Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition

Conceptos y flujos de trabajo



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2010-2013, 2014

No se permite la reproducción de parte alguna de este manual bajo cualquier forma ni por cualquier medio (incluyendo su almacenamiento y recuperación electrónicos y la traducción a idiomas extranjeros) sin el consentimiento previo por escrito de Agilent Technologies, Inc. según lo estipulado por las leyes de derechos de autor estadounidenses e internacionales.

Número de referencia del manual:

M8301-95015

Edición

01/2014

Impreso en Alemania

Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn

Este producto puede usarse como componente de un sistema de diagnóstico in vitro si dicho sistema está registrado ante las autoridades competentes y cumple la normativa aplicable. De lo contrario, únicamente está previsto para un uso general de laboratorio.

Versión de software

Esta guía es aplicable a la versión C.01.06 de Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition.

Microsoft® es una marca registrada de Microsoft Corporation en Estados Unidos.

Garantía

El material contenido en este documento se proporciona "tal como es" y está sujeto a modificaciones, sin previo aviso, en ediciones futuras. Además, hasta el máximo permitido por la ley aplicable, Agilent rechaza cualquier garantía, expresa o implícita, en relación con este manual y con cualquier información contenida en el mismo, incluyendo, pero no limitado a, las garantías implícitas de comercialización y adecuación a un fin determinado. En ningún caso Agilent será responsable de los errores o de los daños incidentales o consecuentes relacionados con el suministro, utilización o uso de este documento o de cualquier información contenida en el mismo. En el caso que Agilent y el usuario tengan un acuerdo escrito separado con condiciones de garantía que cubran el material de este documento y que estén en conflicto con estas condiciones, prevalecerán las condiciones de garantía del acuerdo separado.

Licencias sobre la tecnología

El hardware y/o software descritos en este documento se suministran bajo una licencia y pueden utilizarse o copiarse únicamente de acuerdo con las condiciones de tal licencia.

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de **PRECAUCIÓN** indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento de operación, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se ponen en práctica, pueden provocar daños en el producto o pérdida de datos importantes. No avance más allá de un aviso de **PRECAUCIÓN** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de ADVERTENCIA indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento de operación, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se ponen en práctica, pueden provocar daños personales o la muerte. No avance más allá de un aviso de ADVERTENCIA hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

En esta guía...

En esta guía se describen los conceptos de Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition. A lo largo de este documento, el término ChemStation siempre se refiere al software Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition.

En este manual se describe cómo utilizar las funciones de adquisición, análisis y presentación de datos en OpenLAB CDS ChemStation Edition C.01.06 de una manera eficaz para aumentar la productividad del laboratorio.

1 Conceptos básicos de OpenLAB CDS ChemStation Edition

En este capítulo se explican los principios de trabajo con ChemStation, incluidos el control remoto, la interfaz gráfica y las vistas de ChemStation.

2 Trabajo con métodos

Los métodos son una parte fundamental de ChemStation. En este capítulo se explican estos conceptos de forma detallada.

3 Adquisición de datos

Este capítulo contiene una introducción al proceso de adquisición de datos.

4 Automatización/secuencias

En este capítulo se describen los conceptos de automatización. Se explica cómo utilizar secuencias en ChemStation, qué ocurre cuando se ejecuta una secuencia y cómo personalizar secuencias.

5 Ejecutar cola y Planificador de cola

En este capítulo se explican los conceptos Ejecutar cola y Planificador de cola. Se explica cómo añadir muestras individuales, secuencias o pausas a Ejecutar cola.

6 Conceptos de análisis y revisión de datos

En este capítulo se explican resumidamente las opciones de análisis de datos y revisión de datos. En OpenLAB CDS ChemStation Edition, estas opciones están disponibles en dos vistas separadas.

7 Calibración

En este capítulo se explican los conceptos de calibración.

8 Elaboración de informes

En este capítulo se describen los conceptos de Intelligent Reporting y Classic Reporting.

9 Funciones y conceptos específicos de CE

Este capítulo es importante únicamente si se utiliza ChemStation para controlar instrumentos de CE.

Contenido

1 Conceptos básicos de OpenLAB CDS ChemStation Edition 9

Términos y abreviaturas 11
Introducción 12
Control remoto de instrumentos 13
Acerca del software ChemStation 16
Estructura de datos de ChemStation 36

2 Trabajo con métodos 41

Definición de método 43
Partes de un método 44
Tipos de métodos 46
Creación de métodos 48
Edición de métodos 49
Administración de métodos 53
¿Qué sucede cuando se ejecuta un método? 61

3 Adquisición de datos 69

Definición de adquisición de datos 70
Monitores en línea 73
Libro de registro 74
Información del estado 75
Reglas y alertas 77

4 Automatización/secuencias 79

Definición de la automatización 81
¿Qué son las secuencias y las plantillas de secuencia? 82
Parámetros de secuencias 83
Tabla de secuencia 84
Creación de secuencias(Secuencias y plantillas de secuencias) 85
Easy Sequence 88
Uso de secuencias (secuencias y plantillas de secuencias) 93
Archivo de registro de secuencias 106
¿Qué ocurre cuando se analiza una secuencia? 107
Estructura del fichero de datos de la secuencia 109
Operación postsecuencia 119
Recalibración automática 121
Especificación de recalibraciones 122
Tipos de secuencias 125

5 Ejecutar cola y Planificador de cola 139

Flujos de trabajo compatibles 140
Usar la Run Queue 142
Usar Queue Planner 145

6 Conceptos de análisis y revisión de datos 147

Análisis de datos 148
Review 164

7 Calibración 167

Definición de términos 168
Tipos de calibración 169
Calibration Table 177
Suma de picos 178
Muestras desconocidas 179
Recalibración 180

8 Elaboración de informes 183

Definición de informe 184
Presentación clásica e inteligente 186

Intelligent Reporting 187
Classic Reporting 195

9 Funciones y conceptos específicos de CE 207

Funciones específicas de CE de la Agilent ChemStation en la vista Method and Run Control 208
Tipo superior del pico 211
Tipos de calibración 212
CE-MS 215
Subdirectorios del método para modos CE diferentes 216



1 Conceptos básicos de OpenLAB CDS ChemStation Edition

Términos y abreviaturas 11

Introducción 12

Control remoto de instrumentos 13

Acerca del software ChemStation 16

- Sistema operativo 16
- Almacenamiento central de datos 16
- Métodos y secuencias 17
- Configuración del sistema 17
- Visor del método de adquisición 17
- Opciones de descarga del método 18
- Modelo de datos 18
- Convenciones de los nombres de ficheros 19
- Interfaz de usuario de software 22
- Adquisición de datos 25
- Análisis de datos 26
- Elaboración de informes 29
- Utilidades y compatibilidades 30
- Personalización 30
- Automatización 30
- Ejecutar cola y Planificador de cola 32
- Buenas prácticas de laboratorio 33

Estructura de datos de ChemStation 36

- Sin creación de carpetas únicas 36
- Con creación de carpetas únicas 37
- Activación y desactivación de la función de creación de carpetas únicas 39

1 Conceptos básicos de OpenLAB CDS ChemStation Edition

En esta guía...

En este capítulo se explican los principios de trabajo con ChemStation, incluidos el control remoto, la interfaz gráfica y las vistas de ChemStation.

Términos y abreviaturas

Tabla 1 Términos y abreviaturas utilizados en este documento

Término	Descripción
ChemStation	OpenLAB CDS ChemStation Edition
EZChrom	OpenLAB CDS EZChrom Edition
Data Store	OpenLAB Data Store
ECM	OpenLAB enterprise content manager
RC .Net	Interfase RapidControl .Net

Introducción

Agilent OpenLAB es un paquete de software de laboratorio que ofrece una arquitectura abierta e interfaces reutilizables y estandarizadas. Existen distintas soluciones OpenLAB para cada paso del ciclo vital de los datos científicos:

- Chromatographic Data System (CDS)

  OpenLAB CDS está disponible en las versiones EZChrom Edition y ChemStation Edition. En este manual se describe la versión ChemStation Edition.
- Enterprise Content Manager (ECM)
- Data Store
- Electronic Lab Notebook (ELN)

OpenLAB CDS proporciona pleno control instrumental sobre los sistemas LC, GC, CE, CE-MS y LC-MS de Agilent. Ofrece herramientas para adquirir datos, analizarlos e interpretarlos con un sistema de control diseñado para instrumentos de múltiples fabricantes y basados en distintas técnicas. El software cromatográfico se inicia desde el panel de control de OpenLAB, desde donde puede acceder a todas las funciones ofrecidas por OpenLAB Shared Services.

Control remoto de instrumentos

Con una configuración de sistema distribuido, es posible configurar e iniciar instrumentos ChemStation desde cualquier OpenLAB Control Panel que esté conectado al servidor de OpenLAB Shared Services.

Inicio de instrumentos

Para configurar o iniciar instrumentos, puede utilizar los botones *Configure Instrument*, *Launch online* y *Launch offline* del OpenLAB Control Panel. En las configuraciones de estación de trabajo independiente o en red, el diálogo de configuración del instrumento se ejecuta en el PC local. No obstante, con una configuración de sistema distribuido, la aplicación ChemStation en sí se ejecuta en una máquina de control instrumental Agilent Instrument Control (AIC) y el usuario accede a la aplicación mediante una conexión de escritorio remoto a la máquina AIC.

Las ventanas de la ChemStation remota se muestran independientemente del OpenLAB Control Panel; es posible iniciar un instrumento, cerrar el panel de control y seguir trabajando con el instrumento. También es posible ejecutar múltiples instancias de OpenLAB Control Panel en un mismo cliente utilizando diferentes credenciales de acceso. Las diferentes credenciales se propagarán a los instrumentos que el usuario inicie desde el correspondiente panel OpenLAB Control Panel.

Es posible identificar los instrumentos que se están ejecutando en una máquina AIC remota por medio del título de la ventana, que contiene tanto el nombre del instrumento como el nombre de la AIC.

Desconexión de sesión

Los instrumentos que funcionan con un controlador AIC son independientes del cliente desde el que se abra la conexión de Escritorio remoto. Si el cliente se desconecta, por ejemplo, debido a un fallo de red, las secuencias que se estén ejecutando en el instrumento proseguirán sin que eso las afecte. Para recuperar el control del instrumento una vez resuelto el problema con la red, basta con hacer clic nuevamente en el botón *Iniciar en línea* o *Iniciar fuera de línea*.

Para desconectarse por iniciativa propia, haga clic en el botón **Close** o siga la ruta **File > Exit**. El cuadro de diálogo **Close** incluye un botón **Disconnect** adicional. Al desconectarse, cortará la conexión de Escritorio remoto pero el instrumento seguirá funcionando.

NOTA Puede desconectar la conexión de Escritorio remoto durante la ejecución de una secuencia.

Para volver a conectarse a ese instrumento, simplemente haga clic de nuevo en el botón *Iniciar en línea* o *Iniciar fuera de línea* del panel de control de OpenLAB. Puede efectuar la reconexión desde cualquier panel de control de OpenLAB conectado al servidor de OpenLAB Shared Services.

Si hace clic en *Iniciar fuera de línea* para reconectarse a un instrumento en línea o viceversa, se abrirán dos ventanas de instrumento: una para el instrumento en línea y otra para el instrumento fuera de línea.

Toma de control de sesión

Puede tomar el control de una sesión existente haciendo clic en el botón *Iniciar en línea* o *Iniciar fuera de línea* del OpenLAB Control Panel en un ordenador diferente.

- Si ha iniciado un instrumento desde el OpenLAB Control Panel de un primer PC y seguidamente accede a un OpenLAB Control Panel de un segundo PC con las mismas credenciales de usuario e inicia desde allí el mismo instrumento, estará simplemente tomando el control de la sesión existente y podrá proseguir desde el segundo PC cualquier cosa que haya iniciado en el primero.

NOTA No se muestra ninguna advertencia si el nuevo usuario y el usuario previo tienen las mismas credenciales.

- Si otro usuario ha iniciado el instrumento desde el OpenLAB Control Panel de un PC diferente y usted dispone de los privilegios necesarios, también podrá tomar el control de esa sesión. Debe tener el privilegio **Take over ChemStation Remote Session** y, si el otro usuario ha bloqueado en privado la ChemStation, también debe tener el privilegio **Break Session Lock**.

  Si toma el control de la sesión, el otro usuario recibirá un mensaje informándole de que usted va a tomar el control de la sesión. Tan pronto como el

otro usuario haya confirmado ese mensaje, la ventana del instrumento se cerrará en el PC de tal usuario y se abrirá en el suyo. El otro usuario recibe un mensaje indicando qué usuario ha tomado el control de la sesión.

Los instrumentos en línea y fuera de línea se incluyen en la misma sesión y, por tanto, se transfieren siempre de manera conjunta. Si en una sesión hay iniciados un instrumento en línea y un instrumento fuera de línea, la toma de control transfiere el control de ambos instrumentos con independencia de si se ha hecho clic en el botón *Iniciar en línea* o *Iniciar fuera de línea*. Si hace clic en *Iniciar fuera de línea* y la sesión incluye solamente un instrumento en línea, o viceversa, obtendrá dos ventanas de instrumento: una para el instrumento en línea y otra para el instrumento fuera de línea.

Acerca del software ChemStation

Sistema operativo

Para utilizar la versión C.01.06 de ChemStation es necesario disponer del sistema operativo Windows 7 o Windows 8.1.

Los gráficos de control de ChemStation requieren disponer de Microsoft Excel.

Almacenamiento central de datos

Un sistema de almacenamiento de datos centralizado puede guardar todo tipo de datos electrónicos, sin importar cuál sea el formato de datos patentado. Los datos primarios de ChemStation (y otros documentos legibles, como libros de trabajo) se almacenan junto con *metadatos*; esto facilita enormemente la búsqueda de datos. Los métodos, plantillas de secuencias, plantillas de informes y archivos de datos de ChemStation (secuencias y análisis individuales) pueden cargarse en el repositorio central y descargarse posteriormente en ChemStation, si es necesario.

Agilent pone a su disposición dos sistemas para el almacenamiento de datos centralizado:

- El software *OpenLAB Data Store*, disponible como solución de servidor único que proporciona una gestión de datos centralizada para laboratorios de pequeño y medio tamaño con hasta 30 instrumentos. Ofrece la seguridad necesaria para garantizar el cumplimiento de los requisitos legales aplicables. Consulte la documentación del software OpenLAB Data Store para obtener más información.
- El software *OpenLAB ECM*, disponible como solución de servidor único o solución distribuida de varios servidores, que permite dar respuesta a las necesidades de gestión integral de datos de laboratorios en los que existan desde unos pocos instrumentos hasta cientos de ellos. También ofrece la seguridad necesaria para garantizar el cumplimiento de los requisitos legales aplicables. Consulte la documentación del software OpenLAB ECM para obtener más información.

Para obtener más información sobre los conceptos de ChemStation con almacenamiento de datos centralizado, consulte la *Guía de conceptos de Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition con almacenamiento de datos centralizado*.

Métodos y secuencias

El método analítico describe completamente cómo se realiza una separación determinada. Contiene todos los parámetros para el control instrumental, la adquisición y la evaluación de datos, incluida la integración, cuantificación e informes. El sistema se puede configurar para que adquiera los datos de varias muestras con diferentes métodos. El fichero de control de este tipo de operación se denomina secuencia, y contiene la información de cada muestra, referencias a los métodos apropiados y especificaciones de recalibración automática. Para obtener más información sobre métodos y secuencias, consulte "Automatización/secuencias" en la página 79 y el sistema de ayuda en línea.

Configuración del sistema

La configuración del sistema instrumental se realiza mediante el OpenLAB Control Panel, que a su vez inicia el Configuration Editor. Permite definir los instrumentos, sus direcciones GPIB o LAN, los directorios de los datos, las secuencias y métodos y el tamaño inicial de pantalla del software ChemStation. Además, se puede activar o desactivar Intelligent Reporting y 3D Spectral Evaluation, y se pueden definir las opciones de descarga del método.

Visor del método de adquisición

Con el Visor del método de adquisición, puede comprobar los parámetros de adquisición almacenados en un método, independientemente de la configuración del instrumento actual. Puede elegir aplicar este método en su versión original al instrumento, o bien resolverlo con la configuración del instrumento actual.

Opciones de descarga del método

Las opciones de descarga del método definen el comportamiento de ChemStation, si el último método seleccionado de la sesión previa del instrumento difiere de la configuración actual del instrumento. Se puede elegir entre las siguientes opciones:

- **Download method to instrument**

  El último método seleccionado se descarga al instrumento. La configuración del instrumento se sobrescribirá. Este comportamiento se corresponde con las revisiones C.01.03 o inferiores de ChemStation.

- **Upload method from instrument**

  La configuración del instrumento se carga al último método seleccionado. El método se marcará como modificado.

- **New method from instrument**

  La configuración del instrumento se carga en un nuevo método creado en ChemStation.

- **Always ask user to choose an option**

  Cuando se inicia ChemStation, aparece un diálogo en el que se pueden elegir las opciones descritas arriba. En este diálogo, también se puede comparar la configuración del instrumento para cada módulo con la configuración en el último método seleccionado.

  Al comparar las diferencias, se puede ver toda la lista de configuraciones o solo las diferencias.

NOTA Este diálogo evalúa únicamente la configuración de los instrumentos con controladores RC.Net. No evalúa la configuración de los instrumentos con controladores clásicos.

Modelo de datos

El software ChemStation está diseñado sobre un modelo de datos basado en una estructura de memoria denominada registro. Los registros son estructuras multipropósito que pueden contener datos analíticos y datos para información bidimensional (por ejemplo, tiempo/intensidad) e información tridimensional (por ejemplo, tiempo/intensidad/longitud de onda).

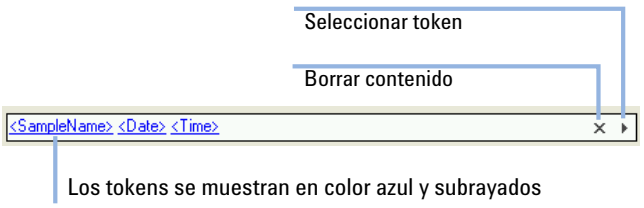
ChemStation proporciona los comandos y funciones para construir, expandir, extraer y, siempre que no se alteren los datos primarios, editar registros. Para obtener más información, consulte la referencia en línea que se ofrece en ChemStation bajo **Help > Commands**.

Convenciones de los nombres de ficheros

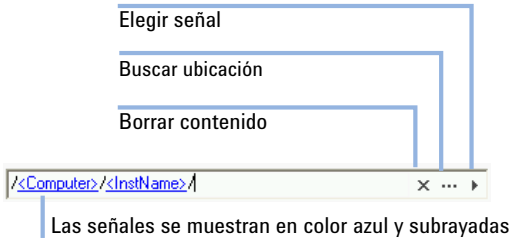
Nombres de ficheros y señales

En la mayoría de los diálogos de ChemStation en los que se introduce un nombre de ruta o nombre de fichero, se pueden usar señales para generar nombres adecuados de forma dinámica. Según el nombre o la ruta del fichero definido en un diálogo dado, hay distintas señales disponibles. En las pantallas que se presentan a continuación, se usan varias señales como ejemplo.

El control para los nombres de ficheros tiene el aspecto siguiente:



El control para los nombres de ruta tiene el aspecto siguiente:



Además, se muestra en cada diálogo correspondiente el nombre de fichero o nombre de ruta resultante.

Las siguientes opciones están disponibles para trabajar con este tipo de campos:

- Agregar texto estático.

- Haga clic en el botón de desplazamiento (▸) para elegir una señal de la lista.

  Oprima la tecla **Desplazamiento hacia abajo** para elegir una señal de la lista.
- Haga clic con el botón derecho sobre una de las señales ya usadas para sustituirla por otra señal de la lista.
- Haga clic en el botón X para borrar el contenido actual del campo.
- Haga clic en el botón con los tres puntos (···) para navegar hasta la ruta requerida.

Convenciones de los nombres

Las reglas siguientes permiten que ChemStation genere y procese nombres válidos de archivos y directorios.

Los caracteres siguientes no pueden formar parte de los nombres de archivos y directorios:

< > : " / \ | @ % * ? ' °

Si se añaden estos caracteres a los nombres de los archivos o directorios pueden producirse problemas al cargar los archivos en ChemStation. Además, si se utilizan dichos caracteres en la carpeta de instalación, no se iniciará la copia de reprocesamiento. Si se utiliza el carácter % en la carpeta de instalación, algunos métodos abreviados de ChemStation no funcionarán correctamente.

Asimismo, también resultan aplicables las siguientes reglas:

Tabla 2 Caracteres restringidos

Parámetro de ChemStation	Character
Nombres de archivos de método	Los caracteres "%" y "." (separador decimal) no deben utilizarse
Subdirectorios de datos y de secuencias	[] + = ; , . (separador decimal); no deben utilizarse espacios
Nombres de archivos de datos en secuencias	No deben utilizarse espacios

Los siguientes nombres de dispositivo reservados no se pueden utilizar como nombre de un archivo:

- CON, PRN, AUX y NUL
- COMx (donde x es un número del 1 al 9)
- LPT1x (donde x es un número del 1 al 9)

Asimismo, no deben utilizarse estos nombres seguidos de una extensión (p. ej., Nul.txt).

NOTA En las pruebas realizadas para validar las convenciones de los nombres de archivos se utilizaron equipos con sistemas operativos en inglés, japonés y chino. Agilent no puede garantizar la compatibilidad de aquellos sistemas operativos que no estén en inglés ni tampoco de sus caracteres especiales.

Longitud máxima de los nombres de ficheros y subdirectorios de ChemStation

Se enumeran a continuación las especificaciones de Agilent ChemStation relativas a nombres de ficheros y subdirectorios:

Tabla 3 Longitud máxima de los nombres de ficheros y subdirectorios de ChemStation

Fichero de datos/Subdirectorio/Ruta	Longitud máx. de texto	Apéndice automático	Ejemplo
Nombre de fichero de datos de una sola muestra	60	.D	Demodad.d
Nombre del fichero de datos en una secuencia, usando un prefijo/contador	15	.D	longname000001.d
Método Secuencia Hipersecuencia Librerías Plantillas de informes personalizadas	40	. M . S . HYP . UVL . FRP	def_lc.m def_lc.s def_lc.hyp demodad.uvl areapct.frp
Subdirectorio de ficheros de datos	40		demo (en información de la muestra)
Subdirectorio de secuencias de datos	40		demo (en parámetros de secuencia)

Tabla 3 Longitud máxima de los nombres de ficheros y subdirectorios de ChemStation

Fichero de datos/Subdirectorio/Ruta	Longitud máx. de texto	Apéndice automático	Ejemplo
Nombre del conjunto de resultados	40		test_date_time (crear con preferencias de secuencia)
Ruta de datos Ruta de método Ruta de secuencia Ruta de hipersecuencia Ruta de librerías Ruta de plantillas de informes personalizadas	100	100	c:\chem32\1\data c:\chem32\1\methods c:\chem32\1\sequence c:\chem32\1\hyper c:\chem32\speclib c:\chem32\repstyle

Todos los mensajes del sistema de informes de los libros de registro de ChemStation en formato ampliado y las cadenas de información se imprimen en varias líneas. En determinados informes, por ejemplo el informe de secuencia, los nombres de ficheros pueden aparecer truncados para que encaje toda la información en la plantilla de informes.

Interfaz de usuario de software

La interfaz de usuario de ChemStation está diseñada con ventanas que agrupan las funciones del software según las tareas analíticas típicas. Las siguientes vistas estándar están presentes en todas las configuraciones del software:

- La vista Method and Run Control para controlar y adquirir datos del instrumento.
- La vista Data Analysis para reevaluar los datos adquiridos.
- La vista Review para revisar los datos con plantillas de informes específicas.
- La vista Report Layout para crear diseños de informes específicos.

Aparecen otras vistas si se han pedido módulos de evaluación de datos adicionales o para determinadas configuraciones de instrumentos que admiten procedimientos de diagnóstico y verificación de instrumentos. La vista

Companion de ChemStation está disponible cuando sea deseable que los operadores de los instrumentos analicen muestras a partir de una tabla preconfigurada y fácil de usar.

El panel de navegación contiene el botón de navegación que permite cambiar rápidamente de las ventanas de ChemStation y ChemStation Explorer con estructura de árbol. El contenido de ChemStation Explorer depende de la vista y facilita acceso a diferentes elementos de ChemStation.

Cada vista consta de un conjunto de elementos de usuario estándar, incluidos menús y barras de herramientas. La barra de herramientas estándar ofrece acceso rápido a información común sobre especificaciones del sistema, por ejemplo, métodos y secuencias. La vista Method and Run Control incorpora además una barra de estado del sistema, un área de información de la muestra, que puede configurarse para un solo análisis o para análisis automatizados, y un diagrama esquemático de la interfaz del instrumento para configuraciones GC, CE y LC. El diagrama esquemático de la interfaz del instrumento utiliza puntos de acceso para el acceso rápido a los parámetros de los instrumentos y un gráfico animado que ofrece una visión general de cada análisis según se realiza. Si no es necesario, el diagrama esquemático del instrumento se puede desactivar para ahorrar memoria y otros recursos de Windows.

La vista Data Analysis amplía la barra de herramientas estándar para incluir modos de análisis de datos específicos, como recálculo, reprocesamiento, integración, calibración, elaboración de informes, anotación, comparación de señales y otros modos especializados si están instalados los módulos. Cada uno de los diferentes modos de Data Analysis cuenta con un conjunto de herramientas específico de cada uno de ellos.

La vista Review estará disponible si en el instrumento está seleccionado Intelligent Reporting. Esta vista permite revisar los datos de forma muy flexible. Se puede seleccionar cualquier combinación de ficheros de datos como base para la revisión, y aplicar cualquiera de las plantillas de informes existentes a los datos seleccionados. La plantilla de informes seleccionada define la forma en que se mostrarán los datos y el tipo de información que se incluirá en el informe generado. La barra de herramientas contiene funciones de impresión y exportación de los informes generados.

La vista Report Layout permite definir el diseño de una plantilla de informe o un estilo de informe concretos. También utiliza un conjunto de barras de herramientas específico de esta tarea. El tipo de Report Template Editor mostrado en esta vista depende del tipo de Reporting configurado en el instru-

mento: se puede utilizar Classic Reporting o bien Intelligent Reporting (véase "Elaboración de informes" en la página 183).

Panel de navegación

El panel de navegación, que se encuentra en el lado izquierdo de todas las ventanas de ChemStation, está diseñado para agilizar el acceso a los principales elementos de ChemStation y también permite cambiar rápidamente de una ventana a otra. El panel de navegación contiene ChemStation Explorer, con estructura de árbol, y un área de botones configurables. También dispone de una función de ocultación automática para no comprometer el espacio de trabajo de ChemStation y funciones estándar como cambiar el tamaño y reorganizar el área de los botones de navegación.

Botones de navegación

Los botones de navegación permiten cambiar la ventana de ChemStation haciendo clic en el botón de navegación específico. La sección botón de navegación se puede minimizar, expandir y reorganizar.

ChemStation Explorer

El contenido del Navigation Pane depende de la vista. En las vistas Method and Run Control, Data Analysis, Review y Report Layout, el ChemStation Explorer permite navegar hasta los diferentes elementos de ChemStation. Por defecto, estos elementos de datos, métodos y secuencias se basan en las opciones del Configuration Editor. Los nuevos nodos para métodos, secuencias y ubicación de datos se pueden especificar con la opción "Preferences" del menú View.

Tabla 4 Elementos del Navigation Pane

Botones de navegación	Elementos del ChemStation Explorer
Method and Run Control	Plantillas de secuencias y métodos maestros, métodos de conjuntos de resultados
Data Analysis	Datos y Métodos maestros, métodos de conjuntos de resultados
Review	Plantillas de informes y datos
Report Layout	Classic Reporting: métodos maestros Intelligent Reporting: plantillas de informes

Tabla 4 Elementos del Navigation Pane

Botones de navegación	Elementos del ChemStation Explorer
Verification (LC y LC/MS)	Accesos directos específicos de la vista Verification
Diagnosis (LC y LC/MS)	Accesos directos específicos de la vista Diagnosis
Tune (LC/MS)	Accesos directos específicos de la vista Tune

Adquisición de datos

En la pantalla se monitoriza y se actualiza constantemente el estado de los instrumentos, además del tiempo de análisis transcurrido, tanto cuando el software está en una ventana visible como cuando es un icono. Las transacciones que se producen durante el análisis, incluidos los errores y las condiciones del instrumento al principio y al final del análisis, se registran en el libro de registro (logbook) del sistema y con cada fichero de datos se guarda un extracto de este.

Con cada fichero de datos se pueden guardar las condiciones del instrumento, por ejemplo, flujo, temperatura, presión y composición de disolventes en el caso de cromatógrafos de líquidos. Estos parámetros del instrumento se pueden mostrar y trazar para confirmar la calidad de cada análisis. La naturaleza exacta de los parámetros registrados depende tanto de la técnica como de la capacidad del instrumento configurado.

Todas las adquisiciones de datos regulares (muestras simples, así como análisis de secuencias) se agregan primero a Run Queue y luego se inician desde allí. Para obtener más información, véase “Flujos de trabajo compatibles” en la página 140.

Se pueden usar una o varias ventanas para monitorizar en tiempo real los datos que el instrumento está adquiriendo. Los datos se muestran con unidades de medida reales como mAU, voltios, grados o bar. Cada ventana puede mostrar superpuestas varias señales de cromatografía o electroferografía o parámetros de instrumentos, por ejemplo, la presión. La configuración predeterminada de la pantalla se puede ajustar y el sistema la recuerda para que los usuarios puedan establecer su propia configuración como predeterminada del instrumento. La ventana tiene función de zoom y se puede usar el cursor para mostrar la respuesta de una señal determinada en cualquier momento del tiempo.

Durante un análisis, se pueden usar todas las funciones de ChemStation mediante la copia fuera de línea. Mientras se realiza la adquisición, la parte de Data Analysis de la sesión de un instrumento no es accesible y la revisión de los datos hay que realizarla en la copia fuera de línea.

Los usuarios que deseen comenzar el procesamiento de datos antes de terminar el análisis disponen de una función de instantánea (snapshot). La instantánea (snapshot) hay que tomarla en la copia fuera de línea de las sesiones del instrumento y se muestra inmediatamente para su revisión.

El diseño de las ventanas de información de señal y estado, incluidos los componentes del diagrama esquemático de la interfaz del instrumento, se guarda automáticamente.

Para obtener más información sobre la Adquisición de datos, véase "Adquisición de datos" en la página 69 y el sistema de ayuda en línea.

Análisis de datos

Análisis de datos: Presentación

La vista Data Analysis añade a la barra de herramientas estándar con funciones de análisis de datos agrupadas por tareas, por ejemplo, recálculo, reprocesamiento, integración, calibración, elaboración de informes, anotación y comparación de señales. Se pueden realizar las siguientes operaciones gráficas clave:

- Selección de presentaciones de una o varias señales al cargar el cromatograma o electroferograma.
- Superposición de los cromatogramas o electroferogramas de diferentes muestras.
- Sustracción de un cromatograma o electroferograma de otro.
- Alineación gráfica vertical y horizontal de las señales para ayudar a la comparación visual.
- Inversión o reflejo de las señales para ayudar a la comparación visual.
- Muestra las características de rendimiento del pico ampliado para picos integrados específicos,
- Funciones de zoom y desplazamiento gráfico.

- Ajuste de los atributos de presentación, incluida la selección de marcas de señalización, líneas base, ejes, tiempos de retención/migración y nombres de los compuestos (el usuario también puede seleccionar la fuente de las etiquetas de los compuestos y RT, ajustar el tamaño y la orientación de la presentación, seleccionar la presentación como superpuesta o separada y seleccionar los factores de escala).
- La presentación de cromatograma o electroferograma puede incluir superposiciones gráficas de los parámetros de los instrumentos según la capacidad del instrumento configurado.
- Las anotaciones definidas por el usuario se pueden añadir de forma interactiva a la presentación, pudiendo seleccionar la fuente, el tamaño, la rotación del texto y el color (una vez definidas, las anotaciones se pueden mover, editar y eliminar).
- Copiar la presentación al portapapeles de Windows con el formato de metafichero y mapa de bits.
- Una función *de modo de selección* para mostrar los valores de puntos de datos individuales en unidades de detector.
- Exportación de puntos digitalizados de tiempo o intensidad al portapapeles de Microsoft Windows.

Análisis de datos: integración

El algoritmo de integración de ChemStation es la segunda revisión de una nueva generación que pretende mejorar la resistencia, fiabilidad y facilidad de uso.

Análisis de datos: cuantificación

El modo de calibración de la ChemStation de la ventana de análisis de datos permite la presentación simultánea de:

- Las señales que se van a calibrar con una indicación de la ventana de tiempo de retención o migración del compuesto actual.
- La tabla de calibración cuya presentación se puede configurar mediante una amplia selección de parámetros de calibración.
- La curva de calibración del compuesto que se va a calibrar.

Todas las ventanas del modo de calibración están vinculadas de manera que los cambios en una se reflejan automáticamente en todas las demás. Este modo permite la selección y modificación gráfica de los datos de calibración.

La cuantificación se basa en los cálculos de %, % normalizado, patrón externo, % de patrón externo, patrón interno y % de patrón interno calculados en función de la altura o área del pico. Las calibraciones pueden ser multinivel e incluir varias definiciones de patrón interno. Los historiales de calibración se guardan automáticamente y se pueden usar para ponderar los cálculos de recalibración.

Para obtener más información sobre calibración y cuantificación, consulte "Calibración" en la página 167.

Análisis de datos: revisión por lotes

En la vista Análisis de datos hay disponibles otros dos conjuntos de herramientas:

- Tabla de navegación
- Revisión por lotes

La tabla de navegación permite efectuar varias operaciones gráficas clave:

- Funciones estándar de configuración de tablas, como ordenar, opciones de arrastrar y soltar, selección de columnas, agrupación de elementos para especificar una configuración de navegación de tablas preferida.
- Funciones con el botón derecho del ratón para cargar una señal, superponer una señal, exportar datos o imprimir informes.
- Expandir una línea en la tabla de navegación para revisar los detalles de las señales.
- Revisar señales y crear informes de ChemStation con un método específico.

En Revisión por lotes se pueden realizar las siguientes operaciones gráficas principales:

- Definición de la revisión y el reprocesamiento automático o manual de ficheros de datos (calibrados).
- Recalibración de la tabla de calibración.
- Revisión de las tablas de compuestos de los métodos calibrados.
- Creación de informes por lotes específicos.

Análisis de datos: recálculo

Las funciones del modo de recálculo permiten generar en muy poco tiempo resultados o informes de cualquiera de los subconjuntos de datos que se muestran en la tabla de navegación. Se pueden generar con toda facilidad resulta-

dos para conjuntos de datos constituidos por el propio usuario, independientes de las secuencias en que se adquirieron originalmente las muestras. Puede utilizar cualquier método para el recálculo. El método empleado se copiará en los ficheros de datos únicos (DA.M). Durante el recálculo no se efectuará ninguna calibración.

Análisis de datos: reprocesamiento

Las funciones del modo de reprocesamiento permiten reprocesar una secuencia entera, con los métodos definidos en la tabla de secuencias y con los resultados de las muestras de calibración, para calcular los resultados de muestras.

Análisis de datos: últimos resultados

En este modo, se carga el método del fichero de datos (DA.M) de cada análisis. El DA.M es una copia exacta del método que se utilizó para el último análisis de datos (durante la adquisición, el reprocesamiento o el recálculo). El modo de últimos resultados le permite reproducir los resultados del último análisis de datos, incluso si entretanto se ha modificado el método de la secuencia.

Elaboración de informes

En caso de que para un instrumento esté habilitada la opción Intelligent Reporting, se habilita la vista **Review**, y el Report Template Editor para el Intelligent Reporting se podrá ver en la vista **Report Layout**.

Cuando Intelligent Reporting está habilitado, se pueden utilizar tanto plantillas de Intelligent Report como de Classic Reporting para crear Single Injection Reports y Sequence Summary Reports. Si se tienen los privilegios necesarios se pueden crear plantillas de informes para Intelligent Reporting.

Cuando Intelligent Reporting está deshabilitado, solamente se pueden utilizar plantillas clásicas de informes para crear informes de inyecciones individuales e informes resumen de secuencias. Si se tienen los privilegios necesarios se pueden crear plantillas de informes para Classic Reporting.

Utilidades y compatibilidades

ChemStation puede importar y exportar ficheros de datos con el formato de cromatografía andi (Analytical Data Interchange) de la Analytical Instrument Association (AIA), revisión 1.0, copyright 1992. Se admite la importación de datos en el nivel de conformidad uno (información de muestras y datos de señal) y la exportación de datos en el nivel de conformidad dos (información de muestras, datos de señal y resultados de integración).

ChemStation incluye comandos y funciones para admitir la norma de intercambio dinámico de datos (DDE) de Microsoft Windows, tanto como cliente DDE o como servidor DDE. Se incluyen comandos para establecer y terminar las conexiones, transferir información en ambas direcciones y ejecutar funciones remotas.

Personalización

ChemStation se puede personalizar mediante un potente conjunto de comandos. Estos comandos se pueden agrupar para ejecutar automáticamente una función específica; a tal grupo se le denomina macro. Los usuarios que escriben macros pueden definir sus propias variables, crear constructos condicionales o de bucle, realizar E/S físicas como el tratamiento de ficheros y la interacción de usuarios, anidar sus macros y programar e intercambiar datos con otras aplicaciones de MS-DOS o Microsoft Windows.

Para obtener información adicional sobre la personalización, consulte la referencia en línea que se ofrece en ChemStation bajo **Help > Commands**.

Automatización

ChemStation permite planificar y ejecutar muestras individuales y secuencias multimétodo.

Puede definirse un grupo de parámetros de secuencia para utilizar archivos generados automáticamente o numerados secuencialmente, con un prefijo definido por el usuario de hasta quince caracteres. El usuario puede seleccionar si desea realizar análisis completos o ejecutar secuencias únicamente de reprocesamiento de datos. También puede seleccionar alguno de los comandos

de apagado específicos o una macro de apagado definida por el usuario para que se ejecute cuando la secuencia termine a causa de un error o de la finalización de todos los análisis.

La tabla de secuencia (o lista de análisis a realizar) se crea en una interfaz de usuario similar a una hoja de cálculo y permite especificar los números de viales y nombres de muestras, los tipos de muestra, los métodos de análisis, los parámetros de cuantificación de muestras (incluida la cantidad de muestra), un factor multiplicador y un factor de dilución, las especificaciones de calibración, el parámetro de intercambio de datos LIMSID y el número de inyecciones repetidas. En función de los instrumentos y módulos configurados, habrá más campos accesibles; por ejemplo, si un sistema LC Agilent 1100/1200 incluye un colector de fracciones, en la tabla de secuencia aparecerá la columna **Fract. Start**. El usuario puede configurar el aspecto de la tabla de secuencia. El usuario puede desplazarse por las celdas de la tabla y copiar, cortar o pegar celdas individuales, filas enteras o series de filas para crear secuencias de forma eficaz y rápida.

En la tabla de secuencia, las muestras pueden identificarse como desconocidas, de calibración, blancos o de control. El tipo de muestra determina el posible tratamiento especial de evaluación de datos de la muestra:

- Las muestras desconocidas se evalúan y presentan de acuerdo con las especificaciones del método.
- Las muestras de calibración se utilizan para recalibrar el componente de cuantificación del método, tal como se describe más adelante.
- Las muestras en blanco se usan para evaluar la señal de referencia para picos específicos, según lo definido en la Farmacopea Europea. La relación señal/ruido puede imprimirse en informes personalizados. Consulte la Guía de referencia para obtener detalles sobre el cálculo y los campos de datos requeridos.
- Las muestras de control se evalúan en función de los límites de cada componente definido en el método. Si el resultado está fuera del rango de cualquiera de los parámetros especificados, la ejecución de la secuencia se detendrá.

Las muestras de calibración se pueden definir como simples, cíclicas o agrupadas. En las recalibraciones simples, la recalibración se produce cada vez que se define una muestra de calibración en la secuencia. Las recalibraciones cíclicas se producen a intervalos definidos durante el análisis de una serie de muestras desconocidas. Al agrupar una serie de muestras desconocidas, se analizan dos conjuntos de calibración. Después, se calculan los informes cuan-

titativos de las muestras desconocidas utilizando una tabla de calibración promediada a partir de los dos conjuntos de calibración.

La función Vista previa de la secuencia permite a los usuarios ver el orden de ejecución de la secuencia. Una vez que la secuencia se incluya en la cola, en la tabla de secuencia también se mostrarán las muestras, análisis por análisis. El usuario puede seleccionar las muestras individuales que desee volver a analizar o evaluar. Al volver a evaluar los datos ya adquiridos, los usuarios pueden especificar si en el reprocesamiento se utilizarán los datos de cuantificación de la muestra original o los nuevos datos introducidos en la tabla de muestras de la secuencia.

Las secuencias se pueden pausar para analizar muestras prioritarias de una sola inyección con otro método y, a continuación, se pueden reiniciar sin interrumpir la automatización. Se pueden añadir muestras a la tabla de secuencia durante la ejecución de la secuencia.

Tanto la secuencia como las tablas de secuencia parciales se pueden imprimir.

Para obtener más información sobre las secuencias, consulte "Automatización/secuencias" en la página 79 y el sistema de ayuda en línea.

Ejecutar cola y Planificador de cola

Run Queue permite analizar, automáticamente, muchas muestras simples o secuencias una tras otra. El primer elemento añadido a la cola se inicia cuando está listo el sistema de datos, salvo que la cola solicite una pausa. Es posible añadir muestras individuales, secuencias basadas en plantillas Easy Sequence, secuencias clásicas de ChemStation o pausas a la cola. Además, cada comando **Run Method** o **Run Sequence** agrega automáticamente un elemento a Run Queue, y automáticamente inicia este elemento en la cola.

Utilizando el planificador de colas, es posible preparar una serie de muestras individuales o secuencias y guardar el plan en el sistema de ficheros. Para iniciar esas muestras y secuencias planificadas, basta con abrir el plan y añadirlo a Run Queue. Esta función es útil para iniciar tareas largas durante la noche o como trabajos de fin de semana.

Para obtener más información, véase "Flujos de trabajo compatibles" en la página 140.

Buenas prácticas de laboratorio

ChemStation se ha desarrollado según normas de desarrollo y diseño internacionalmente reconocidas y dispone de varias funciones específicas para ayudar a los usuarios a trabajar en un entorno regulado. Estas funciones están en el área de especificación de métodos completos y verificación tal que los métodos se ajustan al uso previsto y se usan para comprobar el funcionamiento del sistema y asegurar la trazabilidad, originalidad y calidad de los datos.

Proceso de desarrollo

El certificado de validación entregado con cada paquete de software documenta las fases de desarrollo y pruebas del software realizados como parte del proceso de desarrollo. El proceso de desarrollo está registrado según la norma de calidad ISO 9001.

Especificación y uso de métodos

- Métodos globales: toda la especificación de los análisis de datos y del instrumento se guarda en un único lugar. Los métodos incluyen las especificaciones individuales de los rangos de los compuestos para comprobar que los resultados de cuantificación no se aplican fuera del rango calibrado.
- El registro histórico de cambios en los métodos permite a los usuarios de un método validado registrar automáticamente cómo y cuando se modificó un método. Opcionalmente, los usuarios pueden añadir al registro histórico un comentario con el motivo de la modificación. El registro histórico de cambios se guarda automáticamente como parte del método en formato binario. Para evitar el acceso no autorizado a los registros, está protegido por el esquema de acceso de usuarios, que se describe más adelante. El registro histórico de cambios se puede ver e imprimir.
- En cada método se pueden asignar límites por compuesto para varios parámetros de rendimiento cromatográficos o electroferográficos y del sistema, como se describe en la sección de cuantificación del análisis de datos. Los resultados que superan los rangos de estos parámetros se utilizan para controlar la ejecución de secuencias automatizadas, tal y como se describe en la sección de automatización. Se indican en el informe del análisis correspondiente.
- Los informes de rendimiento o idoneidad del sistema (consulte la sección Elaboración de informes en este mismo documento) contienen un análisis detallado de la calidad de la separación.

Puede configurar distintos roles y privilegios en OpenLAB Shared Services. Los roles preconfigurados **ChemStation Administrator**, **ChemStation Lab Manager**, **ChemStation Analyst** y **ChemStation Operator** sirven como base para los roles de su entorno.

Solidez de los métodos

Los informes de resumen de secuencias (consulte "Presentación clásica e inteligente" en la página 186) permiten probar la solidez de los métodos. Con Classic Reporting, los informes de formato extendido para los criterios seleccionados por el usuario se envían como diagramas de tendencias que se pueden utilizar para determinar los límites reales de funcionamiento. Con Intelligent Reporting, se pueden crear plantillas de informes propias para informes resumen de secuencias (Sequence Summary Reports), incluyendo gráficos de tendencias con líneas de límite. Estos límites se pueden incorporar al método para asegurar, mediante el análisis de muestras de control, que el método está funcionado según las especificaciones.

Funcionamiento del sistema

El kit de verificación de ChemStation, que forma parte del software estándar, comprueba automáticamente si la instalación es correcta y el funcionamiento de los componentes de evaluación de datos del software; para ello, compara los resultados generados cuando se ejecuta la prueba con los valores conocidos registrados previamente. El kit de verificación también permite a los usuarios definir sus propios ficheros de datos y métodos que serán la base de la prueba.

Trazabilidad, originalidad y calidad de los datos

El Run Time Logbook contiene un registro de transacciones de todo el sistema. También registra los eventos inusuales (como errores o cambios de parámetros realizados durante un análisis) así como las condiciones del instrumento antes y después de cada análisis. Con cada fichero de datos se guarda un extracto relevante del libro de registro.

También se registran las condiciones reales del instrumento, por ejemplo, presión, flujo y temperatura, ocurridas durante cada análisis si el instrumento configurado admite esta posibilidad. Después, estos datos se pueden presentar gráficamente con el cromatograma o electroferograma para mostrar las condiciones reales del instrumento durante ese análisis concreto y también se pueden incluir en el informe.

Los métodos guardados junto con el fichero de datos registran el método real en el momento del análisis y permiten realizar posteriormente una reconstrucción completa de los datos del informe. El método se guarda cuando terminan todas las fases del análisis.

Por defecto, todos los informes tienen marcas de hora y numeración de página trazable (estilo de numeración *página x de y*). El usuario puede seleccionar el nivel de detalle de cada informe, desde simples informes de resumen hasta informes detallados completos del sistema.

Los ficheros de registro tipo GLP, especificados como parte de la configuración del método, guardan todos los datos originales, incluida información de la muestra, el método de análisis de datos, las señales del cromatógrafo o electroferógrafo, las condiciones del instrumento, los resultados de integración y cuantificación, los datos del informe y el libro de registro del análisis en un fichero binario protegido por control tipo checksum. Se trata de un formato binario no editable que garantiza la originalidad de los resultados. El fichero incluye un esquema de revisiones que indica si los datos se han reprocesado.

En la tabla de secuencias se pueden definir los tipos de muestras de control y usarse para comprobar automáticamente el rendimiento del instrumento según los resultados de la muestra de control de calidad cuando el instrumento funciona desatendido. Los resultados que están fuera del rango aceptable definido por el usuario detendrán la ejecución automática del instrumento.

Estructura de datos de ChemStation

Sin creación de carpetas únicas

Esta estructura de datos corresponde a la estructura de datos empleada en las revisiones de ChemStation B.01.03 y anteriores. Las secuencias, los métodos y los ficheros de datos y los resultados generados se guardan en ubicaciones fijas, especificadas y separadas. Por ejemplo, a los métodos se hace referencia por el nombre en una secuencia, y es responsabilidad del usuario mantener la integridad de los métodos, las secuencias y los ficheros de datos. Esto hace que el archivado a largo plazo de los datos y la reproducción de resultados sea una tarea tediosa. Los usuarios tienen que documentar el cromatograma, los resultados y el método asociado; esto no ocurre solamente en laboratorios regulados, sino también en algunas zonas de laboratorios no regulados (como pueden ser laboratorios ambientales). Sin la creación de conjuntos de datos, esto solamente se puede hacer imprimiendo todo en un informe.

No obstante, puede haber situaciones en las que los usuarios quieran almacenar sus datos como en la revisión B.01.03 o anteriores de la ChemStation y trabajar conforme a los flujos de trabajo correspondientes:

- Durante la implementación de métodos puede resultar más cómodo tener solo un método tanto para la adquisición como para el análisis de datos de forma que los cambios estén disponibles automáticamente para adquisiciones y reanálisis futuros de datos ya adquiridos.
- Las macros personalizadas de un sistema ChemStation diseñadas para revisiones anteriores pueden requerir que los datos, métodos o secuencia se almacenen de acuerdo con el esquema organizativo de datos antiguos.
- En los casos en los que un mismo laboratorio tenga ChemStation C.01.06 pero también un sistema que todavía funcione con las revisiones de ChemStation B.01.03 o anteriores, es probable que lo más conveniente sea utilizar el mismo modo de organización de datos en todos los sistemas.

Con creación de carpetas únicas

Para fortalecer la asociación entre los ficheros de datos y los métodos, con ChemStation B.02.01 se ha introducido el uso de conjuntos de datos (a los conjuntos de datos se les solía llamar contenedores de secuencias). Si se usa un sistema central de almacenamiento de datos (*OpenLAB ECM* u *OpenLAB Data Store*), el conjunto completo de resultados (secuencia/métodos/ficheros de datos/plantillas de informes) se transfiere al depósito central como una entidad.

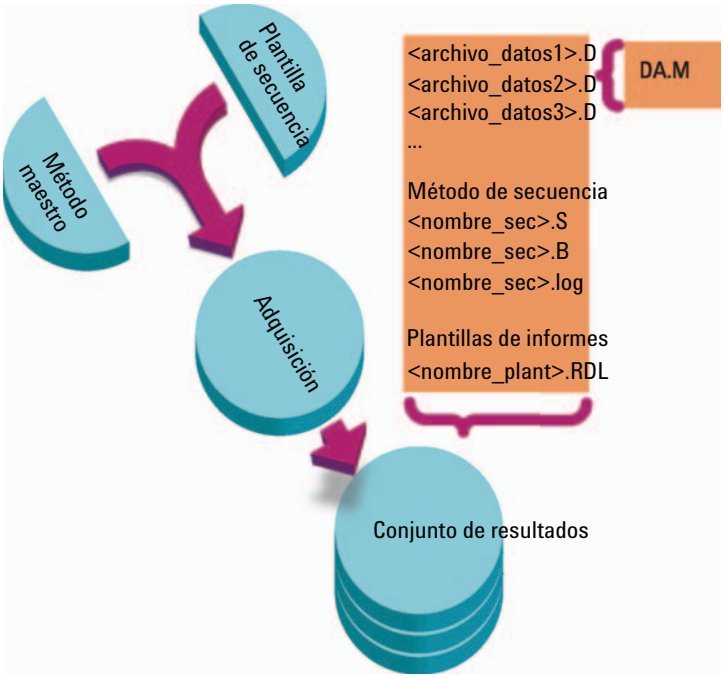


Figura 1 Adquisición de secuencias con Unique Folder Creation activado

Los métodos de la carpeta Chem32\1\methods sirven de métodos maestros. No sufren ningún cambio durante las adquisiciones y los análisis de datos.

De igual forma, las secuencias de la carpeta Chem32\1\sequence sirven de plantillas de secuencia que se pueden utilizar para reanalizar (pero no reprocesar) una secuencia varias veces.

Las plantillas de informes de la carpeta Chem32\repstyle sirven de punto de partida para que el usuario pueda crear las suyas propias.

El patrón de almacenamiento de datos varía en función de que se estén adquiriendo los datos de un solo análisis o de datos de secuencia:

1. Al ejecutar una secuencia, se crea automáticamente una nueva carpeta (**result set** con un nombre único en el subdirectorio especificado. Cuando se analiza una sola muestra, el fichero de datos (*.d) se escribe en el subdirectorio especificado.
2. Cuando se analizan datos de secuencia, la plantilla de secuencia ejecutada (*.s) y todos los métodos (*.m) utilizados se copian en el conjunto de resultados. Las copias de los métodos se llaman **sequence methods** para así distinguirlos de los métodos maestros originales. En caso de utilizar Intelligent Reporting, todas las plantillas de informe utilizadas (*.rdl) se copian también en el conjunto de resultados.

   Todas las tareas asociadas a secuencias (por ejemplo, adquisición y análisis de datos) se efectúan sobre las copias de las secuencias y los métodos. Por tanto, la plantilla de secuencia y los métodos maestros no sufren ningún cambio, y así se pueden utilizar en futuras secuencias.

   Los cambios realizados en la secuencia durante la adquisición de esta, por ejemplo, la adición de líneas a la tabla de secuencias, se llevan a cabo en la copia del fichero de secuencias del conjunto de resultados. La plantilla de secuencia no se modifica.

   Del mismo modo, los cambios realizados en el método, como pueden ser las actualizaciones de la Calibration Table en el caso de análisis de calibraciones, se reflejan en los métodos de secuencia, pero no en los métodos maestros.

   Al ejecutar una secuencia, todos los ficheros de datos generados (*.d) se guardan en la carpeta de datos de la secuencia junto con el fichero de lotes correspondiente (*.b) y el fichero de registro de la secuencia (*.log).
3. Cada fichero de datos contiene una copia del método empleado para crear el análisis. Se almacena la información siguiente del método:
   - Los parámetros de adquisición se guardan como ACQ.TXT para que quede garantizada la conservación de los parámetros de los métodos originales con cada fichero de datos. Los parámetros se pueden visualizar e imprimir con el comando **Method > View Method**.

- El método completo, incluidos parámetros de análisis de datos, se guarda cuando se ha completado la parte de análisis de datos como DA.M.

El uso de conjuntos de resultados ofrece una serie de ventajas:

- Los datos de secuencia no se sobrescriben. Cada adquisición de secuencia almacena los ficheros de datos resultantes en su propio conjunto de resultados con un nombre exclusivo.
- Con el concepto de conjunto de resultados, los datos se guardan con toda la información necesaria para el análisis de datos: copias del fichero de secuencia, de todos los métodos, y, cuando se trate de Intelligent Reporting, también de las plantillas de informes empleadas con la secuencia. Los métodos de secuencia pueden modificarse con una entrada específica de secuencia y no influyen en el método maestro original. Por lo tanto, el concepto de conjunto de resultados refuerza la razón de ser de una secuencia como un conjunto de ficheros de datos y métodos pertenecientes a la creación de resultados.
- En la vista **Data Analysis** se pueden realizar la revisión y el reprocesamiento de datos por medio de la Navigation Table.
- El conjunto de resultados proporciona el preacondicionamiento óptimo para el intercambio de datos con un sistema central de almacenamiento de datos.

Activación y desactivación de la función de creación de carpetas únicas

Para poder trabajar con un concepto de almacenamiento de datos como el de las revisiones de la ChemStation anteriores a la B.02.01, la ficha **Sequence** del cuadro de diálogo **Preferences** tiene una sección llamada **Data Storage**. En ella puede elegir entre **Unique Folder Creation ON** y **Unique Folder Creation OFF** (véase "Preferencias: ficha Secuencia" en la página 109). Por defecto, está seleccionada **Unique Folder Creation ON**. **Unique Folder Creation ON** habilita el concepto de almacenamiento de datos tal como se ha descrito en el capítulo anterior.



2
Trabajo con métodos

Definición de método 43

Partes de un método 44

Tipos de métodos 46

- Métodos maestros 46
- Métodos de secuencia 46
- Métodos de fichero de datos 47

Creación de métodos 48

Edición de métodos 49

- Partes editables del método 49
- Estructura del directorio de métodos 50
- Edición de métodos en el modo en línea 51
- Edición de métodos en el modo fuera de línea 52

Administración de métodos 53

- Árbol de métodos en ChemStation Explorer 53
- Visualización del método de adquisición 54
- Actualización de los parámetros de DA en el método maestro 56
- Actualización de métodos 58
- Almacenamiento de un método como nuevo método maestro 59

¿Qué sucede cuando se ejecuta un método? 61

- Resumen del funcionamiento del método 61
- Macro o comando de ejecución previa(Lista de control del análisis) 63
- Data Acquisition (Run Time Checklist) 64
- Data Analysis (Run Time Checklist) 64
- Customized Data Analysis 65
- Save GLP Data 65
- Postrun Command or Macro 66
- Save Copy of Method with Data 66

Save Copy of Method as DA.M with Data (ChemStation Default) 67

Los métodos son una parte fundamental de ChemStation. En este capítulo se explican estos conceptos de forma detallada.

Definición de método

Un método comprende todos los parámetros para la adquisición y el análisis de datos, además de tareas previas y posteriores al análisis, para una muestra determinada, si son necesarios.

Los ficheros de métodos disponibles (*.m) se pueden ver en ChemStation Explorer. Para que la navegación sea rápida y sencilla, puede añadir ubicaciones adicionales para métodos al árbol de selección de ChemStation Explorer utilizando la ficha **Paths** del cuadro de diálogo **Preferences**.

Partes de un método

Los métodos se identifican mediante un nombre de hasta cuarenta caracteres alfanuméricos. El nombre del fichero siempre tiene la extensión .M que lo identifica como método. Los métodos se guardan como directorios que contienen ficheros individuales relacionados con los componentes del método.

Cada método está compuesto por cuatro componentes:

- Method Information.
- Instrument Control.
- Data Analysis.
- Run Time Checklist.

Method Information

Esta sección se utiliza para definir información descriptiva acerca del método.

Instrument Control

Define los parámetros que controlan el instrumento o sus componentes. Con un instrumento LC, los parámetros (composición de la fase móvil, velocidad de flujo, volumen de inyección, longitud de onda del detector, etc.) controlan la bomba, el inyector y el detector. Con un instrumento GC, los parámetros (temperatura del inyector, presión del inyector, ajuste del flujo de la columna empaquetada, etc.) controlan el instrumento.

Data Analysis

Define los parámetros que controlan el procesamiento de los datos.

- *Signal Details*

  Define las señales y sus propiedades usadas para evaluación de datos.

- *Integration Events*

  Define los eventos programados que tendrán lugar en tiempos de retención o migración específicos en un cromatograma o electroferograma. Estos eventos programados se pueden usar para cambiar la manera en que se integra una señal.

- *Peak Identification*

  Define los parámetros del procesado de datos asociados a la identificación de picos en el cromatograma o electroferograma.

- *Peak Quantification*

  Define los parámetros de procesado de datos que afectan a los cálculos de cuantificación, los cuales determinan la cantidad o concentración del componente de la muestra correspondiente a cada pico.

- *Calibration and Recalibration*

  Define los parámetros de procesado de datos que afectan a la calibración y la frecuencia con que esta se realiza.

- *Custom Fields*

  Define las propiedades de campos personalizados relativos a la muestra o compuestos disponibles para el método. Estos campos permiten añadir información personalizada a una muestra o compuesto en una muestra.

- *Report*

  Con Classic Reporting: define el formato del informe que se imprime después de un análisis.

  Con Intelligent Reporting: especifica la plantilla de informes empleada para generar el informe después de un análisis.

Run Time Checklist

Define qué partes de un método se ejecutan al aplicar el método.

La Run Time Checklist se usa para:

- Adquirir, guardar y procesar datos para crear un informe.
- Ejecutar solamente una parte del método.
- Adquirir y guardar datos sin analizarlos.
- Volver a analizar los ficheros de datos existentes.
- Utilizar sus propias macros para análisis de datos, procesamiento previo y posterior al análisis.
- Guardar el resultado del análisis en un registro con fines de buenas prácticas de laboratorio.

Tipos de métodos

Existen distintos tipos de métodos. Dependiendo de la ubicación de almacenamiento, los métodos se pueden emplear como métodos maestros (como referencia dentro del conjunto de resultados de una secuencia) o como registro actual de los ajustes empleados durante la adquisición de datos.

Métodos maestros

Son métodos almacenados en el disco duro del ordenador. Los métodos almacenados tienen un nombre compuesto por hasta cuarenta caracteres alfanuméricos seguidos de la extensión .M. Los directorios de los métodos maestros se configuran en Preferences (véase “Selección de rutas” en la página 70).

El método maestro se guarda en un subdirectorio de métodos, disponible en el nodo Methods del ChemStation Explorer, y no está asociado directamente a ningún conjunto de resultados.

Métodos de secuencia

Cuando se ejecuta una secuencia (usando la opción **Unique Folder Creation ON**; véase“Preferencias: ficha Secuencia” en la página 109), se almacenan copias de todos los métodos maestros utilizados en el conjunto de resultados junto con los ficheros de datos de secuencia. Estos métodos están directamente vinculados a la secuencia y también se usan cuando se reprocesa la secuencia. Con la configuración predeterminada, los cambios realizados en estos métodos no se propagan automáticamente a los métodos maestros. Los cambios entran en vigor en cuanto empieza a analizarse la secuencia o esta sigue después de una pausa. Los cambios se propagan también a los métodos de ficheros de datos (DA.M) cuando se reprocesa la secuencia y cuando se genera cualquier informe.

Métodos de fichero de datos

Con los ficheros de datos se guarda una copia de los parámetros de análisis de datos como método del fichero de datos DA.M. El método de fichero de datos DA.M se actualiza automáticamente después de cada generación de resultados (adquisición de datos, recálculo o generación de informes). También lo carga ChemStation al recalcular resultados en el modo de últimos resultados (véase "Modo de últimos resultados" en la página 153).

Si utiliza la opción **Save method with Data** de la lista de control de análisis, el método se almacenará además como run.m en el fichero de datos.

En el explorador de ChemStation, se puede cargar fácilmente un método maestro o un método de secuencia haciendo doble clic sobre el método.

Creación de métodos

La creación de un nuevo método implica siempre modificar un método maestro o un método de secuencia y guardar las modificaciones. Se puede sobrescribir un método existente o bien guardar un método como un nuevo método maestro. Tenga en cuenta que cuando se modifica un método, la versión del disco permanece sin cambios hasta que se guardan.

Hay varias maneras de crear un método. Se puede crear un método para realizar una o todas las partes de un análisis. Por ejemplo, se puede crear un método para realizar solamente la adquisición de datos. Cuando esté listo para analizar los datos y generar un informe, puede modificar el método para que realice estas tareas de procesamiento de datos.

NOTA No elimine el método predeterminado (DEF_LC.M, DEF_CE.M o DEF_GC.M). Estos ficheros de métodos se utilizan como plantillas para crear nuevos métodos.

Edición de métodos

Para editar un método se puede usar la opción Editar el método entero del menú Método. Se le guiará por todos los cuadros de diálogo del método y, al final, podrá guardarlo. Este proceso se muestra a continuación:

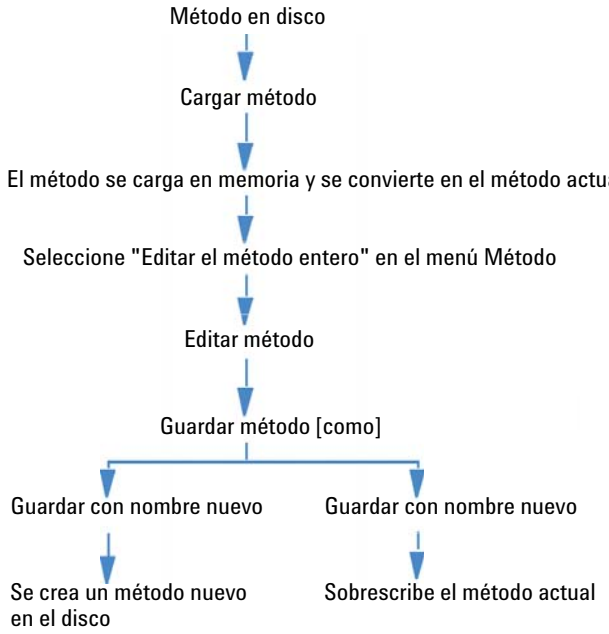


Figura 2 Edición de método

Partes editables del método

Cada método está compuesto por cuatro componentes que se pueden editar por separado.

Algunos de los siguientes apartados hacen referencia a cuadros de diálogo y otros son descripciones generales.

- La sección *Method Information* contiene:

  - Un texto que describe el método.
- *Instrument Control* depende de la configuración y puede contener, por ejemplo:
  - Parámetros del horno.
  - Parámetros del inyector.
  - Parámetros del detector.
- La sección *Data Analysis* contiene:
  - Detalles de las señales.
  - Parámetros de integración.
  - Parámetros de cuantificación.
  - Parámetros de calibración.
  - Parámetros de configuración de campos personalizados.
  - Parámetros de informes.
- *Run Time Checklist* contiene:
  - Las partes del método que se ejecutarán.

Estructura del directorio de métodos

Carpetas

Un método está compuesto por un grupo de ficheros almacenados en el directorio de método (*.M).

Como opción predeterminada, los métodos maestros se almacenan en Chem32\1\METHODS. Se pueden añadir rutas adicionales para métodos maestros usando los ajustes de preferencias. Los métodos de secuencia se guardan en el conjunto de resultados, y los métodos de fichero de datos se guardan como DA.M en el subdirectorio de ficheros de datos.

Ficheros

Los ficheros de método con la extensión .MTH contienen conjuntos de parámetros y tienen el formato UNICODE. El fichero INFO.MTH contiene los parámetros de control de métodos.

Los ficheros de métodos que contienen parámetros del instrumento tienen el nombre del módulo analítico correspondiente. Por ejemplo:

Tabla 5 Ejemplos de ficheros de métodos

HPCE1.MTH	Contiene el método de adquisición para la electroforesis capilar.
ADC1.MTH	Contiene el método de adquisición de Agilent 35900. Si se configuran dos instrumentos idénticos, los ficheros de método se denominan ADC1.MTH, ADC2.MTH.
DAMETHOD.REG	Para evaluación de datos.
LALS1.REG	Contiene parámetros para el inyector automático Agilent Serie 1100/1200 cuando se configura un sistema LC modular clásico. Los ficheros de método de los demás módulos Agilent Serie 1100/1200 siguen la misma convención Lxxx1.reg, donde xxx es el acrónimo del módulo.
AgilentSamplerDriver1.RapidControl.xxx.xml	Contiene parámetros para el inyector automático Agilent Serie 1100/1200 cuando se configura un sistema LC modular. Hay disponibles varios ficheros .xml para las diversas partes de los parámetros (esto queda indicado por la parte xxx del nombre del fichero). También hay disponibles ficheros .xml similares para los demás módulos.

Edición de métodos en el modo en línea

Cuando una ChemStation en línea está inactiva, es posible editar todas las partes de un método de secuencia. Cuando se está ejecutando una secuencia, se pueden editar todos los parámetros de adquisición y algunos de los parámetros de análisis de datos, tales como los ajustes incluidos en Specify Report.

Los cambios se guardan y entran en vigor de inmediato en el análisis actual y en todas las líneas de secuencia siguientes que incluyan el mismo método. Esto implica que también se pueda cambiar el método durante una pausa en una secuencia o en una secuencia parcial.

Edición de métodos en el modo fuera de línea

Puede editar un método de secuencia en una ChemStation fuera de línea, al tiempo que se esté utilizando el mismo método para un análisis en una ChemStation en línea. En ese escenario, se puede editar la parte de análisis de datos en la sesión fuera de línea. Una vez que se guarden los cambios en la sesión fuera de línea, ya se emplearán los ajustes de Data Analysis modificados en el siguiente análisis de datos del análisis de secuencia actual en la sesión en línea.

Las actualizaciones de métodos relativas a la calibración no se tienen en cuenta. Tampoco se combinan las entradas del historial; es decir, si un método está en ejecución en una sesión en línea y se cambia tanto en la sesión en línea como fuera de línea, el seguimiento de auditoría del método contendrá solamente los cambios efectuados en la ChemStation fuera de línea.

NOTA Si el mismo método se carga en ChemStation en línea y fuera de línea, solamente es posible editar el método fuera de línea durante la ejecución de la secuencia. No es posible editar métodos en la ChemStation fuera de línea si la ChemStation en línea está inactiva.

Administración de métodos

Árbol de métodos en ChemStation Explorer

El árbol de métodos en el ChemStation Explorer se divide en dos partes. La parte superior muestra los métodos contenidos (Sequence Methods) en el conjunto de resultados cargado en ese momento. La parte inferior muestra los métodos en los directorios de métodos maestros (Master Methods), que se configuran en el cuadro de diálogo **Preferences**.

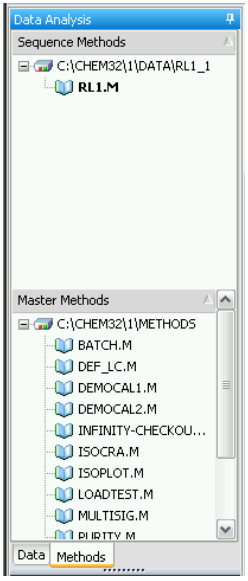


Figura 3 Árbol de navegación de métodos

El método cargado en ese momento aparece siempre en negrita.

Se pueden copiar con toda facilidad métodos maestros en métodos de secuencia arrastrándolos y soltándolos. Se copiará todo el método (parámetros de DA y parámetros de ACQ) en el conjunto de resultados.

Visualización del método de adquisición

Puede acceder al Visor del método de adquisición mediante el menú **Instrument > Acquisition Method Viewer...** de la vista **Method and Run Control**. El Visor del método de adquisición se encuentra disponible tanto en la sesión en línea como fuera de línea de ChemStation.

Con el Visor del método de adquisición, puede comprobar los parámetros de adquisición almacenados en un método, independientemente de la configuración del instrumento actual. El cuadro de diálogo muestra la configuración del instrumento en el momento en el que el método se ha guardado en ChemStation. Los parámetros del análisis de datos no se muestran en este visor. El Visor del método de adquisición no permite que el usuario realice ningún cambio en el método de ChemStation cargado.

El Visor del método de adquisición muestra la configuración del método en el modo de solo lectura. No ofrece las funciones para editar y guardar los métodos.

NOTA El cuadro de diálogo muestra la configuración del método de los instrumentos o módulos con controladores RC.Net solamente. No muestra la configuración del método obtenida de controladores clásicos.

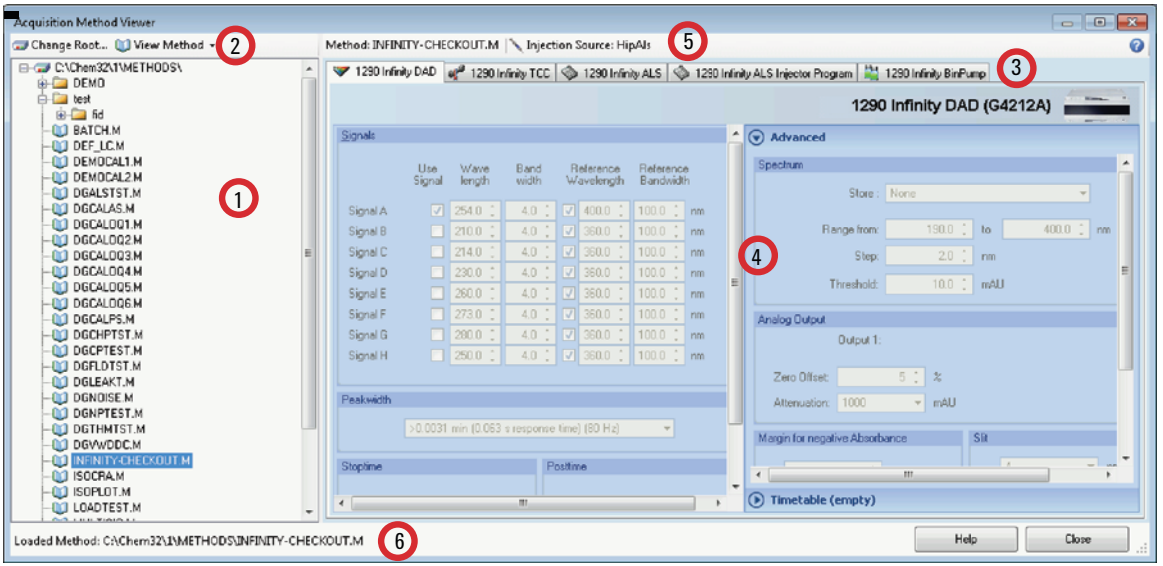


Figura 4 Cuadro de diálogo **Acquisition Method Viewer**

1	Navegador de métodos
2	Barra de herramientas
3	Fichas del módulo (muestra la configuración del método, la configuración de pretratamiento en un control de fichas para todos los módulos encontrados en la configuración del instrumento utilizado).
4	Área del visor de métodos
5	Nombre del método, Información de la fuente de inyección
6	Barra de estado

En el navegador de métodos (1), la ruta de métodos favorita se muestra de modo predeterminado. Haga clic en **Change Root...** en la barra de herramientas para seleccionar un directorio diferente.

La barra de herramientas (2) ofrece las opciones de **View Method** siguientes:

- **View with Original Configuration...**: carga la configuración tal y como está guardada en el método del instrumento.

- **View with Instrument Configuration...**: aplica el método guardado a la configuración del instrumento actual. Esta opción se encuentra disponible solo para instrumentos en línea. El método guardado puede que no sea compatible con la configuración del instrumento actual. Si es posible, la configuración se adaptará automáticamente; de lo contrario, puede hacer clic en **Resolve Settings** y comprobar la información en el cuadro de diálogo **Method Resolution Info**. Este cuadro de diálogo muestra la lista de incoherencias y las diferencias entre el método resuelto y no resuelto.

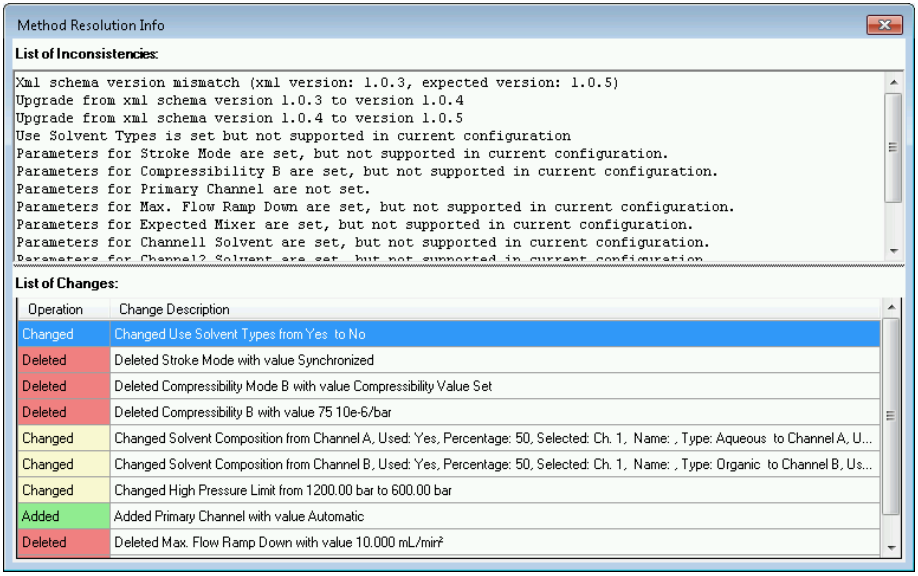


Figura 5 Cuadro de diálogo **Method Resolution Info**

Actualización de los parámetros de DA en el método maestro

La opción **Update Master Method** está disponible en el menú **Method** y en el menú contextual del método de secuencia en el explorador de ChemStation. El comportamiento exacto de esta función depende del modo actualmente seleccionado. En todos los casos, esta función actualiza los parámetros de análisis de datos del método de destino.

NOTA Es importante tener en cuenta que esta función *solamente* actualiza parámetros de análisis de datos del método de destino y que sobrescribe *todos* los parámetros de análisis de datos.

Actualización de un método maestro en el modo de reprocesar o recalcular

En este modo, el comando **Update Master Method** solamente se encuentra activo para los métodos de secuencia de un conjunto de resultados. Se puede actualizar el método maestro al que se remitió el usuario cuando creó la secuencia. La condición previa es que el método maestro esté todavía presente en el directorio de métodos maestros (el método maestro debe tener el mismo nombre que el método de la secuencia).

También se pueden configurar los parámetros de la secuencia para que ejecuten automáticamente esta función durante cada adquisición o reprocesamiento de secuencias. Para obtener más información, véase "Administración de métodos" en la página 53.

Actualización de un método maestro en el modo de últimos resultados

En este modo, el comando **Update Master Method** se encuentra activo tanto para las muestras de secuencias como para las muestras individuales. Puede transferir los parámetros del análisis de datos actual al método maestro que se utilizó por última vez para realizar el análisis de datos. Este método se muestra en la columna **Analysis Method** de la tabla de navegación.

Este comando se encuentra disponible en las condiciones siguientes:

- El fichero del método existe en la ubicación determinada (es decir, el nombre y la ruta completa deben coincidir).
- Para las secuencias: el análisis de la secuencia se ha analizado manualmente con un método maestro (no con el método de la secuencia).

Actualización de cualquier método maestro en el modo de últimos resultados

En el modo de últimos resultados, puede transferir los parámetros del análisis de datos a cualquier método maestro, independientemente del método maestro relacionado con el análisis de la secuencia o análisis individual actual. Para actualizar cualquier método maestro, seleccione **Menu > Update any Master**

Method ... y seleccione un método del cuadro de diálogo **Choose Master Method to update**. Los parámetros del análisis de datos se copiarán al método maestro seleccionado.

Actualización de métodos

Con el cuadro de diálogo **Update Methods** (véase figura siguiente) se pueden copiar métodos del directorio de métodos maestros al conjunto de resultados y viceversa. En ambos casos, se copia el método completo (parámetros de DA y de ACQ).

Se puede abrir el cuadro de diálogo desde el menú **Method > Update Methods...** o desde el menú contextual del método de la secuencia en el explorador de ChemStation. Esta función se encuentra disponible para los conjuntos de resultados en los modos de recalcular y reprocesar.

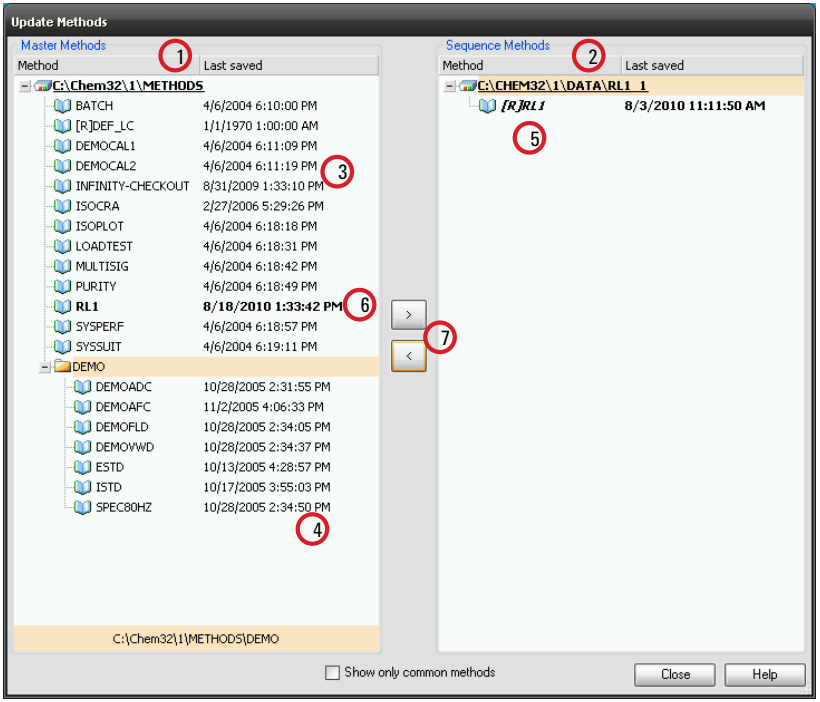


Figura 6 Cuadro de diálogo **Update Methods**

1 A la izquierda, verá los métodos de todos los directorios de métodos maestros (según se hubieran configurado en Preferencias).

2 A la derecha, verá los métodos del conjunto de resultados cargado en ese momento.

3 De cada método puede ver la fecha en que se guardó por última vez. El mensaje emergente de la fecha muestra la última entrada en el historial del método.

4 Los métodos se pueden guardar también en subdirectorios del directorio de métodos maestros.

5 Los métodos de solo lectura tienen un prefijo [R]. El método de secuencia cargado en ese momento aparece en cursiva.

6 Los métodos comunes al conjunto de resultados de la secuencia y el almacén de métodos maestros aparece en negrita. Los métodos se corresponden solamente por el nombre; si hay un nombre de método presente en más de un almacén, cada una de las instancias se considerará común.

7 Se pueden copiar métodos entre un almacén de métodos maestros y el conjunto de resultados de secuencia arrastrándolos y soltándolos, o usando las teclas < y >. No se pueden sobrescribir métodos marcados como de solo lectura.

Almacenamiento de un método como nuevo método maestro

Se pueden guardar los parámetros del análisis de datos desde el DA.M como un nuevo método maestro. Sin embargo, el DA.M no contiene los parámetros de adquisición. Para suministrar un conjunto válido de parámetros de adquisición para el nuevo método maestro, deberá seleccionar otro método como plantilla para los parámetros de adquisición (véase la figura siguiente). El nuevo método maestro contendrá sus parámetros del análisis de datos actual del DA.M y los parámetros de adquisición del método de plantilla seleccionado. El nuevo método se creará en la carpeta en la que está ubicado el método de la plantilla de adquisición.

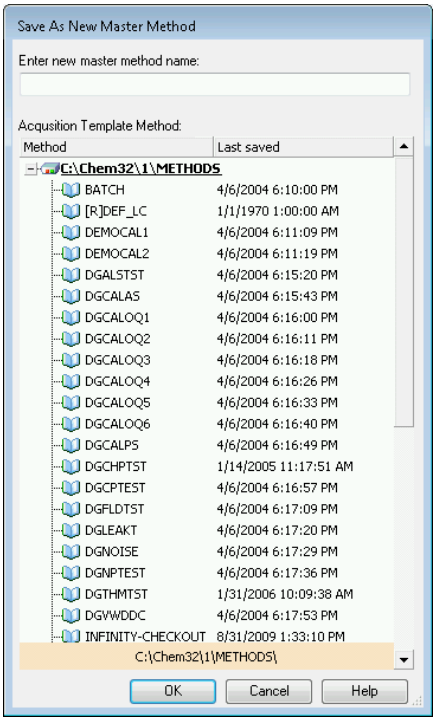


Figura 7 Cuadro de diálogo **Save as New Master Method**

¿Qué sucede cuando se ejecuta un método?

El cuadro de diálogo **Run Time Checklist** especifica las partes del método que se van a ejecutar al iniciar un análisis.

En él hay ocho partes:

- Pre-Run Command or Macro.
- Data Acquisition.
- Standard Data Analysis.
- Analysis Method for Second Signal (GC solamente).
- Customized Data Analysis.
- Save GLP data.
- Post-Run Command or Macro.
- Save Copy of Method With Data (RUN.M).

Cuando se realiza un análisis, se ejecutan las partes del método especificadas en el cuadro de diálogo Run Time Checklist.

Resumen del funcionamiento del método

La siguiente lista muestra el flujo del funcionamiento del método cuando se seleccionan todas las partes en la Run Time Checklist.

1 *Prerun Command Macro*

Tiene lugar una tarea antes de comenzar el análisis.

2 *Data Acquisition*

Se lleva a cabo el programa del inyector.

Se inyecta la muestra.

Se adquieren los datos primarios.

Se guardan los datos.

3 *Save Copy of Method with Data* (RUN.M); opcional en Run Time Checklist

4 *Data Analysis (Process Data)*

Se carga el fichero de datos.

Se integra el fichero de datos.

Se identifica y cuantifica el pico.

Se busca en la librería espectral, si estuviera disponible.

Se comprueba la pureza del pico, si estuviera disponible.

Se guarda una copia del método (DA.M) y se imprime un informe.

5 *Customized Data Analysis*

Se ejecutan las macros.

6 *Save GLP Data*

Se guarda el registro binario GLPSave.Reg.

7 *Postrun Command Macro*

Tiene lugar una tarea después de terminar el análisis, por ejemplo, la generación de un informe personalizado.

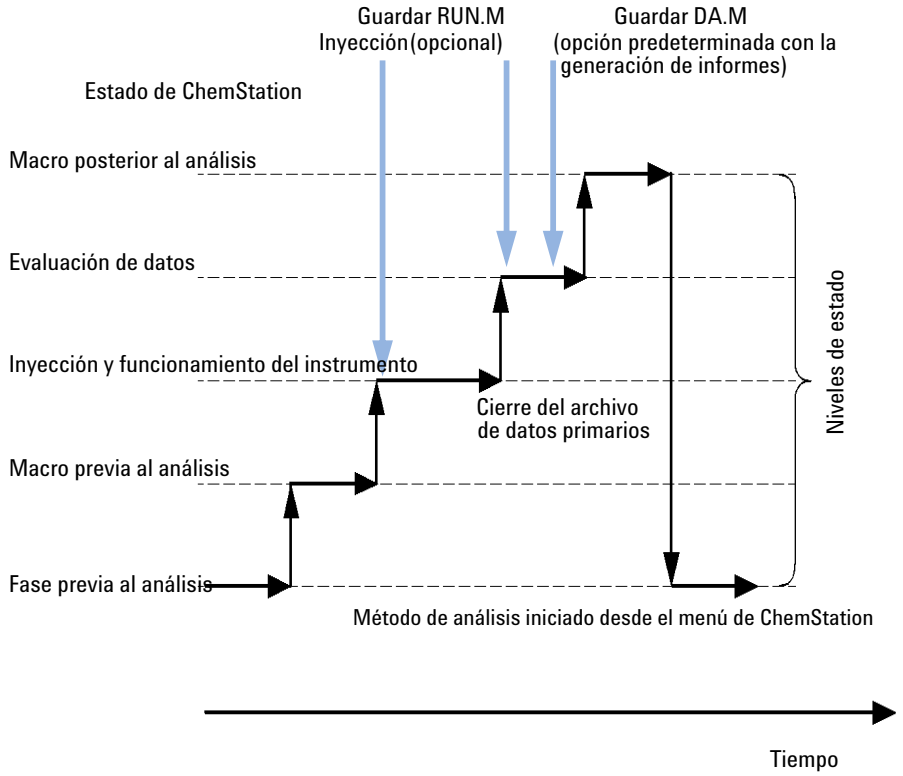


Figura 8 Funcionamiento del método

La figura siguiente muestra una visión general del estado de ChemStation durante la operación del método, donde se han seleccionado todas las partes de la Run Time Checklist.

NOTA En el caso del modo “Unique Folder Creation OFF" no se genera DA.M. Para obtener más información, véase “Preferencias: ficha Secuencia” en la página 109.

Macro o comando de ejecución previa(Lista de control del análisis)

Si se especifica una macro o un comando de ejecución previa, se ejecuta antes de iniciar el análisis. Este componente se utiliza normalmente para personalizar el sistema con otros paquetes de software.

Data Acquisition (Run Time Checklist)

- Todos los parámetros se configuran con las condiciones iniciales establecidas en el método actual.
- Si está especificado, se ejecuta el programa de inyección y se realiza la inyección desde el vial definido en ese momento.
- La pantalla muestra el progreso del análisis, incluida información cromatográfica o electroferográfica, y datos espectrales, si los hubiera.
- Los datos se adquieren y se guardan en un fichero de datos.
- Una vez finalizada la adquisición de datos, los parámetros de adquisición del método ejecutado en ese momento se guardan por defecto en un fichero de datos de nombre ACQ.txt.

Data Analysis (Run Time Checklist)

Cuando llega el momento de parar (stop time), el análisis termina y todos los datos primarios se guardan en el disco duro del ordenador. La parte de Data Analysis del software se inicia cuando se han guardado todos los datos primarios.

Integration

- Los objetos del cromatograma o electroferograma de la señal se integran según se indica en el cuadro de diálogo Integration Events.
- Se determinan el inicio y el máximo del pico, el tiempo de retención o migración y el final del pico.
- Se definen líneas base debajo de cada pico para determinar la altura y el área final del pico.
- Los resultados de la integración se incluyen en la lista Integration Results.

Identificación de picos y cuantificación (Peak Identification and Quantification)

- Utilizando los tiempos de retención o migración y los picos cualificadores opcionales, el software identifica los picos mediante referencias cruzadas con compuestos conocidos, definidos en la Calibration Table.

- Mediante la altura o el área de los picos, el software calcula la cantidad de cada componente detectado usando los parámetros de calibración especificados en la Calibration Table.

Búsqueda de bibliotecas de espectros (Spectra Library Search) (para sistemas LC 3D, CE, CE/MS y LC/MS solamente, disponible con Classic Reporting)

Para todos los picos que tengan un espectro UV visible, se puede realizar una búsqueda automatizada de una biblioteca espectral predefinida para identificar los componentes de la muestra en función del espectro UV visible. Para conocer más detalles véase *Comprensión del módulo espectral*.

Chequeo de pureza de picos (Peak Purity Checking) (para sistemas LC 3D, CE, CE/MS y LC/MS solamente)

Para un pico con espectro UV visible, se puede calcular el factor de pureza de dicho pico y guardarlo en un registro. La pureza del pico se puede determinar automáticamente al final de cada análisis como parte del método, si la casilla Comprobar pureza está seleccionada cuando se especifica una búsqueda de librerías automatizada o al seleccionar un estilo de informe. Para conocer más detalles véase *Comprensión del módulo espectral*.

Print Report

Se genera un informe con la identidad y cantidad de los componentes detectados en el análisis.

Customized Data Analysis

Permite al usuario ejecutar sus propias macros para evaluar los datos analíticos.

Save GLP Data

Guarda el registro binario GLPSave.Reg junto con el método de análisis de datos en el subdirectorio por defecto de los ficheros de datos. Esta función

está diseñada para ayudar a comprobar la originalidad de los datos y la calidad de los análisis individuales.

El fichero binario GLPSave.Reg es un fichero de registro no editable y protegido que contiene la siguiente información:

- Puntos de referencia de instrumentos clave (se pueden revisar gráficamente).
- Señales cromatográficas o electroferográficas.
- Resultados de integración.
- Resultados de cuantificación.
- Método de análisis de datos.
- Libro de registro.

Estos datos se guardan solamente si la función Save GLP Data está activada; para activarla, marque la casilla en Run Time Checklist. Los datos de GLP se pueden revisar, pero no editar, en el menú Data Analysis de ChemStation.

Postrun Command or Macro

Si se especifica un comando o macro post-análisis, se ejecuta después de la evaluación de los datos, por ejemplo, al copiar los datos a un disco para una copia de seguridad.

Save Copy of Method with Data

Se realiza después de la adquisición de los datos y solamente si la opción **Save method with Data** está seleccionada en la Run Time Checklist. Copia el método empleado para las adquisiciones en el directorio de datos, con el nombre RUN.M. RUN.M contiene parámetros de análisis de datos y adquisición. Es de solo lectura, y por tanto constituye un medio de reconstruir el análisis en el futuro, aun cuando el método cambie entre medias. En él s e puede ver en qué han afectado los cambios al método o los parámetros seleccionados en el análisis, lo cual puede ayudar al usuario a optimizarlo.

Save Copy of Method as DA.M with Data (ChemStation Default)

Independientemente de los elementos marcados en la lista de control de análisis, se guarda una copia de los parámetros del análisis de datos del método ejecutado como DA.M junto con el informe en el fichero de datos. Esto se hace al final de la parte *Análisis de datos estándar* y también cuando se crea un informe en la vista Análisis de datos.



3
Adquisición de datos

Definición de adquisición de datos 70
Monitores en línea 73
- Monitor de señales en línea 73
- Monitor de espectros en línea 73

Libro de registro 74
Información del estado 75
- Estado de ChemStation 75
- Barra de estado 75
- Diagrama del sistema 76

Reglas y alertas 77

Este capítulo contiene una introducción al proceso de adquisición de datos.

Definición de adquisición de datos

Definición de la adquisición de datos

Durante la adquisición de datos, todas las señales adquiridas por el instrumento se convierten de señales analógicas a señales digitales en el detector. La señal digital se transmite a ChemStation electrónicamente y se guarda en el fichero de datos de la señal.

Selección de rutas

Empezando por la ChemStation B.02.01, el almacenamiento flexible de datos para análisis individuales y secuencias permite especificar varias ubicaciones de almacenamiento sin necesidad de reconfigurar el programa. La ficha **Paths** del cuadro de diálogo **Preferences** del menú **View** permite añadir varias rutas además de la ruta predeterminada C:\chem32\x\DATA (donde x es el número del instrumento). Al utilizar los botones **Add** y **Remove**, las rutas existentes pueden eliminarse de forma sencilla, o bien se puede acceder a una ubicación seleccionada y añadir la ruta a la nueva ubicación en **Preferences**. La ruta predeterminada no puede quitarse de la lista pero puede modificarse en el **Configuration Editor**.

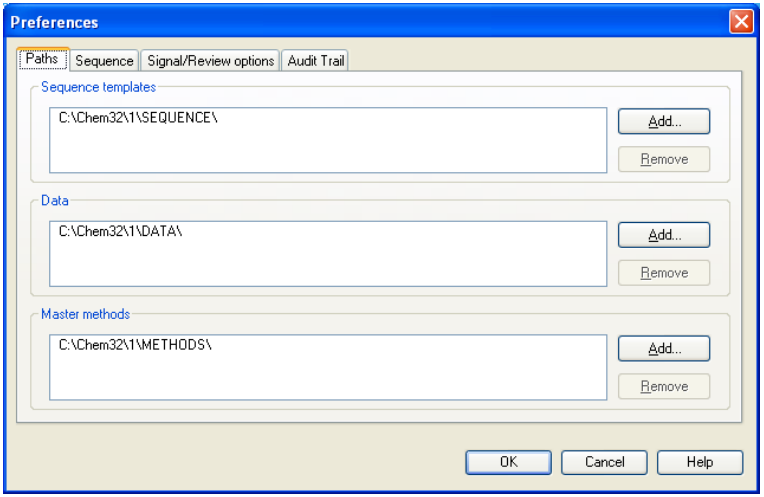


Figura 9 Ficha **Paths** en el cuadro de diálogo **Preferences**

Todas las rutas de datos especificadas recientemente podrán seleccionarse después en los cuadros de diálogo **Sample Info** y **Sequence Parameters** al realizar los análisis.

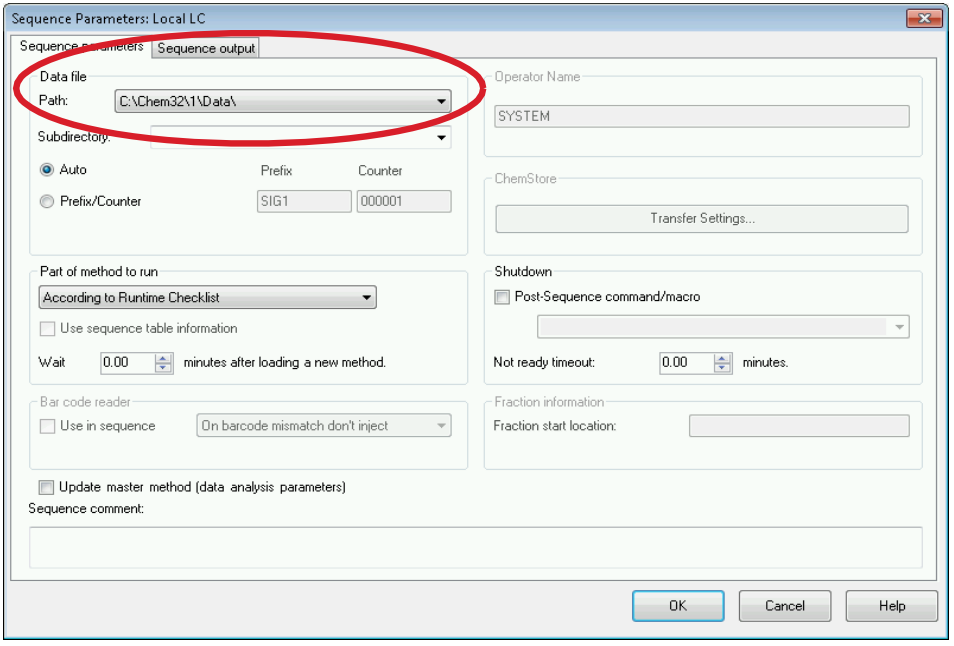


Figura 10 Selección de ruta de datos en el cuadro de diálogo **Sequence Parameters**

Monitores en línea

Existen dos tipos de monitores en línea: el monitor de señales en línea y el monitor de espectros en línea.

Monitor de señales en línea

El monitor de señales en línea permite monitorizar varias señales y, si el instrumento asociado lo permite, los gráficos del rendimiento del instrumento en la misma ventana. Puede seleccionar las señales que desea ver y ajustar el tiempo y el eje de absorbancia. Para los detectores que dispongan de esta función, hay un botón de balance.

Para mostrar la respuesta absoluta de la señal en la línea de mensaje, mueva el cursor en forma de cruz de la pantalla.

Monitor de espectros en línea

El monitor de espectros en línea muestra la absorbancia como función de la longitud de onda. Puede ajustar el rango de las longitudes de onda mostradas y la escala de absorbancia.

Libro de registro

El libro de registro muestra los mensajes que genera el sistema analítico. Estos mensajes pueden ser de error, del sistema o de eventos de un módulo. El libro de registro registra estos eventos aunque no se hayan mostrado. Para obtener más información acerca de un evento del libro de registro, haga doble clic en la línea correspondiente para mostrar un texto de ayuda descriptivo.

Información del estado

Estado de ChemStation

La ventana ChemStation Status muestra un resumen del estado del software ChemStation.

Cuando se ejecuta un solo análisis:

- la primera línea de la ventana ChemStation Status muestra el análisis en curso,
- la segunda línea de la ventana muestra el estado del método actual, y
- la tercera línea muestra el nombre del fichero de datos primarios además del tiempo de análisis en minutos (para los instrumentos GC, también se muestran los ficheros de los inyectores delantero y posterior).

La ventana Instrument Status ofrece información sobre el estado de los módulos instrumentales y detectores. Muestra el estado de cada componente y las condiciones actuales cuando corresponda, por ejemplo, presión, gradiente y flujo.

Barra de estado

La vista Method and Run Control View de la interfase gráfica de usuario del sistema ChemStation está compuesta por barras de herramientas y una barra de estado. La barra de estado contiene un campo de estado del sistema e información sobre el método y la secuencia actualmente cargados. Si se modificaron después de cargarlos, aparecen marcados con una rueda dentada amarilla. Para el módulo Agilent Serie 1100/1200 para LC, el símbolo EMF amarillo recuerda al usuario que se han excedido los límites de utilización establecidos para consumibles (por ejemplo, la lámpara).

Diagrama del sistema

Si los instrumentos analíticos configurados lo admiten (por ejemplo, los módulos Agilent Serie 1200 Infinity para LC o el GC Agilent Serie 6890), puede mostrarse un diagrama gráfico del sistema ChemStation. que le permite comprobar rápidamente el estado del sistema de un vistazo. Seleccione System Diagram en el menú View de la ventana Method and Run Control View para activar el diagrama. Se trata de una representación gráfica del sistema ChemStation donde cada componente está representado por un icono. Se muestra el estado actual utilizando el código de color descrito a continuación.

Tabla 6 Colores empleados para indicar el estado del módulo o instrumento

Color	Status
gris oscuro	fuera de línea
gris claro	En espera (p. ej. lámparas apagadas
amarillo	no preparado
verde	listo
morado	procesamiento previo, procesamiento posterior
azul	en ejecución
rojo	error

Además, puede mostrar la lista de los valores de los parámetros. Además de la presentación del estado, el diagrama permite tener acceso rápido a los cuadros de diálogo para configurar los parámetros de cada componente del sistema.

Consulte la parte relativa a instrumentos del sistema de ayuda en línea para más información acerca del diagrama del sistema.

Reglas y alertas

En los controladores de instrumentos compatibles con esta función (por ejemplo, los del sistema GC 7890A), puede acceder a **Instrument > Manage Rules and Alerts...** para configurar la forma en la que ChemStation deba reaccionar a eventos específicos durante la adquisición.

Por ejemplo, la falta de un vial o un recipiente es un error habitual en cromatografía. En ese caso, ChemStation puede, por ejemplo, continuar, pausar, detener o anular una secuencia.

NOTA Los eventos cubiertos y los posibles comportamientos dependen del controlador del instrumento.



4
Automatización/secuencias

Definición de la automatización 81
¿Qué son las secuencias y las plantillas de secuencia? 82
Parámetros de secuencias 83
Tabla de secuencia 84
Creación de secuencias(Secuencias y plantillas de secuencias) 85
- Ajuste de las columnas en la tabla de secuencia 85
- Inserción, anexión o eliminación de líneas 85
- Uso de la función Rellenar hacia abajo 85
- Filtrado de la tabla de secuencia 86
- Lectura de códigos de barras 86
- Utilización del botón Custom Fields 86
- Vista previa de la secuencia 87

Easy Sequence 88
- Introducción 88
- Utilización de la ficha Easy Sequence (secuencia) 89
- Utilización de la ficha Easy Sequence Setup (Template) 91

Uso de secuencias (secuencias y plantillas de secuencias) 93
- Adquisición de datos en una secuencia 93
- Adquisición de datos de análisis individuales 95
- Actualización automática de métodos maestros 96
- Muestras prioritarias 97
- Secuenciación con muestras de control 97
- Secuenciación con muestras de referencia en blanco 97
- Ejecución de una secuencia 98
- Pausar una secuencia 100
- Interrumpir una secuencia 101
- Abortar una secuencia 101
- Análisis de una secuencia parcial 101

Creación de conjuntos de resultados constituidos por el usuario 104
Archivo de registro de secuencias 106
¿Qué ocurre cuando se analiza una secuencia? 107
Estructura del fichero de datos de la secuencia 109
Preferencias: ficha Secuencia 109
Estructura de archivos de datos con la opción de creación de carpetas únicas activada 113
Asignación de nombres a ficheros de datos en una secuencia 114
Asignación automática de nombres a ficheros de datos en una secuencia 114
Introducción manual de nombres de ficheros de datos 115
Migración de conjuntos de resultados 116
Operación postsecuencia 119
Tiempo de espera para instrumento no listo (sólo LC y CE) 119
Tiempo de espera (sólo LC y CE) 120
Recalibración automática 121
Especificación de recalibraciones 122
Parámetros de recalibración de la tabla de secuencia 122
Tipos de secuencias 125
Secuencias de calibración explícita 125
Secuencias de calibración cíclicas de un único nivel 125
Secuencias de calibración cíclicas multinivel 126
Calibraciones explícitas y cíclicas juntas 129
Secuencias de calibración cíclica con agrupamiento 131
Secuencias de recalibración cíclica con múltiples viales que contienen la misma dilución de un estándar 135

En este capítulo se describen los conceptos de automatización. Se explica cómo utilizar secuencias en ChemStation, qué ocurre cuando se ejecuta una secuencia y cómo personalizar secuencias.

Definición de la automatización

La automatización es el análisis desatendido de más de una inyección.

La parte de secuencias del software ChemStation permite al usuario automatizar la adquisición, evaluar datos y generar informes.

¿Qué son las secuencias y las plantillas de secuencia?

Una secuencia es una serie de instrucciones que automatizan el análisis de muestras. Puede utilizarse para inyectar automáticamente cada muestra, obtener los datos y analizarlos según el método especificado para esa muestra. Cada vial de muestra de una secuencia puede analizarse con un método analítico diferente y, por lo tanto, utilizar diferentes conjuntos de condiciones cromatográficas/electroferográficas y parámetros de evaluación.

ChemStation introduce dos modos de almacenamiento de datos que le permiten elegir el modelo de almacenamiento de datos que corresponda a su flujo de trabajo. Estos modos influyen en el uso de la secuencia:

- **Unique Folder Creation** activada
- **Unique Folder Creation** desactivada

Unique Folder Creation activada, para mantener la coherencia de datos de muestra, utiliza secuencias como "plantillas de secuencia" que se pueden utilizar para ejecutar la adquisición varias veces; no obstante, estas plantillas no se utilizan para reprocesar en **Data Analysis**. Cuando la plantilla de secuencia está activa, se crea un conjunto de resultados que contiene todos los ficheros relacionados. Si se reutiliza la plantilla de secuencia, se crea un nuevo conjunto de resultados para cada reutilización.

Unique Folder Creation desactivada almacena todos los datos en un directorio. Los ficheros de secuencia *.s no se utilizan como plantillas de secuencia, con lo que si se vuelve a ejecutar la secuencia se pueden sobrescribir los datos si no se modifica el directorio de datos desde el usuario.

Las secuencias y plantillas de secuencia disponibles (*.s) están visibles en ChemStation Explorer. Para navegar fácil y rápidamente, se pueden añadir ubicaciones de secuencia o de plantilla de secuencia adicionales al árbol de selección de ChemStation Explorer con la ficha **Paths** del cuadro de diálogo **Preferences**.

Parámetros de secuencias

El cuadro de diálogo **Sequence Parameters** contiene información común a todos los viales de muestra en una secuencia. Utilice este cuadro de diálogo para:

- seleccionar el directorio de datos usando el cuadro combinado **Path** y
- especificar cómo debería realizarse el procesamiento de secuencias escogiendo una parte específica de parámetros de Methods and Run.

Por ejemplo, puede elegir entre:

- ejecutar la lista control del análisis.
- adquirir solamente, o
- reprocesar solamente (para datos adquiridos hasta ChemStation Rev. B.01.03 o datos adquiridos con la opción **Unique Folder Creation OFF**).

NOTA

Los datos de secuencia adquiridos con las revisiones de ChemStation hasta la B.01.03 o los adquiridos con las opciones **Unique folder Creation OFF** se tienen que reprocesar con la opción **reprocess** de la vista **Method and Run Control**.

Los datos de secuencia adquiridos con las revisiones de la ChemStation B.02.01 o posteriores se tienen que reprocesar con la opción **reprocess** en la **Data Analysis Navigation table**.

Si se selecciona la opción **reprocess**, se pueden utilizar los datos de la muestra definidos en el análisis original, o si se activa la casilla **Use Sequence Table information**, se pueden utilizar los datos de muestra actualizados introduciendo nuevos datos en la tabla de secuencias:

- especificar qué ocurre cuando se finaliza la secuencia con los parámetros **shutdown**.
- especificar hay que utilizar códigos de barras en las secuencias y cómo actuar frente a un error en el código de barras (partiendo de que haya un lector de código de barras instalado en el sistema).

Tabla de secuencia

La tabla de secuencia determina los métodos que se utilizan para procesar los viales de muestras y el orden en el que los datos de estos viales se adquieren y analizan. Esta tabla también contiene información de cada muestra, incluidos el nombre, los parámetros de cuantificación y los parámetros de recalibración.

En aquellos instrumentos que permitan el muestreo doble (GC), aparecerá en la tabla una columna adicional denominada **Injector Location** (con las opciones**Front** y **Back**) y la casilla de verificación **Dual Simultaneous Injections** pasará a estar disponible en la parte inferior:

- Si marca la casilla de verificación **Dual Simultaneous Injections**, el sistema combinará los análisis y procesará dos muestras simultáneamente en cada análisis. Los números de línea se ajustarán según corresponda. En este modo, puede ordenar la tabla de secuencia según la ubicación del inyector (**Front** o **Back**).
- Si no marca esta casilla de verificación, se procesará una muestra en cada análisis. El orden de los análisis será el que se muestre en la tabla. Puede usar de forma alterna los inyectores frontal y trasero.

Para obtener una descripción de las columnas de esta tabla y el modo en el que interactúan con la información almacenada junto con el método, consulte la ayuda en línea.

Creación de secuencias(Secuencias y plantillas de secuencias)

Utilice la tabla de secuencia para especificar las muestras, métodos y viales que analizar en la secuencia. La tabla de secuencia recoge cada muestra de la secuencia en el orden en que se analizarán y contiene la información de viales, métodos y calibración necesaria para cada muestra.

Ajuste de las columnas en la tabla de secuencia

Para cambiar la vista y el contenido de la tabla de secuencia, haga clic en  (**Column Chooser**) en la barra de herramientas de la tabla de secuencia. Seleccione las columnas que desee que aparezcan en la tabla de secuencia. En función de los paquetes de software instalados, se añadirán más columnas; por ejemplo, si hay un sistema LC/MS instalado, aparecerá la columna **Target Mass**.

Inserción, anexión o eliminación de líneas

Para insertar o anexar una nueva línea en blanco o eliminar una línea, utilice los botones correspondientes de la barra de herramientas:

 **Insert Line**

 **Append Lines**

 **Delete Lines**

Uso de la función Rellenar hacia abajo

Si en muchas de sus muestras se utiliza el mismo método, puede introducir rápidamente dichas muestras en la tabla de secuencia utilizando el icono

Filldown. Esta función copia el nombre del método, el rango de viales, el número de inyecciones por vial y, si se especifican, la cantidad de muestra, la cantidad ISTD, el factor multiplicador y la dilución. A continuación, el sistema introduce la información de cada vial del rango en la tabla de secuencia.

Las **Filldown Options**  permiten especificar los parámetros concretos de dicha función.

Asimismo, puede utilizar el **Insert/Filldown Wizard**  para añadir varias veces un rango de líneas seleccionadas a la tabla de secuencia.

Filtrado de la tabla de secuencia

Las **Filter Options**  permiten aplicar un conjunto de condiciones para mostrar un subconjunto de líneas en la tabla de secuencia.

Lectura de códigos de barras

Si su instrumento permite leer códigos de barras, haga clic en **Read Bar Codes**  para obtener los nombres de las muestras.

Utilización del botón Custom Fields

Si se han configurado campos personalizados en los métodos utilizados en la Sequence Table, pulse el botón Custom Fields para editar los valores de estos campos para cada muestra (campos personalizados relacionados de muestras) o para cada compuesto en el método de una muestra (campos personalizados relacionados de compuestos).

Vista previa de la secuencia

La función **Sequence Preview**  hace que se abra un cuadro de diálogo en el que se mostrará la secuencia tal como se ejecutará, con todas las calibraciones repetidas, las muestras de control de calidad (QC) y los blancos incluidos en el orden correcto.

Easy Sequence

Introducción

Easy Sequence es una interfaz de usuario pensada para poder configurar fácil y rápidamente secuencias a partir de plantillas. La plantilla especifica parámetros que deberá ver o editar el usuario. La configuración de calibración ofrece una interfaz fácil de utilizar que permite arrastrar y soltar elementos para especificar los tipos de calibración y las posiciones de las muestras; además, permite visualizar un resumen de la secuencia. Con la función **Easy Sequence**, los usuarios pueden crear rápidamente secuencias que sigan un determinado patrón y que, excepto por el número de muestras, sean similares.

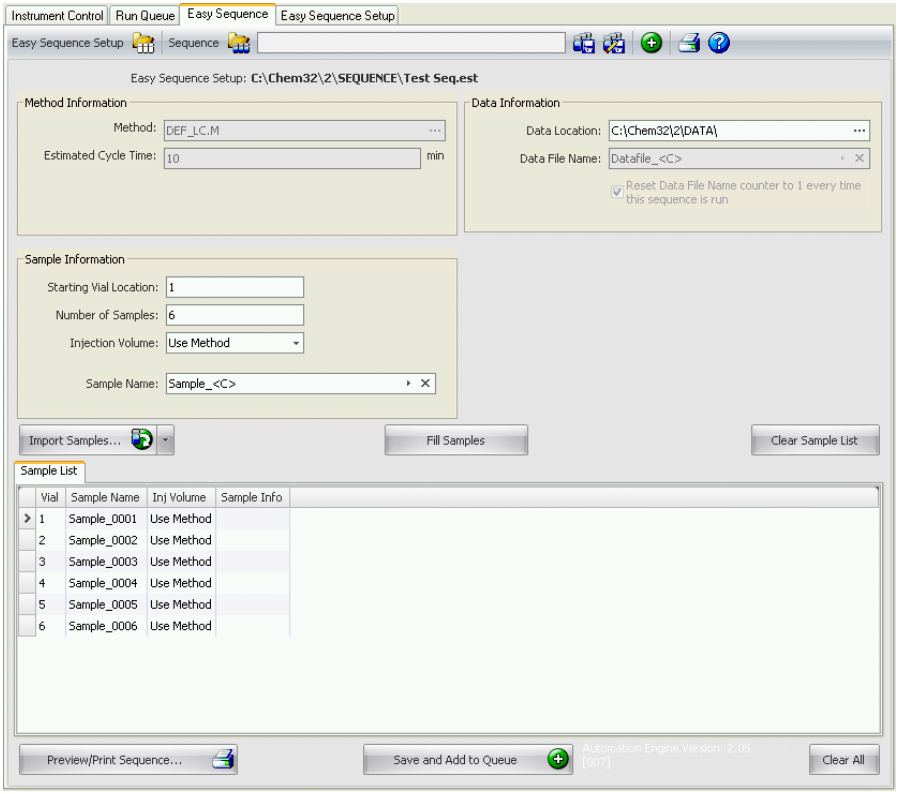


Figura 11 Ficha **Easy Sequence**

Utilización de la ficha Easy Sequence (secuencia)

La ficha **Easy Sequence** sirve para generar una secuencia a partir de la plantilla creada en la ficha **Easy Sequence Setup**. También se pueden importar muestras guardadas en formato CSV.

Para definir una secuencia

1 En la ficha **Easy Sequence**, abra una plantilla pulsando el icono **Open Easy Sequence Setup**.

2 Haga los cambios necesarios, como pueden ser las ubicaciones de viales de muestra, las ubicaciones de viales de compuestos de calibración, la ubica-

ción de los datos o la de la secuencia. Los parámetros disponibles para editar dependerán de la configuración de la plantilla.

3 Si las muestras preintroducidas no coinciden con las nuevas ubicaciones de muestras, pulse **Fill Samples** para volver a introducirlas en la tabla.

4 Pulse **Preview/Print Sequence...** para previsualizar la Sequence.

5 Guarde la secuencia.

SUGERENCIA La secuencia se podrá editar mientras su estado en la cola sea **Pending**.

6 Pulse **Save and Add to Queue** para enviar la Sequence a la Sequence Queue.

Para importar datos de muestra

Los datos de muestra configurados se pueden importar a **Easy Sequence**. Antes de importar muestras, se puede configurar el fichero CSV y darle el formato apropiado. Consulte en la ayuda en línea cómo crear un fichero de datos de muestra en formato CSV.

1 En la ficha **Easy Sequence**, abra una plantilla pulsando el icono **Load Easy Sequence Setup**.

2 Pulse **Import Samples...**

3 Seleccione el fichero CSV que desee importar.

Se importarán todos los campos válidos.

NOTA Para importar datos de muestra a la **Back Sample List**, compruebe que esté seleccionada la **Back Sample List** y que aparezca en pantalla antes de pulsar el botón **Import Samples**.

4 Compruebe los campos revisando la Sample List.

Utilización de la ficha Easy Sequence Setup (Template)

Se emplea **Easy Sequence Setup** para crear plantillas que sirvan como punto de partida para crear secuencias. Hay dos paneles: Samples y Calibration. El panel **Samples** especifica la información de método, muestra, datos y secuencia. La plantilla se emplea también para especificar qué parámetros estarán ocultos o serán de solo lectura. El panel **Calibration** cuenta con una interfaz gráfica a través de la cual se pueden configurar y ver los análisis de calibración. Tiene una interfaz para arrastrar y soltar elementos fácilmente con el fin de especificar los tipos de calibración (cíclica o agrupada) y las posiciones de las muestras.

Creación de una plantilla Easy Sequence:

1. En la ficha **Easy Sequence Setup**, seleccione el panel **Samples**. Abra una plantilla existente o cree una nueva plantilla.
2. Seleccione el **Method**. Se mostrarán opciones de inyección duales si la fuente de inyección del método es Dual. Se puede especificar un análisis inverso para la señal inversa. Este método es el único parámetro necesario para una plantilla.
3. Si lo desea, introduzca la duración estimada (en minutos) de un análisis de muestra. Ese es el tiempo transcurrido desde que empieza una muestra hasta que empieza la siguiente. Este parámetro se utiliza para estimar la duración total esperada de la secuencia. Deje ese campo en blanco si no desea utilizar la función Estimated Cycle Time.
4. Especifique la **Starting Vial Location**, el **Number of Samples** y el **Sample Name**.
5. Seleccione la **Data Location**.
6. Seleccione la **Sequence Location** y especifique el **Sequence Name**.
7. Introduzca los comentarios que desee para la plantilla.
8. Especifique los parámetros que estarán ocultos o serán de solo lectura. Introduzca un valor predeterminado en **injections/vial**, **sample amount**, **ISTD amount**, **injection volume**, etc. Esto ayuda a reducir la probabilidad de error al crear una secuencia en la ficha **Easy Sequence**.
9. Guarde la plantilla.

Para definir las calibraciones:

Requisitos El método empleado en la plantilla tiene que estar calibrado en los niveles necesarios.

1 En la ficha **Easy Sequence Setup**, seleccione el panel **Calibration**.

2 Seleccione **Cyclic**, **Bracketing** o **Simple Calibration** en la lista desplegable **Calibration Mode**.

3 El **Sequence Diagram** tiene las siguientes secciones:

- **Sequence Start**
- **Bracketing/Cyclic**
- **Samples/Injections**
- **Sequence End**

4 En el área **Samples** de la Sequence, ajuste el **Calibration Interval** en función del número de muestras o el número de inyecciones.

5 Configure el **Sample type**, **Blank**, **Calibrant** o **QC Sample** arrastrando el icono del área **Sample Type** a la sección **Sequence Diagram**.

6 Configure los parámetros de cada Sample Type y asígneles los valores **Hide** o **Read-Only**.

7 Compruebe el modo de calibración en la vista general **Easy Sequence**.

8 Guarde la plantilla.

Uso de secuencias (secuencias y plantillas de secuencias)

Desde el menú Secuencia se pueden crear secuencias y acceder a secuencias (y a plantillas de secuencias). Las secuencias pueden crearse y guardarse del mismo modo que los métodos. Al guardar una secuencia, se crea un fichero con extensión .S. Si desea editar o utilizar una secuencia de nuevo, puede acceder a ésta, por ejemplo, con la opción Cargar secuencia del menú Secuencia.

Adquisición de datos en una secuencia

Para analizar una secuencia deberán estar disponibles los métodos predefinidos apropiados. Estos son los métodos maestros, tal como se ha descrito anteriormente. Normalmente, los métodos maestros y las plantillas de secuencia se utilizan en la vista **Method and Run Control** de ChemStation. Por este motivo, en la vista **Method and Run Control**, la ChemStation ofrece acceso a los métodos maestros y a las plantillas de secuencia.

La plantilla de secuencia hace referencia a estos métodos en la Sequence Table.

Tal como se ha explicado anteriormente, cuando se analiza una secuencia con una plantilla de secuencia <sequence_name>.S y se utiliza el método maestro <method_name>.M, se crea una carpeta nueva que contiene todos los ficheros resultantes del análisis de la secuencia (“conjunto de resultados”).

La ubicación de esta carpeta se determina con los parámetros del cuadro de diálogo **Sequence Parameters**, y el nombre de la carpeta se determina con la ficha **Sequence** del cuadro de diálogo **Preferences**. Por defecto, el nombre es <SeqName> <Fecha> <Hora>, pero puede configurarse al usar señales o puede introducir cualquier nombre manualmente. Para obtener más información sobre las señales, consulte “Nombres de ficheros y señales” en la página 19. Puede usar las señales siguientes:

- **Current date**
- **Current time**
- **User name**

- **Instrument name**
- **Sequence name**
- **Counter**
- **Computer name**

Si el **Name Pattern** no sirve para asignar nombres únicos para los conjuntos de resultados, ChemStation añadirá un contador para garantizar su unicidad.

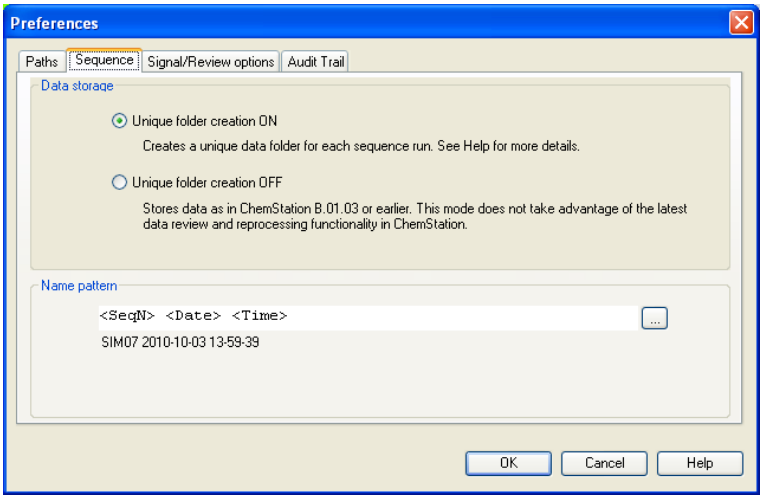


Figura 12 Cuadro de diálogo **Preferences**: ficha **Sequence**

Al comienzo de una secuencia de adquisición, el método especificado en la tabla de secuencias se copia desde la carpeta de métodos maestros al conjunto de resultados. Asimismo, se crea una copia de la secuencia y se coloca junto con el registro de secuencia y el fichero de lotes (*.b) en el conjunto de resultados. Todas las actualizaciones del método (por ejemplo, actualizaciones de la Calibration Table) se escriben en el método de secuencia del conjunto de resultados. En caso de utilizar Intelligent Reporting, las plantillas de informes que se seleccionaran en los Sequence Parameters o en las Method Properties se copian también en el conjunto de resultados. Con este sistema todos los ficheros necesarios estarán disponibles para futuras revisiones de datos y reprocesamientos, sin que se apliquen los cambios al método maestro o a la plantilla de secuencia para otros análisis de secuencia.

Durante la adquisición, los ficheros de datos se almacenan en el conjunto de resultados. Dentro de cada fichero de datos (*.D) se guarda una copia del método de secuencia para el análisis en cuestión. El fichero ACQ.txt contiene los

parámetros de adquisición del método de secuencia, lo que conserva el estado del método tal como era en el momento de la adquisición del fichero de datos específico. La carpeta DA.M contiene una copia de los parámetros de análisis de datos empleados en el método de secuencia.

Junto con estos ficheros guardados en la carpeta de secuencias, pueden realizarse las actividades de revisión y reprocesamiento de todos los datos sin alterar el método maestro o la plantilla de secuencia. En caso necesario, los cambios de método pueden volver a guardarse también en el método maestro.

NOTA

El conjunto de resultados debe contener siempre el conjunto completo de ficheros de datos (*.D). Si se borran algunos de esos ficheros de datos, habrá problemas al cargar el conjunto de resultados en el almacenamiento central de datos. Si necesita acortar una secuencia, cree un conjunto de resultados constituido por el usuario a partir del conjunto reducido de líneas de secuencia (consulte "Creación de conjuntos de resultados constituidos por el usuario" en la página 104).

Adquisición de datos de análisis individuales

En análisis individuales, el fichero de datos se guarda directamente en el subdirectorio correspondiente. Como solamente se emplea un método para un análisis individual, este método no se tiene que copiar en el subdirectorio; todas las acciones se realizan directamente con el método maestro. Una vez completada la parte de adquisición del método, se guarda una copia de los parámetros de adquisición en el fichero ACQ.txt. Se guarda una copia de los parámetros de análisis de datos en el directorio del fichero de datos (DA.M) tras la ejecución de la parte de análisis de datos del método maestro.

Actualización automática de métodos maestros

Con esta función, ChemStation actualiza automáticamente los parámetros de análisis de datos de los métodos maestros que se hubieran copiado en el conjunto de resultados. Se puede utilizar esta función, por ejemplo, para actualizar las tablas de calibración de los métodos maestros después de reprocesar una secuencia con recalibraciones.

Se puede activar esta función en el cuadro de diálogo **Sequence Parameters** (véase figura siguiente). Durante la adquisición, ChemStation actualiza los parámetros de análisis de datos de los métodos maestros en todos los métodos de la secuencia del conjunto de resultados.

Los parámetros de análisis de datos de los métodos maestros se actualizan también después de reprocesar la secuencia. La condición previa es que el método maestro correspondiente (un método con el mismo nombre que el método de la secuencia) aún exista en el mismo directorio de métodos maestros igual que en el momento en el que se copió en el conjunto de resultados.

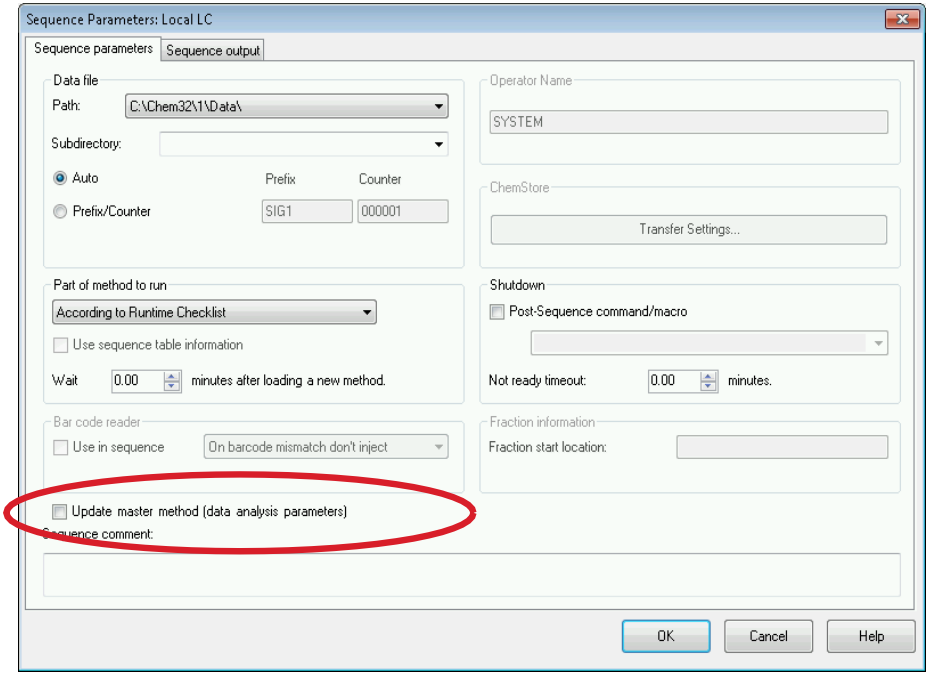


Figura 13 Opción **Update master methods** en el cuadro de diálogo **Sequence Parameters**

NOTA Como esta función acarrea una reducción del rendimiento, se aconseja no utilizarla a menos que se tengan secuencias con cientos de métodos.

Muestras prioritarias

Se puede pausar una secuencia que está siendo analizada cuando se haya finalizado el método actual para permitir el análisis de una muestra prioritaria por el mismo o por otro método. Después, la secuencia se puede reanudar y continúa con la muestra en la que se pausó.

Secuenciación con muestras de control

Las muestras de control se pueden especificar en el campo Sample Type de la tabla de secuencia. El método que se utiliza para analizar las muestras de control debe contener una tabla de calibración donde estén especificados los límites de muestras de control de uno de los compuestos. Si se exceden estos límites especificados, la secuencia se interrumpe y se escribe un mensaje en el libro de registros. Si usa uno de los estilos de informes de ChemStation, los límites de muestras de control también se imprimen en los informes generados para estos análisis. Para obtener más información sobre cómo definir una secuencia con muestras de control, consulte la sección Cómo... de la ayuda en línea.

Secuenciación con muestras de referencia en blanco

Las señales de referencia son necesarias para evaluar la relación señal/ruido, según lo define la Farmacopea Europea. Se puede especificar el fichero de datos de referencia en la tabla de secuencia al elegir el tipo de muestra **Blank** para las muestras correspondientes.

Si se usan varios ficheros de referencia, el orden de los ficheros es esencial. ChemStation usa un fichero de referencia para todos los análisis sucesivos, hasta que haya un nuevo fichero de referencia en la tabla de secuencia. El fichero de referencia de una muestra en blanco sirve como su propia referen-

cia. La siguiente vista general muestra un ejemplo de una secuencia que contiene dos muestra en blanco:

Tabla 7 Ejemplo de secuencia con muestras en blanco

	Muestra	Fichero de datos	Fichero de referencia
1	Sample1	DF01.D	
2	*Blank1*	*DF02.D*	*DF02.D*
3	Sample2	DF03.D	*DF02.D*
4	Sample3	DF04.D	*DF02.D*
5	*Blank2*	*DF05.D*	*DF05.D*
6	Sample4	DF06.D	*DF05.D*
7	Sample5	DF07.D	*DF05.D*

Consulte la Guía de referencia para obtener detalles sobre el cálculo de la relación señal/ruido.

Ejecución de una secuencia

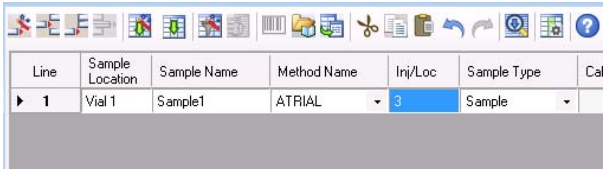
Una vez enviada la secuencia a la cola, la plantilla de secuencia se transformará en una lista de tipo "análisis por análisis". En ella se mostrará la secuencia tal como se ejecutará, con todas las calibraciones repetidas, las muestras de control de calidad (QC) y los blancos incluidos en el orden correcto. El archivo de secuencia generado se guardará en el conjunto de resultados.

NOTA

La agregación de líneas a una secuencia en ejecución puede dar lugar a incoherencias en los nombres de los archivos de datos.

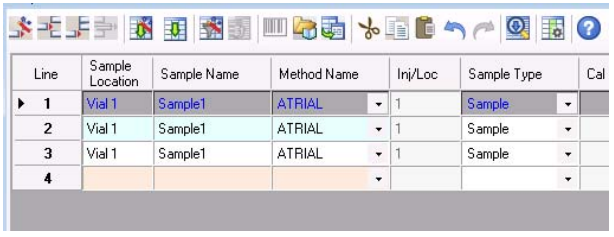
La eliminación de líneas de una secuencia en ejecución puede dar lugar a incoherencias graves, en especial si la secuencia se pausa y se reanuda a continuación.

Ejemplo: secuencia con varias inyecciones



Line	Sample Location	Sample Name	Method Name	Inj/Loc	Sample Type	Cal
1	Vial 1	Sample1	ATRIAL	3	Sample	

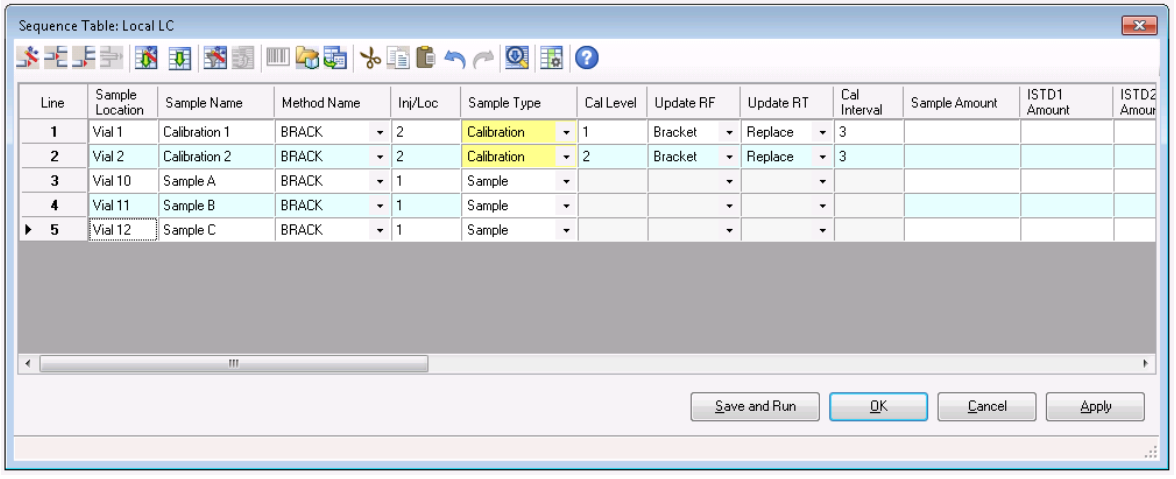
Figura 14 Plantilla de secuencia antes de enviarla a la cola (muestra con tres inyecciones)



Line	Sample Location	Sample Name	Method Name	Inj/Loc	Sample Type	Cal
1	Vial 1	Sample1	ATRIAL	1	Sample	
2	Vial 1	Sample1	ATRIAL	1	Sample	
3	Vial 1	Sample1	ATRIAL	1	Sample	
4						

Figura 15 Archivo de secuencia tras enviarlo a la cola (tres líneas independientes)

Ejemplo: secuencia con calibración cíclica



Line	Sample Location	Sample Name	Method Name	Inj/Loc	Sample Type	Cal Level	Update RF	Update RT	Cal Interval	Sample Amount	ISTD1 Amount	ISTD2 Amour
1	Vial 1	Calibration 1	BRACK	2	Calibration	1	Bracket	Replace	3			
2	Vial 2	Calibration 2	BRACK	2	Calibration	2	Bracket	Replace	3			
3	Vial 10	Sample A	BRACK	1	Sample							
4	Vial 11	Sample B	BRACK	1	Sample							
5	Vial 12	Sample C	BRACK	1	Sample							

Figura 16 Plantilla de secuencia antes de enviarla a la cola (calibración cíclica con agrupamiento)

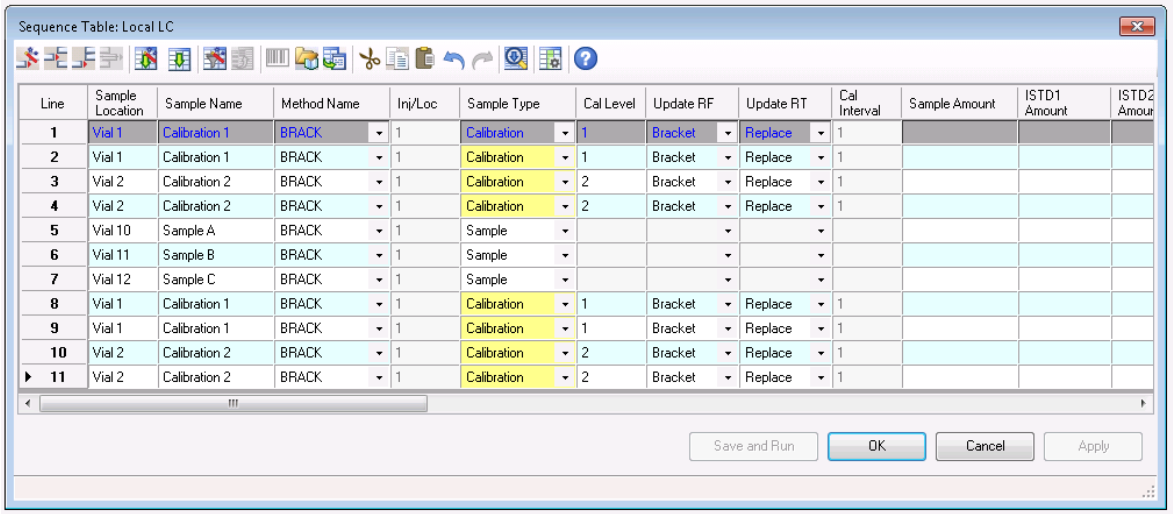


Figura 17 Archivo de secuencia tras enviarlo a la cola (calibración cíclica con agrupamiento)

Pausar una secuencia

El análisis en curso se completará antes de que se detenga la secuencia.

Durante la pausa de una secuencia, no se puede cambiar el nombre del fichero de la tabla de secuencia ni el nombre del fichero de datos. Solo es posible cambiar en la tabla de secuencia las líneas de secuencia que no se hayan ejecutado y el número de viales en la línea de secuencia actual. Se pueden añadir, borrar o cambiar las líneas de secuencia para análisis futuros.

Por ejemplo, será necesario editar una secuencia activa para añadir un nuevo lote de muestras. Se puede editar la secuencia de modo que esos viales sean la siguiente muestra que procese ChemStation después de las muestras de la línea de secuencia que se esté analizando en el momento.

Interrumpir una secuencia

El análisis activo en ese momento se dará por terminado de inmediato. No obstante, aún se seguirán efectuando los análisis de datos para el análisis en curso. Nunca se puede reanudar una secuencia interrumpida.

Si se desea finalizar el análisis en curso antes de interrumpir una secuencia, hay que poner en pausa la secuencia, esperar a que termine el análisis e interrumpir entonces la secuencia.

Abortar una secuencia

Con la función Abort finaliza de forma inmediata una secuencia activa. No tendrá lugar ningún análisis de datos.

Análisis de una secuencia parcial

Selección de conjunto de resultados para adquisición parcial

Si utiliza la opción Creación de carpetas únicas (consulte "Preferencias: ficha Secuencia" en la página 109), puede elegir entre las siguientes opciones para la adquisición de una secuencia parcial:

- Adquirir la secuencia parcial en un conjunto de resultados nuevo.

O bien:

- Adquirir la secuencia parcial en un conjunto de resultados existente.

La adquisición de archivos de datos de una ejecución de secuencia parcial en un conjunto de resultados existente puede ser útil en las siguientes situaciones:

- Si debe sobrescribirse un único archivo de datos (o varios archivos de datos); por ejemplo, debido a que se ha utilizado inicialmente un vial incorrecto.
- Si solo se ha ejecutado la primera parte de la secuencia y hay que añadir las muestras que faltan mediante la ejecución de una secuencia parcial. Esto puede suceder cuando un instrumento falla durante la adquisición de una secuencia.

- Si se han anexado más líneas a la plantilla de la secuencia después de la adquisición de las líneas ya existentes. Los análisis adicionales deben añadirse a los datos ya existentes.

NOTA La eliminación o inserción de líneas en una parte ya adquirida de la plantilla de secuencia dará lugar a incoherencias graves en los nombres de los archivos de datos.

Por tanto, cuando seleccione **Partial Sequence** en el menú **Sequence**, se abrirá un cuadro de diálogo con la opción de seleccionar un conjunto de resultados existente de una lista o crear un nuevo conjunto de resultados.

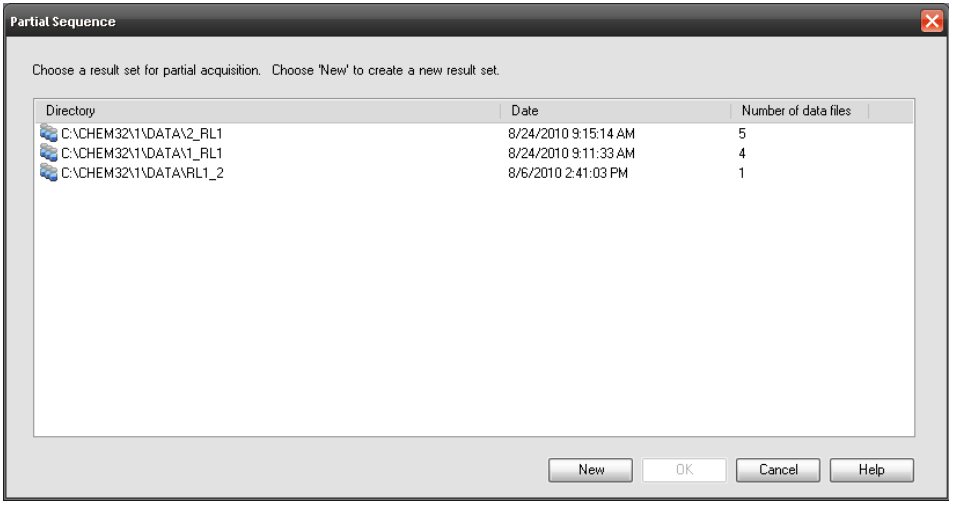


Figura 18 Cuadro de diálogo **Partial Sequence**

No obstante, para mantener la coherencia del conjunto de resultados (de forma que se pueda reprocesar completamente en la vista **Data Analysis**), solamente se ofrecerán para la adquisición parcial aquellos conjuntos de resultados que cumplan ciertas condiciones:

- El nombre de la plantilla de secuencia (secuencia de origen) y el nombre del archivo de secuencia *.S del conjunto de resultados (secuencia de destino) deben ser idénticos.
- La ruta de datos y el subdirectorio de los archivos de secuencia deben ser idénticos.

- El número de líneas de secuencia de la secuencia de origen debe ser igual o superior al número de líneas de secuencia de la secuencia de destino.
- El tipo de muestra y el número de inyecciones de cada línea de la secuencia de destino deben ser idénticos a los valores de las líneas correspondientes de la secuencia de origen.
- El esquema de denominación de los archivos de datos debe ser idéntico en ambos archivos de secuencias.

Después de salir de este cuadro de diálogo pulsando **Ok** (para seleccionar uno de los conjuntos de resultados) o **New** (para crear un nuevo conjunto de resultados), podrá seleccionar las líneas de secuencia que deban ejecutarse durante la secuencia parcial.

Selección de líneas de secuencia para adquisición de secuencia parcial

El sistema abre el cuadro de diálogo **Partial Sequence** y permite seleccionar muestras individuales de la tabla para analizarlas. Este cuadro de diálogo se abre independientemente de que la función Creación de carpeta única esté activada o desactivada.

En cada línea del cuadro de diálogo **Partial Sequence** se muestra un solo análisis. En cada análisis se proporciona el nombre del vial, del método, del fichero de datos y de la muestra. Además, se muestra la información codificada de la tabla de la secuencia y las muestras de calibración en las columnas Seq Tbl y Calib:RF:RT respectivamente. En la ayuda en línea se puede consultar una explicación de estos códigos.

Se puede obtener una copia en papel de la secuencia parcial pulsando el botón **Print**.

Con **Manual update ...** se abre el cuadro de diálogo **Update Methods**, que permite sincronizar manualmente los métodos maestros y los métodos empleados en la plantilla de secuencia. Con la opción **Automatic update for selected runs**, se pueden actualizar todos los métodos de secuencia que se emplearán en los análisis seleccionados con sus métodos maestros correspondientes.

NOTA Se actualizan tanto los parámetros de adquisición como los del análisis de datos.

Por ejemplo, es posible que el cuadro de diálogo **Partial Sequence** tenga la siguiente apariencia. Se pueden marcar muestras concretas para procesarlas.

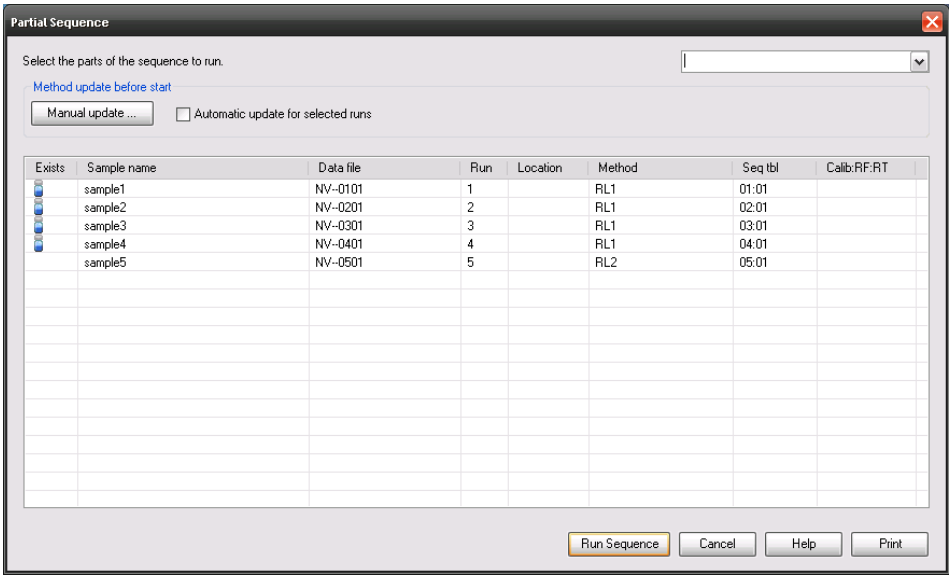


Figura 19 Cuadro de diálogo **Partial Sequence**

Creación de conjuntos de resultados constituidos por el usuario

Con el comando **Sequence > Create New Result Set** de la vista **Data Analysis**, se puede crear un nuevo conjunto de resultados constituido por el usuario a partir de los datos mostrados en ese momento en la tabla de navegación. Los conjuntos de resultados constituidos por el usuario son útiles, por ejemplo, en los casos siguientes:

- Se desea combinar muestras individuales, secuencias o una combinación de ambas para reprocesarlas con un determinado método.
- Se desea acortar una secuencia.

Para constituir un nuevo conjunto de resultados

1 Añada los ficheros de datos pertinentes a la tabla de navegación.

2 En la tabla de navegación, seleccione todos los ficheros de datos que desee incluir en el nuevo conjunto de resultados.

3 Seleccione **Sequence > Create New Result Set** para abrir el cuadro de diálogo **Create New Result Set**.

4 Seleccione un método a asociar con el nuevo conjunto de resultados.

5 Especifique una carpeta para el nuevo conjunto de resultados.

6 Clasificar las muestras.

Los nombres de los ficheros de datos de salida se actualizan automáticamente. Si es necesario, se puede restaurar el orden inicial de las muestras usando el botón  (**Restore initial order**).

Obsérvese que la posición de un fichero en blanco es relevante para la evaluación de la relación señal/ruido, según lo define la Farmacopea Europea. Consulte también "Secuenciación con muestras de referencia en blanco" en la página 97.

7 Confirme las asignaciones para constituir la lista de ficheros de datos en un conjunto de resultados en la carpeta especificada.

Archivo de registro de secuencias

Un archivo de registro de secuencias indica qué ha sucedido durante el análisis de secuencias. Resulta útil para identificar cuando se producen errores si la secuencia se analiza de forma desatendida o por la noche. El nombre del archivo de registro tiene siempre extensión .log. El archivo de registro se encuentra en el directorio en el que se almacenan los datos de la secuencia.

¿Qué ocurre cuando se analiza una secuencia?

Inicio de una secuencia con Unique Folder Creation ON

El sistema crea un conjunto de resultados basado en la definición de la ruta de los parámetros de secuencia y en la configuración de preferencias de la secuencia. La plantilla de secuencia *s. y todos los métodos definidos en la tabla de secuencias que pertenecen a esta secuencia específica se copian en el conjunto de resultados. En caso de utilizar Intelligent Reporting, todas las plantillas de informes *.rdl que van definidas en el método o en la plantilla de secuencia se copian también en el conjunto de resultados. El sistema continúa utilizando estos ficheros durante la adquisición. Al iniciar la secuencia se carga el método de la línea de secuencia correspondiente en ChemStation desde este conjunto de resultados.

Inicio de una secuencia con Unique Folder Creation OFF

Al iniciar una secuencia, el sistema carga el fichero de secuencia *.s, y dependiendo de la entrada de la Sequence Table se carga el método correspondiente de la línea de secuencia en ChemStation. A diferencia del segundo modo de almacenamiento de datos **Unique Folder Creation** ON, no se crea un conjunto de resultados. La secuencia y los métodos permanecerán en su directorio maestro.

Otros pasos ejecutados durante el análisis de la secuencia:

Los pasos siguientes se repetirán para cada línea de secuencia analizada:

- Si dispone de inyector automático, el software ChemStation busca en primer lugar la muestra en el inyector automático con arreglo al número introducido en la columna de viales.
- El instrumento se carga con los parámetros del método.
- Se ejecuta la macro de preanálisis.
- Se inyecta la muestra en el instrumento (manual o automáticamente).
- Se adquieren los datos.
- Se procede con la evaluación de datos del método. Integración, cuantificación y generación de informe, incluidas todas las macros específicas del

usuario. En caso de utilizar el modo **Unique Folder Creation** activada, el sistema guarda un DA.M de métodos adicional durante el análisis.

- Se ejecuta la macro de post-análisis.
- Durante todo el proceso, ChemStation realiza un seguimiento del progreso de la secuencia en tiempo real y produce un fichero de registro de la secuencia.

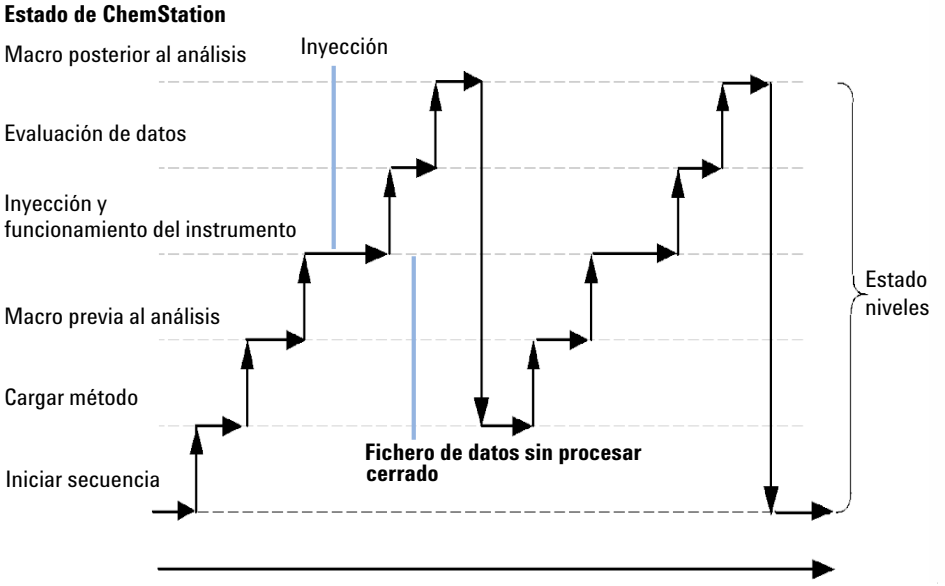


Figura 20 Estado de la secuencia

Estructura del fichero de datos de la secuencia

Preferencias: ficha Secuencia

En la ficha **Sequence** en sesiones en línea, el usuario puede escoger dos modelos de almacenamiento de datos diferentes. Estos modos definen la forma en que los datos de la secuencia se almacenan en ChemStation.

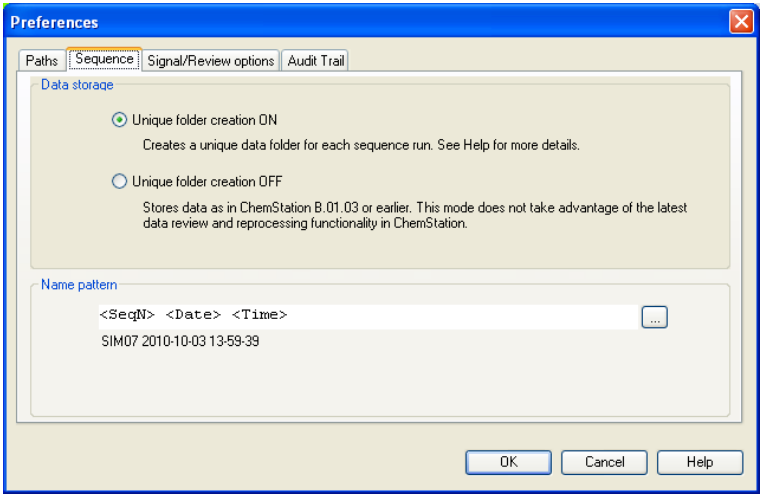


Figura 21 Cuadro de diálogo **Preferences**: ficha **Sequence**

NOTA La activación o desactivación de Unique Folder Creation solamente afecta a las adquisiciones futuras, pero no altera la organización de datos de los datos ya adquiridos.

NOTA Le recomendamos encarecidamente que decida entre estos dos métodos al comienzo del trabajo y que no alterne entre ellos.

No se puede desactivar Unique Folder Creation cuando la ChemStation está conectada a un sistema central de almacenamiento de datos.

Unique Folder Creation ON

En este modo de almacenamiento de datos, existe un vínculo fuerte y permanente entre los datos primarios y el método. Cada fichero de datos, tanto si se ha adquirido dentro de una secuencia o como análisis individual, tiene un vínculo con el método empleado para análisis de datos.

Los datos de secuencia se guardan en un conjunto de resultados, con un nombre de conjunto de resultados exclusivo. Se pueden especificar las convenciones de nombres para estos conjuntos de resultados en la ficha **Sequence** del cuadro de diálogo **Preferences**. Si no se especifica ningún patrón de nombre, se utiliza un patrón de nombre de secuencia predeterminado. La ficha **Sequence** se utiliza solamente para la adquisición de datos y, por tanto, está presente solamente en los sistemas en línea.

El patrón del nombre de secuencia puede contener varias secciones. El sistema crea un nombre para el conjunto de resultados determinado por las secciones del patrón del nombre de secuencia que elija. Todos los ficheros de datos, métodos, el libro de registro de secuencias, el archivo <sequence_name>.s y el archivo <sequence_name>.b de la secuencia se almacenan en el conjunto de resultados. El conjunto de resultados se crea cuando se inicia la secuencia.

Los archivos de secuencias (.s) se utilizan como plantillas de secuencia, concepto que permite ejecutar cualquier fichero de secuencia varias veces sin sobrescribir los datos existentes y sin cambiar los parámetros de las secuencias. Si no se utiliza ni contador ni tiempo en el patrón del nombre de la secuencia, el sistema introduce un contador de forma automática para evitar que los datos se sobrescriban. A la segunda, tercera y siguientes secuencias que usen la misma plantilla de secuencia se añadirá un contador al nombre del conjunto de resultados.

Unique Folder Creation OFF

En este modo de almacenamiento de datos, el nombre del método es el único vínculo que existe entre el fichero de datos y el método utilizado para adquirirlo y procesarlo. No se guardan copias del método con la secuencia o el fichero de datos; si se modifica el método o se crea otro con el mismo nombre, no se puede reproducir la secuencia con exactitud. Los ficheros de datos de secuencia se guardan con arreglo a los parámetros especificados en el grupo Data File del cuadro de diálogo **Sequence Parameters**; en este modo se desactiva la función de asignación de nombres de secuencia de la ficha **Sequence** del cuadro de diálogo **Preferences**. Este modo de almacenamiento de datos es idéntico

a las revisiones de ChemStation anteriores a B.02.01, por lo que no puede beneficiarse completamente de las últimas funciones de revisión y reprocesamiento de datos de la vista **Data Analysis** de ChemStation.

NOTA Los datos de la secuencia adquiridos mediante la opción **Unique folder Creation** desactivada deben reprocesarse con la opción de reproceso de la vista **Method and Run Control**.

NOTA Si se utiliza ChemStation con almacenamiento central de datos, el modo de preferencias **Unique Folder Creation** debe estar activado. Con almacenamiento central de datos, la opción **Unique Folder Creation** desactivada está deshabilitada.

Seleccionar **Unique Folder Creation Off** afecta del modo siguiente al almacenamiento de datos:

- Los datos de secuencia no se adquieren en un conjunto de resultados, sino directamente en el subdirectorio que se hubiera especificado en los Sequence Parameters ("Parámetros de secuencias" en la página 83). Por lo tanto, el patrón del nombre de secuencia aparece desactivado en la ficha **Sequence** del cuadro de diálogo Preferences.
- Esto quiere decir que en adquisiciones de dos o más secuencias los datos pueden adquirirse en el mismo subdirectorio.
- Con los datos no se almacena ningún método de secuencia (.M) ni copia del fichero de secuencias (.S), sino solamente el fichero de registro de secuencias y el fichero de lotes (.B). Esto implica que solamente estén disponibles los métodos y secuencias de las rutas especificadas en el cuadro de diálogo **Preferences** (véase "Selección de rutas" en la página 70). Estos deben utilizarse tanto para la adquisición como para la revisión y el reprocesamiento de datos. Los cambios de método específicos de secuencias o ficheros de datos solamente pueden almacenarse guardando el método con un nombre diferente. De no hacerlo así, estos cambios se aplicarán también al método de adquisición.
- Cuando se carga una secuencia adquirida con Creación de carpeta única desactivada en la Navigation Table, no está disponible el modo de reprocesamiento en la vista **Data Analysis** (Figura 22 en la página 112). Las secuencias adquiridas en este modo de almacenamiento de datos solamente se procesan en la vista **Method and Run Control** con la opción **Reprocessing only** en los **Sequence Parameters** (Figura 23 en la página 112).

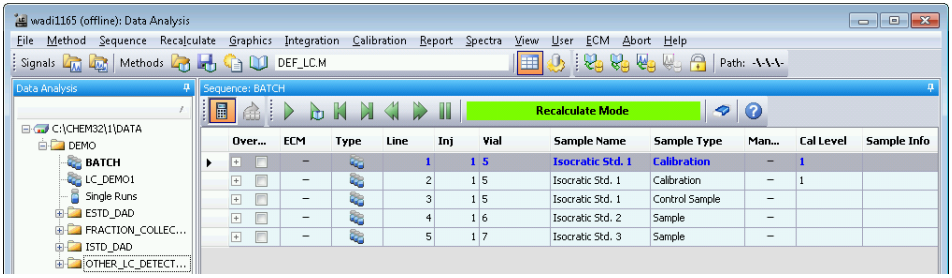


Figura 22 Tabla de navegación para secuencias adquiridas con la opción **Unique Folder Creation** desactivada

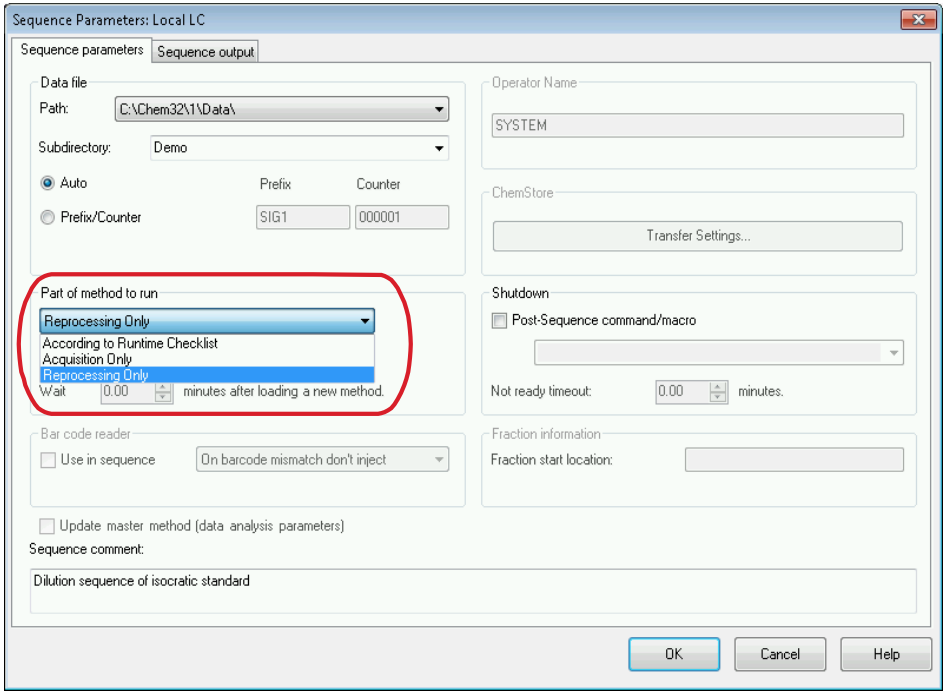


Figura 23 Reprocesamiento de los datos de secuencia adquiridos con la opción **Unique Folder Creation**

Estructura de archivos de datos con la opción de creación de carpetas únicas activada

Existe un vínculo muy estrecho entre los datos primarios, el método y el conjunto de resultados, como se puede ver en las figuras siguientes.

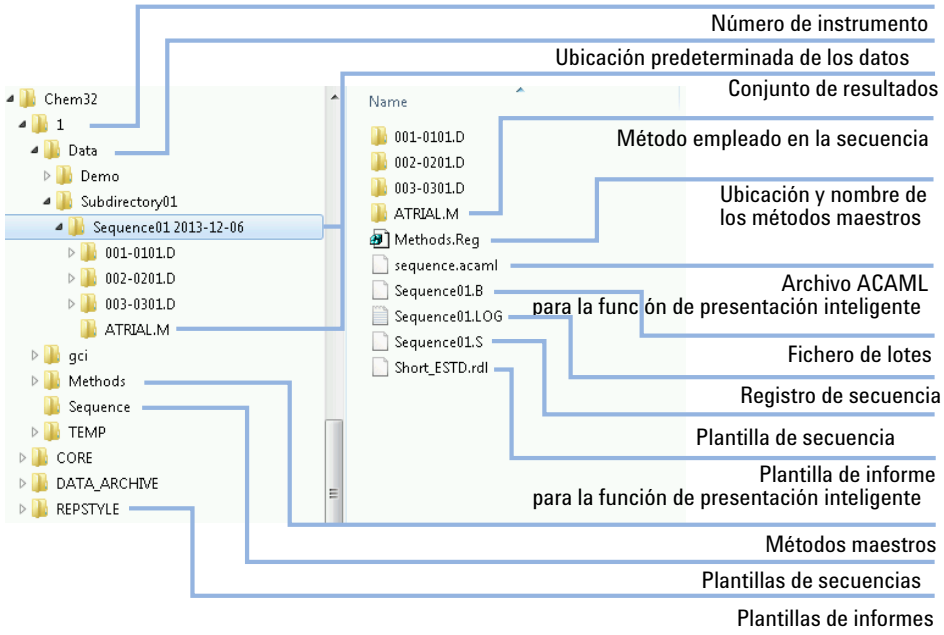


Figura 24 Estructura de ficheros de datos de secuencia con “Unique Folder Creation ON”

NOTA

El conjunto de resultados debe contener siempre el conjunto completo de archivos de datos (*.D). Si se borran parte de esos archivos de datos, se producirán problemas al cargar el conjunto de resultados en el sistema de almacenamiento de datos centralizado. Si necesita acortar una secuencia, cree un conjunto de resultados autoconstituido a partir del conjunto reducido de líneas de secuencia (consulte “Creación de conjuntos de resultados constituidos por el usuario” en la página 104).

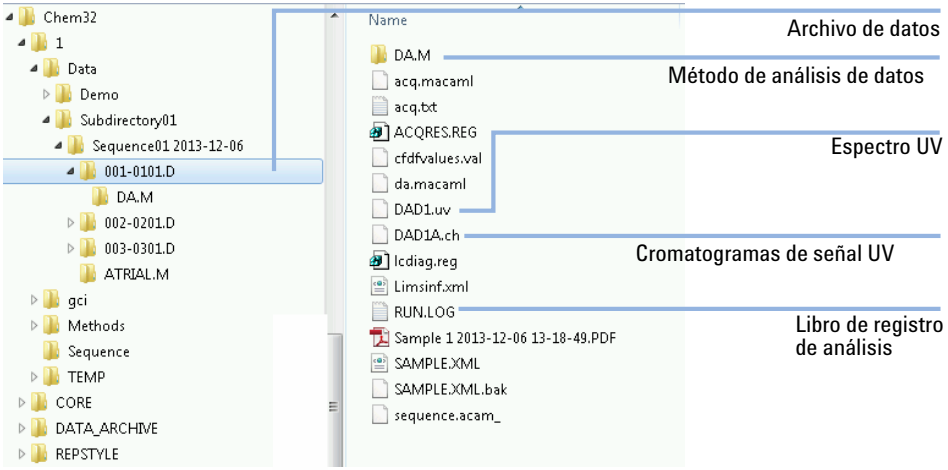


Figura 25 Contenido del archivo de datos

Asignación de nombres a ficheros de datos en una secuencia

Se puede asignar nombres a ficheros de datos en una secuencia de las siguientes formas:

- automática,
- manual o
- prefijo/contador.

Asignación automática de nombres a ficheros de datos en una secuencia

Viales de ejemplo

Por ejemplo 017-0103.D

donde:

- Los tres primeros dígitos son el número del vial, por ejemplo, 017.

- El cuarto dígito en cromatografía de líquidos y electroforesis capilar es un guión de separación (-); en un cromatógrafo de gases, puede ser una (F) para delante o una (B) para atrás.
- Los dígitos quinto y sexto son la línea de secuencia que define el método utilizado, por ejemplo 01 para la primera línea de la secuencia.
- Los dígitos séptimo y octavo son el número de inyección del vial para el método, por ejemplo, 03 para la inyección tercera.

Análisis en blanco

Por ejemplo NV--0499.D

donde:

- NV no se refiere a ningún vial.
- - es un guión de separación.
- 0499 es el análisis en blanco 99 de la línea 4 de la secuencia.

Introducción manual de nombres de ficheros de datos

Una de las columnas de la tabla de secuencia se denomina **Datafile**. Cuando no contiene entradas, se utiliza el esquema de denominación del fichero de datos especificado en Parámetros de secuencia (automático o contador de prefijos) para crear el nombre del fichero de datos. Si se introduce un texto en la columna **Datafile**, ChemStation utiliza este texto como nombre del fichero de datos para el análisis.

Si se especifica más de una inyección por vial en una línea con nombre del fichero de datos introducido de forma manual, ChemStation trunca automáticamente caracteres desde el final del nombre introducido por el usuario y añade el número de inyección. De este modo se evita la reutilización del mismo nombre del fichero de datos en varias inyecciones.

Utilización de un prefijo/contador para asignar nombre a ficheros de datos

Si utiliza un prefijo/contador para asignar el nombre a ficheros de datos, ChemStation genera un nombre para cada análisis. Para un instrumento que

admite análisis de doble señal como GC, ChemStation genera un nombre para cada señal.

La configuración de las secuencias permite el uso de nombres de fichero largos para el prefijo/contador. El nombre de fichero de datos definido mediante prefijo/contador puede tener hasta quince caracteres más la extensión .d, lo que hace un total de diecisiete caracteres.

El campo de prefijo/contador está sujeto a las reglas siguientes:

- El contador en sí puede tener un máximo de 6 caracteres.
- Si un prefijo contiene menos de nueve caracteres, el contador se amplía automáticamente a 6 dígitos.
- El número que se da al contador es el número de partida incrementado.

Tabla 8 Nombres de fichero

Prefijo	Contador	Nombre de fichero resultante
long	000001	long000001
longname	000001	longname000001
testwithalongna	1	testwithalongna1

Migración de conjuntos de resultados

ChemStation dispone de una herramienta que permite migrar datos sin formato de conjunto de resultados para darles formato de conjunto de resultados. Para realizar correctamente esta tarea, es necesario que el archivo de secuencia original siga estando disponible. Este archivo debe contener todas las líneas de secuencia necesarias y seguir el esquema de denominación del archivo de datos original para que sea posible reprocesar todos los archivos de datos de la secuencia. Además, deben estar disponibles todos los métodos de la columna Método de la tabla de secuencia.

Para realizar la migración, inicie la **Result Set Migration** en el menú **Sequence** de la vista **Data Analysis**.

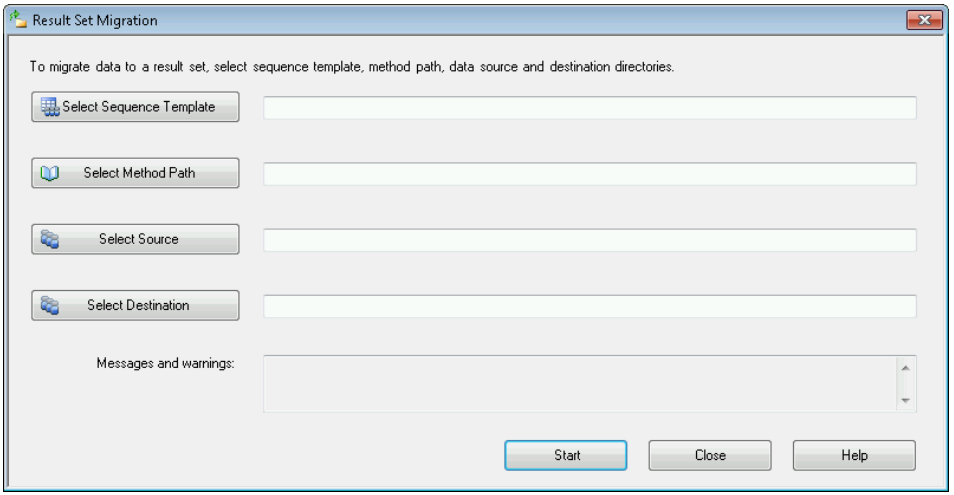


Figura 26 Migración de conjuntos de resultados

Rellene los siguientes campos obligatorios:

Select Sequence Template: seleccione el archivo de secuencia (*.S) que contenga la tabla de secuencia que coincida con el conjunto de datos objeto de migración.

Select Method Path: seleccione el directorio que contenga los métodos y al que se haga referencia en la tabla de secuencia.

Select Source: seleccione el directorio que contenga los archivos de datos objeto de migración.

Select Destination: especifique la ruta y el nombre del conjunto de resultados que se va a crear. Puede seleccionar una carpeta existente o crear una nueva.

Una vez que se hayan rellenado todos los campos, podrá iniciarse la migración.

Se realizarán los pasos siguientes:

- Se creará el directorio del conjunto de resultados.
- Se copiará la plantilla de secuencia en el conjunto de resultados. Además, se convertirá a un estado en el que puedan reprocesarse los archivos de datos en la vista **Data Analysis**.
- Los métodos referenciados en la tabla de secuencia se copiarán desde la ruta de métodos especificada a la carpeta del conjunto de resultados.

- Se copiarán los archivos de datos, el libro de registro de secuencias y el archivo por lotes del directorio de origen de los datos en el directorio de destino.
- En función de la información que contenga la tabla de secuencia, se incluirá una copia del método correspondiente en cada archivo de datos como DA.M.

Una vez finalizada la migración del conjunto de resultados, aparecerá un mensaje para indicar que el proceso se ha realizado correctamente en el campo **Messages and warnings**. En caso contrario, un mensaje de advertencia indicará que se ha producido algún problema durante la migración. Podrá obtener más detalles sobre la advertencia haciendo doble clic en el mensaje de advertencia.

Operación postsecuencia

Es posible especificar qué ocurre cuando se finaliza una secuencia en una ejecución normal o cuando se produce un error en ChemStation durante la operación de la secuencia. Para la operación LC, esto se realiza activando la casilla de verificación Post-Sequence Cmd/Macro de los parámetros de la secuencia, donde puede elegir entre:

- Configurar el sistema en estado STANDBY, en el que la bomba y la lámpara están apagadas.
- Configurar el sistema en estado LAMPOFF, en el que todas las lámparas están apagadas (sólo LC y CE).
- Configurar el sistema en estado PUMPOFF, en el que todas las bombas están apagadas (sólo LC y CE).
- Utilizar la macro SHUTDOWN o modificar SHUTDOWN.MAC para determinar una operación concreta.

  Por ejemplo, si desea apagar el sistema tras finalizar una secuencia. La macro SHUTDOWN podría utilizarse también para configurar el flujo a cero o reducirlo lentamente.

En los parámetros de la secuencia puede especificar la macro personalizada que desea ejecutar incluyendo su nombre en el campo Post-Sequence Cmd/Macro y marcando la casilla.

Tiempo de espera para instrumento no listo (sólo LC y CE)

Esta opción de los parámetros de la secuencia es el tiempo que el sistema esperará hasta que un instrumento esté listo; pasado este tiempo, el sistema se apagará.

Tiempo de espera (sólo LC y CE)

Es posible especificar un tiempo de espera que se ejecuta después de cargar el método y antes de inyectar con ese método. Esto puede resultar de utilidad para que la columna/capilar se reequilibre si se utilizan nuevas condiciones de análisis.

Recalibración automática

La calibración se hace normalmente después de producirse un cambio en las condiciones de funcionamiento, por ejemplo, después de cambiar una columna o capilar. La recalibración automática se hace normalmente al inicio de una secuencia de análisis o a intervalos regulares durante una secuencia como parte del programa para compensar los factores que afectan el rendimiento analítico.?

Existen dos formas de especificar la recalibración automática de secuencias:

- Secuencias de calibración explícita.
- Secuencias de calibración cíclica.

Recalibración con el modo de preferencia “Unique Folder Creation ON”

Mientras se está realizando una calibración, se actualiza la Calibration Table con arreglo a los ajustes de método definidos. Con el modo de almacenamiento de datos “Unique Folder Creation ON”, los métodos recalibrados están disponibles dentro del conjunto de resultados. La Calibration Table del método de secuencia se actualiza durante ese proceso. Además, el método DA.M de los ficheros de datos individuales contiene la calibración actualizada que se utiliza para la generación de resultados.

Recalibración con el modo de preferencia “Unique Folder Creation OFF”

Mientras se está realizando una calibración, se actualiza la Calibration Table con arreglo a los ajustes de método definidos. Con el modo de almacenamiento de datos “Unique Folder Creation ON”, la Calibration Table del método maestro se actualiza durante la recalibración.

Especificación de recalibraciones

Los parámetros de recalibración de la secuencia se introducen directamente en la tabla de secuencia. Estos parámetros definen cómo se recalibra el método durante una secuencia.

Parámetros de recalibración de la tabla de secuencia

El factor de respuesta y los tiempos de retención/migración pueden actualizarse de varias formas. Las instrucciones utilizadas en el análisis de datos al recalibrar la tabla de calibración son el nivel de calibración, actualizar el factor de respuesta y actualizar los tiempos de retención/calibración.

Cuando se introduce la calibración en la columna Tipo de muestra de la tabla de muestras, se activan y pueden editarse las siguientes columnas:

- Nivel calibr.
- Actualizar RT
- Actualizar RF
- Intervalo

Los posibles valores de cada una de estas columnas se muestran en la tabla.

Tabla 9 Parámetros de recalibración de la tabla de secuencia

Nivel calibración	Actualizar RT	Actualizar RF	Intervalo
Nivel de la tabla de calibración nº (1-999)	No actualizar	No actualizar	Intervalo de recalibración cíclica nº (1-999)
	Promedio	Promedio	En blanco
	Sustituir	Sustituir	
		Agrupar	
		% Delta	

La tabla muestra las columnas de la tabla de secuencia que contienen los parámetros de recalibración y los valores que pueden introducirse.

No actualizar

No cambia el factor de respuesta ni el tiempo de retención/migración.

Sustituir

Sustituye los tiempos de retención/migración y la respuesta previos (áreas o alturas) por aquéllos sólo del análisis actual. No se cambia la respuesta de picos que no se hayan encontrado en el análisis de recalibración.

Promedio

Promedia los tiempos de retención/migración y las respuestas (áreas o alturas) para cada pico, basándose en el análisis de calibración original y todas las recalibraciones promediadas desde entonces. Si falta un pico de una de las recalibraciones, la respuesta promedio del pico no se verá afectada.

Agrupar

Las muestras se agrupan en calibraciones previas y posteriores a la muestra. La evaluación se efectúa cuando la última muestra de calibración del grupo de cierre se ha analizado. Los datos de calibración existentes se reemplazan por los datos del resultado del análisis de calibración del grupo de apertura. Las calibraciones del grupo de cierre se promedian en la tabla de calibración.

Intervalo

El intervalo determina la frecuencia con la que se realiza una calibración durante una secuencia. La frecuencia de calibración corresponde al número de inyecciones de muestras que se realizan antes de proceder con el siguiente grupo de calibración. Al inicio del análisis, se realiza una calibración y los resultados (factores de respuesta) se introducen en la tabla de calibración. Estos resultados se utilizan en cálculos cuantitativos siguientes. Después de haberse aplicado el número de inyecciones especificado, se realiza otra calibración y los resultados se introducen en la tabla de calibración sobrescribiendo los resultados de los análisis de calibración anteriores.

% Delta

El cálculo % delta permite comparar los factores de respuesta de un análisis con los factores de respuesta que se introducen de forma manual en la tabla de calibración. El % delta se aplica entonces a todos los picos calibrados de la tabla. Puede identificar varios estándares internos, y las mediciones de sus factores de respuesta se utilizarán para calcular los nuevos factores de respuesta de otros picos. Identifique qué estándar interno va a utilizarse para el cálculo de % delta de cada pico en la tabla de calibración.

Tipos de secuencias

A la hora de preparar una secuencia, puede utilizar los siguientes tipos de secuencias:

- Secuencias de calibración explícitas
- Secuencias de calibración explícitas individuales
- Secuencias de calibración cíclicas multinivel
- Calibraciones explícitas y cíclicas combinadas en una secuencia
- Secuencias de calibración cíclicas con calibraciones agrupadas

NOTA

Tras enviar la secuencia a la cola de análisis, todas las secuencias (incluidas aquellas con calibraciones agrupadas) se transformarán en secuencias de calibración explícitas. Consulte "Ejecución de una secuencia" en la página 98.

Durante el análisis, en la tabla de secuencia simplemente se mostrarán las inyecciones, análisis por análisis, según las vaya procesando el instrumento. Si añade una muestra durante el análisis, todas las muestras posteriores (incluidas las muestras de calibración) se desplazarán hacia abajo en la tabla de secuencia.

Secuencias de calibración explícita

Este tipo de secuencia recalibra a intervalos definidos especificados por el usuario en la tabla de secuencia.

Para secuencias de calibración explícita, se introducen las muestras de calibración en la secuencia sin una entrada de intervalo en la tabla de secuencia. Se realiza una recalibración una vez para cada entrada de muestra de calibración de la tabla de secuencia.

Secuencias de calibración cíclicas de un único nivel

Este tipo de secuencia utiliza el mismo vial, es decir, la muestra de calibración a intervalos regulares de la secuencia.

La entrada de intervalos de la tabla de secuencias determina cómo se va a realizar la recalibración. Por ejemplo, un valor 2 de intervalo recalibrará cada dos viales de muestra en la secuencia.

Secuencias de calibración cíclicas multinivel

Este tipo de secuencia utiliza muestras de calibración diferentes para recalibrar un método calibrado multinivel.

El ejemplo siguiente describe una secuencia de dos métodos, que comprende el método A y el método B, para analizar dos grupos de muestras. Los dos métodos son de calibración multinivel que se recalibrarán automáticamente en los intervalos definidos.

Para cada método la Sequence Table tiene tres entradas:

- Dos niveles de calibración:
  - Líneas de secuencia 1 y 2 en el método A.
  - Líneas de secuencia 8 y 9 en el método B.
- Cinco entradas para las muestras:
  - Líneas de secuencia 3 a 7 en el método A.
  - Líneas de secuencia 10 a 14 en el método B.

Las calibraciones se especifican a intervalos regulares con la entrada del intervalo de recalibración de la Sequence Recalibration Table.

- El método A recalibrará cada dos muestras.
- El método B recalibrará cada tres muestras.

La siguiente Sequence Table se ha truncado para simplificar el ejemplo.

Tabla 10 Tabla de secuencia para el método A y el método B

Línea	Ubicación de la muestra	Nombre del método	Iny./ubic.	Tipo de muestra	Nivel calibr.	Actualiz. RF	Actualiz. RT	Intervalo calibr.
1	1	Método A	1	Calibración	1	Promedio	No actualizar	2
2	2	Método A	1	Calibración	2	Promedio	No actualizar	2
3	10	Método A	1					
4	11	Método A	1					
5	12	Método A	1					
6	13	Método A	1					
7	14	Método A	1					
8	3	Método B	1	Calibración	1	Promedio	No actualizar	3
9	5	Método B	2	Calibración	2	Promedio	No actualizar	3
10	20	Método B	1					
11	21	Método B	1					
12	22	Método B	1					
13	23	Método B	1					
14	24	Método B	1					

Orden de análisis del método A

El método A es la primera parte de la secuencia de dos métodos.

Tabla 11 Orden de análisis del método A

Nº iny.	Método	Vial	Operación
1	Método A	1	Nivel de calibración 1 e informe
2	Método A	2	Nivel de calibración 2 e informe
3	Método A	10	Análisis de muestras e informe
4	Método A	11	Análisis de muestras e informe
5	Método A	1	Nivel de calibración 1 e informe
6	Método A	2	Nivel de calibración 2 e informe
7	Método A	12	Análisis de muestras e informe
8	Método A	13	Análisis de muestras e informe
9	Método A	1	Nivel de calibración 1 e informe
10	Método A	2	Nivel de calibración 2 e informe
11	Método A	14	Análisis de muestras e informe

Orden de análisis del método B

El método B es la segunda parte de la secuencia de dos métodos. El método B se diferencia del método A en que hay dos inyecciones por vial para el nivel de calibración 2. La entrada de intervalo está en 3.

Tabla 12 Orden de análisis del método B

Nº iny.	Método	Vial	Operación
12	Método B	3	Nivel de calibración 1 e informe
13	Método B	5	Nivel de calibración 2 e informe
14	Método B	5	Nivel de calibración 2 e informe
15	Método B	20	Análisis de muestras e informe
16	Método B	21	Análisis de muestras e informe
17	Método B	22	Análisis de muestras e informe
18	Método B	3	Nivel de calibración 1 e informe

Tabla 12 Orden de análisis del método B

Nº iny.	Método	Vial	Operación
19	Método B	5	Nivel de calibración 2 e informe
20	Método B	5	Nivel de calibración 2 e informe
21	Método B	23	Análisis de muestras e informe
22	Método B	24	Análisis de muestras e informe

Los resultados que se muestran en la Tabla 11 en la página 128 y la Tabla 12 en la página 128 pueden obtenerse utilizando la opción de secuencia parcial para previsualizar el orden de análisis tras configurar la tabla de secuencia.

Calibraciones explícitas y cíclicas juntas

Este tipo de secuencia comprende las calibraciones explícitas y cíclicas en la misma secuencia.

Esta función permite recalibrar el método completamente al principio de una secuencia (*recalibración explícita*) y actualizar entonces la calibración (*recalibración cíclica*) durante la secuencia.

- *Hay que especificar dos líneas de calibración para cada nivel de calibración en la tabla de secuencia.* Una línea de calibración es para la entrada de recalibración explícita y la otra es para la entrada de recalibración cíclica.
- La tabla de secuencia *debe* tener entradas para cada línea de calibración y todos los viales de recalibración cíclica *deben* aparecer antes de la recalibración explícita y las entradas de muestra.

Ejemplo

La siguiente tabla de secuencia ilustra un método calibrado de un único nivel llamado SimReg. La tabla está truncada para simplificar el ejemplo.

Tabla 13 Tabla de secuencia para el método SimpReg

Línea	Ubicación de la muestra	Nombre del método	Iny./ubic.	Tipo de muestra	Nivel calibr.	Actualiz. RF	Actualiz. RT	Intervalo calibr.
1	1	SimpReg	1	Calibración	1	Promedio	Promedio	3
2	1	SimpReg	1	Calibración	1	Sustituir	Sustituir	
3	2	SimpReg	1					
4	3	SimpReg	1					
5	4	SimpReg	1					
6	5	SimpReg	1					
7	6	SimpReg	1					

Hay dos entradas para el nivel único de calibración.

- La primera línea de calibración es para el mismo nivel, aunque promedia los parámetros de calibración. La entrada del intervalo especifica que la recalibración se realiza cada tres muestras.
- La segunda entrada sustituye todos los parámetros de recalibración; es decir, se realiza una recalibración completa. *No* tiene intervalo de recalibración.

Tabla de secuencia

La tabla de secuencia contiene siete líneas. La primera línea especifica la muestra de recalibración cíclica. La segunda línea especifica la recalibración explícita que se realiza solamente una vez, al principio de la secuencia. Las líneas de la tercera a la séptima especifican las muestras que hay que analizar.

El orden de las entradas en la tabla de secuencia es muy importante. Todas las entradas del vial de recalibración cíclica que especifican la calibración cíclica *deben* aparecer *antes* que las entradas de muestras o de recalibraciones explícitas para el método.

Orden de análisis SimpReg

La tabla siguiente describe el orden de análisis para el método SimpReg.

Tabla 14 Orden de análisis SimpReg

Línea sec.	Nº iny.	Método	Vial	Operación
2	1	SimpReg	1	Calibración simple
1	2	SimpReg	1	Calibración regular
3	3	SimpReg	2	Análisis de muestras
3	4	SimpReg	3	Análisis de muestras
4	5	SimpReg	4	Análisis de muestras
5	6	SimpReg	1	Calibración regular
6	7	SimpReg	5	Análisis de muestras
7	8	SimpReg	6	Análisis de muestras

Secuencias de calibración cíclica con agrupamiento

En una secuencia calibrada cíclica con agrupamiento, la tabla de calibración utilizada para calcular resultados cuantitativos desconocidos se genera haciendo el promedio de resultados calibrados ahora con los de la calibración anterior. La tabla de calibración nueva es una representación más exacta de la respuesta del instrumento en el momento de analizar la muestra.

Ejemplo

Considere la situación siguiente:

- La respuesta del instrumento deriva.
- Se especifican tres inyecciones con idéntica mezcla de dos componentes.
- Dos inyecciones están especificadas como muestras de calibración, y la tercera como una muestra.
- La primera y la tercera son ejemplos de calibración.
- La segunda inyección es una muestra.

Para obtener un resultado cuantitativo preciso para la inyección dos (la muestra), deben interpolarse las dos muestras de calibración (consulte la figura). El proceso se conoce como agrupamiento.

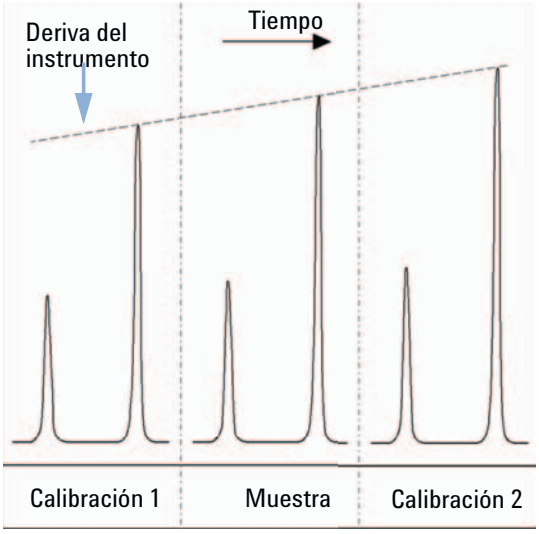


Figura 27 Agrupamiento

Operación de secuencia agrupada

- Se analizan los viales de la primera calibración.
- Se analizan los viales de muestra.
- Se analizan los viales de la siguiente calibración.
- Se crea la tabla de calibración reemplazando los factores de la respuesta existente por otros nuevos y realizando el promedio de los análisis de calibración siguientes en una tabla de calibración nueva.
- Se evalúan los ficheros de datos del vial de la muestra y se generan informes.
- Si hay más viales de muestras que analizar, la secuencia vuelve al paso 2.

Ejemplo

En esta sección se describe un ejemplo de secuencia con agrupamiento (bracketing) que comprende un método llamado Brack.M. El método Brack.M es un método con estándar interno de dos niveles que utiliza calibración cíclica.

Tabla de secuencia

La tabla de secuencia de Brack.M (página siguiente) se ha truncado para simplificar el ejemplo. Consta de siete líneas. Las dos primeras líneas definen las

condiciones de recalibración para cada nivel. Las líneas restantes corresponden a las muestras que hay que analizar.

Más concretamente, la tabla de secuencia del método Brack.M tiene:

- Una entrada Bracket en la columna Update Response Factor que especifica el agrupamiento de muestras con las muestras de calibración.
- Una entrada Replace en la columna Update Retention/Migration Times que especifica una sustitución de los tiempos de retención/migración.
- Una entrada de 3 en la columna Recalib Interval que especifica la recalibración cada tres muestras.

Tabla 15 Tabla de secuencia para el método Brack.M

Línea	Ubicación de la muestra	Nombre del método	Iny./ubic.	Tipo de muestra	Nivel calibr.	Actualiz. RF	Actualiz. RT	Intervalo calibr.
1	1	BRACK-M	2	Calibración	1	Agrupar	Sustituir	3
2	2	BRACK-M	2	Calibración	2	Agrupar	Sustituir	3
3	10	BRACK-M	1					
4	11	BRACK-M	1					
5	12	BRACK-M	1					
6	13	BRACK-M	1					
7	14	BRACK-M	1					

Run No.	Method Name	Vial No.	Inj No.	DataFile Name	Lvl No.	Upd RF	Upd Ret	Operation
1	Brack.M	1	1	c1-03001.d	1	R	R	Report for Calibration Run No.1
2	Brack.M	1	2	c1-03002.d	1	A	R	Report for Calibration Run No.2
3	Brack.M	2	1	c2-03001.d	2	R	R	Report for Calibration Run No.3
4	Brack.M	2	2	c2-03002.d	2	A	R	Report for Calibration Run No.4
								Print Calibration Table
5	Brack.M	10	1	010-0301.d				Sample Analysis, no report
6	Brack.M	11	1	011-0301.d				Sample Analysis, no report
7	Brack.M	12	1	012-0301.d				Sample Analysis, no report
8	Brack.M	1	1	c1-03003.d	1	A	R	Calibration Analysis, no report
9	Brack.M	1	2	c1-03004.d	1	A	R	Calibration Analysis, no report
10	Brack.M	2	1	c2-03003.d	2	A	R	Calibration Analysis, no report
11	Brack.M	2	2	c2-03004.d	2	A	R	Calibration Analysis, no report
								Print Calibration Table
				010-0301.d				Report for Sample Run No.5
				011-0301.d				Report for Sample Run No.6
				012-0301.d				Report for Sample Run No.7
				c1-03003.d	1	R		Report for Calibration Run No.8
				c1-03004.d	1	A		Report for Calibration Run No.9
				c2-03003.d	2	R		Report for Calibration Run No.10
				c2-03004.d	2	A		Report for Calibration Run No.11
12	Brack.M	13	1	013-0301.d				Sample Analysis, no report
13	Brack.M	14	1	014-0301.d				Sample Analysis, no report
14	Brack.M	1	1	c1-03005.d	1	A	R	Calibration Analysis, no report
15	Brack.M	1	2	c1-03006.d	1	A	R	Calibration Analysis, no report
16	Brack.M	2	1	c2-03005.d	2	A	R	Calibration Analysis, no report
17	Brack.M	2	2	c2-03006.d	2	A	R	Calibration Analysis, no report
								Print Calibration Table
				013-0301.d				Report for Sample Run No.12
				014-0301.d				Report for Sample Run No.13
				c1-03005.d	1	R		Report for Calibration Run No.14
				c1-03006.d	1	A		Report for Calibration Run No.15
				c2-03005.d	2	R		Report for Calibration Run No.16
				c2-03006.d	2	A		Report for Calibration Run No.17

Where A = average
R = replace

Figura 28 Orden de análisis de la secuencia agrupada

Secuencias de recalibración cíclica con múltiples viales que contienen la misma dilución de un estándar

Secuencia de recalibración cíclica con uso del vial de calibración "Round-Robin"

Cuando analiza una secuencia larga que realiza recalibraciones cíclicas, es decir, realiza una recalibración automática cada cierto número fijado de inyecciones de muestra, existe el riesgo potencial de vaciar el volumen del vial de calibración durante el proceso de la secuencia. La tabla de secuencia de ChemStation proporciona una manera de utilizar una serie de viales que contienen la misma dilución de un estándar que debe utilizarse en un modelo *"round-robin"*.

Con esta funcionalidad, pueden definirse secuencias largas con calibraciones automáticas a intervalos fijos utilizando múltiples viales de calibración para cada nivel y consumiendo de cada vial de calibración la misma proporción.

Si se define un número apropiado de viales de calibración; es posible incluso garantizar que cada vial de calibración se utilice una sola vez. Esto es importante en aquellos casos en los que se requiere un vial de calibración fresco para cada recalibración, por ejemplo, porque el analito se evapora cuando se pincha el septum o comienza a degradarse cuando entra en contacto con la aguja de acero. En la sección siguiente se describe cómo debe definirse la tabla de secuencia de ChemStation para cumplir estos requisitos.

Determine el número total de viales de calibración para cada nivel basándose en el uso estimado de calibrante a lo largo de toda la secuencia.

Configure una línea de recalibración cíclica distinta para cada vial de calibración. Las líneas definidas en el mismo nivel de calibración deben estar en líneas de secuencia adyacentes, y las posiciones de los viales definidas deben ser también adyacentes. Seleccione el mismo intervalo de recalibración para todas las líneas de calibración. Por ejemplo, si tiene que recalibrar la secuencia cada seis inyecciones de muestras, configure el intervalo de recalibración a 6.

Tabla 16 Secuencia de recalibración cíclica con 3 viales definidos para cada nivel

Vial nº	Nombre de la muestra	Tipo de muestra	Nombre del método	Nº de iny.	Nvl	Act. RT	Act. RF	Intervalo
1	Cal1a	Calib.	Método A	1	1	Prom.	Prom.	6
2	Cal1b	Calib.	Método A	1	1	Prom.	Prom.	6
3	Cal1c	Calib.	Método A	1	1	Prom.	Prom.	6
5	Cal2a	Calib.	Método A	1	2	Prom.	Prom.	6
6	Cal2b	Calib.	Método A	1	2	Prom.	Prom.	6
7	Cal2c	Calib.	Método A	1	2	Prom.	Prom.	6
10	Muestra10	Muestra	Método A	6				
11	Muestra11	Muestra	Método A	6				
12	Muestra12	Muestra	Método A	6				
13	Muestra13	Muestra	Método A	6				
14	Muestra14	Muestra	Método A	6				

El orden de ejecución es:

- Vial 1 (Cal1a)
- Vial 5 (Cal2a)
- 6 inyecciones del vial 10 (Muestra10)
- Vial 2 (Cal1b)
- Vial 6 (Cal2b)
- 6 inyecciones del vial 11 (Muestra11)
- Vial 3 (Cal1c)
- Vial 7 (Cal2c)
- 6 inyecciones del vial 12 (Muestra12)
- Vial 1 (Cal1a)
- Vial 5 (Cal2a)
- 6 inyecciones del vial 13 (Muestra13)
- Vial 2 (Cal1b)

- Vial 6 (Cal2b)
- etc.

Recalibraciones cíclicas en las que cada calibración utiliza un vial diferente

Para garantizar que cada vial de calibración se inyecta una sola vez, la secuencia debe definir un número suficiente de viales de calibración diferentes, de forma que el orden *"round-robin"* descrito en el ejemplo anterior no se aplique. Por ejemplo, si la secuencia procesa 80 viales de muestra con recalibraciones requeridas cada 10 muestras, la tabla de secuencia debe contener 80/10 + 1= 9 líneas de calibración en cada nivel.

Como en el ejemplo anterior, las líneas de calibración deben ser líneas de secuencia adyacentes que informan de posiciones de viales adyacentes.

Secuencia de agrupamiento que utiliza viales diferentes para grupo de apertura y cierre

La misma funcionalidad está disponible para las secuencias de agrupamiento. Al definir el rango de viales de calibración aproximado, puede definirse una secuencia de agrupamiento de forma que los distintos viales de calibración se utilicen para los grupos de apertura y cierre. En este caso también las líneas de calibración en la secuencia deben ser adyacentes como las posiciones de los viales de calibración.

La utilización del agrupamiento de viales de calibración en modo "round-robin" o para una sola inyección sólo depende del número total de viales de calibración para cada nivel y el número de recalibraciones necesarias para la secuencia.

El siguiente ejemplo define 3 inyecciones de muestra que se agrupan por calibración. El grupo de apertura utiliza un vial de calibración diferente que el grupo de cierre. Se requieren recalibraciones tras cada inyección de muestra, de forma que el intervalo de recalibración sea 1. El número de líneas de calibración por nivel es el número de muestras más una.

Tabla 17 Viales diferentes para los grupos de apertura y cierre

Vial nº	Nombre de la muestra	Tipo de muestra	Nombre del método	Nº de iny.	Nvl	Act. RT	Act. RF	Intervalo
1	Cal1a	Calib.	Método A	1	1	Grp	Grp	1
2	Cal1b	Calib.	Método A	1	1	Grp	Grp	1
3	Cal1c	Calib.	Método A	1	1	Grp	Grp	1
4	Cal1d	Calib.	Método A	1	1	Grp	Grp	1
10	Muestra10	Muestra	Método A	1				
11	Muestra11	Muestra	Método A	1				
12	Muestra12	Muestra	Método A	1				

El orden de ejecución de esta secuencia es:

- Vial 1 (Cal1a), grupo de apertura 1
- Vial 10 (Sample10)
- Vial 2 (Cal1b), grupo de cierre 1 y grupo de apertura 2
- Vial 11 (Muestra11)
- Vial 3 (Cal1c), grupo de cierre 2 y grupo de apertura 3
- Vial 12 (Muestra12)
- Vial 4 (Cal1d), grupo de apertura 3

5
Ejecutar cola y Planificador de cola

Flujos de trabajo compatibles 140
Usar la Run Queue 142
Muestras individuales en Run Queue 143
Secuencias en Run Queue 143
Pausas en Run Queue 144
Usar Queue Planner 145

En este capítulo se explican los conceptos Ejecutar cola y Planificador de cola. Se explica cómo añadir muestras individuales, secuencias o pausas a Ejecutar cola.

Flujos de trabajo compatibles

Todos los controles de Run Queue se ejecutan en ChemStation:

- Siempre que use los comandos **RunControl > Run Method** o **RunControl > Run Sequence** para ejecutar un método o una secuencia, se agrega primero el elemento a Run Queue y luego se inicia automáticamente desde allí. Si Run Queue está en pausa, el elemento se agregará al frente de la fila, seguido de una pausa de la cola. De esta forma, el instrumento regresará al estado de pausa cuando haya finalizado el análisis.
- Run Queue permite programar también una serie de muestras y secuencias junto con parámetros adicionales. Se pueden agregar muestras o secuencias con los comandos **RunControl > Queue Method...** o **RunControl > Queue Sequence...** Run Queue hace posible automatizar tareas largas para ejecutarlas durante la noche o como trabajos de fin de semana. Además de las muestras y secuencias, también es posible programar pausas. En esas pausas, ChemStation muestra un mensaje personalizable y espera por la confirmación del usuario.

Con el planificador de cola, se pueden preparar planes de colas de antemano y agregarlos a Run Queue más adelante.

Se admiten los flujos de trabajo siguientes:

- Analizar una muestra individual
- Analizar una secuencia individual
- Poner en cola una muestra individual
- Poner en cola una única secuencia
  - **a** Seleccionar una plantilla de secuencias clásicas de ChemStation o una plantilla Easy Sequence
  - **b** Editar o consultar la tabla de secuencia
  - **c** Editar o consultar los parámetros de secuencia
  - **d** Guardar las asignaciones
  - **e** Añadir la secuencia a la cola
- Cambiar la Run Queue
- Preparar un plan de cola

- Añadir un conjunto predefinido de secuencias a Run Queue
  a. Seleccionar un plan de cola
  b. Añadir el plan a Run Queue

En el Historial de cola, siempre se puede ver qué análisis se han ejecutado en el instrumento actual.

Run Queue y Queue Planner solo están disponibles en las sesiones en línea de ChemStation en la vista **Method and Run Control**.

Usar la Run Queue

Run Queue está en la ficha **Instrument Control** o en la ficha **Run Queue**. En la ficha Instrument Control, se puede mostrar u ocultar Run Queue con el comando **View > Run Queue**.

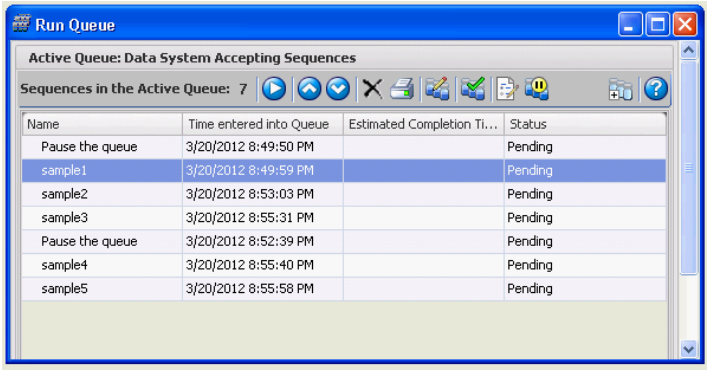


Figura 29 Cuadro de diálogo **Run Queue**

Se puede agregar un elemento en el frente o al final de la cola. Siempre que el estado de los elementos en la cola esté pendiente, se puede cambiar el orden de ejecución y las propiedades del elemento. Dependiendo de las Opciones de la cola activa, el primer elemento en la cola se inicia cuando el sistema de datos está listo o cuando reanuda la cola.

Run Queue es compatible con muestras individuales, plantillas de Easy Sequence y secuencias clásicas de ChemStation. Los únicos elementos que no pueden agregarse a Run Queue son las secuencias parciales, las muestras con prioridad y los análisis que se inician directamente desde el instrumento.

Para obtener más información sobre Easy Sequence, consulte el sistema de ayuda en línea. En la ayuda en línea hay tutoriales acerca de **Easy Sequence Setup**.

Muestras individuales en Run Queue

Para añadir una muestra individual a la cola, utilice el menú **RunControl > Queue Method...**. Se pueden modificar todos los parámetros en el diálogo **Queue Method**.

Secuencias en Run Queue

Para añadir una secuencia a la cola, utilice el menú **RunControl > Queue Sequence...**. Es posible modificar la tabla de secuencia y los parámetros de secuencia sin cambiar la secuencia cargada en ese momento. Antes de poner definitivamente en cola la secuencia, un diálogo ofrece la posibilidad de añadir la secuencia a la cola o guardarla como una nueva plantilla de secuencia.

El diálogo **Finish Queue Sequence** contiene también la casilla de verificación **Delete temporary Sequence Template after completion**. ChemStation mantiene siempre una copia de la plantilla de secuencia en cola en un directorio temporal. Esa plantilla de secuencia temporal se utilizará para ejecutar la secuencia desde la cola. Puesto que la misma secuencia se puede poner varias veces en la cola utilizando distintos parámetros, ChemStation necesita una copia separada de cada elemento puesto en cola.

Dependiendo del estado de la casilla de verificación, esa plantilla de secuencia temporal se mantendrá o se borrará cuando la cola prosiga con el elemento siguiente. La casilla de verificación puede estar activada o no de manera predeterminada, dependiendo de las asignaciones correspondientes a **Unique Folder Creation** (consulte “Preferencias: ficha Secuencia” en la página 109):

- Con **Unique Folder Creation OFF**:

  La casilla de verificación **Delete temporary Sequence Template after completion** está desactivada como opción predeterminada.

  Si desea volver a procesar esos datos, necesitará nuevamente la plantilla de secuencia; recomendamos por tanto mantener una copia del fichero. Como opción predeterminada, se guarda en Chem32\<instrument>\SEQUENCE.

- Con **Unique Folder Creation ON**:

  La casilla de verificación **Delete temporary Sequence Template after completion** está activada como opción predeterminada.

  Toda la información necesaria para el reprocesamiento está ya disponible en el conjunto de resultados; por lo tanto, no es necesario guardar una

copia de la plantilla de secuencia temporal. No obstante, si se activa la casilla de verificación, se guarda una copia como opción predeterminada en **Chem32\<instrument>\TEMP\AESEQ**.

Pausas en Run Queue

Para programar una pausa en la cola, haga clic en **Add Pause to Queue** en la barra de herramientas de Run Queue. En esas pausas, ChemStation muestra un mensaje personalizable y espera por la confirmación del usuario.

Usar Queue Planner

Con el planificador de colas Queue Planner, es posible preparar un conjunto ordenado de secuencias (plantilla Easy Sequence *.es o plantillas de secuencia clásicas de ChemStation *.s) o pausas. Todo el plan de colas Queue Plan se puede agregar al principio o al final de Run Queue.

El plan de cola se guarda como fichero *.qpl. El planificador de colas se abre en la vista **Method and Run Control** a través del menú **RunControl > Queue Planner...**.

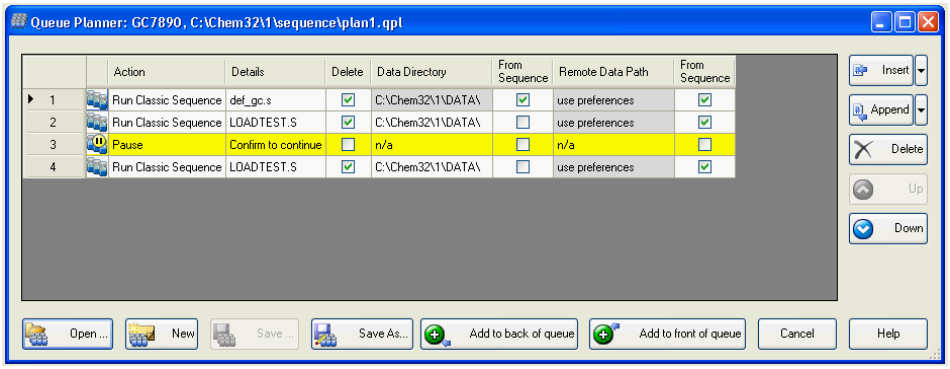


Figura 30 Planificador de colas

Al igual que en Run Queue, cuando se añade una pausa, es posible facilitar un mensaje personalizado en la columna **Details**. Cuando la cola de secuencias llega a la pausa, ChemStation se detiene y muestra el mensaje facilitado. Un usuario debe confirmar el mensaje antes de que la cola pueda proseguir.

Para obtener más información sobre la interfaz de usuario, consulte el sistema de ayuda en línea.

5 Ejecutar cola y Planificador de cola

Usar Queue Planner

6
Conceptos de análisis y revisión de datos

Análisis de datos 148
- Modos del análisis de datos 150
- Modo de recálculo 151
- Modo de últimos resultados 153
- Modo Reprocessing 154
- Actualización de métodos 159
- Visor de informes para análisis de datos 159

Review 164
- Requisitos de Intelligent Reporting 164
- Selección de ficheros de datos 164
- Selección de la plantilla de informes 166
- Previsualización de informes 166
- Flujos de trabajo de revisión posibles 166

En este capítulo se explican resumidamente las opciones de análisis de datos y revisión de datos. En OpenLAB CDS ChemStation Edition, estas opciones están disponibles en dos vistas separadas.

Análisis de datos

Una vez adquiridos los datos, pueden analizarse en la vista **ChemStation Data Analysis**. Al seleccionar la ficha **Data** del explorador de ChemStation, se pueden cargar todos los análisis de una secuencia o todos los análisis individuales en una carpeta específica haciendo doble clic en el símbolo correspondiente. El conjunto de datos correspondiente aparecerá en la tabla de navegación.

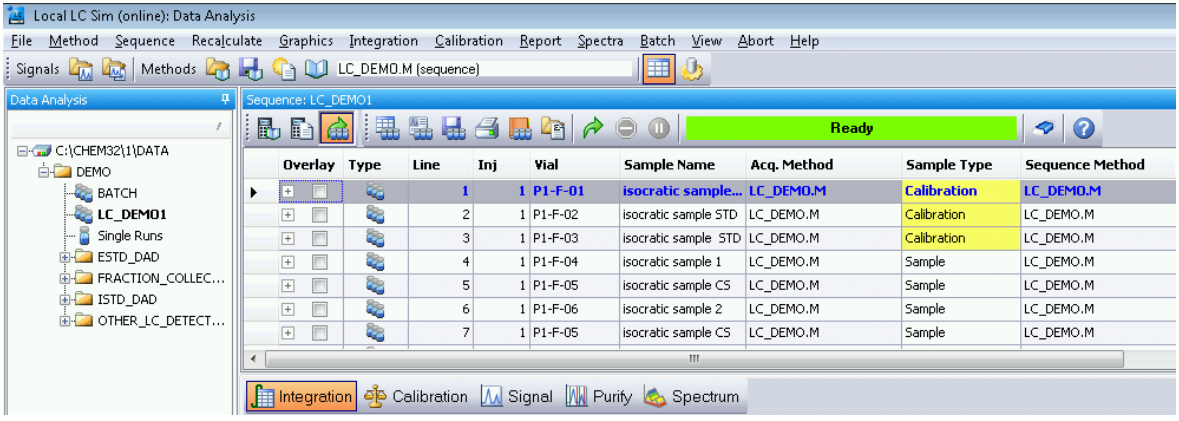


Figura 31 Carga de una secuencia desde el explorador de ChemStation en la tabla de navegación

En el área principal de la tabla de navegación aparecerá una lista con todos los análisis del conjunto. Para cargar un análisis en la memoria de ChemStation, haga doble clic en la línea pertinente de la tabla de navegación. Además, si hace clic con el botón secundario del ratón en un análisis aparecerán diversas opciones; por ejemplo, cargar o superponer señales específicas del archivo, exportar datos o ver los parámetros del método de adquisición.

Los análisis de la secuencia se cargan siempre (en el modo de reprocesamiento) con el método de secuencia que se haya utilizado durante la adquisición o el reprocesamiento. El nombre de este método se muestra en la barra de herramientas, así como en la columna **Sequence Method** de la tabla de navegación. El nombre del método de adquisición se muestra en la columna **Acq Method**.

Los análisis individuales pueden cargarse de alguna de las formas siguientes, en función de la configuración existente en **Preferences > Signal/Review options** (consulte la figura siguiente):

- Si la casilla de verificación (1) está marcada y el análisis individual se efectuó o presentó por última vez con un método ubicado en alguna de las rutas del método maestro definido y vigente, el análisis individual se cargará con el método maestro. El método se muestra en la columna **Analysis Method** de la tabla de navegación.
- Si elimina la marca de la casilla de verificación (1), los análisis individuales se cargarán con el método maestro que se haya cargado por última vez en ChemStation.

El nombre del método de adquisición se muestra en la columna **Acq Method**.

ChemStation permite especificar acciones predeterminadas que se realizarán automáticamente al cargar un archivo de datos desde la tabla de navegación. Entre ellas se incluyen tareas de análisis de datos como la integración del cromatograma directamente después de la carga o la impresión de un informe para cada inyección individual (consulte la figura siguiente).

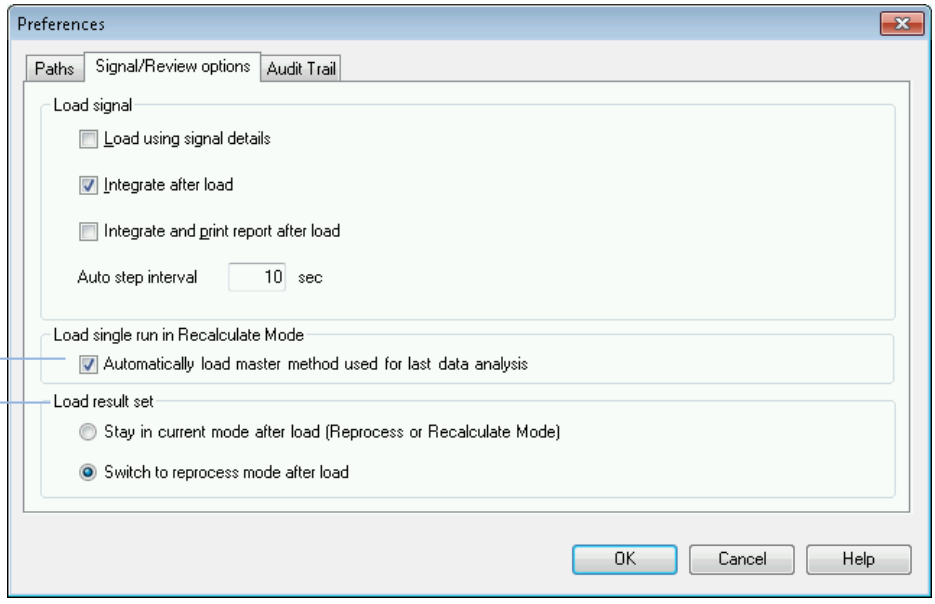


Figura 32 Ficha **Signal/Review options** del cuadro de diálogo **Preferences**

Modos del análisis de datos

Se puede elegir entre los modos de análisis de datos siguientes:

- Modo de recálculo
- Modo de últimos resultados
- Modo de reprocesamiento

Se puede acceder a estos modos a través del menú **View** o del conjunto de herramientas (véase la figura siguiente).



Figura 33 Selección de modos

En cada uno de estos modos, el conjunto de herramientas contiene funciones específicas. Los modos y las funciones respectivas se describen en las secciones siguientes. En la ficha **Signal/Review Options** del cuadro de diálogo

Preferences se puede elegir el modo que estará activo por defecto al cargar un conjunto de resultados (véase la Figura 32 en la página 150, marcador 2).

Modo de recálculo

Una vez que se carga el análisis, se puede revisar, es decir, se pueden ajustar los parámetros del análisis de datos, integrar las señales y, finalmente, imprimir un informe. En este caso, se puede realizar el análisis como un análisis individual sin tener en cuenta el contexto de la secuencia ni utilizar las funciones de la tabla de secuencia. La tabla de navegación de este tipo de análisis de datos contiene la barra de herramientas que se puede ver en la figura siguiente.



Figura 34 Barra de herramientas Recalculation de la Navigation Table

Con este conjunto de herramientas, es posible acceder al principio o al final de la tabla de navegación, pasar al análisis siguiente o al anterior, desplazarse por todos los análisis automáticamente, detener el desplazamiento automático, recalcular un análisis con un método específico o borrar el contenido de la tabla de navegación.

Los recálculos implican analizar los análisis uno por uno. Solamente se analizan los análisis mostrados en la tabla de navegación. En caso de haber aplicado un filtro a la tabla de navegación, solamente se recalculan los análisis mostrados en la tabla. También se tiene en cuenta el orden de la tabla de navegación.

Se puede utilizar el recálculo en los siguientes flujos de trabajo, por ejemplo:

- Si quiere revisar los ficheros de datos de un conjunto de resultados con un método diferente que no está actualmente en el conjunto de resultados, por ejemplo, un método maestro que no se esté utilizando para la adquisición porque el flujo de trabajo emplee métodos de adquisición y análisis de datos separados.
- Si se ha editado un método de secuencia y se desea revisar solamente una serie concreta de análisis con este método para poder comprobar en qué grado se aplican estos parámetros a los distintos análisis.

Método de análisis de datos para análisis individuales

En las versiones anteriores, no se cargaba ningún método automáticamente junto con el fichero de datos en el modo de recálculo. A partir de la versión C.01.05, se puede seleccionar la casilla de verificación para cargar automáticamente el método maestro utilizado en el último análisis de datos (véase la Figura 32 en la página 150, marcador 1). Si esta casilla de verificación está seleccionada, los análisis individuales se cargarán con el método maestro correspondiente, si el método aún existe en la ubicación determinada.

Recálculo con el método específico

Con esta función, se pueden recalcular los análisis mostrados en la tabla de navegación con un método maestro específico. El método maestro necesario se especifica en el cuadro de diálogo **Recalculate With Method** (véase la figura siguiente). Si el método maestro seleccionado emplea Intelligent Reporting (véase "Elaboración de informes" en la página 183), también se puede especificar la plantilla de informes que se empleará para el informe de inyección individual.

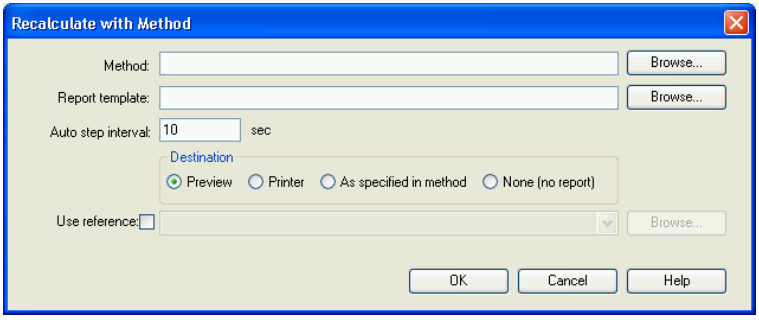


Figura 35 Cuadro de diálogo **Recalculate With Method**

El cuadro de diálogo **Browse for methods in master paths** y el cuadro de diálogo **Browse for templates in master paths** presentan todas las ubicaciones de ficheros especificadas en Preferencias.

NOTA

En revisiones anteriores de ChemStation se podía recalcular con un método específico eligiendo **Use current method**, **Use method from data file** o **Use sequence method** en la barra de herramientas.

Si se selecciona la casilla de verificación **Use reference**, se puede seleccionar un fichero de datos que contiene una señal de referencia. La ChemStation usa esta señal para calcular la relación señal/ruido, según lo define la Farmacopea Europea. La lista desplegable ofrece los ficheros de datos usados durante la sesión actual. Con el botón **Browse**, se puede seleccionar cualquier fichero de datos que también esté presente en la tabla de navegación. Si se desea usar un fichero de referencia diferente, primero se debe agregar a la tabla de navegación.

La nueva referencia sobrescribe la anterior y se utilizará a partir de ahora en los cálculos de la relación señal/ruido en cada informe. Si se selecciona la casilla de verificación **Use reference**, pero no se selecciona ningún archivo, las referencias se borran para todos los ficheros recalculados y, a partir de ese momento, no se calcularán valores señal/ruido.

Cada vez que recalcule una muestra o genere un informe, el método del fichero de datos (DA.M) se actualizará automáticamente con los parámetros del análisis de datos del método utilizado. La ruta al método específico se guarda como referencia en el fichero de datos.

Modo de últimos resultados



Figura 36 Conjunto de herramientas del modo de últimos resultados de la tabla de navegación

En este modo, se carga el método del fichero de datos (DA.M) de cada análisis. El DA.M es una copia exacta del método que se utilizó para el último análisis de datos (durante la adquisición, el reprocesamiento o el recálculo). Así, aun cuando el método de secuencia hubiera cambiado entretanto, se podrá reproducir el último resultado con el método empleado originalmente. De ese modo, se puede, por ejemplo, realizar un seguimiento de los cambios realizados en el método en los pasos de recalibración posteriores en un conjunto de resultados.

El nombre del método en la barra de herramientas aparece como DA.M, lo que indica que el método de fichero de datos está cargado. Al mover el puntero del ratón sobre ese campo, aparece un mensaje emergente con la ruta completa y el nombre del método. Además, el nombre del método utilizado por última vez para el análisis de datos (copiado en el DA.M) se muestra en la columna

Analysis Method de la tabla de navegación. El mensaje emergente de esta columna muestra la ruta completa de este método.

NOTA

El DA.M suele ser de solo lectura. No se puede cargar manualmente, solo lo puede cargar ChemStation en el modo de últimos resultados para el recálculo. Se puede editar, pero no guardar manualmente. Si ha editado o modificado el método, ya no podrá generar un informe, porque esto implicaría guardar el método DA.M y, por tanto, conllevaría incoherencias en el sistema.

En el modo de últimos resultados, se puede actualizar el método maestro cargado o cualquier método maestro con los parámetros del análisis de datos actual desde el DA.M, o bien guardar un método DA.M modificado como método maestro completamente nuevo. Por ejemplo, si cargó un conjunto de datos analizados hace unas cuantas semanas o meses, encontrará los parámetros del análisis de datos almacenados en el DA.M que le resultará útil para su trabajo actual. A continuación, puede transferir la configuración a cualquier método maestro que desee. Para obtener más información, véase “Administración de métodos” en la página 53.

Modo Reprocessing

Una forma diferente de analizar los datos consiste en **Reprocess** una secuencia completa. Contrariamente a lo que ocurre con el recálculo, todos los análisis se reanalizan en el contexto de la secuencia, es decir, las tablas de calibración de los métodos de secuencia se actualizan en el caso de los análisis de calibración, y los multiplicadores, las cantidades, etc., se pueden cambiar en la tabla de secuencia.

El conjunto de resultados incluye todos los ficheros necesarios para el reprocesamiento: los ficheros de datos, una copia del fichero de secuencias, todos los métodos de secuencia y todas las plantillas de informes que se utilizaron originalmente con la adquisición. De ese modo, para reprocesar una secuencia solo hay que cargarla en la tabla de navegación y seleccionar el conjunto de herramientas de reprocesamiento.

Si es necesario propagar los cambios en el método de secuencia al método maestro correspondiente para que estén disponibles para todas las futuras adquisiciones, se puede usar la función **Update Master Method** para hacerlo de

forma fácil (véase “Actualización de los parámetros de DA en el método maestro” en la página 56).

El DA.M se actualiza automáticamente cada vez que se reprocesa un fichero de datos.

Para el reprocesamiento, la tabla de navegación contiene el siguiente conjunto de herramientas:



Figura 37 Conjunto de herramientas de Sequence Reprocessing de la Navigation Table

Con este conjunto de herramientas se puede editar la tabla de secuencias y los parámetros de secuencia, se puede guardar la secuencia actual o imprimirla, mostrar u ocultar el libro de registro de secuencia, ver los ficheros de informe resumen de la secuencia guardada, iniciar el reprocesamiento de una secuencia, detener la secuencia o ponerla en pausa.

Hay que tener en cuenta que los iconos de reprocesamiento de la tabla de navegación solo están disponibles para los conjuntos de resultados generados con ChemStation B.02.01 y posteriores. Cuando se trate de datos de análisis individuales (si se generaron con una versión anterior a la B.02.01) y de datos adquiridos mientras estuviera desactivada **Unique Folder Creation** no se podrá acceder al reprocesamiento en **Data Analysis** (véase “Preferencias: ficha Secuencia” en la página 109). Estas secuencias deben reprocesarse en **Method and Run Control**, estableciendo el parámetro de secuencia **Part of method to run** en **Reprocess Only**. Para secuencias generadas con ChemStation B.02.01 y posteriores, se ha eliminado la opción de reprocesamiento de **Method and Run Control** y la tabla de navegación ofrece el reprocesamiento como una **Data Analysis Task**.

Otra opción es añadir dichas muestras o secuencias como nuevo conjunto de resultados constituido por el usuario. En esta parte es donde se asignan métodos de secuencia y se puede reprocesar la secuencia entera posteriormente (véase “Conjuntos de resultados constituidos por el usuario” en la página 158).

Hay que tener en cuenta las reglas siguientes con respecto al reprocesamiento:

- Al cargar un conjunto de resultados en la tabla de navegación, la ChemStation carga también automáticamente el fichero de secuencia (*.S) ubicado en este conjunto de resultados. Este fichero de secuencia contiene todas las líneas de secuencia asociadas a todos los ficheros de datos que pertenezcan al conjunto.

- Todas las acciones se realizan en los métodos de secuencia. Si van a aplicarse parámetros de análisis modificados, es necesario cambiar los métodos de secuencia.
- Durante el reprocesamiento, se actualizan el fichero de lotes (*.b), el registro de análisis de secuencias o análisis individuales (*.log) y la tabla de navegación. El método de análisis de datos individual (DA.M) de cada fichero de datos procesado se sobrescribe con el método de secuencia.
- Para añadir nuevos métodos desde los directorios de los métodos maestros a la tabla de secuencia, utilice el explorador de ChemStation para copiar el método maestro en el conjunto de resultados, o bien haga clic en **Method > Update Methods...**. Se puede seleccionar el nuevo método de secuencia en la tabla de secuencia. En la tabla de secuencia, no se pueden añadir ni quitar líneas.
- En el cuadro de diálogo Parámetros de secuencia, pueden cambiarse solamente los comentarios de la secuencia y el uso de la información de la tabla de secuencia. Todos los demás campos deben definirse durante la adquisición de datos o no se aplicarán al reprocesamiento.

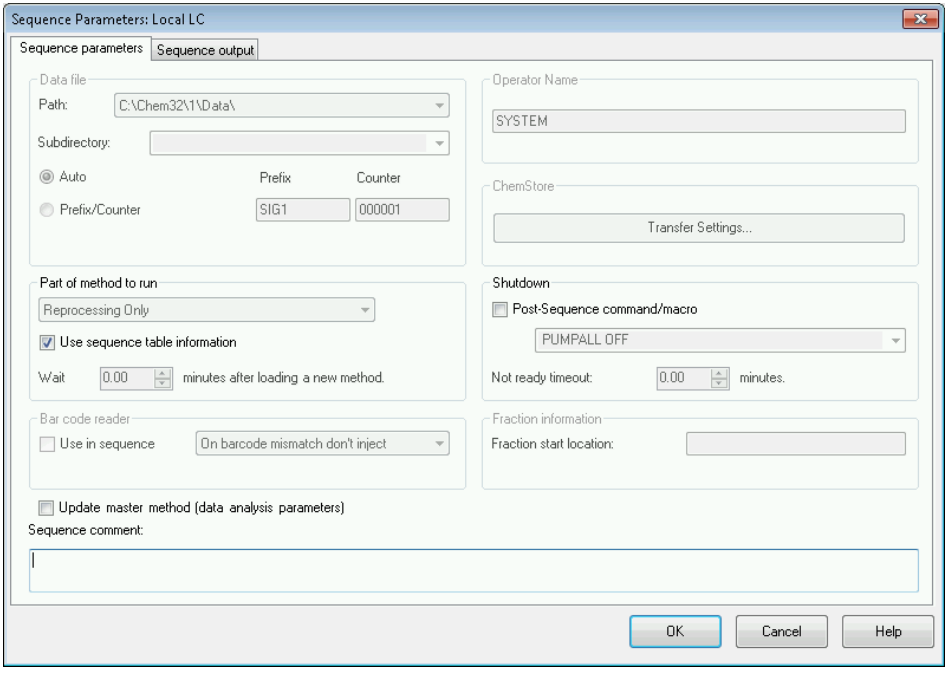


Figura 38 Parámetros de secuencia en la vista de Análisis de datos

Tratamiento de los eventos de integración manual

Los eventos de integración manual, por ejemplo, una línea de base trazada manualmente, son todavía más específicos de cada fichero de datos que los eventos de integración programados. En el caso de cromatogramas complejos, es muy recomendable poder utilizar estos eventos para el reprocesamiento.

Por lo tanto, en ChemStation B.04.01 y versiones posteriores, los eventos de integración manual pueden almacenarse directamente en el fichero de datos en lugar del método. En el momento en el que se recibe o reprocesa el fichero de datos, estos eventos manuales del fichero de datos se aplican de forma automática. Los análisis que contienen eventos de integración manual se marcan en la columna correspondiente de la Navigation Table.

Además de las herramientas para dibujar una línea de base y eliminar manualmente un pico, existen otras tres herramientas disponibles en la interfaz de usuario para:

- Guardar en el fichero de datos eventos manuales de los cromatogramas que se están visualizando.
- Eliminar todos los eventos de los cromatogramas que se están visualizando.
- Deshacer los últimos eventos de integración manual (disponibles hasta que se guarda el evento).

Al continuar con el siguiente fichero de datos durante una revisión en la Navigation Table, ChemStation realizará una revisión en busca de eventos de integración manual sin guardar y preguntará al usuario si desea guardarlos.

Los eventos manuales guardados en el fichero de datos durante una revisión en la Navigation Table no interfieren con los eventos de integración manual almacenados durante una revisión en el modo **Batch**. Estas dos formas de revisión son completamente independientes con respecto a los eventos manuales de un fichero de datos.

En las revisiones de ChemStation anteriores a la B.04.01, los eventos de integración manual solamente podían guardarse en el método. En la revisión B.04.01, todavía se puede utilizar este flujo de trabajo. El menú **Integration** de la vista **Data Analysis** contiene los siguientes elementos para gestionar eventos de integración manual con el método:

Update Manual Events of Method: Guardar eventos manuales nuevos en el método.

Apply Manual Events from Method: Aplicar los eventos manuales guardados actualmente en el método al fichero de datos cargado en ese momento.

Remove Manual Events from Method: Borrar los eventos manuales del método.

Para convertir eventos manuales almacenados en un método para guardarlos en el fichero de datos, aplique los eventos del método y guarde los resultados en el fichero de datos. Si es necesario, elimine los eventos del método.

En el caso de que la casilla **Manual Events** de la **Integration Events Table** de un método esté marcada, los eventos manuales del método se aplican siempre al cargar un fichero de datos utilizando este método. Si el fichero de datos contiene eventos manuales adicionales, se utilizan los eventos del fichero de datos. Cuando la casilla **Manual Events** está marcada, nunca se le pide al usuario que guarde los eventos en el fichero de datos.

Conjuntos de resultados constituidos por el usuario

En la vista **Data Analysis**, la Navigation Table muestra el contenido del análisis individual o secuencia que se haya cargado. Se pueden cargar, descargar o añadir ficheros de datos a la Navigation Table. Con el comando **Sequence > Create New Result Set**, se puede crear un nuevo conjunto de resultados constituido por el usuario de los datos mostrados en ese momento en la Navigation Table (véase"Para constituir un nuevo conjunto de resultados" en la página 104). Los conjuntos de resultados constituidos por el usuario se pueden reprocesar de igual forma que los conjuntos de resultados de creación automática.

Unload Current Dataset

Con el comando **Unload Current Dataset** del menú contextual de la Navigation Table, se puede revertir la Navigation Table al estado original vacío, como estuviera después de cargar ChemStation. Si hay datos sin guardar, se le pedirá que los guarde.

Delete Selected Data File

Con el comando **Remove selected Data Files** del menú contextual de la Navigation Table se pueden eliminar las líneas seleccionadas de la Navigation Table. Al usar este comando tan solo se elimina la referencia en la Navigation Table, no se borra el fichero de datos físico del conjunto de resultados cargado o el análisis individual del sistema de ficheros. Solamente se pueden borrar las referencias a ficheros añadidos/superpuestos.

Actualización de métodos

En la vista **Data Analysis** hay varias opciones para copiar métodos entre los directorios de métodos maestros y los conjuntos de resultados. Para obtener más información véase "Administración de métodos" en la página 53.

Visor de informes para análisis de datos

Dependiendo de la configuración, ChemStation guarda automáticamente los informes de inyecciones individuales e informes resumen de secuencias en el sistema de ficheros en un determinado momento. El visor de informes Report Viewer simplifica la consulta de los ficheros de informes guardados para comprobar los resultados de adquisición, reprocesamiento o recálculo de datos.

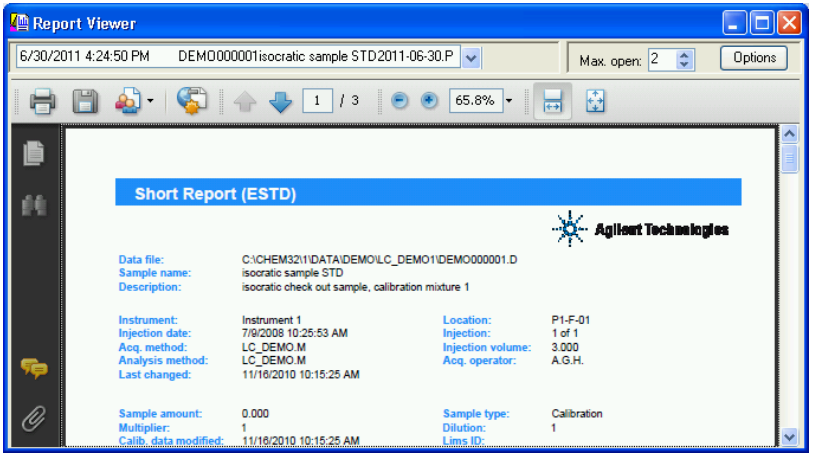


Figura 39 Visor de informes

Utilizar el visor de informes tiene las ventajas siguientes:

- Se pueden abrir los ficheros de informe directamente desde ChemStation. No es necesario buscarlos en el sistema de ficheros.
- Cada informe se abre en una ventana flotante separada. Por lo tanto, resulta sencillo comparar distintos informes colocando las ventanas una al lado de la otra.
- Se puede consultar el fichero de informe en la modalidad de pantalla completa.

- Se pueden utilizar las funciones de Adobe Reader para consultar informes .pdf.
- Se puede buscar un determinado texto en informes tanto .txt como .pdf.
- Cuando se reprocesa una secuencia, no es necesario esperar a que finalice el reprocesamiento de la secuencia completa. Se pueden abrir antes los ficheros de informe guardados para aquellas muestras de la secuencia ya completadas.

Inicio del visor de informes

El visor de informes Report Viewer se puede abrir a través del menú, los iconos de la barra de herramientas o el menú contextual de la tabla de navegación. Hay distintos elementos para informes resumen de secuencias e informes de inyecciones individuales.

Para consultar informes de inyecciones individuales:

- Seleccione el menú **Report > View Report File** para consultar el fichero o los ficheros de informe correspondientes a la señal cargada.
- Seleccione el comando **View Saved Report File(s)** del menú contextual de una determinada muestra en la tabla de navegación. Con ese comando es posible cargar el fichero o los ficheros de informe correspondientes a cualquier señal, aun cuando no esté cargada en ese momento.
- Seleccione el icono **View saved Report File(s)** de la barra de herramientas del espacio de trabajo para consultar el fichero o los ficheros de informe correspondientes a la señal cargada.



Para consultar informes resumen de secuencias:

- Seleccione el menú **Sequence > View Summary Report File**.
- Pulse el icono **View Saved Sequence Summary Report File(s)** de la barra de herramientas de navegación (en el modo de reprocesamiento).



Configuración del visor de informes

Es posible configurar varios aspectos del comportamiento del visor de informes. A todos esos ajustes se accede a través del botón **Options** de la ventana Report Viewer.

Es posible definir el número máximo de ventanas del visor de informes que se pueden abrir en paralelo. Las ventanas se reutilizan de manera cíclica. Cuando se consultan más ficheros de informes que el número máximo de ventanas del visor de informes, las ventanas que se abrieron antes son las primeras en cambiar de contenido.

NOTA Cuando no se necesite comparar múltiples informes, recomendamos limitar el número de ventanas del visor de informes a 1.

Para comparar múltiples informes, puede ser también útil ajustar la barra de título de las ventanas del visor de informes. Hay varias señales disponibles para ventanas del visor de informes que muestren informes resumen de secuencias, informes de inyecciones individuales correspondientes a muestras incluidas en secuencias o informes de inyecciones individuales correspondientes a análisis individuales. Esas señales ayudan a distinguir las distintas ventanas del visor de informes.

Las ventanas del visor de informes se muestran siempre encima de la aplicación ChemStation. Para trabajar con ChemStation y el visor de informes al mismo tiempo, es posible cambiar el tamaño y la posición de ambas ventanas de modo que se puedan ver a un tiempo. Cuando se cierra ChemStation, los tamaños y las posiciones de las ventanas se guardan. La próxima vez que se lance ChemStation, se utilizarán nuevamente esos mismos parámetros.

Disposición de las ventanas del visor de informes

Las ventanas del visor de informes se muestran siempre encima de la aplicación ChemStation. Para trabajar con ChemStation y el visor de informes al mismo tiempo, es posible cambiar el tamaño y la posición de ambas ventanas de modo que se puedan ver a un tiempo para así trabajar con más comodidad.

Cuando se cierra ChemStation, los tamaños y las posiciones de las ventanas se guardan. La próxima vez que se lance ChemStation, se utilizarán nuevamente esos mismos parámetros.

Trabajo con el visor de informes

El visor de informes se puede utilizar, por ejemplo, en los siguientes flujos de trabajo:

- Se configura el método y la secuencia para guardar informes PDF en el sistema de ficheros. Tras finalizar el análisis de la secuencia, se abren los ficheros de informe (informe resumen de secuencia o informes de inyecciones individuales) directamente desde la ChemStation en el visor de informes. Se utilizan funciones de Adobe Reader como las de zoom o búsqueda para comprobar detalladamente el informe.
- Se descarga la secuencia que ya contiene ficheros de informes del almacenamiento central de datos.
  - Para ver el resultado final, se selecciona la muestra pertinente en la tabla de navegación y se abre el fichero de informe directamente desde ChemStation en el visor de informes.
  - En caso necesario, es posible cambiar el método y reprocesar la secuencia. Mientras el reprocesamiento está en curso, se empiezan a consultar los informes de las muestras ya completadas.

    En el visor de informes, es posible seleccionar informes tanto antiguos como nuevos en la lista de la esquina superior izquierda. Es posible distinguir los informes por su fecha de creación, que se muestra como parte de la entrada de lista. Dependiendo de los parámetros de transferencia asignados, incluidos los nuevos ficheros de informes, es posible cargar de manera automática al almacenamiento central de datos, una vez finalizado el reprocesamiento.
- Se ejecuta una secuencia que guarda únicamente ficheros de informe TXT. Es posible igualmente comprobar esos ficheros de informe en el visor de informes.
- Se consultan distintos informes referentes a las mismas muestras de la secuencia, en base a distintos estilos de informe o distintas plantillas.

  En primer lugar, se crea una secuencia con un informe de rendimiento ampliado. Se ejecuta o se reprocesa la secuencia para obtener el fichero de informe. Si se está satisfecho con los resultados mostrados en el informe, se cambia el método de secuencia para crear un informe más breve (por ejemplo, se selecciona una plantilla de informe diferente o el estilo de informe clásico **Short**). Se reprocesa entonces la secuencia para obtener los informes más breves. Cuando se consulta un informe con el visor de informes, es posible alternar entre ambos tipos de informe seleccionándolos en la lista

de la esquina superior izquierda. Como parte de la entrada de lista se muestra la fecha de creación de cada fichero.

Review

En Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition, hay una nueva vista disponible que cubre los flujos de trabajo de revisión de datos de Data Analysis. En esta vista **Review** se pueden generar informes para una secuencia entera, un subconjunto de una secuencia o cualquier selección de ficheros de datos de distintas secuencias o muestras individuales.

En la vista **Review** no se cargan métodos ni se generan nuevos resultados como en Recalculation o Reprocessing. Los informes que se generan en la vista **Review** muestran solamente los resultados que ya se hubieran calculado.

Se puede seleccionar una plantilla de informes y aplicarla a la selección específica de ficheros de datos. La combinación de plantillas y selección de ficheros de datos determina la salida del informe generado.

NOTA La vista **Review** está disponible solamente si se ha activado Intelligent Reporting en la Instrument Configuration, en el OpenLAB Control Panel.

Requisitos de Intelligent Reporting

ChemStation C.01.06 genera los datos de resultados en un formato específico (*.ACAML), el que usa Intelligent Reporting. Si desea crear informes con datos adquiridos en una ChemStation versión A o B, primero tiene que regenerar los resultados con ChemStation C.01.06 (por ejemplo, recalcular los datos o generar Single Injection Reports en la vista Data Analysis). Si los resultados no están disponibles en el formato requerido, los informes generados en la vista Review no contendrán datos.

Selección de ficheros de datos

Se pueden seleccionar los ficheros de datos necesarios cargando las secuencias o los análisis individuales en el árbol de navegación del ChemStation Explorer. Todos los ficheros de datos disponibles se muestran en la Navigation

Table. En la Navigation Table, se seleccionan los ficheros de datos específicos de los que se deseen ver los resultados en el informe.

Carga de ficheros de datos

Se pueden cargar todos los ficheros de datos de una secuencia entera o de una carpeta Single Runs. En la ficha **Data** del ChemStation Explorer, se puede hacer doble clic sobre la secuencia o utilizar el comando **Load** del menú contextual para cargar todos los ficheros de datos incluidos.

Al cargar los ficheros de datos se borra automáticamente el contenido de la Navigation Table antes de que se muestren nuevos datos. Por tanto, se pueden preparar los datos tanto para un *Single Sample Report* como para un *Sequence Summary Report*.

Añadir ficheros de datos

Si se desea comparar los resultados de diferentes secuencias, primero se puede cargar una secuencia y añadir después los ficheros de datos necesarios de otra secuencia. En la ficha **Data** del ChemStation Explorer hay que utilizar el comando **Add Data Files...** en el menú contextual para añadir solamente ficheros de datos específicos a la selección ya cargada. Se abre un cuadro de diálogo en el que se pueden seleccionar los ficheros de datos necesarios.

Al añadir ficheros de datos, la Navigation Table adjunta los ficheros de datos a la lista de ficheros de datos ya cargados. Por tanto se podrán preparar los datos, por ejemplo, para *informes entre secuencias (Cross-Sequence Reports)*.

Selección de ficheros de datos para elaboración de informes

La Navigation Table muestra todos los ficheros de datos de la colección de secuencias o muestras individuales sobre las que hizo doble clic en el ChemStation Explorer. En la Navigation Table se seleccionan aquellos ficheros de datos de los que se desee crear el informe. Solamente se incluirán las líneas seleccionadas al generar un informe.

Selección de la plantilla de informes

Se pueden seleccionar las plantillas de informes necesarias en la ficha **Report Templates** en el ChemStation Explorer. El árbol de navegación muestra todas las plantillas de informes disponibles en el directorio chem32/repstyle.

Previsualización de informes

El informe resultante siempre estará definido tanto por la selección de datos como por la plantilla de informes. Por tanto, ChemStation genera el informe correspondiente y muestra una vista previa del informe una vez que se han seleccionado uno o más ficheros de datos y cargado una plantilla de informes.

Se puede enviar el informe a una impresora o guardarlo como un fichero (PDF, XLS, DOC o TXT). Si se usa el sistema de almacenamiento central de datos, también se pueden cargar el informe directamente al depósito central.

Flujos de trabajo de revisión posibles

Se puede utilizar la opción **Review**, por ejemplo, en los siguientes flujos de trabajo:

- Cargando una secuencia y seleccionando todos los ficheros de datos de la secuencia. Después se puede cargar una plantilla de informes y generar un *Sequence Summary Report*.
- Después de generar un Sequence Summary Report, se puede cargar una plantilla de informes diferente. Al revisar los mismos datos con una *Plantilla de informes diferente*.
- Cargando una secuencia y seleccionando solamente un subconjunto de ficheros de datos. Después se puede cargar una plantilla de informes y generar un Sequence Summary Report *solamente para una parte de la secuencia*.
- Después de cargar un subconjunto de ficheros de datos, se pueden añadir otros ficheros de datos (desde una secuencia o una recolección de muestras individuales). Después se puede cargar una plantilla de informes y generar un *Cross-Sample o un Cross-Sequence Report*.

7
Calibración

Definición de términos 168
Tipos de calibración 169
- Calibración de un único nivel 169
- Calibración multinivel 170
- Rangos de calibración 172
- Ajustes de la curva de calibración 172
- Tratamiento del origen 173

Calibration Table 177
Suma de picos 178
Muestras desconocidas 179
Recalibración 180
- Definición de la recalibración 180
- ¿Por qué recalibrar? 180
- Recalibración manual 180
- Recalibraciones con suma de picos 181
- Formas de recalibrar 181
- Recalibración de picos no identificados 182

En este capítulo se explican los conceptos de calibración.

Definición de términos

Calibración La calibración es el proceso de determinar los factores de respuesta que se utilizarán para calcular las concentraciones absolutas de componentes mediante la inyección de estándares de calibración especialmente preparados. La Calibration Table se utiliza también para la identificación.

Compuesto Un compuesto químico puede incorporar varios picos en una calibración de múltiples señales, normalmente uno por señal. En calibraciones de una sola señal, un compuesto se refiere a un pico.

Nivel de calibración El nivel de calibración comprende los puntos de calibración de una concentración de muestras de calibración. En una calibración multiseñal, los puntos de calibración pueden distribuirse entre varias señales.

Punto de calibración Un punto de calibración corresponde a una relación cantidad/respuesta de un pico en la curva de calibración.

Muestra de calibración Una muestra de calibración, también llamada estándar de calibración o mezcla estándar, es una muestra que contiene una cantidad conocida del compuesto que se va a cuantificar. En el software, se hace referencia a la muestra de calibración como una inyección desde el vial de la muestra.

Las muestras de calibración pueden comprarse a distribuidores de productos químicos o pueden prepararse con una cantidad medida con exactitud de un compuesto puro. La cantidad de compuesto en la muestra de calibración se expresa normalmente como una concentración, es decir, en unidades ng/µl.

Tipos de calibración

ChemStation ofrece dos tipos de calibraciones: calibraciones de un único nivel y calibraciones multinivel.

Calibración de un único nivel

La curva de calibración que se muestra en Figura 40 en la página 169 contiene un punto, es decir, un nivel. Para la curva de calibración de un único nivel, se asume que la respuesta del detector es lineal sobre el rango de concentraciones de trabajo para las muestras de interés. El factor de respuesta del pico de un componente dado se obtiene de la inversa de la pendiente de la línea de la curva de calibración entre el punto y el origen. Una desventaja de la calibración de un único nivel es que supone que la respuesta del detector a la concentración de muestra es lineal y pasa a través del origen en un gráfico de concentración frente a respuesta. Esto no siempre es verdad y puede conducir a resultados imprecisos.

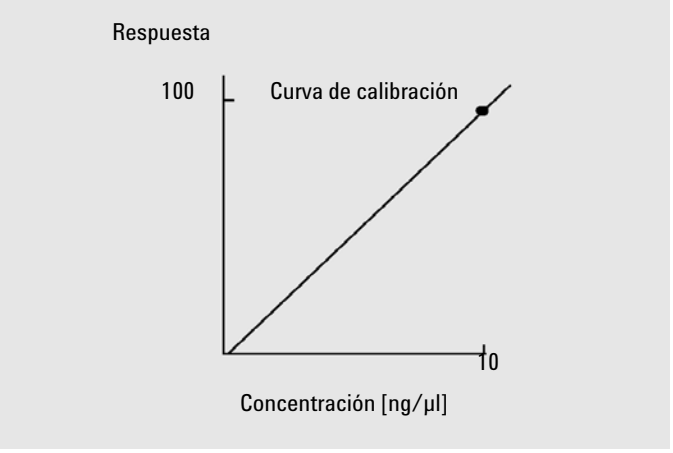


Figura 40 Curva de calibración de un único nivel

Para obtener resultados cuantitativos precisos, la curva de calibración debe tener al menos dos niveles. Estos niveles tendrían que abarcar las cantidades que se espera encontrar en las muestras desconocidas.

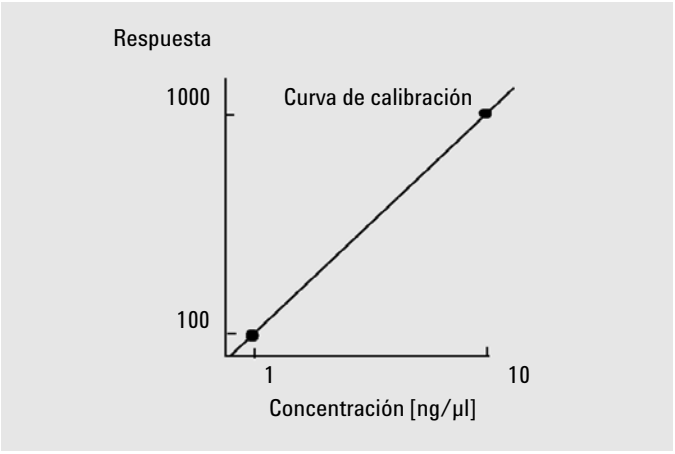


Figura 41 Curva de calibración de dos niveles

Por ejemplo, si desea cuantificar un compuesto y las muestras desconocidas se estiman en un rango de 1 a 10 ng/µl, entonces la curva de calibración tendría que tener al menos esos dos niveles tal y como se muestra en la Figura 41 en la página 170.

Límites de cantidad

ChemStation le permite definir los rangos de cuantificación válidos en términos de cantidades absolutas de cada componente.

Calibración multinivel

Se puede utilizar la calibración multinivel cuando no sea lo suficientemente exacta como para asumir que un componente tiene una respuesta lineal o confirmar la linealidad del rango de calibración. Cada nivel de calibración corresponde a una muestra de calibración con una concentración particular de componentes. Las muestras de calibración se prepararán de forma que la concentración de cada componente varíe dentro del rango de concentraciones esperadas en los ejemplos desconocidos. De este modo es posible permitir un

cambio en la respuesta del detector con concentración y calcular los factores de respuesta en consecuencia.

La curva de calibración multinivel tiene tres niveles y muestra un ajuste lineal desde el origen. Este método de ajuste lineal desde el origen es similar a la calibración del método de un único punto. Se asume que la respuesta del detector a la concentración es lineal. La diferencia entre los dos tipos de calibración es que, con el ajuste lineal la pendiente de la respuesta del detector puede determinarse con un mejor ajuste a través de un número de puntos, uno para cada nivel.

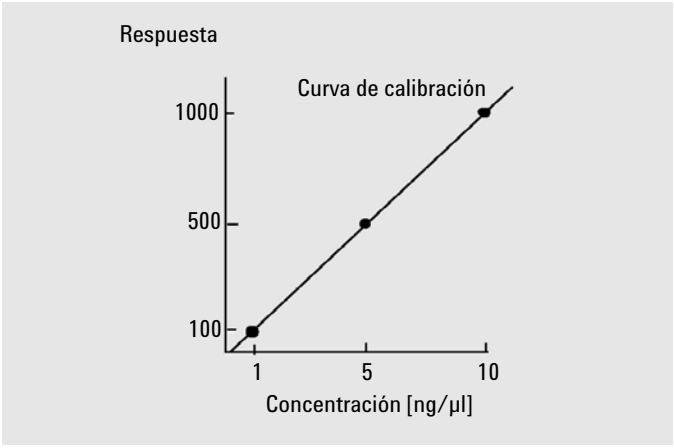


Figura 42 Curva de calibración multinivel con tres niveles

La tabla de calibración correspondiente, que es la tabulación de la información utilizada para generar esta curva, puede parecer similar a la mostrada en Tabla 18 en la página 171.

Tabla 18 Tabla de calibración

Nivel	Cantidad (ng/µl)	Respuesta (cuentas de área)
1	1	100

Tabla 18 Tabla de calibración

Nivel	Cantidad (ng/µl)	Respuesta (cuentas de área)
2	5	500
3	10	1000

En este ejemplo, las muestras de calibración utilizadas para generar los tres niveles se han identificado como 1, 2 y 3.

Rangos de calibración

Cada calibración multinivel es válida para el rango de concentraciones utilizadas en las muestras de calibración. La mejor aproximación es la extrapolación de una curva de calibración, especialmente si no es lineal. El rango de calibración de cada componente puede definirse en el cuadro de diálogo **Compound Details**. Cada entrada de ese compuesto puede expresarse como límites inferiores y superiores. Si se exceden estos límites, se anota en el informe.

Ajustes de la curva de calibración

Hay varios cálculos de ajuste de curva disponibles para usar en calibraciones multinivel.

- Lineal de trazos
- Lineal
- Registro
- Alimentación de corriente
- Exponente
- Cuadrático
- Cúbico
- Promedio (respuesta/cantidad)

Ajuste no lineal

En algunos casos, la respuesta del detector a los cambios en la concentración de muestra no es lineal. Para estos tipos de análisis, no es apropiado el método de calibración de regresión lineal y habría que utilizar un cálculo de la calibración multinivel.

Tratamiento del origen

Existen cuatro formas de tratar el origen cuando se representa gráficamente la curva de respuesta:

- ignorar el origen,
- incluir el origen,
- forzar el origen, o
- conectar el origen.

Para forzar la inclusión del origen en la curva de calibración, los puntos de calibración se reflejan sobre el origen desde el primer cuadrante hasta el tercero. La utilización de todos los puntos para el cálculo de la regresión asegura que la curva de calibración resultante pase por el origen. Esto también se describe en Figura 43 en la página 174.

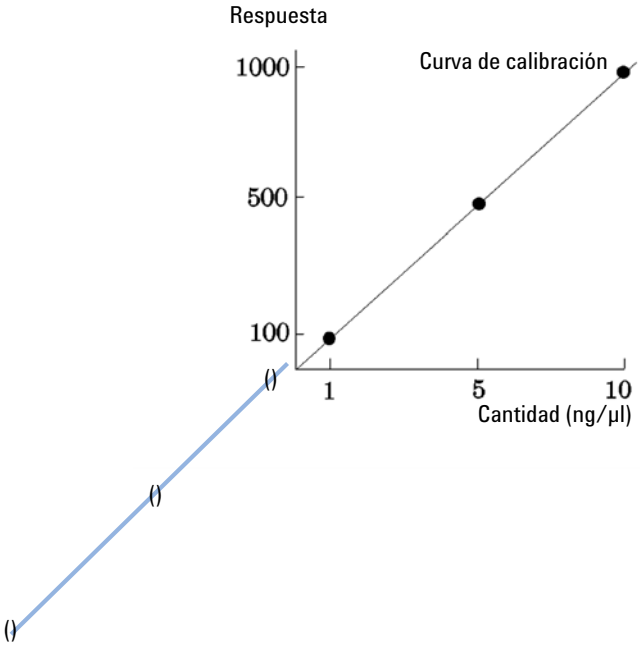


Figura 43 Forzar el origen para incluirlo

Para obtener más información sobre los ajustes de la curva de calibración y tratamiento del origen, consulte el fichero de *ayuda en línea*.

Ponderación del punto de calibración

Cuando se configura la curva de calibración predeterminada, puede especificarse la ponderación relativa (o importancia) de varios puntos de calibración utilizados para generar la curva.

Se pueden seleccionar las siguientes opciones de ponderación:

Peso	Descripción
Igual	Todos los puntos de calibración tienen el mismo peso en la curva.
Lineal (Ctd.)	Un punto de calibración con la cantidad x tiene una ponderación 1/x normalizada a la cantidad más pequeña, de forma que el factor de peso mayor es 1. La normalización se calcula multiplicando el peso por la cantidad más pequeña. Por ejemplo, el peso de un punto de calibración con la cantidad x es (1/x) × a donde a es la cantidad menor del compuesto calibrado preparado en los estándares de calibración. Si se incluye el origen se asigna la media de las ponderaciones de otros puntos de calibración.
Lineal (Rpta.)	Un punto de calibración con la respuesta x tiene una ponderación 1/y normalizada a la respuesta más pequeña, de forma que el factor de peso mayor es 1. La normalización se calcula multiplicando el peso por la respuesta más pequeña. Por ejemplo, el peso de un punto de calibración con la cantidad y es (1/y) × b donde b es la respuesta correspondiente a la cantidad menor del compuesto calibrado preparado en los estándares de calibración. Si se incluye el origen se asigna la media de las ponderaciones de otros puntos de calibración.
Cuadrático (Ctd.)	Un punto de calibración con la cantidad x tiene una ponderación $1/x^2$ normalizada a la cantidad más pequeña de forma que el factor de peso mayor es 1. La normalización se calcula multiplicando el peso con la cantidad más pequeña. Por ejemplo, el peso de un punto de calibración con la cantidad x es $(1/x^2) \times a^2$ donde a es la cantidad menor del compuesto calibrado preparado en los estándares de calibración.
Cuadrático (Rpta.)	Un punto de calibración con la respuesta x tiene una ponderación $1/y^2$ normalizada a la respuesta más pequeña de forma que el factor de peso mayor es 1. La normalización se calcula multiplicando el peso con la respuesta más pequeña. Por ejemplo, el peso de un punto de calibración con la respuesta y es $(1/y^2) \times b^2$ donde b es la respuesta correspondiente a la cantidad menor del compuesto calibrado preparado en los estándares de calibración.
Nº Calibraciones	Un punto de calibración se pondera según el número de recalibraciones del punto. No se efectúa ninguna normalización

Las ponderaciones cuadráticas del punto de calibración pueden utilizarse, por ejemplo, para ajustar la dispersión de los puntos de calibración. De esta forma, se asegura que los puntos de calibración más cercanos al origen, que pueden normalmente medirse con más exactitud, tengan mayor peso que los puntos de calibración alejados del origen, que pueden dispersarse.

La decisión de qué tipo de ponderación del punto de calibración utilizar, debería basarse en los requisitos del método.

Calibration Table

La Calibration Table especifica las conversiones de las áreas o alturas de picos en las unidades elegidas, de acuerdo con el procedimiento de cálculo seleccionado. Contiene una lista de tiempos de retención/migración de un análisis de calibración. Estos tiempos de retención/migración se comparan con los tiempos de retención/migración de los picos en un análisis de muestra. Donde se produce una coincidencia, se supone que el pico de la muestra representa el mismo componente que aquél de la Calibration Table. Durante un análisis o mientras se genera un informe, las cantidades que se introducen para cada pico se utilizan para calcular las cantidades del procedimiento de cálculo seleccionado para el informe. El tipo y la cantidad de información requerida para crear una Calibration Table varían en función del tipo de procedimiento de cálculo seleccionado.

Para crear una Calibration Table, se necesita la siguiente información:

- El tiempo de retención/migración para el pico de cada componente de una mezcla de calibración.
- La cantidad de cada componente utilizada para hacer la mezcla de calibración, expresada en unidades coherentes.

Suma de picos

La tabla de suma de picos se proporciona para ciertas aplicaciones de las industrias petroquímica y farmacéutica que pueden realizarse de manera más eficaz con las siguientes funciones:

- Suma de las áreas de picos que se encuentran en un rango especificado por el usuario.
- Suma de las áreas de un rango de picos y cálculos con un solo multiplicador.
- Suma de las áreas de todos los picos con el mismo nombre.

La tabla de suma de picos es similar, con ciertas diferencias, a la tabla de calibración estándar. Como la tabla de calibración, se asocia con el método actual.

NOTA Es necesario crear una tabla de calibración para un análisis antes de crear la tabla de suma de picos.

Muestras desconocidas

Una muestra desconocida es una muestra que contiene una cantidad desconocida de un compuesto para cuantificar.

Para descubrir qué cantidad de compuesto hay en la muestra desconocida, es necesario:

- crear una curva de calibración para el compuesto,
- inyectar una porción alícuota de la muestra desconocida y analizarla del mismo modo que la muestra de calibración,
- determinar la respuesta a partir de la señal, es decir, el área o la altura del pico causada por la cantidad desconocida de compuesto y
- utilizar la curva de calibración para calcular la cantidad de compuesto existente en la muestra desconocida.

Por ejemplo, si el área del pico de la muestra desconocida es 500, se puede determinar que la cantidad es 5 ng/µl utilizando la curva de calibración que se muestra en Figura 44 en la página 179.

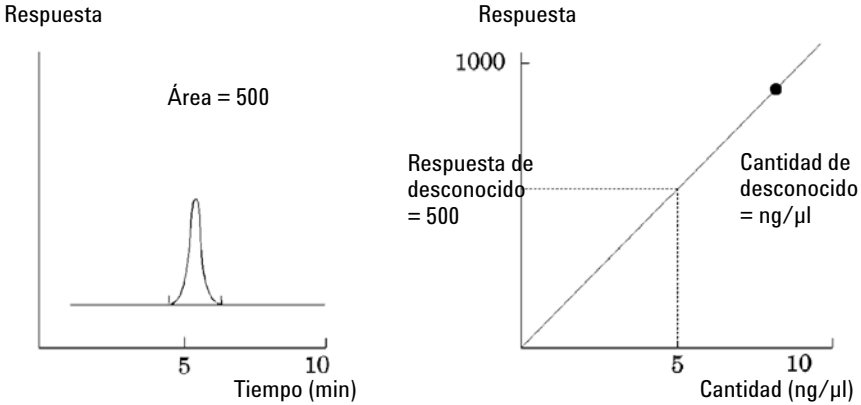


Figura 44 Señal de muestra desconocida y curva de calibración

Recalibración

Definición de la recalibración

La recalibración es el proceso utilizado para actualizar un nivel de una curva de calibración. Cuando se recalibra se analiza otra muestra que contiene los mismos compuestos de calibración que la original y, lo más importante, la misma cantidad de éstos. Cuando se analiza la muestra de calibración, se obtienen los factores de respuesta y los tiempos de retención/migración actualizados. Puede elegirse realizar la media de los factores de respuesta de un número determinado de análisis de calibración de forma que los factores de respuesta se ponderen por igual.

¿Por qué recalibrar?

La mayoría de las calibraciones tienen una vida limitada debido a los cambios en la cromatografía. La recalibración es necesaria para mantener la exactitud de los análisis. Por ejemplo, se ha creado una tabla de calibración para el compuesto cafeína que se usa cuando es necesario cuantificar muestras que contienen cafeína. En algún momento será necesario reemplazar la columna/capilar. Aunque la columna/capilar se reemplace con una exactamente del mismo tipo, no se comportará exactamente de la misma manera que la columna/capilar anterior cuando se creó por primera vez la tabla de calibración para la cafeína. Por tanto, para asegurar la coherencia, se deben recalibrar los niveles de la tabla de calibración antes de utilizar la nueva columna/capilar para analizar las muestras que contengan cantidades desconocidas de cafeína. De este modo se cuantifican muestras analizadas bajo las mismas condiciones de sistema.

Recalibración manual

Puede introducir manualmente la información de calibración del pico y normalizar la tabla de calibración con la opción Configuración manual del cuadro de diálogo Nueva tabla de calibración. Generalmente, se produce un nuevo

método de calibración analizando una mezcla de calibración estándar, creando una tabla de calibración e introduciendo los picos calibrados para obtener factores de respuesta. Este enfoque no es eficaz para algunas aplicaciones, como en la industria petroquímica, donde se han analizado los mismos compuestos durante muchos años y los factores de respuesta de varios compuestos y detectores están ya disponibles.

Puede crear una tabla de calibración de forma manual introduciendo los picos y los factores de respuesta en la tabla de calibración, recalibrando el método con un estándar que contenga al menos un pico de respuesta de referencia y seleccionando la actualización %Delta.

Para hacer referencia a un pico específico para el cálculo de las relaciones de tiempos de retención, se puede definir este pico como el pico de referencia para la relación del tiempo de retención. Todos los picos con el mismo número de referencia RT Ratios hacen referencia a este pico.

Recalibraciones con suma de picos

Cuando se realiza una recalibración, los rangos de tiempo de retención/migración en la tabla de suma de picos del método se actualizarán antes de que se proceda con la recalibración real. Las recalibraciones de la suma de picos se realizan de este modo para asegurar que se incorpora el delta en los cálculos de tiempo.

Formas de recalibrar

La recalibración se puede efectuar de dos formas con el software ChemStation. Puede recalibrar de forma interactiva o automática durante una secuencia de análisis automatizados. En la recalibración interactiva el proceso de recalibración se realiza utilizando el software ChemStation después de inyectar una o varias muestras de calibración. En la recalibración con secuencia se debe especificar cuándo se llevará a cabo el proceso, pero la recalibración en sí la sigue realizando el software de automatización. Para obtener más información, consulte “Recalibración automática” en la página 121.

Si desea información sobre cómo realizar la recalibración con el software, consulte el apartado Cómo... de la ayuda.

Recalibración de picos no identificados

Hay tres formas de recalibrar picos no identificados.

No Recalibration

Si un pico de la Calibration Table no se puede identificar en los resultados de integración, se aborta la calibración. Si esto sucede en una secuencia, también se aborta la secuencia.

Partial Recalibration

Esta función permite la recalibración solo de los picos identificados. Si faltan picos, no se aborta la calibración pero se anota en el informe que faltan picos.

Recalibration of all Retention/Migration Times

Esta función permite la recalibración del tiempo de retención/migración de todos los picos identificados y no identificados. Para ello se utilizan los tiempos de retención/migración de los picos identificados. Los factores de respuesta de los picos no identificados no se actualizan.

8
Elaboración de informes

Definición de informe 184
Presentación clásica e inteligente 186
Consecuencias de activar la presentación inteligente 186
Intelligent Reporting 187
Ventajas de Intelligent Reporting 187
Report Template Editor (RTE) para Intelligent Reporting 188
Almacenamiento de plantillas de informes 191
Almacenamiento de informes generados 193
Plantillas de informes en el almacenamiento central de datos 194
Classic Reporting 195
Elaboración de informes de resultados 195
Resultados cuantitativos 196
Informes de valores de campos personalizados 197
Estilos de informe 197
Otros parámetros de estilo del informe 200
Elaboración de informes de resumen de secuencias 201
Formatos del fichero de informes 205

En este capítulo se describen los conceptos de Intelligent Reporting y Classic Reporting.

Definición de informe

Un informe puede incluir información cuantitativa y cualitativa de las muestras que se analizan. El informe puede ser una impresión en papel, información en pantalla o un fichero electrónico. El informe puede incluir detalles de los picos detectados durante el análisis y gráficos de señales adquiridas.

Informes para diferentes fines

Se pueden especificar informes que sirvan para distintos fines durante la adquisición de datos y durante la revisión de datos:

- El *Sequence Summary Report* se define en la ficha **Sequence Output** del cuadro de diálogo **Sequence Parameters**. Este informe lo crea automáticamente ChemStation después de completar una adquisición de secuencia o de reprocesar una secuencia.
- El *Single Injection Report* se define en el cuadro de diálogo **Specify Report**. Se crea uno de estos informes por cada muestra individual durante la adquisición de una secuencia o el reprocesamiento de una secuencia.

Con Intelligent Reporting se crean plantillas para los distintos tipos de informes, dependiendo de la finalidad de un informe. Para obtener más información, véase "Tipos de informes" en la página 188.

Destino del informe

Se puede enviar un informe a los siguientes destinos:

- **Screen**

  El informe, incluido el texto y los gráficos, se muestra en pantalla en la ventana de previsualización del informe desde la que se puede imprimir.

- **Printer**

  El informe con el texto y los gráficos se imprime en la impresora seleccionada.

- **File**

  El informe se guarda en un fichero, por ejemplo un fichero Adobe PDF.

Presentación clásica e inteligente

Con Agilent OpenLAB CDS, se puede elegir el tipo de Reporting que se desee usar: *Classic Reporting*, que es como era la función Reporting en las versiones anteriores de ChemStation, o *Intelligent Reporting*, que cuenta con un lenguaje de definición de informes normalizado y potente y con funciones de revisión mejoradas. En las siguientes secciones se describen los dos tipos de Reporting.

Consecuencias de activar la presentación inteligente

Si se desea utilizar Intelligent Reporting, hay que activar Intelligent Reporting en la Instrument Configuration en el OpenLAB Control Panel.

Si se activa Intelligent Reporting, ocurre lo siguiente en ChemStation:

- La vista **Report Layout** muestra el Report Template Editor de Intelligent Reporting.
- La vista **Review** se hace visible.
- En el cuadro de diálogo **Sequence Parameters** se puede elegir entre Classic e Intelligent Reporting.
- En el cuadro de diálogo **Specify Report** se puede elegir entre Classic e Intelligent Reporting.



Ventajas de Intelligent Reporting

Intelligent Reporting brinda al usuario las siguientes ventajas:

- Se puede utilizar la vista **Review**.
- La mayor parte de las funciones disponibles en distintos ajustes y cuadros de diálogo de Classic Reporting está ahora en las plantillas de informes. Se pueden crear o editar plantillas de informes con la vista **Report Layout**, que contiene el nuevo Report Template Editor para Intelligent Reporting. El Report Template Editor cuenta con varias funciones potentes:
  - Se puede acceder a todos los datos de resultados generados por ChemStation seleccionando el campo de datos correspondiente.
  - Se pueden crear expresiones propias para hacer los cálculos con los campos de datos. Se puede utilizar cualquier expresión válida de Microsoft Visual Basic.
  - Se pueden crear expresiones en las que hacer cálculos con los Custom Fields de ChemStation.
  - Marcado de resultados: se pueden introducir expresiones para resaltar determinados resultados en función de su valor.
  - Elementos de informes preconfigurados (Snippets): el Report Template Editor tiene elementos de informe preconfigurados, denominados *snippets*, que se pueden insertar en la plantilla de informes arrastrándolos y soltándolos.
- Se puede usar la herramienta Report Template Documentation para crear descripciones de sus plantillas de informes.
- Se pueden informar los siguientes valores, según lo define la Farmacopea Europea (la relación pico a valle también está disponible con Classic Reporting; para obtener detalles sobre los campos requeridos, consúltese la *Guía de referencia*):
  - Relación señal-ruido

- Retención relativa
- Tiempo de retención relativa

Report Template Editor (RTE) para Intelligent Reporting

Tipos de informes

Se pueden crear distintos tipos de informes. Según el tipo de informe de que se trate habrá disponibles distintos campos de datos en una plantilla de informes, y los elementos de informe se agruparán de modo diferente.

Están disponibles los siguientes tipos de informe:

- **Single Injection**

  El informe generado muestra separados los elementos de informe de la plantilla de cada inyección en el ámbito de los datos disponibles en ese momento. Se pueden mostrar los datos por inyección, pero no se pueden comparar resultados de distintas inyecciones en una tabla o matriz.

- **Single Sequence Summary**

  El informe generado muestra separados los elementos de informe de la plantilla de cada secuencia en el ámbito de los datos disponibles en ese momento. Se pueden comparar resultados de inyecciones diferentes en una tabla o matriz, pero no los resultados de distintas secuencias.

- **Cross-Sequence Summary**

  Con este tipo de informe, los datos *no* se agrupan automáticamente. Por tanto, habrá que prestar más atención al agrupamiento de los elementos del informe, pero a cambio se podrán crear elementos de informe en los que se comparen datos de distintas secuencias.

Formato de plantilla

Todas las plantillas de informes se basan en el Report Definition Language (RDL), que es un formato XML estandarizado de Microsoft.

Para crear plantillas de informes, se puede utilizar el Report Template Editor (RTE) o bien Microsoft SQL Server Business Intelligence Development Studio (BI Studio):

- El *RTE* tiene una interfaz fácil de usar que ayuda a crear plantillas de informe en pocos pasos. Admite todos los tipos de elementos de informe y la mayor parte de las opciones de configuración correspondientes.

  Con RTE, no se pueden editar plantillas que se hayan creado con BI Studio. Para editar dichas plantillas en RTE habrá que preguntar al servicio de atención al cliente de Agilent.
- *BI Studio* contiene todas las funciones necesarias. En todo caso, para trabajar con BI Studio hay que tener conocimientos avanzados de elaboración de plantillas. Si desea obtener más información, consulte el *G4635-90007 Manual for Report Template Designers*. Este manual viene con OpenLAB ECM Intelligent Reporter. Pida una copia de este manual a Agilent. Este manual contiene también descripciones detalladas de las plantillas de informes de Agilent que van incluidas en OpenLAB Intelligent Reporter. Estas plantillas están diseñadas específicamente para utilizarlas en BI Studio y contienen la mayor parte de las funciones avanzadas que no hay disponibles en RTE.

  En BI Studio, se puede editar cualquier plantilla de informes, independientemente de que se crearan con RTE o con BI Studio.

Campos de datos

Se puede acceder a todos los datos de resultados generados por ChemStation durante una adquisición. De cada valor se puede seleccionar el campo de datos correspondiente en el que se guardará el valor. Se pueden ordenar los campos de datos de la plantilla de informes con arreglo a los requisitos deseados. Los campos de datos disponibles se dividen en las siguientes categorías:

- Sequence
- Sample
- Injection
- Signal
- Compound
- Peak
- Calibration Curve
- Instrument
- File
- Project

Elementos de informe

Se pueden añadir varios elementos de informe a una plantilla de informes, según cuales sean los requisitos del usuario. De cada elemento de informe se pueden configurar varias propiedades como el formato de fuente, el color de fondo, las expresiones, etc. A continuación se muestran los elementos de informe que están disponibles:

- Text Fields
- Campos de datos
- Tables
- Matrices
- Composite Groups
- Images
- Chromatograms
- Calibration curves
- Spectra
- Charts
- Method Information

Snippets

El Report Template Editor contiene snippets, que son elementos de informe preconfigurados o grupos de elementos de informe que se pueden insertar en la plantilla de informes arrastrándolos y soltándolos.

Estos snippets son, por ejemplo, tablas preconfiguradas de resultados de compuestos o de idoneidad del sistema, cromatogramas para representación de señal única o múltiple, o diagramas de control de exactitud de la calibración o la estabilidad del tiempo de retención. Se pueden usar los snippets como punto de partida y ajustarlos con arreglo a los requisitos deseados.

Cálculos personalizados

En el Report Template Editor se pueden ver los valores de los campos de datos tal como se generaron en ChemStation, o bien se pueden calcular nuevos valores para distintos fines. Se pueden crear expresiones con los campos de datos existentes y también utilizar los campos personalizados.

Se pueden guardar los valores como variables y acceder a ellas desde el elemento de informe correspondiente en la plantilla.

El Report Template Editor contiene un Expression Editor con el que se podrán crear expresiones válidas. Todas las expresiones se basan en Microsoft Visual Basic.

Formato condicional

Se pueden configurar determinadas propiedades de un campo o celda en función de los valores resultantes de la expresión. Por ejemplo, si lo que aparece es la cantidad de compuestos, se puede hacer que esta tenga fondo rojo cuando la cantidad exceda de un cierto valor.

Datos de prueba

Al diseñar una nueva plantilla de informes en la vista Report Layout, ChemStation ofrece los datos de prueba mostrados en el Report Template Editor al editar o previsualizar una plantilla. Los datos de prueba corresponden al conjunto de datos (análisis únicos o de secuencias) seleccionados en ese momento en la Navigation Table de la vista **Data Analysis**. En caso de diseñar una plantilla para un Sequence Summary Report, habrá que cargar una secuencia en la vista Data Analysis y seleccionar un subconjunto de muestras. Ahora bien, en caso de diseñar una plantilla para un Single Injection Report, basta con seleccionar una sola muestra en la vista Data Analysis.

Almacenamiento de plantillas de informes

ChemStation contiene una serie de plantillas de informes predefinidas. Estas plantillas predeterminadas de encuentran en el directorio chem32\repstyle.

En secuencias, las plantillas de informe empleadas para los Sequence Summary Reports y los Single Injection Reports se encuentran en el conjunto de resultados, al mismo nivel que los métodos de secuencia. No se guarda ninguna plantilla de informes en el nivel de los ficheros de datos de una secuencia.

En muestras individuales, la plantilla de informe se encuentra en el fichero de datos.

Cuadro de diálogo Browse Templates

Al buscar plantillas de informes en el cuadro de diálogo **Sequence Parameters** o el cuadro de diálogo **Specify Report** se pueden sincronizar las plantillas del directorio Plantillas predeterminadas y del conjunto de resultados.

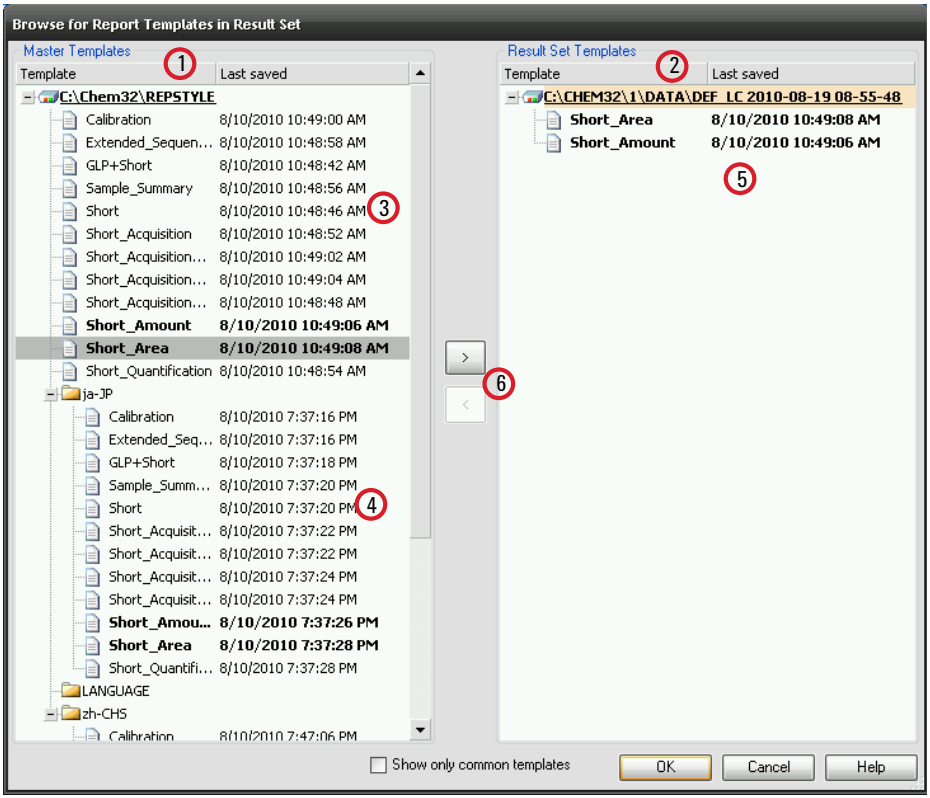


Figura 45 Cuadro de diálogo **Browse for Report Templates in Result Set**

1 A la izquierda se pueden ver las plantillas del directorio Plantillas predeterminadas (chem32/repstyle).

2 A la derecha se pueden ver las plantillas del conjunto de resultados cargado en ese momento.

3 De cada plantilla se puede ver la fecha en que se guardó por última vez. El mensaje emergente de la fecha muestra la última entrada en el historial de la plantilla.

4 Las plantillas se pueden guardar también en subdirectorios de chem32/repstyle.

5 Las plantillas comunes al conjunto de resultados y el directorio Métodos predeterminados aparecen en negrita. Estas plantillas se corresponden solamente por el nombre.

6 Se pueden copiar plantillas entre el directorio Plantillas predeterminadas y el conjunto de resultados arrastrando y soltando o con la tecla >.

Gestión de ficheros de datos con Unique Folder Creation OFF

Con la opción Unique Folder Creation OFF, siempre se hace referencia a las plantillas de los Sequence Summary Reports y los Single Injection Reports desde el directorio Default Templates (chem32\repstyle).

Almacenamiento de informes generados

Nombres de fichero para Single Injection Reports

Al introducir un nombre para el Single Injection Report en el cuadro de diálogo **Specify Report**, se pueden utilizar las siguientes señales:

- <Date> fecha actual
- <Time> hora actual
- <SeqN> nombre de fichero de secuencia (será "_" en muestras individuales)
- <Cont> nombre del conjunto de resultados (será "_" en muestras individuales)
- <SamN> nombre de la muestra
- <Lims> LimsID
- <InjD> fecha y hora de la inyección
- <File> nombre de fichero de datos
- <SLoc> ubicación de la muestra

Nombres de fichero para Sequence Summary Reports

Al introducir un nombre de fichero para el Sequence Summary Report en la ficha **Sequence Output** del cuadro de diálogo **Sequence Parameters**, se pueden usar las siguientes señales:

- <Date> fecha actual
- <Time> hora actual
- <SeqN> nombre de fichero de secuencia
- <Cont> nombre de conjunto de resultados

Plantillas de informes en el almacenamiento central de datos

Si se usa un sistema de almacenamiento central de datos, las plantillas de informes se tratan como un tipo de documento aparte. Se pueden cargar o descargar plantillas al y desde el almacenamiento central o actualizar todas las plantillas de informes locales con la última versión del almacenamiento central de datos.

Classic Reporting

Elaboración de informes de resultados

Existen dos tipos de informes disponibles:

- Un informe no calibrado que no corrige la respuesta del detector, y
- Un informe calibrado que muestra los resultados corregidos de la diferencia en la respuesta del detector a varios compuestos de la muestra.

Informes no calibrados

Entre los informes no calibrados se incluyen informes de **Area%** y **Height%**. Estos informes se utilizan principalmente para preparar informes calibrados. Pueden resultar de utilidad como informe final si las cantidades de compuesto necesarias para generar el área de una unidad o la respuesta de altura de los compuestos de interés son similares.

Informes calibrados

Los informes calibrados corrigen la diferencia en la respuesta del detector a los compuestos informados. Una o varias muestras de calibración que contengan cantidades conocidas de los compuestos informados deben analizarse en las mismas condiciones que la muestra desconocida. Los datos de integración de estas muestras de calibración se utilizan para preparar una tabla de calibración. Ésta no es más que una lista de los tiempos de retención/migración, cantidades y respuestas que se utilizan en la generación del informe. Los informes calibrados se basan en dos procedimientos de calibración llamados estándar interno y estándar externo.

Informe estándar externo

El informe ESTD (estándar externo) enumera los resultados con las unidades seleccionadas o con cada compuesto como porcentaje de los compuestos presentes. El procedimiento estándar externo requiere que se conozca con exactitud el volumen relativo inyectado de las muestras de calibración y las muestras desconocidas. La fiabilidad del informe estándar externo está limitada por la reproducibilidad de la inyección y otros factores que pueden variar de una muestra a otra.

Informe estándar interno

Las limitaciones del procedimiento estándar externo se pueden superar con el método del estándar interno. Se añade una cantidad exacta conocida de un estándar interno (no necesariamente la misma cantidad), a las muestras de calibración y a la muestra desconocida. La respuesta de cada compuesto de interés se divide por la respuesta de un estándar interno para proporcionar una relación de respuesta. Las curvas de calibración son un gráfico de la relación de respuesta frente a relación de cantidad y esta información se utiliza en el cálculo de los resultados informados. De este modo se anulan los errores inadvertidos en el volumen de la inyección o los cambios ligeros en el sistema cromatográfico/electroferográfico que afectan a los compuestos similares. El informe ISTD enumera los resultados de las unidades seleccionadas.

Informe de los gráficos de control

El Informe de los gráficos de control realiza el seguimiento de un solo resultado a partir de los diferentes análisis de un compuesto calibrado específico. La opción **Control Chart** se instala una vez que ChemStation está en funcionamiento. Los métodos que utilizan esa función pasan el resultado objeto de seguimiento a una hoja de cálculo de Microsoft Excel tras cada análisis. Una vez hecho esto, se utiliza Excel para imprimir el informe.

Resultados cuantitativos

El tipo de informe se identifica por el nombre del método de cálculo utilizado para prepararlo, por ejemplo, un informe ISTD. Más adelante se facilita una breve descripción de cada tipo. Los cálculos de cada informe se expresan como “Resultados cuantitativos” en la página 196.

El **Area%** genera un informe más sencillo y no requiere datos de calibración puesto que no se realiza la corrección de la diferencia en la respuesta del detector de los componentes de las muestras. El informe % Área es particularmente útil para desarrollar la tabla de calibración que va a utilizarse con otras opciones de los informes. El informe es adecuado para análisis en los que la diferencia en la respuesta del detector de los componentes no es importante.

El informe **Height%** es similar al informe % Área excepto en que se utiliza la altura del pico para los cálculos en vez del área de picos.

En el informe **Norm%** cada componente se indica como un porcentaje de todos los componentes presentes. Los picos de la respuesta del detector se corrigen antes del cálculo del porcentaje de cada uno de ellos.

El informe **ESTD** presenta la cantidad real de cada sustancia presente en las unidades seleccionadas. Las cantidades se calculan con la tabla de calibración previamente establecida. El uso de un estándar externo requiere que se conozca el volumen inyectado de la mezcla de calibración.

El informe **ESTD%** presenta la cantidad relativa de cada sustancia como porcentaje de la muestra inyectada. Las cantidades se calculan con la tabla de calibración previamente establecida. El uso de un estándar externo requiere que se conozca el volumen inyectado de la mezcla de calibración.

El informe **ISTD** presenta la cantidad real de cada sustancia. Las cantidades se calculan con la curva de calibración previamente establecida. El uso de un estándar interno tanto en la muestra como en la mezcla de calibración elimina la necesidad de conocer y controlar el volumen de muestra inyectada. De este modo, también se corrige cualquier variación del rendimiento del instrumento entre los análisis.

El informe **ISTD%** presenta la cantidad relativa de cada sustancia como porcentaje de muestra inyectada. El uso de un estándar interno tanto en la muestra como en la mezcla de calibración elimina la necesidad de conocer y controlar el volumen de muestra inyectada. De este modo, también se corrige cualquier variación del rendimiento del instrumento entre los análisis.

Informes de valores de campos personalizados

Se pueden añadir al informe los valores de los campos personalizados adjuntos a una muestra determinada de acuerdo con su método de adquisición. Los campos personalizados de muestra se enumeran al final de la cabecera del informe que contiene la información general de la muestra. Los campos personalizados de compuesto aparecen al final del informe.

Estilos de informe

Para añadir una señal a cualquier estilo de informe hay que marcar la casilla correspondiente en el cuadro de diálogo Specify Report.

Están disponibles los siguientes estilos de informe:

- **None**: no se incluirá ningún texto de informe. Se incluirá el cromatograma solamente si se selecciona la opción Add Chromatogram Output.
- **Short**: contiene resultados de texto cuantitativos de todas las señales integradas configuradas en el cuadro de diálogo Signal Details (LC solamente) o Signal (GC solamente). La anchura de pico (PW) del informe breve se calcula con la fórmula más compleja utilizada por el integrador: PW = 0,3 (PIDcho - PIIzdo) + 0,7 (Área/Altura) donde PIDcho y PIIzdo son los puntos de inflexión.
- **Detail**: consta de cabecera, resultados cuantitativos y curvas de calibración. La cabecera se almacena en un fichero llamado RPTHEAD.TXT en el directorio del método. Se puede cambiar esa cabecera con un editor de texto para incluir un texto específico del método.
- **Header + Short**: contiene la cabecera de fichero y los resultados de texto cuantitativos. La cabecera se almacena en un fichero llamado RPTHEAD.TXT en el directorio del método. Se puede cambiar esa cabecera con un editor de texto para incluir un texto específico del método.
- **GLP + Short** contiene cabecera, información de la muestra, condiciones del instrumento, libro de registro, señal y resultados cuantitativos. La cabecera se almacena en un fichero llamado RPTHEAD.TXT en el directorio del método. Se puede cambiar esa cabecera con un editor de texto para incluir un texto específico del método.
- **GLP + Detail**: contiene cabecera, información de la muestra, condiciones del instrumento, libro de registro, señal, resultados cuantitativos y curvas de calibración. La cabecera se almacena en un fichero llamado RPTHEAD.TXT en el directorio del método. Se puede cambiar esa cabecera con un editor de texto para incluir un texto específico del método.
- **Full**: contiene cabecera, información de la muestra, condiciones del instrumento, libro de registro, señales y resultados cuantitativos. La cabecera se almacena en un fichero llamado RPTHEAD.TXT en el directorio del método. Se puede cambiar esa cabecera con un editor de texto para incluir un texto específico del método.
- **Performance**: genera un informe conforme a los límites especificados en el cuadro de diálogo Edit Performance Limits del menú System Suitability.

  En el caso de los métodos no calibrados, los parámetros del informe incluyen el número del pico, el tiempo de retención/migración, el área del pico, la altura del pico, la descripción de la señal, la anchura verdadera del pico a

media altura (consulte *True Peak Width Wx [min]* en la Reference Guide), la simetría, k', la eficacia (platos) y la resolución de cada pico.

En el caso de los métodos calibrados, los parámetros del informe incluyen el número del pico, el tiempo de retención/migración, el nombre del compuesto, la cantidad, la descripción de la señal, la anchura verdadera del pico a media altura, la simetría, k', la eficacia (platos) y la resolución de cada pico.

El cálculo de pico a media altura no es igual que la fórmula de anchura de pico más compleja que utiliza el integrador. Los valores de eficacia y resolución se basan en la anchura de pico calculada. La cabecera del informe comprende toda la información relevante del método, incluidos instrumentos, columna/capilar, muestra y parámetros de adquisición. La señal se representa también gráficamente.

- **Performance + Noise**: combina el estilo de informe de rendimiento con los cálculos de ruido correspondientes a los rangos definidos en el cuadro de diálogo Edit Noise Range del menú System Suitability. De manera adicional, el ruido se da como seis veces la desviación estándar, pico a pico y como ruido ASTM; también se determinan la deriva y la desviación.
- **Performance + Extended**: genera un informe ampliado con todos los parámetros procedentes de los cálculos de rendimiento de pico y gráficos individuales de cada pico. Los gráficos incluyen la línea base, las tangentes y las anchuras de pico a alturas definidas. Este tipo de informe incluye sólo picos calibrados.

  Además de los parámetros impresos para el estilo de informe de rendimiento, se determinan más parámetros de rendimiento del pico: se imprimen tiempos de inicio y fin de pico, sesgo, exceso, anchura de pico, factor de cola USP, intervalo de tiempo entre puntos de datos, número de puntos de datos, momentos estadísticos, platos, platos por metro, selectividad y resolución para cada pico. La anchura de pico, los platos, los platos por metro, la selectividad y la resolución se calculan con los métodos de anchura verdadera a media altura, 5 sigma, tangente y cola (si desea obtener más información consulte *Performance Test Definitions* en la Reference Guide).

  La cabecera comprende toda la información relevante del método, como instrumento, columna/capilar, muestra y parámetros de adquisición, así como un gráfico de la señal. Se puede consultar una lista completa de los algoritmos de parámetros de rendimiento de pico en *Performance Test Definitions* en la Reference Guide.

Los estilos de informe espectrales (**Short + Spectrum**, **Detail + Spectrum**, **Performance + Library Search**) se describen en *Understanding Your Spectra Module*.

Añadir un informe personalizado a los estilos de informe

Es posible añadir a la lista de estilos de informes disponibles una plantilla de informe personalizada creada en la vista Report Layout de ChemStation.

NOTA Todos los informes, excepto los Performance Reports, enumeran las anchuras de picos calculadas con una fórmula más compleja por medio del integrador (para conocer más detalles sobre el cálculo de la anchura del pico consulte *Peak Width* en la Reference Guide).

Otros parámetros de estilo del informe

Tabla de picos sumados

La tabla de suma de picos se proporciona para ciertas aplicaciones de las industrias petroquímica y farmacéutica que pueden realizarse de manera más eficaz con las siguientes funciones:

- Suma de las áreas de picos que se encuentran en un rango especificado por el usuario.
- Suma de las áreas de un rango de picos y cálculos con un solo multiplicador.
- Suma de las áreas de todos los picos con el mismo nombre.

Cuando se genera el informe, ChemStation utiliza la tabla de suma de picos para generar un informe que se imprime tras los cálculos del informe estándar a excepción de Norm%, que se reemplaza por el informe de suma de picos.

Diseño del informe de picos no calibrados

Para cambiar el diseño del informe de picos no calibrados elija una opción de las siguientes en el cuadro de diálogo Especificar informe.

- Informar por separado de los picos no calibrados en una tabla diferente si se selecciona la clasificación por retención/migración, o tablas separadas si se selecciona la clasificación por señal.

- Con la opción Picos calibrados puede informar de los picos no calibrados junto con los picos calibrados.
- Utilice Sin informe para eliminar del informe los picos no calibrados.

Elaboración de informes de resumen de secuencias

Introducción

ChemStation puede imprimir una variedad de informes estándar para análisis de muestras individuales. La elaboración de informes de resumen de secuencias es una forma adicional de elaborar informes que le permite calcular e informar los parámetros de un número de análisis diferentes. Es útil, por ejemplo, para comprobar la estabilidad de un instrumento o la robustez de un método nuevo.

Un informe de resumen de secuencias incluye:

- una página de título,
- la configuración del instrumento, incluyendo los números de revisión del instrumento y detalles acerca de la columna analítica/capilar empleada,
- las listas de tablas de secuencia que describen lo que debería haber hecho la secuencia automatizada de análisis,
- descripciones del libro de registros de lo que hizo realmente la secuencia y de los resultados inesperados que ocurrieron en la secuencia,
- listas de métodos,
- informes individuales para cada muestra,
- estadísticas de los análisis basadas en los criterios seleccionados (*sólo se calculan las estadísticas de los compuestos calibrados*) y
- una tabla de contenidos con las referencias de números de página a las secciones detalladas del informe.

Configuración de un informe de resumen de secuencias

Cuando se configura un informe de resumen de secuencias, es posible seleccionar una combinación de las nueve categorías siguientes activando las casillas de verificación correspondientes y, si lo cree conveniente, seleccionando un estilo para el informe de las plantillas existentes. Cada plantilla tiene unos

contenidos y diseño diferentes de las distintas secciones del informe de resumen de secuencias entero.

Puede elegir cualquiera de los estilos del informe de resumen de secuencias siguientes:

One Page Header

La plantilla GLP imprime GLP en letras grandes como una página de título para el informe siguiente. Se incluye la fecha y se destina un lugar para la firma.

Configuration

Seleccione **Configuration** si desea incluir la configuración del instrumento y las especificaciones de la columna/capilar en el informe.

Sequence Table

Seleccione **Sequence Table** para incluir una lista de las secuencias, parámetros de cuantificación de muestras y nombres de los métodos en el informe. La lista muestra los análisis efectuados por el sistema.

Logbook

Seleccione **Logbook** para obtener una lista de los análisis que ha realizado el sistema, incluyendo las condiciones del instrumento y los hechos inusuales que ocurrieron mientras se analizaban las muestras.

Methods

Seleccione **Methods** para realizar una lista de los métodos analíticos que se utilizaron en la serie de análisis automatizados.

Analysis Reports

Seleccione **Analysis Reports** para realizar informes de los diferentes análisis con el estilo de informe que configuró para el método.

Los informes de análisis individuales pueden imprimirse después de cada análisis según el estilo de informe que especificó para el método en cuestión y

las secciones de informe especificadas en **Sequence Summary Reporting**. Consulte "Salida de secuencias" a continuación.

SUILabel Type = Application > Statistics for Calibrated and Sample Runs

Si selecciona Análisis estadísticos de calibración se realizarán análisis de tendencias estadísticas de las muestras de calibración. Si selecciona Análisis **Statistics** de muestras, se realizarán análisis de tendencias estadísticas de los análisis de muestras (desconocidas). Para estas selecciones están disponibles los estilos de plantilla Estadística estándar y Estadística ampliada. **Extended Statistics** imprime las estadísticas de los análisis como gráficos, mientras que si selecciona **Standard Statistics** se imprime sólo el texto. Las selecciones que realice en los cuadros de diálogo **Items and Limits for Extended Statistics** se utilizan sólo cuando elija la opción **Extended Statistic** en el cuadro de diálogo **Sequence Summary Parameters**.

Si selecciona la opción **Standard Statistic** en el cuadro de diálogo **Sequence Summary Parameters**, las estadísticas de las que se informa son:

- tiempo de retención/migración,
- área,
- altura,
- cantidad,
- anchura de pico (basada en el estilo del informe; consulte “Estilos de informe” en la página 197)
- y simetría.

El cálculo de estadísticas no distingue entre niveles de calibración diferentes en una secuencia que utiliza métodos de calibración multinivel. Esto significa que las opciones dependientes de la concentración como, por ejemplo, el área, la altura o la cantidad (consulte el cuadro de diálogo Elementos y Límites de estadística ampliada) se aúnan, independientemente del nivel de calibración. Los valores de las **Statistics for Calibration Runs** no son útiles para los métodos de calibración multinivel en secuencias.

Resumen

La selección **Summary** imprimirá una introducción de la serie de muestras analizada y de los métodos utilizados. Si se selecciona la opción Resumen junto con otras selecciones de resumen de secuencias, se incluyen los números de

página con información de otras partes del informe de resumen de secuencias. Existen dos estilos de resumen disponibles:

Los detalles tabulados del **Sample Summary** de los análisis de muestras de la secuencia con alguna información de las muestras como el nombre de la muestra, el nombre del fichero de datos, el método y el número de vial.

La información de **Compound Summary** tabula los análisis de muestras con los resultados de cuantificación básicos de cada compuesto calibrado o de cada pico, dependiendo del tipo de informe que se especifique en el método.

Salida de secuencias

Puede definir también en el cuadro de diálogo **Sequence Output** donde va a imprimir el informe de resumen.

Seleccione **Report to file** e introduzca en nombre del fichero para imprimir el informe en el fichero seleccionado. Viene configurado por defecto que los datos se guarden en el fichero GLPrprt.txt. En sistemas GC con inyección dual los datos se guardan en GLPrptF.txt y GLPrptB.txt, para el inyector delantero y el inyector trasero respectivamente.

Seleccione **Report to PDF** para guardar el informe como un documento PDF. El informe se guarda en la carpeta de secuencias con el nombre CLPrprt.PDF

Seleccione **Report to HTM** para imprimir el informe en formato HTML. El informe se guarda en un directorio HTM en el directorio de datos especificado en **Sequence Parameters**. El informe HTM se compone de un fichero de índice (index.htm) y, al menos, dos otros ficheros, un fichero de contenido (contents.htm) y un fichero GIF (Graphics Interchange Format) para cada página del informe (p. ej. page1.gif). Para ver el informe html, abra el fichero de índice con el navegador.

Si selecciona **Report to printer**, el informe se imprime en la impresora del sistema. Si imprime uno por uno los informes de los análisis se activa también la impresión de los informes de muestras de cada análisis. Estos informes se imprimen junto con los especificados en el informe de resumen de secuencias que se crean al final de la secuencia entera. Puede especificar un destino nuevo para esos informes en el cuadro de diálogo **Sequence Output** o utilizar el destino especificado en los métodos.

Formatos del fichero de informes

Un informe se puede guardar en diferentes formatos. Cada uno de estos formatos tiene una extensión concreta. Es posible seleccionar más de un formato para un informe.

.TXT El texto del informe se imprime como un fichero de texto UNICODE.

.EMF Cada gráfico del informe (curva de señales o de calibración) se guarda en un metafichero de Microsoft Windows (WMF). Puede haber más de un fichero .WMF para un informe. El formato del fichero generado es el formato estándar de metaficheros de Microsoft según se define en la documentación de desarrollo de software de Windows. Estos ficheros son compatibles con el formato APM (Aldus Placeable Metafile) que utilizan muchos paquetes de software propietario.

.DIF Los datos del informe tabulado se guardan en el formato de intercambio de datos (DIF). Los programas de hojas de cálculo utilizan este formato como, por ejemplo, Microsoft Windows EXCEL. Independientemente del estilo de informe que seleccione, sólo se guardará la información contenida en el informe tipo Breve.

.CSV El informe en formato de valores separados con comas (CSV). Es un formato muy sencillo para datos tabulados que muchos programas de hojas de cálculo y bases de datos aceptan. Independientemente del estilo de informe que seleccione, sólo se guardará la información contenida en el informe de tipo “Breve”.

Pueden existir varios ficheros .DIF y .CSV para un único informe. Para cada bloque de informes, el primer fichero, por ejemplo REPORT00.CSV, contiene información de la cabecera del informe. Los ficheros siguientes contienen los resultados tabulados.

Si los resultados se clasifican por el tiempo de retención/migración, sólo se requiere un fichero para la tabla completa, por ejemplo, REPORT01.CSV.

Si se clasifican los resultados por señal, se requiere una tabla diferente para cada señal. En este caso, los nombres asignados a los ficheros son Report01.CSV hasta ReportNN.CSV, donde NN es el número de la señal.

.XLS El informe se transfiere a una hoja de cálculo de Microsoft Excel en formato XLS. Los datos, por lo general, requieren procesamiento adicional.

.PDF El informe se imprime en un fichero .pdf. La instalación de ChemStation instala una impresora PDF, llamada "PDF-XChange 4.0". Esta impresora sólo será visible en el menú **Start Menu**/**Settings**/**Printers and Faxes** hasta que se reinicie el

equipo. Al iniciar ChemStation, se crea otra impresora temporal llamada "ChemStation PDF" basada en la impresora PDF-XChange. Mientras que haya una sesión de ChemStation activa, ChemStation PDF aparecerá en el menú **Start Menu**/**Setting**/**Printers and Faxes**. La opción **Unique pdf file name** permite almacenar los informes .pdf de forma independiente a los informes, con los nombres de fichero <nombre_contenedor_secuencia>_<nombre_fichero_datos>.pdf

9
Funciones y conceptos específicos de CE

Funciones específicas de CE de la Agilent ChemStation en la vista Method and Run Control 208
- Vial Table 208
- Tabla de conflictos del método 209
- Tabla de conflictos de secuencias 210
- Simulación del método 210

Tipo superior del pico 211

Tipos de calibración 212
- Calibraciones basadas en el tiempo de migración 213
- Calibración con corrección de la movilidad 213

CE-MS 215
- Sustracción de fondo 215

Subdirectorios del método para modos CE diferentes 216

Este capítulo es importante únicamente si se utiliza ChemStation para controlar instrumentos de CE.

Funciones específicas de CE de la Agilent ChemStation en la vista Method and Run Control

Vial Table

NOTA La función **Vial Table** se encuentra disponible únicamente en la sesión en línea ChemStation.

La **Vial Table** es una tabla que asocia los viales en la bandeja con muestras y, lo que es más importante, con viales con fines específicos como tampones, viales a nivel, viales de tubos limpios y residuos. La **Vial Table** está enlazada con la Sequence Table. Cuando se ha cargado una secuencia, la información de la Sequence Table se copia en la Vial Table. No obstante, las entradas de la Vial Table no se transfieren a la Sequence Table. Cuando se pulsa el botón **Vial Table Advanced Settings** en la **Advanced**, se muestra el cuadro de diálogo **Vial Table** . Esto permite habilitar las advertencias de conflictos entre la **Vial Table**, el método o secuencia y el uso de nombres simbólicos. Hay que marcar **Enable vial table checks and warnings** para comprobar los conflictos entre la **Vial Table** y el método y la secuencia.

Cuando se carga un método o una secuencia, se comprueba la concordancia entre las ubicaciones de los viales en la **Vial Table** y en el método o la secuencia. Si hay conflictos de viales, se pueden resolver rápidamente con las tablas de **Conflict**.

NOTA La posición 49 en la bandeja de viales se utiliza para el vial de lavado de agujas y la posición 50 está vacía a la izquierda para permitir la subida de viales a su sitio. Las posiciones no están disponibles en la **Vial Table**.

La columna **Used in** de la Vial Table permite utilizar el vial que se especifique. Hay cinco entradas válidas en los campos **Used in**:

Don't Care No se comprueba la concordancia.

Method En el método se informa del vial.

Sequence En la Sequence Table se informa del vial.

System Es un vial especial de la configuración del sistema. En **Name** debe introducirse uno de los nombres simbólicos siguientes:

- **@INLET** para el vial de entrada
- **@OUTLET** para el vial de salida
- **@FLUSH** para el vial a nivel
- **@WASTE** para el vial de residuos
- **@clean tubes** para el vial empleado para limpiar los tubos de reabastecimiento
- **@USER X** (donde X puede ser de 1 a 10) para el marcador de posición de secuencias

  Con esta opción se pueden especificar los números de viales diferentes para los nombres simbólicos que se utilizan en el método. Esto permite al usuario especificar los diferentes viales en Inlet Home, Outlet Home, Replenishment, Preconditioning, Postconditioning, etc. para cada línea de la secuencia.

Not Used No hay vial en esta posición

Tabla de conflictos del método

La **Method Conflict Table** se muestra cuando se carga un método con viales definidos que entran en conflicto con los viales definidos en la tabla de viales. La **Method Conflict Table** está dividida en dos mitades; la izquierda contiene una imagen de la **Vial Table** y la derecha muestra los viales en conflicto.

Para resolver los conflictos puede seleccionar reemplazar (sólo una flecha) o ir hasta el vial del método hasta la posición libre siguiente en la **Vial Table** (doble fecha). Esto puede realizarse para cada vial en conflicto en la tabla.

Cuando se utilizan viales definidos por el usuario (con nombres simbólicos @User1, @User2, etc.), no se puede ejecutar el test de conflictos en dichos viales porque sin la información de la secuencia no se puede decidir si un conflicto existe o no.

Tabla de conflictos de secuencias

La **Sequence Conflict Table** se muestra cuando se configura o carga una secuencia con viales definidos que entran en conflicto con los viales definidos en la tabla de viales. La **Sequence Conflict Table** está dividida en dos mitades; la izquierda contiene una imagen de la **Vial Table** y la derecha muestra los viales en conflicto.

Para resolver los conflictos, puede seleccionar sobrescribir la información de la **Vial Table** con la información de la **Sequence Table**, pero si el conflicto se origina por una entrada al sistema no puede sobrescribirse. Puede seleccionar cerrar la **Sequence Conflict Table** sin resolver los conflictos.

Cuando se utilizan viales definidos por el usuario (en las columnas User1, User2, etc.) no se puede ejecutar el test de conflictos en estos viales, porque sin la información del método no se puede decidir si un conflicto existe o no.

Simulación del método

Puede utilizar la función de simulación para comprobar su método. Durante la simulación el diagrama refleja las acciones que se llevarán a cabo durante el método, por ejemplo, los viales especificados en el método se muestran en los elevadores; la corriente y voltaje aplicados se muestran como en una ejecución real. La simulación se efectúa con más rapidez que la ejecución del análisis (cada paso dura 3 segundos aproximadamente). Un paso se define por un cambio en el diagrama CE.

Para iniciar una simulación, cargue el método que quiere simular y seleccione **Simulation** en el menú **Instrument**.

Tipo superior del pico

A diferencia de los picos de LC, GC y MS, es bastante normal que los picos de CE sean asimétricos. Por ello, es muy importante poder seleccionar los parámetros de integración que ofrecerán más precisión y reproducibilidad en los resultados de cuantificación.

Los diferentes tipos superiores de picos están disponibles cuando selecciona **Peak Top Type** en el menú desplegable **Integration**:

Highest Point

- Se selecciona cuando el pico es triangular.
- Se selecciona cuando se trabaja con diferentes concentraciones.

Parabolic Interpolation

- Se utiliza para colas, picos sin separar.

Center of Gravity

- Ofrece cálculos más aproximados con picos triangulares.
- Muestras con concentraciones similares.

Gauss Fit

- Se utiliza para picos simétricos.

Tipos de calibración

La calibración estándar se basa en el área de pico o en la altura de pico. Cuando selecciona **Standard Calibration** puede seleccionar **Calculate Signals Separately** o bien **Calculate with Corrected Areas**.

La opción Calcular señales por separado se selecciona cuando se quiere asegurar que, en el cálculo de informes Norm%, el porcentaje de las señales informadas por separado suma el 100% para cada señal. Cuando se deselecciona **Calculate signals separately**, es el porcentaje de todas las señales el que suma el 100%. Para clasificar por señal en la tabla de calibración es necesario seleccionar antes **Calculate signals separately**.

Seleccione **Calculate with Corrected Areas** para corregir el área de pico en base al tiempo de migración. En este modo, el área se divide por el tiempo de migración, lo que mejora la reproducibilidad de los análisis cuantitativos cuando los tiempos de migración no son estables.

Además de la calibración estándar, hay tres calibraciones específicas de electroforesis capilar que son monoseñal en base al tiempo de migración.

Los siguientes tipos de calibración están disponibles en la lista desplegable de la tabla de calibraciones:

- **Standard Calibration**
- **Protein Molecular Weight Calibration**
- **DNA Base-Pair Calibration**
- **Capillary Isoelectric Focusing Calibration**

Para obtener más información referente a las calibraciones específicas de electroforesis capilar, consulte la guía *OpenLAB CDS ChemStation Edition – Referencia a principios de funcionamiento*.

Calibraciones basadas en el tiempo de migración

Utilización de las calibraciones basadas en el tiempo de migración en una secuencia

Las calibraciones y las recalibraciones basadas en el tiempo de migración pueden incluirse en una secuencia, pero sólo se soportan las calibraciones explícitas y recalibraciones cíclicas, mientras que la recalibración en grupo no. No hay informe del sumario de secuencias con las calibraciones basadas en el tiempo de migración.

Estilos de informes de calibraciones basadas en el tiempo de migración

Los estilos de informe disponibles para calibraciones basadas en el tiempo de migración se limitan a **Short** (breve: resultados de texto cuantitativos) y **Full** (completo: título, información de la muestra, condiciones del instrumento, libro de registro, resultados cuantitativos y gráfico de pureza del pico).

Calibración con corrección de la movilidad

Cambios ligeros en la composición del tampón, la temperatura de análisis o la viscosidad, así como la absorción en la pared del capilar, pueden influir en el flujo electro-osmótico (EOF) y hacerlo inestable. El cambio resultante en EOF puede crear una desviación estándar alta de los tiempos de migración. Las correcciones por movilidad pueden reducir de manera significativa el efecto de las variaciones de tiempo de migración entre análisis, monitorizando el tiempo de migración de un pico de referencia de la movilidad y aumentando a su vez en gran medida la reproducibilidad del tiempo de migración.

El pico de referencia de la movilidad debería elegirse con las siguientes prioridades:

- Seleccione el pico con la señal más alta
- Seleccione el pico más aislado
- El marcador EOF o el estándar interno pueden utilizarse también como pico de referencia de la movilidad
- Agrande la ventana de búsqueda para encontrar siempre el pico de referencia de la movilidad

- Si aparecen varios picos en la ventana de búsqueda, el pico con más señal se escoge de forma automática como pico de referencia de la movilidad.

Hay dos tipos de corrección de la movilidad disponibles:

Corrección de la movilidad efectiva

La **Effective Mobility Correction** utiliza las movilidades efectivas de todos los picos y requiere la disponibilidad de los datos de la curva de voltaje con el electroferograma. Además, cuando se trabaja con la corrección de la movilidad efectiva, se pueden determinar las movilidades efectivas verdaderas de todos los componentes de la muestra.

Corrección de la movilidad relativa

La **Relative Mobility Correction** funciona aun sin disponer de datos de voltaje y asume en este caso un voltaje constante en todas las mediciones.

CE-MS

Sustracción de fondo

Al seleccionar el elemento de menú **Subtract Background** (BSB), el último espectro de masas que se haya seleccionado se sustraerá de cada punto del electroferograma actual. Los datos resultantes se guardarán en el mismo directorio y con el mismo nombre que el archivo de datos original; sin embargo, la extensión del archivo se cambiará a .BSB.

El nuevo archivo de datos pasará a ser el archivo de datos actual y se mostrará el electroferograma con sustracción de fondo. En la parte del operador del encabezado del archivo de datos se registrará el número de sustracciones de fondo que se hayan realizado.

Si visualiza los datos BSB en forma de listado tabular, puede observar diferencias debido a la precisión de la representación de datos.

NOTA

Los archivos de texto de ayuda (HELP) del sistema LC/MS hacen referencia exclusivamente a los parámetros de LC, no a los de CE. Algunas funciones disponibles en el software LC/MS tampoco estarán disponibles o no podrán utilizarse para aplicaciones CE/MS, pero sí para aplicaciones LC. La función de **peak matching** no puede utilizarse para aplicaciones CE-MS; por tanto, no estará activa. En las aplicaciones CE-MS, la detección UV y MS se produce a diferentes longitudes efectivas del capilar de separación. Debido a las diferencias de resolución a distintas longitudes efectivas, la asignación de picos no resulta posible.

Subdirectorios del método para modos CE diferentes

Los métodos en CE dependen del modo CE seleccionado. Por tanto, se almacenan en subdirectorios diferentes en el subdirectorio de método:

CE Almacena métodos para el modo CE

CEC Almacena métodos para el modo CEC

CEp Almacena métodos para el modo de presión CE plus

CEMS Almacena métodos para el modo CE MS

CEMSp Almacena métodos para el modo de presión CE MS plus.

Glosario UI

A

Acq Method
Método de adq.

Acquisition Method Viewer
Visor del método de adquisición

Acquisition Method Viewer...
Visor del método de adquisición...

Add Pause to Queue
Agregar pausa a cola

Advanced
Vial Table

Always ask user to choose an option
Pedir al usuario que elija una opción

Analysis Method
Método de análisis

Analysis Reports
Informes de análisis

Append Lines
Anexar líneas

Area%
% de área

Automatic update for selected runs
Actualización automática de los análisis seleccionados

B

Back
Trasera

Blank
En blanco

Bracketing
Agrupada

Bracketing/Cyclic
Agrupada/Cíclica

Break Session Lock
Anular bloqueo de sesión
Browse
Explorar
Browse for methods in master paths
Examinar métodos en rutas maestras
Browse for templates in master paths
Examinar plantillas en rutas maestras

C

Calculate signals separately
Calcular señales por separado
Calculate Signals Separately
Calcular señales por separado
Calculate with Corrected Areas
Calcular con áreas corregidas
Calibration Mode
Modo de calibración
Change Root...
Cambiar directorio raíz...
Character
Carácter
ChemStation Data Analysis
Análisis de datos de ChemStation
ChemStation Operator
ChemStation
Choose Master Method to update
Seleccionar un método maestro para actualizar
Close
Cerrar
Column Chooser
Selector de columnas
Compound Summary
Resumen compuesto
Computer name
Nombre del ordenador
Configuration
Configuración

Control Chart
Diagrama de control
Counter
Contador
Create New Result Set
Crear nuevo conjunto de resultados
Current date
Fecha actual
Current time
Hora actual
Cyclic
Cíclica

D

Data
Datos
Data Analysis
Análisis de datos
Data Analysis Task
Tarea de análisis de datos
Data Storage
Almacenamiento de datos
Delete Lines
Eliminar líneas
Delete temporary Sequence Template after completion
Borrar plantilla de secuencia temporal tras su finalización
Detail
Detallado
Details
Detalles
Disconnect
Desconectar
Download method to instrument
Descargar método al instrumento
Dual Simultaneous Injections
Inyecciones simultáneas dobles

E

Easy Sequence
Secuencia sencilla

Easy Sequence Setup
Configuración de Easy Sequence

Effective Mobility Correction
Corrección de la movilidad efectiva

ESTD%
% ESTD

Exit
Salir

Extended
Ampliado

Extended Statistic
Estadística ampliada

Extended Statistics
Estadística ampliada

F

File
Fichero

Filldown
Rellenar hacia abajo

Filldown Options
Opciones de la función Rellenar hacia abajo

Filter Options
Opciones de filtrado

Finish Queue Sequence
Finalizar puesta en cola de secuencia

Fract. Start
Inicio fracc.

Front
Frontal

Full
Completo

H

Header
Cabecera

Height%
% de altura

I

Injector Location
Ubicación del inyector
Insert Line
Insertar línea
Insert/Filldown Wizard
Asistente para insertar/rellenar hacia abajo
Instrument
Instrumento
Instrument name
Nombre del instrumento
ISTD%
% ISTD
Items and Limits for Extended Statistics
Elementos y Límites de estadística ampliada

L

Library Search
Búsqueda en librería
Load Easy Sequence Setup
Cargar configuración de Easy Sequence
Logbook
Libro de registro

M

Manage Rules and Alerts...
Administrar reglas y alertas...
Manual update ...
Actualización manual ...
Menu
Menú
Messages and warnings
Mensajes y advertencias
Method
Método
Method and Run Control
Método y control de análisis
Method Conflict Table
Tabla de conflictos del método
Method Resolution Info
Información de resolución del método
Methods
Métodos

N

New
Nuevo
New method from instrument
Nuevo método desde el instrumento
Noise
Ruido
None
Ninguno
Norm%
% Norm

O

Ok
Aceptar
One Page Header
Una página de cabecera
Options
Opciones

P

Part of method to run
Parte del método a analizar
Partial Sequence
Secuencia parcial
Path
Ruta
Paths
Rutas
peak matching
asignación de picos
Performance
Rendimiento
Preferences
Preferencias
Print
Imprimir
Printer
Impresora
Printers and Faxes
Impresoras y faxes

R

Read Bar Codes
Leer códigos de barras
Recalculate With Method
Recalcular con el método
Relative Mobility Correction
Corrección de la movilidad relativa
Report Layout
Diseño del informe
Report to file
Informe en fichero
Report to HTM
Informe en HTM
Report to PDF
Informe en PDF
Report to printer
Informe a impresora
Reprocess
Reprocesar
Reprocess Only
Solo reprocesar
Reprocessing only
Sólo reprocesar

Resolve Settings
Resolver la configuración
Restore initial order
Restaurar orden inicial
result set
Conjunto de resultados
Result Set Migration
Migración de conjunto de resultados
Review
Revisión
Run Queue
Cola de análisis

S

Sample Summary
Resumen de muestra
Save as New Master Method
Guardar como nuevo método maestro
Save method with Data
Guardar método con datos
Screen
Pantalla
Select Destination
Seleccionar destino
Select Method Path
Seleccionar ruta de método
Select Sequence Template
Seleccionar plantilla de secuencia
Select Source
Seleccionar origen
Sequence
Secuencia
Sequence Conflict Table
Tabla de conflictos de secuencias
Sequence Diagram
Diagrama de secuencia
Sequence Method
Método de la secuencia
sequence methods
Métodos de secuencia
Sequence name
Nombre de la secuencia
Sequence Output
Salida de secuencias
Sequence Parameters
Parámetros de la secuencia
Sequence Preview
Vista previa de la secuencia
Sequence Summary Parameters
Parámetros de resumen de secuencias
Sequence Summary Reporting
Informes de resumen de secuencias
Sequence Table
Tabla de secuencia
Setting
Configuración
Settings
Configuración
Short
Breve
Signal/Review options
Opciones de señal/revisión
Signal/Review Options
Opciones de señal/revisión
Simple Calibration
Calibración simple
Simulation
Simulación
Single Injection
Single Injection Report
Specify Report
Especificar informe
Spectrum
Espectro
Standard Calibration
Calibración estándar
Standard Statistic
Estadística estándar
Standard Statistics
Estadística estándar
Start Menu
Inicio
Statistics
estadísticos
Statistics for Calibration Runs
estadísticas de análisis de calibración
Status
Estado
Subtract Background
Sustracción de fondo
SUILabel Type = Application > Statistics for Calibrated and Sample Runs
SUILabel Type = Application > Estadísticas de análisis calibrados y de muestras
Summary
Resumen

T

Take over ChemStation Remote Session
Tomar control de la sesión remota de ChemStation
Target Mass
Masa objetivo

U

Unique folder Creation
Creación de carpeta única
Unique Folder Creation
Creación de carpeta única
Unique Folder Creation Off
Creación de carpeta única desactivada
Unique Folder Creation OFF
Creación de carpeta única desactivada
Unique Folder Creation ON
Creación de carpeta única activada
Unique pdf file name
Nombre de fichero pdf único

Unload Current Dataset
Descargar conjunto de datos actual
Update any Master Method ...
Actualizar cualquier método maestro ...
Update Master Method
Actualizar método maestro
Update Methods
Actualizar métodos
Update Methods...
Actualizar métodos...
Upload method from instrument
Cargar método desde el instrumento
Use current method
Usar método actual
Use method from data file
Usar método del fichero de datos
Use reference
Usar referencia
Use sequence method
Usar método de secuencia
User name
Nombre de usuario

V

Vial Table
Vial Table Advanced Settings
Vial Table Advanced Settings
Advanced
View
Ver
View Method
Ver método
View saved Report File(s)
Ver fichero(s) de informe guardado(s)
View Saved Report File(s)
Ver fichero(s) de informe guardado(s)
View Saved Sequence Summary Report File(s)
Ver fichero(s) de informe resumen de secuencia guardado(s)
View with Instrument Configuration...
Ver con la configuración del instrumento...
View with Original Configuration...
Ver con la configuración original...

Índice

A

abortar
  secuencia 101
ACAML 164
ACQ.TXT 38
actualización
  método maestro 56
  método 96, 58
adquisición de datos 25, 70
agrupamiento
  calibración cíclica 131
ajustes de curva de
  calibración 174
ajustes de
  curva de calibración 174
  curva 174, 174
almacenamiento de datos centralizado 16
Almacenamiento de datos 11, 111
análisis de datos
  cuantificación 27
  método 47
  recálculo 28
  reprocesamiento 29
  revisión por lotes 28
apagado
  automático 119
  macro 119
  sistema 119

Á

árbol de métodos 53

A

automática
  búsqueda de bibliotecas 65
  recalibración 121
automático
  apagado 119
automatización
  definición 81

B

BI Studio 188
buenas prácticas de laboratorio 33
Business Intelligence Development Studio 188
búsqueda de bibliotecas 65

C

cálculos personalizados 190
calibración cíclica
  agrupamiento 131
calibración multinivel 170
calibración
  cíclica multinivel 126
  compuesto 168
  muestra 168
  multinivel 170, 170
  nivel 168
  punto 168
  rangos 172
Calibration Table
  definición 177
calibration 45
campos de datos 189
CDS 12
ChemStation
  explorer 53
  personalización 30
classic reporting 29
codificación por colores 76
compuesto 168
conectar el
  origen 174
conexión de escritorio remoto 15
configuración 17
conjunto de resultados constituido por el usuario 158
conjunto de resultados
  constituido por el usuario 158
  migración 116
control remoto 13
creación de carpetas únicas
  activación/desactivación 109
cross-sequence report 188
curva de calibración
  forzada a través de cero (origen) 174
  multinivel 170
  ponderación del punto de calibración 174
  tipos 169
  único nivel 169
custom fields 45, 187
customization
  data analysis 65

D

DA.M 39, 67, 153
data analysis
  customized 65

data path 71
Data Store 16
datos de prueba 191
desconexión de sesión 13
desconexión 13
descripción general del software
  configuración del sistema 17
  métodos y secuencias 17
  sistema operativo 16
destination
  report 184
directorio
  conjunto de resultados 113
  método 51
DOC 166

E

Easy Sequence 88
ECM 11, 16
elaboración de informes 29, 164
elementos de informe 190
ELN 12
estado espera 119
estado
  instrumento 76
expresión 187, 191
extrapolación 172
EZChrom 11

F

Farmacopea Europea 31, 97, 105, 153, 187
fichero de datos de referencia 97, 153
fichero de método
  parámetros de instrumento 51
fichero
  método 51
flujos de trabajo
  revisión 166
formato condicional 191
formato
  plantilla de informes 191
formatos de ficheros
  informe de resultados 205
fuerza del
  origen 174

G

GLPSave.Reg 65
  save with method 65
guardar con datos
  copia del método 67

I

ignorar el
  origen 174
incluir el
  origen 174
informe de resumen de secuencias
  configuración 202
  especificación de la salida 204
  estadísticas 203
  informes de análisis 202
  libro de registro 202
  métodos 202
  página de resumen 203
  tabla de muestras 202
  tabla de secuencia 202
informe de resúmenes de secuencias
  cabecera 202
informe
  campos personalizados 187
  definición 184
  estilo 197
  formatos de ficheros 205
  marcado de resultados 187
  no calibrado 195
  nombre de fichero 193
instrument control 44
instrumento
  estado 76
integración
  eventos 44
integration 64
  tabla de resultados 64
intelligent reporting
  activar 186
  ficheros de datos 164
  previsualización 166
  requisitos 164
  ventajas 187
interrumpir
  secuencia 101

L

límites de cantidad 170

M

macro
  apagado 119
marcado de resultados 187
method information 44
method
  GLPSave.Reg 65
método
  actualización automática 103, 96
  actualización manual 103, 58, 56
  búsqueda de bibliotecas 65
  crear 48
  directorio 51
  editar 49
  estado 76
  integration 64
  modificar 48
  modo en línea 51
  modo fuera de línea 52
  partes 44
  resumen del funcionamiento 61
  utilizar específico 152

ver parámetros de adquisición 54
migración
conjunto de resultados 116
modo de últimos resultados 153
muestra blanco 97
muestra desconocida 179
muestra
calibración 168
desconocida 179
multinivel
secuencias cíclicas 126

N

name pattern 94
navigation table
remove selected data files 158
unload dataset 158
nombre de fichero
prefijo 115
sequence summary report 193
single injection report 193

O

operación postsecuencia 119

P

parámetros de adquisición 38
parámetros de secuencia 156
parámetros de secuencias 83
partial recalibration 182
paths 70
pausa
secuencia 100
PDF 166, 166
peak
identification 45, 64
quantification 45, 64
peso
cuadrático 174
igual 174
lineal 174
puntos de calibración 174
picos no identificados
recalibración 182
plantilla de informe
examinar 192
snippets 187
plantilla de informes
almacenamiento 191
cálculos personalizados 191
elementos de informe 190
exportar formato 166
formato condicional 191
formato 188
por defecto 166
snippets 190
plantilla de secuencia 82
post-run
command 66
macro 66
precisión de
análisis 181
precisión
análisis 181
preferences 70
preferencias 94, 109
prefijo 115
previsualización de informes 166

R

rangos
calibración 172
RDL 188
recalcular
último resultado 153
recálculo 28, 39, 151
recalibración
automática 121
definición 181
picos no identificados 182
por qué 181
recalibration
completar 182
partial 182
retention time 182
reconectar 14
relación señal/ruido 97, 105
relación señal-ruido 153
Report Template Editor 189
reporting
¿classic o intelligent? 186
report
destination 184
sequence summary 184
single injection 184
reprocesamiento 29, 39, 111, 154
respuesta del detector 169
respuesta
detector 169
retention time
recalibration 182
review 164
RTE 189
run time checklist
data acquisition 64
data analysis 64
post-run command 66
post-run macro 66
save copy of method 66
save GLP data 65

S

save GLP data 65
secuencia parcial
líneas de secuencia 103
selección de un conjunto de resultados 101

secuencia
abortar 101
adquirir 93
calibración cíclica 126
cargar 148
crear 93
editar 93
guardar 93
interrumpir 101
pausa 100
reprocesamiento 154
tabla 84
secuencias
configuración 88
señal analógica 70
señal de referencia 31
señal digital 70
señal
detalles 44
sequence parameters 71
single injection report 188
single sequence report 188
sistema
apagado 119
snippets 187, 190
supervisar
estado del instrumento 76

T

tabla de navegación 148
tabla de picos sumados 200
tipo de informe
cross-sequence 188
single injection 188
single sequence 188
tipo de método
análisis de datos 47
fichero de datos 47
maestro 46
secuencia 46
toma de control de sesión remota 14
toma de control de sesión 14
tratamiento del
origen 174
TXT 166

U

unique folder creation 107, 110

V

visión general del software
modelo de datos 18
visor del método de adquisición 54
Visual Basic 187, 191

X

XLS 166, 166

En este manual

En esta guía se describen diversos conceptos de Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition. El objetivo es ampliar su comprensión sobre el funcionamiento de ChemStation. Contiene información sobre los siguientes temas:

- Conceptos básicos
- Adquisición de datos
- Automatización/secuencias
- Cola de análisis y planificador de cola
- Conceptos de análisis y revisión de datos
- Calibración
- Presentación de datos
- Funciones y conceptos específicos de CE

www.agilent.com

© Agilent Technologies 2010-2013, 2014

Printed in Germany
01/2014

M8301-95015

Agilent Technologies