EZChrom Elite システム適合性試験

EZChrom Elite のシステム適合性試験は、ライセンスオプションであり、EZChrom Elite クロマトグラフィーデータシステムの 機能を拡張して、効率、キャパシティ、分離度および再現性などの実験的変数のシステム適合性計算を自動化することが できます。

(この機能を使用するためには、「システムスータビリティー」のライセンスが必要です)

計算には、USP(米国薬局方)、EMG(指数修正ガウス分布)、AOH(面積/高さ法)、およびDAB(ドイツ薬局方)の4 通りの計算法 から選択することができます。DAB計算は、JP(日本薬局方)、BP(英国薬局方)、EP(ヨーロッパ薬局方)、およびASTMの代用と しても使われます。

ユーザーは、各ピークに対して個別に許容範囲を設定することができます。

システム適合性試験は、一連の測定シーケンスの一部としてプログラムでき、ピークごとあるいは測定ごとに、 合格不合格を 示すシステムスータビリティレポートを自動的に印刷することができます。

システム適合性試験の概略は以下の手順で行います。

- システムスータビリティの設定]ダイアログボックスで必要事項を入力します。各々の対象成分ピークについて、1つまたは 複数の[パラメータ]を選択し、各々のパラメータに対して、最小値、最大値および%RSDの値を設定します。 更に、ノイズテストまたはドリフトテストを設定し、テストの開始時間と終了時間と値(限界値)を入力します。
- 2)カラム性能オプションの計算に必要な非保持時間などのパラメータ値を入力します。カラム性能値の計算方法を選択します。 これは[メソッド]-[メソッドオプション]-[カラム性能]タブを設定して行います。[このチャンネルのカラム性能値を計算する] を選択することにより、システムスータビリティ計算を有効にできます。
- 3)システムスータビリティ標準が含まれているシーケンスをシーケンスの最初の行に指定して実行します。 例えば、USP法に従えば、シーケンスの始めに5つの繰返し測定用標準を測定します。シーケンスの終わりには、 適合性の計算が行われ、EZChrom Eliteクライアント/サーバーはシステムスータビリティレポートを作成します。

設定オプション

設定オプションは、その機器で設定可能なデータの収集と解析のオプションです。設定オプションの一覧は、設定された機器と その機器で利用できるオプションによって決まります。機器の設定オプションを選択する手順は以下の通りです。

1)メインメニューで、機器アイコン上で右クリックし、[構成]---[機器構成]をクリックします。

 	9°-
■ 6990GC古典 ■ 6990GC古典 ■ 7890GC	
構成(F) 機器構成(<u>:)</u>
1-ザ ⁻ の追加/変更(A) 「 ^デ ー ^(A) アイ ^(A) 」	らの設定(X)
切り取り(T) 1ピー(C) 貼り付け(P)	
名前の変更(M) 削除(D)	
サーバ`ーを終了する(S)	

2) [機器の設定]ダイアログボックスの[構成]ボタンをクリックします。

農器名 :	6890GC拡張	ITTEA
職器の種類	Acilent 6890 GC 拡張ドライバ	
ーパー名		

3) [オプション]ボタンをクリックします。



4) [システム適合性試験]のチェックボックスをクリックします。

SEC			
☑ベースラインチェック ☑リテンションタイム ロッキン	ゲ		

5)終了したら[OK]ボタンをクリックします。さらに各画面で[OK]ボタンをクリックし、設定を終了します。

メソッドの設定

システム適合性試験機能を使用するためには、メソッド上で以下の項目を必ず設定します。

- 1. 同定ピークの登録
- 2. 局方による計算式の選択
- 3. システム適合性試験の設定

1. 同定ピークの登録

1) [メソッド] -- [ピーク/グループ] 画面にて登録します。 詳細は、[ヘルプ] -- [キャリブレーション] -- [検量線作成のステップ]を参照ください。

2. 局方による計算式の選択

システム適合性試験の計算を行うためには、使用しているクロマトグラフィーカラムに関する情報が必要です。 これらパラメータは[メソッド]-[メソッドオプション]-[カラム性能]タブ画面で入力できます。

- 1) [メソッド]ー[メソッドオプション]-[カラム性能]をクリックします。①
- 2) カラム性能オプションの計算に必要なカラムに関するパラメータの値を入力します。②



3) [このチャンネルのカラム性能値を計算する]ボックスをクリックして、メソッドに対する適合性計算を有効にします。③

(計算方法)のボックスをクリックして、カラム性能値の計算方法を選択します。
 選択肢には、[USP]、[EMG]、[DAB、JP、BP、EP、ASTM]、[AOH]、[Old-JP]法があります。
 計算方法の詳細は、[ヘルプ]-[平均化]-[以下の項目]を参照ください。

ヘルプの項目名	選択肢
[USP(米国薬局方)の計算方法]	USP
[EMG(指数修正ガウス分布)計算方法]	EMG
[DAB(ドイツ薬局方)の計算方法]	DAB、BP、EP、ASTM
[日本薬局方(JP)15版の計算法]	JP
[面積/高さの計算方法]	АОН
[日本薬局方(JP)14版の計算法]	Old–JP
	を選択してください。④

5)ダイアログでの設定が終了したら、ボックスを閉じてパラメータを有効にします。

3. システム適合性試験の設定

データシステムがシステム適合性試験の計算を行うためには、目的とするピークに対して必要な許容範囲を入力しなければ なりません。これらパラメータは[メソッド]-[システムスータビリティ]画面で入力できます。

1)[ピーク]-[グループ]画面が閉じられていることを確認します。

([システムスータビリティの設定]画面を開くことが出来ません)

2)[メソッド]-[システムスータビリティ]をクリックして[システムスータビリティの設定]画面を表示させます。

💼 6890GC拡張 刈が: DEF6890	enhance.met データ: 6890GC拡張.	L0005 2010-04-05 17-17-32.dat 7°	በ୬ [°] ፻ሳት: Default - [୬ステム አ	
· ファイル(E) 編集(E) 表示(V) 刈り	/ド(M) データ(D) シーケンス(<u>S)</u> 解析(/	.)]>to=W(<u>C</u>) lat [*] =t(<u>R</u>) 94>t*9(<u>W</u>)	NI7° (<u>H</u>)	_ 8 ×
🔁 • 🕭 • 🔚 • 🍇 • 1: דכא	ト検出器 🗸 👗 📕 💓 🔜	£9 fi 🖬 🗊 🔟 🗟 🗛 🖾 O] 🕨 💷 🔘 👒 ?	
tt [*] 5 [*] ->35> 中×	成分名:	# ハ°ラメータ 1 1 ▼ 1 ▼ # テスト 1 ▼	<u> 良小値 最大値 %RSD</u> 開始時 終了時 値	
 □ □ 「 ¬ ¬ f ĩ マニュアルインラク° レーション調整 □ ● 並べて表示 (※ インラグ° レーションイベ°ント (※ インラグ° レーションイベ°ント (※ パンラグ° レージョンイベ°ント (※ パンラグ 				
الله المعالي ال المعالي المعالي المعالي المعالي المعالي				
: ☆ ஊ ベ ベ へ ム ム ム ム	또 스 ^@ '\' 스와 🚉 스간 스 ^^ 네 네 Kalu-	n ne se se les sin Mi A A Mi	5Hz : 🕇 🖶	MIN
				di.

3) [成分名]リスト内で、計算に使用したい最初の成分名をハイライトして選択します。

жл [.] -С:		#	ハ°ラメータ		最小値	最大値	%RSD	
ご〜り@ 0:249 min 💶 - ペーカ @ 0:749 min	× 8	1		•		-		
°−7@1.249 min		2						
		3						
		4						
								Į
	*	_#			開始時	終了時		
	<u>.</u>	#	<u>テスト</u>		開始時	終了時		

4)右側のスプレッドシートで、[パラメータ]項目内の最初のフィールドをクリックします。 使用可能なパラメータのドロップダウンリストが表示されますので、リストからパラメータを1つ選択します。

USPもしくは日本薬局方のS/N比チェックには、[S/N(ASTM)]を選択します。

どのピークについてもシステム適合性試験を行いたくない場合は、[パラメータ]フィールドを空白のままにします。 同様に、試験基準のいずれか(例えば、%RSD)を行いたくなければ、それを空白のままにします。

計算方法を選ぶパラメータについては、ノ	パラメータの後に計算法が括弧で表示されます。
---------------------	------------------------

分名:	#	N°5X-9		最小値	最大値	%RSD	
−7 @ U249 mm – 5 @ 0749 mm		/ S/N (ASTM) 🗲 💳	-				
-⁄7@ 1.249 min	2		-				
	3	司現在のRF	100				
	4						
		ー ASTM LOU					
		SZN (0 22 Y)	-				
		O/ N (AO HW)					
		100					
	#	- , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,		開始時	終了時	値	
	1	-2.2	-	×	°		
	2		201				

パラメータの項目(S/N比の場合は青文字のどちらかを選択します)

保持時間	面積%	分離度(AOH)
面積	高さ%	理論段高さ(Old-JP)
シンメトリー係数	シンメトリー係数(10%)	分離度(Old-JP)
高さ	予測RT 理論段数(Old-JP)	現在のRF
ピーク幅	理論段数(USP)	ASTM LOD
ピーク幅(5%高さ)	理論段高さ(USP)	ASTM LOQ
ピーク幅(10%高さ)	分離度(USP)	面積中心時間
ピーク幅(50%高さ)	理論段数(EMG)	S/N(6シグマ)
USPピーク幅	理論段高さ(EMG)	S/N(ASTM)
相対RT	分離度(EMG)	曲線係数(A)
キャパシティファクタ	理論段数(DAB/JP)	曲線係数(B)
ESTD濃度	理論段高さ(DAB/JP)	曲線係数(C)
ISTD濃度	分離度(DAB/JP)	曲線係数(D)
NORM濃度	理論段数(AOH)	曲線適合性
平均RF	理論段高さ(AOH)	原料量

S/Nの種類の言葉の意味については、次ページを参照ください。

5) 選択したパラメータのそれぞれについて、最小値(Min)、最大値(Max)および最大許容%相対標準偏差(%RSD)を入力します。



直線回帰は、任意の時間範囲内のすべてのデータポイントを使用して計算されます。 (ノイズ計算は、30秒間隔の区間だけが使用されます。間隔が30秒未満の場合は、計算に使用しません。)

S/N=対象ピークの高さ/6シグマノイズ

ASTM S/N



ASTM ノイズ測定(ASTM E 685-93)は、ASTM (米国材料試験協会)によって定められた、流体クロマトグラフィで 使用される可変波長光度検出器をテストする標準的技法に基づいています。時間範囲の大きさに基づいて、ノイズは 3つの異なるタイプに区別されます。ノイズ測定は、定義された時間範囲内のピーク to ピーク測定に基づきます。

S/N=対象ピークの高さ/ASTMノイズ

サイクルタイム、t

ロングノイズ(スケールあり)

検出器シグナル(6 ~ 60 サイクル/ 時の周波数を持つ)の全不規則振動用の最大振幅です。ロングノイズは、 選択された時間範囲が 1 時間を超える場合に測定されます。各サイクルの時間範囲(dt)は、選択された時間範囲内 で少なくとも 6 サイクル発生する 10 分に設定されます。

ショートノイズ(スケールあり)

検出器シグナル(1 サイクル/ 分を超える周波数を持つ)の全不規則振動用の最大振幅です。ショートノイズは、 10 ~ 60 分の選択された時間範囲で測定されます。各サイクルの時間範囲(dt)は、選択された時間範囲内で少なく とも 10 サイクル発生する 1 分に設定されます。

ショートノイズ(スケールなし)(ASTM E 685-93 の一部ではない)

検出器シグナル(1 サイクル/0.1 分を超える周波数を持つ)の全不規則振動用の最大振幅を表すためのものです。 超短期ノイズは、1 ~ 10 分の選択された時間範囲で測定されます。各サイクルの時間範囲(dt)は、選択された時間範囲内で少なくとも 10 サイクル発生する 0.1 分に設定されます。 6)クロマトグラムのテストを行いたいときは、下側のスプレッドシートの[テスト]という列内をクリックします。

ドロップダウンリストからノイズ計算の1つを選択します。

このボックスを選択したら、テストの[開始時間]および[終了時間]および許容限度を決定するための[値]を入力します。 クロマトグラムの開始から終了時間までの部分についてノイズ値が計算され、値(しきい値)と比較されて試験結果が 合格か不合格を判定します。

ただし、ノイズテストのために入力する時間は、クロマトグラムのピークが溶出しないクロマトグラムのベースライン部分を 設定してください。

3分名:		#			最小値	最大値	%RSD	
°− 1/@0.249 min °− 1/@0.740 min	A	1	S/N (ASTM)	+				1
∿-5@1.249 min		2						
		3						
		4				() — — — — — — — — — — — — — — — — — — —		
	*		¥					
	*	#				1		4時間
	*	#		- <i>Nt</i> a	(L) -		開め	台時間
	Ŧ	# 1 2	テスト ASTM <i>バス[®] シ</i> ョート(スケ	ールな	(L)		開め	台時間
	*	# 1 2	テスト ASTM バス [*] ショート(スケ バス [*] (rms)	ールた	دل) ب		開处	台時間
	-	# 1 2	テスト ASTM ノイス [*] ショート(スケ ノイス [*] (rms) ト・リフト (ト・リフト/min) ASTM ノイス・ショート(フケ	ールな			 開め	台時間
	*	# 1 2 •	テスト ASTM ノイス [*] ショート(スケ ノイス [*] (rms) トッフト (トッフト/min) ASTM ノイス [*] ショート(スケ ASTM ノイス [*] ショート(スケ	ールな			開め	台時間

テストの項目

ノイス (rms)	ASTMノイズショート(スケールあり)
ドリフト(ドリフト/min)	ASTMノイス゛ロンク゛(スケールあり)
ASTMノイス・ショート(スケールなし)	6シクマノイス゛

上記項目での言葉の意味については、下記を参照ください。

ノイズテスト(rmsノイズ)

rmsノイズは、n回の測定値から導いた標準偏差です。

$$\left[\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(E_{i} - \overline{E}\right)^{2}}{n-1}\right]^{1/2}$$

rmsノイズ=L

ここで、Ei= 電圧表示値

Ē = n回の測定の平均値

ドリフト(ドリフト/min)

6 シグマ S/N の図でスロープ=ドリフトの意味で傾きを示します。

ASTM ノイズ計算(3項目)

ASTM S/N 項目のサイクルタイムを参照ください。

6-シグマ ノイズテスト

6-シグマ ノイズは、選択した時間範囲内のn個の測定点から求めた標準偏差に6を乗じたものです。この公式では、 ノイズ計算からドリフトを除去するために、平均値の変わりに直線回帰線を使用します。

$$6 \times \left[\frac{\sum_{i=1}^{n} (E_i - f(E_i))^2}{n-1} \right]^{1/2}$$

ここで

Ei =データポイントです。

f(Ei)=全データポイントの直線回帰線上のデータポイント

n は入力した時間範囲内の測定点数です。

7)ドリフトテストを行いたい場合は、[テスト]という列内をクリックします。

[ドリフト(ドリフト/min)]をドロップダウンリストから選択します。

このボックスを選択した場合は、テストの[開始時間]および[終了時間]および許容限度を決定するための[値](単位uV)を 入力します。

8)システム適合性試験の設定を完了したらボックスを閉じます。

システム適合性試験の実行

1) [カラム性能] と[システムスータビリティの設定]の画面設定が完了しましたら、新規にシーケンスを作成するか、既存の シーケンスを変更して設定します。

新規 [ファイル]-[シーケンス]-[シーケンスウイザード](対話形式での入力)① または[新規作成](1つ1つを入力していきます)②



2)シーケンステーブル上でシステムスータビリティに使用する行の[分析タイプ]をダブルクリックします。

[サンプルの分析タイプ]画面では、適用する行で下記の対象項目左側のボックスをクリックし、チェックマークをつけます。 最初の行は、[システムスータビリティ開始(SSB)]

途中の行は、[システムスータビリティ(SSS)] 最後の行は、[システムスータビリティ(SSS)]

. >-5%	ג:1104.seq]
Run #	ステータス	分析知	7°	レベル	回数	バイアル	注入	.量(µl)	サンフ゜ル	メソット・テ	
1		未知試料			1	1	使用す	るメソット 👻		DEF6850enhance.met	
2		システム スー外 リティ	開始(SSB)		1	2	使用す	るメソット		DEF6850enhance.met	
3		システム スー外 リティ((SSS)		1	3	使用す	るメソット゛		DEF6850enhance.met	
4		システム スー外 リティ	終了(SSE)		1	4	使用す	るメソット		DEF6850enhance.met	
5					_						
	サンプ №の分析得47*										
	■検量線	をすべて削除(OCA)	<u> </u>	-7747	1947 000	17%-%-					
	105014V	しの検量線を削除(CCI	ų								
1		をED局(CPT) 、別中にたってより、	サンプルの分れ	FF947°							X
	繰り返し)測定値(が平均(APR) 測定(また影响の(APR)	一級niel	测宁体	た岩(服金(の		12	一分析外72°	のパラメーター		
	「開始の図し」)別定1世を削取してい。 あんしいか		が割た1回 防ち(1 P\/	SCH (1997)		<u></u>				
		7(LPC)		7(LPF)							
	Charles and and		Cites A	SHD	1						
			口 ightuba	-KEDE	(PAR)						
		2 「15」2月月14(1000)		7.一处"则于	/開始(9	SB)					
		、 してい 11年1/222)	19776	スータトリテ	4(555)			ハッラメータロ	ま必要ありま	せん。	
		2-如10元(後文(SSE)	19276	スータビリテ	储容了(S	SE)					
	ロサフリー開	地台(SMR)	ロサマリー開	bh(SME	3)						
	□#7U-(S	(MR)	-177/-(8	SMR)							
	ロサフリー総	T(SME)	ロサマリー総	T(SME)						
		サマリー(VSM)	ロバイアル	サマリー(い	SM)						
	DQC fry	ゥ(CKS)	QC fry	ウ(CKS)			=				
	□添加なし	(USP)	□添加なし	U(USP)			-				
	□添加(SF	PK)	□添加(SI	PK)							
	□添加サン	つ"ル 1(SP1)	□添加サン	7°1 1(S	P1)						
	□添加サン	7°1 2(SP2)	□添加サン	7% 2(5	P2)						
	ロデュフリク		<u>□デュフツク</u>		, DP2)						
	1-1-1-30	1.0886//AAD	ロキャリプレ	ーション開	始(CAB)					
			ロキャリブレ	ーション終	7 (CAE	10 - E					
			1-251	レチェック							
			□^^-,751	シファイル			-		0	DK キャンセル	NH7°
							refai				

次に、システムスータビリティの判定が出たときの処理について設定をします。
 シーケンステーブル上でシステムスータビリティに使用する行の[アクション]をダブルクリックします。
 [アクション]画面では、[テスト]、[結果]、[アクション]、[パラメータ]の各項目を設定します。

各項目の詳細は、[ヘルプ]-[シーケンス]-[シーケンススプレッドシートの基礎]-[シーケンスランのアクションの設定]を 参照ください。

<u> こ</u> シーケンス	(:1104.:	seq				<i>6</i> .						83
Run #	くテータス	分析タイプ	バル		バイアル	注入量(μ	サンフプル メソット	゛データファイル	サン <u>フ</u> °ル	アクション	УŦ	
1		未知試料 🕨 🕨	0	1	1	使用する・	net	•	1			
2		システム スー外リティ開始	0	1	2	使用するメンシ	e.me	t	1			
3		システム スータビリティ(SSS	0	1	3	使用するメソッ	e.me	t	1			
4		システムスー外リティ終了	0	1	4	使用するメンッ	e.me	t	1			
5												
	ſ	Рдуау										x
		# テスト 1 システム スー光 リテ 2 任意の条件 キャリフリーション QC システム スール リティ ハート*ウェアステータス 濃度試験	*	結	[果	775	y ▼	ν,	<u>⋽メー</u> タ			
								ОК		キャンセル	<u>^⊮7°</u>	

テストの項目

キャリブレーション システムスータビリティ 濃度試験 QC ハードウェアステータス ベースラインチェック

限度超過

アクション								
#	テスト	結果	- J	アクション		∧°∋×	%	
1 97	ステム スータビリティ 👻	Fail			•			
2		Pass						
		Fail						
						[1	
						OK	キャンセ	μ <u>^ルプ</u>

結果の項目

	Pass	Fail	データ収集不可	[回復可能	限度未満
рауву						
# テスト 1 ジステム スータ 2	[®] IJテ₄ ▼ Fa	結果 il ▼	アクション 林-ス* 中止 ボース* 再注入 2ーザー フロがラムを実行する シャットダウン アラーム		₽,5×-8	
				0	K ++>tell _	~/l7°

アクションの項目

中止	ポーズ
再注入	ユーザープロフラムを実行する
シャットダウン	アラーム
移動	システムスータビリティを再開する
継続	

4) レポートを自動的に印刷したい場合は、[シーケンスラン]画面から[シーケンスレポート印刷]オプションを選択する必要が あります。

実行範囲			a 11 7 97 1 13
すべて(<u>A</u>)	97-: N/A		-WP7(E)
€ 選択(E)	処理モート: ノーマル	-	
○範囲(<u>R</u>)	フッラケットキャリフッレーション: なし	•	
印刷			
□ メソッドレポート印刷	€ 1回ごとに一時停止		
☞ シーケンスレホペート印刷	€ キャリプレーションセットごとに一時停止		

[シーケンスレポート印刷] にチェックを入れてある場合は、シーケンス完了後にシステムスータビリティレポートが 印刷されます。

5)システムスータビリティレポートを画面上で見るには、[レポート]-[表示]-[シーケンスレポート]をクリックします。 シーケンスレポートのリストの中でシステムスータビリティレポートを選択します。

システムスータビリティレポートを印刷するには、[レポート]-[印刷]-[シーケンスレポート]をクリックしてから、 [システムスータビリティレポート]を選択します。シーケンス終了後、レポートを自動的に印刷させるには[シーケンスの プロパティ]ダイアログの中で[シーケンスレポート印刷]オプションを選択しておきます。