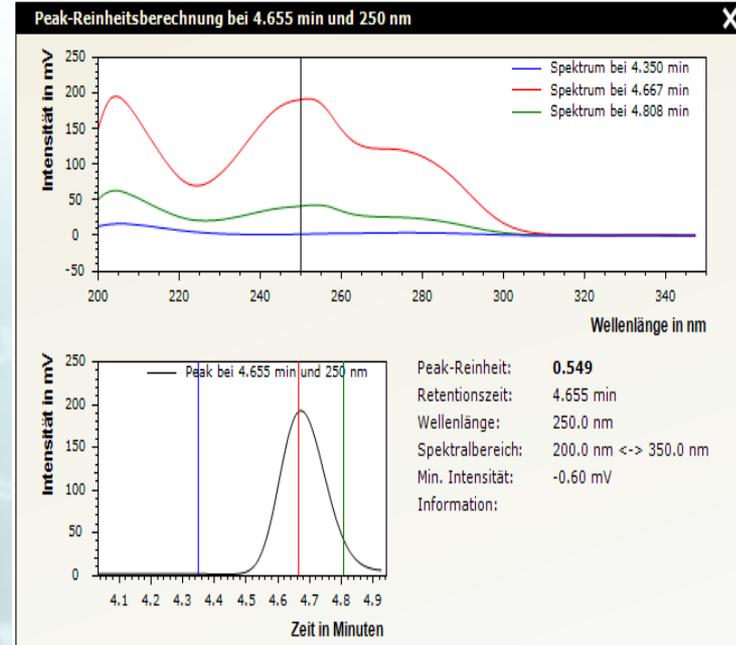
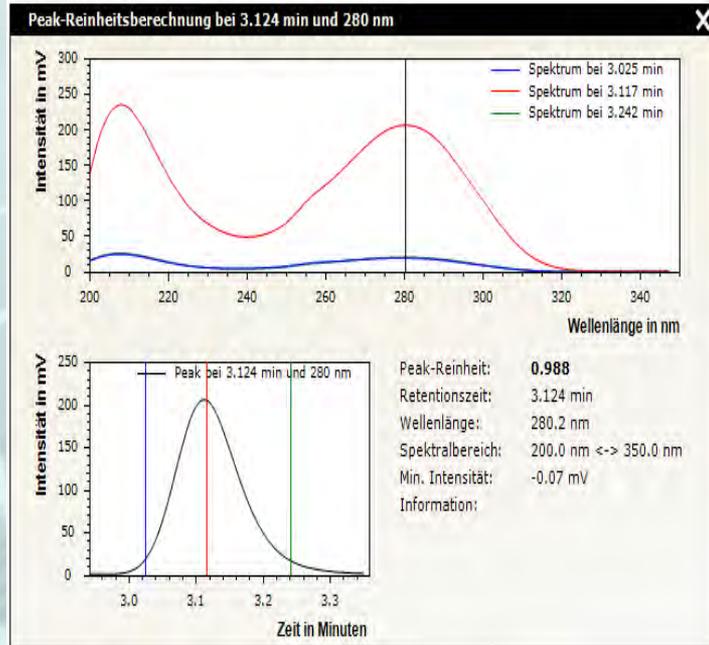
Identifikation über Spektren



Orotsäure ist ein Pyrimidin-Derivat und Zwischenprodukt der Biosynthese des Uridinmonophosphats (UMP). Sie kommt unter anderem als Bestandteil des Nukleosids Orotidin vor. Die Salze der Orotsäure heißen „Orotate“.



Peakreinheit (DAD)

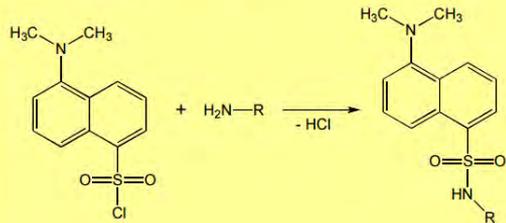


Derivatisierung

- Derivatisierung:**
- Wenn Analyten nicht oder mit ungenügender Empfindlichkeit durch einen bestimmten Detektor erfasst werden können.
 - Umsetzung z.B. mit Fluorophoren oder starken UV-Absorbern

Fluoreszenz

z.B. primäre Amine



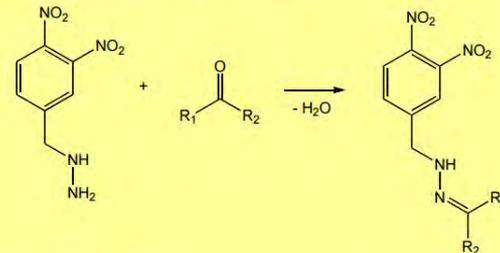
5-(*N,N*-Dimethylamino)-naphthalin-1-sulfonylchlorid

= **Dansylchlorid**

Blau-blaugrün fluoreszierende Sulfonamide

UV/VIS

z.B. Aldehyde und Ketone



2,4-Dinitrophenylhydrazin

= **DNPH**

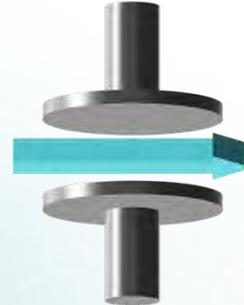
DNP-Hydrzone

$\lambda_{\text{max}} \approx 360 \text{ nm}$

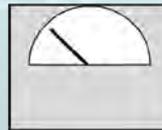
Leitfähigkeits-Detektor



Die Leitfähigkeitsmesszelle besteht aus zwei sich gegenüberliegenden Elektroden.

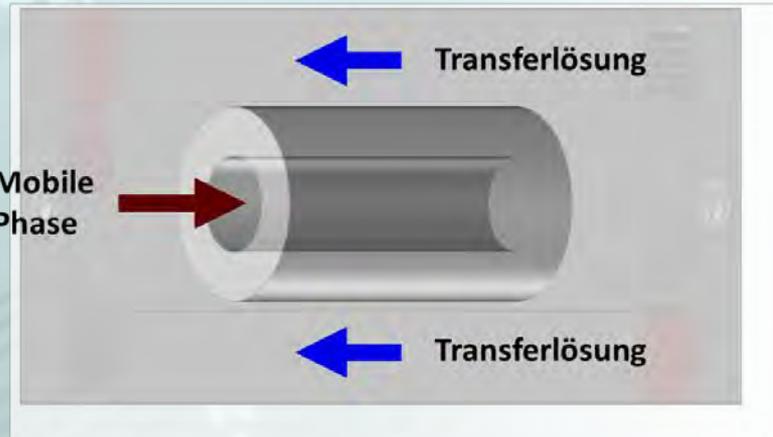
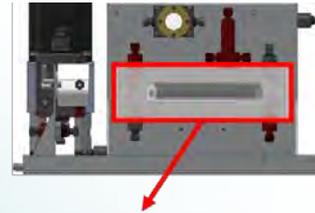


Zwischen den beiden Elektroden läuft die mobile Phase inklusive der Anionen und der Puffersalze.

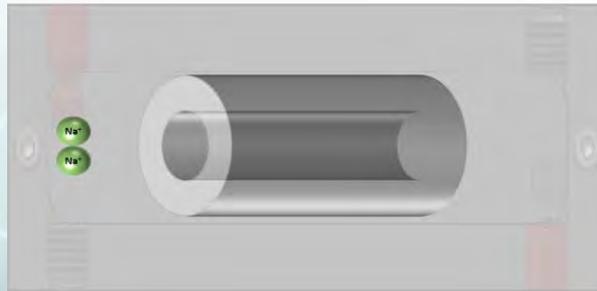


Wenn Anionen die Elektroden passieren, ändert sich die Leitfähigkeit der mobilen Phase und ein elektrisches Signal wird gemessen.

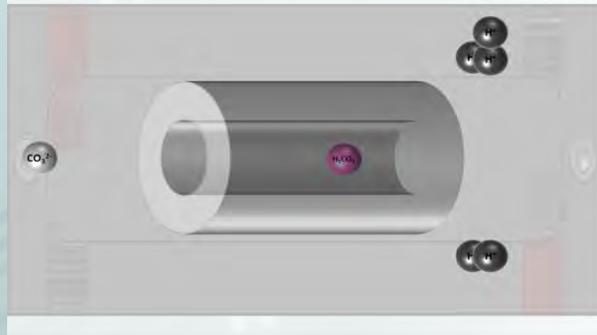
Suppressor-Reaktion 1



Suppressor-Reaktion 2



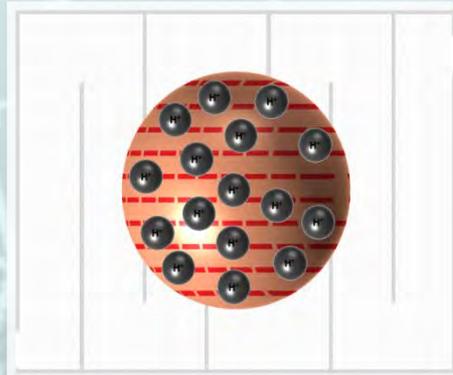
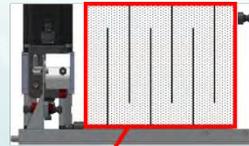
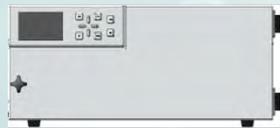
Kationen wie Na^+ durchdringen die Membran und wandern mit der Transferlösung in das Ionen-Suppressorharz.



Wasserstoffionen verlassen die Transferlösung und durchdringen die permeable Membran.

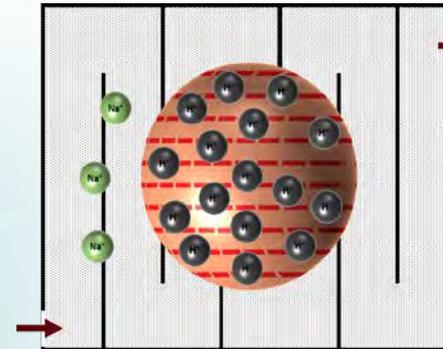
Dort bilden diese mit den Karbonaten in der mobilen Phase H_2CO_3 .

Suppressor-Reaktion 3



Die Ionenaustauschkammer ist gefüllt mit Austauschkationenpartikeln.

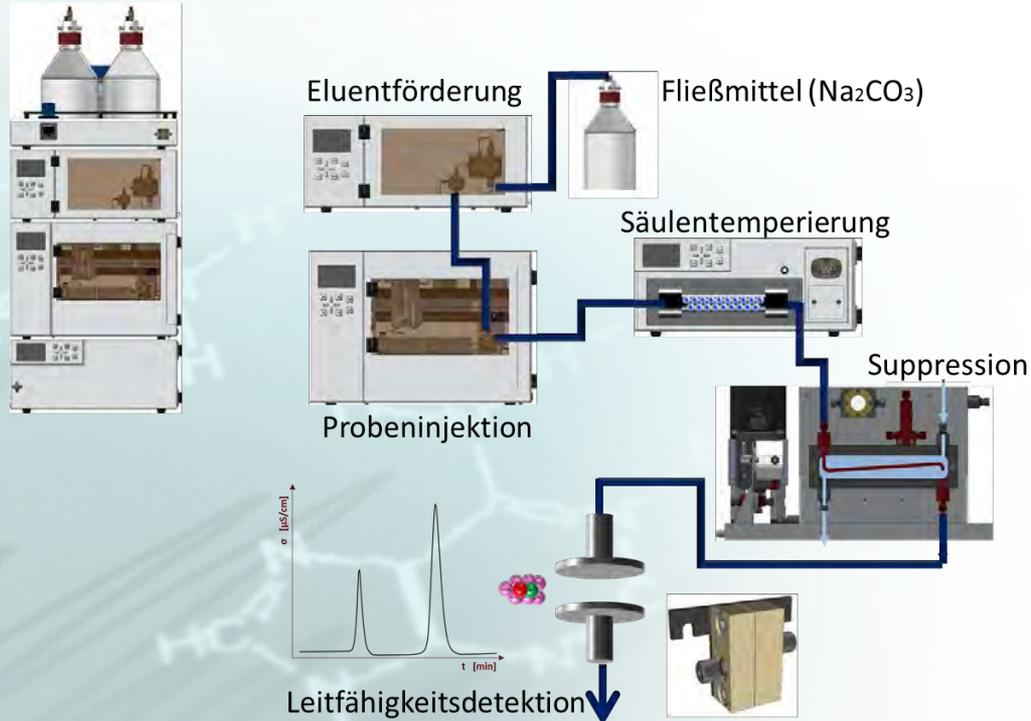
Wenn das Harz neu regeneriert ist, ist die Partikeloberfläche mit Wasserstoffionen belegt.



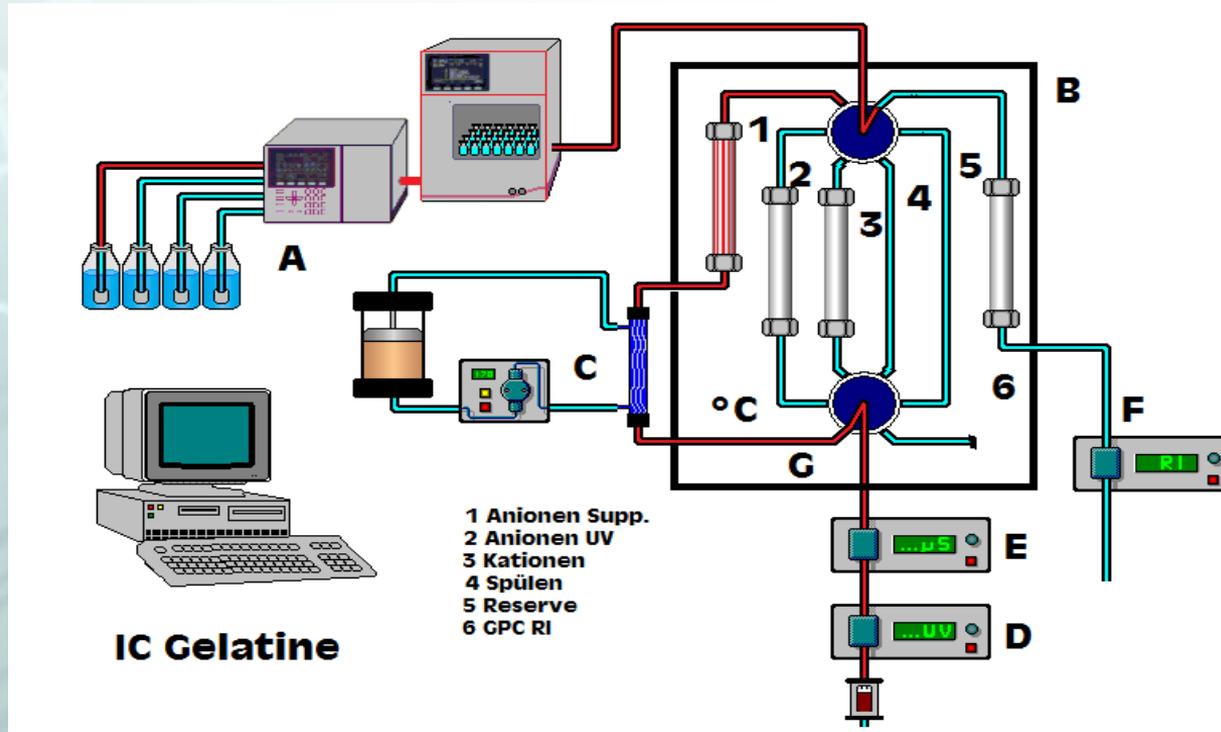
Die regenerierte Transferlösung fließt zurück in die Suppressorkammer für den nächsten Zyklus.

Über die Transferlösung transportierte Natriumkationen werden durch die im Austauscher gebundenen Wasserstoffionen ausgetauscht.

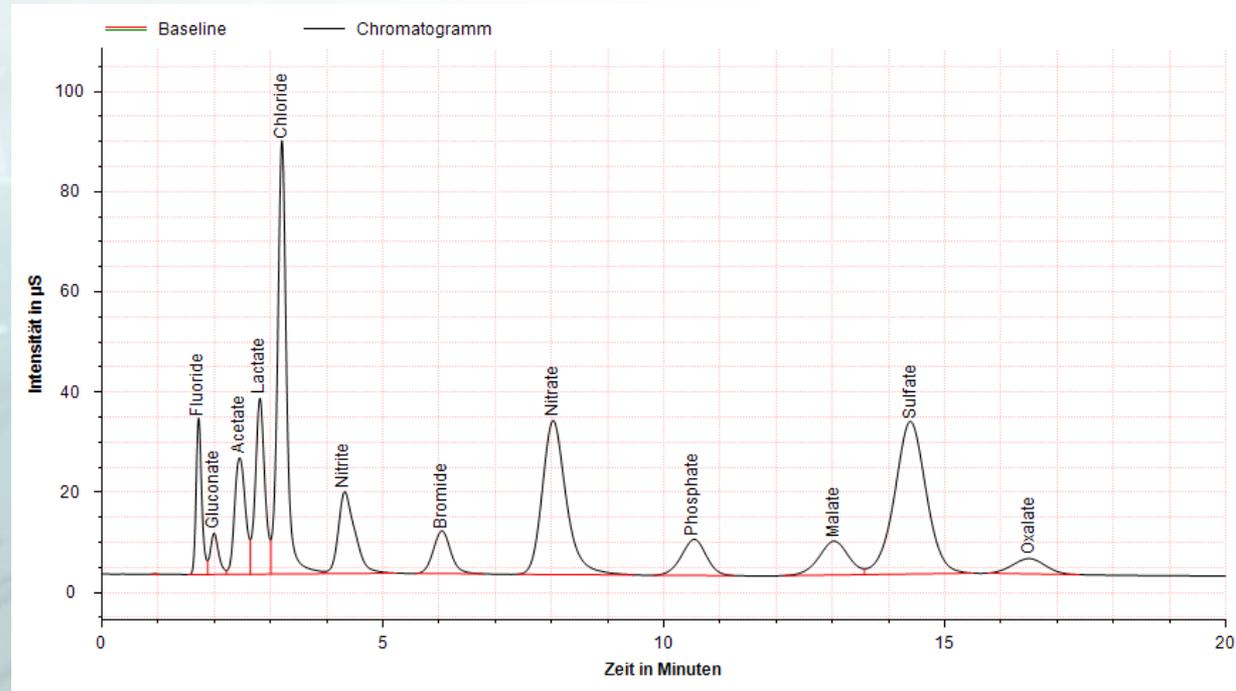
Ionenchromatographie Flussablauf



Ionenchromatographie (Multi)



Anionenbestimmung

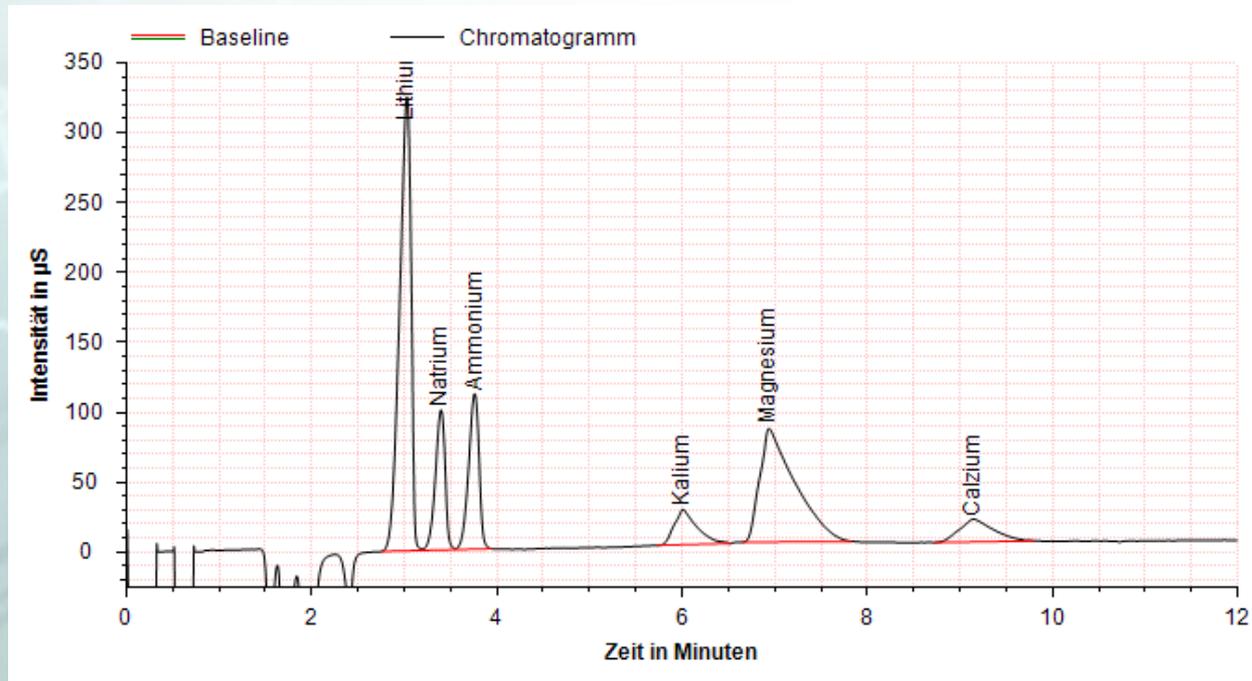


Eluent

5 mM Na₂CO₃ / 50 µM ModA



Kationenbestimmung

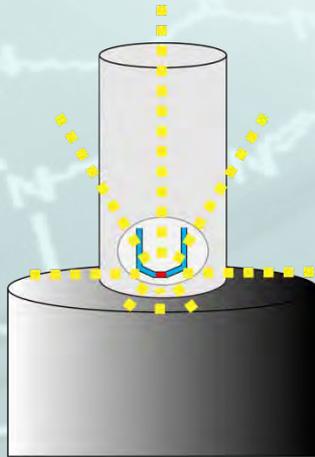


Eluent

Ad 1 l: 150 µl Methansulfonsäure, 200 mg Kronether, 20 ml Ethanol

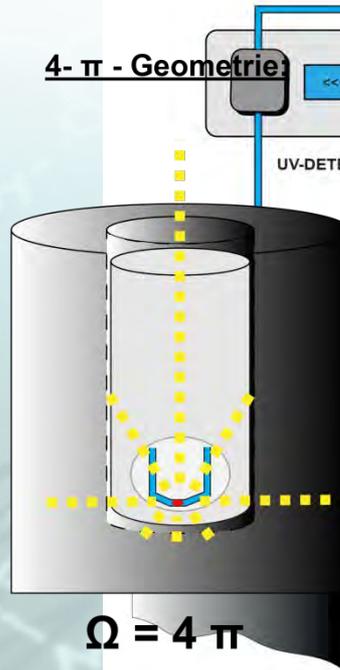
Radio-HPLC

2- π - Geometrie:



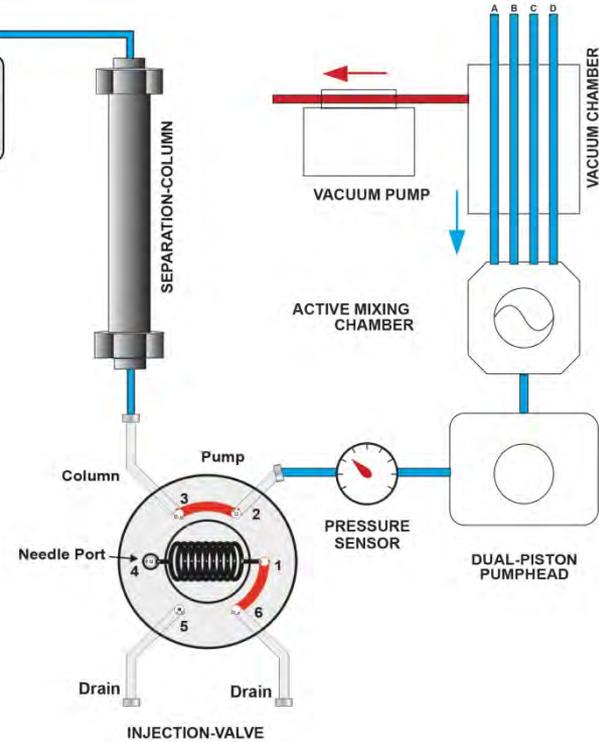
$$\Omega = 2 \pi$$

4- π - Geometrie:

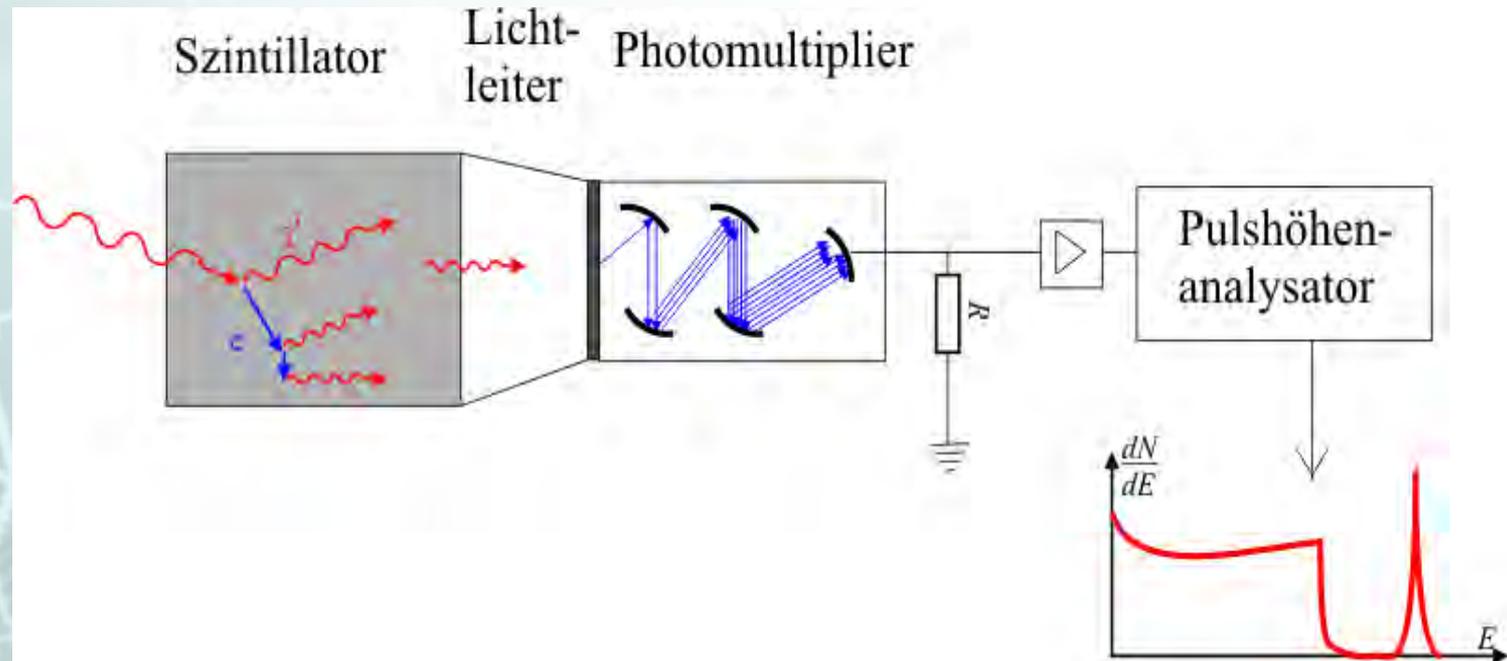


$$\Omega = 4 \pi$$

Nal-DETECTOR
 $\Omega \triangleq$ Raumwinkel

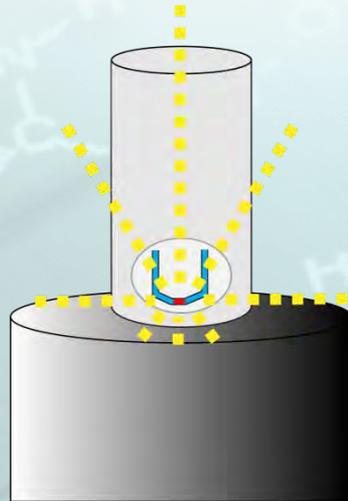


Gamma-Detektor 1



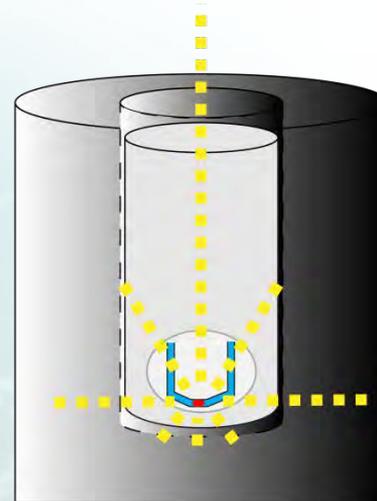
Gamma-Detektor 2

2- π - Geometrie:



$$\Omega = 2 \pi$$

4- π - Geometrie:

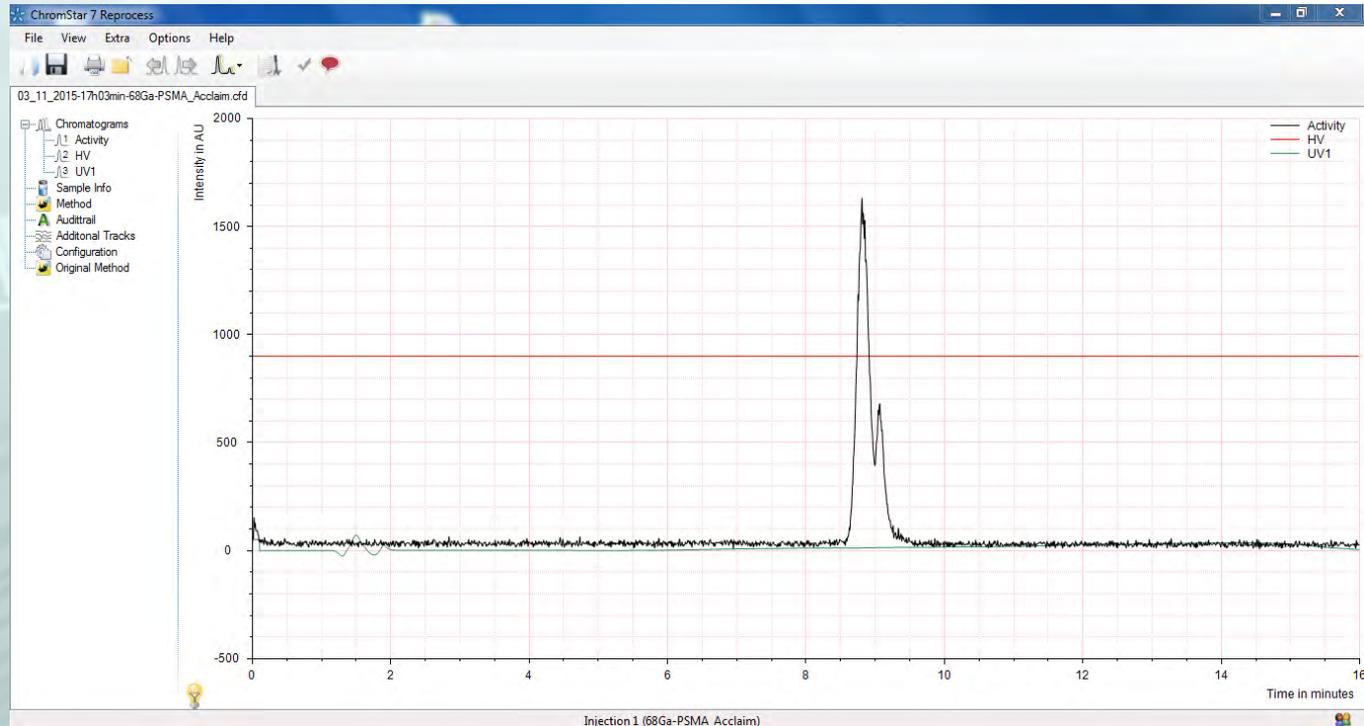


$$\Omega = 4 \pi$$

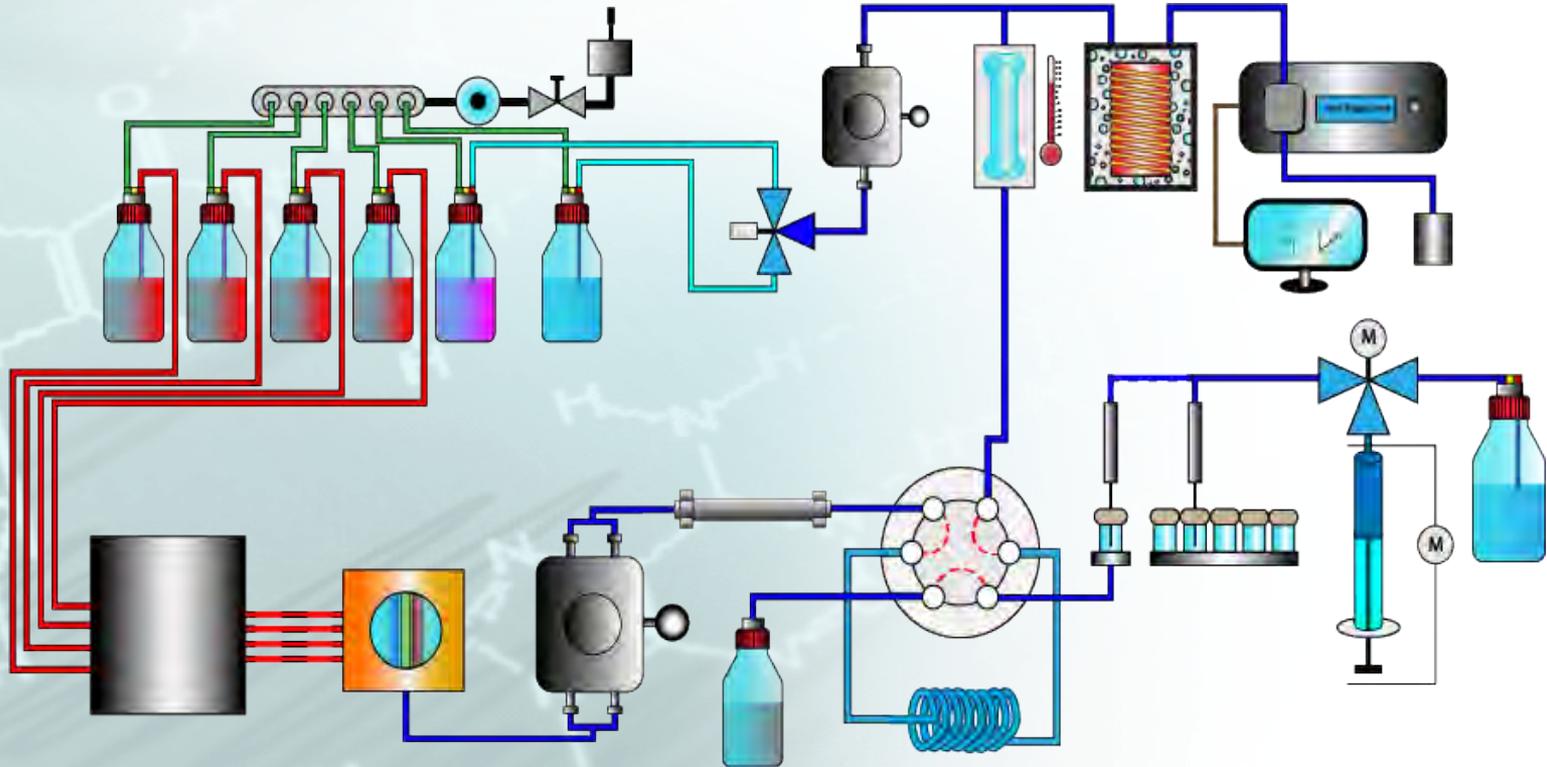
$\Omega \triangleq$ Raumwinkel



Gamma-Detektor 3

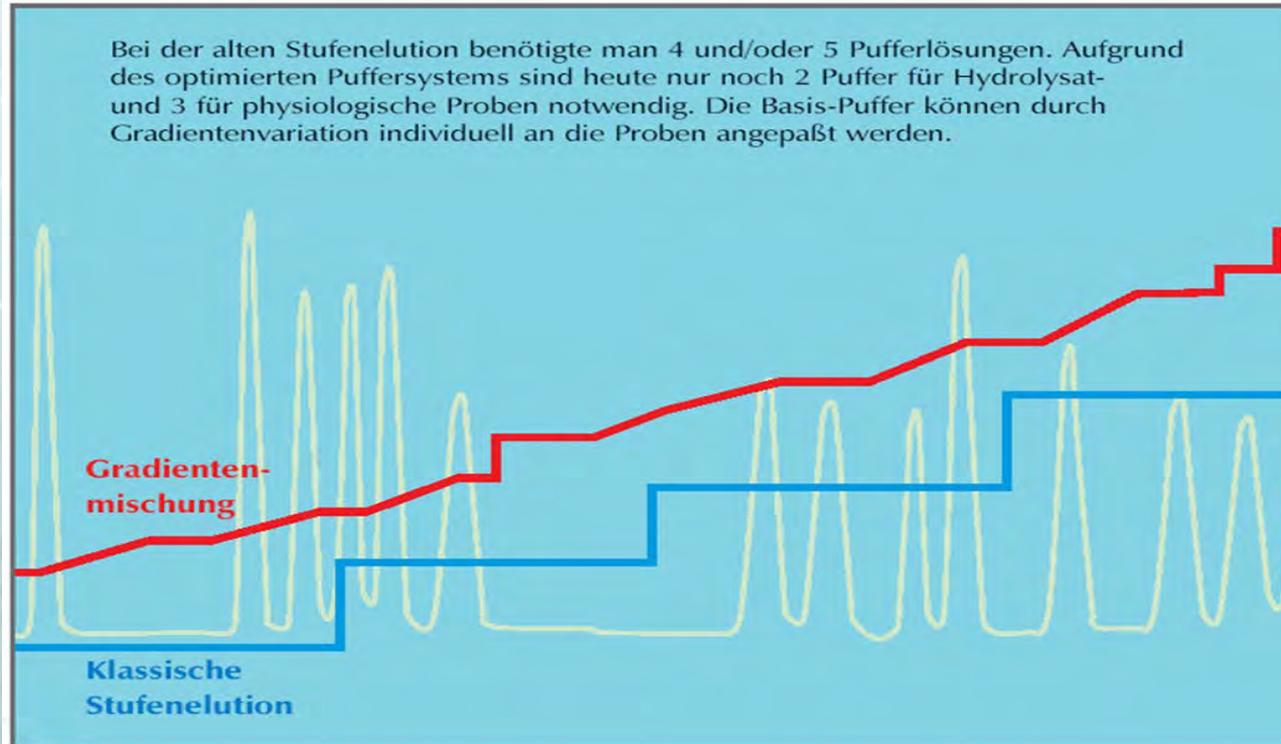


Aminosäurenanalysator

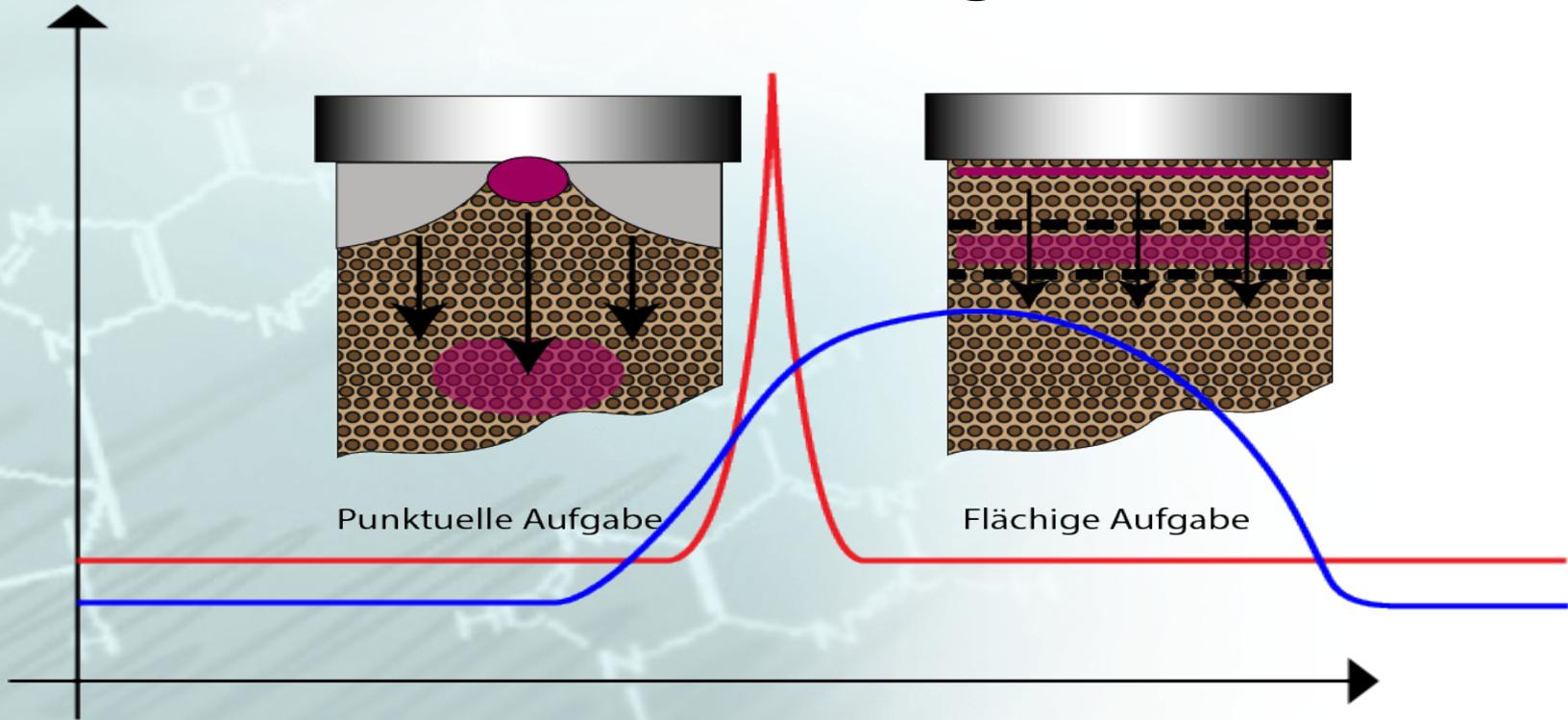


Elutionscharakteristik

Bei der alten Stufenelution benötigte man 4 und/oder 5 Pufferlösungen. Aufgrund des optimierten Puffersystems sind heute nur noch 2 Puffer für Hydrolysat- und 3 für physiologische Proben notwendig. Die Basis-Puffer können durch Gradientenvariation individuell an die Proben angepaßt werden.

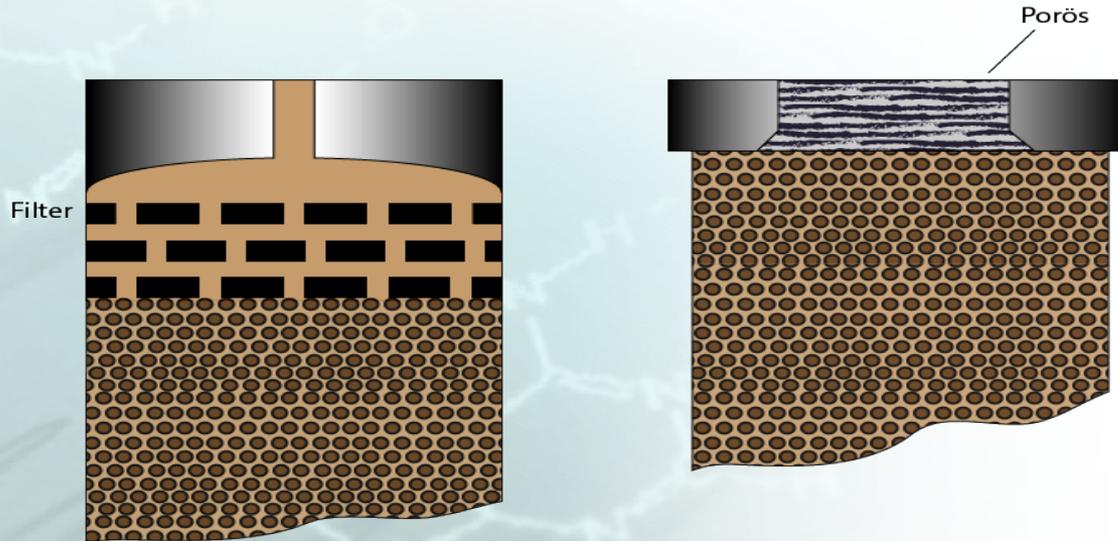


Probenaufgabe

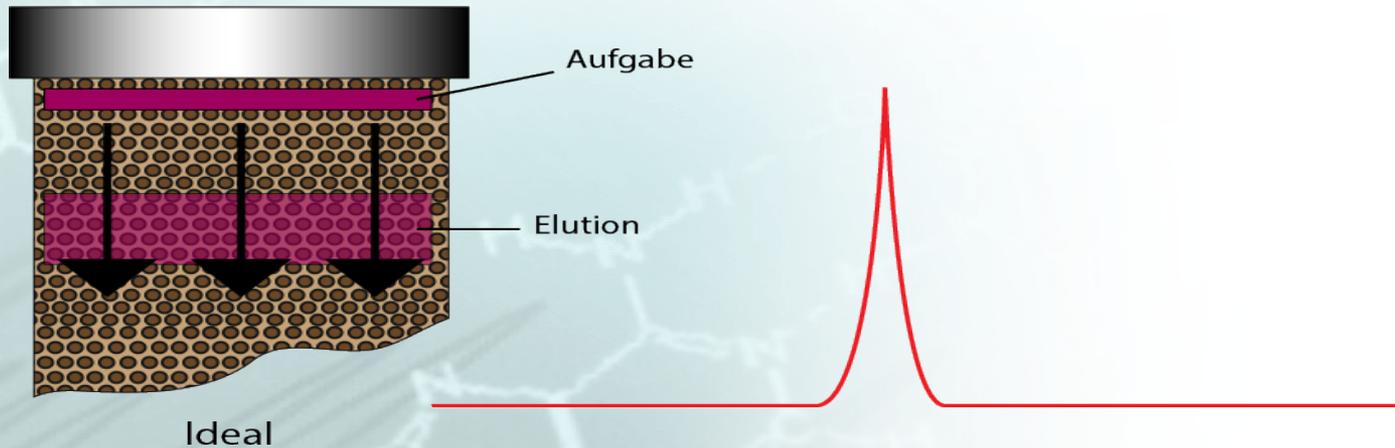


Probenaufgabe

Säulenverschluss

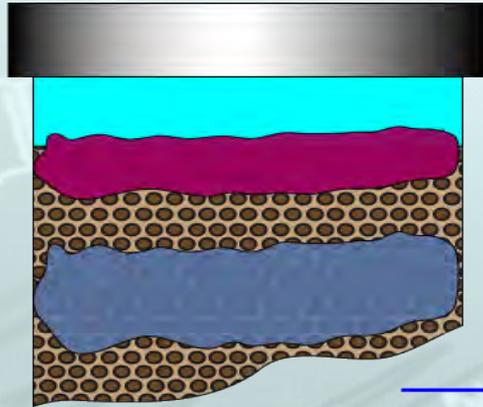


Probenaufgabe

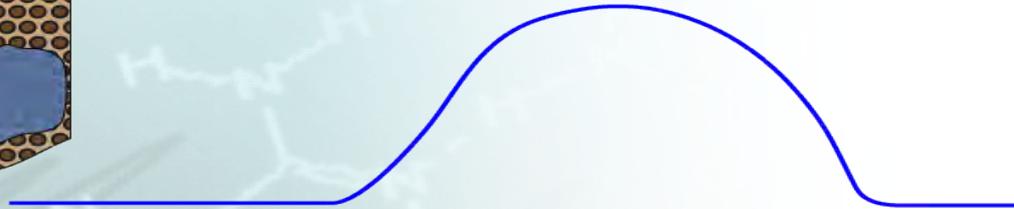




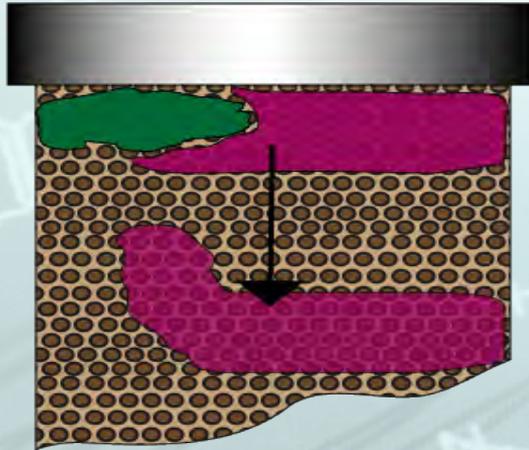
Probenaufgabe



Totvolumen



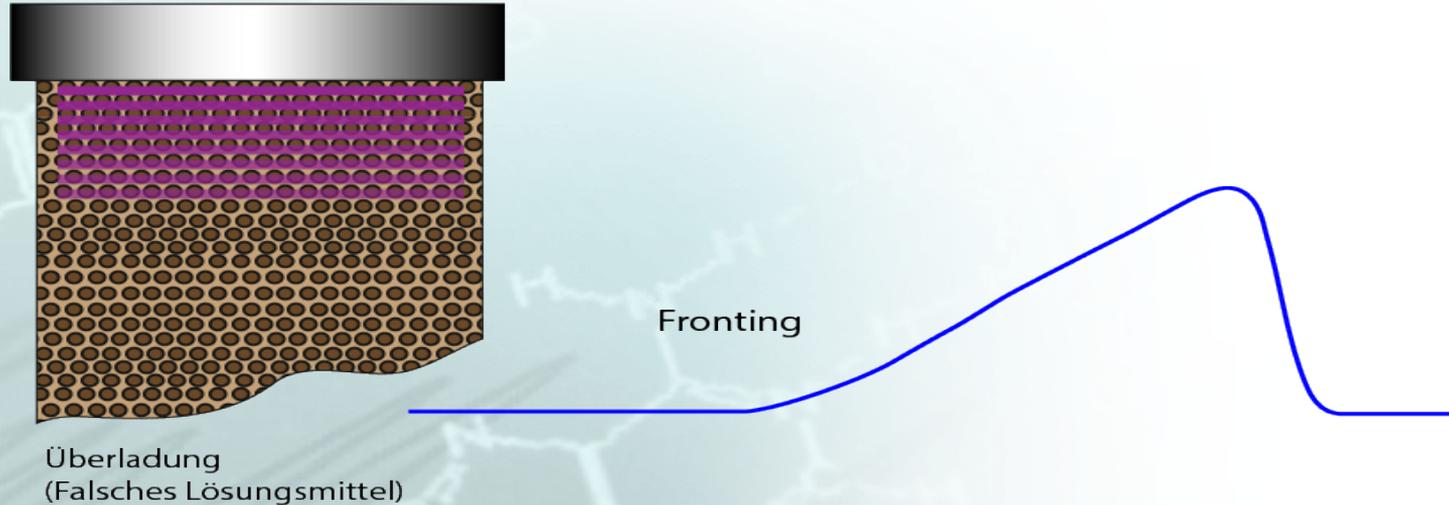
Probenaufgabe



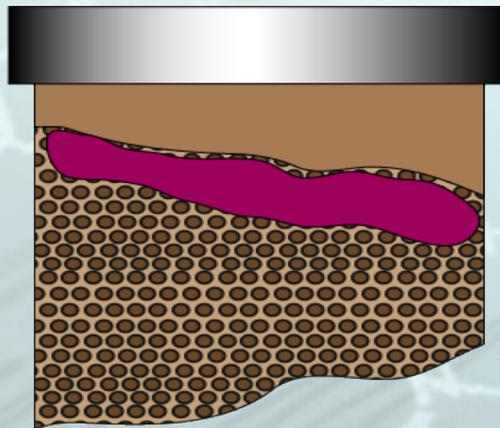
Teilblockade



Probenaufgabe



Probenaufgabe



Defektes Säulenbett





Maintenance



Tableau Maintenance

Ausguss Ring Schott-Flaschen (Dichtung)

Glasflasche Puffer D (Lauge)

Verschraubungen Flaschendeckel (innen !!)

Schlauchzuleitungen Pumpe (Fließgeschwindigkeit)

N₂ Qualität und Versorgung (Ninhydrin Ausfällungen)





Gradienten-Pumpe Maintenance

Überprüfung Mischer-Ventil (Nämlichkeit)

Förderkonstanz (Ausfälle Rückschlagventil)

Mischer-Interferenzen

Kolbenrückholfeder

Halber Fluss

Kolbenhinterspülung

Verkeimung (Präservative)

Dichtungsabrieb



Probengeber Maintenance

Transfer-Kapillare

Injektionsport

Nadelübergang

Flaschen Belüftung

Verkeimung (Abfall)

Spüllösung (Isoprop?)

Probenschleife partiell kontra Überfüllung

Maximale partielle Füllung

Memory-Facts

Entgasung Repro-Probleme



Aminomodul Maintenance

Funktion Ninhydrin/Spüllösung

Lampe Alterungsproblematik

Reaktor Temperaturübergang

Austausch Reaktionskapillare

Lüfter Kontrolle nach Reaktorkapillar-Tausch

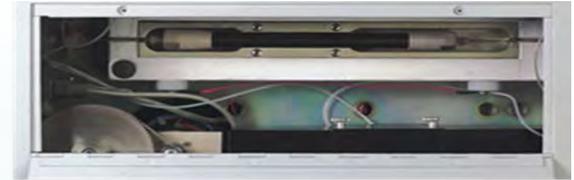
Säule Temperaturübergang

Förderverhalten Mikropumpe

Reinigung Messzelle

Rückdruckregelung

Ninhydrin Ausfällungen





Qualifizierung

1 Qualifizierungsgrund

- Erstqualifizierung
- jährliche Requalifizierung (wenn vom Kunden vorgesehen)
- Requalifizierung nach Standortwechsel
- Requalifizierung nach Reparatur
- Requalifizierung nach Umbau

.... nur Qualität kann qualifiziert werden.*

Bei der Erstqualifizierung bzw. jährlichen Requalifizierung werden alle Prüfpunkte wie auf den Seiten 9 bis 11 beschrieben durchgeführt. Bei der Requalifizierung nach Standortwechsel, Reparatur oder Umbau, werden die Prüfpunkte gemäß Risikoanalyse bzw. Risikobewertung des Kunden geprüft. Die zu überprüfenden Prüfpunkte bei Standortwechsel, Reparatur oder Umbau sind nachstehend auf dieser Seite zu markieren. Der Bericht (Kundendienstbericht) des Service-Technikers im Falle einer Reparatur oder Umbaus

ist als Anlage Alle Daten in diesem Protokoll abgelegt.

S2100

- Richtigkeit der Flussrate
- Präzision der Flussrate
- Richtigkeit des Drucks
- Richtigkeit der Gradientenformung
- Präzision der Gradientenformung

S4300

- Richtigkeit der Flussrate
- Präzision der Flussrate
- Richtigkeit des Drucks
- Richtigkeit der Säulenofentemperatur
- Richtigkeit der Reaktortemperatur
- Signalstabilität
- Signal-Rausch-Verhältnis
- Linearität

S5200

- Totzeit
- Injektorpräzision
- Kurzzeitflusskonstanz
- Peaksymmetrie
- Probenverschleppung

*weiser User



Qualifizierung

Signalstabilität

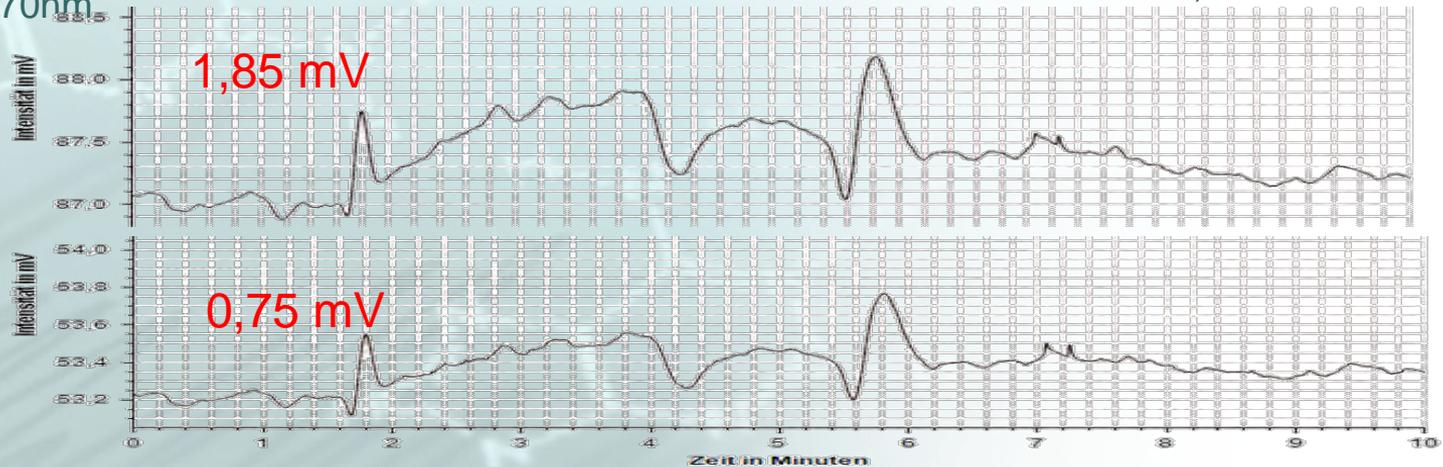
Basislinienstabilität mit Puffer A-1 oder A 6 (isokratisch)
und Ninhydrinlösung

440nm

570nm

< 5,00 mV / 3-8min

< 5,00 mV / 3-8min





Qualifizierung

Richtigkeit der Flussrate (Aminosäuren-Reaktions-Modul)

10 Messungen bei 0,30 ml/min
10 Messungen bei 0,40 ml/min

0,290 – 0,310 ml/min
0,390 – 0,410 ml/min

Sollwert:	0,30	ml/min
Messwert	1: 0,3034	ml/min
	2: 0,3029	ml/min
	3: 0,3037	ml/min
	4: 0,3034	ml/min
	5: 0,3033	ml/min
	6: 0,3034	ml/min
	7: 0,3034	ml/min
	8: 0,3032	ml/min
	9: 0,3032	ml/min
	10: 0,3029	ml/min

Mittelwert:	0,3032	ml/min
Standard-Abweichung:	0,00206	ml/min
relative Standard-Abweichung:	0,07	%

Akzeptanzkriterium:	0,290 – 0,310 ml/min
	≤ 1,00%

Test erfolgreich abgeschlossen.

Test „Flusskontrolle S 4300“ erfolgreich abgeschlossen am: 21.02.2013

Unterschrift Kunde:  Unterschrift Service-Techniker: 

Präzision der Flussrate

10 Messungen bei 0,30 ml/min:
r. St. Abw. < 1,00 %

10 Messungen bei 0,40 ml/min:
r. St. Abw. < 1,00 %



Qualifizierung

Richtigkeit der Säulenofentemperatur

Temperaturmessung am
Testpunkt :

50°C

Temperatur:

49,0°C – 51,0 °C

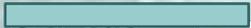
9.3.1 Temperaturkontrolle Säulenofen

Sollwert: 50,0 °C

Messwert: 49,3 °C

Akzeptanzkriterium
46 – 50°C

Test „Temperaturkontrolle Säulenofen“ erfolgreich abgeschlossen am 21.02.2013

Unterschrift Kunde  Unterschrift Service-Techniker 

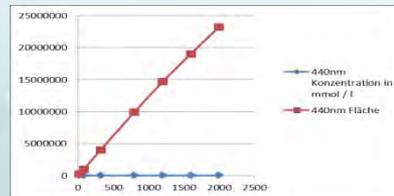
Qualifizierung

Überprüfung der Linearität des Systems

440 nm: 20 µmol / l bis 2000 µmol / l Taurin

Einfachbestimmung bei folgenden Konzentrationen:

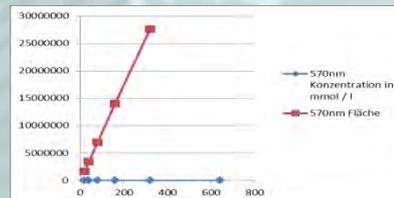
- 20 µmol / l
- 80 µmol / l
- 320 µmol / l
- 800 µmol / l
- 1200 µmol / l
- 1600 µmol / l
- 2000 µmol / l



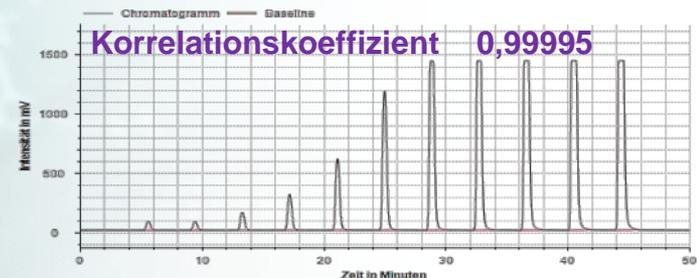
570 nm: 20 µmol / l bis 640 µmol / l Taurin

Einfachbestimmung bei folgenden Konzentrationen:

- 20 µmol / l
- 40 µmol / l
- 80 µmol / l
- 160 µmol / l
- 320 µmol / l
- 640 µmol / l



Korrelationskoeffizient bei beiden Wellenlängen $\geq 0,999$





Qualifizierung

Richtigkeit der Reaktortemperatur

Temperaturmessung am Testpunkt:
130°C

Temperatur: 128,0°C –
132,0 °C

9.3.2 Temperaturkontrolle Reaktor

Sollwert: 130,0 °C

Messwert: 128,0 °C

Akzeptanzkriterium: 116 – 120°C
siehe Kapitel 7.3

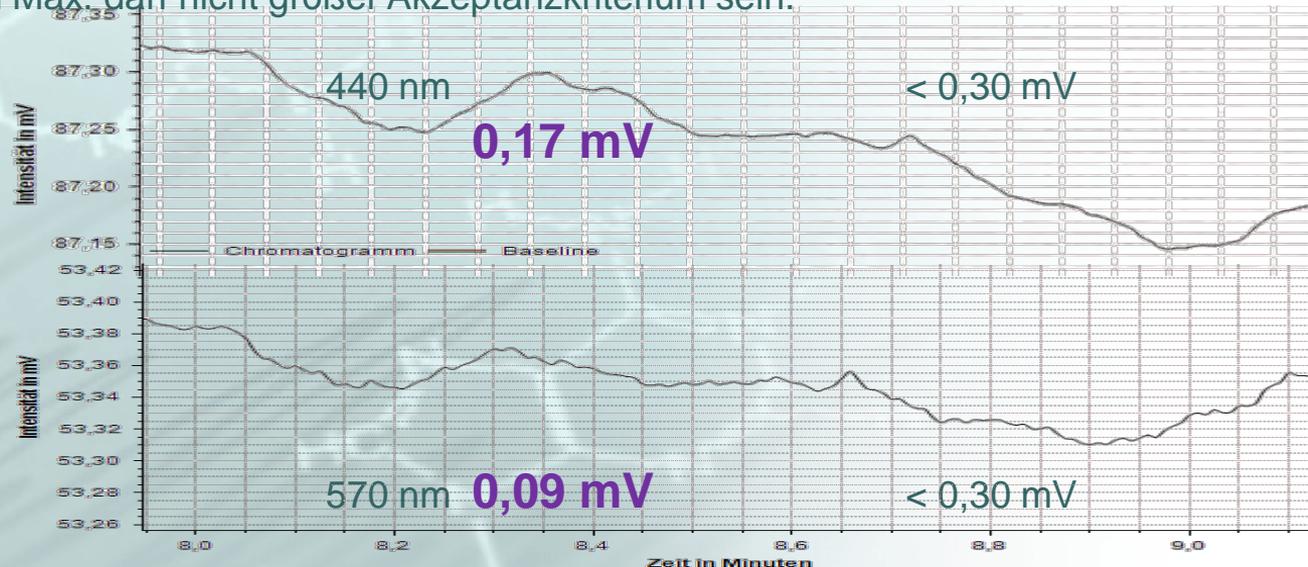
Test „Temperaturkontrolle Reaktor“ erfolgreich abgeschlossen am 21.02.2013

Unterschrift Kunde: _____ Unterschrift Service-Techniker: *[Signature]*

Qualifizierung

Signal-Rausch-Verhältnis

Puffer A-1 oder A 6 (isokratisch und Ninhydrinlösung). Min. und Max. Ausschlag werden in einem Zeitraum von 1 Minute gemessen. Die Differenz zwischen Min. und Max. darf nicht größer Akzeptanzkriterium sein.





Qualifizierung

Richtigkeit der Flussrate (quaternäre Pumpe)

10 Messungen bei 0,45 ml/min

0,440 – 0,460 ml/min

Sollwert:	0,45	ml/min
Messwert	1: 0,4575	ml/min
	2: 0,4534	ml/min
	3: 0,4521	ml/min
	4: 0,4532	ml/min
	5: 0,4533	ml/min
	6: 0,4534	ml/min
	7: 0,4535	ml/min
	8: 0,4524	ml/min
	9: 0,4534	ml/min
	10: 0,4538	ml/min

Präzision der Flussrate

10 Messungen bei 0,45 ml/min:
r. St. Abw. < 1,00 %

Mittelwert:	0,4534	ml/min	Akzeptanzkriterium	0,440 – 0,460 ml/min
Standard-Abweichung:	0,00068	ml/min		
relative Standard-Abweichung:	0,15	%		< 1,00%

Test „Flusskontrolle S 2100“ erfolgreich abgeschlossen am 27.02.2013

Unterschrift Kunde: _____ Unterschrift Service-Techniker: _____

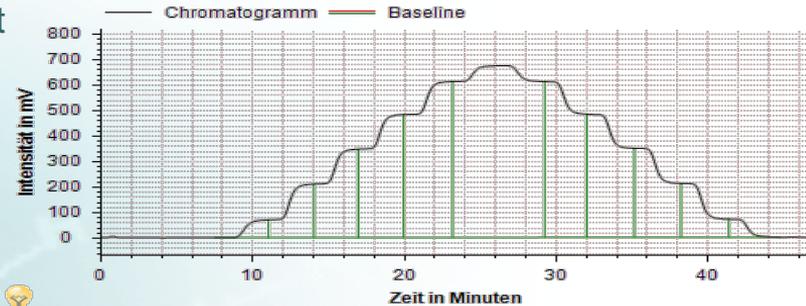
Qualifizierung

Richtigkeit der Gradientenformung

Messung der Signalhöhe eines Stufengradienten mit Kaliumpermanganat in dest. Wasser gelöst [0,2 g / l] im Verhältnis zum theor. Wert

10 %	7,5 % - 12,5 %
30 %	27,5 % - 32,5 %
50 %	47,5 % - 52,5 %
70 %	67,5 % - 72,5 %
90 %	87,5 % - 92,5 %

Richtigkeit
10,31%
31,08%
51,46%
71,45%
90,73%
100,00%
90,73%
71,64%
51,82%
31,35%
10,49%



Peaknr.	Ret. Zeit	Höhe	Fläche	Ergebnis
1	11.03333	69.92152	6365127	0.85377
2	14.025	209.9351	2.560814E+07	3.434882
3	16.94167	346.479	4.878287E+07	6.543366
4	19.94167	481.6844	7.457637E+07	10.00311
5	23.16667	610.9741	1.058798E+08	14.20191
6	26.70833	673.031	2.338651E+08	31.3689
7	29.26667	610.3632	9.009604E+07	12.0848
8	32.025	482.5712	7.853309E+07	10.53384
9	35.175	348.8517	5.091968E+07	6.829981
10	38.25	210.832	2.535655E+07	3.401137
11	41.40833	70.62594	5549020	0.7443036



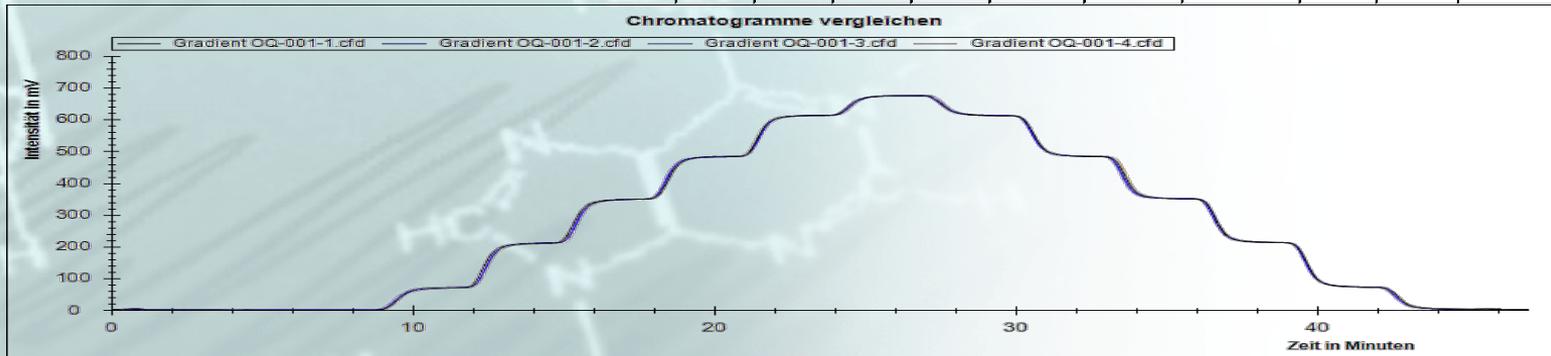
Qualifizierung

Präzision der Gradientenformung

Stufengradient mit Kaliumpermanganat [0,2 g / l dest. Wasser]
mit vier Wiederholungen

10 % < 3,0 %
30 % < 2,0 %
50 % < 1,0 %
70 % < 1,0 %
90 % < 1,0 %

Stufe	Lauf 1	Lauf 2	Lauf 3	Lauf 4	Mittelwert	Richtigkeit	AK Richtigkeit	Stab abs	Stab rel. %	AK Stab rel. %
10%	69,36	69,92	69,14	69,19	69,40	10,31%	7,5% - 12,5%	0,36	0,52%	< 3,0%
30%	209,24	209,94	209,58	207,92	209,17	31,08%	27,5% - 32,5%	0,88	0,42%	< 2,0%
50%	347,12	346,48	346,43	345,25	346,32	51,46%	47,5% - 52,5%	0,78	0,23%	< 1,0%
70%	480,80	481,68	480,27	480,73	480,87	71,45%	67,5% - 72,5%	0,59	0,12%	< 1,0%
90%	610,81	610,97	610,26	610,36	610,60	90,73%	87,5% - 92,5%	0,34	0,06%	< 1,0%
100%	672,91	673,03	672,94	673,05	672,98	100,00%	-----	-----	-----	-----
90%	610,77	610,36	611,14	610,08	610,59	90,73%	87,5% - 92,5%	0,46	0,08%	< 1,0%
70%	481,86	482,57	481,95	482,06	482,11	71,64%	67,5% - 72,5%	0,32	0,07%	< 1,0%
50%	349,22	348,85	348,24	348,70	348,75	51,82%	47,5% - 52,5%	0,41	0,12%	< 1,0%
30%	211,22	210,83	211,23	210,59	210,97	31,35%	27,5% - 32,5%	0,31	0,15%	< 2,0%
10%	71,32	70,63	70,38	69,97	70,58	10,49%	7,5% - 12,5%	0,57	0,80%	< 3,0%





Qualifizierung

Richtigkeit des Druckes (quaternäre Pumpe)

Überprüfung der Richtigkeit des Druckes am
Abschaltpunkt
Einzustellender Messbereich 119,0 bis 121,0 bar

Bei dem eingestellten Messbereich werden
120 bar im Display des Modul angezeigt

9.2.2 Druckkontrolle S 2100

Druckanzeige am Display S2100 120bar



Druckanzeige Messsystem (Druck) 115 bis 125bar



Test „Druckkontrolle S 2100“ erfolgreich abgeschlossen am

26.02 2013

Unterschrift Kunde

[Redacted signature]

Unterschrift Service-Techniker

[Handwritten signature]

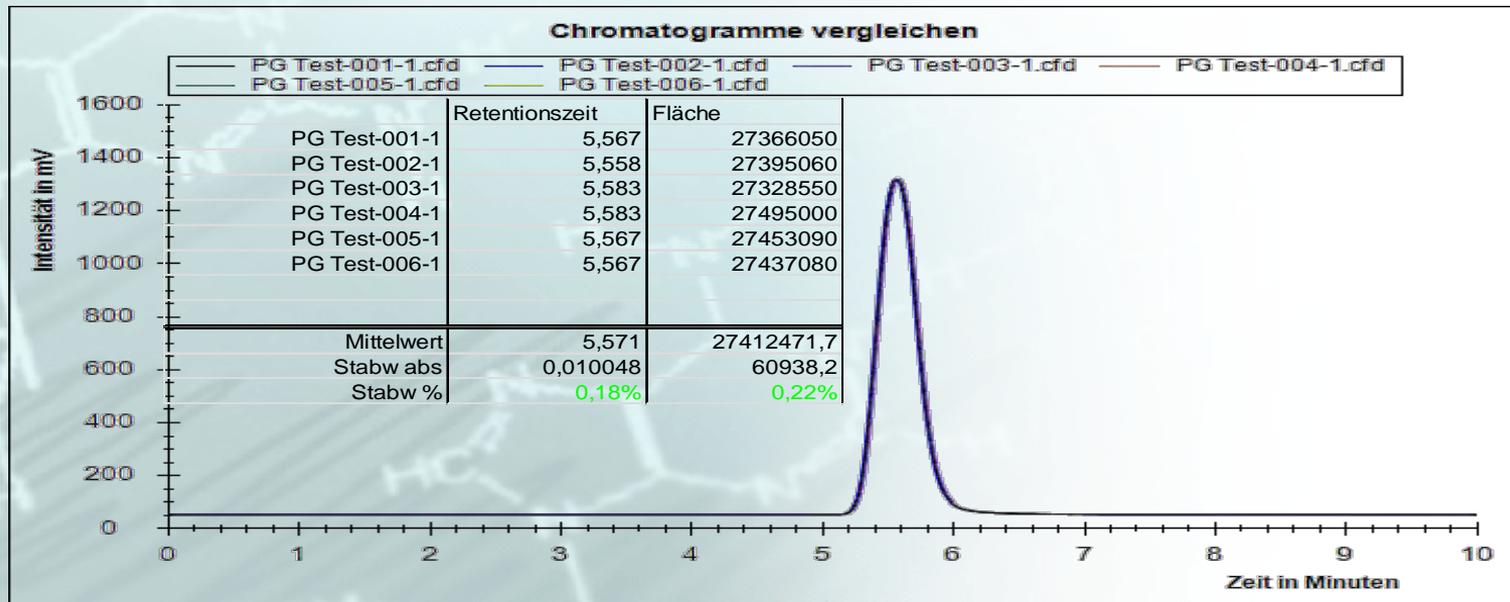


Qualifizierung

Injektorpräzision

6-fach Bestimmung der Verdünnungslösung 6 (siehe Seite 15).
Die Messung findet anhand des Taurin-Peaks bei 570 nm statt

r. St. Abw. < 1,00 %



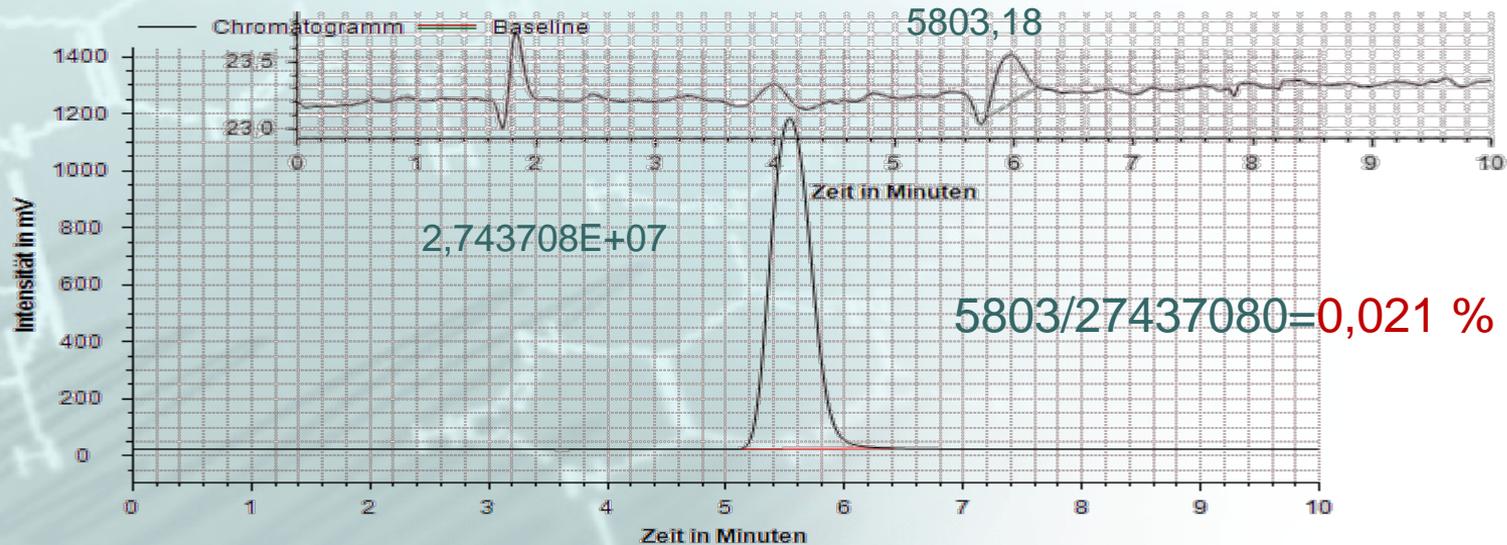


Qualifizierung

Probenverschleppung

Blindwert nach der Analyse der Testlösung
ASA/OQ-B2 (Verdünnungslösung 6).

Verhältnis Peakfläche Taurin Peak aus Blindwert 2 zu
Peakfläche Taurin aus Vergleichslösung 6. < 0,20 %



Qualifizierung

Totzeit

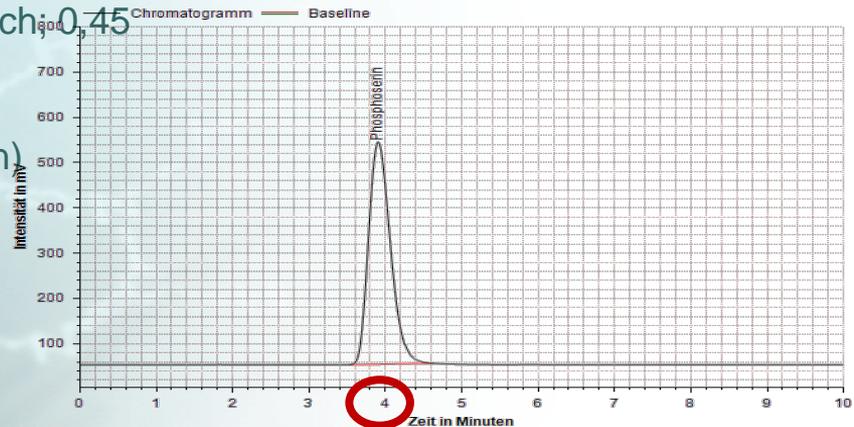
Die Totzeit wird mit der Testlösung ASA/OQ-B1 ermittelt. Als Messwert wird die Retentionszeit von Phosphoserin bei 570 nm, nach dem Injektionszeitpunkt, definiert

< 6,0 Minuten
(LCA K13 < 8,00 Minuten)

quaternäre Pumpe (A- 1 oder A-6 isokratisch; 0,45 ml/min)

Aminomodul (Ninhydrinlösung; 0,30 ml/min)

Säulentemperatur: 50°C





Qualifizierung

Peaksymmetrie

Injektion der Verdünnungslösung 6 (Siehe Seite 15). Die Peaksymmetrie des Taurin-Peaks wird mit der Formel

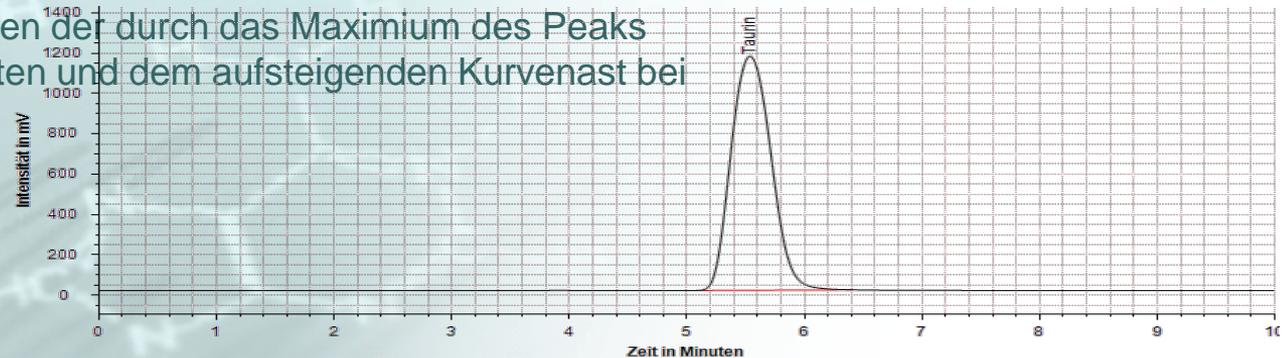
0,8 – 1,5
(LCA-K13: 0,8 – 1.8)

$$P_S = w_{0,05} / 2d$$

$$P_S = 1,144739$$

$w_{0,05}$ = Peakbreite bei 1/20 der Peakhöhe

d = Entfernung zwischen der durch das Maximum des Peaks gezogenen Senkrechten und dem aufsteigenden Kurvenast bei 1/20 der Peakhöhe ermittelt.



Peaknr.	Ret. Zeit	Name	Fläche	Asymmetrie	Bandbreite	HETP	Bodenzahl	K'
1	5.541667	Taurin	2.744237E+07	1.144739	0.3916667	112.6126	1110	4.541667



ChromStar 7 Amino Control

Programmübersicht

Das Chromatographiedaten- und Kontrollsystem **ChromStar 7** dient der Aufnahme und Auswertung chromatographischer Daten sowie - bei Einsatz von entsprechendem Interface - der Steuerung von Chromatographie-Geräten wie Lösemittelfördersystemen, UV-Detektoren und automatischen Probengebern.



Mit dem **Konfigurator** wird die Gerätconfiguration einer chromatographischen Anlage festgelegt.



Im Modul **Sequenz** wird die Probenabarbeitung festgelegt. Zur Aufnahme und Auswertung der Chromatogramme und DAD-Daten sind eine Sequenz und die darin genannte Methode unbedingt erforderlich.



ChromStar 7 Amino Control

Programmübersicht



Im Modul **Methode** wird die zur Aufnahme und Auswertung der Chromatogramme und DAD-Daten notwendige Methode angelegt oder geändert. Die Methode enthält alle zur Gerätsteuerung notwendigen Parameter.



Im **Datenaufnahme**-Modul werden die Geräte und die Aufnahme chromatographischer Daten von einem UV-Detektor oder vergleichbaren Detektoren oder von einem DAD-Detektor gesteuert.



Das **Reprocess**-Modul erlaubt die erneute Darstellung und Bearbeitung gespeicherter chromatographischer Daten, von DAD-Daten und Spektren.



Der **Batch Wizard** führt den Anwender durch Kalibrierungen, tabellarische Seriendarstellungen und Ausdrücke, erlaubt die quantitative Auswertung von Chromatogrammen, die Darstellung und Wiederbearbeitung einer Gruppe von Chromatogrammen und vieles mehr.



ChromStar 7 Amino Control

Programmübersicht



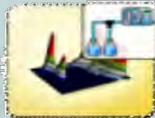
Mit dem **Report Editor** werden Druckvorlagen zum Ausdruck von Methoden und Ergebnisdateien erstellt.



Das Modul **Benutzerverwaltung** verwaltet die Zugriffsrechte. Es können Benutzer angemeldet und Passwörter vereinbart werden.



Der **Navigator** unterstützt die grafische Arbeitsweise beim Ausführen von Analysen und Bearbeiten von Ergebnisdateien.



Im Modul **Visualization Editor** wird ein Bild der Chromatographieanlage erzeugt, das im Runtime-Modul im Kontrollfenster erscheint und alle relevanten Gerätparameter anzeigt.



Mit dem **Skin Editor** wird das Erscheinungsbild der Chromatogramme grafisch gestaltet.



ChromStar 7 Amino Control

Log in

Administrator

ChromStar 7.0.11

Benutzername: Service
Password: *****
Erlauben

ChromStar 7.0.11

Benutzername: Service
Password: *****
Amino

ChromStar 7.0.11

ChromStar Sperren
Möchten Sie ChromStar sperren?
Ja Nein

Volle Systemrechte
Aktiviert GLP-mode (nicht deaktivierbar)
Nimmt User auf
Nur Lesen der Konfiguration
im GLP-mode



ChromStar 7 Amino Control

Log in

User

Systemrechte nach Freigabe:
Zugeordnete Anlagen;
Erzeugen von Methoden;
Editieren von Methoden und Auswertungen;
Analysendurchführung.



ChromStar 7 Amino Control

Log in

Superuser



Tagespasswort abhängig vom System aus Datenbank abrufbar (gestützter Audittrail)

Eingabe der Qualifizierungen und Systembausteine

Noteneinsatz bei unerlaubten Eingriffen



ChromStar 7 Amino Control

Benutzerverwaltung



ChromStar Benutzerverwaltung

Datei Konfiguration Benutzer Hilfe

Mini
Service
Unbekannt

Benutzerdaten
Benutzername: Mini
Passwort:

Berechtigungen

- darf Daten aufnehmen
- darf Methoden editieren
- darf Zeittabellen editieren
- darf Integrationsparameter editieren
- darf Peak Tabellen editieren
- darf Chromatogrammspuren löschen
- darf Reintegrieren
- darf Geräte einstellen
- darf Benutzerrechte einstellen
- darf Kalibrieren

Geräteberechtigungen

Amino.ccf

Neue Instrumentenberechtigung

Allgemeiner Audit Trail

Audit Trail Ansicht

Zeit	Benutzer	Aktion
29.11.2011 11:20:37	Service	Modul geöffnet: Methodeneditor
29.11.2011 11:20:59	Service	Modul beendet: Methodeneditor
29.11.2011 11:22:14	Service	Modul geöffnet: Methodeneditor
29.11.2011 11:22:51	Service	Modul beendet: Methodeneditor
29.11.2011 11:23:31	Service	Modul beendet: Navigator
29.11.2011 11:25:01	Service	Modul beendet: Methodeneditor
29.11.2011 11:44:19	Modul geöffnet: Navigator	
29.11.2011 11:44:30	Modul geöffnet: Batch-Wizard	
29.11.2011 11:44:55	Modul beendet: Batch-Wizard	
29.11.2011 11:44:59	Modul geöffnet: Methodeneditor	
29.11.2011 11:45:40	Modul beendet: Methodeneditor	
29.11.2011 11:45:46	Modul geöffnet: Konfigurator	
29.11.2011 11:45:50	Modul beendet: Konfigurator	
29.11.2011 11:45:55	Modul geöffnet: Benutzerverwaltung	
29.11.2011 11:46:01	Sicherheitsstufe wurde geändert zu: Passwort benötigt	
29.11.2011 11:46:17	Neue Benutzer: Service	
29.11.2011 11:46:39	Administration wurde gespeichert	
29.11.2011 11:46:39	Modul beendet: Benutzerverwaltung	
29.11.2011 11:46:43	Modul beendet: Navigator	
29.11.2011 11:46:59	Service	Modul geöffnet: Navigator (Sicherheitslevel: Passwort)
29.11.2011 11:47:04	Service	Modul geöffnet: Batch-Wizard (Sicherheitslevel: Passwort)
29.11.2011 11:47:10	Service	Modul beendet: Batch-Wizard
29.11.2011 11:47:12	Service	Modul geöffnet: Benutzerverwaltung (Sicherheitslevel: Passwort)
29.11.2011 11:47:22	Service	Sicherheitsstufe wurde geändert zu: GLP
29.11.2011 11:47:24	Service	Administration wurde gespeichert
29.11.2011 11:47:24	Service	Modul beendet: Benutzerverwaltung
29.11.2011 11:47:26	Service	Modul beendet: Navigator
29.11.2011 11:47:42	Service	Modul geöffnet: Navigator (Sicherheitslevel: GLP)
29.11.2011 11:47:47	Service	Modul geöffnet: Batch-Wizard (Sicherheitslevel: GLP)
29.11.2011 11:48:08	Service	Modul beendet: Batch-Wizard
29.11.2011 11:50:54	Service	Modul geöffnet: Methodeneditor (Sicherheitslevel: GLP)
29.11.2011 11:51:07	Service	Modul beendet: Methodeneditor

ChromStar Benutzerverwaltung

Datei Konfiguration Benutzer Hilfe

Service
Unbekannt

ChromStar 7.0 Administrator

Sperzeit

Sperzeit Konfigurieren

Zeit: 0 min

Abbrechen OK

ChromStar 7.0 Administrator

Inaktivitätszeit

Inaktivitätszeit Konfigurieren

Zeit: 0 min

Abbrechen OK

ChromStar 7.0 Administrator

Neuer Benutzer

Benutzerdaten

Neuer Benutzername: Mini

Abbrechen OK

ChromStar 7.0 Administrator

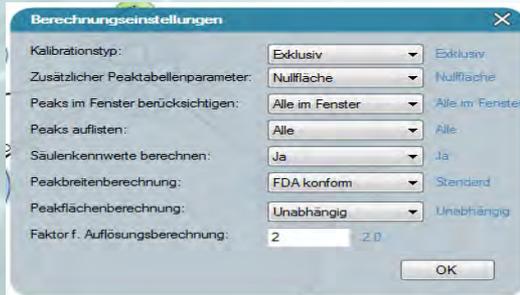
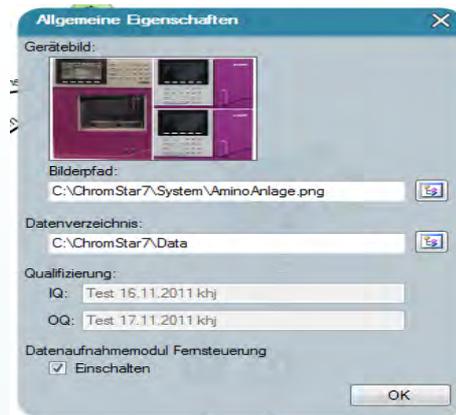
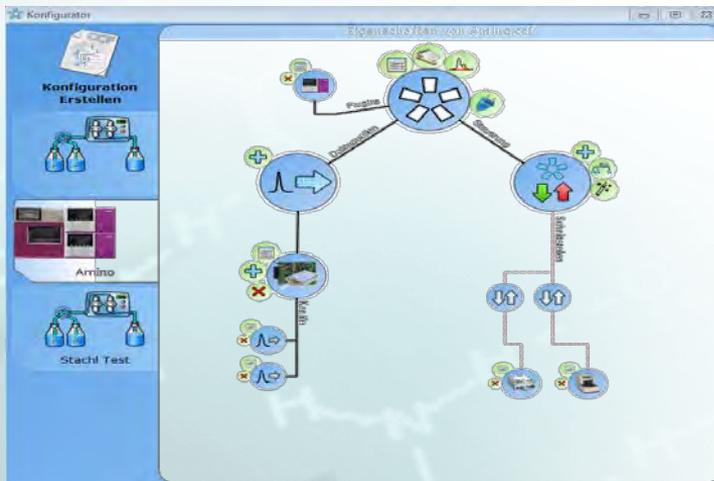
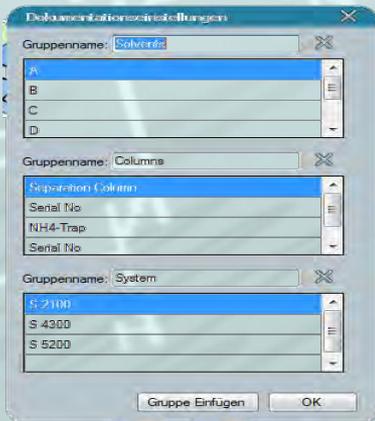


ChromStar 7 Amino Control

Konfiguration



**Ausschließlich
Superuser
im GLP-mode**

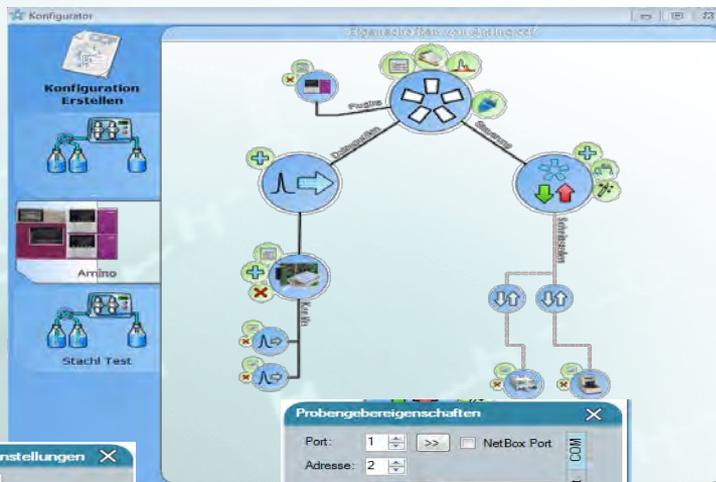




ChromStar 7 Amino Control Konfiguration



**Ausschließlich
Superuser
im GLP-mode**



AD-Wandler Eigenschaften / Voreinstellungen

Datenpunktabstand (ms): 500

Slope Sensitivity ($\mu\text{V/s}$): 100

Basislinien Maximum (mV): 500

Skim Ratio: 3

Filter Faktor (Datenpunkte): 5

Darstellungsbereich (mV): -10 bis 200

Externer Stop aktiv:

Hardware Seriennummer: 21-50-22-02-10

OK

Probenbereitschaften

Port: 1

Adresse: 2

Treiber: S5200_M.dll

Voreinstellung

Probenschleifenvolumen: 100

Injektionsvolumen: 10

Maximalvolumen: 50

Maximale Injektionszahl: 9

Kein-Fläschchen Aktion: Methode Stoppen

Optionale Parameter

Kommando	Param.	Pa	Name	Er

OK

Amino Module Eigenschaften

Amino Hardware Konfiguration

COM Port: 2

Min. Druckbegr. [Bar]: 0

Max. Druckbegr. [Bar]: 25

Ofentemperatur [°C]: 37

Reaktor Temperatur [°C]: 130

SOS Modus Konfiguration

SOS Modus Eingeschaltet

Sagunz: []

SOS-Sound: []

Visualisierung

Säulenofentemperatur ID: 20000

Reaktortemperatur ID: 20001

Reagenzpumpe ID: 2

Reagenzventil ID: 2

Lösensmittel A ID: 0 Volumen: 1000 ml

Lösensmittel B ID: 1 Volumen: 1000 ml

Lösensmittel C ID: 2 Volumen: 1000 ml

Lösensmittel D ID: 3 Volumen: 1000 ml

Wasser ID: 4 Volumen: 10000 ml

Nitrydrid ID: 5 Volumen: 2000 ml

Abfall ID: 6 Volumen: 1000 ml

Lösensmittelberechnung Aktiv

OK

Pumpeneigenschaften

Type: **Nieder-G. / Hardware-Hochd.**

Port: 3

Adresse: 1

Treiber: SykamS2100_M.dll

Voreinstellung

Minimaldruck: 0

Maximaldruck: 200

Flussrate: 0.45

Zykluszeit: 5000

Zusätzlich

Ist isokratisch

Pumpendruck aufnehmen

Lösensmitteländerung bestätigen

Equilibrierungsstopp: 0.00 min

Optionale Parameter

Kommando	Param.	Pa	Name	Er

OK



ChromStar 7 Amino Control Methode



ChromStar 7 Methode - [Amino] - [Hydrolisat Std.met]

Datei Extras Kalibration Hilfe

Information
Allemeins
Dokumentation

570 nm Analyse Peak-Tabelle
440 nm Analyse Peak-Tabelle
Zeit Tabelle

Information

Autor: khj Datum:

Notizen: Standard Hydrolisat Program

Ergebnisdateiname

Name
 aktuelles Datum
 Autor

aktuelle Zeit
 Proben ID

Methodenname
 Auto-Inkrement

Sequenznr.

Datenaufnahmeparameter

Laufzeit: 50.00 min
Datenpunktabstand: 500 ms
Zeittabelle:

ChromStar 7 Methode - [Amino] - [Hydrolisat Std.met]

Datei Extras Kalibration Hilfe

Information
Allemeins
Dokumentation

570 nm Analyse Peak-Tabelle
440 nm Analyse Peak-Tabelle
Zeit Tabelle

Information

Dokumentation

Solvents

A: A-1/Na-citrate; N=0.12; pH=3.45 - Lot No: 07100110
B: B-1/Na-citrate; N=0.20; pH=10.85 - Lot No: 16090110
C: not used
D: Regeneration Solution Na; N=0.45 - Lot No: 15100110
Reag.: Ninhydrin - Lot No: 20100110 prepared: 23.11.2010
Flush: dest. Wasser / Isopropanol 50 : 50

Columns

Separation: Cation Separation Column LCA K 05/Na
Part No.: 51 12 007
Serial No.: 04100510 packed :08.10.2010
NH4-Traps: Amonium Filtration Column LCA K 04/Na
Part No.: 51 12 005
Serial No.: 05 100 510

ASA Serial No



ChromStar 7 Amino Control Methode



ChromStar 7 Methode - [Amino] - [Hydrolisat Std.met]

Datei Extras Kalibration Hilfe

Information Allgemein Dokumentation

570 nm Analyse Peak-Tabelle

440 nm Analyse Peak-Tabelle

Zeit Tabelle

Datenaufnahme Kanaltyp: A/D Wandler

Nomierung

Verzögerung (min): 0.00

Min. Intensität (mV): -10.00

Max. Intensität (mV): 400.00

Integration

Zeit	Funktion
0.000	Slope Sensitivity
0.000	Skim Ratio
0.000	Max Baseline Level
0.000	Filter Factor

Auswertung

Berechnungsbasis: Fläche

Berechnungsmethode: Nomierung

Berechnungseinheit: nM

Minimale Fläche bzw. Höhe: 10

Anzahl an Konzentrationen: 1

Peakfenster nachführen:

Säulenlänge (mm):

Totzeit (min):

Ausgeführte Kalibration: E

Kalibration anzeigen

ChromStar 7 Methode - [Amino] - [Hydrolisat Std.met]

Datei Extras Kalibration Hilfe

Information Allgemein Dokumentation

570 nm Analyse Peak-Tabelle

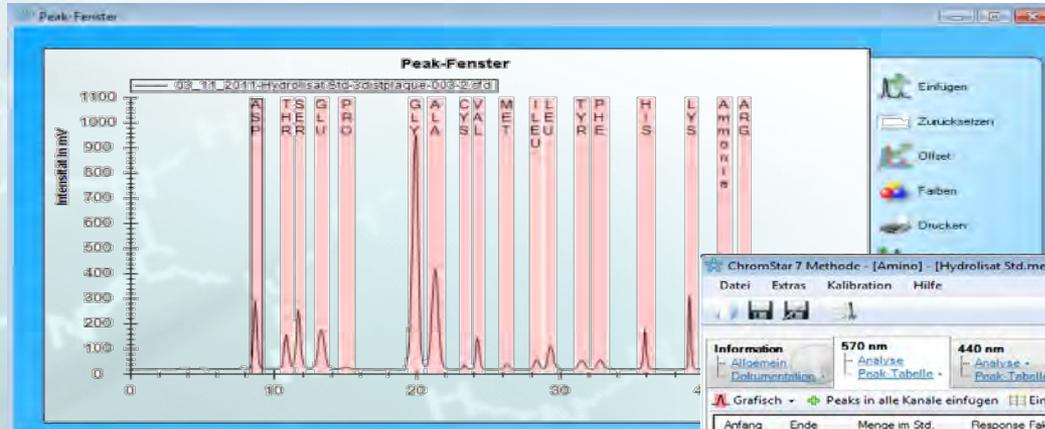
440 nm Analyse Peak-Tabelle

Zeit Tabelle

Zeit [min]	Funktionstyp	Funktionsparameter			
Initialisierung	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
Initialisierung	Flussrate	Wert [ml/min]: 0.45			
Initialisierung	Amino Flussrate	Flussrate: 0.25			
Initialisierung	Amino Reaktortemperatur	Temperatur: 130			
Initialisierung	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 56			
Initialisierung	Amino Reagenzienventil	Wert: Ninhydrin			
4.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
11.500	Lösemittelzusammensetzung	A: 85.0%	B: 15.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
17.500	Lösemittelzusammensetzung	A: 80.0%	B: 20.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
21.500	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 56			
23.500	Lösemittelzusammensetzung	A: 67.0%	B: 33.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
26.500	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 74			
27.500	Lösemittelzusammensetzung	A: 20.0%	B: 80.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
29.500	Lösemittelzusammensetzung	A: 20.0%	B: 80.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
30.500	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 100.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
41.500	Amino Reagenzienventil	Wert: Wasser			
43.500	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 100.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
43.600	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 100.0%
46.600	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 100.0%
46.700	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
48.500	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 74			



Chromstar 7 Amino Control Methode



ChromStar 7 Methode - [Amino] - [Hydrolysat Std.met]

Datei Extras Kalibration Hilfe

Information 570 nm 440 nm Zeit
Allosein Analyse Analyse
Dokumentation Peak-Tabelle Peak-Tabelle

Grafisch Peaks in alle Kanäle einfügen Eingabespalten Eingabe Konzentrationslevel:

Anfang	Ende	Menge in Std.	Response Faktor	Area0	Peakname	Code
9.690	9.195	1.0000E+001	2.2345E-006	0.0	ASP	
10.492	11.377	1.0000E-001	2.1477E-006	0.0	THR	
11.511	12.146	1.0000E+001	2.1059E-006	0.0	SER	
12.854	13.820	1.0000E+001	2.1649E-006	0.0	GLU	
14.580	15.653	1.0000E+001	0.0000E+000	0.0	PRO	
19.444	20.330	1.0000E+001	2.1618E-006	0.0	GLY	
20.767	21.894	1.0000E-001	2.1562E-006	0.0	ALA	
22.967	23.691	5.0000E+000	2.0349E-006	0.0	CYS	
23.906	24.652	1.0000E+001	2.1215E-006	0.0	VAL	
25.720	26.766	1.0000E-001	2.1911E-006	0.0	MET	
27.881	28.698	1.0000E+001	2.1083E-006	0.0	ILEU	
28.811	29.616	1.0000E-001	2.1212E-006	0.0	LEU	
30.984	31.950	1.0000E-001	2.2270E-006	0.0	TYR	
32.130	33.337	1.0000E+001	2.1910E-006	0.0	PHE	
35.420	36.627	1.0000E-001	2.1877E-006	0.0	HIS	
38.779	39.584	1.0000E-001	1.9912E-006	0.0	LYS	
40.961	41.927	1.0000E-001	2.0963E-006	0.0	Ammonia	
42.464	43.269	1.0000E+001	2.2877E-006	0.0	ARG	

Methoden-Änderungsprotokoll

Methoden-Änderungsprotokoll (06.12.2011 12:00:13)

Anzeigeoptionen

Filter: Kein Filter

Zeige Einträge

von: Erster Eintrag

bis: Letzter Eintrag

Bereingen

Von: Erster Eintrag

Bi: vor einem Jahr

Bereingen

Drucken

Schließen



ChromStar 7 Amino Control Sequenz



ChromStar Sequenz Editor 1.0 - [Amino] - [Hydrolisat Std.csq]

Fläschchen: 1 bis 8 Analysenmethode: []
Kalibration: Keine Einzelreport: Kein Ausdruck
Zusätzlich: Nichts Gesamtreport: Kein Ausdruck

Fläsch	Inj.	Vol.	Laufzeit	Probenbezeichnung	Faktor	Einwaag	Int. Std.	Lvl.	Info
1	1	50	50.000	Std 1	1.0000	1.0000	0.0000	0	
2	1	50	50.000	Std 2	1.0000	1.0000			
3	1	50	50.000	Std 3	1.0000	1.0000			
4	1	50	50.000	Std 4	1.0000	1.0000			
5	1	50	50.000	P 1346	1.0000	1.0000			
6	1	50	50.000	P 1347	1.0000	1.0000			
7	1	50	50.000	P 1348	1.0000	1.0000			
8	1	50	50.000	P 1349	1.0000	1.0000			

Neue Sequenzzeile

CSV Daten importieren...

Datei: C:\ChromStar7\data\Potsdam\Sequenzimport.csv

CSV Start Zeile: 3

Separator: Semikolon Dezimalpunkt: Dezimalpunkt

Vial	Injections	Volumne	Runtime	SampleID
1	1	50	50	Std 1
2	1	50	50	Std 2
3	1	50	50	Std 3
4	1	50	50	Std 4
5	1	50	50	P 1346
6	1	50	50	P 1347
7	1	50	50	P 1348
8	1	50	50	P 1349

Spalte Spalten-Nr. Standard

- Fläschchen 1 1 (Start)
- Injektions 2 1
- Volumen 3 1 µl
- Laufzeit 4 1 min
- Proben ID 5
- Faktor 6
- Einwaage 7
- Int. Std. 8
- Konz. Level 9
- Info 10
- Report

Abbrechen Importieren

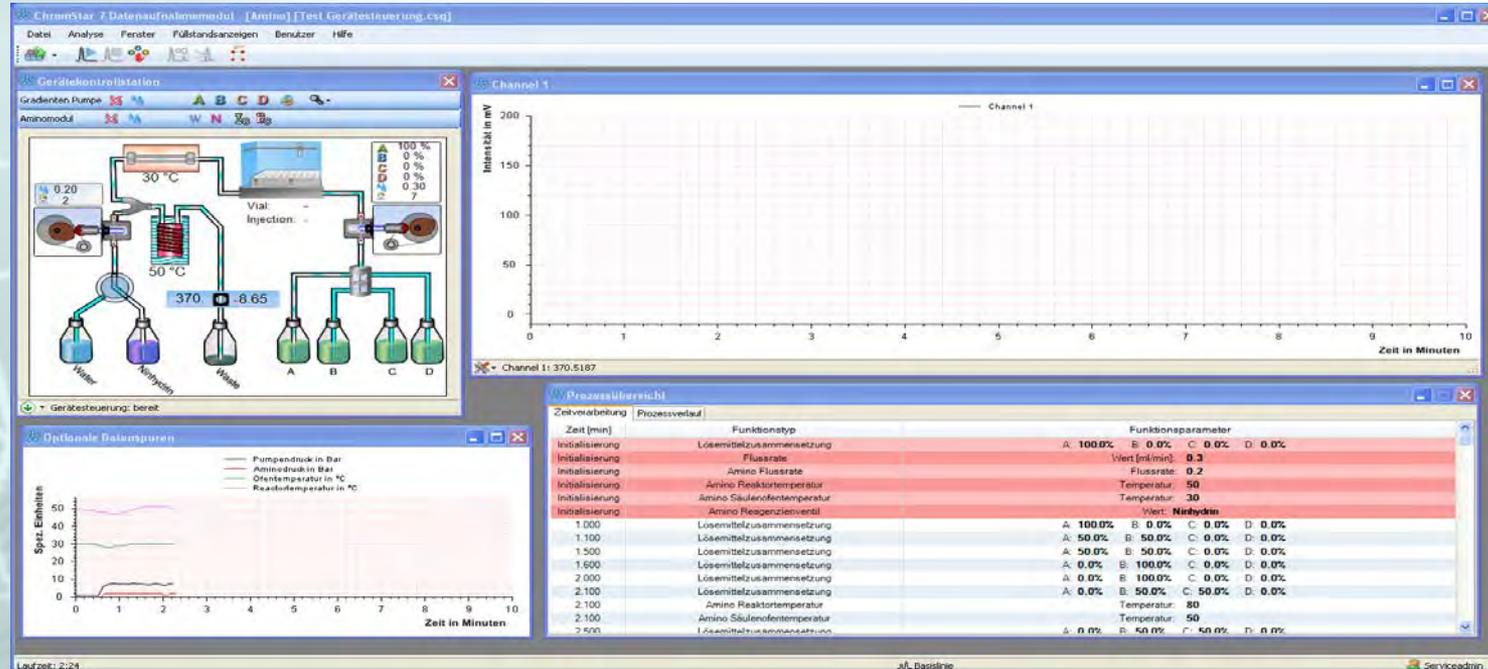
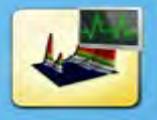
Microsoft Excel spreadsheet showing the imported data. The spreadsheet has columns for Vial, Injections, Volume [µl], Runtime [min], Sample ID, Factor, Weight, Concentration on level, Internal Standard, and Information. The data rows correspond to the sequence editor table above.

Vial	Injections	Volume [µl]	Runtime [min]	Sample ID	Factor	Weight	Concentration on level	Internal Standard	Information
1	1	50	30	Std 1	1,00E+00	0,00E+00	1	0,00E+00	Import test
2	1	50	30	Std 2	1,00E+00	0,00E+00	1	0,00E+00	Import test
3	1	50	30	Std 3	1,00E+00	0,00E+00	1	0,00E+00	Import test
4	1	50	30	Std 4	1,00E+00	0,00E+00	1	0,00E+00	Import test
5	1	50	30	P 1346	1,00E+00	0,00E+00	1	0,00E+00	Import test
6	1	50	30	P 1347	1,00E+00	0,00E+00	1	0,00E+00	Import test
7	1	50	30	P 1348	1,00E+00	0,00E+00	1	0,00E+00	Import test
8	1	50	30	P 1349	1,00E+00	0,00E+00	1	0,00E+00	Import test



ChromStar 7 Amino Control

Datenaufnahmemodul





ChromStar 7 Amino Control Reprocess



ChromStar 7 Reprocess

03_11_2011-Hydrolysat 3d1-3d1plaque-003-2.d4

Integration

Probeninfo

Fläschchen 3 Injektion 2 (704)

Probenbezeichnung: 3039plaque
Referenz: 0.000904-600
Einkaufspreis: 0.000905-600
Preis: 0.000905-600
Konz.Losung: 1

Peaknr.	Ret. Zeit	Höhe	Fläche	Prozent	Name
1	9.7	267.9705	4835404	6.087023	ASP
3	10.85833	134.1172	2885024	3.611855	THR
4	11.7	228.2798	4892650	5.804753	SER
5	13.3	156.2413	4893236	5.980367	GLU
6	19.89167	930.7249	2.798514E+07	34.08535	GLY
7	21.25	398.408	1.305529E+07	15.87139	ALA

Berechnungsart: Normierung
Fläschchen 3 Injektion 2 (3d1plaque)

Rohdaten enthalten sämtliche Informationen



ChromStar 7 Amino Control Reprocess



ChromStar 7 Reprocess

03_11_2011 Hybrid 3rd Subtleque-003 2.rst

Information

570 nm 440 nm Zeit Tabelle

Information

Adresse: ... Datum: 03.11.2011

Methodenparameter

Laufzeit: 00:10:00 min
Datenanschubzeit: 000 min
Zustelle:

Fläschchen 3 Injektion 2 (Subtleque) SuperUser

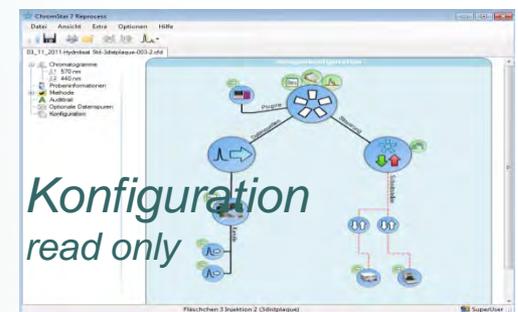
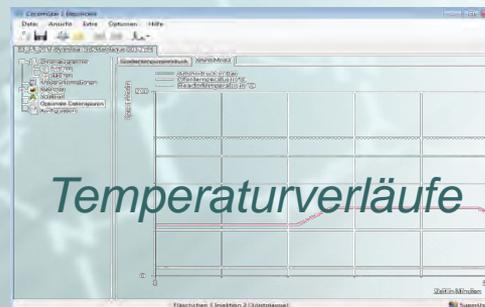
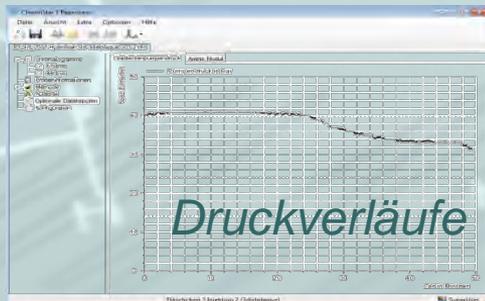
ChromStar 7 Reprocess

03_11_2011 Hybrid 3rd Subtleque-003 2.rst

Audittrail

Datum	Benutzer	Text
03.11.2011 21:19:10	ChromStar 7 Amino Control	Datenaufnahme beendet. Pumpendruck: 33
03.11.2011 21:19:10		Probe Integration und Kalibrierung.
08.12.2011 11:49:57	SuperUser	Automatische Integration und Kalibrierung in Reprocess.

Fläschchen 3 Injektion 2 (Subtleque) SuperUser





ChromStar 7 Amino Control

Batch-Wizard



Aktion

- Drucken
- Reintegrieren
- Integration mit neuer Methode
- Neuberechnung
- Neuberechnung mit neuer Methode
- Einpunktkalibration
- Mittelwertberechnung
- Multi-Level Kalibration
- Tabellensche Senendarstellung
- Chromatogramme vergleichen
- Daten Konvertieren
- Streuungsberechnung
- Ergebnisexport

Batch-Wizard

Ordnen: C:\ChromStar7\Data\00 mit Synth... Chromatogrammen\00 mit Synth Ova

- ValMuS-Level 1-007.u6f
- ValMuS-Level 2-036.u6f
- ValMuS-Level 3-058.u6f
- ValMuS-Level 4-074.u6f
- ValMuS-Level 5-093.u6f
- ValMuS-Level 5-094.u6f
- ValMuS-Level 5-095.u6f

Batch-Wizard

Möchten Sie die Ergebnisse drucken?

Batch-Wizard

Nr.	Report	Typ	Datenname	Methode	Krit. Level	Problem ID
1		Multi-Lev.	ValMuS-Level 1.	Validierung	1	Level 1
2		Multi-Lev.	ValMuS-Level 2.	Validierung	2	Level 2
3		Multi-Lev.	ValMuS-Level 3.	Validierung	3	Level 3
4		Multi-Lev.	ValMuS-Level 4.	Validierung	4	Level 4
5		Multi-Lev.	ValMuS-Level 5.	Validierung	5	Level 5

Kalibrierungsergebnisse

Peak: A

Ordnung:
 Ebene
 Zweite
 Dritte

Russwertkoeffizienten:
KD: -0.04974118
KT: 5.25737E-05
K2: 0
K3: 0

Statistische Werte:
sqr: 0.9999999
stddev: 0.0004326495

Nr.	Zeit	Std. Abw.	Fläche	Erk. File	ValMuS-Level	Unit
1	0.267	1	589194.0		ValMuS-Level 1-007	
2	0.275	2	502197.0		ValMuS-Level 2-036	
3	0.275	3	770187.4		ValMuS-Level 4-074	
4	0.267	4	960375.0		ValMuS-Level 5-093	



ChromStar 7 Amino Control

Report-Editor



Report Editor 3.0 - [Chrom-Full-DE (SC).cps]

Datei Bearbeiten Papier Hilfe

Chromatogramm: Text		Text	
Information			
Autor:	Text		
Bemerkungen:	Text		
Probenbezeichnung:	Text	Probeninformation:	Text
Probenfaktor:	Text		
Probeneinwaage:	Text		
Proben Int Std:	Text	Injektion/Fläschchen:	Text
Proben konz. Level:	Text	Injektionsvolumen (µl):	Text
Methode			
Methode:	Text		
Dokumentation			
Peaktabelle			
Berechnungsmethode:	Text	Berechnungsbasis:	Text
Seite	Text	von	Text
			Text

- [-] Basis Elemente
- [-] Chromatogramm
- [-] Probeninformationen
- [-] Methodenwerte
- [-] Kanalabhängige Werte
- [-] Ergebnisse
- [-] Seitenstatus
- [-] DAD
- [-] Grafik
- [-] Laufzeitparameter



ChromStar 7 Amino Control

Skin-Editor



ChromStar 7 Skin Editor

Skins

- Classic
- Enhanced ChromStar
- HighSpeed
- Matrix
- Night
- Sahara
- Scientific
- Simple
- Sky
- Standard**
- TheWall
- Vista

Eigenschaften

Hintergrund | Achsen | Chromatogramm | Legende | Peak-Fenster | Beschriftung

Schriftart: Arial

Größe: 12

Modifizierer:

- Fett
- Unterstrichen
- Kursiv
- Kantenglättung
- Schlagschatten

Verschiedenes

- Schriftfarbe: [Black]
- Schattenfarbe: [Black]
- Winkel: 0
- Schattenabstand: 0.05
- Schattenwinkel: 45

Intensität in mV (0.0 to 1.2) vs **Zeit in Minuten** (0.0 to 1.2) vs **Lösungsmittel** (0.0 to 1.2)

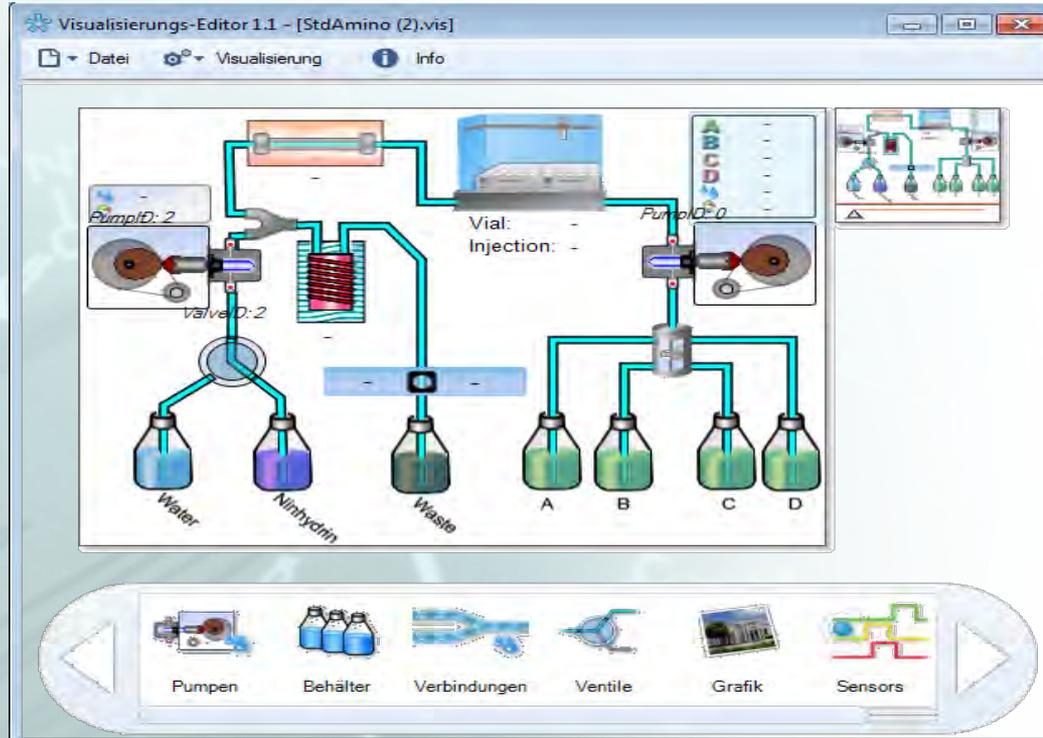
Legende

Neuer Skin



ChromStar 7 Amino Control

Visualisierungs-Editor





ChromStar 7 Amino Control

Qualifizierungen

Freigabe Muster ChromStar 7			
Titel:	Versionkontrolle 7.11	Page:	1
		Version:	2.2
answmod (C:\CmStar\Star7\2011-11-02	9-Duplexes\02\02\Formulare\10	chrobod (C:\CmStar\Star7\2011-11-02	2011-11-02

nr.	Aktion	Dokument	Dat.	revid (mm/yyyy)	abgesch (mm/yyyy)
1	Grundvalidierung der soft-ware	SCPA-Protokoll * Testfazit	18.10.2011		
2	Änderungsprotokoll	SVEA-log (Date)	17.11.2011		
3	SCPA Funktionsfest nach Version 25.11.2011	SCPA-Protokoll * Testfazit			
4	Eingangstest Sykam nach OQ V 1.7	OQ-Protokoll	17.11.2011		
5	Testphase	BT1 Installiert: 18.10.2011 Testbericht: BT2 Installiert: 18.10.2011 Testbericht: BT3 Installiert: 18.10.2011 Testbericht: BT4 Installiert: Testbericht:			
6	Erstellung eines Installationsdatensatzes mit update Anweisungen	Update-Master-CD 4	17.11.2011		
7	Update von ChrS7.09 auf ChrS7.11 mit update Master CD 4 und Funktionskontrolle	OQ-Protokoll	20.11.2011		
8	Freigabe	Die ChromStar 7 Version 7.09 hat alle Testphasen für die Steuerung / Datenverarbeitung Chromatographischer, Sykam Systeme durchlaufen und wird sowohl als Neuinstallation, wie auch als update im pharmazeutischen Umfeld freigegeben. Fürstenfeldbruck.	1		

Corresponding document for official use prepared by (m/last/date): www.sykam.com	03.03.2012 doc:\cm\c01\02\Formulare\Freigabe\CD4\02\Freigabe_03.03.12.docx 6/6:docname: sykam01(01)\Formulare\Doc\FreigabeCS7\201.docm
---	--

© 2005-2013 Sykam Chromatographie Vertriebs GmbH

www.sykam.com



Jede software Version durchläuft vor Auslieferung eine spezifische Freigabe-Prozedur

Grundvalidierung bei Änderung der Aufnahme und/oder Steuertechniken

Funktionstest nach Vorgabemuster

Eingangstest nach Vorgabemuster

Beta-Test (4-6 Wochen) bei ausgesuchten Anwendern

OQ des software Moduls



ChromStar 7 Amino Control

Qualifizierungen - Funktionstest

Funktionstest Chromstar

SCPA

Funktionstest ChromStar

Erstellt von Jan Uhlenberg

—

Dokumenthistorie

Revision	Datum	Autor
Erste Version	17.11.09	JU
Formatierung überarbeitet	07.12.09	DL
Durchführung der Konfigurationsparam. Test zugefügt	08.05.10	JR
Rechtschreibung und doppelte Sätze entfernt	07.10.11	HR

Inhalt:

Allgemein	2
Methodenparametertest	2
Beschreibung	2
Ausführung	2
Konfigurationsparametertest	3
Beschreibung	3
Erforderliche Datensätze	3
Ausführung	4
Sequenztest	9
Kombinations- und Belastungstest	10
Aktualisierungstest	11
Dauertest	11

Seite 1/11

Letzte Änderung: 25.11.2011 10:50

ChromStar 7: Code Name Svea Test Definitionen und Gruppen

Titel	Datum	Seite
ChromStar7_SVEA_Test_Definitionen	25.10.2010	8 von 88

Das Programm Code Name Svea überführt Dokumentationen von Änderungsanträgen, fehlender Funktionskärtchen sowie aufbereiteten Software der zu entwickelnden Software sowie der Priorität, Status und durchgeführter Tests der jeweiligen Software Änderungen. In Abhängigkeit der betroffenen Software Module können verschiedene Test-Definitionen eingefügt werden, die vor Freigabe der Software durchgeführt werden und deren Ergebnisse durch die SVEA Software dokumentiert werden.

Auf den folgenden Seiten findet sich eine Zusammenfassung der in SVEA verfügbaren Test-Definitionen zum Testen der ChromStar 7 Software Module. Die Einzeleinträge werden in verschiedenen Gruppen eingeteilt um die Zuordnung einer vorgegebenen Testprozedur zu den einzelnen Software-Änderungen zu erleichtern. Ab Seite 25 findet sich die Dokumentation aller SVEA-Einträge für ChromStar 7.

Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 1	2
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 2	3
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 3	4
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 4	5
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 5	6
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 6	7
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 7	8
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 20: Leer	9
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 26: Administration	10
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 28: Kennzeichnungsdatei	11
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 29: Batch-Wizard Tests	12
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 34: ChromStar	13
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 35: Datenabfragemodus	14
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 24: Installieren und Update	15
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 30: Report Editor	16
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 30: Reprozes	17
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 19: Reagenzkontrolle	18
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 36: Sonstige Tests	19
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 36: Genereller IIS Punkte	20
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 36: Methode Kurzentwicklungen	21
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 30: Neuentwicklungen	22
Code Name Svea Änderungsprotokoll für ChromStar 7	23

ChromStar 7: SVEA Change Log

Titel	Software-Änderung	Modul	Code	Version
Version	2011	Optim	09.11.2011	2011

Revision 7992
 Autor: ju
 Date: 02.12.09, Montag, 03. November 2011
 Message: (Info)Svea\Namen\ChangeLog\Info_2011_0203_Woifgang

Modifiziert ChromStar 7: ChromStar 7
 Dev\ChromStar7\AminoControl\SA113\Kontroll\SA113\SA113.cpp
 Modifiziert ChromStar 7: ChromStar 7
 Dev\ChromStar7\AminoControl\SA113\Kontroll\SA113\Properties\AssemblyInfo.cs

Revision 7990
 Autor: ju
 Date: 04.07.09, Freitag, 03. November 2011
 Message: (Info)Svea\Namen\ChangeLog\Info_2011_0704_Woifgang

Modifiziert ChromStar 7: ChromStar 7
 Dev\ChromStar7\AminoControl\SA113\Kontroll\SA113\Properties\AssemblyInfo.cs
 Modifiziert ChromStar 7: ChromStar 7
 Dev\ChromStar7\AminoControl\SA113\Kontroll\SA113\Properties\AssemblyInfo.cs

Revision 7988
 Autor: ju
 Date: 20.11.09, Donnerstag, 03. November 2011
 Message: (Info)Svea\Namen\ChangeLog\Info_2011_1120_Woifgang

Modifiziert ChromStar 7: ChromStar 7
 Dev\ChromStar7\AminoControl\SA113\Kontroll\SA113\Properties\AssemblyInfo.cs
 Modifiziert ChromStar 7: ChromStar 7
 Dev\ChromStar7\AminoControl\SA113\Kontroll\SA113\Properties\AssemblyInfo.cs

Revision 7987
 Autor: ju
 Date: 04.07.09, Donnerstag, 03. November 2011
 Message: (Info)Svea\Namen\ChangeLog\Info_2011_0704_Woifgang

Modifiziert ChromStar 7: ChromStar 7
 Dev\ChromStar7\AminoControl\SA113\Kontroll\SA113\Properties\AssemblyInfo.cs
 Modifiziert ChromStar 7: ChromStar 7
 Dev\ChromStar7\AminoControl\SA113\Kontroll\SA113\Properties\AssemblyInfo.cs

Revision 7986
 Autor: ju
 Date: 03.07.09, Donnerstag, 03. November 2011



ChromStar 7 Amino Control

Qualifizierungen – Versionsfreigabe - OQ

ChromStar 7		
Titel : Beta Testprotokoll		
Errepared (initial/date):	nk / 2011-08-03	checked (initial/date):
Val: Komma 14		
Laborcode:		
Rechnerspezifikation:		
Betriebssystem:		
Service pack:		
Anlysesystem:		
letzte OQ Version:		
Update Version:		
am:		
Installation nach Vorschrift fehlerfrei und erfolgreich		
Installation verlief nicht wie angegeben aber erfolgreich		
Installation war nicht erfolgreich (Fehlerprotokoll Chromstar 7)		
Testintervall min & Wochen sein:		
bis:		
Sequenzen:		
Betriebsstunden:		
Injektionen:		
Kalibrierungen:		
Säurekonditionierung:		
Streuung:		
Mehrpunktkalibrierung:		
1. Ordnung:		
2. Ordnung:		
Area %:		
Externe Std.:		
Über Testbetrieb verlief störungsfrei		
es traten geringfügige Störungen (Fehlerprotokoll Chromstar), die nicht zwingend auf		
update zurückzuführen sind.		
Der Testbetrieb verlief nicht störungsfrei (Fehlerprotokoll Chromstar)		
In der vorliegende Version wären folgende Feature wünschenswert		
Der Beta-Test wird erfolgreich beurteilt und erfüllt die Freigabekriterien.		
Fürstfeldbruck:		
last save by (initial):	nk	Bername:
www.kom(11)/Dokumentationen/TechnischeDokumentation/		
webstar 1.03.docx		
Composing-Document für Office	Bilddaten:	
use generated by (initial/date):	nk / 2011-08-03	
SYKAM Chromatographie Vertriebs GmbH		
E-Mail: info@sykam.de		
+49 (0)8141 66640		

ChromStar 7		
Titel : Beta – Test Fehlerprotokoll		
Errepared (initial/date):	nk / 2011-08-03	checked (initial/date):
Val: Komma 15		
Laborcode:		
Rechnerspezifikation:		
Betriebssystem:		
Service pack:		
Anlysesystem:		
letzte OQ Version:		
Update Version:		
am:		
Fehler kurzbeschreibung:		
Störung war einmalig		
Fehler kommt sporadisch		
Steuerungsfehler		
Ausnahmefehler		
Ergebnisse verwendbar		
Sequenz nicht erfolgreich		
Fehler ist reproduzi		
Auswertungsfehler		
zeitabhängig		
System registriert Fehler mit Meldung		
Störung bedienungabhängig		
Störung Methodenabhängig		
Fehler wurde lokalisiert und definiert		
Diagnose wird überfüllt in Versionsbearbeitung.		
Fürstfeldbruck:		
last save by (initial):	nk	Bername:
www.kom(11)/Dokumentationen/TechnischeDokumentation/		
webstar 1.03.docx		
Composing-Document für Office	Bilddaten:	
use generated by (initial/date):	nk / 2011-08-03	
SYKAM Chromatographie Vertriebs GmbH		
E-Mail: info@sykam.de		
+49 (0)8141 66640		

Operation Qualification Chromstar 7		
Titel : Kommunikationstest, Datenaufnahme und Auswertung		
Errepared (initial/date):	nk / 2011-11-20	checked (initial/date):
Validierung		
Page:		
1 of 43		
Version:		
1.7		

Systembezeichnung _____

Kunde: _____

Standort _____

Anlagen - Nummer / Ref.: _____

Dieses Protokoll besteht inkl. Anlagen aus _____ Seiten.

Datum / Unterschrift Service-Techniker _____ Datum / Unterschrift Kunde _____

last save by (initial):	nk	Bername:	Operation Qualification:Chromstar7_V1.7_2011-11-20.rtf.docx
Composing-Document für Office			
use generated by (initial/date):			
nk / 2011-11-20			
SYKAM Chromatographie Vertriebs GmbH			
E-Mail: info@sykam.de			
+49 (0)8141 66640			



ChromStar 7 Amino Control

Qualifizierungen – Operation Qualification

Operation Qualification Chromstar 7			
Titel: Kommunikationstest, Datenaufnahme und Auswertung	Seite: 32	of 43	
Version: 1.7			
<small>prepared by (prfba/ste/ajr) / 2013-11-21</small>	<small>Validierung</small>	<small>checked (prfba/ste/ajr)</small>	<small>09 / 2013-11-21</small>

7.5.5 Prüfauf Chromatogramm – Level 5



PeakName	PeakTime	Vergrößer.	PeakTime	Aufnahme	Integration	Integ.	Integ.	Abweichung	passiert
A	0.5633	0.025	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56	0.01	
B	0.5843	0.025	0.58	0.58	0.58	0.58	0.58	0.01	
C	0.6000	0.025	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.01	
D	0.6197	0.025	0.62	0.62	0.62	0.62	0.62	0.01	
E	0.6377	0.025	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64	0.01	

PeakName	Height	Height	Integration	Integ.	Integ.	Abweichung	passiert
A	100000	100000	100000	100000	100000	0.00	
B	800000	800000	800000	800000	800000	0.00	
C	1000000	1000000	1000000	1000000	1000000	0.00	
D	1200000	1200000	1200000	1200000	1200000	0.00	
E	1400000	1400000	1400000	1400000	1400000	0.00	

PeakName	Area	Area	Integration	Integ.	Integ.	Abweichung	passiert
A	764.999	764.999	764.999	764.999	764.999	0.0000	
B	1154.999	1154.999	1154.999	1154.999	1154.999	0.0000	
C	1544.999	1544.999	1544.999	1544.999	1544.999	0.0000	
D	1934.999	1934.999	1934.999	1934.999	1934.999	0.0000	
E	2324.999	2324.999	2324.999	2324.999	2324.999	0.0000	
F	2714.999	2714.999	2714.999	2714.999	2714.999	0.0000	

Chromatogramm Level 5 erfolgreich aufgenommen und überprüft **passed**
 Chromatogrammdruck unter Anhang Nr. _____

Titel (siehe Sykba/Info): 814 Benutzername: Operation Qualifizierung Chromstar 7, V1.7, 2013-11-21 (prfba/ste/ajr)
Controlling-Document für offizielle Audits erstellt by (prfba/ste/ajr) Version: 1.7
 SYKAM Chromatographie Vertrieb GmbH ***# (0914) 444440

Datenaufnahme



Operation Qualification Chromstar 7			
Titel: Kommunikationstest, Datenaufnahme und Auswertung	Seite: 37	of 43	
Version: 1.7			
<small>prepared (prfba/ste/ajr) / 2013-11-21</small>	<small>Validierung</small>	<small>checked (prfba/ste/ajr)</small>	<small>09 / 2013-11-21</small>

7.7.4 Test der Statistikfunktion Steuerung

Die dreimal wiederholten Datenaufnahmen Level 5 werden nach der Auswertung über den Stat Wizard der Funktion Steuerung unterworfen. Eines der 3 Datenfiles wird geöffnet und die Daten mit den Grenzwerten in der Tabelle überprüft.

	A	B	C	D	E
Value Level 5 (514) (d)	4.8825	4.8827	4.8841	4.8820	4.8839
Value Level 5 (514) (e)	8.8822	8.8839	8.8854	8.8820	8.8839
Value Level 5 (514) (f)	9.8816	9.8818	9.8803	9.8809	9.8822
Mean	4.8825	4.8827	4.8841	4.8820	4.8839
Standardabweichung	0.0012	0.0012	0.0011	0.0011	0.0012
Standardabweichung (p. %)	0.0001	0.0004	0.0000	0.0004	0.0000
Standardabweichung (p. %)	0.0009	0.0005	0.0002	0.0011	0.0001

RegioName	A	B	C	D	E	F	Toleranz (%)	passed
1) (Prüfung) (prfba/ste/ajr) (prfba/ste/ajr)								
2) (Prüfung) (prfba/ste/ajr) (prfba/ste/ajr)								
3) (Prüfung) (prfba/ste/ajr) (prfba/ste/ajr)								
4) (Prüfung) (prfba/ste/ajr) (prfba/ste/ajr)								

Auswertung Steuerung Level 5 erfolgreich abgeschlossen und überprüft **passed**
 Chromatogrammdruck unter Anhang Nr. _____

Kapitel 7: Datenaufnahme und Auswertung erfolgreich abgeschlossen am: _____

Kunde: _____

Service-Techniker: _____

Titel (siehe Sykba/Info): 814 Benutzername: Operation Qualifizierung Chromstar 7, V1.7, 2013-11-21 (prfba/ste/ajr)
Controlling-Document für offizielle Audits erstellt by (prfba/ste/ajr) Version: 1.7
 SYKAM Chromatographie Vertrieb GmbH ***# (0914) 444440

Auswertung



Operation Qualification Chromstar 7			
Titel: Kommunikationstest, Datenaufnahme und Auswertung	Seite: 38	of 43	
Version: 1.7			
<small>prepared (prfba/ste/ajr) / 2013-11-21</small>	<small>Validierung</small>	<small>checked (prfba/ste/ajr)</small>	<small>08 / 2013-11-21</small>

B: Audit trail

CS7 setzt zur Dokumentation des Audit trails zwei Register ein. Der General log, der alle grundlegenden Operationen vom Start des Systems an dokumentiert. Dieses Register wird nach Überprüfen von S/M8 automatisch abgelegt. Der Chromatogramm Audit trail ist Bestandteil des Chromatogramm-Files und dokumentiert alle Operationen von der Entstehung des Datenfiles bis zur letzten Auswertung. Das Methoden Änderungsprotokoll ist Bestandteil der Methode und wird auch bei der Datenaufnahme im aufgenommenen Chromatogramm abgelegt. Die Kontrolle der Register erfolgt zum Abschluss der OQ und überprüft beispielsweise relevante Kriterien.

B.1 Kontrolle: General audit trail

General log dokumentiert...	passed
...Benutzernamen	<input type="checkbox"/>
...Ändern der Sicherheitsebene zu GLP	<input type="checkbox"/>
...unerfolgreicher Zugriffsversuch (falsche Passworteingabe)	<input type="checkbox"/>
...Laden, Starten und Stoppen einer Sequenz	<input type="checkbox"/>
...Start der Anlage (Start der Datenaufnahme)	<input type="checkbox"/>
...Starten und Beenden der Softwaremodule	<input type="checkbox"/>

Kontrolle General log erfolgreich abgeschlossen und überprüft **passed**
 General log Ausdruck unter Anhang Nr. _____

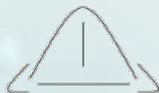
Titel (siehe Sykba/Info): 814 Benutzername: Operation Qualifizierung Chromstar 7, V1.7, 2013-11-21 (prfba/ste/ajr)
Controlling-Document für offizielle Audits erstellt by (prfba/ste/ajr) Version: 1.7
 SYKAM Chromatographie Vertrieb GmbH ***# (0914) 444440



Audittrail

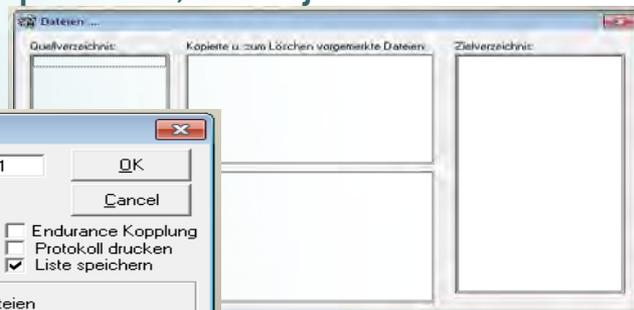
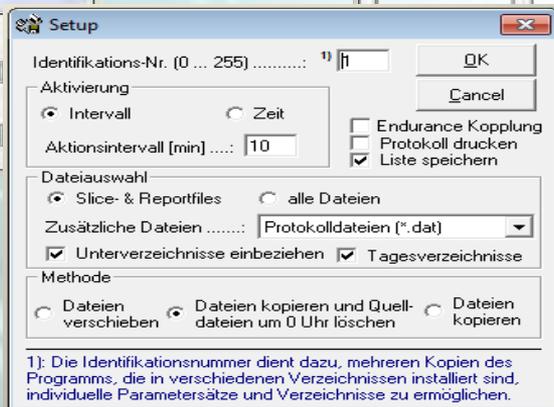
ChromStar 7 Amino Control

Serverlösungen



ChromStar Data Transfer [CDT]

Das servergestützte Programm holt kontinuierlich von den Arbeitsplätzen die erzeugten Rohdaten. Bei Serverausfällen verbleiben die Rohdaten auf den Arbeitsplätzen, sind jedoch für eine Bearbeitung gesperrt.





ChromStar 7 Amino Control

Serverlösungen



ChromStar Zentrale Benutzerverwaltung [CUO]

Die zentrale Benutzerverwaltung kommuniziert mit allen Arbeitsplatzsystemen und stellt sicher, dass Rohdaten nur von jeweils einem User bearbeitet werden können (Zugriffskontrolle).

Die erzeugten Rohdaten sind von allen Analysenplatzsystemen und allen angemeldeten Arbeitsplatzsystemen les- und bearbeitbar, sofern der User die dazu notwendigen Rechte besitzt. Dabei müssen die Konfigurierungen aller zu editierenden Systeme (Methode/Sequenz) installiert sein.

Arbeitsplatzsysteme können alle im Netzwerk freigegebenen Rechner sein, die eine lokal installierte Editier-Software aufweisen.

CS7-Datenfiles sind über jeden Datei-Manager aufrufbar.



ChromStar 7 Amino Control

Serverlösungen



ChromStar LIMS Transfer Templates [CLTT]

Die ChromStar Datenstruktur ermöglicht die vollständige Datenübertragung aller erzeugten Parameter im CSV oder ähnlichen Formaten.

Datenparameter sind hierbei z.B.:

Analysenergebnisse;

Lauf und Kontrollparameter (Druck, Temperatur, Störungen etc);

Systemdaten (Säulen, Fließmittel Lot Nr., Serien Nr. + Standort);

Audittrail.

Nicht weiterzuverarbeitende Daten (Chromatogrammspuren, Druckverläufe etc.) werden im pdf-Format angehängen.



ChromStar 7 Amino Control

Serverlösungen



ChromStar LIMS Import Templates [*CLIT*]

Die ChromStar Datenstruktur ermöglicht die vollständige Probenverwaltung im LIMS.

Die gesamte Analysensequenz – einschließlich Kalibrierungen und Validierungen – wird im LIMS erstellt und an den Aminosäurenanalysator im CSV Format als Analysenauftrag (Sequenz) eingelesen.

Die daraus regenerierten Daten werden wieder nach Freigabe in *CLTT*-Form übergeben, so dass eine lückenlose einheitliche Überprüfung der Probandaten gewährleistet ist.