



OpenLab CDS ChemStation Edition

Concepts et procédures de travail

Avertissements

Référence du manuel

M8301-93019 Rev. C
Edition 04/2019

Imprimé en Allemagne

Copyright

© Agilent Technologies, Inc. 2010-2019

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

Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn

Mise à jour du logiciel

Ce guide concerne la mise à jour C.01.10 du logiciel OpenLab CDS ChemStation Edition.

Garantie

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

Licences technologiques

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

Mentions de sécurité

ATTENTION

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

AVERTISSEMENT

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

Contenu de ce manuel...

Ce guide décrit les concepts du logiciel OpenLab CDS ChemStation d'Agilent. Dans ce document, le terme ChemStation désigne toujours le logiciel OpenLab CDS ChemStation Edition d'Agilent.

Ce manuel décrit l'utilisation efficace des fonctions d'acquisition des données, d'analyse et de reporting du logiciel OpenLab CDS ChemStation Edition C.01.10 afin d'améliorer la productivité de votre laboratoire.

Tableau 1 Termes et abréviations employés dans ce document

| Terme | Description |
|----------------------------------|--|
| AIC | Contrôleur d'instrument analytique d'Agilent |
| CDS | Système de données chromatographiques |
| ChemStation | OpenLab CDS ChemStation Edition |
| Panneau de commande | Panneau de commande d'OpenLab |
| Panneau de commande de Microsoft | Fait partie du système d'exploitation de Microsoft Windows |
| Secure Workstation | Secure Workstation for OpenLab CDS ChemStation Edition |

1 Concepts basiques d'OpenLab CDS ChemStation Edition

Ce chapitre décrit les principes d'utilisation de ChemStation, y compris la commande à distance, l'interface graphique et les vues ChemStation.

2 Utilisation de méthodes

La méthode est une partie essentielle de ChemStation ; ce chapitre décrit les concepts en détails.

3 Acquisition des données

Ce chapitre contient une présentation du processus d'acquisition de données.

4 Automatisation/Séquences

Ce chapitre présente les principes de l'automatisation. Il décrit l'utilisation de séquences dans ChemStation, le processus d'exécution d'une séquence et la personnalisation des séquences.

5 Contrôle d'analyse

Ce chapitre explique les concepts de file d'attente et de planificateur. Il explique comment ajouter des échantillons simples, des séquences, des pauses ou des commandes à la file d'attente. Il décrit aussi le programmeur de commandes qui vous permet de programmer des événements afin de faciliter les tâches de routine de votre laboratoire.

6 Principes de traitement et de révision des données

Vous pouvez traiter et vérifier vos données avec OpenLab CDS ChemStation Edition. Ce chapitre décrit les options disponibles pour le traitement et la révision des données avec ChemStation.

7 Étalonnage

Ce chapitre présente les principes de l'étalonnage.

8 Reporting

Ce chapitre décrit les principes d'Intelligent Reporting et de Classic Reporting.

9 Principes et fonctions propres à l'EC

Ce chapitre ne vous concerne que si vous utilisez le logiciel ChemStation pour contrôler des instruments EC.

Sommaire

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Concepts basiques d'OpenLab CDS ChemStation Edition | 8 |
| | Introduction | 9 |
| | À propos du logiciel ChemStation | 10 |
| | Structure des données de ChemStation | 39 |
| | Contrôle de l'instrument à distance | 43 |
| 2 | Utilisation de méthodes | 46 |
| | Qu'est-ce qu'une méthode ? | 47 |
| | Parties d'une méthode | 49 |
| | Création de méthodes | 52 |
| | Modification des méthodes | 53 |
| | Administration des méthodes | 57 |
| | Pendant l'exécution d'une méthode | 65 |
| 3 | Acquisition des données | 73 |
| | Qu'est-ce que l'acquisition des données ? | 74 |
| | Moniteurs en temps réel | 77 |
| | Journal | 78 |
| | Informations sur l'état | 79 |
| | Règles et alertes | 81 |
| 4 | Automatisation/Séquences | 82 |
| | Qu'est-ce que l'automatisation ? | 84 |
| | Que sont les séquences et les modèles de séquence ? | 85 |
| | Paramètres de séquence | 86 |
| | Saisie graphique des échantillons | 87 |
| | Table de séquence | 91 |
| | Séquence simple | 96 |
| | Utilisation de séquences (séquences et modèles de séquence) | 100 |
| | Fichier journal de séquence | 114 |

| | |
|---|-----|
| Que se passe-t-il lors de l'analyse de séquence ? | 115 |
| Structure d'un fichier de données de séquence | 117 |
| Fonctionnement post-séquence | 126 |
| Réétalonnage automatique | 128 |
| Spécification de réétalonnages | 129 |
| Types de séquences | 132 |

5 Contrôle d'analyse 146

| | |
|----------------------------------|-----|
| À propos de la file d'attente | 147 |
| Utilisation de la file d'attente | 149 |
| Utilisation du planificateur | 153 |
| Programmer des commandes | 154 |

6 Principes de traitement et de révision des données 156

| | |
|---------------|-----|
| Data Analysis | 157 |
| Révision | 171 |

7 Étalonnage 174

| | |
|-----------------------|-----|
| Terminologie | 175 |
| Types d'étalonnage | 176 |
| Table d'étalonnage | 183 |
| Sommation des pics | 184 |
| Groupes de composés | 185 |
| Échantillons inconnus | 186 |
| Réétalonnage | 187 |

8 Reporting 190

| | |
|--|-----|
| Qu'est-ce qu'un rapport ? | 191 |
| Création de rapports classiques et Intelligent Reporting | 195 |

Création intelligente de rapports 196

Création de rapports classique 203

9 Principes et fonctions propres à l'EC 212

Fonctions propres à l'EC ChemStation Agilent dans la vue Méthode et
Contrôle de méthode et d'analyse 213

Type de sommet de pic 216

Types d'étalonnages 217

CE-MS 220

Sous-répertoires de méthode pour différents modes EC 221

1

Concepts basiques d'OpenLab CDS ChemStation Edition

| | |
|--|----|
| Introduction | 9 |
| À propos du logiciel ChemStation | 10 |
| Intégrité des données | 10 |
| Stockage centralisé des données | 10 |
| Méthodes et séquences | 11 |
| Configuration du système | 11 |
| Visionneuse de méthode d'acquisition | 12 |
| Options de téléchargement disponibles | 12 |
| Modèle de données | 12 |
| Conventions de noms de fichiers | 13 |
| Interface utilisateur du logiciel | 16 |
| Acquisition des données | 18 |
| Calage des temps de rétention | 19 |
| Data Analysis | 20 |
| Création de rapports | 24 |
| Export et import de données | 25 |
| Personnalisation | 26 |
| Automatisation | 28 |
| Liste d'attente et planificateur | 30 |
| Emplacements des échantillons | 31 |
| Bonnes pratiques de laboratoire (BPL) | 33 |
| Chromatographie en phase liquide préparative | 35 |
| Structure des données de ChemStation | 39 |
| Secure Workstation | 42 |
| Contrôle de l'instrument à distance | 43 |

Ce chapitre décrit les principes d'utilisation de ChemStation, y compris la commande à distance, l'interface graphique et les vues ChemStation.

Introduction

OpenLab CDS ChemStation Edition assure le pilotage de l'instrument complet pour l'instrumentation de LC, GC, CE, CE-MS et LC-MS d'Agilent. Il offre des outils pour l'acquisition, l'analyse et l'interprétation des données à l'aide du pilotage d'instruments utilisant plusieurs techniques et issus de plusieurs fournisseurs. Démarrez le logiciel de chromatographie depuis le panneau de commande d'OpenLab, où vous accédez à toutes les fonctions proposées par les services partagés d'OpenLab.

À propos du logiciel ChemStation

Intégrité des données

Les fichiers ChemStation, tels que les données, les méthodes ou les séquences, sont stockés dans divers dossiers locaux. Pour garantir l'intégrité des données, ChemStation propose la fonctionnalité *E/S de fichier sécurisées*. Si vous activez cette fonction, tous les dossiers sont protégés contre toute modification extérieure à ChemStation ou dans les boîtes de dialogue **Open** ou **Save As**.

Pour plus d'informations, reportez-vous au chapitre *Protection des dossiers avec E/S de fichier sécurisées* du *guide de configuration d'OpenLab CDS ChemStation Edition* (CDS_CS_configure.pdf).

Stockage centralisé des données

Un système de stockage central des données gère toutes les données électroniques indépendamment des formats de données exclusifs. Les données brutes de ChemStation (ainsi que les autres documents lisibles par l'homme, tels que les classeurs), sont stockées ensemble avec les *métadonnées* ; cela permet de faciliter la recherche des données. Les méthodes ChemStation, les modèles de séquence, les modèles de rapports et les fichiers de données (séquences et analyses simples) peuvent être transférés vers l'espace de stockage central, puis téléchargés de nouveau sur ChemStation si nécessaire.

Agilent propose deux systèmes de stockage central des données :

- *OpenLab Server* est une solution à serveur unique qui permet de centraliser la gestion des données pour des laboratoires de petite à moyenne envergure comprenant au maximum 30 instruments. Ce logiciel offre les fonctions de sécurité nécessaires pour une conformité réglementaire. Pour plus d'informations, consultez la documentation relative au serveur OpenLab.
- *ECM* est disponible soit sous forme d'une solution à serveur unique, soit sous forme d'une solution distribuée à serveurs multiples pour une gestion globale des données des laboratoires comprenant jusqu'à plusieurs centaines d'instruments. Ce logiciel offre aussi les fonctions de sécurité nécessaires pour une conformité réglementaire. Pour plus d'informations, consultez la documentation relative à ECM.

Pour plus d'informations à propos des concepts de ChemStation avec stockage central des données, consultez le *guide d'utilisation Agilent OpenLab CDS ChemStation Edition avec stockage central des données*.

Avec Secure Workstation for OpenLab CDS ChemStation Edition, ChemStation et OpenLab Server avec son module de gestion de contenu sont installés ensemble sur une seule station de travail. Pour en savoir plus sur Secure Workstation, reportez-vous au *guide de Secure Workstation for OpenLab CDS ChemStation Edition*.

Méthodes et séquences

La méthode d'analyse décrit de manière détaillée la procédure d'une séparation spécifique. Elle comporte tous les paramètres associés aux activités de contrôle d'instrument, d'acquisition et d'évaluation des données, notamment l'intégration, la quantification et la création de rapports. Le système peut être programmé pour l'acquisition de données d'une série d'échantillons avec différentes méthodes. Le fichier de contrôle pour ce genre d'opération s'appelle une séquence. Il contient les informations sur l'échantillon individuel, les références aux méthodes appropriées, les spécifications de réétalonnage automatique et les instructions de reporting pour le rapport récapitulatif de toutes les analyses de la séquence. Pour plus d'informations sur les méthodes et les séquences, voir « [Automatisation/Séquences](#) », page 82 et l'aide en ligne.

Configuration du système

La configuration du système d'instruments s'effectue à l'aide du panneau de commande d'OpenLab qui lance le programme d'édition de configuration. Il vous permet de définir vos instruments, leurs adresses de réseau local, les répertoires de vos données, les séquences et les méthodes, ainsi que les dimensions de l'écran initial du logiciel ChemStation. De plus, vous pouvez activer ou désactiver la fonction de reporting intelligent et l'évaluation spectrale en 3D, ainsi que définir les options de téléchargement des méthodes.

Visionneuse de méthode d'acquisition

La visionneuse de méthode d'acquisition vous permet de contrôler les paramètres d'acquisition stockés dans une méthode, indépendamment de la configuration actuelle de l'instrument. Vous pouvez choisir d'appliquer cette méthode à l'instrument dans sa version originale ou de résoudre cette méthode avec la configuration d'instrument actuelle.

Options de téléchargement disponibles

Les options de téléchargement disponibles sur ChemStation, si la dernière méthode de la session précédente diffère des réglages de l'instrument en cours d'utilisation. Vous pouvez choisir entre différentes options :

- **Download method to instrument**

La dernière méthode sélectionnée est téléchargée vers l'instrument. Les réglages de l'instrument sont écrasés. Le comportement correspond aux révisions C.01.03 ou inférieures du logiciel ChemStation.

- **Upload method from instrument**

Les réglages de l'instrument sont chargés sur la dernière méthode sélectionnée. La méthode est marquée comme modifiée.

- **New method from instrument**

Les réglages de l'instrument sont chargés vers une nouvelle méthode ChemStation.

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

Au démarrage de ChemStation, une fenêtre de dialogue s'affiche depuis laquelle vous pouvez choisir les options décrites ci-dessus. Depuis cette fenêtre, vous pouvez aussi comparer les réglages de l'instrument pour chaque module doté des réglages de la dernière méthode sélectionnée.

Lorsque vous comparez les différences, vous pouvez accéder à la liste complète de réglages ou n'afficher que les différences.

Modèle de données

Le logiciel ChemStation est conçu sur un modèle de données reposant sur une structure de mémoire appelée registre. Les registres sont des structures polyvalentes capables de contenir des informations et des données d'analyse à la fois

pour les valeurs en deux dimensions (par exemple, temps/intensité) et en trois dimensions (par exemple, temps/intensité/longueur d'onde).

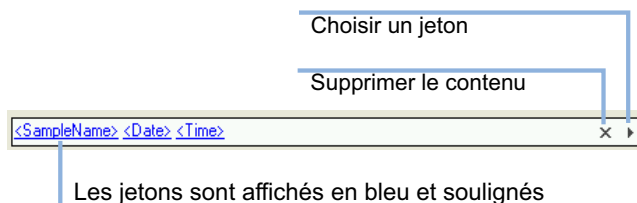
Le logiciel ChemStation fournit des commandes et des fonctions visant à construire, à développer, à extraire les registres et, à condition de ne pas affecter les données principales, à modifier ces registres. Pour plus d'informations, reportez-vous à la référence en ligne dans ChemStation sous **Help> Commands**.

Conventions de noms de fichiers

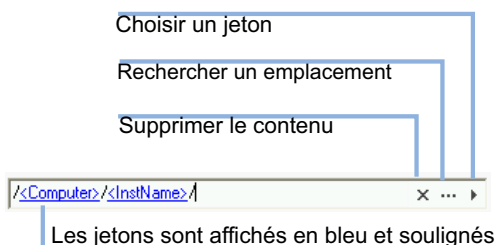
Noms de fichier et jetons

La plupart des fenêtres de dialogue de ChemStation vous demandent d'indiquer un nom de fichier ou un chemin d'accès, ou vous pouvez utiliser les jetons pour générer des noms dynamiquement. En fonction du nom de fichier ou du chemin d'accès, différents jetons sont disponibles. Sur les écrans suivants, plusieurs jetons sont utilisés comme exemples.

Les noms de fichiers ont l'aspect suivant :



Les chemins d'accès ont l'aspect suivant:



Dans chaque fenêtre de dialogue correspondant, le nom de fichier et le chemin d'accès sont affichés séparément.

Vous disposez des options suivantes pour travailler avec ce type de champs :

- Ajouter du texte statique.

- Cliquez sur la flèche (▶) pour choisir un jeton depuis la liste.
Appuyez sur la **Flèche du bas** pour choisir un jeton de la liste.
- Faites un double-clic droit sur les jetons déjà utilisés pour les remplacer par d'autres jetons de la liste.
- Cliquez sur la touche X pour supprimer le contenu du champ.
- Cliquez sur la touche à trois points (⋮) pour parcourir le chemin d'accès requis.

Conventions de noms

Assurez-vous de n'utiliser que les caractères suivants pour les éléments de ChemStation tels que les noms de fichier et de répertoire, les noms de modèles de séquence ou les noms de méthodes ChemStation :

A-Z, a-z, 0-9, _ (tiret du bas), - (tiret)

Vérifiez qu'il n'y a pas d'espaces devant ou derrière le nom. On peut facilement ne pas les voir, or ils ne sont pas autorisés.

REMARQUE

Si vous utilisez des jetons, les noms de fichier ou de répertoire sont automatiquement créés en fonction des informations telles que le nom de l'instrument, de l'opérateur ou de l'échantillon. Assurez-vous que ces noms suivent les mêmes conventions de dénomination.

REMARQUE

Les noms de fichiers créés automatiquement peuvent inclure des caractères spécifiques pour l'emplacement des injecteurs avant et arrière. Ces caractères peuvent être localisés. Ils sont valides même s'ils ne font pas partie des caractères énumérés ci-dessus.

Les noms de périphériques suivants sont réservés et ne peuvent pas être utilisés comme noms de fichiers. Évitez aussi d'utiliser ces noms suivis d'une extension (par exemple Nul.txt) :

- CON, PRN, AUX, NUL
- COMx (x représentant un chiffre compris entre 1 et 9)
- LPT1x (x représentant un chiffre compris entre 1 et 9)

REMARQUE

Des systèmes d'exploitation en anglais, japonais et chinois sont utilisés pour tester les conventions de noms. Agilent ne peut fournir aucune garantie quant à la prise en charge de systèmes d'exploitation dans d'autres langues que l'anglais et des caractères spéciaux associés.

Longueur maximale des noms de fichiers et de sous-répertoires ChemStation

Les spécifications de noms de fichiers et de sous-répertoires utilisées dans Agilent ChemStation sont :

Tableau 2 Longueur maximale des noms de fichiers et de sous-répertoires ChemStation

| Fichier/sous-répertoire/chemin | Longueur de saisie maximale | Ajout automatique | Exemple |
|--|-----------------------------|-------------------|--|
| Nom de fichier de données de l'échantillon individuel | 60 | .D | Demodad.d |
| Nom du fichier de données en séquence, utilisant un préfixe/compteur | 60 | .D | longname000001.d |
| Nom du fichier de données en séquence, utilisant un modèle de nom | 60 | .D | 05-1-sampleA.d |
| Méthode | 60 | . M | def_lc.m |
| Séquence | | . S | def_lc.s |
| Bibliothèques | | . UVL | demodad.uvl |
| Modèles de rapports personnalisés | | . FRP | areapct.frp |
| Sous-répertoire de fichiers de données | 40 | | démo (dans les informations d'échantillons) |
| Sous-répertoire de séquence de données | 40 | | démo (dans les paramètres de séquence) |
| Chemin de données | 149 | | C:\Users\Public\Documents\ChemStation\1\data |
| Chemin de méthode | | | C:\Users\Public\Documents\ChemStation\1\methods |
| Chemin de séquence | | | C:\Users\Public\Documents\ChemStation\1\sequence |
| Chemin de bibliothèque | | | C:\Users\Public\Documents\ChemStation\speclib |
| Chemin de modèle de rapport personnalisé | | | C:\Users\Public\Documents\ChemStation\repstyle |

Tous les journaux ChemStation affichent les messages système sous leur forme développée et les chaînes d'informations sont imprimées sur plusieurs lignes. Certains rapports, par exemple les rapports de séquences, peuvent tronquer les

noms de fichiers, de manière à faire tenir toutes les informations nécessaires sur le modèle de rapports.

Tous les chemins sont limités à 260 caractères par le système d'exploitation Windows. Certains caractères sont utilisés de manière invisible par le système d'exploitation. Par conséquent, vous devrez peut-être utiliser des noms plus courts, même si toutes les spécifications énumérées ci-dessus sont satisfaites.

Interface utilisateur du logiciel

L'interface utilisateur du logiciel ChemStation est composée de vues qui regroupent des fonctionnalités selon les tâches d'analyse classiques. Les vues standard suivantes sont incluses dans toutes les configurations du logiciel :

- la vue Contrôle de méthode et d'analyse, pour le contrôle et l'acquisition des données provenant de l'instrument ;
- la vue Traitement des données, pour la révision et la réévaluation des données acquises ;
- la vue Révision pour faire une revue des données à l'aide de modèles de rapports spécifiques ;
- la vue Mise en page de rapport, pour la conception de rapports spécifiques.

D'autres vues sont disponibles si des modules d'évaluation de données en option ont été installés ou pour certaines configurations d'instrument prenant en charge des procédures de vérification et de diagnostic.

Le volet Navigation contient les boutons Navigation qui permettent de basculer rapidement entre les vues ChemStation et l'explorateur ChemStation à base d'arborescence. Le contenu de l'explorateur ChemStation dépend de la vue affichée et permet d'accéder aux différentes entités ChemStation.

Chaque vue est constituée d'un ensemble d'objets standard d'interface utilisateur tels que des menus et des barres d'outils. La barre d'outils standard permet d'accéder rapidement aux informations communes de spécification du système telles que les méthodes et les séquences. La vue **Method and Run Control** comporte une barre d'état système, une zone d'informations d'échantillon, qui peut être configurée pour des analyses individuelles ou automatisées, et un schéma de l'interface de l'instrument pour des configurations de GC, EC et LC. Le schéma de l'interface de l'instrument comprend des zones dynamiques permettant d'accéder rapidement aux paramètres de l'instrument, ainsi qu'une présentation graphique animée de l'état de chaque analyse en cours. Il est possible de désactiver le schéma de l'instrument s'il n'est pas nécessaire, afin d'économiser de la

mémoire et d'autres ressources Windows. L'onglet **Run Queue**, qui est également intégré à cette vue, contient l'ensemble des séquences, échantillons et commandes programmés pour l'instrument et il vous permet d'organiser et de traiter cette charge de travail (voir « [Utilisation de la file d'attente](#) », page 149).

La vue **Data Analysis** ajoute à la barre d'outils standard des modes de traitement des données spécifiques (recalcul, retraitement, intégration, étalonnage, reporting, annotations, comparaison de signaux) ainsi que des modes spécialisés si les modules correspondants sont installés. Chacun de ces modes de traitement des données distincts est pris en charge par un ensemble d'outils spécifiques au mode.

La vue **Review** est disponible si le reporting intelligent est sélectionné pour l'instrument. Cette vue vous permet de réviser les données de manière très souple. Vous pouvez sélectionner toute combinaison de fichiers de données comme base pour la révision et appliquer tout modèle de rapports aux données sélectionnées. Le modèle de rapports sélectionné détermine la manière avec laquelle les données sont affichées et quel type d'informations est inclus dans le rapport ainsi créé. La barre d'outils comporte des fonctions pour imprimer et exporter les rapports créés.

La vue de **Report Layout** vous permet de définir la mise en page d'un modèle ou d'un genre de rapports spécifique. Elle permet également d'utiliser un ensemble de barres d'outils spécifiques pour cette tâche. Le type d'éditeur de modèle de rapports affiché dans cette vue dépend du type de reporting configuré pour l'instrument. Vous pouvez utiliser le reporting classique ou le reporting intelligent (voir « [Reporting](#) », page 190).

Panneau de navigation

Un panneau de navigation, qui se trouve à gauche de toutes les vues ChemStation, permet d'accélérer l'accès à de nombreux éléments ChemStation et de passer rapidement d'une vue à une autre. Ce panneau contient l'explorateur ChemStation (sous forme d'arborescence) et une zone de boutons configurables. Il comporte également une fonction de masquage automatique qui permet d'optimiser l'espace de travail du logiciel ChemStation et propose des fonctions standard (redimensionnement et réorganisation de la zone de boutons de navigation, par exemple).

Boutons de navigation

Les boutons de navigation vous permettent de passer d'une vue du logiciel ChemStation à une autre. Pour ce faire, il vous suffit de cliquer sur le bouton de

navigation concerné. Vous pouvez réduire, agrandir et réorganiser la section Navigation Button (Bouton de navigation).

Explorateur ChemStation

Le contenu du panneau de navigation dépend de la vue. Pour les vues Contrôle de méthode et d'analyse, Analyse de données et Mise en page de rapports, l'explorateur ChemStation vous permet d'accéder aux différents éléments de la ChemStation. Pour les données, les méthodes et les séquences, ces éléments reposent par défaut sur les paramètres de l'éditeur de configuration. De nouveaux nœuds pour les méthodes, les séquences et l'emplacement des données peuvent être spécifiés à l'aide de l'option « Préférences » du menu de visualisation.

Tableau 3 Options du panneau de navigation

| Boutons de navigation | Options de l'explorateur ChemStation |
|-------------------------------|---|
| Méthode et contrôle d'analyse | Modèles de séquence/méthodes de référence, méthodes de jeux de résultats |
| Traitement des données | Données/méthodes de référence, méthodes de jeux de résultats |
| Révision | Données/modèles de rapport |
| Format de rapport | Classic Reporting : Méthodes de référence Intelligent Reporting : Modèles de rapport |
| Vérification (LC et LC/MS) | Raccourcis propres à la vue de vérification |
| Diagnostic (LC/MS) | Raccourcis propres à la vue de diagnostic |
| Réglage (LC/MS) | Raccourcis propres à la vue de réglage |

Acquisition des données

Que le logiciel soit en cours d'exécution dans une fenêtre active ou réduit sous forme d'icône, l'écran indique le temps d'analyse écoulé, ainsi que l'état de l'instrument, qui fait l'objet d'une surveillance et d'une mise à jour permanentes. Les transactions qui se produisent pendant l'analyse, y compris les erreurs et les paramètres d'instrument au démarrage et à la fin de l'analyse, sont enregistrées dans le journal du système, dont un extrait est stocké avec chaque fichier de données.

Les conditions de l'instrument (débit, température, pression, composition des solvants pour chromatographes en phase liquide, etc.) peuvent être enregistrées

et stockées avec chaque fichier de données. Il est possible d'afficher et de représenter graphiquement ces paramètres afin de confirmer la qualité de chaque analyse. La nature exacte des paramètres enregistrés dépend à la fois de la technique et des capacités de l'instrument configuré.

Toutes les acquisitions de données standard (échantillons individuels et séquences) sont ajoutées à la file d'attente puis activées depuis cet emplacement. Pour plus d'informations, voir « À propos de la file d'attente », page 147.

Au moins une fenêtre d'affichage permet de surveiller en temps réel les données acquises par l'instrument. Ces données s'affichent en unités de mesure réelles (par exemple, en mUA, en volts, en degrés ou en bars). Chaque fenêtre affiche des signaux de chromatographie/électrophorèse superposés ou des paramètres d'instrument, par exemple la pression. Le système offre la possibilité de régler et d'enregistrer les paramètres d'affichage par défaut, permettant ainsi aux utilisateurs de configurer les paramètres voulus comme paramètres par défaut de l'instrument. La fenêtre est dotée d'une fonction de zoom et le curseur peut être utilisé pour afficher un signal de réponse spécifique à n'importe quel moment.

Au cours d'une analyse, toutes les fonctionnalités du logiciel ChemStation peuvent être utilisées via la copie hors ligne. Lorsque l'acquisition est en cours, la fonction de traitement des données est inaccessible depuis la session en ligne d'un instrument. Les données doivent donc être révisées dans la copie hors ligne.

Les utilisateurs qui souhaitent démarrer le traitement des données avant la fin de l'analyse doivent utiliser la fonction de capture d'écran. La capture, immédiatement disponible pour révision, doit s'effectuer dans la copie hors ligne des sessions de l'instrument.

La présentation des fenêtres affichant les informations d'état ou les signaux, y compris le schéma de l'interface d'un instrument, est enregistrée automatiquement.

Pour plus d'informations sur l'acquisition des données, reportez-vous à la section « Acquisition des données », page 73 et au système d'aide en ligne.

Calage des temps de rétention

Le temps de rétention est la mesure qualitative de base de la chromatographie. La plupart des identifications de pic se font en comparant le temps de rétention du pic inconnu à celui d'un étalon. Il est beaucoup plus facile d'identifier des pics et de valider des méthodes si le temps de rétention de chaque analyte ne varie pas. Cependant, des décalages du temps de rétention se produisent fréquem-

ment. Des procédures de maintenance de routine telles que le raccourcissement des colonnes modifient le temps de rétention. Dans un laboratoire possédant plusieurs instruments opérant avec des méthodes identiques, les temps de rétention sur chaque instrument peuvent être différents même si l'analyse est censée s'effectuer dans les mêmes conditions. Ces différences de temps de rétention nécessitent au minimum un réétalonnage et une mise à jour des temps de rétention. Cela peut signifier que chaque session sur un instrument doit comprendre un étalonnage individuel et une table des événements d'intégration, si bien que le transfert de méthodes d'un système à l'autre prend du temps. Les différences de temps de rétention peuvent demander plus de travail lors de la comparaison de données entre instruments au fil du temps.

Le calage des temps de rétention (RTL) permet une correspondance étroite des temps de rétention d'un système de GC à un autre avec le même type nominal de colonne (même phase stationnaire, même diamètre de colonne, même longueur et même rapport de phase [épaisseur de film]). En utilisant l'étalonnage des temps de rétention/de la pression de la configuration initiale de calage des temps de rétention, le RTL détermine la nouvelle pression de l'injecteur requise pour mettre à jour (recaler) la pression de l'injecteur de la méthode de GC lorsque le pic d'un analyte est décalé. Cette méthode *calée* peut maintenant être chargée sur un autre GC pour mettre à jour la pression de l'injecteur et faire correspondre les temps de rétention.

Data Analysis

Data Analysis – Options

Data Analysis « Classic » est une fonctionnalité de ChemStation. Les pages suivantes en présentent un aperçu. Pour plus d'informations, voir « [Data Analysis](#) », page 157.

Data Analysis – Affichage

La vue ChemStation Data Analysis ajoute à la barre d'outils standard des fonctions d'analyse des données regroupées par tâches, notamment des boîtes à outils pour le recalcul, le retraitement, l'intégration, l'étalonnage, la création de rapports, les annotations et la comparaison de signaux. Voici les principales opérations graphiques possibles :

- sélection de l'affichage (à un ou plusieurs signaux) lors du chargement du chromatogramme/de l'électrophérogramme ;

- superpositions du chromatogramme/de l'électrophérogramme à partir de différents échantillons ;
- soustraction de deux chromatogrammes/électrophérogrammes ;
- alignement graphique vertical ou horizontal des signaux pour une meilleure comparaison visuelle ;
- projection en miroir ou inversion du signal pour une meilleure comparaison visuelle ;
- affiche les caractéristiques des pics de performance pour certains pics intégrés spécifiques ;
- fonctions graphiques de défilement et de zoom ;
- réglage des attributs d'affichage, y compris la sélection de graduations, de lignes de base, d'axes, de temps de rétention/migration et de noms de composés (vous pouvez aussi sélectionner la police des étiquettes de composés et de temps de rétention (TR), régler la taille et l'orientation de l'affichage, choisir un affichage en mode séparé ou superposé et sélectionner des échelles) ;
- l'affichage du chromatogramme/de l'électrophérogramme peut inclure des superpositions graphiques des paramètres de l'instrument en fonction des capacités de l'instrument configuré ;
- l'utilisateur peut ajouter de façon interactive des annotations personnalisées, mais aussi sélectionner la police, la taille, l'orientation et la couleur du texte (une fois définies, les annotations peuvent être graphiquement déplacées, modifiées ou supprimées) ;
- copie de l'écran dans le Presse-papiers Windows aux formats bitmap et méta-fichier ;
- une fonction *mode de saisie* sert à afficher les valeurs des points de données dans les unités des détecteurs et
- exportation des points numérisés de temps/d'intensité vers le Presse-papiers Windows.

Analyse de données – Intégration

L'algorithme d'intégration ChemStation est la deuxième version d'une nouvelle génération qui vise à plus de robustesse, de fiabilité et de simplicité d'utilisation.

Traitement des données — Quantification

Le mode d'étalonnage de la ChemStation de la vue de traitement des données permet l'affichage simultané des éléments suivants :

- le ou les signaux en cours d'étalonnage avec fenêtre des temps de rétention/migration du composé en cours,
- la table d'étalonnage dont l'affichage peut être configuré à partir d'une sélection complète de paramètres d'étalonnage et
- la courbe du composé en cours d'étalonnage.

Toutes les fenêtres du mode d'étalonnage sont liées de sorte que toute modification apportée à l'une d'elles s'applique automatiquement aux autres. Ce mode permet de modifier et de sélectionner les données d'étalonnage sur le graphique.

La quantification repose sur différents calculs (% , % normalisé, étalon externe, % d'étalon externe, étalon interne et % d'étalon interne) visant l'aire ou la hauteur du pic. Les étalonnages peuvent être multiniveaux et inclure plusieurs définitions d'étalonnage interne. L'historique des étalonnages est enregistré automatiquement et peut servir à pondérer les calculs de réétalonnage.

Pour plus d'informations sur l'étalonnage et la quantification, reportez-vous à « [Étalonnage](#) », page 174.

Traitement des données — Révision par lot

Le rapport de révision par lot peut être utilisé pour examiner les résultats pour chaque composé et pour chaque échantillon. Il permet les principales opérations graphiques suivantes :

- définition de la révision et du retraitement automatiques ou manuels des fichiers de données (étalonnées)
- réétalonnage de la table d'étalonnage
- révision des tables de composés des méthodes étalonnées
- création de rapports de lot spécifiques

La table de navigation permet de réaliser d'importantes opérations graphiques :

- fonctionnalités standards de configuration de la table (tri, options de glisser-déposer, sélection de colonne, regroupement d'éléments, etc.) permettant de définir sa propre configuration de table de navigation
- fonctions accessibles via le bouton droit de la souris : chargement ou superposition d'un signal, exportation de données, impression de rapports

- révision des détails du signal en développant une ligne dans la table de navigation
- révision des signaux et création de rapports ChemStation à l'aide d'une méthode spécifique

La révision par lot permet de sauvegarder les événements d'intégration manuelle par analyse. Il est possible de sauvegarder les événements manuels avec le fichier de données en dehors de la révision par lot. Afin d'éviter les conflits entre deux ensembles d'intégration manuelle, les événements manuels sauvegardés avec le fichier de données ne seront pas appliqués dans la révision par lot.

Il est important de noter quelques éléments :

- La méthodologie de réétalonnage dans Batch Review diffère du réétalonnage dans la séquence originelle. En cliquant sur le bouton de mise à jour de l'étalonnage de la barre d'outils d'examen des lots, le système effectue un réétalonnage à partir de toutes les analyses d'étalonnage du lot afin de créer une table d'étalonnage réétalonnée. En cliquant sur le bouton Démarrer de la barre d'outils d'examen des lots, les quantités de chaque composé étalonné sont recalculées. Les quantités de tous les échantillons seront calculées à partir de la table d'étalonnage réétalonnée.
- En cliquant sur une ligne de la table d'échantillons de l'examen des lots, le fichier de données associé est chargé. Certains fichiers de données importants peuvent prendre du temps à charger. Ceci revient au même qu'à utiliser Charger les signaux pour charger le même fichier de données.
- Le rapport de révision par lot fournit des résultats pour chaque composé et pour chaque échantillon. Étant donné que certaines tables d'étalonnage contiennent un grand nombre de composés, les rapports de révision par lot peuvent être assez volumineux.
- La révision par lot permet de sauvegarder les événements d'intégration manuelle par analyse. Il est également possible de sauvegarder les événements manuels avec le fichier de données en dehors de la révision par lot. Afin d'éviter les conflits entre deux ensembles d'intégration manuelle, les événements manuels sauvegardés avec le fichier de données ne seront pas appliqués dans la révision par lot.

Si vous utilisez ChemStation avec stockage central des données, la révision par lot est désactivée par défaut. Elle peut être activée par une entrée dans la section [PCS] du fichier ChemStation.ini : [PCS] _BatchReview=1. Le fichier ChemStation.ini est dans le répertoire C:\ProgramData\Agilent Technologies\ChemStation.

Traitement des données – Recalcul

Les fonctions du mode de recalcul vous permettent de créer rapidement des résultats ou des rapports pour tout sous-ensemble de données affiché dans le tableau de navigation. Vous pouvez générer facilement des résultats pour des jeux de données auto-assemblées, indépendants des séquences avec lesquelles les échantillons ont été analysés à l'origine. Vous pouvez utiliser toute méthode pour le recalcul. La méthode utilisée sera copiée dans des fichiers de données simples (D.A.M). Aucun étalonnage n'est effectué pendant le recalcul.

Traitement des données – Retraitement

Les fonctions du mode de retraitement vous permettent de retraiter une séquence entière, à l'aide des méthodes définies dans la table de séquence et des résultats des échantillons étalons pour recalculer les résultats de l'échantillon.

Traitement des données – Derniers résultats

Dans ce mode, la méthode du fichier de données (D.A.M) pour chaque analyse est chargée. D.A.M est une copie exacte de la méthode utilisée pour la dernière analyse de données (pendant l'acquisition, le retraitement ou le recalcul). Le mode Dernier résultat vous permet de reproduire les résultats du dernier traitement des données, même si la méthode de séquence a été modifiée entre temps.

Création de rapports

Avec OpenLab CDS ChemStation Edition d'Agilent, vous pouvez choisir le type de reporting que vous souhaitez utiliser pour chaque instrument :

- Le *Reporting ChemStation classique*, qui reste inchangé par rapport au reporting ChemStation B. Pour plus d'informations, reportez-vous à « [Création de rapports classique](#) », page 203.
- *Reporting Intelligent* : Avec le reporting intelligent, vous pouvez :
 - créer des modèles de rapports avec la fonction glisser-déplacer (modèle « Ce que vous voyez est ce que vous obtenez ») ;
 - générer des rapports dans la nouvelle vue **Review** en choisissant simplement les données et le modèle de rapports ;
 - utiliser des rapports interactifs pour la révision des données, définir les critères de recherche pour sélectionner les informations d'intérêt ;
 - générer des rapports de séquence croisés.

Pour plus d'informations, voir « [Création intelligente de rapports](#) », page 196.

Export et import de données

ANDI

Le logiciel ChemStation permet d'importer et d'exporter des fichiers de données au format de chromatographie ANDI (Analytical Data Interchange) publié par l'AIA (Analytical Instrument Association), version 1.0, copyright 1992. L'importation de données est prise en charge au niveau de conformité 1 (informations d'échantillon et données de signaux) et l'exportation de données au niveau de conformité 2 (informations d'échantillon, données de signaux et résultats d'intégration).

DDE

Le logiciel ChemStation comporte des commandes et des fonctions prenant en charge la norme DDE (échange dynamique de données) de la plate-forme Microsoft Windows, à la fois en tant que client DDE et en tant que serveur DDE. Cet ensemble de commandes permet d'établir et d'interrompre des connexions, de transférer des informations dans les deux sens et d'exécuter des fonctions à distance.

ADF

L'outil **ADFExport for OpenLab CDS ChemStation** vous permet d'exporter les données ChemStation au format ADF (Allotrope Data Format). Cet outil est disponible uniquement si l'extension correspondante a été installée.

Une description détaillée de l'outil **ADExport for OpenLab CDS ChemStation** est disponible dans l'aide en ligne *Exportation ADF pour ChemStation*.

Personnalisation

Des commandes performantes permettent de personnaliser ChemStation. Ces commandes peuvent être groupées de manière à exécuter automatiquement une fonction spécifique (le groupe ainsi constitué s'appelle une « macro »).

Les utilisateurs qui créent des macros peuvent définir leurs propres variables, intégrer des constructions conditionnelles ou itératives, effectuer des E/S physiques (gestion de fichiers et interaction de l'utilisateur), imbriquer leurs macros et programmer et échanger des données avec d'autres applications Microsoft Windows.

Utilisation des commandes ou des macros personnalisées dans ChemStation

Dans ChemStation, des commandes personnalisées peuvent être utilisées aux emplacements suivants :

- Run Queue (file d'attente)
voir le « [Utilisation de la file d'attente](#) », page 149
- Planificateur de file
voir le « [Utilisation du planificateur](#) », page 153
- Liste de vérification de l'exécution
voir le « [Liste de vérification de l'exécution](#) », page 50
- Paramètres de séquence
voir le « [Paramètres de séquence](#) », page 86
- Programmeur de commandes
voir le « [Programmer des commandes](#) », page 154

Dans chaque emplacement, vous pouvez également accéder à une boîte de dialogue pour créer ou modifier des commandes et des macros.

Création de commandes personnalisées

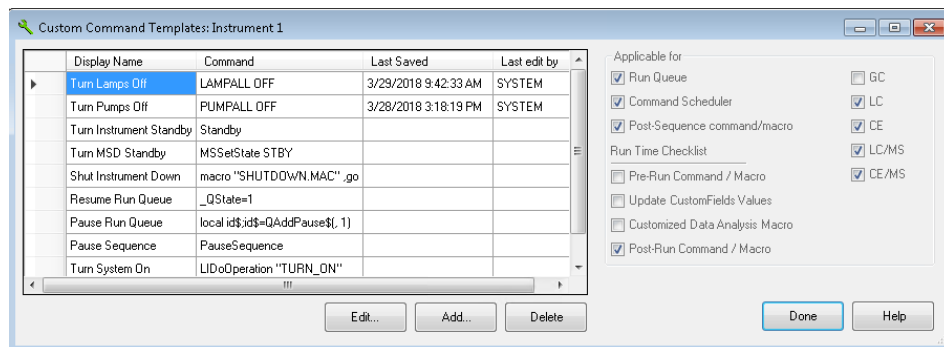
ChemStation propose plusieurs commandes intégrées pouvant être utilisées par tous les utilisateurs. Si vous disposez du privilège requis, vous pouvez créer vos propres commandes et macros personnalisées.

Prérequis

Vous avez besoin de la **Command LineChemStation:Security**. Les privilèges sont configurés dans le panneau de commande.

- 1 À partir d'un emplacement où des commandes peuvent être utilisées, sélectionnez **Set up Custom Command Template**

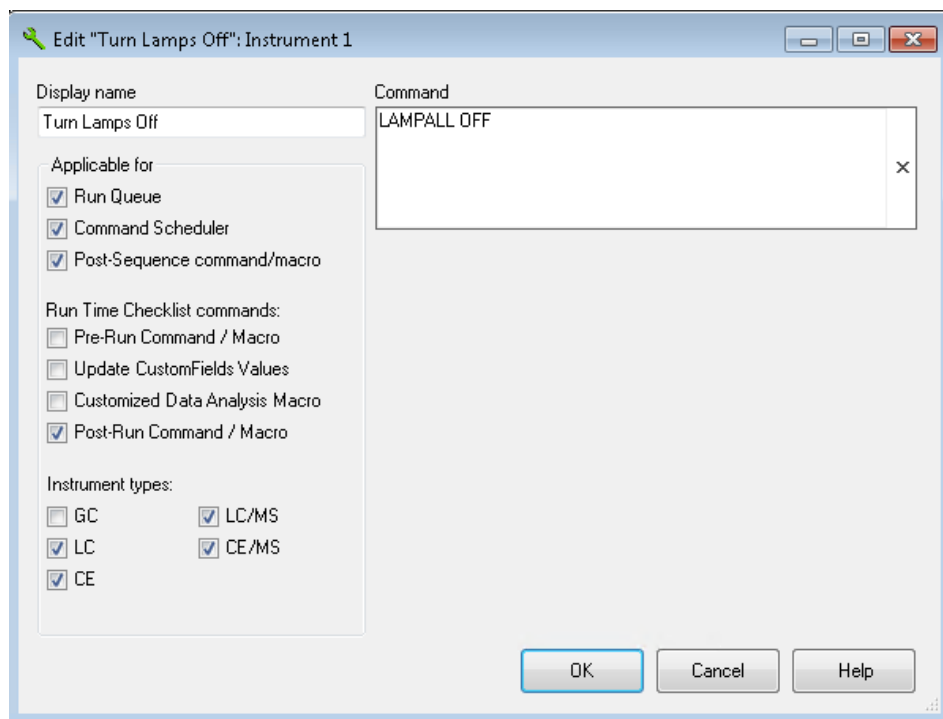
La boîte de dialogue des **Custom Command Templates** répertorie toutes les commandes intégrées et toutes les commandes personnalisées disponibles pour votre type d'instrument.



- 2 Sélectionnez la commande requise, puis cliquez sur **Edit...**

Une boîte de dialogue s'ouvre pour que vous puissiez configurer les propriétés de la commande.

- Afficher le nom qui apparaît dans ChemStation pour tous les utilisateurs
- Emplacement de la commande (**Run Queue, Command Scheduler, Post-Sequence command/macro, Run Time Checklist** de la méthode).
- **Instrument types** auxquels s'applique la commande.



3 Confirmez vos modifications.

REMARQUE

Les définitions de commandes sont enregistrées séparément avec une liste de vérification du temps d'analyse de la méthode, un modèle de séquence ou un plan de file d'attente. Cela implique que si vous modifiez ou supprimez une définition, cela ne sera effectif que dans le cadre où vous avez ouvert la boîte de dialogue des **Custom Command Templates**. Pour appliquer la modification effectuée dans la boîte de dialogue dans un autre cadre, vous devez explicitement mettre à jour la liste de vérification, le modèle de séquence ou le plan de file d'attente de la méthode concernée.

Pour plus d'informations sur la personnalisation, reportez-vous à l'aide en ligne concernant les *commandes* ou les *macros* de ChemStation.

Automatisation

ChemStation peut programmer et exécuter à la fois des échantillons simples et des séquences à plusieurs méthodes.

Il est possible de définir le jeu de paramètres de séquence, de manière à utiliser des fichiers générés automatiquement ou des fichiers numérotés séquentiellement avec un préfixe de 15 caractères maximum défini par l'utilisateur. L'utilisateur peut non seulement choisir d'exécuter des analyses complètes ou des séquences de retraitement des données uniquement, mais également sélectionner parmi une série de commandes d'arrêt (pour des exemples de commandes intégrées, voir « [Fonctionnement post-séquence](#) », page 126) propres à une technique ou à une macro d'arrêt définie par l'utilisateur qui s'exécute quand la séquence s'achève (suite à une erreur ou une fois que toutes les analyses sont terminées).

La table de séquence, ou la liste des analyses à exécuter, est une feuille de calculs intégrée qui permet aux utilisateurs de préciser les numéros des flacons, les noms des échantillons, les types d'échantillons, les méthodes d'analyse, les paramètres de quantification des échantillons, dont la quantité des échantillons, les facteurs de multiplication et de dilution, les spécifications d'étalonnage, le paramètre d'échange de données LIMSID et le nombre de réplicats des injections. En fonction des instruments et des modules configurés, des champs supplémentaires sont accessibles, par exemple si un système LC Agilent 1100/1200 comprend un collecteur de fractions, la colonne **Fract. Start** apparaît dans la table de séquence. La mise en page de la table de séquence est modifiable par l'utilisateur. Vous pouvez passer d'une cellule à une autre dans la table et copier, couper ou coller des cellules individuelles, des lignes entières ou une série de lignes de manière à créer des séquences efficacement et rapidement.

Les types d'échantillons peuvent être identifiés dans la table de séquence comme inconnus, étalons, blancs ou échantillons. Le type d'échantillon détermine l'évaluation spécifique des données de l'échantillon :

- Les échantillons inconnus sont évalués puis rapportés selon les paramètres de méthode.
- Les étalons sont utilisés pour réétalonner les composants de quantification de la méthode comme décrit ci-dessous.
- Des blancs sont utilisés pour évaluer le signal de référence pour des pics spécifiques, tel que défini dans la pharmacopée européenne. Vous pouvez imprimer le rapport signal sur bruit pour des rapports personnalisés. Consultez le Guide de référence pour des détails à propos des calculs et des champs de données obligatoires.
- Les échantillons de contrôle sont comparés aux limites définies pour chaque composant pour la méthode choisie. Si les résultats obtenus sont en dehors de la plage spécifiée pour le paramètre, l'analyse de la séquence est interrompue.

Les étalons peuvent être simples, cycliques ou encadrants. Un réétalonnage simple signifie qu'un réétalonnage a lieu chaque fois qu'un étalon est défini dans la séquence. Les réétalonnages cycliques se produisent à des intervalles définis lors de l'analyse d'une série d'échantillons inconnus. Lors de l'encadrement d'une série d'échantillons inconnus, deux jeux d'étalonnage sont analysés. Les rapports quantitatifs des échantillons inconnus sont ensuite calculés à l'aide de la table d'étalonnage échelonnée entre les deux jeux d'étalonnage.

La fonction Aperçu de la séquence vous permet de voir l'ordre d'exécution de la séquence. Dès qu'une séquence est mise en file d'attente, les échantillons sont également présentés analyse par analyse dans la table de séquence. Vous pouvez sélectionner des échantillons individuels à réanalyser ou réévaluer. Dans le cadre de la réévaluation de données déjà acquises, vous pouvez indiquer si le retraitement s'effectue sur la base des données de quantification initiales de l'échantillon ou sur la base des nouvelles données saisies dans la table d'échantillons de la séquence.

Vous pouvez interrompre momentanément des séquences pour analyser des échantillons prioritaires à injection simple à l'aide d'une autre méthode ; vous pouvez ensuite relancer les séquences sans perturber l'automatisation. Vous pouvez ajouter des échantillons à la table de séquence pendant l'exécution de la séquence.

Vous pouvez imprimer aussi bien la table de la séquence complète que la table de la séquence partielle.

Pour plus d'informations sur les séquences, consultez
« Automatisation/Séquences », page 82 et l'aide en ligne.

Liste d'attente et planificateur

La file d'attente vous permet d'analyser automatiquement plusieurs échantillons individuels ou séquences les uns après les autres. Le premier élément ajouté à la file d'attente démarre lorsque le système de données est prêt, à moins d'être placé sur pause. Vous pouvez ajouter des échantillons individuels, des séquences basées sur des modèles Easy Sequence, des séquences ChemStation classiques ou mettre la file d'attente sur pause. Chaque commande **Run Method** ou **Run Sequence** ajoute automatiquement un élément à la file d'attente et son analyse démarre automatiquement dans la file d'attente.

Avec le planificateur, vous pouvez préparer une série d'échantillons individuels ou de séquences et enregistrer le plan de la file d'attente dans le système. Pour lancer ces échantillons et ces séquences planifiés, ouvrez simplement ce plan et

ajoutez-le à la file d'attente. Cette fonction vous permet de démarrer des tâches longues, éventuellement pendant la nuit ou pendant le week-end.

Pour plus d'informations, voir « À propos de la file d'attente », page 147.

Emplacements des échantillons

Un contrôle graphique vous permet de choisir les emplacements de flacons pour vos injections et la collecte de fraction.

Au lieu de saisir l'emplacement des échantillons manuellement, ce qui demande une excellente connaissance du format exact d'adressage, vous choisissez simplement l'emplacement du tiroir, le type de plateau et l'emplacement des flacons d'un clic de la souris.

Le contrôle graphique permettant de sélectionner l'emplacement des échantillons est intégré dans les boîtes de dialogues et les barres d'outils suivantes :

- **Sample Info**
- **Sequence Table**
- **Filldown Options**
- **Fraction Collector (Start Position)**
- Barre de tâches **Purify** dans la vue **Data Analysis**

Ce contrôle contient les éléments suivants :

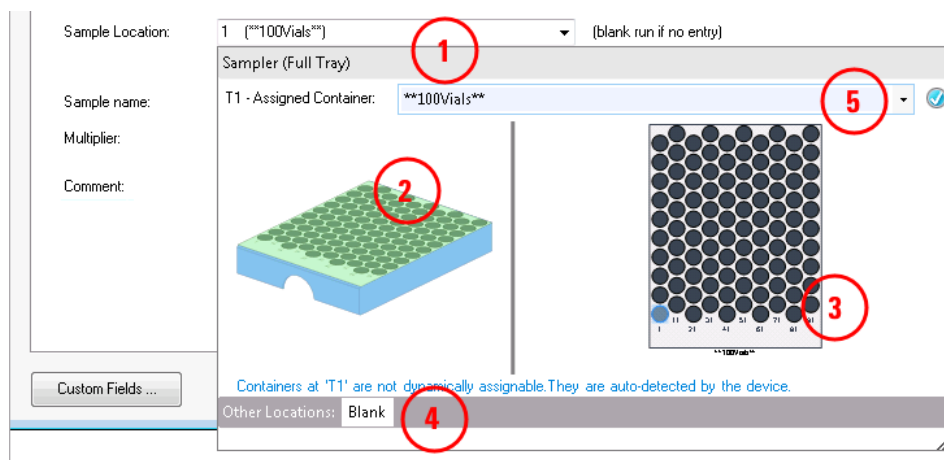


Figure 1 Choix de l'emplacement des échantillons dans la boîte de dialogue Sample Info

| | |
|---|---|
| 1 | Champ de saisie initiale pour l'emplacement des échantillons. Cliquer sur la flèche ou appuyer sur F4 pour ouvrir le contrôle graphique, ou saisir la chaîne de l'emplacement manuellement. |
| 2 | Graphique qui permet de visualiser la disposition du récipient à échantillons (injecteur ou collecteur de fraction). Si plusieurs emplacements de récipients sont disponibles, cliquer pour en sélectionner un. |
| 3 | Visualisation du récipient à échantillons sélectionné. Cliquer sur un emplacement d'échantillons pour le sélectionner, puis fermer le contrôle graphique. |
| 4 | Emplacements supplémentaires définis par le pilote. Par exemple, Blank pour les échantillonneurs, ou Next Location , Next Plate , Pooling pour les collecteurs de fractions. Cliquer pour sélectionner l'emplacement puis fermer le contrôle graphique. |
| 5 | Liste des récipients compatibles avec l'emplacement du dispositif sélectionné. Use Current Configuration sélectionne le récipient déterminé par la configuration du dispositif/pilote au moment de l'injection. Utiliser <empty> , par exemple, pour la disposition du collecteur de fractions afin que le récipient ne soit pas pris en compte dans l'ordre de collecte pendant l'exécution. |

Les principaux flux de tâches sont :

- Utiliser la configuration actuelle
 Ceci est l'approche par défaut. Lors du traitement de l'échantillon ou de la séquence, le système détecte automatiquement le dispositif.
- Assigner le récipient à utiliser pour l'acquisition
 Ce flux de tâches est conçu pour les récipients qui peuvent être définis mais ne peuvent pas être détectés par le système, tels que les plaques. Vous spécifiez le récipient à utiliser quand la séquence ou l'échantillon sont traités.
- Assigner le récipient à valider
 Ce flux de tâches est conçu pour les récipients qui ne peuvent être définis mais sont automatiquement détectés par le dispositif, tels que les plateaux. Lors du traitement de la séquence ou de l'échantillon, le système valide le récipient spécifié. Si le récipient physique ne correspond pas à celui qui est spécifié, l'analyse est abandonnée. Ceci permet de s'assurer que le bon type de récipient est utilisé.
- Préparer un récipient non assigné
 Ce flux de tâches est destiné aux récipients remplis qui n'ont pas été encore insérés dans l'échantillonneur. Ils sont assignés à un tiroir et à une position ultérieurement.

Le contrôle graphique de l'emplacement des échantillons est compatible, par exemple, avec les pilotes RC.Net pour **Agilent LC**.

Bonnes pratiques de laboratoire (BPL)

ChemStation a été développé conformément aux normes de conception et de développement internationales et comporte un ensemble de fonctionnalisés spécifiques pour aider les utilisateurs travaillant dans un environnement réglementé. Ces fonctions concernent la spécification complète des méthodes et la vérification de leur conformité à l'utilisation prévue, le contrôle du fonctionnement du système et la traçabilité, l'originalité et la qualité des données.

Processus de développement

Le certificat de validation fourni avec chaque progiciel documente les étapes de développement et de test conduites dans le cadre du cycle de développement. Le processus de développement est conforme à la norme ISO 9001.

Spécification et utilisation des méthodes

- Méthodes globales : la spécification complète des instruments et de l'analyse des données est stockée à un emplacement unique. Ces méthodes comportent des spécifications de plages pour des composés individuels afin de garantir que les résultats de quantification ne sont pas appliqués en dehors de la plage d'étalonnage.
- Le journal d'historique des modifications des méthodes permet d'enregistrer automatiquement les modifications apportées à une méthode validée, ainsi que la date de ces modifications. Il est également possible d'ajouter en commentaire la justification de la modification dans le journal d'historique. Le journal d'historique des modifications est automatiquement enregistré dans la méthode au format binaire. Afin d'éviter tout accès non autorisé aux enregistrements, ce journal d'historique est protégé par le schéma d'accès des utilisateurs décrit ci-dessous. Le journal d'historique des modifications peut être affiché et imprimé.
- Dans chaque méthode, il est possible de définir des limites, pour chaque composé, pour un certain nombre de paramètres chromatographiques/électrophorétiques et de paramètres de performances système, comme décrit dans la section relative à la quantification des résultats. Les résultats hors de ces plages permettent de contrôler l'exécution des séquences automatisées comme décrit dans la section relative à l'automatisation. Ils sont identifiés dans le rapport d'analyse correspondant.
- Les rapports de performances ou de conformité du système (reportez-vous à la section sur le reporting ci-dessus) présentent une analyse détaillée de la qualité de séparation.

Vous pouvez définir différents rôles et privilèges dans les services partagés d'OpenLab. Les rôles préconfigurés **ChemStation Administrator**, **ChemStation Lab Manager**, **ChemStation Analyst** et **ChemStation Operator** constituent une base de rôles dans votre environnement.

Robustesse des méthodes

Les rapports récapitulatifs de séquence (reportez-vous à « [Création de rapports classiques et Intelligent Reporting](#) », page 195) permettent de tester la robustesse des méthodes. Avec la création intelligente de rapports, les rapports détaillés pour des critères définis par l'utilisateur se présentent sous forme de tableaux de tendance et peuvent être utilisés pour déterminer des limites opératoires réalistes. Et vous pouvez aussi créer vos propres modèles de rapports récapitulatifs de séquence incluant des tableaux de tendance avec les limites opératoires. Ces limites peuvent ensuite être intégrées à la méthode afin de vérifier qu'elle respecte les limites spécifiées par analyse d'échantillons étalons.

Fonctionnement du système

Le kit de vérification ChemStation, qui fait partie du logiciel standard, vérifie automatiquement l'installation et le fonctionnement corrects des composants d'évaluation des données du logiciel en comparant les résultats générés lors de l'exécution du test à des valeurs connues préenregistrées. Ce kit de vérification permet à l'utilisateur de définir ses propres fichiers de données et méthodes qui serviront de base au test.

Traçabilité, originalité et qualité des données

Le journal d'exécution consigne les transactions de l'ensemble du système. Il enregistre également tous les événements inhabituels (tels que : erreurs, modifications de paramètres en cours d'analyse), ainsi que l'état de l'instrument avant et après chaque analyse. Une copie de l'extrait de journal correspondant est enregistrée avec chaque fichier de données.

Les conditions de fonctionnement réelles de l'instrument (pression, débit et température, par exemple) relevées au cours de chaque analyse sont également enregistrées si l'instrument analytique configuré prend en charge cette fonctionnalité. Ces données peuvent par la suite être présentées sous forme graphique avec le chromatogramme/électrophorégramme, de manière à présenter les conditions de fonctionnement réelles de l'instrument au cours d'une analyse donnée. Elles peuvent également être intégrées au rapport.

Les méthodes enregistrées dans le fichier de données reflètent la méthode réelle au moment de l'analyse et permettent de procéder ultérieurement à la recons-

truction totale des données faisant l'objet d'un rapport. La méthode est enregistrée après toutes les étapes analytiques.

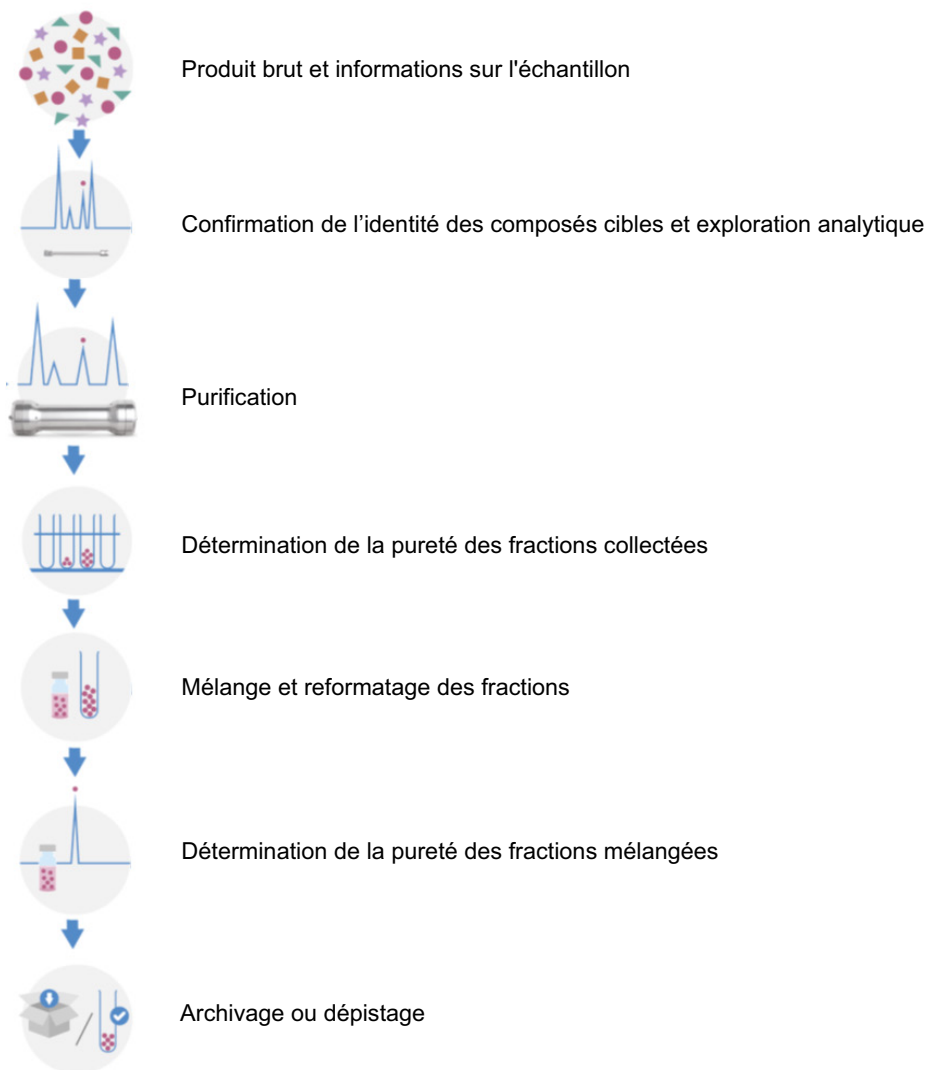
Par défaut, tous les rapports sont horodatés et leurs pages sont numérotées (pagination de type *page x sur y*). L'utilisateur peut sélectionner le niveau de détail de chaque rapport, de rapports résumés simples à des rapports détaillant l'ensemble du système.

Les fichiers de registre BPL spécifiés dans le cadre de la configuration des méthodes conservent toutes les données brutes, comprenant les informations d'échantillon, la méthode d'analyse des données, les signaux chromatographiques/électrophorétiques, les conditions opératoires de l'instrument, les résultats d'intégration et de quantification, les résultats finaux et le journal d'exécution, dans un seul fichier binaire protégé par somme de contrôle. Ce format binaire non modifiable garantit l'originalité des résultats. Le fichier comporte un schéma de révision qui indique si les données ont été retraitées.

Vous pouvez définir les types d'échantillons étalons dans la table de séquence et les utiliser pour contrôler automatiquement les performances de l'instrument à partir des résultats des échantillons de contrôle qualité lorsque l'instrument fonctionne sans surveillance. Les résultats hors de la plage acceptable définie par l'utilisateur provoquent l'arrêt du fonctionnement automatique de l'instrument.

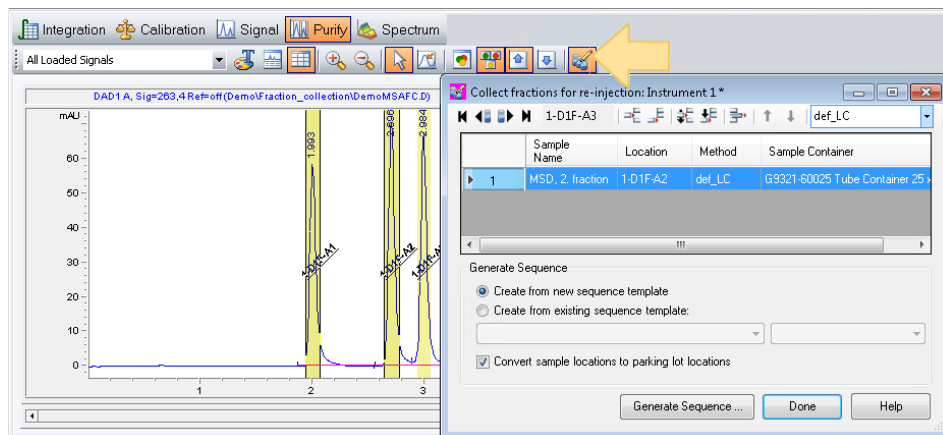
Chromatographie en phase liquide préparative

ChemStation est compatible avec l'automatisation des flux de tâches de purification et de préparation. Un flux de tâches type inclut un collecteur de fractions avec mélange des fractions.



Détermination de la pureté des fractions collectées

Afin de vérifier la pureté des fractions collectées, vous pouvez les convertir en échantillons et les ajouter à une séquence pour réinjection. La liste de fractions de la nouvelle analyse est créée dans la boîte de dialogue **Collect fractions for re-injection** accessible via la barre d'outils **Purify** du traitement des données.



Dans la table de la boîte de dialogue, vous pouvez définir la liste des fractions pour créer la séquence et spécifier la méthode et l'emplacement des échantillons.

| | |
|---------------------|---|
| Liste des fractions | Les fractions peuvent être ajoutées en les sélectionnant à partir du chromatogramme, de la table des fractions ou du graphique du récipient à échantillons. |
| Méthode | Une liste déroulante affiche toutes les méthodes stockées sur l'ordinateur. Si votre méthode est sur un autre instrument qui sera utilisé pour la réinjection, vous pouvez saisir le nom de la méthode dans le champ ou le garder vierge pour plus tard. |
| Séquence | Vous pouvez créer une nouvelle séquence en utilisant l'option Create from new sequence template . Vous pouvez également ajouter les fractions à une séquence existante en utilisant l'option Create from existing sequence template . |
| Emplacement | Si vous avez l'intention de transférer le récipient à échantillons vers un instrument différent pour la réinjection des fractions, cochez la case Convert sample locations to parking lot locations . Cela convertit les emplacements dans la table en emplacements de parking neutres pouvant être utilisés sur un échantillonneur différent. |

En fonction de la configuration, la séquence peut alors être exécutée ou modifiée dans la **Sample List** de l'onglet **Sample Entry**. Pour plus d'informations, voir « Saisie graphique des échantillons », page 87.

Mélange des fractions

Le mélange des fractions consiste à collecter plusieurs fractions dans un même récipient de récupération. ChemStation est compatible avec différentes options de mélange :

- Injections répétées à partir d'une même position d'échantillon et collecte dans le ou les mêmes récipients.

Dans la boîte de dialogue **Sample Info**, sélectionnez le nombre désiré d'analyses d'un échantillon simple, puis sélectionnez un emplacement fixe pour le début de la collecte lors de la première analyse.

- Injections à partir de différentes positions d'échantillons mais collecte dans le ou les mêmes récipients.

Pour configurer le mélange, définir l'emplacement de démarrage du collecteur de fraction pour la première analyse, puis, si nécessaire, pour les analyses suivantes.

Étalonnage du délai du collecte des fractions

On appelle délai de collecte le temps que prend un composé pour aller du point de détection dans le détecteur au point de collecte dans le collecteur de fractions. Il peut être établi en effectuant un étalonnage du délai de collecte.

L'assistant d'étalonnage du délai de collecte vous guide pour effectuer et évaluer l'étalonnage du délai de collecte de fraction. L'assistant est accessible dans le menu **Instrument** de la fenêtre **Method and Run Control**.

Tout d'abord, mettre en place et effectuer l'étalonnage du délai de collecte à partir de **Perform Delay Calibration Run**. Puis évaluer les résultats de l'étalonnage du délai de collecte à partir de **Evaluate Delay Calibration Data**. L'étalonnage du délai de collecte est résumé dans le rapport **Delay Calibration Summary**.

L'évaluation des données permet de connaître le délai de collecte entre les modules de détection des pics et de collecte des fractions. Les délais de collecte sont établis sur la base des signaux du détecteur et du capteur du collecteur de fractions d'un fichier de données d'analyse de l'étalonnage. Les volumes de délai de collecte sont calculés en fonction des informations de débit.

Pour plus d'informations, reportez-vous à l'assistance en ligne concernant ChemStation.

Structure des données de ChemStation

Afin d'améliorer l'association entre les fichiers de données et les méthodes, l'usage de jeux de résultats a été mis en place avec la version B.02.01 de ChemStation (les jeux de résultats ont été nommés conteneurs de séquences) :

- Les données sont stockées avec toutes les informations nécessaires au traitement des données : des copies du fichier de séquence, de toutes les méthodes et, dans le cas d'Intelligent Reporting, des modèles de rapports utilisés avec la séquence. Les méthodes de séquence peuvent être modifiées par des entrées spécifiques à la séquence et n'influencent pas la méthode de référence d'origine. Le concept de jeu de résultats renforce donc le fait qu'une séquence est un ensemble de fichiers de données et de méthodes appartenant tous deux à la création du résultat.
- Les données de séquence ne sont pas écrasées. Chaque acquisition de séquence enregistre les fichiers de données obtenus dans son propre jeu de résultats avec un nom unique.
- Le recalcul et le retraitement des données sont l'un et l'autre disponibles en mode **Data Analysis** via la table de navigation.
- Si vous utilisez un système de stockage de données centralisé (*ECM 3.x*, *ECM XT* ou *OpenLab Server*), le jeu de résultats entier (séquence/méthodes/fichiers de données/modèles de rapports) est transféré vers l'espace de stockage central sous la forme d'un seul élément.

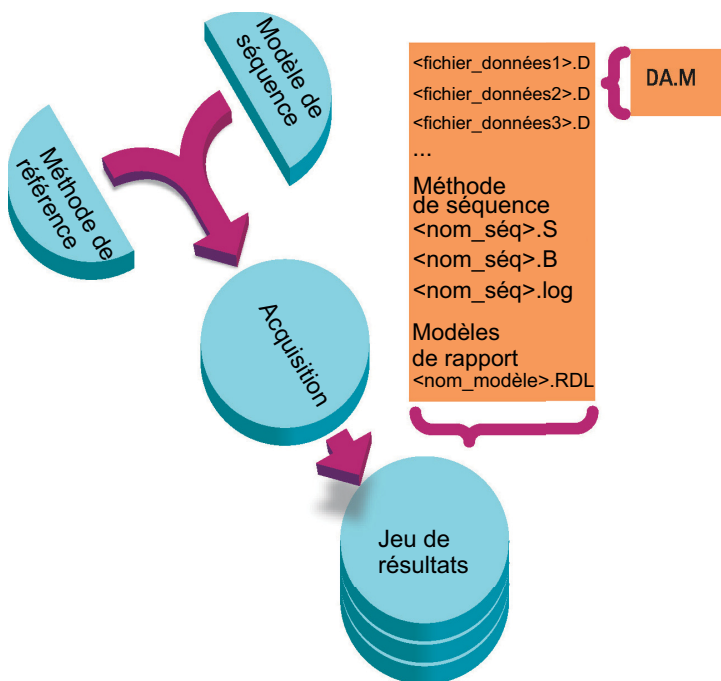


Figure 2 Acquisition de la séquence

Les méthodes dans le dossier ChemStation\X\methods¹ servent de méthodes de référence. Pendant l'acquisition et le traitement des données, elles demeurent inchangées.

De façon similaire, les séquences du dossier de documents publics ChemStation\1\sequence servent de modèles de séquences que l'on peut utiliser pour reprendre (mais pas retraiter) plusieurs fois une séquence.

Les modèles de rapports contenus dans le dossier de documents publics ChemStation\REPSTYLE servent de point de départ pour le développement de vos propres modèles de rapports.

Le schéma de stockage des données varie selon que l'on acquiert des données d'analyse unique ou des données de séquence :

- 1 Lorsque l'on exécute une séquence, un nouveau dossier est automatiquement créé (**result set**) avec un nom unique dans le sous-répertoire spécifié. Lorsque

¹ x correspond au numéro de l'instrument. Le dossier est dans les documents publics par défaut mais peut être configuré pendant l'installation.

l'on exécute un échantillon unique, le fichier de données (*.d) est placé dans le sous-répertoire spécifié.

- 2 Pour les données de séquence, le modèle de séquence exécuté (*.s) et toutes les méthodes (*.m) concernées sont copiés dans le jeu de résultats. Les copies des méthodes prennent le nom de **sequence methods** afin de les distinguer des méthodes de référence originales. Si vous utilisez l'Intelligent Reporting, tous les modèles de rapport (*.rdl) sont également copiés dans le jeu de résultats.

Toutes les tâches relatives à une séquence (par exemple, acquisition et traitement des données) sont effectuées sur les copies de la séquence et des méthodes. Par conséquent, le modèle de séquence et les méthodes de référence demeurent inchangés pour une exécution ultérieure de la séquence.

Toutes les modifications apportées à la séquence durant l'acquisition de séquence, par exemple, l'ajout de lignes à la table de séquence, sont effectuées sur la copie du fichier de séquence dans le jeu de résultats. Le modèle de séquence reste inchangé.

De manière similaire, toute modification de la méthode, telle que des mises à jour de la table d'étalonnage dans le cas d'exécutions d'étalonnage, est répercutée sur les méthodes de séquence, mais pas sur les méthodes de référence.

Pendant l'exécution de la séquence, tous les fichiers de données générés (*.d) sont enregistrés dans le dossier des données de séquence, avec le fichier batch (*.b) et le fichier journal de séquence (*.log) correspondants.

- 3 Chaque fichier de données contient une copie de la méthode utilisée pour créer l'analyse. Les informations de méthode suivantes sont stockées :
 - Pour voir les paramètres d'origine de la méthode pour chaque fichier spécifique de données, faites un clic droit sur la ligne concernée dans le tableau de navigation, puis sélectionnez **View ACQ Method**.
 - ChemStation offre la possibilité de sauvegarder une copie de la méthode complète (RUN.M) après chaque analyse (voir « [Enregistrement d'une copie de la méthode avec les données](#) », page 71).
 - Une copie des paramètres de traitement des données (DA.M) est toujours sauvegardée (voir « [Enregistrement d'une copie de la méthode \(DA.M\) avec les données \(paramètre par défaut de la ChemStation\)](#) », page 72).

Secure Workstation

L'édition ChemStation est disponible en version conforme : La Secure Workstation for OpenLab CDS ChemStation Edition associe la station de travail ChemStation avec la gestion de contenu sur un seul ordinateur.

Pour une mise en conformité avec la réglementation 21 CFR Partie 11, Secure Workstation offre un stockage de données sécurisé et divers journaux et journaux d'audit, tels que :

- le journal d'audit de méthode ;
- le journal d'audit de résultats ;
- le journal d'audit de séquence.

Pour en savoir plus sur la station de travail sécurisée pour OpenLab CDS édition ChemStation, reportez-vous au *guide d'utilisation de Secure Workstation for OpenLab CDS ChemStation Edition*.

Contrôle de l'instrument à distance

Dans une configuration avec un système distribué, vous pouvez configurer et démarrer vos instruments ChemStation à partir de n'importe quel panneau de commande d'OpenLab connecté au serveur des services partagés OpenLab.

Démarrer des instruments

Pour configurer et démarrer vos instruments, vous pouvez utiliser les boutons *Configurer l'instrument*, *Lancer en ligne* et *Lancer hors ligne* dans le panneau de commande d'OpenLab. Comme dans les configurations de station de travail ou de station de travail en réseau, la boîte de dialogue de configuration des instruments s'exécute sur le PC local. Cependant, avec une configuration de système distribué, l'application ChemStation elle-même s'exécute sur un contrôleur d'instrument analytique (AIC) et vous accédez à l'application via une connexion au Bureau à distance de l'AIC.

Les fenêtres ChemStation distantes sont montrées indépendamment du panneau de commande d'OpenLab ; vous pouvez démarrer un instrument, fermer le panneau de commande et continuer d'utiliser l'instrument. De plus, vous pouvez exécuter plusieurs instances du panneau de commande d'OpenLab sur le même client en utilisant des informations d'identification de connexion différentes. Les différentes informations d'identification se propagent sur les instruments que vous démarrez à partir du panneau de commande d'OpenLab correspondant.

Vous pouvez identifier les instruments exécutés sur un AIC distant par le titre de la fenêtre, qui contient à la fois le nom de l'instrument et le nom de l'AIC.

Déconnexion de la session

Les instruments exécutés sur un AIC sont indépendants du client à partir duquel vous avez ouvert la connexion au Bureau à distance. Si le client se déconnecte, par exemple du fait d'une panne du réseau, une séquence exécutée sur l'instrument se poursuit sans en être affectée. Pour reprendre le contrôle de la session de l'instrument après la reprise du réseau, il suffit de cliquer de nouveau sur les boutons *Lancer en ligne* ou *Lancer hors ligne*.

Pour vous déconnecter intentionnellement, cliquez sur le bouton **Close** ou sélectionnez **File> Exit**. La boîte de dialogue **Close** offre un bouton **Disconnect** supplémentaire. En vous déconnectant, vous coupez la connexion au Bureau à distance tout en laissant l'instrument fonctionner.

REMARQUE

Vous pouvez déconnecter la connexion au Bureau à distance lorsqu'une séquence fonctionne.

Pour vous reconnecter à la session de cet instrument, il suffit de cliquer de nouveau sur les boutons *Lancer en ligne* ou *Lancer hors ligne* dans le panneau de commande d'OpenLab. Vous pouvez vous reconnecter à partir de n'importe quel panneau de commande d'OpenLab connecté au serveur des services partagés OpenLab.

Si vous cliquez sur *Lancer hors ligne* pour vous reconnecter à un instrument en ligne, ou vice versa, vous voyez deux fenêtres d'instrument, une pour l'instrument en ligne, l'autre pour l'instrument hors ligne.

Prise de contrôle de session

Vous pouvez prendre le contrôle d'une session existante en cliquant sur les boutons *Lancement en ligne* ou *Lancement hors ligne* du **OpenLab Control Panel** sur un autre PC :

- Si vous avez démarré un instrument depuis le panneau de commande d'OpenLab sur le PC 1, connectez-vous à un panneau de commande d'OpenLab sur le PC 2 avec les mêmes informations d'identification d'utilisateur et démarrez le même instrument, pour prendre le contrôle de la session existante et continuer sur le PC 2 ce que vous avez commencé sur le PC 1.

REMARQUE

Aucun avertissement n'est affiché si le nouvel utilisateur et l'ancien utilisateur ont les mêmes informations d'identification.

- Si un autre utilisateur a démarré l'instrument à partir du panneau de commande d'OpenLab sur un autre PC et que vous disposez des privilèges nécessaires, vous pouvez également prendre le contrôle de cette session. Vous devez disposer du privilège **Take over ChemStation Remote Session** et si l'autre utilisateur a verrouillé la ChemStation en mode privé, vous devez aussi disposer du privilège **Break Session Lock**. Pour plus d'informations sur la gestion des utilisateurs, les privilèges ou la configuration du verrouillage des

sessions, reportez-vous au *guide de configuration d'OpenLab CDS ChemStation Edition* (CDS_CS_configure.pdf).

L'état du verrouillage actuel d'un instrument ou d'une session est indiqué par une icône à gauche du nom d'utilisateur dans le champ **used by** du panneau **Instrument** et dans la colonne **used by** du tableau **Instruments** :



Instrument/session en cours d'utilisation par un autre utilisateur ; ne pas en prendre le contrôle.



Instrument/session verrouillé(e) en mode privé ; ne pas en prendre le contrôle.



Instrument/session verrouillé(e) en mode non privé ou déconnecté(e) ; disponible pour une prise de contrôle par un autre utilisateur.

Si vous prenez le contrôle de la session, l'autre utilisateur reçoit un message indiquant quel utilisateur a pris le contrôle de la session.

Le rapport indique à la fois l'**Acquisition Operator**, qui est connecté en tant qu'utilisateur actuel, et le **Sample Operator**, qui a soumis l'échantillon individuel ou la séquence à la file d'attente.

Les instruments en ligne et hors ligne sont inclus dans la même session et sont donc toujours transférés ensemble. Si un instrument en ligne et un instrument hors ligne sont déjà démarrés dans une session, la prise de contrôle transfère le contrôle des deux instruments, que vous ayez cliqué sur le bouton *Lancer en ligne* ou sur le bouton *Lancer hors ligne*. Si vous cliquez sur *Lancer hors ligne* et si la session ne comporte qu'un seul instrument en ligne, ou vice versa, vous voyez deux fenêtres d'instrument, une pour l'instrument en ligne, l'autre pour l'instrument hors ligne.

Forçage de la fermeture

Pour fermer les instruments non réactifs qui ne peuvent plus être utilisés, vous pouvez cliquer avec le bouton droit de la souris sur l'instrument dans le panneau de commande d'OpenLab, puis sélectionner **Force Shutdown** à partir du panneau de commande sur le client CDS.

Pour pouvoir utiliser cette fonction, vous devez disposer du privilège **Instrument Administration**.

Le forçage d'une fermeture ne met pas immédiatement à jour l'état de l'instrument, ce qui entraîne l'affichage d'un état incohérent temporaire jusqu'à ce que l'état soit automatiquement réinitialisé à « non démarré ». Il est recommandé de patienter deux minutes au minimum avant de lancer une nouvelle session ChemStation.

2

Utilisation de méthodes

| | |
|--|----|
| Qu'est-ce qu'une méthode ? | 47 |
| Méthodes de référence | 47 |
| Méthodes de séquence | 47 |
| Méthodes de fichiers de données | 48 |
| Parties d'une méthode | 49 |
| Création de méthodes | 52 |
| Modification des méthodes | 53 |
| Éléments modifiables d'une méthode | 53 |
| Structure du répertoire des méthodes | 54 |
| Modification de méthodes en mode en ligne | 55 |
| Modification de méthodes en mode hors ligne | 56 |
| Administration des méthodes | 57 |
| Arborescence des méthodes dans l'explorateur de la ChemStation | 57 |
| Visualiser la méthode d'acquisition | 58 |
| Mise à jour des paramètres de traitement des données dans la méthode de référence | 60 |
| Mise à jour de méthodes | 61 |
| Enregistrer une méthode comme nouvelle méthode de référence | 63 |
| Pendant l'exécution d'une méthode | 65 |
| Récapitulatif de l'exécution d'une méthode | 65 |
| Commande ou macro de pré-analyse(liste de vérification de l'exécution) | 67 |
| Acquisition de données (Liste de vérification de l'exécution) | 68 |
| Traitement des données (Liste de vérification du temps d'analyse) | 68 |
| Mettre à jour les valeurs des champs personnalisés | 70 |
| Traitement des données personnalisée | 70 |
| Enregistrement des données de BPL | 71 |
| Commande ou macro de post-analyse | 71 |
| Enregistrement d'une copie de la méthode avec les données | 71 |
| Enregistrement d'une copie de la méthode (D.A.M) avec les données (paramètre par défaut de la ChemStation) | 72 |

La méthode est une partie essentielle de ChemStation ; ce chapitre décrit les concepts en détails.

Qu'est-ce qu'une méthode ?

Une méthode inclut tous les paramètres d'acquisition et de traitement des données, ainsi que les tâches pré et post-analyse pour un échantillon donné, le cas échéant.

Les fichiers de méthodes disponibles (*.m) sont affichés dans l'Explorateur ChemStation. Afin de faciliter la navigation, il est possible d'ajouter des emplacements de méthodes supplémentaires dans l'arborescence de sélection de l'Explorateur ChemStation à l'aide de l'onglet **Paths** de la boîte de dialogue **Préférences**.

Il existe différents types de méthodes. Selon l'endroit de stockage, les méthodes sont utilisées comme méthodes de référence, comme référence dans un jeu de résultats d'une séquence ou comme un enregistrement réel des paramètres utilisés lors d'une acquisition de données.

Méthodes de référence

Ces méthodes sont enregistrées sur le disque de l'ordinateur. Les méthodes enregistrées portent un nom de quarante caractères alphanumériques au maximum suivi par l'extension *.M. Les répertoires des méthodes de référence sont configurés dans les Préférences (reportez-vous à « [Sélection du chemin d'accès](#) », page 74).

La méthode de référence est enregistrée dans un sous-répertoire de méthodes, dans un nœud Méthodes de l'Explorateur ChemStation ; elle n'est pas directement associée à un jeu de résultats.

Méthodes de séquence

Lorsqu'une séquence est exécutée, des copies de toutes les méthodes de référence utilisées dans la séquence sont stockées dans le jeu de résultats conjointement aux fichiers de données de la séquence. Ces méthodes sont directement associées à la séquence et sont également utilisées lors du retraitement de la séquence. Par défaut, les modifications apportées à ces méthodes ne sont pas répercutées automatiquement dans les méthodes de référence. Les modifica-

tions sont prises en compte dès que l'exécution de la séquence démarre ou se poursuit après une pause. Ces modifications sont également répercutées dans les méthodes de fichier de données (DA.M) lors du retraitement de la séquence et lors de la génération des rapports.

Méthodes de fichiers de données

Une copie des paramètres de traitement des données est enregistrée comme la méthode de fichier de données DA.M avec les fichiers de données. La méthode de fichiers de données DA.M est mise à jour automatiquement après chaque génération de résultats (acquisition des données, recalcul ou création de rapport). Elle est également chargée par ChemStation lorsque vous recalculiez des résultats dans le mode Dernier résultat (reportez-vous à « [Mode Dernier résultat](#) », page 161).

Si vous utilisez l'option **Save method with Data** dans la liste de vérification de l'exécution, la méthode est aussi enregistrée comme run.m dans le fichier de données.

Dans l'Explorateur de la ChemStation, pour charger une méthode de référence ou une méthode de séquence, il suffit de double-cliquer sur le nom de la méthode.

Parties d'une méthode

Une méthode est identifiée par un nom comportant jusqu'à quarante caractères alphanumériques. Le nom de fichier porte toujours l'extension .M, qui l'identifie en tant que méthode. Les méthodes sont stockées dans des répertoires qui comprennent les fichiers correspondants à chaque composant des méthodes.

Chaque méthode comporte quatre composants :

- informations sur la méthode,
- commande des instruments,
- traitement des données,
- liste de vérification de l'exécution.

Informations sur les méthodes

Cette section fournit des informations descriptives sur les méthodes.

Contrôle de l'instrument

Configure les paramètres qui commandent l'instrument ou ses composants. Avec un instrument de LC, certains paramètres (composition de la phase mobile, débit, volume d'injection, longueur d'onde du détecteur, etc.) commandent la pompe, l'injecteur et le détecteur. Avec un instrument de CPG, des paramètres tels que la température de l'injecteur ou la pression d'injecteur et le débit de colonne remplie commandent l'instrument.

Traitement des données

Cette fonctionnalité permet de définir les paramètres qui régissent le traitement des données.

- *Détails des signaux*
Définit les signaux et leurs propriétés utilisées pour l'évaluation des données.
- *Événements d'intégration*
Configure les événements programmés qui interviennent à des temps de rétention/migration spécifiques d'un chromatogramme/électrophorogramme. Ces événements programmés permettent de modifier le mode d'intégration du signal.
- *Identification des pics*

Configure les paramètres de traitement des données associés à l'identification des pics dans le chromatogramme/l'électrophorégramme.

- *Quantification des pics*

Configure les paramètres de traitement des données qui influent sur les calculs de quantification déterminant la quantité ou la concentration des composants d'échantillon correspondant à chaque pic.

- *Étalonnage et réétalonnage*

Configure les paramètres de traitement des données relatifs à l'étalonnage, ainsi que la fréquence de l'étalonnage.

- *Champs personnalisés*

Définit les propriétés des champs personnalisés disponibles pour la méthode, qui sont associés aux échantillons ou aux composés. Les champs personnalisés permettent d'ajouter des informations spécifiques à un échantillon ou un composé dans un échantillon.

- *Rapport*

Avec création de rapports classique : définit le format du rapport devant s'imprimer au terme d'une analyse.

Avec création intelligente de rapports : définit le modèle de rapport utilisé pour créer le rapport au terme d'une analyse.

Liste de vérification de l'exécution

Définit les parties d'une méthode qui sont exécutées lorsque la méthode est appliquée.

La liste de vérification de l'exécution peut être utilisée pour :

- l'acquisition, l'enregistrement et le traitement des données pour générer un rapport ;
- l'exécution d'une partie de la méthode uniquement ;
- l'acquisition et l'enregistrement de données sans les analyser ;
- l'exécution d'une nouvelle analyse de fichiers de données existants ;
- l'utilisation de vos propres commandes pour le traitement des données et le traitement avant et après l'analyse ;
- l'enregistrement des résultats d'analyse dans un registre dans le cadre des BPL et
- l'enregistrement de votre méthode avec les données.

Pour plus d'informations sur les commandes personnalisées et sur la façon de les configurer, voir « [Utilisation des commandes ou des macros personnalisées dans ChemStation](#) », page 26.

Création de méthodes

La création d'une nouvelle méthode passe systématiquement par la modification d'une méthode de référence ou d'une méthode de séquence et par l'enregistrement des modifications. Vous pouvez écraser une méthode existante ou sauvegarder une méthode comme une nouvelle méthode de référence. Attention : lorsque vous modifiez une méthode, la version qui figure sur le disque demeure inchangée tant que vous n'avez pas enregistré vos modifications.

Vous pouvez créer une méthode de plusieurs manières. Soit pour procéder à une analyse partielle, soit pour procéder à une analyse complète. Par exemple, vous pouvez créer une méthode pour n'effectuer que l'acquisition de données. Lorsque vous êtes prêt à analyser les données et à générer un rapport, vous pouvez modifier la méthode pour effectuer ces tâches de traitement de données.

REMARQUE

Ne supprimez pas la méthode par défaut (DEF_LC.M, DEF_CE.M ou DEF_GC.M). Ces fichiers de méthode servent de modèle pour créer des méthodes.

Modification des méthodes

Vous pouvez modifier une méthode existante à l'aide de l'option Modifier l'intégralité de la méthode dans le menu Méthode. Le processus est guidé par des boîtes de dialogue et la méthode peut finalement être enregistrée. Ce processus est décrit ci-dessous :

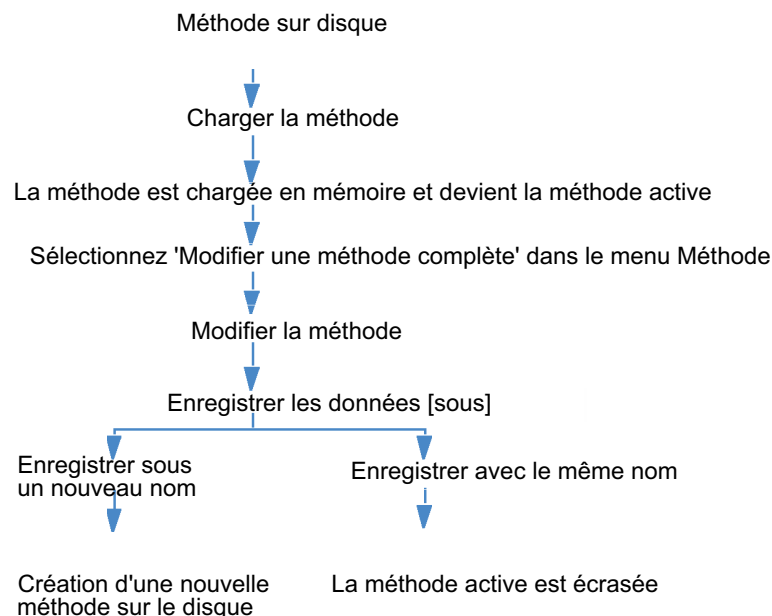


Figure 3 Modification des méthodes

Éléments modifiables d'une méthode

Chaque méthode comporte quatre composants qui peuvent être modifiés séparément.

Certains des paragraphes ci-dessous font référence à des boîtes de dialogue spécifiques, tandis que d'autres sont des descriptions générales.

- *Les Informations sur la méthode* comportent :
 - un texte de description de la méthode.

- *Commande des instruments* dépend de la configuration et peut comporter, par exemple :
 - les paramètres de four,
 - les paramètres d'injecteur et
 - les paramètres de détecteur.
- *Le traitement des données* comporte :
 - les détails de signal,
 - les paramètres d'intégration,
 - les paramètres de quantification,
 - les paramètres d'étalonnage,
 - les paramètres de configuration de champ personnalisé et
 - les paramètres de génération de rapports.
- *La Liste de vérification de l'exécution* comprend :
 - les parties de la méthode à exécuter.

Structure du répertoire des méthodes

Dossiers

Une méthode comporte un groupe de fichiers stockés dans le répertoire correspondant (*.M). Par défaut, les méthodes de référence sont stockées dans le répertoire de méthodes de l'instrument. Ce répertoire est situé, par exemple, dans le dossier Documents publics C:\Users\Public\Documents\ChemStation\x\METHODS, où x est le numéro de l'instrument.

Le chemin d'accès à l'instrument peut être défini pendant l'installation. Il est possible d'ajouter des chemins d'accès supplémentaires pour les méthodes de référence à l'aide des paramètres de préférence.

Utilisez le menu ChemStation **File> Open Windows Explorer...** pour ouvrir le répertoire de données de l'instrument (par exemple C:\Users\Public\Documents\ChemStation\1). Vous pouvez également utiliser le raccourci des **Instrument Data** dans le menu Démarrer.

Les méthodes de séquence sont enregistrées dans le jeu de résultats et les méthodes de fichiers de données sont enregistrées comme des fichiers DA.M dans le sous-répertoire de fichiers de données.

Fichiers

Les fichiers de méthodes portant l'extension .MTH contiennent un ensemble de paramètres et sont au format UNICODE. Le fichier INFO.MTH contient les paramètres de commande de la méthode.

Les fichiers de méthode contenant les paramètres relatifs aux instruments portent le nom du module analytique associé. Par exemple :

Tableau 4 Exemples de fichiers de méthode

| | |
|---|---|
| HPCE1.MTH | Contient la méthode d'acquisition pour l'électrophorèse capillaire. |
| ADC1.MTH | Contient la méthode d'acquisition pour le système Agilent 35900. Si deux instruments identiques sont configurés, les fichiers de méthodes sont appelés ADC1.MTH et ADC2.MTH. |
| DAMETHOD.REG | Pour l'évaluation des données. |
| LALS1.REG | Contient les paramètres de l'échantillonneur automatique Agilent série 1100/1200, lorsqu'un système CPL modulaire classique est configuré. Les fichiers de méthodes des autres modules Agilent série 1100/1200 suivent les mêmes conventions Lxxx1.reg (où xxx correspond à l'acronyme du module). |
| AgilentSamplerDriver1.Rapid-Control.xxx.xml | Contient les paramètres de l'échantillonneur automatique Agilent série 1100/1200, lorsqu'un système CPL modulaire est configuré. Il existe des fichiers .xml différents pour chaque élément des paramètres (indiqué par l'élément xxx dans le nom de fichier). Des fichiers .xml semblables sont disponibles pour les autres modules. |

Modification de méthodes en mode en ligne

Lorsqu'une ChemStation en ligne est inactive, vous pouvez éditer toutes les parties d'une méthode de séquence. Lorsqu'une séquence est en cours d'exécution, vous pouvez éditer tous les paramètres d'acquisition et certains des paramètres de traitement des données, tels que les paramètres sous Définir un rapport.

Les modifications sont sauvegardées et prises en compte immédiatement pour l'analyse en cours et dans toutes les lignes suivantes de la séquence qui comprend la même méthode. Cela signifie que vous pouvez aussi modifier la méthode pendant une pause de la séquence ou une séquence partielle.

Modification de méthodes en mode hors ligne

Vous pouvez modifier une méthode de séquence sur une ChemStation hors ligne, pendant que la même méthode est utilisée pour une analyse sur une ChemStation en ligne. Dans ce scénario, vous pouvez modifier la partie analyse des données dans la session hors ligne. Dès que vous sauvegardez les modifications de la session hors ligne, les paramètres modifiés de l'analyse de données seront utilisés pour l'analyse suivante des données de la séquence en cours dans la session en ligne.

Les modifications de la méthode concernant l'étalonnage ne sont pas prises en compte. Les entrées de l'historique ne sont pas fusionnées, c'est-à-dire que si une méthode est en cours d'exécution dans une session en ligne et que vous la modifiez à la fois sur les sessions en ligne et hors ligne, le journal d'audit de la méthode ne contiendra que les modifications apportées dans la ChemStation hors ligne.

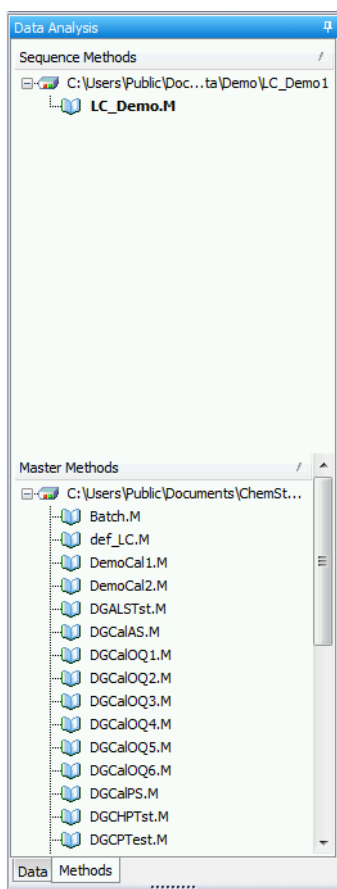
REMARQUE

Si la même méthode de référence est chargée dans la ChemStation en ligne et hors ligne du même instrument, vous ne pouvez modifier la méthode que dans la ChemStation en ligne.

Administration des méthodes

Arborescence des méthodes dans l'explorateur de la ChemStation

L'arborescence des méthodes dans l'explorateur de la ChemStation se divise en deux parties. La partie supérieure présente les méthodes contenues dans le jeu de résultats actuellement chargé. La partie inférieure présente les méthodes contenues dans les répertoires de méthodes de référence, que vous configurez dans la boîte de dialogue **Préférences**.



La méthode actuellement chargée est toujours présentée en caractères gras.

Vous pouvez facilement copier des méthodes de référence vers des méthodes de séquence au moyen d'un glisser-déposer. La méthode entière (paramètres du traitement des données et de l'acquisition) est copiée dans le jeu de résultats.

Visualiser la méthode d'acquisition

Vous pouvez accéder à la visionneuse de méthode d'acquisition dans le menu **Instrument > Acquisition Method Viewer...** dans la vue **Method and Run Control**. La visionneuse de méthode d'acquisition est disponible pour les sessions de ChemStation en ligne et hors ligne.

La visionneuse de méthode d'acquisition vous permet de contrôler les paramètres d'acquisition stockés dans une méthode, indépendamment de la configuration actuelle de l'instrument. La boîte de dialogue affiche la configuration de l'instrument au moment où la méthode a été enregistrée dans ChemStation. Les paramètres de traitement des données ne sont pas affichés dans cette visionneuse. La visionneuse de méthode d'acquisition ne permet pas à l'utilisateur de modifier la méthode ChemStation chargée.

La visionneuse de méthode d'acquisition affiche les paramètres de méthode en mode lecture seule. Elle ne fournit pas de fonctionnalité pour modifier et enregistrer les méthodes.

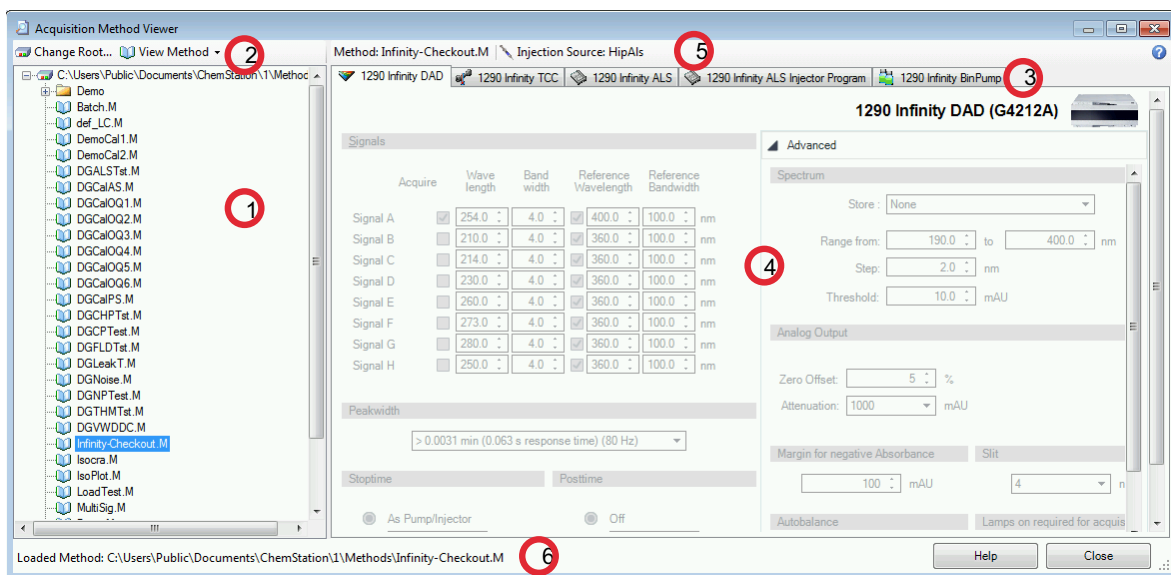


Figure 4 Boîte de dialogue Acquisition Method Viewer

| | |
|---|---|
| 1 | Explorateur de méthode |
| 2 | Barre d'outils |
| 3 | Onglets Module (affiche les paramètres de méthode, les paramètres de prétraitement dans un contrôle d'onglet pour tous les modules trouvés dans la configuration de l'instrument utilisé) |
| 4 | Zone de la visionneuse de méthode |
| 5 | Nom de méthode, informations de la source d'injection |
| 6 | Barre d'état |

Dans l'explorateur de méthode (1), le chemin de la méthode préférée s'affiche par défaut. Cliquez sur **Change Root...** dans la barre d'outils pour sélectionner un autre répertoire.

La barre d'outils (2) propose les options suivantes pour **View Method** :

- **View with Original Configuration...** : Chargez les paramètres enregistrés dans la méthode vers l'instrument.
- **View with Instrument Configuration...** : Appliquez la méthode enregistrée à la configuration actuelle de l'instrument. Cette option est uniquement disponible pour les instruments en ligne. La méthode enregistrée peut ne pas correspondre aux paramètres actuels de l'instrument ; si possible, les paramètres sont ensuite automatiquement adaptés, sinon vous pouvez vérifier les informations dans la boîte de dialogue **Method Resolution Info**. Cette boîte de dialogue affiche la liste des incohérences et les différences entre la méthode non résolue et résolue.

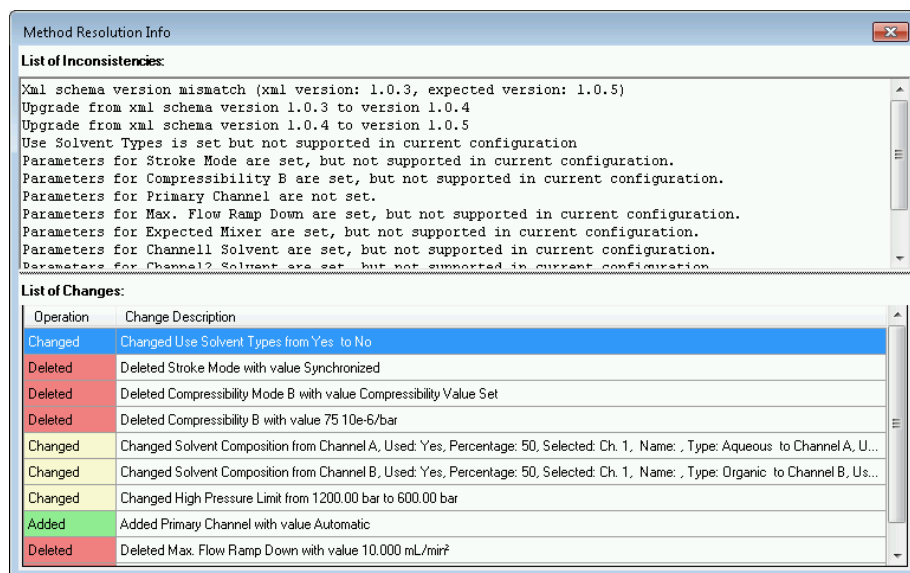


Figure 5 Method Resolution Info (Informations de résolution de méthode)

Mise à jour des paramètres de traitement des données dans la méthode de référence

L'option **Update Master Method** est disponible dans le menu **Method** et dans le menu contextuel de la méthode de séquence de l'explorateur de la ChemStation. La disponibilité et le comportement exact de cette fonctionnalité dépendent du mode en cours. Dans tous les cas, cette fonctionnalité met à jour les paramètres de l'analyse des données de la méthode cible.

REMARQUE

Il est important de noter que cette fonction ne met à jour les paramètres d'analyse des données *que* de la méthode cible et qu'elle écrase *tous* les paramètres d'analyse des données.

Mise à jour d'une méthode de référence en mode Retraitement ou Recalcul

Dans ce mode, la commande **Update Master Method** est uniquement active pour les méthodes de séquence d'un jeu de résultats. Vous pouvez mettre à jour la méthode à laquelle vous vous référez lors de la création de la séquence. La condition préalable est que la méthode de référence existe encore dans le réper-

toire des méthodes de référence (la méthode de référence doit porter le même nom que la méthode de séquence).

Vous pouvez également configurer les paramètres de séquence afin d'exécuter cette fonction automatiquement lors de chaque acquisition ou retraitement de séquence. Pour plus d'informations, reportez-vous à « [Administration des méthodes](#) », page 57.

Mise à jour d'une méthode de référence en mode Dernier résultat

Dans ce mode, la commande **Update Master Method** est active à la fois pour les séquences et les échantillons simples. Vous pouvez transférer les paramètres actuels du traitement des données à la dernière méthode de référence utilisée pour le traitement des données. Cette méthode est affichée dans la colonne **Analysis Method** de la table de navigation.

La commande est disponible dans les conditions suivantes :

- Le fichier de méthode existe dans l'emplacement donné (le nom et le chemin entier doivent correspondre).
- Pour les séquences : L'analyse de séquence a été traitée manuellement avec une méthode de référence (pas avec la méthode de séquence).

Mise à jour d'une méthode de référence en mode Dernier résultat

En mode Dernier résultat, vous pouvez transférer les paramètres de traitement des données à toute méthode de référence, indépendamment de la méthode de référence liée à la séquence actuelle ou l'analyse unique. Pour mettre à jour toute méthode de référence, sélectionnez **Menu> Update any Master Method ...** et sélectionnez une méthode dans la boîte de dialogue **Choose Master Method to update**. Les paramètres de traitement des données seront ensuite copiés vers la méthode de référence sélectionnée.

Mise à jour de méthodes

Avec la boîte de dialogue **Update Methods** (reportez-vous à la figure ci-dessous), vous pouvez copier des méthodes depuis le répertoire des méthodes de référence vers le jeu de résultats et inversement. Dans les deux cas, l'ensemble de la méthode est copiée (paramètres de traitement des données et d'acquisition).

Vous pouvez ouvrir la boîte de dialogue depuis le menu **Method> Update Methods...** ou à partir du menu contextuel de la méthode de séquence dans l'explora-

teur de la ChemStation. La fonctionnalité est disponible pour les jeux de résultats en mode Recalculer et Retraiter.

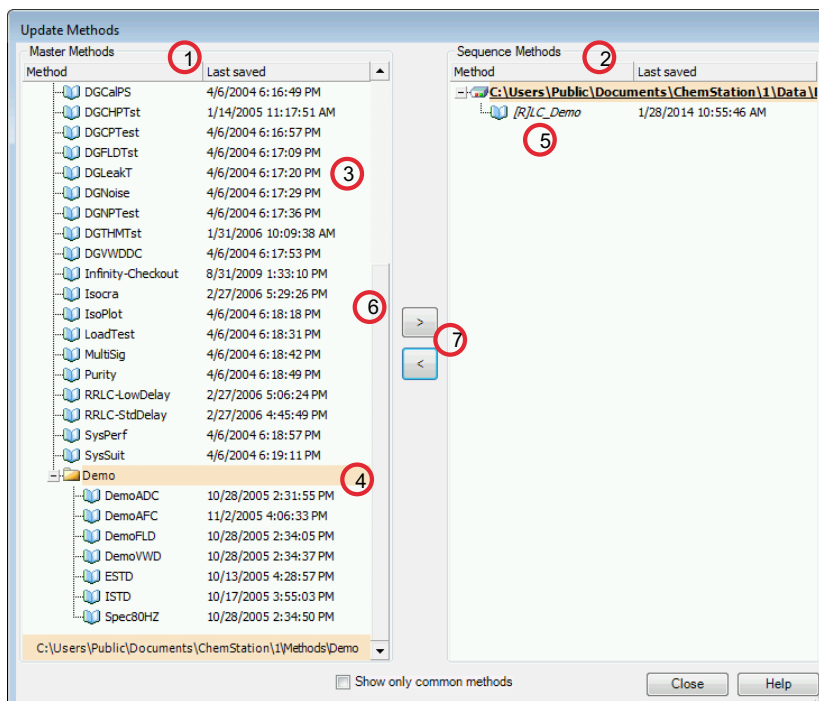


Figure 6 Boîte de dialogue Update Methods

- 1 Sur la gauche apparaissent toutes les méthodes de tous les répertoires de méthodes de référence (tel que configuré dans les Préférences).
- 2 Sur le côté droit, vous voyez les méthodes du jeu de résultats actuellement chargé.
- 3 Pour chaque méthode, vous voyez la date de son dernier enregistrement. L'info-bulle de la date affiche la dernière entrée de la méthode.
- 4 Les méthodes peuvent également être stockées dans des sous-dossiers du répertoire de méthode de référence.
- 5 Les méthodes en lecture seule disposent d'un préfixe [R]. La méthode de séquence actuellement chargée est toujours présentée en italiques.

- 6 Les méthodes communes au jeu de résultats de la séquence et au pool de méthode de référence s'affichent en gras. Les méthodes ne correspondent que par leur nom ; si un nom de méthode existe dans plusieurs pools, chacune des instances est considérée comme commune.
- 7 Vous pouvez copier des méthodes entre un pool de méthode de référence et le jeu de résultats de la séquence par un tirer-lâcher ou à l'aide des boutons < et >. Vous ne pouvez pas écraser des méthodes en lecture seule.

Enregistrer une méthode comme nouvelle méthode de référence

Vous pouvez enregistrer les paramètres de traitement des données de DA.M comme nouvelle méthode de référence. Cependant, le DA.M ne contient pas les paramètres d'acquisition. Pour fournir un jeu valide de paramètres d'acquisition pour la nouvelle méthode de référence, vous devez donc sélectionner une autre méthode comme modèle pour les paramètres d'acquisition (voir figure ci-dessous). La nouvelle méthode de référence contiendra ensuite vos paramètres de traitement des données actuels du DA.M et les paramètres d'acquisition de la méthode de modèle sélectionnée. La nouvelle méthode sera créée dans le dossier où se trouve la méthode de modèle d'acquisition.

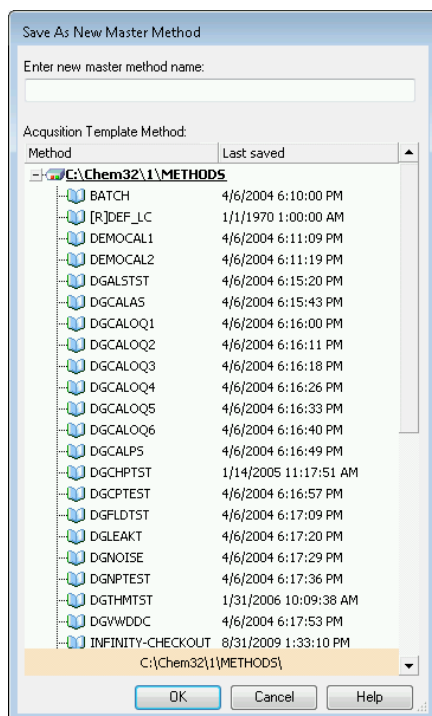


Figure 7 Boîte de dialogue Save as New Master Method

Pendant l'exécution d'une méthode

Les parties de la méthode à exécuter au démarrage d'une analyse sont indiquées dans la boîte de dialogue **Run Time Checklist**.

La liste de contrôle d'analyse comporte les éléments suivants :

- commande ou macro pré-analyse;
- acquisition de données;
- traitement des données standard;
- méthode d'analyse du second signal (GC uniquement);
- mise à jour des valeurs de champs personnalisés;
- traitement des données personnalisé;
- enregistrement des données BPL;
- commande ou macro post-analyse;
- enregistrement d'une copie de la méthode avec les données (RUN.M).

Lors de l'exécution d'une méthode, les parties de la méthode spécifiées dans la boîte de dialogue Liste de vérification du temps d'analyse sont exécutées. Utilisez le menu **Method> Run Time Checklist...** pour afficher ou modifier les parties spécifiées de la liste de vérification du temps d'analyse.

Pour plus d'informations sur les commandes et sur la façon de les configurer, voir « [Utilisation des commandes ou des macros personnalisées dans ChemStation](#) », page 26.

Récapitulatif de l'exécution d'une méthode

Le fonctionnement d'une méthode est décomposé sur la liste ci-dessous (cas où tous les éléments de la liste de vérification de l'exécution sont sélectionnés).

- 1 *Macro de commande de pré-analyse*
Effectue une tâche avant le début de l'analyse.
- 2 *Acquisition des données*
Lance le programme d'injection.
Injecte l'échantillon.

- Acquiert des données brutes.
Stocke les données.
Enregistre les paramètres d'acquisition dans le fichier ACQ.TXT.
- 3** Facultatif, comme indiqué dans la liste de vérification de l'exécution : *Enregistrer une copie de la méthode avec les données* en tant que RUN.M.
- 4** *Traitement des données (traiter les données)*
Charge le fichier de données.
Intègre le fichier de données.
Identifie et quantifie les pics.
Effectue une recherche dans la bibliothèque spectrale, le cas échéant.
Vérifie la pureté des pics, le cas échéant.
Enregistre une copie de la méthode (DA.M).
Imprime les rapports (après avoir mis à jour les valeurs des champs personnalisés, si c'est l'option choisie).
- 5** *Mettre à jour les valeurs des champs personnalisés*
Exécute vos macros pour mettre à jour les valeurs des champs personnalisés avant l'impression des rapports.
- 6** *Traitement des données personnalisé*
Exécute vos macros après l'impression des rapports.
- 7** *Enregistrer les données de BPL*
Enregistre le fichier de registre binaire GLPSave.Reg.
- 8** *Macro de commande de post-analyse*
Effectue une tâche une fois l'analyse terminée (génération d'un rapport personnalisé, par exemple).

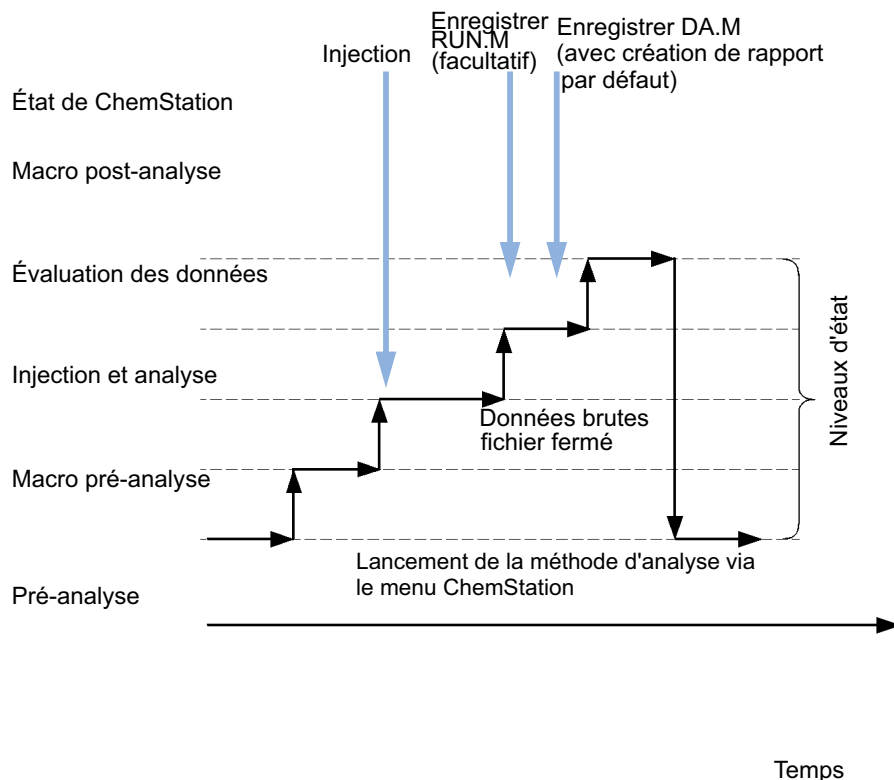


Figure 8 Exécution de méthode

Le schéma ci-dessous représente l'état du logiciel ChemStation lors de l'exécution d'une méthode, tous les éléments de la liste de contrôle d'analyse étant sélectionnés.

Commande ou macro de pré-analyse (liste de vérification de l'exécution)

Lorsque vous spécifiez une commande ou une macro de pré-analyse, celle-ci est exécutée avant le début de l'analyse. En règle générale, cet élément est utilisé dans le cadre de la personnalisation du système en association avec d'autres logiciels.

Acquisition de données (Liste de vérification de l'exécution)

- Tous les paramètres sont configurés conformément aux conditions initiales spécifiées dans la méthode active.
- Si vous l'avez désigné, le programme d'injection est exécuté et une injection est effectuée à partir du flacon défini.
- L'affichage du moniteur montre la progression de l'analyse, y compris les informations relatives à la chromatographie/à l'électrophorèse et les données spectrales éventuelles.
- Les données sont acquises et stockées dans un fichier de données.
- Une fois les données acquises, les paramètres d'acquisition de la méthode en cours d'exécution sont enregistrés dans un fichier ACQ.txt pour le fichier de données par défaut.

Traitement des données (Liste de vérification du temps d'analyse)

Une fois le temps de fin d'analyse écoulé, l'analyse prend fin et toutes les données brutes sont stockées sur le disque dur de l'ordinateur. Le module de traitement des données du logiciel démarre lorsque toutes les données brutes sont stockées.

Intégration

- Les objets chromatogrammes/électrophorégrammes acquis sont intégrés conformément aux paramètres de la boîte de dialogue Événements d'intégration.
- Pour chaque pic, le début, le sommet, le temps de rétention/de migration et la fin sont déterminés.
- Des lignes de base sont définies pour chaque pic, afin de déterminer l'aire et la hauteur du pic final.
- Les résultats d'intégration sont générés sous la forme d'une liste de résultats d'intégration.

Identification et quantification des pics

- En utilisant les temps de rétention/migration et les qualificateurs de pic facultatifs, le logiciel identifie les pics en les associant aux composants connus définis dans la table d'étalonnage.
- Le logiciel utilise la hauteur ou l'aire des pics pour calculer la quantité de chacun des composants détectés à l'aide des paramètres d'étalonnage spécifiés dans la table d'étalonnage.

Recherche de bibliothèque spectrale (pour les systèmes CPL 3D, EC, EC/SM et CPL/SM uniquement, disponible avec la création de rapports classique).

Pour tous les pics dotés de spectres UV-visible, une recherche est automatiquement effectuée dans la bibliothèque spectrale prédéfinie afin d'identifier les composants de l'échantillon sur la base des spectres UV-visible. Pour plus d'informations, reportez-vous à *Comprendre votre module spectral*.

Contrôle de la pureté des pics (pour les systèmes CPL 3D, EC, EC/SM et CPL/SM uniquement)

Vous pouvez calculer le facteur de pureté d'un pic doté de spectres UV-visible et consigner cette valeur dans un registre. Pour que la pureté des pics soit automatiquement calculée à la fin de chaque analyse comme partie intégrante de la méthode, cochez la case Vérifier la pureté lorsque vous désignez une bibliothèque pour la recherche automatique ou lorsque vous sélectionnez un style de rapport approprié. Pour plus d'informations, reportez-vous à *Comprendre votre module spectral*.

Imprimer le rapport

Un rapport indiquant le nom et la quantité des composants détectés au cours de l'analyse est généré.

REMARQUE

Si vous exécutez une macro de mise à jour des champs personnalisés, les rapports sont générés *après* l'exécution de cette macro.

Mettre à jour les valeurs des champs personnalisés

ChemStation permet de définir des champs personnalisés pour un échantillon et pour des composés spécifiques. Ces valeurs de champs personnalisés peuvent être incluses dans vos rapports. Par défaut ces valeurs sont statiques. **Update Custom Fields Value** vous permet de modifier les valeurs de champs personnalisés avant que les rapports ne soient générés. Les champs mis à jour sont disponibles en Classic Reporting ou Intelligent Reporting.

Un exemple de macro est disponible dans le dossier **Disk2> UCL**.

Votre macro de mise à jour des champs personnalisés est exécutée comme suit :

- 1 Dans le cadre d'un traitement des données standard, peu avant la création des rapports.
- 2 Lors de chaque création/prévisualisation de rapport dans la fenêtre **Data Analysis** (même si le Traitement des données standard n'est pas sélectionné dans la liste de vérification du temps d'analyse).

REMARQUE

Pendant le retraitement, les valeurs de champs personnalisés sont toujours remplacées par les valeurs statiques définies dans la séquence/l'échantillon. Les champs personnalisés sont modifiés uniquement peu avant la génération des rapports. Par conséquent, si vous retraitez une séquence par une méthode différente ne contenant pas la macro de mise à jour des champs personnalisés, les valeurs sont réinitialisées aux valeurs statiques définies.

Traitement des données personnalisée

Il vous permet d'exécuter vos propres macros personnalisées pour évaluer les données analytiques.

Si Traitement des données standard est activé, ces macros s'exécutent *après* la génération des rapports. Les résultats ne sont donc pas disponibles pour le reporting (qu'il soit classique ou intelligent). Si Traitement des données standard est désactivé, elles sont exécutées après l'acquisition des données.

Enregistrement des données de BPL

Enregistre le registre binaire GLPSave.Reg avec la méthode de traitement des données dans le répertoire des données. Cette fonction permet de garantir l'origine des données et la qualité de chacune des analyses.

Le fichier binaire GLPSave.Reg est un fichier de registre non modifiable et protégé qui comporte les informations suivantes :

- les principaux points de consigne des instruments (qui peuvent être consultés sous une forme graphique),
- les acquisitions de chromatographie ou d'électrophorèse,
- les résultats d'intégration,
- les résultats de quantification,
- la méthode de traitement des données,
- le journal.

Ces données ne sont enregistrées que si vous avez activé la fonction Enregistrer les données de BPL en cochant la case correspondante sur la liste de vérification de l'exécution. Vous pouvez consulter les données de BPL à partir du menu Traitement des données du logiciel ChemStation, mais vous ne pouvez pas les modifier.

Commande ou macro de post-analyse

Si vous avez défini une commande ou une macro de post-analyse, elle est exécutée après l'évaluation des données (copie de données sur un disque pour les sauvegarder, par exemple).

Enregistrement d'une copie de la méthode avec les données

Cet enregistrement s'effectue une fois l'acquisition des données terminée et uniquement si **Save method with Data** est activée dans la Liste de vérification de l'exécution. La méthode active est alors copiée dans le répertoire de données appelé RUN.M. RUN.M contient les paramètres d'analyse et d'acquisition des données. Il est en lecture seule et constitue un moyen de reconstruire l'analyse dans le futur même si la méthode change entre-temps. Vous pouvez savoir comment les modifications de la méthode ou des paramètres sélectionnés ont eu des repercussions sur votre analyse, ce qui peut vous aider à l'optimiser.

Enregistrement d'une copie de la méthode (DA.M) avec les données (paramètre par défaut de la ChemStation)

Indépendamment des éléments marqués dans la liste de vérification de l'exécution, une copie des paramètres de traitement des données de la méthode en cours d'exécution est enregistrée sous le nom DA.M avec le rapport dans le fichier de données. Ceci s'effectue à la fin de la partie *Traitement des données standard*, ainsi que lorsque vous créez un rapport dans la vue de traitement des données.

3

Acquisition des données

Qu'est-ce que l'acquisition des données ? 74

Moniteurs en temps réel 77

Contrôle du signal en temps réel 77

Moniteur de spectres en temps réel 77

Journal 78

Informations sur l'état 79

Barre d'état 79

Schéma du système 79

Règles et alertes 81

Ce chapitre contient une présentation du processus d'acquisition de données.

Qu'est-ce que l'acquisition des données ?

Qu'est-ce que l'acquisition de données ?

Lors de l'acquisition de données, tous les signaux analogiques acquis par l'instrument d'analyse sont convertis en signaux numériques dans le détecteur. Le signal numérique est ensuite transmis électroniquement au logiciel ChemStation, puis est stocké dans le fichier de données de signaux.

Sélection du chemin d'accès

La flexibilité du stockage des données pour les analyses simples et les séquences vous permet de définir plusieurs emplacements d'enregistrement sans aucune reconfiguration. L'onglet **Paths** de la boîte de dialogue **Preferences** du menu **View** vous donne la possibilité d'ajouter plusieurs chemins d'accès, en plus du chemin d'accès par défaut¹ C:\Users\Public\Documents\ChemStation\x\DATA (où x est le numéro de l'instrument). Avec les boutons **Add** et **Remove**, il est possible de supprimer des chemins d'accès existants ou de se rendre à un emplacement choisi et d'ajouter le chemin d'accès dans **Preferences**.

Il n'est pas possible de supprimer le chemin d'accès par défaut de la liste, mais on peut le modifier dans la boîte de dialogue **Configure Instrument** depuis le panneau de commande. Pour plus d'informations sur la façon de modifier les chemins d'accès par défaut, reportez-vous au *Guide d'OpenLab CDS ChemStation Edition Guide pour les administrateurs*.

Le menu ChemStation **File > Open Windows Explorer...** permet d'accéder facilement au répertoire de données de l'instrument (par exemple, C:\Users\Public\Documents\ChemStation\1). Vous pouvez également utiliser le raccourci des **Instrument Data** dans le menu Démarrer.

¹ Le chemin peut être défini pendant l'installation.

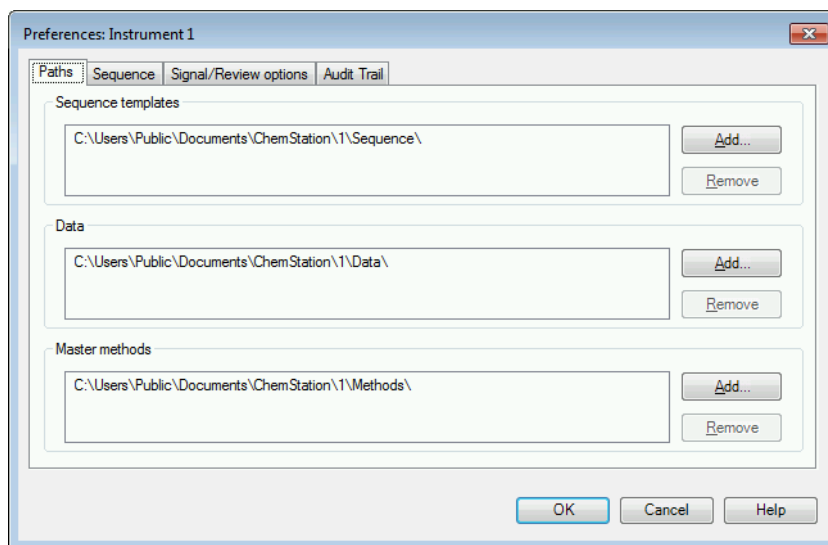


Figure 9 Onglet Paths d'accès dans la boîte de dialogue Preferences

Vous pouvez alors sélectionner tous les nouveaux chemins d'accès de données spécifiés dans les boîtes de dialogue **Sample Info** et **Sequence Parameters** lors des analyses.

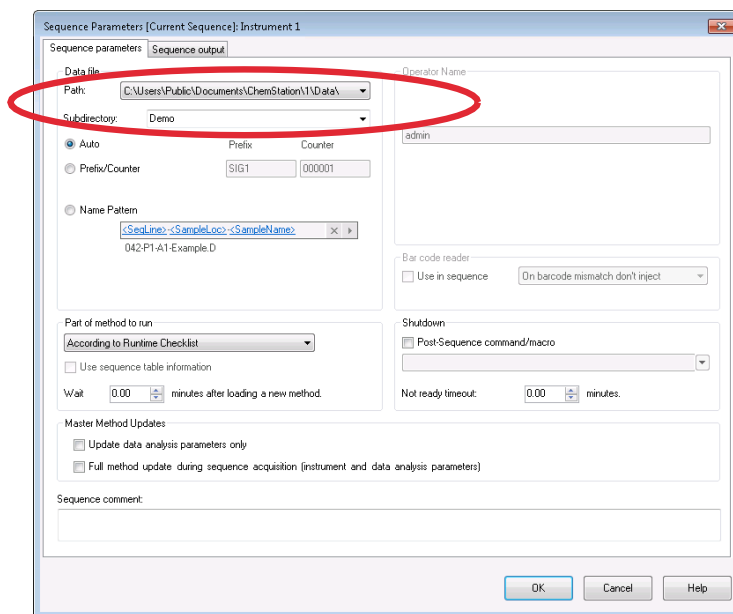


Figure 10 Sélection du chemin d'accès aux données dans la boîte de dialogue Sequence Parameters

Moniteurs en temps réel

Contrôle du signal en temps réel

Le contrôle du signal en temps réel vous permet de surveiller dans la même fenêtre plusieurs signaux et, si cette fonction est prise en charge par l'instrument associé, les tracés des performances de l'instrument. Vous pouvez sélectionner les signaux que vous souhaitez afficher et régler les axes du temps et de la réponse. Pour les détecteurs prenant en charge cette fonction, un bouton de stabilisation est disponible.

Vous pouvez afficher la réponse absolue du signal sur la ligne de message en déplaçant le curseur en croix.

Moniteur de spectres en temps réel

Le moniteur de spectres en temps réel présente l'absorbance en fonction de la longueur d'onde ou du rapport m/z pour les spectres de masse. Vous pouvez régler à la fois la plage de longueurs d'onde et l'échelle d'absorbance à l'écran.

Journal

Le journal affiche les messages générés par le système analytique. Il peut s'agir de messages d'erreur, de messages système ou de messages d'événement provenant d'un module. Le journal enregistre ces événements, qu'ils soient affichés ou non.

Informations sur l'état

Barre d'état

L'interface utilisateur graphique du système ChemStation se compose de barres d'outils et d'une barre d'état dans la vue Contrôle de méthode et d'analyse. La barre d'état comprend un champ d'état du système et des informations sur la séquence et la méthode chargées. En cas de modification après leur chargement, elles sont identifiées par un astérisque ou une roue dentée jaune selon l'instrument. Un symbole EMF jaune indique que les limites d'utilisation fixées pour les consommables (tels que la lampe) de LC ont été dépassées. La barre d'état indique également l'état de la file d'attente, qui peut être **Resumed**, **Paused** ou **Blocked**.

Schéma du système

Si cette option est prise en charge par les instruments d'analyse configurés (par exemple, les modules LC Agilent série 1200 Infinity ou le système de GC Intuvo 9000), vous pouvez afficher un schéma graphique de votre système ChemStation. Un simple coup d'œil suffit alors à vérifier l'état du système. Sélectionnez l'option **System Diagram** dans le menu **View** dans l'affichage **Method and Run Control** pour activer le schéma. Il s'agit d'une représentation graphique de votre système ChemStation. L'état du système est indiqué par un code couleur décrit ci-après.

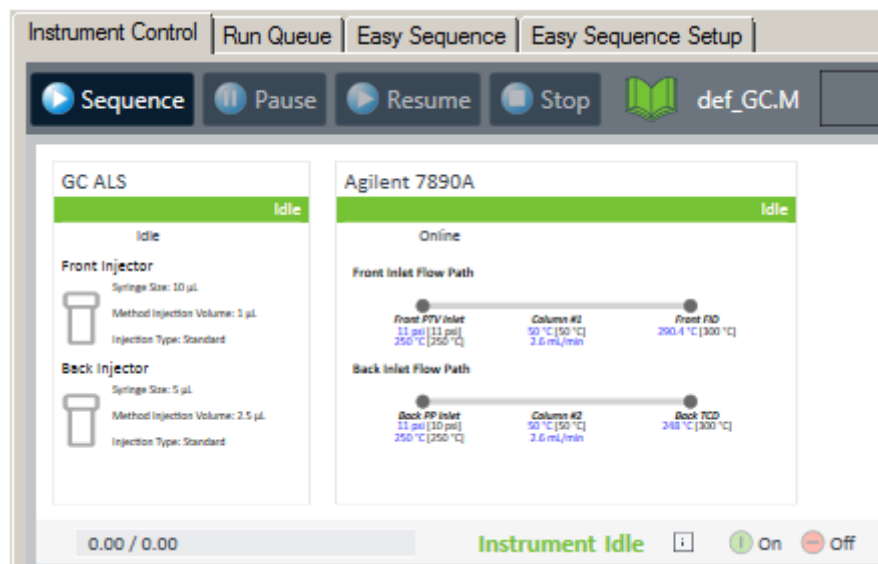


Figure 11 Diagramme du système, par exemple pour un système de GC

Tableau 5 Couleurs utilisées pour indiquer l'état du module ou de l'instrument

| Couleur | Status |
|---------|--|
| gris | hors ligne |
| vert | inactif |
| orange | non prêt |
| rouge | erreur |
| cyan | mode veille (par exemple, lampes éteintes) |
| violet | pré-analyse, post-analyse |
| magenta | en cours d'injection |
| bleu | en cours d'analyse ou post-analyse |

Il est également possible d'afficher des listes des paramètres en cours d'utilisation. En plus d'un aperçu de l'état général du système, ce schéma offre un accès rapide aux boîtes de dialogue permettant de configurer les paramètres de chaque composant du système.

Pour plus d'informations sur le schéma du système, reportez-vous à la section de l'aide en ligne consacrée aux instruments.

Règles et alertes

Pour les pilotes d'instrument prenant en charge cette fonctionnalité (p. ex. le CPG 7890A), vous pouvez aller à **Instrument> Manage Rules and Alerts...** pour définir comment ChemStation réagit à des événements spécifiques pendant l'acquisition.

Par exemple, l'absence d'un flacon ou d'un récipient est une erreur courante en chromatographie. Vous pouvez indiquer si ChemStation doit continuer, suspendre, arrêter ou abandonner l'exécution d'une séquence.

REMARQUE

Les événements pris en charge et les comportements possibles dépendent du pilote de l'instrument.

4

Automatisation/Séquences

| | |
|--|-----|
| Qu'est-ce que l'automatisation ? | 84 |
| Que sont les séquences et les modèles de séquence ? | 85 |
| Paramètres de séquence | 86 |
| Saisie graphique des échantillons | 87 |
| Table de séquence | 91 |
| Création de séquences (séquences et modèles de séquence) | 91 |
| Séquence simple | 96 |
| Présentation | 96 |
| Utilisation de l'onglet Easy Sequence (Séquence) | 97 |
| Utilisation de l'onglet Easy Sequence Setup (Modèle) | 98 |
| Utilisation de séquences (séquences et modèles de séquence) | 100 |
| Acquisition des données dans une séquence | 100 |
| Acquisition de données d'analyses uniques | 102 |
| Mise à jour automatique de méthodes de référence | 102 |
| Échantillons prioritaires | 104 |
| Séquençage avec des échantillons de contrôle | 105 |
| Séquençage avec échantillons de référence vierges | 105 |
| Exécution d'une séquence | 106 |
| Utilisation de l'option Cadence élevé | 107 |
| Interruption d'une séquence | 108 |
| Arrêt d'une séquence | 108 |
| Abandon d'une séquence | 108 |
| Exécution d'une séquence partielle | 109 |
| Création d'un jeu de résultats auto-assemblés | 112 |
| Fichier journal de séquence | 114 |
| Que se passe-t-il lors de l'analyse de séquence ? | 115 |
| Structure d'un fichier de données de séquence | 117 |
| Boîte de dialogue Préférences – onglet Séquence | 117 |
| Structure d'un fichier de données | 118 |
| Attribution d'un nom à des fichiers de données dans une séquence | 120 |
| Attribution automatique d'un nom à des fichiers de données dans une séquence | 120 |
| Saisie manuelle des noms de fichier de données | 121 |
| Utilisation d'un préfixe/compteur pour nommer des fichiers de données | 121 |
| Utilisation d'un modèle de nom pour nommer des fichiers de données | 122 |
| Migration des jeux de résultats | 123 |
| Fonctionnement post-séquence | 126 |

| | |
|---|-----|
| Not Ready Timeout (Temporisation non prêt) (CPL et EC seulement) | 126 |
| Wait Time (Temps d'attente) (CPL et EC seulement) | 127 |
| Rééquilibrage automatique | 128 |
| Spécification de rééquilibrages | 129 |
| Paramètres de rééquilibrage de la table de séquence | 129 |
| Types de séquences | 132 |
| Séquences d'équilibrage explicite | 132 |
| Séquences d'équilibrage cyclique à un niveau | 132 |
| Séquences d'équilibrage cyclique à plusieurs niveaux | 133 |
| Utilisation simultanée d'équilibrages explicites et cycliques | 136 |
| Séquences d'équilibrage cyclique avec encadrement | 138 |
| Séquences de rééquilibrage cyclique utilisant plusieurs flacons qui contiennent la même dilution d'étalon | 142 |

Ce chapitre présente les principes de l'automatisation. Il décrit l'utilisation de séquences dans ChemStation, le processus d'exécution d'une séquence et la personnalisation des séquences.

Qu'est-ce que l'automatisation ?

L'automatisation désigne l'analyse sans surveillance de plusieurs injections.

Le composant séquentiel du logiciel ChemStation permet d'automatiser l'acquisition, l'évaluation des données et la génération des rapports.

Que sont les séquences et les modèles de séquence ?

Une séquence est une série d'instructions permettant d'automatiser l'analyse d'échantillons. Cela permet d'injecter automatiquement chaque échantillon, puis d'acquérir et d'analyser les données conformément à la méthode spécifiée pour l'échantillon en question. Chaque flacon d'échantillon utilisé dans une séquence peut être analysé avec une méthode analytique différente et donc utiliser différentes combinaisons de conditions de chromatographie/d'électrophorèse et différents paramètres d'évaluation.

Les fichiers de séquence (*.s) sont des « modèles de séquence » qui permettent de répéter une acquisition à plusieurs reprises ; ces modèles ne sont toutefois pas utilisés lors du retraitement dans **Data Analysis**. Un jeu de résultats comportant tous les fichiers correspondants est créé lors de l'exécution d'un modèle de séquence. Si vous réutilisez le modèle de séquence, ChemStation crée un nouveau jeu de résultats pour chaque réutilisation.

Les modèles de séquence disponibles sont affichés dans l'explorateur ChemStation. Afin de faciliter la navigation, il est possible d'ajouter des emplacements supplémentaires de modèles de séquence dans l'arborescence de sélection de l'explorateur ChemStation à l'aide de l'onglet **Paths** de la boîte de dialogue **Preferences**.

Il est possible de définir plusieurs séquences pour un instrument et de les programmer dans un ordre approprié. L'onglet **Run Queue** affiche la charge de travail globale pour l'instrument (séquences, échantillons individuels, interruptions, etc.). Vous pouvez définir l'ordre des éléments à traiter directement dans l'onglet File d'attente. Pour plus d'informations sur la file d'attente, voir « [À propos de la file d'attente](#) », page 147.

Paramètres de séquence

La boîte de dialogue **Sequence Parameters** comporte des informations communes à tous les flacons d'échantillons d'une séquence. Vous pouvez utiliser cette boîte de dialogue pour :

- sélectionner le répertoire de données au moyen de la liste déroulante **Path**,
- indiquer le mode de traitement de la séquence en choisissant des paramètres de méthode et d'analyse spécifiques et
- indiquer les actions à effectuer en fin de séquence, par exemple à l'aide d'une commande macro **Shutdown**. Pour plus d'informations sur les commandes personnalisées et sur la façon de les configurer, voir « [Utilisation des commandes ou des macros personnalisées dans ChemStation](#) », page 26.

Par exemple, vous pouvez :

- exécuter la liste de vérification de l'exécution,
- effectuer uniquement l'acquisition,
- ou effectuer uniquement le retraitement (pour les données acquises à l'aide de ChemStation version B.01.03 (ou version antérieure) ou avec l'option **Unique Folder Creation OFF**).

REMARQUE

Les données de séquences acquises via la ChemStation version B.01.03 (ou version antérieure) ou avec l'option **Unique Folder Creation OFF** doivent être retraitées à l'aide l'option **reprocess** de la vue **Method and Run Control**.

Les données de séquences acquises avec la version B.02.01 ou une version ultérieure de la ChemStation doivent être retraitées à l'aide de l'option **reprocess** de la **Data Analysis Navigation table**.

Lorsque vous sélectionnez l'option **reprocess**, vous disposez de deux possibilités : soit utiliser les données d'échantillons définies lors de l'analyse initiale, soit utiliser les données d'échantillons actualisées en cochant la case **Use Sequence Table information**, puis en entrant les nouvelles données dans cette table :

- spécifiez l'utilisation ou non de codes-barres dans la séquence, ainsi que le traitement d'une non-concordance de codes-barres, en partant du principe qu'un lecteur de codes-barres est installé sur le système.

Saisie graphique des échantillons

À partir du modèle ChemStation C.01.07, un système intuitif de saisie graphique des échantillons est disponible, basé sur l'affichage à l'écran d'une représentation du récipient à échantillons et des échantillons qui y sont chargés. Vous pouvez créer de nouveaux échantillons manuellement ou charger des séquences existantes auxquelles vous souhaitez assigner des paramètres qui n'existent pas encore, tels qu'une méthode ou un emplacement de récipient (par exemple, pour des séquences de réinjection générées à partir de fractions collectées).

Les *récipients à échantillons* sont les plateaux ou les plaques utilisés par les instruments dans lesquels les échantillons ou les flacons sont chargés. Les dimensions des récipients à échantillons et leur capacité en ce qui concerne la taille des flacons pouvant être chargés diffèrent d'un instrument à l'autre. Les types de récipient à échantillons décrivent les propriétés physiques d'un plateau ou d'une plaque spécifique au format XML. Les types de récipient à échantillons personnalisés peuvent être sauvegardés de manière centralisée et rendus accessibles dans l'ensemble du laboratoire en important un fichier XML contenant la définition du type de récipient à échantillons. Pour importer des types de récipient à échantillons personnalisés, utilisez le bouton **Import Sample Container Type** dans le panneau de commande d'OpenLab.

Vous pouvez sélectionner un récipient à échantillons dans l'onglet **Sample Entry**. Pour créer de nouvelles saisies d'échantillon dans l'interface utilisateur graphique, il suffit de cliquer sur la représentation du support à échantillons. Les emplacements des échantillons sont codés par couleur selon le type d'échantillon.

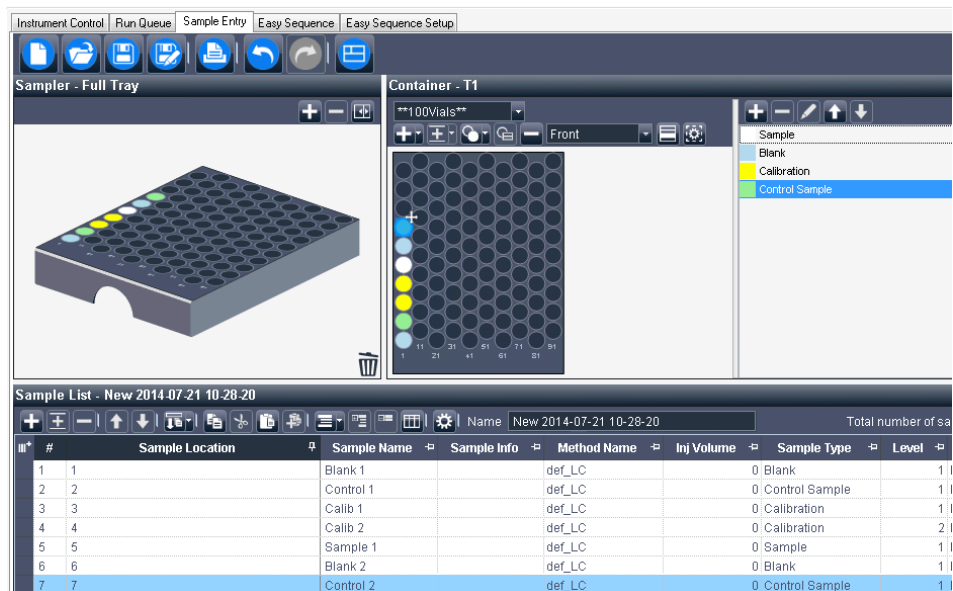


Figure 12 Onglet Sample entry

Vous pouvez définir le modèle pour plusieurs échantillons dans les **Selection Properties** (🔧). Avec ces options, vous pouvez afficher la flèche d'ordre. Faites simplement glisser sur plusieurs emplacements.

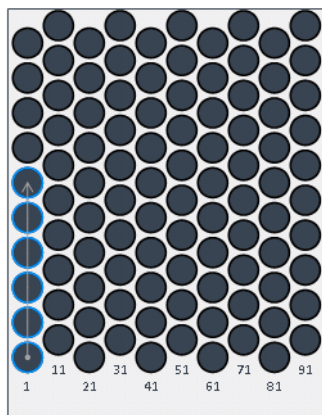


Figure 13 Flèche d'ordre

Pour tous les passeurs automatiques d'échantillons permettant de réarranger physiquement les plaques, il est possible de déplacer des plaques entières vers d'autres emplacements ou d'autres tiroirs en les faisant simplement glisser. Les emplacements des flacons sont automatiquement adaptés dans la liste des échantillons. La configuration du support peut être enregistrée avec le modèle de séquence ou exportée au format PDF.

Vous pouvez également préparer des plaques qui ne sont pas associées à une position ou un tiroir spécifique. Ces *lots en suspens* correspondent aux plaques que vous préparez sur la paillasse. Elles sont sauvegardées avec les autres paramètres dans le modèle de séquence. Vous pouvez charger ce modèle de séquence ultérieurement pour l'instrument approprié puis assigner les plaques préparées à la position et au tiroir corrects.

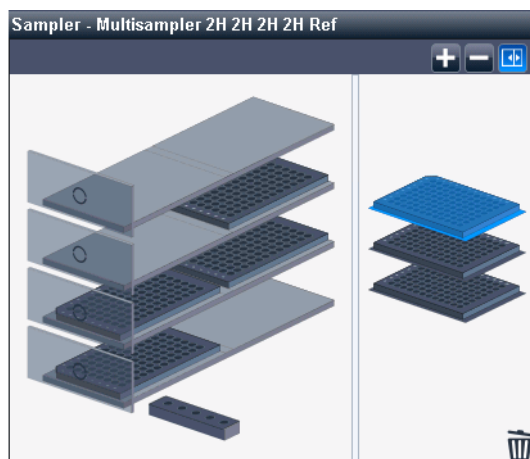


Figure 14 Multi-échantillonneur dans l'onglet Sample entry

La table **Sample List** propose de nombreuses fonctions qui permettent de modifier la table, telles que :

- Copier les plages de cellules
- Ajouter les cellules ou lignes copiées
- Grouper les échantillons par information spécifique
- Recopier vers le bas par incrément automatique intelligent
- Réorganiser une ou plusieurs rangées sélectionnées
- Copier le contenu d'une cellule individuelle ou les zones sélectionnées d'un tableau dans le presse-papiers

Les renseignements préparés dans la liste d'échantillons doivent être les mêmes que ceux de la table de séquence (voir « [Table de séquence](#) », page 91). Une fois terminée, placez la liste des échantillons en tant que séquence dans la file d'attente.

REMARQUE

Une fois que l'exécution de la séquence a démarré, vous ne pouvez plus modifier la liste des échantillons. La modification en ligne n'est possible que dans la table de séquence.

REMARQUE

Pour continuer à modifier ce modèle de séquence dans ChemStation, commencez par le sauvegarder à l'aide du bouton **Save** dans l'onglet **Sample Entry**. Puis chargez à nouveau le modèle de séquence à partir du menu **File** ou **Sequence**.

REMARQUE

La configuration des récipients n'est pas mise à jour dans la présentation graphique du tableau de bord de l'instrument.

Table de séquence

La table de séquence détermine quelles méthodes sont utilisées pour traiter les flacons d'échantillons et l'ordre dans lequel les données des flacons sont acquises et traitées. Cette table comporte également des informations sur chaque échantillon, parmi lesquelles l'emplacement des échantillons sur une plaque¹, les noms des échantillons, les paramètres de quantification et les paramètres de réétalonnage.

Pour les instruments compatibles l'échantillonnage double (GC), une colonne supplémentaire **Injector Location** (avec comme valeurs possibles **Front** ou **Back**) s'affiche dans la table et la case **Dual Simultaneous Injections** est disponible en bas de la table :

- Si vous cochez la case **Dual Simultaneous Injections**, le système combine les analyses et traite deux échantillons à la fois lors de chaque analyse. Les numéros des lignes sont ajustés en conséquence. Dans ce mode vous pouvez trier la table de séquence par emplacement de l'injecteur : **Front** ou **Back**.
- Si cette case n'est pas cochée alors un seul échantillon est traité par analyse. L'ordre des analyses est celui affiché dans la table. Vous pouvez utiliser les injecteurs avant et arrière alternativement.

Pour obtenir la description des colonnes figurant dans cette table et connaître leur mode d'interaction avec les informations stockées dans la méthode, reportez-vous à l'aide en ligne.

Création de séquences (séquences et modèles de séquence)


Utilisez la table de séquence pour spécifier les échantillons et les méthodes ainsi que les flacons à utiliser durant la séquence. La table de séquence énumère les échantillons de la séquence selon l'ordre dans lequel ils seront traités ; elle contient, pour chaque échantillon, le numéro du flacon ou la position de l'échantillon, la méthode, les données d'étalonnage, la quantité d'échantillon, l'étalon interne (ISTD), les facteurs de multiplication et d'autres données.

¹ Il est possible de définir de nouveaux types de récipients à échantillons dans la Configuration de l'instrument ou de les importer dans le Panneau de commande

Sélection des colonnes à afficher

Les informations affichées dans la table de séquence sont configurables :

- Parcourez les colonnes vers la droite ou la gauche pour avoir devant vous celles qui vous intéressent.
- Masquez les colonnes dont vous n'avez pas besoin.

Pour modifier la vue et le contenu de la table de séquence, cliquez sur  (**Column Chooser**) dans la barre d'outils de la table de séquence. Sélectionnez les colonnes que vous souhaitez afficher dans la table de séquence. Selon les logiciels installés, des colonnes supplémentaires peuvent être disponibles ; par exemple, la colonne **Target Mass** si un instrument LC/MS ou CE/MS est installé.

Modes de sélection

Plusieurs cellules ou plages de cellules sont sélectionnables, comme dans les applications Microsoft Excel :

- **Ctrl** + Clic sélectionne plusieurs cellules individuelles
- **Maj** + Clic sélectionne une plage de cellules

Copier, Couper, Coller

- *Copier* : copier les cellules sélectionnées pour les coller dans d'autres applications (p. ex. Microsoft Excel). Les informations copiées comprennent les balises d'en-tête de colonne. Pour voir les balises, collez les informations dans Microsoft Excel par exemple. Grâce à ces balises d'en-tête de colonne, les valeurs peuvent être recollées dans une table de séquence ChemStation même si les colonnes sont dans un autre ordre.
- *Couper* : lorsque des lignes entières sont coupées, elles sont supprimées et placées dans le presse-papiers. Si seules quelques colonnes ou cellules sont coupées, les lignes sont conservées et seul le contenu des cellules est effacé.
- *Coller* : Si toute une ligne est sélectionnée, les valeurs placées dans le presse-papiers sont insérées comme des nouvelles lignes. Si des balises d'en-tête de colonne sont disponibles dans le contenu copié, elles permettent d'ajouter les valeurs dans les colonnes appropriées. Si une seule colonne est sélectionnée, les valeurs du presse-papiers sont collées du haut vers le bas, ligne par ligne, et remplissent autant de colonnes vers la droite qu'il y en a dans le tampon du presse-papiers. Si une seule cellule est sélectionnée, les valeurs du presse-papiers remplissent les cellules en dessous et à droite de la cellule sélectionnée.

Annuler, rétablir

La table de séquence permet d'annuler ou de rétablir la dernière opération.

Insertion, ajout ou suppression de lignes

Pour insérer ou ajouter une nouvelle ligne vierge, ou pour supprimer une ligne existante, utilisez les boutons suivants dans la barre d'outils :



(Insert Line)



(Append Lines)



(Delete Lines)


Utilisation de la fonction Recopier vers le bas

Si plusieurs de vos échantillons utilisent la même méthode, vous pouvez saisir rapidement ces échantillons dans la table de séquence à l'aide de l'icône



Filldown. Cette fonction permet de copier les informations d'une cellule dans les cellules ou les colonnes précédemment sélectionnées. Pour l'emplacement de l'échantillon, le nom de l'échantillon et le nom du fichier de données, les règles d'incrémentation définies dans la boîte de dialogue **Filldown Options** sont utilisées. Pour les autres colonnes, cette fonction copie simplement les champs (par exemple le nom de la méthode, le nombre d'injections par flacon, la quantité d'échantillon et, si spécifiés la quantité d'échantillon, la quantité d'étalon interne (ISTD), et les facteurs de multiplication et de dilution).

Les seules colonnes exclues du processus de répétition sont celles contenant des valeurs uniques, telles que les identifiants du système de gestion de laboratoire. De même, les paramètres d'étalonnage ne sont pas copiés dans les échantillons qui ne sont pas des étalons d'étalonnage.


Grâce aux **Filldown Options** , vous pouvez définir de manière fine la façon dont la fonction Recopier vers le bas remplit les cellules. Cette boîte de dialogue permet de définir les paramètres relatifs à l'emplacement et au nom des échantillons. Sur les plaques multi-puits, il est possible de choisir la direction de l'incrément et de ne l'appliquer qu'à une portion de la plaque.

La fonction de recopie vers le bas des fichiers de données est spéciale : elle ajoute un compteur, sous la forme « -001 », au nom complet du fichier. Pour les applications GC, elle ajoute également la lettre « F » ou « B », suivant l'injecteur choisi pour l'analyse lorsque la fonction Recopier vers le bas a été utilisée.

Assistant de création de lignes

Cet assistant permet de créer efficacement de grandes tables de séquence. Pour cela, deux modes sont disponibles :

- *Mode Simple* : remplissez une ligne avec toutes les valeurs à dupliquer.


Sélectionnez la ligne et utilisez l'**Insert/Filldown Wizard**  pour répéter la ligne n fois. Il est également possible de modifier le paramétrage pour que des étalonnages ou des blancs soient insérés après un certain nombre d'échantillons.

- *Mode Avancé* : remplissez plusieurs lignes pour créer un motif. Sélectionnez toutes ces lignes puis utilisez l'**Insert/Filldown Wizard**. Vous pouvez alterner les étalonnages, les témoins et les blancs et définir le nombre d'analyses d'échantillons, de niveaux d'étalonnage et de paramètres de réétalonnage.

Vous pouvez également décider, par exemple, d'effectuer tous les étalonnages sur le même flacon et de n'incrémenter que les flacons d'échantillons. Les emplacements des échantillons sont répétés selon un incrément intelligent à partir des positions de départ (décalées pour chaque bloc copié), pour conserver les distances de toutes les positions d'échantillons. Si les paramètres ne sont pas définis dans la boîte de dialogue, les valeurs sont simplement dupliquées vers le bas.

Les seules colonnes exclues du processus de répétition sont celles contenant des valeurs uniques, telles que les identifiants du système de gestion de laboratoire.

Filtrage de la table de séquence


Grâce aux **Filter Options** , vous pouvez appliquer un ensemble de conditions pour n'afficher qu'une partie des lignes de la table de séquence.

Le filtrage permet de voir la table de séquence sous forme condensée. Vous pouvez, par exemple, choisir de ne montrer que certains types d'échantillons, certaines méthodes, certains niveaux d'étalonnage, certains emplacements d'échantillons ou certains noms d'échantillons.


Cela aide à vérifier rapidement l'homogénéité, ou à modifier uniquement un certain groupe de lignes de séquence en appliquant la fonction « remplir vers le bas » à la liste filtrée. Par exemple :

- Mettre à jour la quantité d'échantillon pour tous les échantillons à un certain emplacement.
- Changer l'emplacement des flacons ou des échantillons pour un niveau spécifique d'étalonnage.


Lecture de codes-barres

Si votre instrument prend en charge la lecture de codes-barres, cliquez sur **Read Bar Codes**  pour obtenir les noms des échantillons. Sélectionnez dans la table de séquence, la ligne ou la cellule, correspondant à l'emplacement de l'échantillon, dont vous souhaitez lire le code-barres. Une ou plusieurs lignes peuvent être sélectionnées. Le code-barres est placé dans la cellule contenant le nom de l'échantillon, pour chaque emplacement d'échantillon spécifié.

Utilisation du bouton Champs personnalisés

Si des champs personnalisés ont été définis dans la/les méthode(s) utilisée(s) dans la table de séquence, le bouton **Custom Fields**  permet de modifier les valeurs des champs personnalisés pour chaque échantillon (champs personnalisés d'échantillon) ou pour chaque composé dans la méthode d'un échantillon (champs personnalisés de composé).

Prévisualisation de la séquence

L'outil **Sequence Preview**  ouvre une boîte de dialogue qui présente la séquence telle qu'elle sera exécutée avec tous les réétalonnages, les échantillons de contrôle qualité et les blancs dans le bon ordre.

Séquence simple

Présentation

Easy Sequence est une interface utilisateur destinée à configurer rapidement et facilement des séquences à partir des modèles. Le modèle définit les paramètres qui devront être visionnés ou modifiés par l'utilisateur. La configuration d'étalonnage présente une interface de type glisser-déplacer facile à utiliser pour définir les types d'étalonnage et les positions d'échantillons et affiche une présentation de la séquence. **Easy Sequence** permet aux utilisateurs de créer rapidement des séquences selon un certain modèle qui diffèrent dans le nombre d'échantillons, mais dont les autres caractéristiques sont semblables.

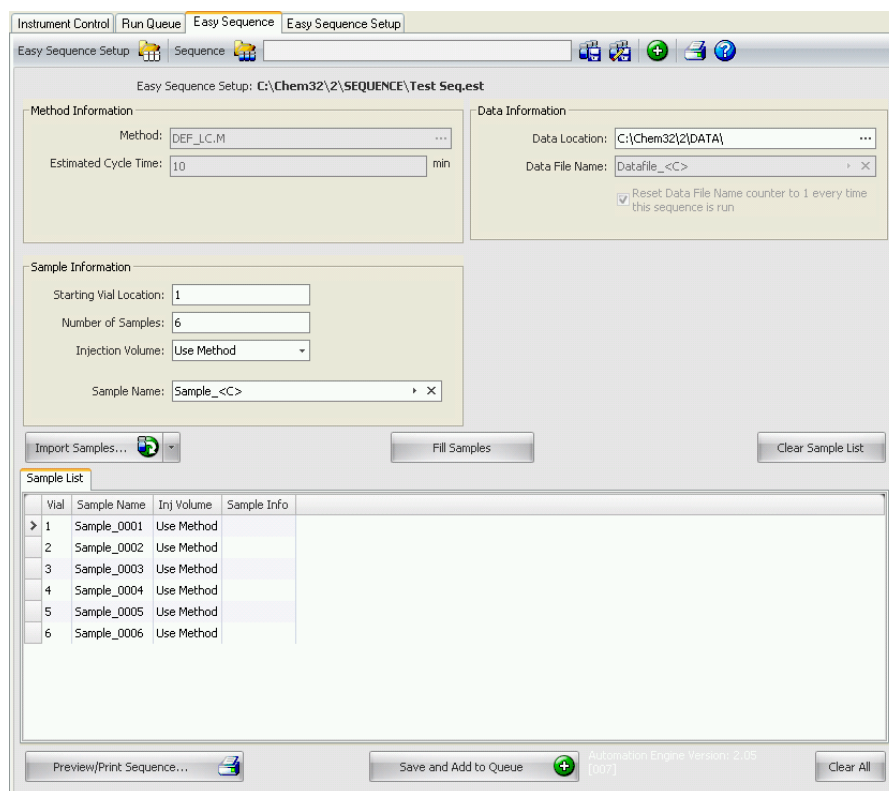


Figure 15 Onglet Easy Sequence

Utilisation de l'onglet Easy Sequence (Séquence)

L'onglet **Easy Sequence** sert à créer une séquence à partir du modèle créé dans l'onglet **Easy Sequence Setup**. Des échantillons sauvegardés au format CSV peuvent également être importés.

Pour définir une séquence

- 1 Dans l'onglet **Easy Sequence**, pour ouvrir un modèle, cliquez sur l'icône **Open Easy Sequence Setup**.
- 2 Faites les mises à jour nécessaires. Celles-ci peuvent inclure les emplacements des flacons d'échantillons, des flacons d'étalons, des données ou de la séquence. Les paramètres disponibles pour les modifications dépendent de la configuration du modèle.
- 3 Si les échantillons préremplis ne correspondent pas aux emplacements des nouveaux échantillons, cliquez sur **Fill Samples** pour remplir de nouveau la table.
- 4 Cliquez sur **Preview/Print Sequence...** pour prévisualiser la séquence
- 5 Enregistrez la séquence.

CONSEIL

La séquence est modifiable tant que son état est **Pending** dans la file.

- 6 Cliquez sur **Save and Add to Queue** pour introduire la séquence dans la file.

Pour importer des données d'échantillon

Des jeux de données d'échantillon peuvent être importés dans la **Easy Sequence**. Avant d'importer des échantillons, le fichier CSV doit être configuré et formaté correctement. Reportez-vous à l'aide en ligne pour savoir comment créer un fichier de données d'échantillon CSV.

- 1 Dans l'onglet **Easy Sequence**, cliquez sur l'icône **Load Easy Sequence Setup** pour ouvrir un modèle.
- 2 Cliquez sur **Import Samples...**
- 3 Sélectionnez le fichier CSV que vous souhaitez importer.
Tous les champs valides sont importés.

REMARQUE

Pour importer des données d'échantillon vers la **Back Sample List**, veillez à ce que la **Back Sample List** soit sélectionnée et affichée avant d'appuyer sur le bouton **Import Samples**.

- 4 Vérifiez les champs en révisant la liste des échantillons.

Utilisation de l'onglet Easy Sequence Setup (Modèle)

La fonction **Easy Sequence Setup** est utilisée pour créer des modèles constituant le point de départ pour créer des séquences. Elle comporte deux panneaux : Échantillons et Étalonnage. Le panneau **Samples** définit les informations de méthode, d'échantillon, de données et de séquence. Le modèle est aussi utilisé pour définir les paramètres qui seront masqués ou en lecture seule. Le panneau **Calibration** présente une interface graphique pour configurer et afficher les analyses d'étalonnage. Il présente une interface de type tirer-lâcher facile à utiliser pour définir les types d'étalonnage, cycliques ou encadrants, mais aussi les positions des échantillons.

Création d'un modèles Easy Sequence :

- 1 Dans l'onglet **Easy Sequence Setup**, sélectionnez le panneau **Samples**. Ouvrez un modèle existant ou créez un nouveau modèle.
- 2 Sélectionnez **Method**. Les options d'injection double seront présentées si la source d'injection de la méthode est double. Une méthode d'analyse arrière peut être spécifiée pour le signal arrière. La méthode est le seul paramètre requis pour un modèle.
- 3 Si vous le souhaitez, entrez la durée estimée (en minutes) d'analyse d'un échantillon. C'est le temps mesuré depuis le démarrage d'un échantillon jusqu'au démarrage de l'échantillon suivant. Ce paramètre est utilisé pour estimer la durée totale prévue de votre séquence. Laissez ce champ vide si vous ne voulez pas utiliser la fonction de temps de cycle estimé.
- 4 Spécifiez le **Starting Vial Location**, le **Number of Samples** et le **Sample Name**.
- 5 Sélectionnez **Data Location**.
- 6 Sélectionnez **Sequence Location** et indiquez le **Sequence Name**.
- 7 Saisissez tous les commentaires pour le modèle.
- 8 Définissez les paramètres qui seront masqués ou en lecture seule. Saisissez une valeur par défaut pour **injections/vial**, **sample amount**, **ISTD amount**, **injection volume**, etc. Cela permet de réduire le risque d'erreur lors de la création d'une séquence dans l'onglet **Easy Sequence**.
- 9 Enregistrez le modèle.

Pour définir des étalonnages :**Prérequis**

La méthode utilisée dans le modèle doit avoir été étalonnée aux niveaux nécessaires.

- 1 Dans l'onglet **Easy Sequence Setup**, sélectionnez le panneau **Calibration**.
- 2 Sélectionnez **Cyclic, Bracketing** ou **Simple Calibration** dans la liste déroulante du **Calibration Mode**.
- 3 Le **Sequence Diagram** comporte les sections suivantes :
 - **Sequence Start**
 - **Bracketing/Cyclic**
 - **Samples/Injections**
 - **Sequence End**
- 4 Dans la zone **Samples** pour la Séquence, indiquez la **Calibration Interval** fondé sur le nombre d'échantillons ou le nombre d'injections.
- 5 Configurez le **Sample type, Blank, Calibrant** ou **QC Sample** en tirant l'icône de la zone **Sample Type** vers la section **Sequence Diagram**.
- 6 Configurez les paramètres pour chaque type d'échantillon et indiquez s'ils doivent être **Hide** ou en **Read-Only**.
- 7 Vérifiez le mode d'étalonnage dans la présentation de la **Easy Sequence**.
- 8 Enregistrez le modèle.

Utilisation de séquences (séquences et modèles de séquence)

Le menu Sequence (Séquence) permet de créer et d'accéder à des séquences et modèles de séquence. Vous pouvez créer et enregistrer des séquences de la même façon que les méthodes. Lorsque vous enregistrez une séquence, un fichier .S est créé. Pour modifier ou réutiliser la séquence, celle-ci est accessible par exemple à l'aide de l'option Load Sequence (Charger la séquence) du menu Sequence (Séquence).

Acquisition des données dans une séquence

Pour exécuter une séquence, il faut que les méthodes prédéfinies appropriées soient disponibles. Il s'agit des méthodes de référence décrites précédemment. Habituellement, le travail s'effectue en mode **Method and Run Control** sur ChemStation. Pour cette raison, en mode **Method and Run Control**, l'explorateur de ChemStation propose un accès aux méthodes de référence et aux modèles de séquence.

Le modèle de séquence référence ces méthodes dans la table de séquence.

Comme expliqué précédemment, lorsque l'on exécute une séquence en utilisant un modèle de séquence <nom_séquence>.S et la méthode de référence <nom_méthode>.M, un nouveau dossier contenant tous les fichiers issus de l'analyse de séquence (« jeu de résultats ») est créé.

L'emplacement de ce dossier est déterminé par les paramètres de la boîte de dialogue **Sequence Parameters** ; l'attribution du nom de ce dossier est déterminée par l'onglet **Sequence** de la boîte de dialogue **Preferences**. Par défaut, l'intitulé est <SeqName> <Date> <Time>, mais il peut être configuré par des jetons, ou manuellement par enregistrement du nom. Pour plus d'informations à propos de l'utilisation des jetons, voir « [Noms de fichier et jetons](#) », page 13. Vous pouvez utiliser les jetons suivants:

- **Current date**
- **Current time**
- **User name**
- **Instrument name**
- **Sequence name**
- **Counter**

- **Computer name**

Si le **Name Pattern** ne donne pas des noms uniques pour les jeux de résultats, ChemStation ajoutera un compteur pour garantir le caractère unique.

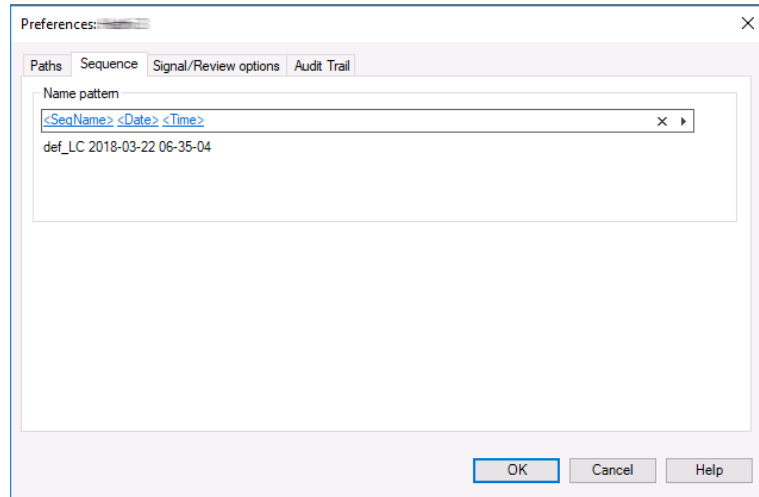


Figure 16 Boîte de dialogue Preferences, onglet Sequence

Au début d'une séquence d'acquisition, la méthode spécifiée dans la table de séquence est copiée du dossier des méthodes de référence vers le jeu de résultats. De plus, une copie de la séquence est créée et placée avec le journal de séquence et le fichier batch (*.b) dans le jeu de résultats. Toutes les mises à jour de la méthode (par exemple, les mises à jour de la table d'étalonnage) sont inscrites dans cette méthode de séquence se trouvant dans le jeu de résultats. Si vous utilisez la création intelligente de rapports, les modèles de rapports sélectionnés dans les Paramètres de séquence ou dans les Propriétés de la méthode sont également copiés dans le jeu de résultats. Tous les fichiers nécessaires sont à présent disponibles pour une révision et un retraitement ultérieurs des données, sans les modifications qui ont été appliquées à la méthode de référence ou au modèle de séquence pour d'autres analyses de séquence.

Durant l'acquisition, les fichiers de données sont stockés dans le jeu de résultats. Dans chaque fichier de données (*.D), une copie de la méthode de séquence est enregistrée pour cette analyse spécifique. Le fichier ACQ.txt contient les paramètres d'acquisition de la méthode de séquence, conservant ainsi l'état initial de la méthode lors de l'acquisition du fichier de données spécifique. Le dossier DA.M contient une copie des paramètres de traitement des données utilisés dans la méthode de séquence.

Grâce à ces fichiers enregistrés dans le dossier de séquence, il est possible d'effectuer toutes les activités de révision et de retraitement des données, sans modifier la méthode de référence ou le modèle de séquence. Le cas échéant, il est également possible d'enregistrer à nouveau des modifications de méthode dans la méthode de référence.

REMARQUE

Le jeu de résultats doit toujours contenir le jeu complet de tous les fichiers de données (*.D). Si vous supprimez une partie des fichiers de données, charger le résultat dans le système central de données pourrait provoquer des problèmes. Si vous devez raccourcir une séquence, créez un jeu de résultats auto-assemblés depuis le jeu réduit de lignes de séquence (reportez-vous à « [Création d'un jeu de résultats auto-assemblés](#) », page 112).

Acquisition de données d'analyses uniques

Pour des analyses uniques, le fichier de données est directement sauvegardé dans le sous-répertoire correspondant. Étant donné que l'on n'emploie qu'une seule méthode pour une analyse unique, il n'est pas nécessaire de copier cette méthode dans le sous-répertoire ; toutes les actions sont effectuées directement avec la méthode de référence. Une fois la partie acquisition de la méthode terminée, une copie des paramètres d'acquisition est enregistrée dans le fichier ACQ.txt. Une copie des paramètres d'analyse de données est enregistrée dans le répertoire des fichiers de données (DA.M) après l'achèvement de la partie analyse de données de la méthode de référence.

Mise à jour automatique de méthodes de référence

Ces fonctions vous permettent de spécifier s'il faut mettre à jour et quand mettre à jour les méthodes de référence utilisées dans la séquence. Cela permet de garantir, par exemple, que la table d'étalonnage est tenue à jour.

Vous pouvez activer ces fonctions dans la boîte de dialogue **Sequence Parameters** (voir figure ci-dessous) :

- **Update data analysis parameters only** :
cochez cette case si vous souhaitez mettre à jour les paramètres de traitement des données pour toutes les méthodes avec le jeu de résultats dans le dossier des méthodes de référence à la fin de la séquence.

- **Full method update during sequence acquisition (instrument and data analysis parameters) :**

cochez cette case si vous souhaitez mettre à jour la méthode de référence avec les modifications apportées aux paramètres de l'instrument à la fin de chaque analyse. Les paramètres de traitement des données sont mis à jour en même temps. Si les paramètres de l'instrument ne sont pas modifiés, les paramètres de traitement des données sont mis à jour à la fin de la séquence.

La condition préalable à la mise à jour d'une méthode de référence est que la méthode de référence correspondante (une méthode ayant le même nom que la méthode de la séquence) existe encore dans le même répertoire des méthodes de référence qu'au moment de sa copie dans le jeu de résultats.

Pour modifier l'état de la case et mettre à jour les méthodes de référence, vous devez disposer des privilèges **Save method changes** et **Edit sequence summary**. Pour plus d'informations sur la gestion des utilisateurs et les privilèges, reportez-vous au *guide de configuration d'OpenLab CDS ChemStation Edition* [CDS_CS_configure.pdf].

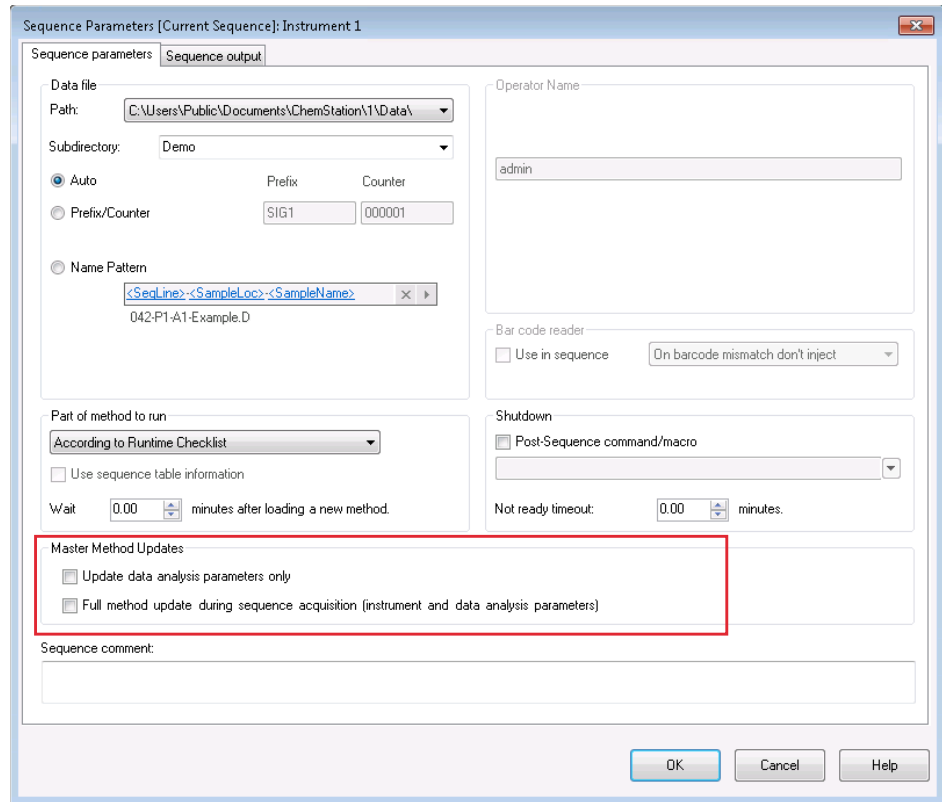


Figure 17 Option de mise à jour de méthodes de référence dans la boîte de dialogue Paramètres de séquence

REMARQUE

Comme cette fonction a un impact sur les performances, il n'est pas conseillé de l'utiliser si vous avez des séquences contenant des centaines de méthodes.

Échantillons prioritaires

Une séquence en cours d'analyse peut être interrompue une fois la méthode en cours terminée. La séquence peut être interrompue pour permettre l'analyse d'un échantillon prioritaire via la même méthode ou une méthode différente. La séquence peut alors être reprise à l'endroit où elle a été interrompue, avec l'échantillon concerné.

Séquençage avec des échantillons de contrôle

Vous pouvez spécifier des échantillons de contrôle dans le champ Sample Type (Type d'échantillon) de la table de séquence. La méthode utilisée pour analyser l'échantillon de contrôle doit contenir une table d'étalonnage où sont indiquées les limites d'échantillon de contrôle pour l'un des composés. En cas de dépassement des limites d'échantillon de contrôle spécifiées, la séquence est arrêtée et un message est consigné dans le journal. Si vous utilisez l'un des styles de rapport ChemStation, les limites d'échantillon de contrôle sont également imprimées sur les rapports générés pour ces analyses. Pour plus d'informations sur le mode de définition d'une séquence avec des échantillons de contrôle, reportez-vous à la section How To (Comment faire) de l'aide en ligne.

Séquenciation avec échantillons de référence vierges

Les signaux de référence sont nécessaires pour évaluer le taux signal/bruit tel qu'il est défini par la Pharmacopée européenne. Vous pouvez préciser le fichier de données de référence dans la table de séquences en choisissant le type d'échantillon **Blank** pour les échantillons correspondant.

Si vous utilisez plusieurs fichiers de référence, l'ordre des fichiers est déterminant. ChemStation utilise un fichier de référence pour tous les lancements successifs, jusqu'au nouveau fichier de référence du tableau de séquence. Le fichier de référence d'un échantillon vierge sert comme sa propre référence. Consultez la vue d'ensemble de la séquence contenant eux échantillons vierges:

Tableau 6 Exemple de séquence avec échantillons vierges.

| | Échantillon | Fichier de données | Fichier de référence |
|---|---------------|--------------------|----------------------|
| 1 | Echantillon 1 | DF01.D | |
| 2 | Vierge1 | DF02.D | DF02.D |
| 3 | Echantillon2 | DF03.D | DF02.D |
| 4 | Echantillon 3 | DF04.D | DF02.D |
| 5 | Vierge2 | DF05.D | DF05.D |
| 6 | Echantillon4 | DF06.D | DF05.D |
| 7 | Echantillon5 | DF07.D | DF05.D |

Consultez le guide de référence pour plus de détails à propos du calcul du taux signal/bruit.

Exécution d'une séquence

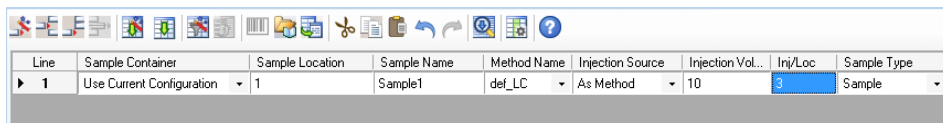
Dès que vous placez une séquence dans la file d'attente, la table de séquence se transforme en liste analyse-par-analyse. Elle présente la séquence telle qu'elle sera exécutée avec tous les réétalonnages, les échantillons de contrôle qualité et les blancs dans le bon ordre. Le fichier de séquence ainsi généré est stocké dans le jeu de résultats.

Les lignes de séquences déjà acquises ou en cours d'acquisition sont verrouillées. Elles ne peuvent plus être modifiées. Dans le cas de certains flux de tâches, par exemple si vous utilisez un instrument avec un espace de tête ou si vous avez configuré des injections qui se chevauchent, plusieurs analyses à venir sont également verrouillées.

REMARQUE

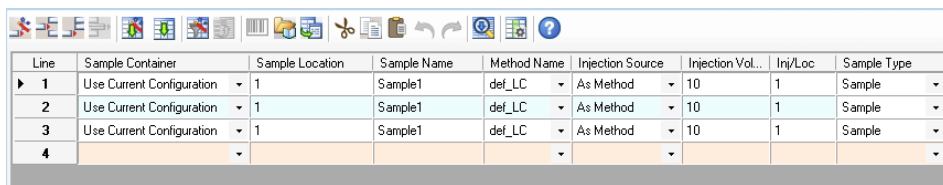
Si vous ajoutez des lignes de séquence alors qu'une séquence est déjà en cours d'acquisition, les noms de fichier de données correspondants dépendent de la convention de désignation que vous avez choisie dans les paramètres de séquence. Avec la convention de désignation **Name Pattern**, le nom de fichier de données est résolu lors du démarrage de l'analyse, à l'aide des jetons donnés. Avec les autres conventions de désignation, le nom de fichier par défaut suggéré dans la table de séquence est *OnlineEdited#.D*, où # est incrémenté pour chaque ligne supplémentaire.

Exemple : Séquence à injections multiples



| Line | Sample Container | Sample Location | Sample Name | Method Name | Injection Source | Injection Vol... | Inj/Loc | Sample Type |
|------|---------------------------|-----------------|-------------|-------------|------------------|------------------|---------|-------------|
| 1 | Use Current Configuration | 1 | Sample1 | def_LC | As Method | 10 | 3 | Sample |

Figure 18 Modèle de séquence avant placement dans la file d'attente, échantillon à 3 injections



| Line | Sample Container | Sample Location | Sample Name | Method Name | Injection Source | Injection Vol... | Inj/Loc | Sample Type |
|------|---------------------------|-----------------|-------------|-------------|------------------|------------------|---------|-------------|
| 1 | Use Current Configuration | 1 | Sample1 | def_LC | As Method | 10 | 1 | Sample |
| 2 | Use Current Configuration | 1 | Sample1 | def_LC | As Method | 10 | 1 | Sample |
| 3 | Use Current Configuration | 1 | Sample1 | def_LC | As Method | 10 | 1 | Sample |
| 4 | | | | | | | | |

Figure 19 Fichier de séquence après placement dans la file d'attente, 3 lignes distinctes

Exemple : Séquence à étalonnage cyclique

| Line | Sample Container | Sample Loc... | Sample Name | Method Name | Inj/Loc | Sample Type | Cal Level | Update RF | Update RT | Cal Inte... | Sample Amount | ISTD1 |
|------|------------------|---------------|---------------|-------------|---------|-------------|-----------|-----------|-----------|-------------|---------------|-------|
| 1 | Use Current ... | 1 | Calibration 1 | BRACK | 2 | Calibration | 1 | Bracket | Replace | 3 | | |
| 2 | Use Current ... | 2 | Calibration 2 | BRACK | 2 | Calibration | 2 | Bracket | Replace | 3 | | |
| 3 | Use Current ... | 10 | Sample A | BRACK | 1 | Sample | | | | | | |
| 4 | Use Current ... | 11 | Sample B | BRACK | 1 | Sample | | | | | | |
| 5 | Use Current ... | 12 | Sample C | BRACK | 1 | Sample | | | | | | |

Figure 20 Modèle de séquence avant placement dans la file d'attente, étalonnage cyclique à encadrement

| Line | Sample Container | Sample Loc... | Sample Name | Method Name | Inj/Loc | Sample Type | Cal Level | Update RF | Update RT | Cal Inte... | Sample Amount | ISTD1 |
|------|------------------|---------------|---------------|-------------|---------|-------------|-----------|-----------|-----------|-------------|---------------|-------|
| 1 | Use Current ... | 1 | Calibration 1 | BRACK | 1 | Calibration | 1 | Bracket | Replace | | | |
| 2 | Use Current ... | 1 | Calibration 1 | BRACK | 1 | Calibration | 1 | Bracket | Replace | | | |
| 3 | Use Current ... | 2 | Calibration 2 | BRACK | 1 | Calibration | 2 | Bracket | Replace | | | |
| 4 | Use Current ... | 2 | Calibration 2 | BRACK | 1 | Calibration | 2 | Bracket | Replace | | | |
| 5 | Use Current ... | 10 | Sample A | BRACK | 1 | Sample | | | | | | |
| 6 | Use Current ... | 11 | Sample B | BRACK | 1 | Sample | | | | | | |
| 7 | Use Current ... | 12 | Sample C | BRACK | 1 | Sample | | | | | | |
| 8 | Use Current ... | 1 | Calibration 1 | BRACK | 1 | Calibration | 1 | Bracket | Replace | | | |
| 9 | Use Current ... | 1 | Calibration 1 | BRACK | 1 | Calibration | 1 | Bracket | Replace | | | |
| 10 | Use Current ... | 2 | Calibration 2 | BRACK | 1 | Calibration | 2 | Bracket | Replace | | | |
| 11 | Use Current ... | 2 | Calibration 2 | BRACK | 1 | Calibration | 2 | Bracket | Replace | | | |
| 12 | | | | | | | | | | | | |

Figure 21 Fichier de séquence après placement dans la file d'attente, étalonnage cyclique à encadrement

Utilisation de l'option Cadence élevé

Plusieurs passeurs automatiques d'échantillons LC et GC offrent une option *Cadence élevée* afin d'optimiser le temps d'analyse. Avec cette option, les injections d'une séquence se chevauchent ; le flacon suivant est récupéré et positionné par le passeur d'échantillons pendant que l'acquisition actuelle est en cours. Ceci permet une grande économie de temps par analyse.

Interruption d'une séquence

L'analyse active prend fin avant que la séquence s'interrompt.

Lors de l'interruption d'une séquence, vous ne pouvez modifier ni le nom du fichier de la table de séquence ni celui du fichier de données. Dans la table de séquence, vous pouvez uniquement modifier les lignes de séquence qui n'ont pas encore été exécutées ou le numéro de flacon figurant sur la ligne de séquence en cours. Vous pouvez ajouter, supprimer ou modifier des lignes de séquence des analyses ultérieures.

Par exemple, il peut s'avérer nécessaire de modifier une séquence active pour y ajouter un nouveau lot d'échantillons. Vous modifiez donc la séquence afin que ces flacons constituent l'échantillon suivant que ChemStation traitera après les échantillons sur la ligne de séquence en cours d'analyse.

Arrêt d'une séquence

L'analyse active prend fin immédiatement. En revanche, l'analyse de données sera toujours exécutée pour cette analyse. Une séquence arrêtée ne peut absolument pas être reprise.

Si vous souhaitez mettre fin à l'analyse en cours avant d'arrêter la séquence, interrompez la séquence, attendez que l'analyse soit terminée et arrêtez ensuite la séquence.

Abandon d'une séquence

La fonction d'abandon met immédiatement fin à une séquence active en cours. Aucun traitement des données n'est exécuté. La fonction d'abandon est mise en œuvre pour un arrêt d'urgence et nécessite le redémarrage de la session en cours.

Exécution d'une séquence partielle

Sélection d'un jeu de résultats pour une acquisition partielle

Vous pouvez choisir parmi les options suivantes d'acquisition de séquence partielle :

- acquisition de la séquence partielle pour obtenir un nouveau jeu de résultats

ou

- acquisition de la séquence partielle pour obtenir un jeu de résultats déjà existant.

L'acquisition des fichiers de données à partir de l'exécution d'une séquence partielle pour obtenir un jeu de résultats déjà existant peut être utile dans les scénarios suivants :

- Un fichier de données unique (ou plusieurs fichiers de données) doit être écrasé, par exemple parce qu'un flacon incorrect a été utilisé en premier lieu.
- Seule la première partie de la séquence a été exécutée en premier lieu et les échantillons manquants doivent être ajoutés en exécutant une séquence partielle. Cela peut se produire en cas de défaillance matérielle de l'instrument durant l'acquisition de la séquence.
- Des lignes supplémentaires doivent être ajoutées au modèle de séquence après l'acquisition des lignes déjà existantes. Les analyses supplémentaires doivent être ajoutées aux données déjà existantes.

REMARQUE

La suppression ou l'insertion de lignes dans une partie du modèle de séquence ayant déjà été acquise pourrait mener à des incohérences graves dans l'attribution des noms aux fichiers de données.

Par conséquent, lorsque vous sélectionnez **Partial Sequence** dans le menu **Sequence**, une boîte de dialogue s'affiche et vous permet de sélectionner un jeu de résultats existant dans une liste ou d'en créer un nouveau.

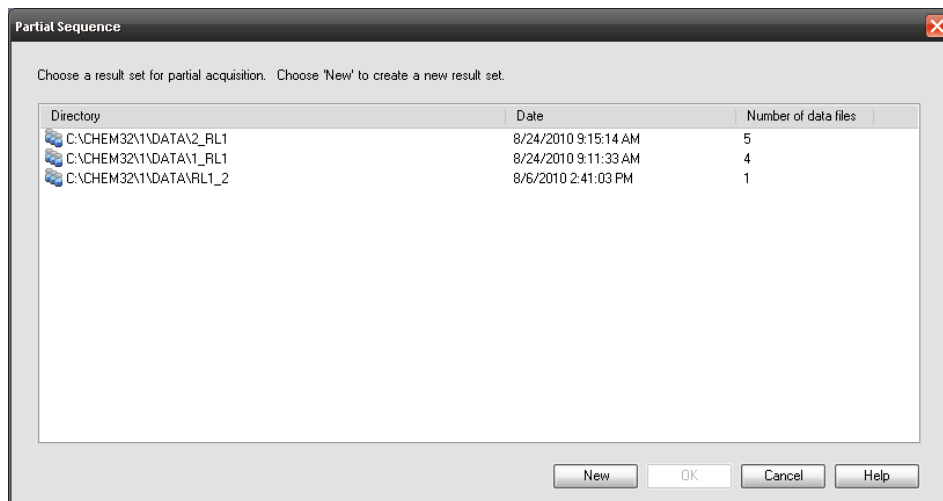


Figure 22 Boîte de dialogue Partial Sequence

Cependant, afin de maintenir la cohérence du jeu de résultats (et pour qu'il puisse être complètement retraité dans **Data Analysis**), seuls les jeux de résultats remplissant certaines conditions peuvent subir une acquisition partielle, à savoir :

- Le nom du modèle de séquence (séquence source) et le nom du fichier de séquence *.S dans le jeu de résultats (séquence cible) sont identiques.
- Le chemin des données et le sous-répertoire doivent être identiques pour les fichiers de séquence.
- Le nombre de lignes de séquence dans la séquence source doit être supérieur ou égal au nombre de lignes de séquence dans la séquence cible.
- Pour chaque ligne dans la séquence cible, le type d'échantillon et le nombre d'injections doivent être identiques aux valeurs dans les lignes correspondantes de la séquence source.
- Le schéma d'attribution des noms aux fichiers de données doit être identique pour les deux fichiers de séquence.

Après avoir fermé cette boîte de dialogue en cliquant sur **OK** (pour sélectionner un des jeux de résultats existants) ou sur **New** (pour créer un nouveau jeu de résultats), vous pouvez sélectionner les lignes de séquence à exécuter durant une séquence partielle.

Sélection de lignes de séquence pour l'acquisition d'une séquence partielle

Le système affiche la boîte de dialogue **Partial Sequence** dans laquelle figure une table vous permettant de sélectionner les échantillons à analyser.

Une analyse simple est présentée sur chaque ligne de la boîte de dialogue **Partial Sequence**. Le flacon, la méthode, le fichier de données ainsi que le nom de l'échantillon sont spécifiés pour chaque analyse. En outre, les informations relatives à la table de séquence et aux étalons sont fournies sous forme codée dans les colonnes Tbl séq et Étal:FR:TR. Reportez-vous à l'aide en ligne pour une description de ces codes.

REMARQUE

La séquence partielle remplit les noms des fichiers de données en début de séquence. Par conséquent, les jetons de noms de fichiers DATE et HEURE ne donneront pas la date et l'heure exactes des injections.

Pour obtenir une version papier de la séquence partielle, cliquez sur le bouton **Print**.

Avec la **Manual update ...**, vous ouvrez la boîte de dialogue **Update Methods**, qui vous permet de synchroniser manuellement les méthodes de référence et les méthodes utilisées dans le modèle de séquence. Avec l'option **Automatic update for selected runs**, vous pouvez mettre à jour toutes les méthodes de séquences utilisées dans les analyses sélectionnées avec leurs méthodes de référence correspondantes.

REMARQUE

Les paramètres d'acquisition et de traitement des données sont mis à jour.

Par exemple, la boîte de dialogue **Partial Sequence** peut ressembler à la suivante. Vous pouvez marquer des échantillons spécifiques pour traitement.

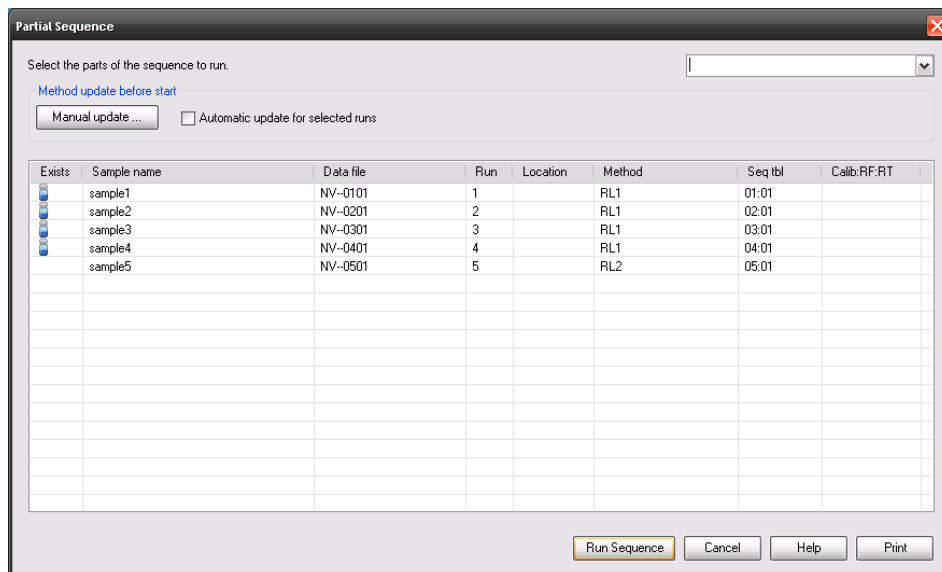


Figure 23 Boîte de dialogue Partial Sequence

Une séquence partielle en cours ne peut pas être modifiée.

La boîte de dialogue **Partial Sequence** est incompatible avec les injections qui se chevauchent (voir « [Utilisation de l'option Cadence élevé](#) », page 107).


Création d'un jeu de résultats auto-assemblés

À l'aide de la commande **Sequence > Create New Result Set** dans la vue **Data Analysis**, vous pouvez créer un nouveau jeu de résultats auto-assemblés à partir des données affichées dans la Table de navigation. Les jeux de résultats auto-assemblés sont utiles, par exemple, dans les cas suivants :

- Vous souhaitez associer des échantillons simples, des séquences ou une combinaison des deux afin de les traiter avec une méthode spécifique.
- Vous souhaitez raccourcir une séquence.

Pour assembler un nouveau jeu de résultat

- 1 Ajoutez les fichiers de données nécessaires dans la table de navigation.
- 2 Dans la table de navigation, sélectionnez tous les fichiers de données que vous souhaitez inclure dans votre nouveau jeu de résultats.
- 3 Sélectionnez **Sequence> Create New Result Set** pour ouvrir la boîte de dialogue **Create New Result Set**.
- 4 Sélectionnez une méthode à associer au nouveau jeu de résultats.
- 5 Spécifiez un dossier pour le nouveau jeu de résultats.
- 6 Triez les échantillons.

Les noms des fichiers de données sont mis à jour automatiquement. Si besoin, vous pouvez restaurer l'ordre initial des échantillons en utilisant la touche  (**Restore initial order**).

Notez que la position d'un fichier vierge est important pour évaluer le taux signal/bruit tel qu'il est défini par le pharmacopée européenne. Voir aussi « Séquenciation avec échantillons de référence vierges », page 105.

- 7 Confirmez les paramètres pour assembler la liste des fichiers de données dans un jeu de résultats dans le dossier spécifié.

Fichier journal de séquence

Un fichier journal indiquant tous les événements qui se sont produits lors de la séquence est généré. Il est utile pour identifier notamment le moment où des erreurs surviennent si la séquence est analysée sans surveillance ou pendant la nuit. Le nom du fichier journal porte toujours l'extension .log. Le fichier journal est stocké dans le répertoire où sont stockées les données de la séquence.

Que se passe-t-il lors de l'analyse de séquence ?

Lancement d'une séquence

Le système crée un jeu de résultats à partir de la définition de chemin d'accès définie dans les paramètres et les préférences de la séquence. Les modèles de séquence *.s, toutes les méthodes définies dans la table de séquence appartenant à cette séquence spécifique sont copiés dans le jeu de résultats. Si vous utilisez la création intelligente de rapports, tous les modèles de rapports *.rdl définis dans la méthode ou dans le modèle de séquence sont également copiés dans le jeu de résultats. Le système continue d'utiliser ces fichiers au cours de l'acquisition. Au début de la séquence, la méthode de la ligne de séquence correspondante est chargée dans ChemStation à partir du jeu de résultats.

Autres opérations effectuées lors de l'exécution d'une séquence :

Les étapes suivantes sont répétées pour chaque ligne de séquence exécutée :

- S'il est équipé d'un passeur automatique d'échantillons, le logiciel ChemStation repère d'abord l'échantillon sur cet instrument à l'aide du numéro saisi dans la colonne Vial (flacon).
- L'instrument est chargé avec les paramètres de méthode.
- La macro de pré-analyse est exécutée.
- L'échantillon est ensuite injecté dans l'instrument (manuellement ou automatiquement).
- Les données sont acquises.
- L'évaluation des données de méthode est effectuée, c'est-à-dire l'intégration, la quantification et la génération de rapport, ainsi que toute macro éventuelle spécifiée par l'utilisateur. Le système sauvegarde un DA.M supplémentaire pendant l'analyse.
- La macro post-analyse est exécutée.
- Pendant tout le processus, ChemStation suit la progression de la séquence en temps réel et génère un fichier journal de séquence.

Que se passe-t-il lors de l'analyse de séquence ?

État de ChemStation

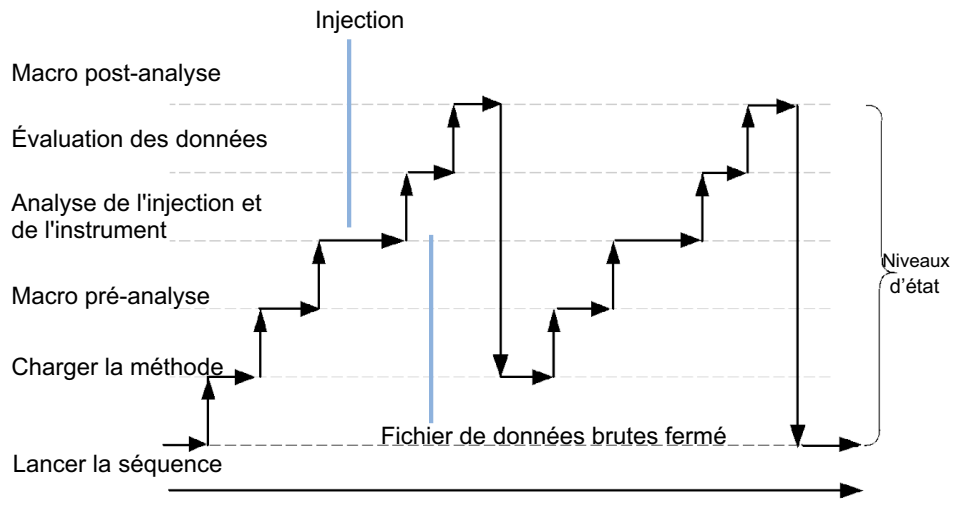


Figure 24 État de la séquence

Structure d'un fichier de données de séquence

Boîte de dialogue Préférences – onglet Séquence

Il y a un lien solide et permanent entre les données brutes et la méthode. Chaque fichier de données, qu'il soit acquis dans une séquence ou comme une analyse simple, est lié à la méthode utilisée pour l'analyse de données.

Les données de séquence sont enregistrées dans un jeu de résultats portant un nom unique. Il est possible de spécifier des conventions de noms (modèles de noms) pour ces jeux de résultats dans l'onglet **Sequence** de la boîte de dialogue **Preferences**. Si aucun modèle de nom n'est spécifié, la définition de nom de séquence par défaut est utilisée. L'onglet **Sequence** est utilisé exclusivement pour l'acquisition de données et n'est donc présent que pour les systèmes en ligne.

Le modèle de nom de séquence peut comporter plusieurs sections. Le système attribue automatiquement un nom au jeu de résultats déterminé par le modèle de nom de séquence que vous avez sélectionné. Les fichiers de données, les méthodes, le journal de séquence, les fichiers <nom_séquence>.s et <nom_séquence>.b de cette séquence précise sont enregistrés dans le jeu de résultats. Le jeu de résultats est créé au démarrage de la séquence.

Les fichiers de séquence (*.s) servent de modèles de séquence. Ce concept vous permet d'exécuter les fichiers de séquences à plusieurs reprises sans écraser les données existantes ni modifier les paramètres de séquence. Si aucun compteur ni délai ne sont utilisés dans le modèle de nom de séquence, le système introduit automatiquement un compteur de manière à éviter d'écraser les données. Lorsqu'un même modèle de séquence est utilisé pour la deuxième séquence, la troisième séquence et les séquences suivantes, un compteur est ajouté au nom du jeu de résultats.

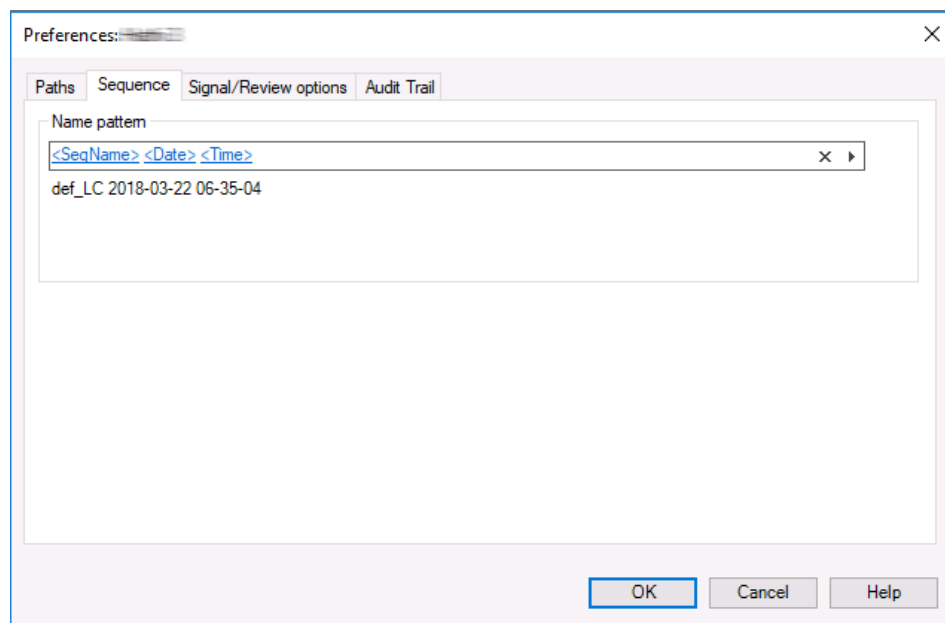


Figure 25 Boîte de dialogue Preferences, onglet Sequence

Structure d'un fichier de données

Il existe un lien solide entre les données brutes, la méthode, et le jeu de résultats, comme le montrent les figures ci-dessous.

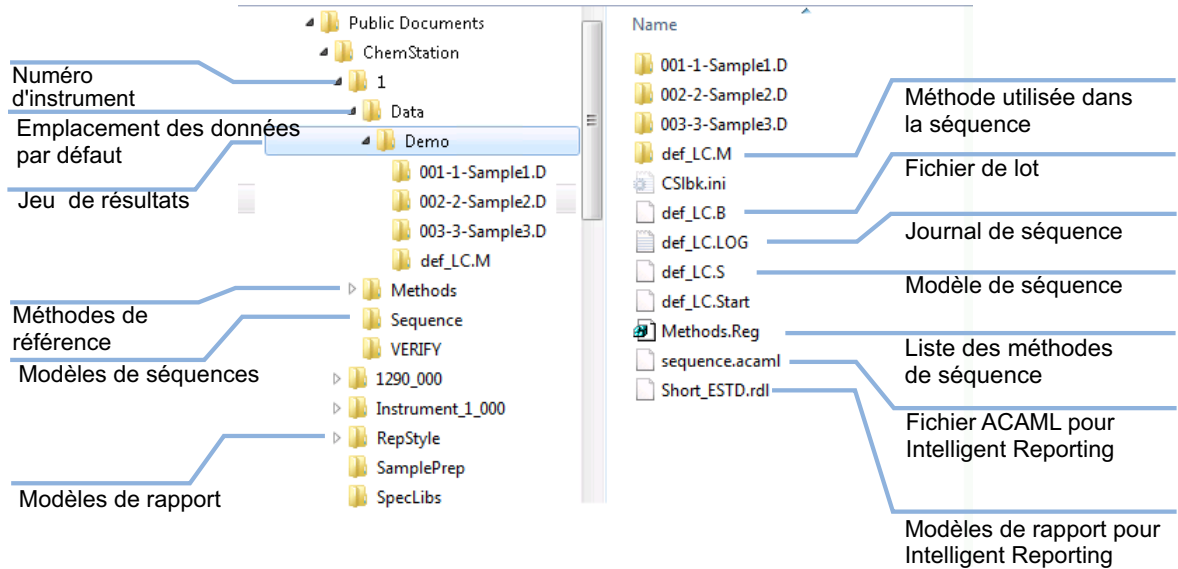


Figure 26 Structure d'un fichier de données de séquence

REMARQUE

Le jeu de résultats doit toujours contenir le jeu complet de tous les fichiers de données (*.D). Si vous supprimez une partie des fichiers de données, le transfert du jeu de résultats vers le système de stockage centralisé des données peut entraîner des problèmes. Si vous avez besoin de raccourcir une séquence, créez un jeu de résultats auto-assemblé à partir d'un jeu réduit de lignes de séquence (voir « Création d'un jeu de résultats auto-assemblés », page 112).

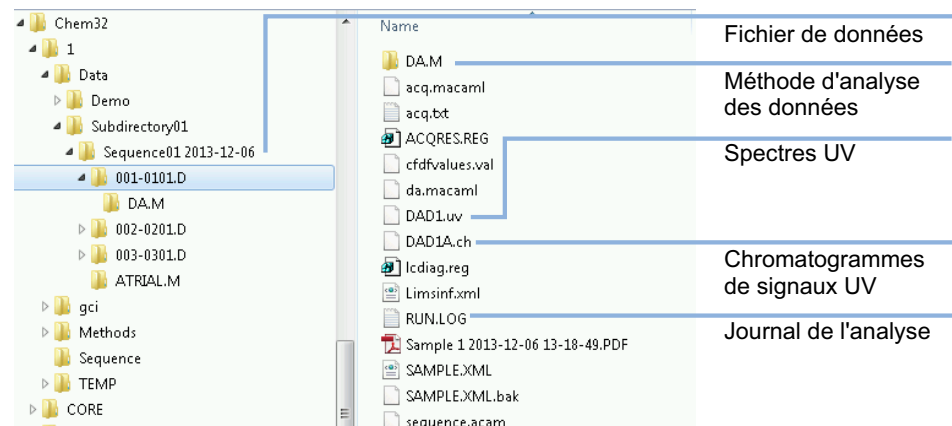


Figure 27 Contenu des fichiers de données

Attribution d'un nom à des fichiers de données dans une séquence

Il est possible d'effectuer le nommage de fichier de données dans une séquence des manières suivantes :

- automatique ;
- manuelle ;
- à l'aide d'un préfixe/compteur ; ou
- à l'aide d'un modèle de nom.

Attribution automatique d'un nom à des fichiers de données dans une séquence

Flacons d'échantillons sur plateaux

Par exemple 017-0103.D

où :

- les trois premiers chiffres représentent le numéro du flacon, par exemple 017 ;
- le quatrième chiffre, en chromatographie en phase liquide et électrophorèse capillaire, est un trait d'union (-) ; en chromatographie en phase gazeuse, il s'agit des lettres F (Avant) ou B (Arrière) ;
- les cinquième et sixième chiffres représentent la ligne de séquence qui définit la méthode utilisée ; par exemple, 01 pour la première ligne de séquence ;
- les septième et huitième chiffres représentent le nombre d'injections pour le flacon, pour la méthode utilisée ; par exemple, 03 pour la troisième injection.

Échantillons dans un multi-échantillonneur

Par exemple D1F-A3-0201.D

où :

- D1F : position (dans ce cas : à l'avant) du support à échantillon dans le tiroir (dans ce cas : D1)
- A3 : position de l'échantillon dans le support à échantillon
- 0201 : ligne de séquence 2, première injection

Analyses à blanc

Par exemple NV--0499.D

où :

- NV signifie « Pas de flacon »
- « - » est un trait d'union de séparation
- 0499 est la 99^e analyse à blanc de la ligne de séquence 4

Saisie manuelle des noms de fichier de données

L'une des colonnes de la table de séquence s'intitule **Datafile**. Lorsqu'il n'existe aucune centrée, le fichier de données spécifié pour les paramètres de séquence (automatique, compteur à préfixe ou modèle de nom) est utilisé pour créer le nom du fichier de données. Si du texte est saisi dans la colonne **Datafile**, ChemStation l'utilise comme nom de fichier de données pour l'analyse.

Si plusieurs injections par flacon sont spécifiées sur une ligne dont le nom de fichier de données a été saisi manuellement, ChemStation remplace automatiquement les caractères à la fin du nom entré par l'utilisateur par le nombre d'injections. Cela empêche la réutilisation du même nom de fichier de données pour différentes injections.

Utilisation d'un préfixe/compteur pour nommer des fichiers de données

Si vous utilisez le préfixe/compteur pour nommer des fichiers de données, ChemStation crée un nom pour chaque analyse. Dans le cas d'un instrument prenant en charge l'analyse à signal double, comme le GC, ChemStation crée un nom pour chaque signal.

La configuration de séquence autorise les noms de fichiers longs pour le préfixe/compteur. Le nom de fichier de données défini par le préfixe/compteur peut avoir jusqu'à quinze caractères plus l'extension .d, soit dix-sept caractères au total.

Les règles ci-dessous s'appliquent au champ préfixe/compteur :

- le compteur lui-même peut avoir au maximum 6 caractères,
- si un préfixe fournit moins de neuf caractères pour le préfixe, le compteur est étendu automatiquement à 6 chiffres,
- le nom donné dans le compteur est le numéro de départ de l'incrément.

Tableau 7 Noms de fichier

| Préfixe | Compteur | Résultats dans le nom de fichier |
|-----------------|----------|----------------------------------|
| long | 000001 | long000001 |
| nomlong | 000001 | longname000001 |
| testwithalongna | 1 | testwithalongna1 |

Utilisation d'un modèle de nom pour nommer des fichiers de données

Vous pouvez utiliser les jetons suivants pour créer les noms de fichier de données de chaque ligne de séquence :

| | |
|-------------------------|--|
| Sample Name | Les informations qui ont reçu un code-barres ou ont été saisies dans le champ Sample Name . |
| Sample Type | Le type d'échantillon : échantillon de contrôle qualité, étalonnage, échantillon. |
| Sample Location | L'emplacement du flacon ou de la plaque de l'échantillon. |
| Method | Le nom de la méthode utilisée pour la ligne de séquence. |
| Sequence Line | Le numéro de ligne actuel de la séquence lancée. |
| Replicate Number | Le numéro de l'injection de ce flacon. |
| Date | Le timbre à date au début de l'acquisition de l'échantillon. |
| Time | L'horodateur au début de l'acquisition de l'échantillon. |

Si votre instrument prend en charge différents emplacements d'injection (GC avec injecteur arrière et avant, par exemple), vous pouvez fournir différents modèles pour chaque emplacement. Par exemple, utilisez un préfixe avec une indication de l'emplacement de l'injection :

- *F-<Ligne de séquence>-<Emplacement de l'échantillon>-<Nom d'échantillon>* pour les injections avant et
- *B-<Ligne de séquence>-<Emplacement de l'échantillon>-<Nom d'échantillon>* pour les injections arrière.

REMARQUE

Les noms de fichier de données ne sont pas résolus tant que l'analyse n'a pas démarré ; par conséquent, la table de séquence ne contient aucun nom de fichier de données.

Les noms de fichier de données résolus sont limités à 40 caractères ; les noms de fichier plus longs sont abrégés. Si un nom de fichier résolu n'est pas unique, un compteur est ajouté.

Migration des jeux de résultats

ChemStation fournit un outil de migration des données n'appartenant pas au jeu de résultats vers un format de jeu de résultats. Cette opération n'aboutit que si le fichier de séquence d'origine est encore disponible. Ce fichier doit contenir toutes les lignes de séquence nécessaires et respecter la convention de nommage des fichiers de données originaux pour retraiter tous les fichiers de données de la séquence. De plus, toutes les méthodes figurant dans la colonne Méthode de la table de séquence doivent être disponibles.

Pour effectuer la migration, démarrez le **Result Set Migration** depuis le menu **Sequence** du mode **Data Analysis**.

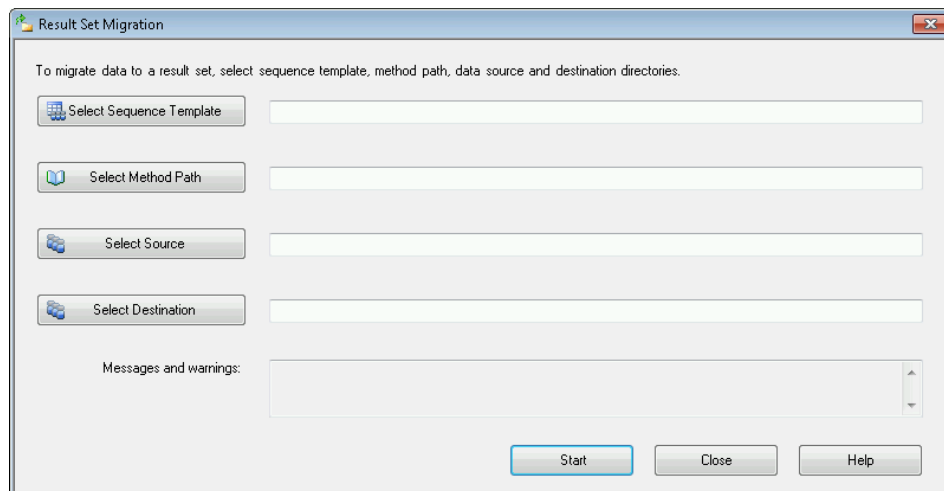


Figure 28 Migration des jeux de résultats

Renseignez les champs obligatoires suivants :

Select Sequence Template : sélectionnez le fichier de séquence (*.S) qui contient la table de séquence correspondant à l'ensemble de données à migrer ;

Select Method Path : sélectionnez le répertoire où se trouvent les méthodes référencées dans la table de séquence ;

Select Source : sélectionnez le répertoire contenant les fichiers de données à migrer ;

Select Destination : spécifiez le chemin et le nom du jeu de résultats à créer. Vous pouvez sélectionner un dossier existant ou en créer un nouveau.

Lorsque tous les champs sont remplis, la migration peut être lancée.

Les opérations suivantes sont réalisées :

- Le répertoire du jeu de résultats est créé.
- Le modèle de séquence est copié vers le jeu de résultats. Il est également converti de manière à pouvoir retraiter les fichiers de données dans la vue **Data Analysis** .
- Les méthodes référencées dans la table de séquence sont copiées depuis le chemin de méthode spécifié vers le dossier du jeu de résultats.

- Les fichiers de données, le journal de séquence et le fichier batch sont copiés depuis le répertoire d'origine des données vers le répertoire de destination .
- Selon les informations présentes dans la table de séquence, une copie de la méthode correspondante est copiée vers chaque fichier de données au format D.A.M.

Une fois la migration du jeu de résultats terminée, un message signalant sa réussite s'affiche dans le champ **Messages and warnings**. Sinon, un message d'avertissement signale tout problème survenu au cours de la migration. Vous pouvez obtenir des détails sur l'avertissement en cliquant sur le message.

Fonctionnement post-séquence

Vous pouvez indiquer ce qui doit se passer au terme d'une séquence d'exécution normale ou si ChemStation détecte une erreur durant la séquence. Vous pouvez le faire en cochant la case **Post-Sequence command/macro** de la section des paramètres de séquence **Shutdown**. Vous disposez d'un choix de commandes intégrées configurées pour certains types d'instruments, par exemple :

- Mettre le système en état de VEILLE, où les lampes, les pompes, le thermostat et le refroidisseur d'échantillons sont éteints.
- Mettre le système en état LAMPOFF avec toutes les lampes éteintes.
- Mettre le système en état PUMPOFF avec toutes les pompes éteintes.
- Utiliser une macro SHUTDOWN par défaut ou modifier SHUTDOWN.MAC pour déterminer une opération spécifique.

Par exemple, vous pouvez arrêter le système au terme de la séquence. La macro d'arrêt peut également servir à paramétrer le débit sur zéro ou à le réduire légèrement. La macro FERMETURE exécutera la commande VEILLE.

Pour plus d'informations sur les commandes intégrées disponibles, voir « commandes » dans l'aide en ligne de ChemStation.

Dans la section des paramètres de séquence **Shutdown**, vous pouvez spécifier une commande ou une macro personnalisée. Pour plus d'informations sur les commandes personnalisées et sur la façon de les configurer, voir « [Utilisation des commandes ou des macros personnalisées dans ChemStation](#) », page 26.

Not Ready Timeout (Temporisation non prêt) (CPL et EC seulement)

La valeur Not Ready Timeout (Temporisation non prêt) des paramètres de séquence représente le temps d'attente nécessaire du système avant que l'instrument soit prêt. Une fois ce laps de temps écoulé, le système s'arrête.

Wait Time (Temps d'attente) (CPL et EC seulement)

Les paramètres de séquence vous permettent d'indiquer un temps d'attente qui est exécuté une fois la méthode chargée et avant l'injection à l'aide de cette méthode. Cela permet de rééquilibrer les colonnes/les capillaires lorsque de nouvelles conditions d'analyse sont utilisées.

Réétalonnage automatique

En général, l'étalonnage s'effectue après toute modification des conditions de fonctionnement (par exemple, changement de colonne ou de capillaire). Le réétalonnage automatique a lieu habituellement au début d'une séquence d'analyses ou à intervalles réguliers durant une séquence d'un programme, pour compenser les facteurs ayant un impact sur les performances analytiques.

Pendant un de réétalonnage, la table d'étalonnage de la méthode utilisée est mise à jour en fonction des paramètres définis pour cette méthode. Les méthodes de réétalonnage sont disponibles dans le jeu de résultats. La table d'étalonnage de la méthode de la séquence est mise à jour pendant ce processus. En outre, la méthode DA.M de chaque fichier de données contient l'étalonnage mis à jour utilisé pour la création des résultats.

Il existe deux méthodes pour spécifier le réétalonnage de séquence automatique :

- les séquences d'étalonnage explicite ou
- les séquences d'étalonnage cyclique.

Spécification de rééchantillonnages

Les paramètres de rééchantillonnage de la séquence sont saisis directement dans la table de séquence. Ces paramètres définissent le mode de rééchantillonnage de la méthode durant une séquence.

Paramètres de rééchantillonnage de la table de séquence

Le facteur de réponse (FR) et les temps de rétention/migration (TR) peuvent être mis à jour de plusieurs façons. Le niveau d'échantillonnage, le facteur de réponse et les temps de rétention/migration mis à jour constituent des informations utilisées dans l'analyse des données pour le rééchantillonnage de la table d'échantillonnage.

Lorsque les données d'échantillonnage sont saisies dans la colonne du type d'échantillon de la table d'échantillons, les colonnes suivantes deviennent actives et peuvent être modifiées :

- Niveau d'échantillonnage
- Mise à jour TR
- Mise à jour du FR
- Intervalle

Les valeurs qui peuvent être saisies dans chacune de ces colonnes sont affichées dans la table.

Tableau 8 Paramètres de rééchantillonnage de la table de séquence

| Niveau d'échantillonnage | Mettre à jour le temps de rétention | Mettre à jour le facteur de réponse | Intervalle |
|---|-------------------------------------|-------------------------------------|--|
| Niveau de table d'échantillonnage - 1-999 | Aucune mise à jour | Aucune mise à jour | Intervalle de rééchantillonnage cyclique - 1-999 |
| | Moyenne | Moyenne | Blanc |
| | Remplacement | Remplacement | |
| | | Encadrement | |
| | | % delta | |

La table comprend les colonnes de la table de séquence qui contiennent les paramètres de réétalonnage et les valeurs qui peuvent être saisies.

Aucune mise à jour

Ne change pas le facteur de réponse ni le temps de rétention/migration.

Remplacement

Remplace les valeurs précédentes pour les temps de rétention/migration et la réponse (aires ou hauteurs) avec celles provenant uniquement de l'analyse en cours. La réponse reste inchangée dans le cas où un pic n'est pas détecté lors de ce réétalonnage.

Moyenne

Fait la moyenne des temps de rétention/migration et des réponses (aires ou hauteurs) pour chaque pic, sur la base de l'étalonnage original et des moyennes de tous les réétalonnages effectués depuis. Si un pic est absent dans l'un des réétalonnages, la réponse moyenne du pic n'est pas affectée.

Encadrement

Les échantillons sont encadrés par les étalonnages effectués avant et après. L'évaluation est effectuée après le dernier étalonnage post-échantillons. Les données d'étalonnage existantes sont remplacées par les données résultant de l'étalonnage pré-échantillons. La moyenne des étalonnages post-échantillons est ajoutée dans cette table d'étalonnage.

Intervalle

L'intervalle représente la fréquence à laquelle l'étalonnage est effectué durant une séquence. La fréquence d'étalonnage correspond au nombre d'injections d'échantillons effectuées avant la série suivante d'injections d'étalonnage. Un étalonnage est effectué au début de l'analyse, et les résultats (facteurs de réponse) sont saisis dans la table d'étalonnage. Ces résultats sont ensuite utilisés dans les calculs quantitatifs ultérieurs. Après la réalisation du nombre d'injections spécifié, un autre étalonnage a lieu et les résultats sont saisis dans la table d'étalonnage, écrasant les résultats des étalonnages précédents.

% delta

Le calcul du % delta permet de comparer les facteurs de réponse d'une analyse avec ceux saisis manuellement dans une table d'étalonnage. Le % delta est ensuite appliqué à tous les pics étalonnés de la table. Plusieurs étalons internes peuvent être identifiés. Leurs facteurs de réponse mesurés sont ensuite utilisés pour calculer de nouveaux facteurs de réponse pour les autres pics. Vous identifiez lequel des étalons internes doit servir à calculer le % delta pour chaque pic de la table d'étalonnage.

Types de séquences

Lors de la préparation d'une séquence, vous pouvez utiliser les types de séquence suivants :

- les séquences à étalonnage explicite,
- les séquences à étalonnage explicite à un seul niveau,
- les séquences à étalonnage cyclique à plusieurs niveaux,
- les séquences combinant étalonnages cyclique et explicite, et
- les séquences à étalonnage cyclique avec encadrement.

REMARQUE

Après avoir placé la séquence dans la file d'attente, toutes les séquences (y compris les séquences à étalonnage avec encadrement) sont transformées en séquences à étalonnage explicite. Voir « [Exécution d'une séquence](#) », page 106.

Pendant l'analyse, la table de séquence montre simplement les injections, analyse par analyse, telles qu'elles sont traitées par l'instrument. Si un échantillon est ajouté pendant l'analyse, tous les échantillons suivants (y compris les étalons) sont déplacés vers le bas de la table de séquence.

Séquences d'étalonnage explicite

Ce type de séquence effectue le réétalonnage aux intervalles spécifiés par vos soins dans la table de séquence.

Pour les séquences d'étalonnage explicite, les étalons sont entrés dans la séquence sans qu'aucune entrée d'intervalle ne soit fournie dans la table de séquence. Le réétalonnage a lieu une fois pour chaque entrée d'étalon de la table de séquence.

Séquences d'étalonnage cyclique à un niveau

Ce type de séquence utilise le même flacon (l'étalon) à intervalles réguliers dans la séquence.

L'entrée d'intervalle de la table de séquence détermine le mode d'exécution du réétalonnage. Par exemple, la valeur d'intervalle 2 effectue le réétalonnage tous les deux flacons d'échantillon de la séquence.

Séquences d'étalonnage cyclique à plusieurs niveaux

Ce type de séquence utilise différents étalons pour réétalonner une méthode étalonnée à plusieurs niveaux.

L'exemple suivant décrit une séquence à deux méthodes (A et B) destinée à analyser deux groupes d'échantillons. A et B sont des méthodes d'étalonnage à plusieurs niveaux qui se réétalonnet automatiquement à intervalles définis.

Pour chaque méthode, la table de séquence inclut trois entrées :

- Deux niveaux d'étalonnage :
 - Lignes de séquence 1 et 2 dans la méthode A.
 - Lignes de séquence 8 et 9 dans la méthode B.
- Cinq entrées pour les échantillons :
 - Ligne de séquence 3 à 7 dans la méthode A.
 - Ligne de séquence 10 à 14 dans la méthode B.

Les étalonnages sont spécifiés à intervalles réguliers par l'entrée d'intervalle de réétalonnage dans la table de réétalonnage de séquence.

- La méthode A se réétalonne tous les deux échantillons.
- La méthode B se réétalonne tous les trois échantillons.

La table de séquence ci-dessous a été abrégée pour simplifier l'exemple.

Tableau 9 Table de séquence pour les méthodes A et B

| Ligne | Emplacement de l'échantillon | Nom de méthode | Inj./ Emplac. | Type d'échantillon | Niveau d'étalonnage | Mise à jour du FR | Mise à jour TR | Intervalle d'étalonnage |
|-------|------------------------------|----------------|---------------|--------------------|---------------------|-------------------|--------------------|-------------------------|
| 1 | 1 | Méthode A | 1 | Étalonnage | 1 | Moyenne | Aucune mise à jour | 2 |
| 2 | 2 | Méthode A | 1 | Étalonnage | 2 | Moyenne | Aucune mise à jour | 2 |
| 3 | 10 | Méthode A | 1 | | | | | |
| 4 | 11 | Méthode A | 1 | | | | | |

Tableau 9 Table de séquence pour les méthodes A et B

| Ligne | Emplacement de l'échantillon | Nom de méthode | Inj./ Emplac. | Type d'échantillon | Niveau d'étalonnage | Mise à jour du FR | Mise à jour TR | Intervalle d'étalonnage |
|-------|------------------------------|----------------|---------------|--------------------|---------------------|-------------------|--------------------|-------------------------|
| 5 | 12 | Méthode A | 1 | | | | | |
| 6 | 13 | Méthode A | 1 | | | | | |
| 7 | 14 | Méthode A | 1 | | | | | |
| 8 | 3 | Méthode B | 1 | Étalonnage | 1 | Moyenne | Aucune mise à jour | 3 |
| 9 | 5 | Méthode B | 2 | Étalonnage | 2 | Moyenne | Aucune mise à jour | 3 |
| 10 | 20 | Méthode B | 1 | | | | | |
| 11 | 21 | Méthode B | 1 | | | | | |
| 12 | 22 | Méthode B | 1 | | | | | |
| 13 | 23 | Méthode B | 1 | | | | | |
| 14 | 24 | Méthode B | 1 | | | | | |

Ordre d'analyse de la méthode A

La méthode A est la première partie de la séquence à deux méthodes.

Tableau 10 Ordre d'analyse de la méthode A

| N° d'injection | Méthode | Flacon | Utilisation |
|----------------|-----------|--------|----------------------------------|
| 1 | Méthode A | 1 | Niveau d'étalonnage 1 et rapport |
| 2 | Méthode A | 2 | Niveau d'étalonnage 2 et rapport |
| 3 | Méthode A | 10 | Analyse d'échantillon et rapport |
| 4 | Méthode A | 11 | Analyse d'échantillon et rapport |
| 5 | Méthode A | 1 | Niveau d'étalonnage 1 et rapport |
| 6 | Méthode A | 2 | Niveau d'étalonnage 2 et rapport |
| 7 | Méthode A | 12 | Analyse d'échantillon et rapport |
| 8 | Méthode A | 13 | Analyse d'échantillon et rapport |
| 9 | Méthode A | 1 | Niveau d'étalonnage 1 et rapport |

Tableau 10 Ordre d'analyse de la méthode A

| N° d'injection | Méthode | Flacon | Utilisation |
|----------------|-----------|--------|----------------------------------|
| 10 | Méthode A | 2 | Niveau d'étalonnage 2 et rapport |
| 11 | Méthode A | 14 | Analyse d'échantillon et rapport |

Ordre d'analyse de la méthode B

La méthode B est la deuxième partie de la séquence à deux méthodes. La méthode B est différente de la méthode A du fait qu'il y a deux injections par flacon pour le niveau d'étalonnage 2. L'entrée d'intervalle est paramétrée sur 3.

Tableau 11 Ordre d'analyse de la méthode B

| N° d'injection | Méthode | Flacon | Utilisation |
|----------------|-----------|--------|----------------------------------|
| 12 | Méthode B | 3 | Niveau d'étalonnage 1 et rapport |
| 13 | Méthode B | 5 | Niveau d'étalonnage 2 et rapport |
| 14 | Méthode B | 5 | Niveau d'étalonnage 2 et rapport |
| 15 | Méthode B | 20 | Analyse d'échantillon et rapport |
| 16 | Méthode B | 21 | Analyse d'échantillon et rapport |
| 17 | Méthode B | 22 | Analyse d'échantillon et rapport |
| 18 | Méthode B | 3 | Niveau d'étalonnage 1 et rapport |
| 19 | Méthode B | 5 | Niveau d'étalonnage 2 et rapport |
| 20 | Méthode B | 5 | Niveau d'étalonnage 2 et rapport |
| 21 | Méthode B | 23 | Analyse d'échantillon et rapport |
| 22 | Méthode B | 24 | Analyse d'échantillon et rapport |

Veuillez noter que les résultats indiqués dans [Tableau 10](#), page 134 et dans [Tableau 11](#), page 135 peuvent être obtenus en utilisant le bouton de prévisualisation dans la table de séquence.

Utilisation simultanée d'étalonnages explicites et cycliques

Ce type de séquence comprend à la fois des étalonnages explicites et cycliques.

Cette fonction permet de réétalonner complètement la méthode en début de séquence (*réétalonnage explicite*), puis de mettre à jour l'étalonnage (*réétalonnage cyclique*) au cours de la séquence.

- Deux lignes d'étalonnage pour chaque niveau d'étalonnage dans la table de séquence doivent être spécifiées. Une ligne d'étalonnage est réservée à l'entrée de réétalonnage explicite et l'autre à l'entrée de réétalonnage cyclique.
- La table de séquence doit contenir des entrées pour chaque ligne d'étalonnage. De plus, tous les flacons de réétalonnage cyclique doivent apparaître avant les entrées de réétalonnage explicite et les entrées d'échantillon.

Exemple

La table de séquence ci-dessous illustre une méthode étalonnée à un niveau, Simplon. Elle a été abrégée pour simplifier l'exemple.

Tableau 12 Table de séquence de SIMPREG

| Ligne | Emplacement de l'échantillon | Nom de méthode | Inj./ Emplac. | Type d'échantillon | Niveau d'étalonnage | Mise à jour du FR | Mise à jour TR | Intervalle d'étalonnage |
|-------|------------------------------|----------------|---------------|--------------------|---------------------|-------------------|----------------|-------------------------|
| 1 | 1 | SimpReg | 1 | Étalonnage | 1 | Moyenne | Moyenne | 3 |
| 2 | 1 | SimpReg | 1 | Étalonnage | 1 | Remplacement | Remplacement | |
| 3 | 2 | SimpReg | 1 | | | | | |
| 4 | 3 | SimpReg | 1 | | | | | |
| 5 | 4 | SimpReg | 1 | | | | | |
| 6 | 5 | SimpReg | 1 | | | | | |
| 7 | 6 | SimpReg | 1 | | | | | |

Il existe deux entrées pour le niveau d'étalonnage simple.

- La première ligne d'étalonnage est destinée au même niveau, mais elle calcule la moyenne des paramètres d'étalonnage. L'entrée d'intervalle spécifie que le réétalonnage est effectué tous les trois échantillons.
- La seconde entrée remplace tous les paramètres de réétalonnage. En d'autres termes, un réétalonnage complet est effectué. Elle n'inclut *aucun* intervalle de réétalonnage.

Table de séquence

La table de séquence comprend sept lignes. La première ligne spécifie l'échantillon de réétalonnage cyclique. La deuxième ligne indique le réétalonnage explicite effectué une seule fois, en début de séquence. De la troisième à la septième ligne sont spécifiés les échantillons à analyser.

L'ordre des entrées dans la table de séquence est très important. Toutes les entrées des flacons de réétalonnage cyclique indiquant un étalonnage cyclique *doivent* apparaître *avant* les entrées d'échantillon ou les entrées de réétalonnage explicite de la méthode.

Ordre d'analyse de SimpReg

Le tableau ci-dessous décrit l'ordre d'analyse de la méthode SimpReg.

Tableau 13 Ordre d'analyse de SimpReg

| Ligne de séquence | N° d'injection | Méthode | Flacon | Utilisation |
|-------------------|----------------|---------|--------|-----------------------|
| 2 | 1 | SimpReg | 1 | Étalonnage simple |
| 1 | 2 | SimpReg | 1 | Étalonnage régulier |
| 3 | 3 | SimpReg | 2 | Analyse d'échantillon |
| 3 | 4 | SimpReg | 3 | Analyse d'échantillon |
| 4 | 5 | SimpReg | 4 | Analyse d'échantillon |
| 5 | 6 | SimpReg | 1 | Étalonnage régulier |
| 6 | 7 | SimpReg | 5 | Analyse d'échantillon |
| 7 | 8 | SimpReg | 6 | Analyse d'échantillon |

Séquences d'étalonnage cyclique avec encadrement

Dans une séquence d'étalonnage cyclique avec encadrement, la table d'étalonnage utilisée pour calculer les résultats quantitatifs inconnus est générée en établissant la moyenne des résultats de l'étalonnage en cours avec ceux de l'étalonnage précédent. Cette nouvelle table d'étalonnage donne une représentation plus précise de la réponse de l'instrument au moment de l'analyse de l'échantillon.

Exemple

Considérons la situation suivante :

- La réponse de l'instrument a dérivé.
- Trois injections d'un mélange identique de deux composés sont spécifiées.
- Deux injections sont spécifiées en tant qu'étalons et une injection en tant qu'échantillon.
- Les première et troisième injections sont des étalons.
- La deuxième injection est un échantillon.

Afin d'obtenir un résultat quantitatif précis pour l'injection 2 (l'échantillon), vous devez interpoler les deux étalons (voir la figure). Ce processus est appelé « encadrement ».

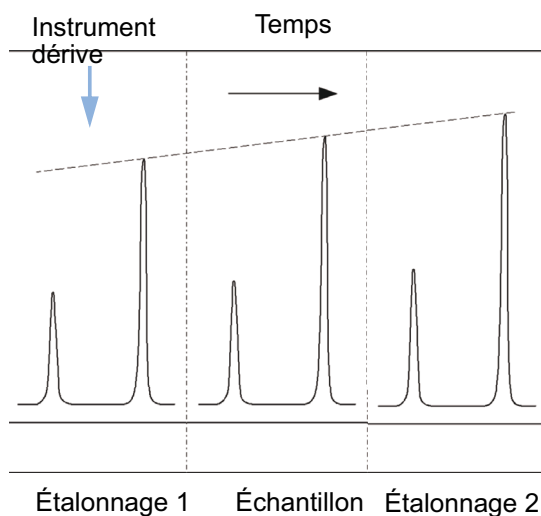


Figure 29 Encadrement

Fonctionnement d'une séquence encadrante

- Les premiers flacons d'étalonnage sont analysés.
- Les flacons d'échantillon sont analysés.
- Les flacons d'étalonnage suivants sont analysés.
- La table d'étalonnage est créée en remplaçant les facteurs de réponse existants par de nouveaux facteurs de réponse et en calculant la moyenne des analyses d'étalonnage suivantes dans une nouvelle table d'étalonnage.
- Les fichiers de données des flacons d'échantillon sont évalués et des rapports générés.
- La séquence revient à l'étape 2 si d'autres flacons d'échantillon doivent être analysés.

Exemple

Cette section décrit un exemple d'encadrement de séquence incluant une méthode, Brack.M. Il s'agit d'une méthode d'étalon interne à deux niveaux qui a recours à l'étalonnage cyclique.

Table de séquence

La table de séquence de Brack.M (page suivante) est abrégé pour simplifier l'exemple. Elle comprend sept lignes. Les deux premières lignes définissent les conditions de réétalonnage pour chaque niveau. Les autres lignes désignent les échantillons à analyser.

Plus particulièrement, la table de séquence de la méthode Brack.M contient les entrées suivantes :

- Une entrée Encadrement dans la colonne Mettre à jour le facteur de réponse, qui spécifie l'encadrement d'échantillons avec des étalons.
- Une entrée Remplacer dans la colonne Mettre à jour les temps de rétention/migration qui spécifie le remplacement des temps de rétention/migration.
- La valeur 3 dans la colonne Intervalle de réétalonnage qui spécifie un réétalonnage effectué tous les trois échantillons.

Tableau 14 Table de séquence de BRACK.M

| Ligne | Emplacement de l'échantillon | Nom de méthode | Inj./ Emplac. | Type d'échantillon | Niveau d'étalonnage | Mise à jour du FR | Mise à jour TR | Intervalle d'étalonnage |
|-------|------------------------------|----------------|---------------|--------------------|---------------------|-------------------|----------------|-------------------------|
| 1 | 1 | BRACK.M | 2 | Étalonnage | 1 | Encadrement | Remplacement | 3 |
| 2 | 2 | BRACK.M | 2 | Étalonnage | 2 | Encadrement | Remplacement | 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

Figure 30 Ordre d'analyse d'une séquence encadrante

Séquences de réétalonnage cyclique utilisant plusieurs flacons qui contiennent la même dilution d'étalon

Séquence de réétalonnage cyclique utilisant des flacons d'étalonnage « à la ronde »

Lorsque vous analysez une séquence volumineuse exécutant des réétalonnages cycliques (réétalonnage automatique effectué après un certain nombre d'injections d'échantillon), le volume du flacon d'équilibrage risque de se vider durant la séquence. La table de séquence ChemStation permet d'utiliser une série de flacons contenant la même dilution d'étalon à utiliser en mode « à la ronde ».

Grâce à cette fonction, des séquences volumineuses peuvent être définies avec des réétalonnages automatiques à intervalles fixes et plusieurs flacons d'étalonnage pour chaque niveau. En outre, chaque flacon d'étalonnage est consommé de la même manière.

En définissant un nombre approprié de flacons d'étalonnage, il est même possible de garantir l'utilisation unique de chaque flacon d'étalonnage. C'est là une condition primordiale si un flacon d'étalonnage récent est requis pour chaque réétalonnage, par exemple parce que l'analyte s'évapore une fois le septum perforé ou qu'il commence à se dégrader après avoir été en contact avec l'aiguille métallique. La section suivante explique comment la table de séquence ChemStation doit être configurée pour remplir ces conditions.

Déterminez le nombre total de flacons d'étalonnage pour chaque niveau à partir de l'estimation de l'utilisation des étalons tout au long de la séquence.

Définissez une autre ligne de réétalonnage cyclique pour chaque flacon d'étalonnage. Les lignes définies pour le même niveau d'étalonnage doivent se trouver sur des lignes de séquence adjacentes. Les positions de flacon définies doivent également être adjacentes. Choisissez le même intervalle de réétalonnage pour toutes les lignes. Si, par exemple, votre séquence doit se réétalonner toutes les 6 injections d'échantillon, paramétrez l'intervalle sur 6.

Tableau 15 Séquence de réétalonnage cyclique utilisant 3 flacons définis pour chaque niveau

| Numéro de flacon | Nom d'échantillon | Type d'échantillon | Nom de méthode | Nombre d'injections | Niveau | Mettre à jour le temps de rétention | Mettre à jour le facteur de réponse | Intervalle |
|------------------|-------------------|--------------------|----------------|---------------------|--------|-------------------------------------|-------------------------------------|------------|
| 1 | Eta1a | Etalonnage | Méthode A | 1 | 1 | Moyenne | Moyenne | 6 |
| 2 | Eta1b | Etalonnage | Méthode A | 1 | 1 | Moyenne | Moyenne | 6 |
| 3 | Eta1c | Etalonnage | Méthode A | 1 | 1 | Moyenne | Moyenne | 6 |
| 5 | Eta2a | Etalonnage | Méthode A | 1 | 2 | Moyenne | Moyenne | 6 |
| 6 | Eta2b | Etalonnage | Méthode A | 1 | 2 | Moyenne | Moyenne | 6 |
| 7 | Eta2c | Etalonnage | Méthode A | 1 | 2 | Moyenne | Moyenne | 6 |
| 10 | Echantillon10 | Echantillon | Méthode A | 6 | | | | |
| 11 | Echantillon11 | Echantillon | Méthode A | 6 | | | | |
| 12 | Echantillon12 | Echantillon | Méthode A | 6 | | | | |
| 13 | Echantillon13 | Echantillon | Méthode A | 6 | | | | |
| 14 | Echantillon14 | Echantillon | Méthode A | 6 | | | | |

L'ordre d'exécution est le suivant :

- Vial 1 (Cal1a) (Flacon 1 – Eta1a)
- Vial 5 (Cal2a) (Flacon 5 – Eta2a)
- 6 injections à partir du flacon 10 (Sample10 – Echantillon10)
- Vial 2 (Cal1b) (Flacon 2 – Eta1b)
- Vial 6 (Cal2b) (Flacon 6 – Eta2b)
- 6 injections à partir du flacon 11 (Sample11 – Echantillon11)
- Vial 3 (Cal1c) (Flacon 3- Eta1c)
- Vial 7 (Cal2c) (Flacon 7 – Eta2c)
- 6 injections à partir du flacon 12 (Sample12 – Echantillon12)
- Vial 1 (Cal1a) (Flacon 1 – Eta1a)
- Vial 5 (Cal2a) (Flacon 5 – Eta2a)
- 6 injections à partir du flacon 13 (Sample13 – Echantillon13)
- Vial 2 (Cal1b) (Flacon 2 – Eta1b)
- Vial 6 (Cal2b) (Flacon 6 – Eta2b)
- etc.

Réétalonnages cycliques avec utilisation d'un flacon différent pour chaque étalonnage

Pour garantir l'injection unique de chaque flacon d'échantillon, la séquence doit définir un nombre suffisant de flacons d'échantillon différents, afin que l'ordre « à la ronde », décrit dans l'exemple précédent, ne soit pas appliqué. Par exemple, si la séquence traite 80 flacons d'échantillon avec des réétalonnages requis tous les 10 échantillons, la table de séquence doit contenir $80/10 + 1 = 9$ lignes d'étalonnage pour chaque niveau.

Comme dans l'exemple précédent, les lignes d'étalonnage doivent être des lignes de séquence adjacentes faisant référence à des positions de flacon adjacentes.

Séquence encadrante utilisant des flacons différents pour les encadrements ouvrant et fermant

La même fonction est disponible pour les séquences encadrantes. En définissant la plage appropriée de flacons d'étalonnage, vous pouvez définir une séquence encadrante afin que des flacons d'étalonnage différents puissent servir aux encadrements ouvrant et fermant. Là encore, les lignes d'étalonnage de la séquence doivent être adjacentes, tout comme les positions des flacons d'étalonnage.

L'utilisation éventuelle des flacons d'étalonnage encadrants « à la ronde » ou pour une seule injection dépend simplement du nombre total de flacons d'étalonnage de chaque niveau et du nombre de réétalonnages que requiert la séquence.

L'exemple suivant définit 3 injections d'échantillon encadrées par des étalonnages. Les encadrements ouvrant et fermant utilisent des flacons d'étalonnage différents. Des réétalonnages sont requis après chaque injection d'échantillon. L'intervalle de réétalonnage doit donc être de 1. Le nombre de lignes d'étalonnage par niveau est égal au nombre d'échantillons plus un.

Tableau 16 Flacons différents utilisés pour les encadrements ouvrant et fermant

| Numéro de flacon | Nom d'échantillon | Type d'échantillon | Nom de méthode | Nombre d'injections | Niveau | Mettre à jour le temps de rétention | Mettre à jour le facteur de réponse | Intervalle |
|------------------|-------------------|--------------------|----------------|---------------------|--------|-------------------------------------|-------------------------------------|------------|
| 1 | Eta1a | Etalonnage | Méthode A | 1 | 1 | Encadr. | Encadr. | 1 |
| 2 | Eta1b | Etalonnage | Méthode A | 1 | 1 | Encadr. | Encadr. | 1 |
| 3 | Eta1c | Etalonnage | Méthode A | 1 | 1 | Encadr. | Encadr. | 1 |

Tableau 16 Flacons différents utilisés pour les encadrements ouvrant et fermant

| Numéro de flacon | Nom d'échantillon | Type d'échantillon | Nom de méthode | Nombre d'injections | Niveau | Mettre à jour le temps de rétention | Mettre à jour le facteur de réponse | Intervalle |
|------------------|-------------------|--------------------|----------------|---------------------|--------|-------------------------------------|-------------------------------------|------------|
| 4 | Eta1d | Etalonnage | Méthode A | 1 | 1 | Encadr. | Encadr. | 1 |
| 10 | Echantillon10 | Echantillon | Méthode A | 1 | | | | |
| 11 | Echantillon11 | Echantillon | Méthode A | 1 | | | | |
| 12 | Echantillon12 | Echantillon | Méthode A | 1 | | | | |

L'ordre d'exécution de la séquence est le suivant :

- Flacon 1 (Eta1a), encadrement ouvrant 1
- Flacon 10 (Echantillon10)
- Flacon 2 (Eta1b), encadrement fermant 1 et encadrement ouvrant 2
- Flacon 11 (Echantillon11)
- Flacon 3 (Eta1c), encadrement fermant 2 et encadrement ouvrant 3
- Flacon 12 (Echantillon12)
- Flacon 4 (Eta1d), encadrement fermant 3

5 Contrôle d'analyse

| | |
|--|-----|
| À propos de la file d'attente | 147 |
| Utilisation de la file d'attente | 149 |
| Échantillons individuels et séquences simples dans la file d'attente | 150 |
| Pauses de la liste d'attente | 151 |
| Commandes dans la file d'attente | 152 |
| Utilisation du planificateur | 153 |
| Programmer des commandes | 154 |
| Programmer un événement | 154 |
| Mode de fonctionnement du programmeur | 155 |

Ce chapitre explique les concepts de file d'attente et de planificateur. Il explique comment ajouter des échantillons simples, des séquences, des pauses ou des commandes à la file d'attente. Il décrit aussi le programmeur de commandes qui vous permet de programmer des événements afin de faciliter les tâches de routine de votre laboratoire.

À propos de la file d'attente

La file d'attente est très utile lorsque de nombreux échantillons (échantillons individuels ou séquences) doivent être analysés en très peu de temps sur un même instrument. L'ensemble des échantillons individuels et des séquences créés pour l'instrument sont affichés dans l'onglet File d'attente. Vous pouvez ajouter des interruptions ou des commandes d'instrument personnalisées à la file d'attente (pour des exemples de commandes intégrées pour le pilotage d'une commande de l'instrument, voir « [Fonctionnement post-séquence](#) », page 126). Cela vous permet d'automatiser les tâches chronophages comme les procédures s'étalant sur une nuit ou un week-end.

Pendant que l'instrument traite la charge de travail affichée dans l'onglet **Run Queue**, vous pouvez modifier cette charge de travail, à savoir :

- modifier la position des éléments de la file d'attente ou ajouter une interruption (voir « [Pauses de la liste d'attente](#) », page 151) ;
- ajouter une série d'échantillons individuels et de séquences à la file d'attente (voir « [Échantillons individuels et séquences simples dans la file d'attente](#) », page 150) ;
- modifier un élément existant dans la file d'attente (voir « [Pour modifier un élément existant dans la file d'attente](#) », page 151) ;
- analyser immédiatement un échantillon individuel ou une séquence (voir « [Analyser un échantillon individuel ou une séquence simple](#) », page 151) ;
- ajouter une commande intégrée ou personnalisée, par exemple pour arrêter le système après l'analyse (voir « [Commandes dans la file d'attente](#) », page 152) ;
- ajouter un plan de la file d'attente avec un ensemble de séquences prédéfini qui a été créé à l'aide du **Queue Planner** (voir « [Ajouter un plan de file d'attente comprenant un jeu de séquences prédéfini](#) », page 153).

La barre d'état de ChemStation indique l'état de la file d'attente, qui peut être **Resumed**, **Paused** ou **Blocked** (si la méthode ou la séquence contient des modifications non enregistrées qui seraient écrasées si l'analyse devait être relancée).

L'**History Queue** de l'onglet File d'attente indique quelles analyses ont déjà été effectuées sur l'instrument actuel.

La file d'attente d'analyse et le planificateur de file d'attente ne sont disponibles qu'en ligne sur les sessions de ChemStation dans la fenêtre **Method and Run Control**.

Comme la file d'attente permet d'effectuer des tâches à long terme, d'autres utilisateurs risquent de prendre le contrôle de sessions sur le même instrument pendant que la file d'attente est en cours de traitement. Les utilisateurs individuels qui prennent le contrôle de la session sont notés dans votre rapport. Le rapport indique l'**Acquisition Operator**, qui est connecté en tant qu'utilisateur actuel, et le **Sample Operator**, qui a soumis l'échantillon individuel ou la séquence à la file d'attente.

Utilisation de la file d'attente

La file d'attente est présente dans l'onglet **Instrument Control** ou dans l'onglet **Run Queue**. Dans l'onglet Commande Pilotage, vous pouvez afficher ou masquer la file d'attente avec la commande **View> Run Queue**.

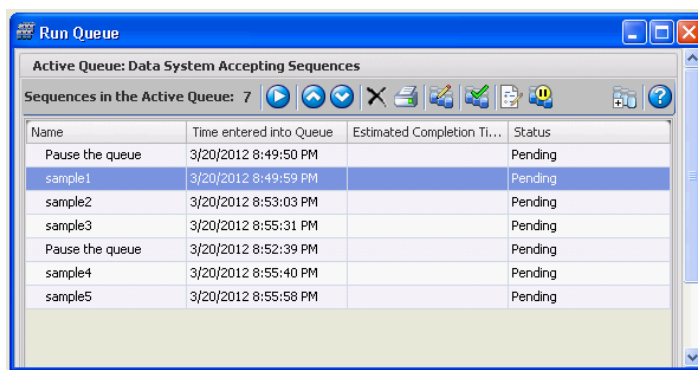



Figure 31 Boîte de dialogue Run Queue

Vous pouvez ajouter un élément à l'avant ou à l'arrière de la file. Tant que l'état des éléments de la file d'attente est en attente, vous pouvez modifier l'ordre d'exécution et les propriétés de l'élément. En fonction des **Active Queue**

Options , le premier élément de la file d'attente démarre lorsque le système de données est prêt ou que la file d'attente est relancée.

La file d'attente prend en charge les échantillons individuels, les modèles Easy Sequence et les séquences ChemStation classiques. Les seuls éléments qui ne peuvent pas être ajoutés à la file d'attente sont les séquences partielles, les échantillons prioritaires et les analyses lancées directement depuis l'instrument.

Pour de plus amples informations concernant Easy Sequence, reportez-vous à l'aide en ligne. Des didacticiels sur la **Easy Sequence Setup** sont disponibles dans l'aide en ligne.

Échantillons individuels et séquences simples dans la file d'attente

Pour placer un échantillon individuel dans la file d'attente

- 1 Sélectionnez **RunControl > Queue Method...**
- 2 Dans la boîte de dialogue **Queue Method**, modifiez les paramètres de l'échantillon.
- 3 Ajoutez l'échantillon dans la file d'attente.

Le premier élément ajouté dans la file d'attente démarre lorsque le système de données est prêt, à moins d'une interruption de la file d'attente.

Pour placer une séquence simple dans la file d'attente


- 1 Sélectionnez **RunControl > Queue Sequence...**
- 2 Sélectionnez un modèle de séquence classique ChemStation ou un modèle Easy Sequence.
- 3 Modifiez ou vérifiez la table et les paramètres de la séquence. Vous pouvez modifier la table et les paramètres de la séquence sans modifier la séquence actuellement chargée.
- 4 Enregistrez les paramètres. Dans la boîte de dialogue **Finish Queue Sequence**, vous pouvez choisir d'ajouter la séquence dans la file d'attente ou de l'enregistrer en tant que nouveau modèle de séquence.

La boîte de dialogue **Finish Queue Sequence** contient aussi la case à cocher **Delete temporary Sequence Template after completion**. ChemStation conserve toujours une copie du modèle de séquence de la file dans un répertoire temporaire. Ce modèle de séquence temporaire sera utilisé pour exécuter la séquence de la file. Comme la même séquence peut être mise en file plusieurs fois à l'aide de paramètres différents, ChemStation a besoin d'une copie distincte de chaque élément de la file. Selon l'état de la case à cocher, ce modèle de séquence temporaire sera conservé ou supprimé lorsque la file continue avec l'élément suivant.

La case **Delete temporary Sequence Template after completion** est cochée par défaut. Toutes les informations nécessaires pour retraiter sont déjà disponibles dans le jeu de résultats. Par conséquent, il n'est pas nécessaire de conserver une copie du modèle de séquence temporaire. Toutefois, si vous cochez la case, une copie est enregistrée par défaut sous **C:\Users\Public\Documents\ChemStation\
<instrument>\TEMP\AESEQ**.

Pour modifier un élément existant dans la file d'attente

Vous pouvez modifier un élément existant dans la file d'attente, par exemple pour assigner une position de façon différente à un échantillon individuel ou à des échantillons de la séquence, ou pour assigner une méthode différente avec des paramètres modifiés.

- 1 Dans la file d'attente, sélectionnez l'échantillon individuel ou la séquence que vous souhaitez modifier.
- 2 Dans la barre d'outils de la file d'attente, sélectionnez  **Edit Selection...**
Selon que vous modifiez un échantillon individuel ou une séquence, la boîte de dialogue **Queue Method** ou la **Sequence Table** s'ouvre.
- 3 Modifiez les paramètres et validez vos entrées.
Vos paramètres seront appliqués à l'élément dans la file d'attente.

Analyser un échantillon individuel ou une séquence simple

Pour analyser immédiatement un échantillon individuel ou une séquence simple, sélectionnez la commande **RunControl > Run Method** ou **RunControl > Run Sequence**.

L'échantillon individuel ou la séquence est ajouté(e) dans la file d'attente et son analyse démarre immédiatement.

Si la file d'attente est actuellement interrompue, elle est automatiquement activée pour que l'élément soit analysé immédiatement. L'instrument revient à l'état interrompu lorsque l'analyse est terminée.

Pauses de la liste d'attente

Pour programmer une pause pour la file, cliquez sur **Add Pause to Queue** depuis la barre d'outils de lancement de la liste. Pendant ces interruptions, ChemStation présente un message personnalisable et attend une confirmation de l'utilisateur.

Commandes dans la file d'attente

Pour ajouter des commandes intégrées ou personnalisées à la file d'attente, utilisez le menu **Run Control> Queue Command...** Toutes les commandes assignées à cet instrument sont affichées dans la liste déroulante. Sélectionnez une commande dans la liste ou créez votre propre commande. Pour créer des commandes personnalisées, vous devez disposer du privilège de **Command Line**.

Pour plus d'informations sur les commandes et sur la façon de les configurer, voir « [Utilisation des commandes ou des macros personnalisées dans ChemStation](#) », page 26.

Utilisation du planificateur

Avec le planificateur de file d'attente, vous pouvez préparer un jeu ordonné de séquences (modèle(s) de séquence ChemStation ou modèle(s) Easy Sequence), d'interruptions ou de commandes. Le plan de file d'attente complet peut être ajouté à l'avant ou à l'arrière de la file d'attente.

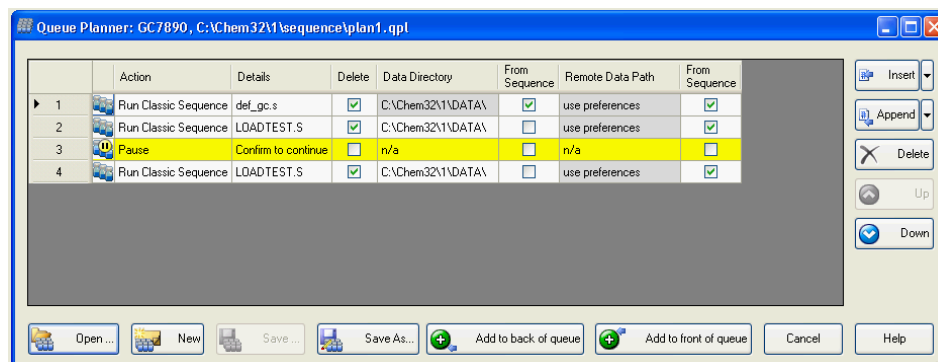


Figure 32 Planificateur de file

Ajouter un plan de file d'attente comprenant un jeu de séquences prédéfini

Avec le planificateur de file d'attente, vous pouvez créer des plans de file d'attente pour les séquences à analyser et également intégrer des interruptions et des commandes dans les intervalles. Pour préparer un plan de file d'attente :

- 1 Sélectionnez la commande **RunControl > Queue Planner...**
- 2 Préparez votre plan de file d'attente et insérez des séquences.
- 3 Comme dans la file d'attente, vous pouvez ajouter une interruption et saisir un message spécifique dans la colonne **Details**. Lorsque la file d'attente atteint l'interruption, ChemStation s'arrête et affiche ledit message. L'utilisateur doit confirmer avoir lu le message avant que la file d'attente puisse reprendre.
- 4 Enregistrer le plan de file d'attente. Il est sauvegardé sous la forme d'un fichier *.qpl.
- 5 Lorsque vous souhaitez exécuter le plan de file d'attente, ouvrez le planificateur de file d'attente, chargez le plan de file d'attente et ajoutez-le à la file d'attente.

Pour de plus amples informations concernant l'interface utilisateur, reportez-vous au système d'aide en ligne.

Programmer des commandes

Utilisez le programmeur de commandes pour que la ChemStation exécute automatiquement les commandes d'évènements planifiés tels que :

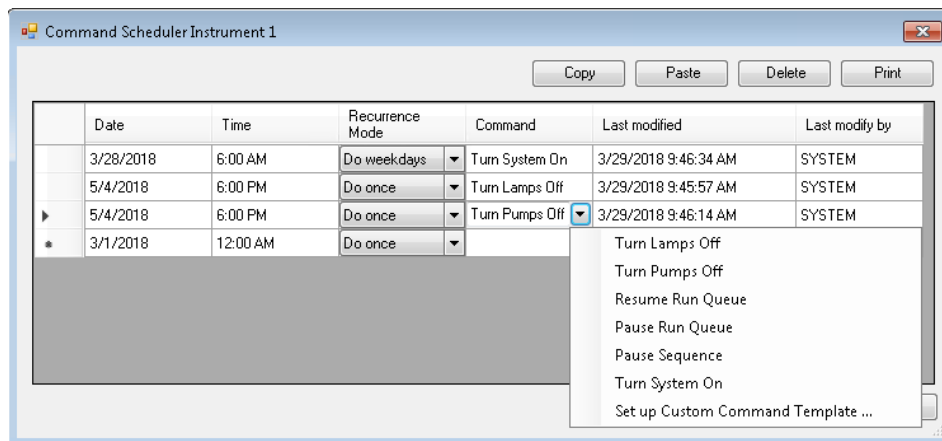
- Mettre le système sous tension
- Reprendre une file d'attente mise en pause pour préparer un instrument pour la journée
- Exécuter l'autotune du MS
- Ajuster le décalage du détecteur
- Charger une méthode ou une séquence
- Démarrer une séquence ou une file d'attente

Le programmeur de commandes vous permet de programmer ces évènements à une date et à une heure précises et de définir un intervalle de récurrence. Les intervalles suivants sont possibles :

- Exécuter une fois
- Exécuter tous les jours
- Exécuter les jours de semaine
- Exécuter chaque semaine (le même jour)
- Exécuter chaque mois (le même jour)

Programmer un événement

Les évènements sont programmés au niveau de l'interface du programmeur de commandes. Dans cette table, vous devez spécifier la commande ainsi que la date, l'heure et le mode de récurrence correspondants.



Le champ **Command** vous propose des commandes intégrées dans une liste déroulante. La liste de commandes peut être élargie par des commandes définies par l'utilisateur. Pour créer des modèles de commande personnalisés, vous devez disposer du privilège de **Command Line**. Pour plus d'informations, voir « [Utilisation des commandes ou des macros personnalisées dans ChemStation](#) », page 26. Les utilisateurs qui ne disposent pas de ce privilège peuvent sélectionner uniquement les commandes de la liste déroulante.

Pour plus d'informations sur les commandes et les macros intégrées, voir « commandes » et « macros » dans l'assistance en ligne de ChemStation.

Mode de fonctionnement du programmeur

Le programmeur recherche les commandes existantes chaque minute. Les macros exécutées sont affichées dans le journal de l'instrument et dans le journal d'activité d'OpenLab. Les tâches ayant une date d'exécution passée depuis deux semaines et configurées comme étant à **Do once** sont automatiquement supprimées.

L'exécution des tâches peut être affichée si la ChemStation est occupée à l'heure programmée. Les tâches sont exécutées une fois que la ChemStation est prête. Pour l'exécution des tâches récurrentes, l'instrument doit être en fonctionnement.

REMARQUE

Les tâches sont spécifiques à l'instrument et sont associées au nom de l'instrument. Si un instrument est renommé, toutes les tâches programmées pour cet instrument sont supprimées.

6

Principes de traitement et de révision des données

| | |
|--|-----|
| Data Analysis | 157 |
| Modes de traitement de données | 159 |
| Mode de recalcul | 159 |
| Mode Dernier résultat | 161 |
| Mode de retraitement | 162 |
| Mise à jour de méthodes | 167 |
| Visionneuse de rapports de traitement de données | 167 |
| Révision | 171 |
| Conditions pour la création intelligente de rapports | 171 |
| Sélection de fichiers de données | 172 |
| Sélection de modèles de rapports | 173 |
| Présentation de rapport | 173 |
| Procédures de révision possibles | 173 |

Vous pouvez traiter et vérifier vos données avec OpenLab CDS ChemStation Edition. Ce chapitre décrit les options disponibles pour le traitement et la révision des données avec ChemStation.

Data Analysis

Une fois que les données ont été acquises, elles peuvent être analysées dans la vue **ChemStation Data Analysis**. Sélectionnez l'onglet **Data** de l'explorateur ChemStation pour charger toutes les analyses d'une séquence ou toutes les analyses simples dans un dossier spécifique et double-cliquez sur le symbole correspondant. Le jeu de données correspondant est ensuite disponible dans la table de navigation.

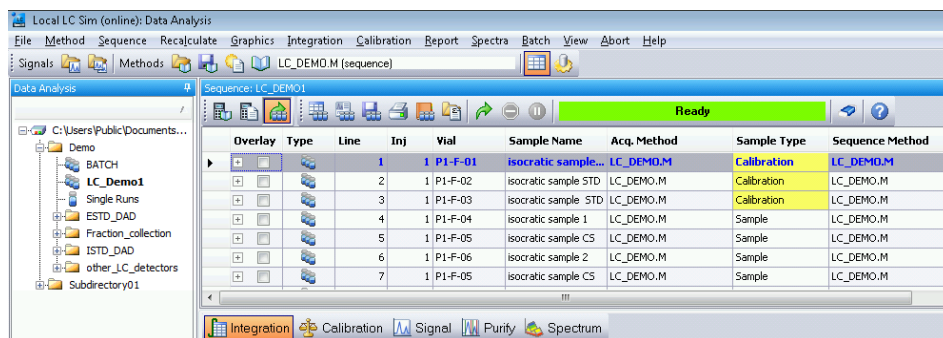


Figure 33 Chargement d'une séquence depuis l'explorateur de la ChemStation dans la table de navigation

La partie principale de la table de navigation est constituée d'une liste de toutes les analyses du jeu. Pour charger l'analyse dans la mémoire de ChemStation, double-cliquez sur la ligne appropriée de la table de navigation. Plusieurs options supplémentaires sont disponibles en cliquant avec le bouton droit de la souris, par exemple le chargement ou la superposition des signaux spécifiques à partir du fichier, l'exportation des données ou l'affichage des paramètres de la méthode d'acquisition.

Les analyses de séquence sont chargées (en mode Retraitement) avec la méthode de séquence qui a été utilisée pour l'acquisition ou le retraitement. Le nom de cette méthode est affiché dans la barre d'outils, ainsi que dans la colonne **Sequence Method** dans la table de navigation. Le nom de la méthode d'acquisition est affiché dans la colonne **Acq Method**.

Les *analyses simples* peuvent être chargées avec une des méthodes suivantes, selon les paramètres définis sous **Préférences > Signal/Review options** (voir la figure ci-dessous) :

- Si la case (1) est cochée et que l'analyse simple a été analysée en dernier ou signalée avec une méthode située dans l'un des chemins de méthode de référence actuellement définis, l'analyse simple est chargée avec cette méthode de référence. La méthode est affichée dans la colonne **Analysis Method** de la table de navigation.
- Si la case (1) n'est pas cochée, les analyses simples sont chargées avec la méthode de référence chargée en dernier dans ChemStation.

Le nom de la méthode d'acquisition est affiché dans la colonne **Acq Method**.

La ChemStation vous permet d'indiquer les actions par défaut effectuées automatiquement lorsqu'un fichier de données est chargé à partir de la table de navigation. Ces actions incluent des tâches de traitement de données, telles que l'intégration du chromatogramme directement après chargement, ainsi que l'impression d'un rapport pour chaque injection simple (voir figure ci-dessous).

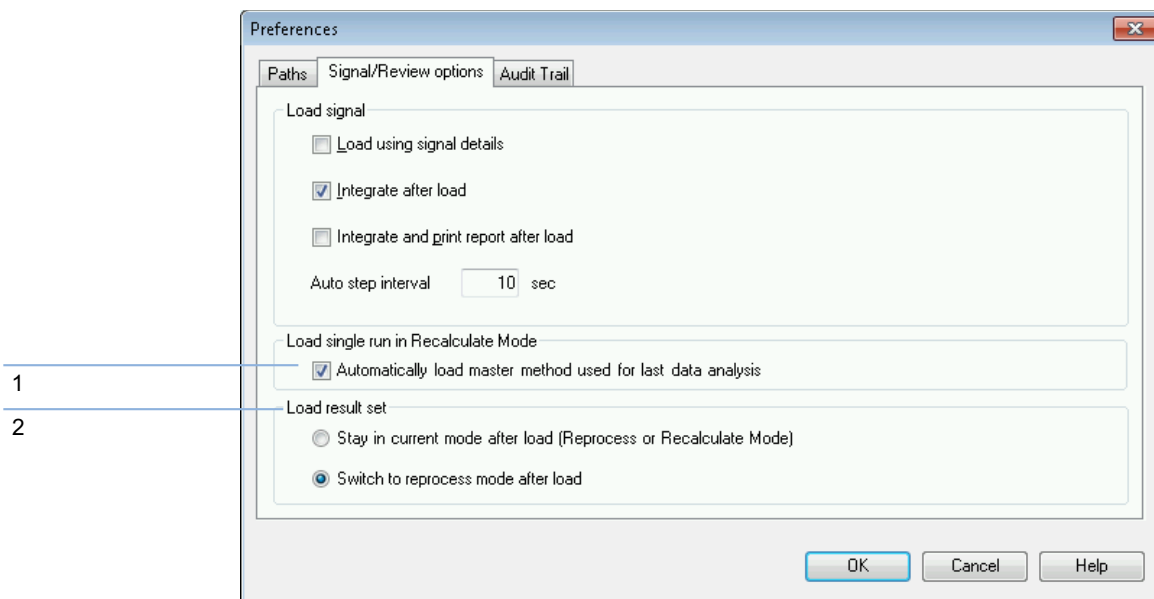


Figure 34 Onglet Signal/Review options de la boîte de dialogue Preferences

Modes de traitement de données

Vous pouvez choisir l'un des modes d'analyse de données suivants :

- Mode de recalcul
- Mode Dernier résultat
- Mode de retraitement

Ces modes sont accessibles par le biais du menu **View** ou de la boîte à outils (voir figure ci-dessous).



Figure 35 Sélection du mode

Pour chacun des deux modes, la boîte à outils contient des fonctions spécifiques. Les modes et leurs fonctions respectives sont décrits dans les sections suivantes. Dans l'onglet **Signal/Review Options** de la boîte de dialogue **Preferences**, vous pouvez choisir le mode qui sera actif par défaut lorsque vous chargez un jeu de résultats (voir Figure 34, page 158, marqueur 2).

Mode de recalcul

Une fois l'analyse chargée, vous pouvez la réviser, c'est-à-dire ajuster les paramètres d'analyse de données, intégrer les signaux et finalement imprimer un rapport. Dans ce cas, vous traitez l'analyse comme une analyse unique, sans avoir à tenir compte du contexte de séquence ou à utiliser les fonctions de la table de séquence. La Table de navigation de ce type d'analyse de données présente la boîte à outils illustrée par la figure ci-dessous.



Figure 36 Boîte à outils de recalcul de la Table de navigation

Grâce à cette barre d'outils, vous pouvez faire défiler la table de navigation de haut en bas, passer à l'analyse précédente ou suivante, parcourir automatiquement les analyses et arrêter la progression automatique, recalculer une analyse utilisant une méthode spécifique ou effacer la Table de navigation.

Le recalcul signifie un traitement analyse par analyse. Seules les analyses affichées dans la Table de navigation sont traitées. Si vous appliquez un filtre à la Table de navigation, seules les analyses réellement affichées sont recalculées. Le tri de la table de navigation est également pris en compte.

Vous pouvez utiliser le recalcul, par exemple, dans les procédures suivantes :

- Vous souhaitez réviser les fichiers de données d'un jeu de résultats avec une méthode différente qui n'est pas actuellement dans cet ensemble, par exemple, une méthode de référence non utilisée pour l'acquisition parce que votre procédure utilise des méthodes d'acquisition et de traitement des données distinctes.
- Vous avez modifié une méthode de séquence et vous souhaitez réviser seulement des analyses spécifiques à l'aide de cette méthode afin de vérifier comment ces paramètres s'appliquent bien aux différentes analyses.

Méthode de traitement des données pour analyses simples

Dans les versions précédentes, aucune méthode n'était chargée automatiquement avec tout fichier de données en mode Recalcul. À partir de la version C.01.05, vous pouvez cocher la case pour charger automatiquement la méthode de référence utilisée pour le dernier traitement des données (voir [Figure 34](#), page 158, marqueur 1). Si cette case est cochée, les analyses simples sont chargées avec la méthode de référence correspondante, si la méthode existe toujours à l'emplacement donné.

Recalcul avec une méthode spécifique

Avec cette fonction, vous pouvez recalculer les analyses affichées dans la Table de navigation en utilisant une méthode de référence spécifique. Vous spécifiez la méthode principale requise pour la méthode de la fenêtre de dialogue **Recalculate With Method** (voir schéma ci-dessous). Si la méthode de référence sélectionnée utilise la Création intelligente de rapports (reportez-vous à « [Reporting](#) », page 190), vous pouvez également indiquer le modèle de rapport qui sera utilisé pour les rapports d'injection simple.

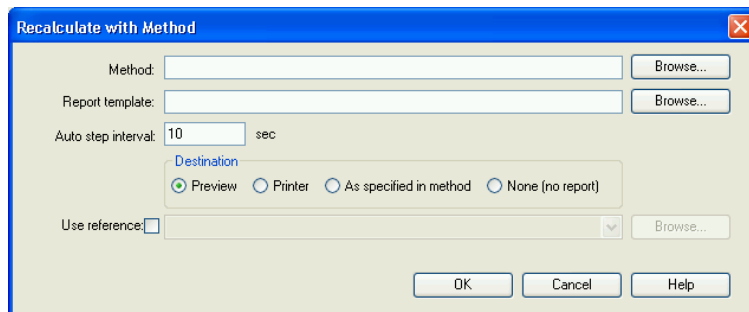


Figure 37 Boîte de dialogue Recalculate With Method

Les boîtes de dialogue **Browse for methods in master paths** et **Browse for templates in master paths** proposent tous les emplacements de fichiers que vous avez indiqués dans les Préférences.

REMARQUE

Dans les versions précédentes de la ChemStation, vous pouviez recalculer avec une méthode spécifique en choisissant **Use current method**, **Use method from data file** ou **Use sequence method** de la barre d'outils.

Si vous sélectionnez la fenêtre de dialogue **Use reference**, vous pouvez sélectionner un fichier de données contenant un signal de référence. ChemStation utilise ce signal pour calculer le rapport taux/signal tel que défini par la pharmacopée européenne. La liste déroulante propose les fichiers de données utilisés pendant la session actuelle. Avec le bouton **Browse**, vous pouvez sélectionner n'importe quel fichier de données également présent dans le Tableau de Navigation. Si vous souhaitez utiliser un autre fichier de référence, vous devez d'abord l'ajouter au Tableau de Navigation.

La nouvelle référence est écrite par-dessus l'ancienne et est utilisée dans les calculs signal/bruit de chaque rapport. Si vous sélectionnez la fenêtre de dialogue **Use reference** mais ne sélectionnez aucun fichier, les références sont supprimées pour recalculer les fichiers de données, et aucune valeur signal/bruit ne sera calculée.

À chaque fois que vous recalculer un échantillon ou générez un rapport, la méthode du fichier de données (DA.M) est automatiquement mise à jour avec les paramètres de traitement des données de la méthode utilisée. Le chemin de la méthode spécifique est enregistré comme référence dans le fichier de données.

Mode Dernier résultat



Figure 38 Barre d'outils du mode Dernier résultat de la table de navigation

Dans ce mode, la méthode du fichier de données (DA.M) pour chaque analyse est chargée. DA.M est une copie exacte de la méthode utilisée pour la dernière analyse de données (pendant l'acquisition, le retraitement ou le recalcul). Donc, même si la méthode de séquence a été modifiée entre-temps, vous pouvez reproduire le dernier résultat avec la méthode utilisée à l'origine. De cette manière, vous pouvez par exemple suivre les changements apportés à la méthode dans des étapes de réétalonnage successives dans un jeu de résultats.

Le nom de la méthode affiche DA.M dans la barre d'outils, ce qui signifie que la méthode du fichier de données a été chargée. Lorsque vous déplacez le curseur sur ce champ, une infobulle affiche en outre le chemin d'accès complet et le nom de la méthode. De plus, le nom de la dernière méthode utilisée pour le traitement de données (copiée vers DA.M) est affiché dans la colonne **Analysis Method** de la table de navigation. L'infobulle de cette colonne affiche le chemin complet de cette méthode.

REMARQUE

Le fichier est normalement en lecture seule. Vous ne pouvez pas le charger manuellement. Il est chargé seulement par ChemStation en mode Dernier résultat pour recalcul. Vous pouvez l'éditer, mais pas le sauvegarder manuellement.

Si la méthode a été changée, l'impression du rapport est précédée d'une demande de confirmation, affichée dans une fenêtre, car cette action générera de nouveaux résultats. Si les changements sont confirmés, la dernière méthode d'analyse des données utilisée est enregistrée. Une entrée correspondante est ajoutée dans le journal d'audit de méthode.

En mode Dernier résultat, vous pouvez mettre à jour la méthode de référence chargée ou toute méthode de référence avec les paramètres d'analyse des données actuels du DA.M, ou enregistrer une méthode DA.M modifiée comme une méthode de référence entièrement nouvelle. Par exemple, vous avez chargé un jeu de données analysé il y a quelques semaines ou mois, et vous trouvez les paramètres d'analyse des données enregistrés dans le DA.M utiles pour votre travail actuel. Vous pouvez ensuite transférer les paramètres vers une méthode de référence de votre choix. Pour plus d'informations, reportez-vous à « Administration des méthodes », page 57.

Mode de retraitement

Une façon différente de traiter vos données consiste à **Reprocess** une séquence complète. Contrairement au recalcul, toutes les analyses sont retraitées dans le contexte de la séquence, c'est-à-dire que les tables d'étalonnage des méthodes de la séquence sont mises à jour dans le cas d'analyses d'étalonnage et des multiplicateurs, des quantités, etc. peuvent être modifiés dans la table de la séquence.

Le jeu de résultats contient tous les fichiers nécessaires au retraitement : les fichiers de données, une copie du fichier de séquence, toutes les méthodes de la séquence et tous les modèles de rapports initialement employés avec l'acquisition. Ainsi, pour retraiter une séquence, il vous suffit de la charger dans la table de navigation et de sélectionner la boîte à outils de retraitement.

S'il devient nécessaire de propager des modifications de la méthode de séquence vers la méthode de référence correspondante en tant qu'entrée pour toutes les analyses d'acquisition futures, vous pouvez réaliser cela très commodément en utilisant la fonctionnalité **Update Master Method** (reportez-vous à « [Mise à jour des paramètres de traitement des données dans la méthode de référence](#) », page 60).

Le fichier DA.M est mis à jour automatiquement à chaque fois que vous retraitez un fichier de données.

Pour le retraitement, la table de navigation intègre la barre d'outils suivante :



Figure 39 Barre d'outils de retraitement de séquence de la Table de navigation

Avec cet ensemble d'outils, vous pouvez modifier la table de séquence, modifier les paramètres de séquence, enregistrer la séquence en cours, imprimer la séquence en cours, afficher ou masquer l'historique de la séquence, afficher le ou les fichiers de rapport récapitulatif de séquence enregistrés, lancer le retraitement de la séquence ou arrêter la séquence.

Notez que les icônes de retraitement de la table de navigation ne sont disponibles que pour les jeux de résultats créés avec une version ChemStation B.02.01 ou ultérieure. Le retraitement n'est pas accessible dans le module **Data Analysis** pour les données d'analyse individuelle, pour les données créées avec une version antérieure à la version B.02.01 et pour les données acquises avec l'ancien mode de dossiers non uniques. Ces séquences doivent être retraitées dans **Method and Run Control**, en définissant le paramètre de séquence **Part of method to run** sur **Reprocess Only**. Pour les séquences créées avec ChemStation version B.02.01 et ultérieure, l'option de retraitement de **Method and Run Control** a été supprimée et la table de navigation propose le retraitement sur **Data Analysis Task**.

Une autre possibilité consiste à ajouter de tels échantillons ou de telles séquences à un nouveau jeu de résultats auto-assemblés. À partir de ce moment, vous pouvez également assigner des méthodes de séquence et vous pouvez ensuite retraiter la séquence complète (reportez-vous à « [Jeu de résultats auto-assemblés](#) », page 166).

Notez les règles suivantes concernant le retraitement :

- Lorsqu'un jeu de résultats est chargé dans la Table de navigation, la ChemStation charge automatiquement le fichier de séquence .S situé dans cet ensemble. Ce fichier de séquence contient toutes les lignes de séquence qui sont liées à tout fichier de données appartenant à ce jeu de résultats.

- Toutes les actions sont effectuées sur les méthodes de séquence. Si vous devez appliquer des paramètres de traitement modifiés, vous devez modifier les méthodes de séquence.
- Durant le retraitement, le fichier Batch (*.b), le journal de séquence/analyse simple (*.log) et la Table de navigation sont mis à jour. La méthode individuelle de traitement de données (D.A.M) de chaque fichier de données traité est écrasée par la méthode de séquence.
- Pour ajouter de nouvelles méthodes à partir de l'un des répertoires de méthodes de référence vers la table de séquence, utilisez l'explorateur de la ChemStation pour copier la méthode de référence vers le jeu de résultats, ou cliquez sur **Method > Update Methods...** Vous pouvez ensuite sélectionner la nouvelle méthode de séquence dans la table de séquence. Dans la Table de séquence, il n'est pas possible d'ajouter ou de supprimer des lignes.
- Dans la fenêtre de dialogue Paramètres de la séquence, seul le commentaire relatif à la séquence et l'utilisation des informations de la table peuvent être modifiés. Tous les autres champs doivent être définis pendant l'acquisition des données ou ne s'appliquent pas au retraitement.

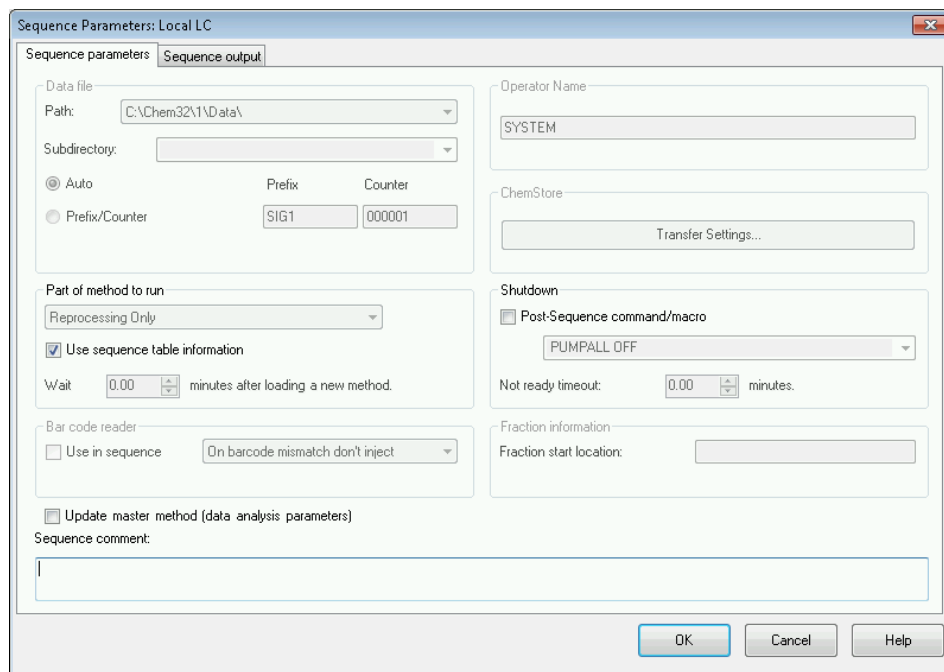


Figure 40 Paramètres de séquence pour le traitement des données

Traitement d'événements manuels d'intégration

Les événements manuels d'intégration, comme par exemple, une ligne de base dessinée manuellement, sont encore plus spécifiques aux fichiers de données que les événements d'intégration programmés. Dans le cas de chromatogrammes complexes, il est particulièrement souhaitable de pouvoir utiliser ces événements pour le retraitement.

Par conséquent, dans ChemStation version B.04.01 et ultérieure, des événements manuels d'intégration peuvent être enregistrés directement dans le fichier de données plutôt que dans la méthode. Chaque fois que le fichier de données est révisé ou retraité, les événements manuels dans le fichier de données sont automatiquement appliqués. Une analyse contenant des événements d'intégration manuels est marquée dans la table de navigation dans la colonne correspondante.

Outre les outils utilisés pour dessiner une ligne de base et effacer un pic manuellement, trois autres outils sont disponibles dans l'interface utilisateur afin :

- d'enregistrer les événements manuels des chromatogrammes actuellement affichés dans le fichier de données ;
- d'effacer tous les événements des chromatogrammes actuellement affichés ;
- d'annuler les derniers événements manuels d'intégration (fonction disponible jusqu'à ce que l'événement soit enregistré).

Lorsque vous passez au fichier de données suivant pendant la révision dans la table de navigation, ChemStation vérifie les événements manuels d'intégration non enregistrés et demande à l'utilisateur s'il souhaite les enregistrer.

Les événements manuels enregistrés dans le fichier de données pendant la révision dans la Table de navigation n'interfèrent pas avec les événements manuels d'intégration enregistrés pendant la révision dans le mode **Batch**. Ces deux modes de révision sont totalement séparés des événements manuels d'un fichier de données.

Dans les versions de la ChemStation antérieures à la version B.04.01, les événements manuels d'intégration ne pouvaient être enregistrés que dans la méthode. Dans la version B.04.01, cette procédure peut toujours être utilisée. Le menu **Integration** de la vue **Data Analysis** fournit les points suivants qui permettent de gérer les événements manuels d'intégration avec la méthode :

Update Manual Events of Method : enregistre les nouveaux événements manuels extraits dans la méthode.

Apply Manual Events from Method : applique les événements manuels actuellement enregistrés dans la méthode au fichier de données actuellement chargé.

Remove Manual Events from Method : efface les événements manuels de la méthode.

Afin de convertir les événements manuels enregistrés dans une méthode pour les stocker dans le fichier de données, il convient d'appliquer les événements de la méthode et d'enregistrer les résultats dans le fichier de données. Si nécessaire, vous pouvez éliminer les événements de la méthode.

Si la case **Manual Events** de la **Integration Events Table** d'une méthode est cochée, les événements manuels de la méthode sont toujours appliqués lors du chargement d'un fichier de données utilisant cette méthode. Si le fichier de données contient des événements manuels supplémentaires, on utilise les événements dans le fichier de données. Quand la case **Manual Events** est cochée, l'utilisateur n'est jamais invité à enregistrer les événements dans le fichier de données.

Jeu de résultats auto-assemblés

Dans la vue **Data Analysis**, la Table de navigation affiche le contenu d'une analyse simple ou d'une séquence chargée. Vous pouvez charger, décharger ou ajouter des fichiers à la Table de navigation. Au moyen de la commande **Sequence > Create New Result Set** vous pouvez créer un nouvel ensemble de résultats depuis le tableau de navigation (voir « [Pour assembler un nouveau jeu de résultat](#) », page 113). Les jeux de résultats auto-assemblés peuvent être retraités de la même manière que ceux créés automatiquement.

Déchargement d'ensembles de données actives

A l'aide de la commande **Unload Current Dataset** du menu contextuel de la Table de navigation, vous pouvez vider la Table de navigation pour la remettre dans l'état où elle était après le lancement de ChemStation. S'il existe des données non enregistrées, vous serez invité à le faire.

Suppression d'un fichier de données sélectionné

A l'aide de la commande **Remove selected Data Files** du menu contextuel de la Table de navigation, vous pouvez supprimer les lignes sélectionnées de la Table. Cela ne supprime que la référence dans la Table de navigation mais ne supprime pas le fichier de données physique du jeu de résultats chargé ou de l'analyse simple du système de fichiers. Il n'est seulement possible que de supprimer les références aux fichiers ajoutés ou remplacés.

Mise à jour de méthodes

Dans la vue **Data Analysis**, vous disposez de plusieurs options pour copier des méthodes entre les répertoires de méthodes de référence et les jeux de résultats. Pour plus d'informations, reportez-vous à « [Administration des méthodes](#) », page 57.

Visionneuse de rapports de traitement de données

Selon la configuration, ChemStation enregistre automatiquement des rapports d'injection simples et des rapports récapitulatifs de séquence dans le système de fichiers à certains moments. Avec la visionneuse de rapports, vous pouvez facilement examiner les fichiers de rapports enregistrés afin de vérifier les résultats d'acquisitions de données, de retraitement ou de recalcul.

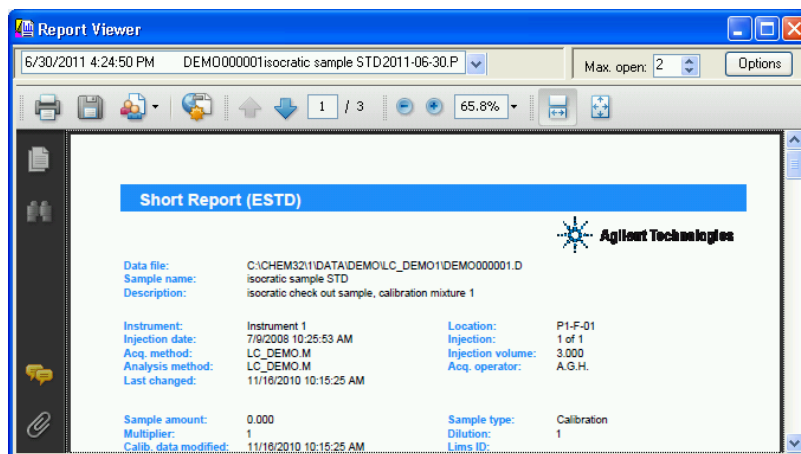


Figure 41 Visionneuse de rapports

L'utilisation de la visionneuse de rapports présente les avantages suivants :

- Vous pouvez ouvrir directement les fichiers de rapports depuis ChemStation. Il n'est pas nécessaire de chercher les fichiers dans le système de fichiers.
- Chaque rapport ouvre une fenêtre flottante distincte. Par conséquent, vous pouvez facilement comparer des rapports différents en plaçant les fenêtres côte à côte.
- Vous pouvez utiliser l'affichage en plein écran pour examiner le fichier de rapport.

- Vous pouvez utiliser les fonctionnalités d'Adobe Reader pour examiner les rapports au format .pdf.
- Vous pouvez chercher du texte spécifique dans des rapports au format .txt aussi bien que dans des rapports au format .pdf.
- Lorsque vous retraitez une séquence, vous ne devez pas attendre la fin du retraitement de la séquence complète. Vous pouvez ouvrir les fichiers de rapports enregistrés pour les échantillons de la séquence déjà terminés.

Démarrage de la visionneuse de rapports

Vous pouvez ouvrir la visionneuse de rapports via le menu, les icônes de la barre d'outils ou via le menu contextuel de la table de navigation. Il existe différents éléments pour les rapports récapitulatifs de séquence et pour les rapports d'injection simple.

Pour voir des rapports d'injection simple :

- Sélectionnez le menu **Report > View Report File** pour examiner le ou les fichier(s) de rapport du signal chargé.
- Sélectionnez la commande **View Saved Report File(s)** dans le menu contextuel de l'échantillon spécifique dans la table de navigation. Avec cette commande, vous pouvez charger le(s) fichier(s) de rapport de tout signal même non chargé actuellement.
- Cliquez sur l'icône **View saved Report File(s)** de la barre d'outils de l'espace de travail pour examiner le ou les fichier(s) de rapport du signal chargé.



Pour voir les rapports récapitulatifs de séquence :

- Sélectionnez le menu **Sequence > View Summary Report File**.
- Cliquez sur l'icône **View Saved Sequence Summary Report File(s)** de la barre d'outils de navigation (en mode de retraitement).



Configuration des fenêtres de la visionneuse de rapports

Vous pouvez configurer plusieurs aspects du comportement de la visionneuse de rapports. Tous ces paramètres sont accessibles à partir du bouton **Options** de la fenêtre Visionneuse de rapports.

Vous pouvez définir le nombre maximal de fenêtres de la visionneuse de rapports qui seront ouvertes en parallèle. Les fenêtres sont réutilisables de manière cyclique. Lorsque vous examinez plus de fichiers de rapports que le nombre maximal de fenêtres de la visionneuse de rapports, la première fenêtre ouverte sera celle dont le contenu sera changé en premier lieu.

REMARQUE

Si vous n'avez pas à comparer plusieurs rapports, nous vous recommandons de limiter le nombre de fenêtres de la visionneuse de rapports à 1 fenêtre.

Pour comparer plusieurs rapports, il peut aussi être utile de modifier la barre de titre des fenêtres de la visionneuse de rapports. Divers symboles sont disponibles pour les fenêtres de la visionneuse de rapports affichant des rapports récapitulatifs de séquences, des rapports d'injection simple pour des échantillons de séquence, ou des rapports d'injection simple pour des analyses uniques. Ces symboles vous aideront à distinguer les fenêtres simples de la visionneuse de rapports.

Les fenêtres de la visionneuse de rapports sont toujours affichées en haut de l'application ChemStation. Afin de travailler avec l'application ChemStation et avec la visionneuse de rapports en même temps, vous pouvez redimensionner et positionner toutes les fenêtres de manière à les voir toutes. Lorsque vous fermez l'application ChemStation, la taille et les positions des fenêtres sont sauvegardées. La prochaine fois que vous relancerez l'application ChemStation, la même configuration sera réutilisée.

Disposition des fenêtres de la visionneuse de rapports

Les fenêtres de la visionneuse de rapports sont toujours affichées en haut de l'application ChemStation. Afin de travailler avec l'application ChemStation et avec la visionneuse de rapports en même temps, vous pouvez redimensionner et positionner toutes les fenêtres de manière à les voir toutes et de pouvoir travailler commodément.

Lorsque vous fermez l'application ChemStation, la taille et les positions des fenêtres sont sauvegardées. La prochaine fois que vous relancerez l'application ChemStation, la même configuration sera réutilisée.

Travail avec la visionneuse de rapports

Vous pouvez utiliser la visionneuse de rapports, par exemple, dans les procédures suivantes :

- Vous configurez la méthode et la séquence pour enregistrer des rapports au format PDF dans le système de fichiers. Après avoir terminé l'exécution de la séquence, vous ouvrez les fichiers de rapports (rapport récapitulatif de séquence ou rapports d'injection simple) directement depuis l'application ChemStation dans la visionneuse de rapports. Utilisez les fonctionnalités d'Adobe Reader comme l'agrandissement ou la recherche pour examiner le rapport en détails.
- Vous téléchargez une séquence qui contient déjà des fichiers de rapport du système de stockage central.
 - Pour voir le résultat final, vous sélectionnez l'échantillon convenable dans la table de navigation, et vous ouvrez le fichier de rapport directement dans la visionneuse de rapports de l'application ChemStation.
 - Si nécessaire, vous pouvez modifier la méthode et retraiter la séquence. Pendant le retraitement en cours, vous commencez à visionner les rapports des échantillons déjà terminés.

Dans la visionneuse de rapports, vous pouvez sélectionner l'ancien et le nouveau rapport dans la liste située dans le coin supérieur gauche. Vous pouvez distinguer les rapports par leur date de création, qui fait partie des informations de la liste. En fonction des réglages du transfert, les données - y compris les nouveaux fichiers de rapports- peuvent être automatiquement chargés vers le système de stockage central une fois le traitement achevé.

- Vous exécutez une séquence qui contient uniquement des fichiers de rapports au format TXT. Vous pouvez vérifier ces fichiers de rapports aussi bien dans la visionneuse de rapports.
- Vous révisez des rapports différents sur les mêmes échantillons de séquence, établis d'après des styles ou des modèles de rapport différents.

Tout d'abord, vous créez une séquence avec un rapport de performances complet. Vous exécutez ou retraiter la séquence pour obtenir le fichier de rapport. Si vous êtes satisfait des résultats affichés dans ce rapport, vous modifiez la méthode de la séquence pour créer un rapport plus court (par exemple, sélectionnez un modèle de rapport différent ou le style de rapport classique **Short**). Ensuite vous retraiter la séquence pour obtenir des rapports plus courts. Lorsque vous observez un rapport avec la visionneuse de rapports, vous pouvez voir alternativement deux rapports différents en les sélectionnant dans la liste située dans coin supérieur gauche. La date de création de chaque fichier est affichée comme partie des informations de la liste.

Révision

OpenLab CDS ChemStation Edition d'Agilent dispose d'une vue qui décrit les flux de tâches de révision pure des données pour leur traitement. Dans la vue **Review**, vous pouvez générer des rapports pour une séquence complète, un sous-ensemble d'une séquence ou pour toute sélection de fichiers de données issus de séquences différentes ou d'échantillons individuels.

Dans la vue **Review**, vous ne chargez aucune méthode et vous ne créez aucun jeu de résultats contrairement à un recalcul ou à un retraitement. Les rapports que vous générez dans la vue **Review** n'affichent que les résultats qui ont déjà été calculés.

Vous pouvez sélectionner un modèle de rapports et l'appliquer à une sélection spécifique de fichiers de données. La combinaison d'un modèle et d'une sélection de fichiers de données détermine l'aspect du rapport ainsi créé.

Puisque la vue **Review** fournit uniquement une vue des résultats existants, elle est utilisée dans les flux de tâches conformes pour présenter des résultats existants sans générer de nouvelle version des résultats.

REMARQUE

La vue **Review** n'est disponible que si vous avez activé le Reporting intelligent dans la Configuration d'instrument du panneau de commande d'OpenLab.

Conditions pour la création intelligente de rapports

OpenLab CDS ChemStation Edition génère les résultats dans un format spécifique (*.ACAML) utilisé pour le reporting intelligent. Si vous souhaitez créer des rapports pour des données acquises avec ChemStation version A ou B, vous devez d'abord régénérer des résultats à l'aide d'OpenLab CDS ChemStation Edition (par exemple recalculer les données ou générer des rapports d'injection simple dans la vue Traitement des données). Si les résultats ne sont pas disponibles dans le format requis, les rapports créés dans la vue Révision ne contiennent aucune donnée.

Sélection de fichiers de données

Vous pouvez sélectionner des fichiers de données requis en chargeant les séquences ou les analyses simples depuis l'arborescence de navigation de l'explorateur de la ChemStation. Tous les fichiers de données disponibles sont alors présentés dans la Table de navigation. Dans la Table de navigation, vous sélectionnez les fichiers de données spécifiques pour lesquels vous souhaitez afficher les résultats dans le rapport.

Chargement de fichiers de données

Vous pouvez charger tous les fichiers de données issus d'un dossier de séquence entière ou d'analyses simples. Dans l'onglet **Data** de l'explorateur de la ChemStation, double-cliquez sur la séquence ou utilisez la commande **Load** du menu contextuel pour charger tous les fichiers de données inclus.

Lorsque vous chargez les fichiers de données, la Table de navigation est effacée automatiquement avant que de nouvelles données puissent être affichées. Vous pouvez par conséquent préparer les données pour un *Rapport d'échantillon simple* ou pour un *Rapport récapitulatif de séquence*.

Ajout de fichiers de données

Si vous souhaitez comparer les résultats de séquences différentes, vous pouvez d'abord charger une séquence, puis ajouter les fichiers de données requis de l'autre séquence. Dans l'onglet **Data** de l'explorateur de la ChemStation, utilisez la commande **Add Data Files...** du menu contextuel pour ajouter seulement des fichiers de données spécifiques à la sélection déjà chargée. Une boîte de dialogue s'ouvre dans laquelle vous pouvez sélectionner les fichiers de données requis.

Lorsque vous ajoutez des fichiers de données, la Table de navigation joint ces fichiers à la liste de ceux déjà chargés. Vous pouvez par conséquent préparer les données pour des *Rapports de séquences croisées* par exemple.

Sélection de fichiers de données pour la création de rapports

La Table de navigation affiche tous les fichiers de données de la séquence ou d'un recueil d'échantillons simples sur lesquels vous avez double-cliqué dans l'explorateur de la ChemStation. Dans cette table, vous sélectionnez les fichiers de données pour lesquels vous souhaitez créer le rapport. Seuls les fichiers sélectionnés seront inclus dans le rapport ainsi créé.

Sélection de modèles de rapports

Vous pouvez sélectionner les modèles de rapports désirés depuis l'onglet **Report Templates** de l'explorateur de la ChemStation. L'arborescence de navigation présente tous les modèles de rapports dans le répertoire REPSTYLE.

Le répertoire REPSTYLE est situé par défaut dans C:\Users\Public\Documents\ChemStation. Ce chemin d'accès est défini pendant l'installation.

Utilisez le menu ChemStation **File > Open Windows Explorer...** pour accéder au chemin d'accès de l'instrument (par exemple C:\Users\Public\Documents\ChemStation\1). Vous pouvez également utiliser le raccourci des **Instrument Data** dans le menu Démarrer.

Présentation de rapport

Le rapport résultant est toujours déterminé à la fois par la sélection des données et par le modèle de rapport. Par conséquent, la ChemStation produit le rapport correspondant et en affiche une présentation dès que vous avez sélectionné un ou plusieurs fichiers de données et chargé un modèle de rapport.

Vous pouvez envoyer le rapport vers une imprimante ou le sauvegarder comme fichier (PDF, XLSX, DOCX, ou TXT). Si vous utilisez un système de stockage central, vous pouvez aussi charger le rapport directement vers le répertoire central.

Procédures de révision possibles

Vous pouvez la vue **Review**, par exemple, dans les procédures suivantes :

- Vous chargez une séquence et sélectionnez tous les fichiers de données de la séquence. Vous chargez un modèle de rapport et créez un *rapport récapitulatif de séquence*.
- Après avoir créé un rapport récapitulatif de séquence, vous chargez un modèle de rapport différent. Vous révisez les mêmes données avec une *mise en page différente du rapport*.
- Vous chargez une séquence et sélectionnez seulement un sous-ensemble des fichiers de données. Vous chargez un modèle de rapport et créez un rapport récapitulatif pour *une partie seulement de la séquence*.
- Après avoir chargé un sous-ensemble de fichiers de données, vous ajoutez d'autres fichiers de données (issus d'une séquence ou d'un recueil d'échantillons simples). Vous chargez un modèle de rapport et créez un *rapport d'échantillon croisé ou de séquence croisée*.

7

Étalonnage

| | |
|--|-----|
| Terminologie | 175 |
| Types d'étalonnage | 176 |
| Étalonnage simple | 176 |
| Étalonnage multiniveau | 177 |
| Plages d'étalonnage | 179 |
| Ajustement de la courbe d'étalonnage | 179 |
| Traitement de l'origine | 180 |
| Table d'étalonnage | 183 |
| Sommation des pics | 184 |
| Groupes de composés | 185 |
| Échantillons inconnus | 186 |
| Réétalonnage | 187 |
| Qu'est-ce que le réétalonnage ? | 187 |
| Pourquoi réétalonner ? | 187 |
| Réétalonnage manuel | 188 |
| Réétalonnage avec sommation des pics | 188 |
| Modes de réétalonnage | 188 |
| Réétalonnage en cas de pics manquants | 189 |
| Réétalonnage dans Batch Review (Examen des lots) | 189 |

Ce chapitre présente les principes de l'étalonnage.

Terminologie

- Étalonnage** L'étalonnage est le processus consistant à déterminer les facteurs de réponse utilisés pour calculer les concentrations absolues de composé en injectant des échantillons étalons préparés spécialement à cet effet. La table d'étalonnage est également utilisée pour l'identification.
- Composé** Un composé chimique peut comporter plusieurs pics, dans un étalonnage multiségnal, en général un par signal. Dans un étalonnage mono-signal, un composé fait référence à un seul pic.
- Niveau d'étalonnage** Un niveau d'étalonnage comprend les points d'étalonnage pour une concentration donnée d'un étalon. Dans un étalonnage multiségnal, les différents composés peuvent être étalonnés à l'aide de plusieurs signaux.
- Point d'étalonnage** Un point d'étalonnage désigne le rapport quantité/réponse d'un pic sur la courbe d'étalonnage.
- Échantillon étalon** Un échantillon étalon, également appelé étalon, est un échantillon contenant une quantité connue du composé à quantifier. Dans le logiciel, l'échantillon étalon désigne une injection depuis le flacon d'échantillon étalon.

Des étalons sont disponibles auprès de fournisseurs de substances chimiques ou ils peuvent être préparés en utilisant une quantité mesurée exactement du composé pur. La quantité du composé dans l'échantillon d'étalonnage est généralement exprimée sous forme de concentration, généralement en ng/µl.

Types d'étalonnage

Le logiciel ChemStation propose deux types d'étalonnage : l'étalonnage à un seul niveau et l'étalonnage à plusieurs niveaux.

Étalonnage simple

La courbe d'étalonnage présentée dans [Figure 42](#), page 176 comporte un seul point, c'est-à-dire un niveau. Avec une courbe d'étalonnage simple, la réponse du détecteur est censée être linéaire sur la plage de mesure des concentrations pour les échantillons concernés. Le facteur de réponse d'un pic de composant donné correspond à l'inverse de la pente de la courbe d'étalonnage passant par ce point et l'origine. L'étalonnage simple présente un inconvénient : la réponse du détecteur en fonction de la concentration d'un échantillon est censée être linéaire et passer par l'origine sur un tracé de la concentration en fonction de la réponse. Ce n'est pas toujours le cas et des résultats inexacts peuvent être générés.

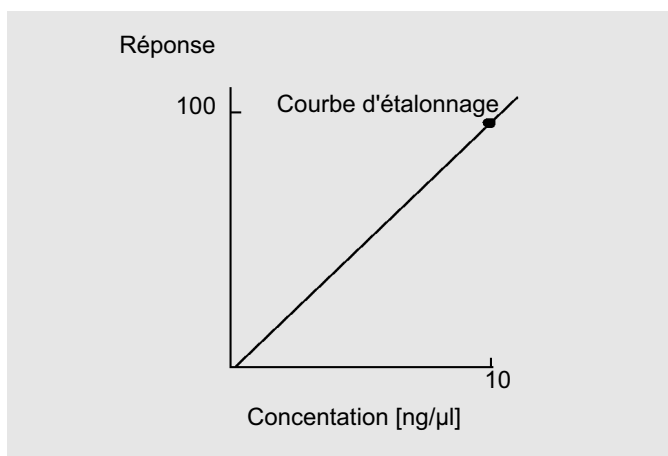


Figure 42 Courbe d'étalonnage simple

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

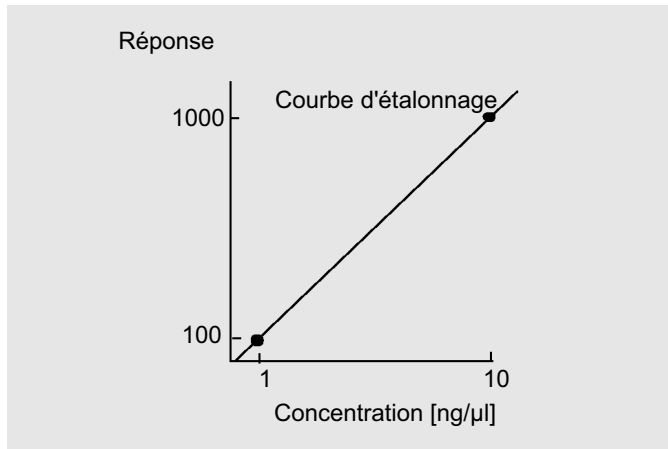


Figure 43 Courbe d'étalonnage à deux niveaux

Par exemple, si vous souhaitez quantifier un composé et que la concentration des échantillons inconnus devrait être comprise entre 1 et 10 ng/μl, la courbe d'étalonnage doit alors comporter au moins deux niveaux (voir [Figure 43](#), page 177).

Limites quantitatives

ChemStation permet de définir des plages de quantification valides en termes de quantité absolue de chaque composant.

Étalonnage multiniveau

L'étalonnage à plusieurs niveaux peut être utilisé en cas de doute sur la linéarité de la réponse d'un composant ou pour confirmer la linéarité de la plage d'étalonnage. Chaque niveau d'étalonnage correspond à un échantillon étalon ayant une concentration donnée de composants. Les échantillons étalons doivent être préparés de sorte que la concentration de chaque composant varie dans la plage de concentrations attendue dans les échantillons inconnus. Il est ainsi possible de prévoir la variation de la réponse du détecteur en fonction de la concentration et calculer les facteurs de réponse en conséquence.

Étalonnage

Types d'étalonnage

La courbe d'étalonnage multiniveau représentée comporte trois niveaux et illustre un ajustement linéaire passant par l'origine. La méthode d'ajustement linéaire passant par l'origine s'apparente à la méthode d'étalonnage simple. Il est supposé que la réponse du détecteur en fonction de la concentration est linéaire. La différence entre ces deux types d'étalonnage est la suivante : dans le cadre d'un ajustement linéaire, la pente de la réponse du détecteur peut être déterminée par un ajustement passant par plusieurs points (un pour chaque niveau).

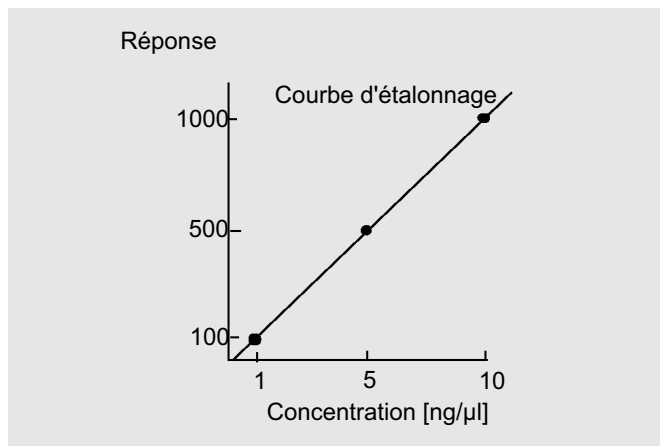


Figure 44 Courbe d'étalonnage multiniveau avec trois niveaux

La table d'étalonnage correspondante, qui présente sous forme de tableau les informations utilisées pour générer cette courbe, est semblable à celle présentée dans [Tableau 17](#), page 178.

Tableau 17 Table d'étalonnage

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

Dans cet exemple, les échantillons étalons utilisés pour générer les trois niveaux sont numérotés 1, 2 et 3.

Plages d'étalonnage

Chaque étalonnage à plusieurs niveaux est valable dans la plage de concentrations utilisée dans les échantillons d'étalonnage. L'extrapolation d'une courbe d'étalonnage, notamment en cas de non-linéarité, est dans le meilleur des cas une approximation. Vous pouvez définir la plage d'étalonnage valable pour chaque composé dans la boîte de dialogue **Compound Details**. Pour chaque composé, vous pouvez indiquer une limite inférieure ou supérieure. Tout dépassement de ces limites fait l'objet d'une annotation dans le rapport.

Ajustement de la courbe d'étalonnage

Dans le cadre d'un étalonnage à plusieurs niveaux, vous pouvez calculer l'ajustement de la courbe selon différentes méthodes :

- Segment de droite linéaire
- Linéaire
- Logarithmique
- Puissance
- Exposant
- Quadratique
- Cubique
- Moyenne (réponse/quantité)

Ajustement non linéaire

Dans certains cas, la réponse du détecteur aux variations de concentration d'un échantillon n'est pas linéaire. Une méthode d'étalonnage par régression linéaire ne convient pas pour ces types d'analyse et un calcul d'étalonnage à plusieurs niveaux doit alors être envisagé.

Traitement de l'origine

Vous pouvez traiter l'origine de quatre façons différentes lors du tracé de la courbe de réponse :

- ignorer l'origine,
- intégrer l'origine,
- forcer l'origine, ou
- relier l'origine.

Pour forcer l'intégration de l'origine dans la courbe d'étalonnage, les points d'étalonnage sont mis en correspondance par rapport à l'origine, depuis le premier quadrant dans le troisième quadrant. L'utilisation de tous les points pour le calcul de régression assure que la courbe d'étalonnage passe par l'origine. Ceci est également décrit dans [Figure 45](#), page 180.

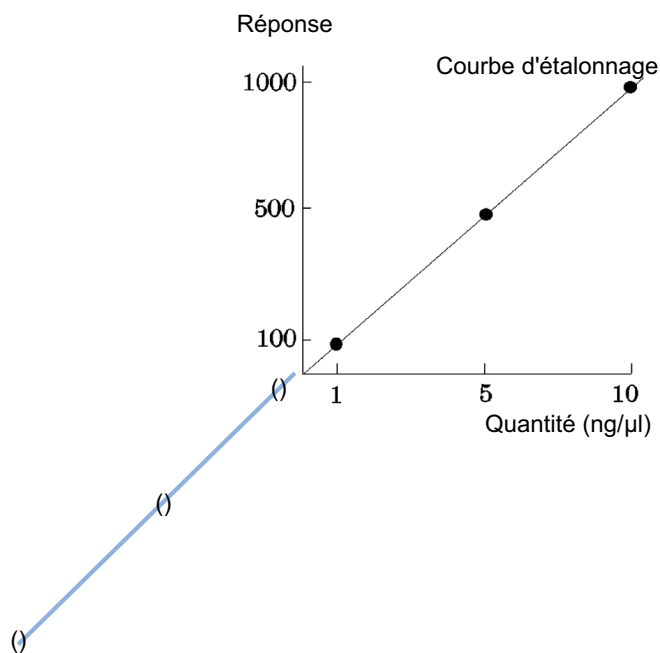


Figure 45 Forcer l'intégration de l'origine

Pour plus d'informations sur l'ajustement de la courbe d'étalonnage et le traitement de l'origine, voir *l'aide en ligne*.

Étalonnage

Types d'étalonnage

Pondération des points d'étalonnage

Lorsque vous définissez la courbe d'étalonnage par défaut, il est possible de spécifier la pondération (ou importance) relative des différents points d'étalonnage utilisés pour générer la courbe.

Les options de pondération suivantes peuvent être sélectionnées :

| Pondération | Description |
|------------------------|--|
| Uniforme | Tous les points d'étalonnage ont la même importance dans la courbe. |
| Linéaire (quantité) | Un point d'étalonnage pour la quantité x possède un facteur de pondération $1/x$, normalisé par rapport à la plus petite quantité, de telle sorte que le facteur de pondération le plus élevé soit 1. La normalisation est effectuée en multipliant la pondération par la plus petite quantité. Par exemple, la pondération d'un point d'étalonnage de quantité x est $(1/x)$, où a désigne la plus petite quantité de composé étalon préparée dans les étalons. Si l'origine est intégrée, il lui est attribué la moyenne des pondérations des autres points d'étalonnage. |
| Linéaire (réponse) | Un point d'étalonnage de réponse y possède un facteur de pondération de $1/y$, normalisé par rapport à la plus faible réponse, de sorte que le facteur de pondération le plus élevé soit 1. La normalisation est effectuée en multipliant la pondération par la plus faible réponse. Par exemple, la pondération d'un point d'étalonnage de quantité y est $(1/y)$, où b désigne la réponse correspondant à la plus faible quantité de composé étalon préparée dans les étalons. Si l'origine est intégrée, il lui est attribué la moyenne des pondérations des autres points d'étalonnage. |
| Quadratique (quantité) | Un point d'étalonnage de quantité x possède un facteur de pondération de $1/x^2$, normalisé par rapport à la plus faible quantité, de sorte que le facteur de pondération le plus élevé soit 1. La normalisation est effectuée en multipliant la pondération par la plus faible quantité. Par exemple, la pondération d'un point d'étalonnage avec la quantité x est $(1/x^2) \times a^2$, où a désigne la plus faible quantité du composé étalon préparée dans les étalons. |
| Quadratique (réponse) | Un point d'étalonnage de réponse y possède un facteur de pondération de $1/y^2$, normalisé par rapport à la plus faible réponse, de telle sorte que le facteur de pondération le plus élevé soit 1. La normalisation est effectuée en multipliant la pondération par la plus faible réponse. Par exemple, la pondération d'un point d'étalonnage de quantité y est $(1/y^2) \times b^2$, où b désigne la réponse correspondant à la plus faible quantité de composé étalon préparée dans les étalons. |
| Nombre d'étalonnages | Un point d'étalonnage est pondéré en fonction de son nombre de réétalonnages. Aucune normalisation n'est effectuée. |

Étalonnage

Types d'étalonnage

Des pondérations de points d'étalonnage quadratique peuvent, par exemple, être utilisées pour ajuster la dispersion des points d'étalonnage. Les points d'étalonnage les plus proches de l'origine, qui sont généralement mesurés avec une plus grande précision, sont ainsi assurés d'obtenir une pondération plus élevée que les points d'étalonnage qui sont plus éloignés de l'origine et peuvent être dispersés.

La décision concernant le type de pondération des points d'étalonnage doit être basée sur les spécifications de votre méthode.

Table d'étalonnage

La table d'étalonnage spécifie les conversions des aires ou hauteurs de pics en unités de votre choix, suivant la procédure de calcul sélectionnée. La table d'étalonnage contient une liste des temps de rétention/migration provenant d'une analyse d'étalonnage. Ces temps de rétention/migration sont comparés à ceux des pics produits par l'analyse d'un échantillon. S'il y a correspondance, le pic de l'échantillon est supposé représenter le même composé que celui qui figure dans la table d'étalonnage. Au cours d'une analyse ou pendant la génération d'un rapport, les quantités entrées pour chaque pic sont utilisées pour calculer les quantités destinées au calcul sélectionné pour ce rapport. Le type et la quantité d'informations requises pour la création d'une table d'étalonnage varient en fonction du type de procédure de calcul souhaité.

Les informations suivantes sont nécessaires pour créer une table d'étalonnage :

- le temps de rétention/migration de chaque pic de composant d'un mélange étalon,
- la quantité de chaque composant utilisée dans l'élaboration du mélange étalon, exprimée en unités homogènes.

Sommatation des pics

La table de sommatation des pics est fournie pour certaines applications de l'industrie pétrochimique ou pharmaceutique. Des applications classiques sont le reporting des impuretés totales ou des produits de décomposition, ou la somme des aires des pics non étalonnés compris dans une plage spécifique.

La table de sommatation des pics s'apparente à la table d'étalonnage standard, avec néanmoins quelques différences. Tout comme la table d'étalonnage, elle est associée à la méthode active. La sommatation des pics n'est pas conçue pour les fichiers de données multisignal.

Les aires additionnées pour une plage de temps donnée peuvent être exprimées sous forme de quantités en utilisant la courbe d'étalonnage d'un composé de la table d'étalonnage. Il est également possible d'utiliser un facteur de réponse fixe.

REMARQUE

Vous devez créer la table d'étalonnage d'une analyse avant de créer la table de sommatation des pics.

Groupes de composés

Les groupes de composés permettent de grouper des composés individuels de la table d'étalonnage pour le reporting. Un composé ne peut appartenir qu'à un seul groupe. Vous créez les groupes dans la table d'étalonnage. La table d'étalonnage ne contient qu'un numéro pour chaque groupe ; dans une case séparée, vous assignez un nom de groupe à ce numéro et ajoutez un ou plusieurs composés. Il est possible d'effectuer un étalonnage de quantité de groupe, où une quantité totale est assignée au groupe. Les quantités des composés du groupe sont calculées selon leur contribution à la réponse totale. Un exemple courant est celui d'un mélange d'isomères où seule la quantité totale est connue, mais la réponse du détecteur est identique pour les isomères.

Échantillons inconnus

Un échantillon inconnu est un échantillon contenant une quantité inconnue du composé à quantifier.

Pour déterminer la quantité du composé dans un échantillon inconnu, il est nécessaire de :

- générer une courbe d'étalonnage du composé,
- injecter une aliquote de l'échantillon inconnu et lancer l'analyse dans des conditions exactement identiques à l'échantillon étalon,
- déterminer la réponse à partir du signal, c'est-à-dire l'aire ou la hauteur du pic par rapport à la quantité inconnue du composé, et
- utiliser la courbe d'étalonnage pour calculer la quantité du composé dans l'échantillon inconnu.

Par exemple, si l'aire de pic d'un échantillon inconnu est égale à 500, il est possible de déterminer que la quantité du composé correspondant dans l'échantillon inconnu est de 5 ng/ μ l, en utilisant la courbe d'étalonnage de la Figure 46, page 186.

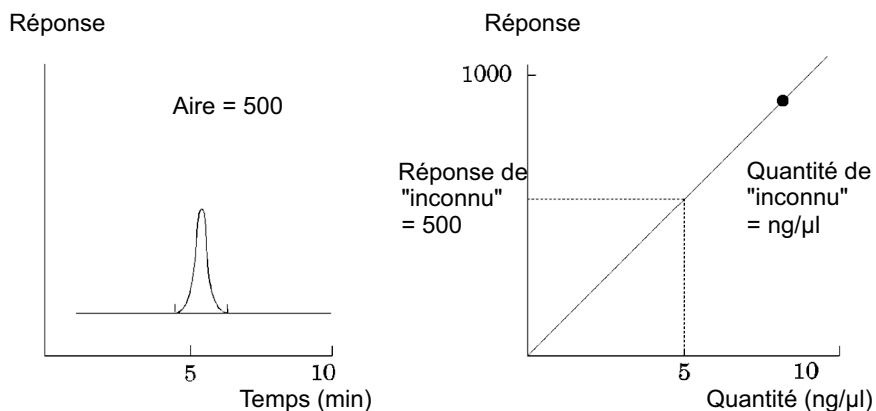


Figure 46 Signal d'un échantillon inconnu et courbe d'étalonnage

Réétalonnage

Qu'est-ce que le réétalonnage ?

Le processus de réétalonnage consiste à actualiser un niveau sur une courbe d'étalonnage. Lorsque vous procédez à un réétalonnage, vous analysez un autre échantillon qui contient les mêmes composés étalon que l'original, mais surtout la même quantité de ces composés. Lorsque vous analysez l'échantillon d'étalonnage, vous obtenez des facteurs de réponse et des temps de rétention/migration mis à jour. Vous pouvez également choisir de faire la moyenne des facteurs de réponse de plusieurs analyses d'étalonnage, de manière à pondérer les facteurs de réponse à parts égales.

Pourquoi réétalonner ?

La plupart des étalonnages ont une durée de vie limitée, en raison des variations de méthode chromatographique. Le réétalonnage s'avère nécessaire pour garantir l'exactitude de l'analyse. Considérons, par exemple, que vous avez créé une table d'étalonnage pour le composé caféine et que vous l'utilisez à chaque quantification d'échantillons contenant de la caféine. A un moment donné, vous devrez remplacer la colonne/le capillaire. Même si la colonne/le capillaire est remplacé par exactement un autre du même type, il ne se comportera pas exactement comme le précédent lorsque vous avez créé la table d'étalonnage pour la caféine. Par conséquent, pour préserver la cohérence, vous devez réétalonner les points dans la table d'étalonnage avant d'utiliser la nouvelle colonne/le nouveau capillaire, pour analyser des échantillons contenant des quantités inconnues de caféine. Vous procédez ainsi à la quantification d'échantillons analysés dans des conditions système identiques.

Réétalonnage manuel

Vous pouvez saisir manuellement des informations sur l'étalonnage des pics et normaliser la table d'étalonnage en sélectionnant le bouton d'option Manual Setup (Configuration manuelle) dans la boîte de dialogue New Calibration Table (Nouvelle table d'étalonnage). Pour créer une méthode d'étalonnage, il convient généralement d'analyser un mélange étalon, de créer une table d'étalonnage et de saisir la quantité de tous les pics étalonnés pour obtenir les facteurs de réponse. Cette procédure s'avère toutefois utile dans le cas de certaines applications, notamment dans l'industrie pétrochimique, où les mêmes composés sont analysés depuis des années et où les facteurs de réponse des différents composés et détecteurs sont connus depuis longtemps.

Pour créer manuellement la table d'étalonnage, saisissez les pics et leurs facteurs de réponse dans la table d'étalonnage, réétalonnez la méthode à l'aide d'un étalon qui contient au moins un pic de référence et mettez à jour le % delta.

Pour référencer un pic spécifique pour le calcul des rapports de temps de rétention, vous pouvez configurer ce pic comme taux horaire de rétention. Tous les pics dont la référence de taux RT est similaire sont référencés en rapport à ce pic.

Réétalonnage avec sommation des pics

Lorsque vous effectuez un réétalonnage, les intervalles de temps de rétention/migration qui figurent dans la table de sommation des pics de la méthode sont actualisés préalablement au réétalonnage effectif. Le réétalonnage des sommations des pics est effectué sur ce modèle, de telle sorte que le delta soit intégré aux calculs des temps.

Modes de réétalonnage

Le logiciel ChemStation propose deux modes de réétalonnage. Vous pouvez procéder à un réétalonnage interactif ou à un réétalonnage automatique pendant une séquence d'analyses automatisée. Le réétalonnage interactif consiste à suivre directement les étapes du processus de réétalonnage à l'aide du logiciel ChemStation après avoir injecté un ou plusieurs échantillons étalons. Le réétalonnage séquentiel consiste à spécifier à quel moment le réétalonnage est effectué, mais le réétalonnage est ensuite effectué automatiquement par le

logiciel. Pour plus d'informations, voir la section « Réétalonnage automatique », page 128.

Pour plus d'informations sur la procédure de réétalonnage à l'aide du logiciel, voir la procédure correspondante dans l'aide en ligne.

Réétalonnage en cas de pics manquants

Vous pouvez réétalonner les pics non identifiés de trois façons.

No Recalibration

Lorsqu'un composé figurant dans la table d'étalonnage n'est pas identifiable dans les résultats d'intégration, l'étalonnage est abandonné. Dans le cadre d'une séquence, la séquence est également abandonnée.

Partial Recalibration

Cette fonction assure uniquement le réétalonnage des pics identifiés. Les pics manquants n'entraînent pas l'abandon du réétalonnage, mais ils font l'objet d'une annotation dans le rapport et le journal de l'analyse.

Recalibration of all Retention/Migration Times

Cette fonction permet le réétalonnage du temps de rétention/migration de tous les pics identifiés et non identifiés. Cette opération est effectuée sur la base des temps de rétention/migration des composés identifiés. Les facteurs de réponse des pics non identifiés ne sont pas actualisés.

Réétalonnage dans Batch Review (Examen des lots)

La méthodologie de réétalonnage dans Batch Review diffère du réétalonnage dans la séquence originelle.

En cliquant sur le bouton **Update Calibration** de la part d'outils d'examen des lots, le système effectue un réétalonnage à partir de toutes les analyses d'étalonnage du lot afin de créer une table d'étalonnage réétalonnée. En cliquant sur le bouton **Start** de la barre d'outils d'examen des lots Batch Review, les quantités de chaque composé étalonné seront recalculées. Les quantités de tous les échantillons seront calculées à partir de la table d'étalonnage réétalonnée.

8

Reporting

| | |
|--|-----|
| Qu'est-ce qu'un rapport ? | 191 |
| Édition des résultats | 192 |
| Résultats quantitatifs | 193 |
| Création de rapports classiques et Intelligent Reporting | 195 |
| Conséquences de l'activation d'Intelligent Reporting | 195 |
| Création intelligente de rapports | 196 |
| Avantages de la création intelligente de rapports | 196 |
| Éditeur de modèles de rapports (RTE, Report Template Editor) pour la création intelligente | 197 |
| Enregistrement des modèles de rapports | 200 |
| Enregistrement des rapports créés | 202 |
| Modèles de rapport du système de stockage central de données | 202 |
| Création de rapports classique | 203 |
| Valeurs de champ personnalisé de génération de rapport | 203 |
| Styles de rapports | 203 |
| Autres paramètres de style de rapport | 205 |
| Rapport récapitulatif de séquence | 206 |
| Formats des fichiers de rapport | 210 |

Ce chapitre décrit les principes d'Intelligent Reporting et de Classic Reporting.

Qu'est-ce qu'un rapport ?

Un rapport se compose d'informations quantitatives et qualitatives de l'échantillon que vous analysez. Il peut être imprimé sur papier, affiché à l'écran ou disponible sous forme de fichier électronique. Le rapport peut contenir des renseignements sur les pics détectés lors de l'analyse et les tracés des acquisitions.

Rapports pour différents usages

Vous pouvez préciser les différents usages des rapports pendant l'acquisition et la révision des données :

- Le *rapport récapitulatif de séquence* est défini dans l'onglet **Sequence Output** de la boîte de dialogue **Sequence Parameters**. Ce rapport est créé automatiquement par ChemStation après l'achèvement d'une acquisition ou d'un retraitement de séquence.
- Le *rapport d'injection simple* est défini dans la boîte de dialogue **Specify Report**. Ce rapport est créé pour chaque échantillon simple pendant l'acquisition ou le retraitement d'une séquence.

Avec la Création intelligente de rapports, vous pouvez créer des modèles pour différents types de rapports selon leur usage. Pour plus d'informations, reportez-vous à « Types de rapports », page 197.

Destination du rapport

Un rapport peut être envoyé aux destinations suivantes :

- **Screen**
Le rapport (texte et graphiques inclus) s'affiche à l'écran dans la fenêtre de présentation du rapport, à partir de laquelle vous pouvez l'imprimer.
- **Printer**
Le rapport (texte et graphiques inclus) est imprimé sur l'imprimante sélectionnée.
- **File**
Le rapport est enregistré dans un fichier, par exemple, un fichier Adobe PDF.

Édition des résultats

Deux types de rapport sont disponibles :

- un rapport non étalonné qui ne corrige pas la réponse de détecteur et
- un rapport étalonné dont la différence de réponse de détecteur à plusieurs composés de l'échantillon est corrigée.

Rapports non étalonnés

Les rapports non étalonnés incluent les rapports **Area%** et **Height%**. Ces rapports sont principalement utilisés dans le cadre de la préparation des rapports étalonnés. Ils peuvent faire office de rapports finaux si les quantités nécessaires pour générer une réponse d'aire ou de hauteur d'unité pour les composés considérés sont similaires.

Rapports étalonnés

Les rapports étalonnés corrigent la différence de réponse de détecteur aux composés rapportés. Un ou plusieurs étalons contenant des quantités connues de composés rapportés doivent être analysés dans les mêmes conditions que l'échantillon inconnu. Les données d'intégration provenant de ces étalons permettent de préparer une table d'étalonnage. Il s'agit d'une liste des temps de rétention/migration, des quantités et des réponses, utilisée dans la génération du rapport. Les rapports étalonnés reposent sur deux procédures d'étalonnage appelées « étalon externe » et « étalon interne ».

Rapport d'étalon externe (ESTD)

Le rapport ESTD répertorie les résultats avec les unités de votre choix ou avec chaque composé comme pourcentage de tous les composés présents. Une quantité est utilisée pour tous les composés de la table d'étalonnage et pour la quantité d'échantillon. La procédure d'étalon externe exige la connaissance précise du volume d'injection relatif des étalons et des échantillons inconnus. La fiabilité du rapport d'étalon externe est limitée par la reproductibilité de l'injection et d'autres facteurs susceptibles de varier d'un échantillon à l'autre.

Rapport d'étalon interne

La procédure d'étalon interne permet de surmonter les limites de la procédure d'étalon externe. Une quantité connue précise (pas nécessairement la même) de l'étalon interne est ajoutée aux étalons et à l'échantillon inconnu. Le temps de réponse de chaque composé concerné est divisé par le temps de réponse nécessaire à l'étalon interne pour fournir un rapport de réponse. Les courbes d'étalonnage représentent un tracé de ce rapport de réponse et du rapport de quantité. Ces données sont utilisées dans le calcul des résultats rapportés. Ainsi, les erreurs de volume d'injection ou les légères modifications apportées au chromatographe/à l'électrophérogramme et affectant tous les composés de façon similaire sont annulées. Le rapport ISTD répertorie les résultats dans les unités de votre choix.

Rapport de tableaux

Le rapport de tableaux suit un résultat unique de plusieurs analyses pour un composé étalonné précis. La fonction **Control Chart** est installée une fois que ChemStation est opérationnel. Les méthodes utilisant cette fonction transmettent le résultat suivi à une feuille de calcul Microsoft Excel après chaque analyse. Le tableur Excel est ensuite utilisé pour imprimer le rapport.

Résultats quantitatifs

Le type de rapport est identifié par le nom de la méthode de calcul utilisée pour le préparer (par exemple, un rapport ISTD). Chaque type est décrit brièvement ci-dessous.

Area% fournit le rapport le plus concis et ne requiert aucune donnée d'étalonnage, car la différence de réponse du détecteur pour les composants de l'échantillon n'est pas corrigée. Le rapport % aire s'avère particulièrement utile pour développer une table d'étalonnage afin de l'utiliser avec les autres options de rapport. Ce rapport convient aux analyses dans lesquelles la différence de réponse du détecteur pour les composants n'est pas significative.

Height% fournit un rapport semblable au rapport % aire, à la différence près que c'est la hauteur et non l'aire du pic qui sert aux calculs.

Norm% fournit un rapport dans lequel chaque composant est rapporté comme pourcentage de la quantité de tous les composants présents.

ESTD génère un rapport de la quantité réelle de chaque substance. Les quantités sont calculées à l'aide d'une table d'étalonnage précédemment établie. L'utilisation d'un étalon externe exige la connaissance du volume d'injection du mélange étalon.

ESTD% génère un rapport de la quantité relative de chaque substance comme pourcentage de la quantité d'échantillon injectée. Les quantités sont calculées à l'aide d'une table d'étalonnage précédemment établie. L'utilisation d'un étalon externe exige la connaissance du volume d'injection du mélange étalon.

ISTD génère un rapport de la quantité réelle de chaque substance. Les quantités sont calculées au moyen d'une courbe d'étalonnage créée précédemment. Grâce à l'utilisation d'un étalon interne dans l'échantillon et le mélange étalon, l'utilisateur n'a pas besoin de connaître ni de contrôler le volume de l'échantillon injecté. Cela corrige également toute variation de la performance instrumentale entre les analyses.

ISTD% génère un rapport de la quantité relative de chaque substance comme pourcentage de la quantité d'échantillon injecté. Grâce à l'utilisation d'un étalon interne dans l'échantillon et le mélange étalon, l'utilisateur n'a pas besoin de connaître ni de contrôler le volume de l'échantillon injecté. Cela corrige également toute variation de la performance instrumentale entre les analyses.

Création de rapports classiques et Intelligent Reporting

Avec OpenLab CDS ChemStation Edition d'Agilent, vous pouvez choisir le type de reporting que vous souhaitez utiliser : le *Reporting ChemStation classique*, qui reste inchangé par rapport au reporting de ChemStation B, ou le nouveau *Reporting intelligent*.

Les sections suivantes décrivent les deux types de reporting.

Conséquences de l'activation d'Intelligent Reporting

Si vous souhaitez utiliser le reporting intelligent, vous devez l'activer dans la Configuration d'instrument dans le panneau de commande d'OpenLab.

L'activation du reporting intelligent a les conséquences suivantes pour ChemStation :

- La vue **Report Layout** affiche l'éditeur de modèle de rapports pour le reporting intelligent. Il est désormais possible de modifier les modèles de rapports classiques dans cette vue et d'adopter le reporting intelligent.
- La vue **Review** est disponible.
- Dans les boîtes de dialogue **Sequence Parameters** et **Specify Report**, vous pouvez choisir le reporting classique ou intelligent. Il reste possible d'utiliser les paramètres de reporting classique et les modèles de rapports « classiques », qui existent déjà pour l'instrument.

Création intelligente de rapports

Avantages de la création intelligente de rapports

La création intelligente de rapports présente les avantages suivants :

- Vous pouvez utiliser la vue **Review**.
- La plupart des fonctionnalités disponibles dans les différents paramètres et dans plusieurs boîtes de dialogue de la création intelligente de rapports font maintenant partie des modèles de rapports. Vous pouvez créer ou modifier des modèles de rapports à l'aide de la vue **Report Layout**, contenant l'éditeur de nouveaux modèles de rapports pour la création intelligente. L'éditeur de modèles de rapports présente plusieurs fonctions puissantes :
 - Vous pouvez accéder à tous les résultats produits par ChemStation en sélectionnant le champ de données correspondant.
 - Vous pouvez créer vos propres expressions afin de faire des calculs avec les champs de données. Vous pouvez utiliser toute expression valide de Microsoft Visual Basic.
 - Vous pouvez créer des expressions où vous pourrez faire des calculs avec les Champs personnalisés de la ChemStation.
 - Mise en évidence de résultats : vous pouvez définir les expressions pour mettre en évidence des résultats spécifiques selon leur valeur.
 - Parcelles : l'éditeur de modèles de rapports comporte des éléments préconfigurés, appelés *parcelles*, que vous pouvez insérer dans votre modèle de rapport par un tirer-lâcher.
- Vous pouvez utiliser l'outil Documentation du modèle de rapport pour créer de descriptions de vos modèles de rapports.
- Vous pouvez reporter les valeurs suivantes en référence à la Pharmacopie européenne (taux pic/vallée également disponible pour le rapport classique; pour les détails des champs obligatoires, consultez le *Guide de référence*):
 - Rapport signal/bruit
 - Rétention relative
 - Temps de rétention relatif

Éditeur de modèles de rapports (RTE, Report Template Editor) pour la création intelligente

Types de rapports

Vous pouvez créer différents types de rapports. Selon le type de rapport, différents champs de données sont disponibles dans le modèle ; les éléments du rapport sont groupés différemment.

Les types de rapports suivants sont disponibles :

- **Single Injection**

Le rapport créé montre les éléments du rapport issus du modèle séparés pour chaque injection dans la plage active des données. Vous pouvez afficher les données par injection, mais vous ne pouvez pas comparer les résultats entre les différentes injections dans un tableau ou une matrice.

- **Single Sequence Summary**

Le rapport créé montre les éléments du rapport issus du modèle séparés pour chacune des séquences dans la plage active des données. Vous pouvez comparer les résultats entre les différentes injections dans un tableau ou une matrice, mais pas les résultats entre les différentes séquences.

- **Cross-Sequence Summary**

Avec ce type de rapport, les données ne sont *pas* groupées automatiquement. Par conséquent, vous devez prêter plus d'attention au groupage des éléments de votre rapport, mais en revanche vous pouvez créer des éléments de rapport qui comparent les données entre des séquences différentes.

Format de modèles

Tous les modèles de rapports sont basés sur le langage de définition de rapports (RDL), qui est un format XML standardisé fourni par Microsoft.

Le RTE (*éditeur de modèles de rapport*) constitue une interface facile à utiliser, vous aidant à créer des modèles de rapports en quelques étapes. Il prend en charge tous les types d'éléments de rapport et la plupart des options de configuration respectives.

Champs de données

Vous pouvez accéder à tous les résultats générés par ChemStation pendant une acquisition. Pour chaque valeur, vous pouvez sélectionner le champ de données respectif dans lequel la valeur est enregistrée. Vous pouvez modifier la disposition des champs de données dans le modèle de rapport selon vos besoins. Les champs de données disponibles sont répartis dans les catégories suivantes :

- Séquence
- Échantillon
- Injection
- Signal
- Composé
- Pic
- Courbe d'étalonnage
- Instrument
- Fichier
- Projet

Éléments de rapport

Vous pouvez ajouter divers éléments à un modèle de rapport selon vos besoins. Pour chaque élément de rapport, vous pouvez configurer plusieurs propriétés telles le format des polices, la couleur du fond, les expressions, etc. Les éléments de rapport suivants sont disponibles :

- Champs de texte
- Champs de données
- Tableaux
- Matrices
- Groupes composites
- Images
- Chromatogrammes
- Courbes d'étalonnage
- Spectre
- Diagrammes
- Informations sur les méthodes

Parcelles

L'éditeur de modèles de rapports comporte des parcelles, éléments ou groupes d'éléments de rapport, que vous pouvez insérer dans votre modèle de rapport par un tirer-lâcher.

Ces parcelles sont, par exemple, des tableaux préconfigurés pour des résultats de composés ou de conformité du système, des chromatogrammes pour un tracé de signal simple ou multiple ou des graphiques de contrôle pour la précision d'étalonnage ou la stabilité du temps de rétention. Vous pouvez les utiliser comme point de départ et les ajuster selon vos besoins.

Calcul personnalisé

Dans l'Éditeur de modèles de rapports, vous pouvez afficher les valeurs des champs de données telles qu'elles sont produites par la ChemStation ou calculer de nouvelles valeurs pour des usages différents. Vous pouvez créer des expressions à l'aide des champs de données existants et aussi à l'aide des champs personnalisés.

Vous pouvez enregistrer les valeurs comme des variables et accéder à ces variables issues d'un élément de rapport ultérieur dans le modèle.

L'éditeur de modèles de rapports comporte un éditeur d'expressions pour vous aider à créer des expressions valides. Toutes les expressions sont basées sur Microsoft Visual Basic.

Formatage conditionnel

Vous pouvez configurer certaines propriétés d'un champ ou d'une cellule, selon les valeurs résultant de l'expression. Par exemple, si la quantité de composé est affichée, vous pouvez créer une condition pour qu'un fond rouge apparaisse si la quantité dépasse une certaine valeur.

Données de démonstration

Lorsque vous développez un nouveau modèle de rapport dans la vue Mise en page de rapport, la ChemStation fournit des données de démonstration affichées dans l'éditeur de modèles de rapports lorsque vous modifiez ou prévisualisez le modèle. Les données de démonstration correspondent à l'ensemble de données (séquence ou analyses simples) sélectionnées actuellement dans la Table de navigation de la vue **Data Analysis**. Si vous développez un modèle pour un rapport récapitulatif de séquence, vous devez charger une séquence dans la vue Analyse de données et sélectionnez un sous-ensemble d'échantillons. Si vous développez un modèle pour un rapport d'injection simple, il est suffisant de sélectionner un seul échantillon dans la vue Analyse de données.

Enregistrement des modèles de rapports

La ChemStation comporte un certain nombre de modèles de rapports prédéfinis. Ces modèles par défaut sont situés dans le dossier de documents publics du répertoire REPSTYLE.

Le répertoire REPSTYLE est situé par défaut dans C:\Users\Public\Documents\ChemStation. Ce chemin d'accès est défini pendant l'installation. Utilisez le menu ChemStation **File> Open Windows Explorer...** pour accéder au chemin d'accès de votre système (par exemple C:\Users\Public\Documents\ChemStation\1). Vous pouvez également utiliser le raccourci des **Instrument Data** dans le menu Démarrer.

Pour les séquences, les modèles utilisés pour les rapports récapitulatifs et pour les rapports d'injection simple se situent dans le jeu de résultats au même niveau que les méthodes de séquence. Aucun modèle de rapport n'est enregistré au niveau du fichier de données d'une séquence.

Boîte de dialogue Rechercher des modèles

Si vous recherchez des modèles de rapports dans les boîtes de dialogue **Sequence Parameters** ou **Specify Report**, vous pouvez synchroniser les modèles dans le répertoire des modèles par défaut et dans le jeu de résultats.

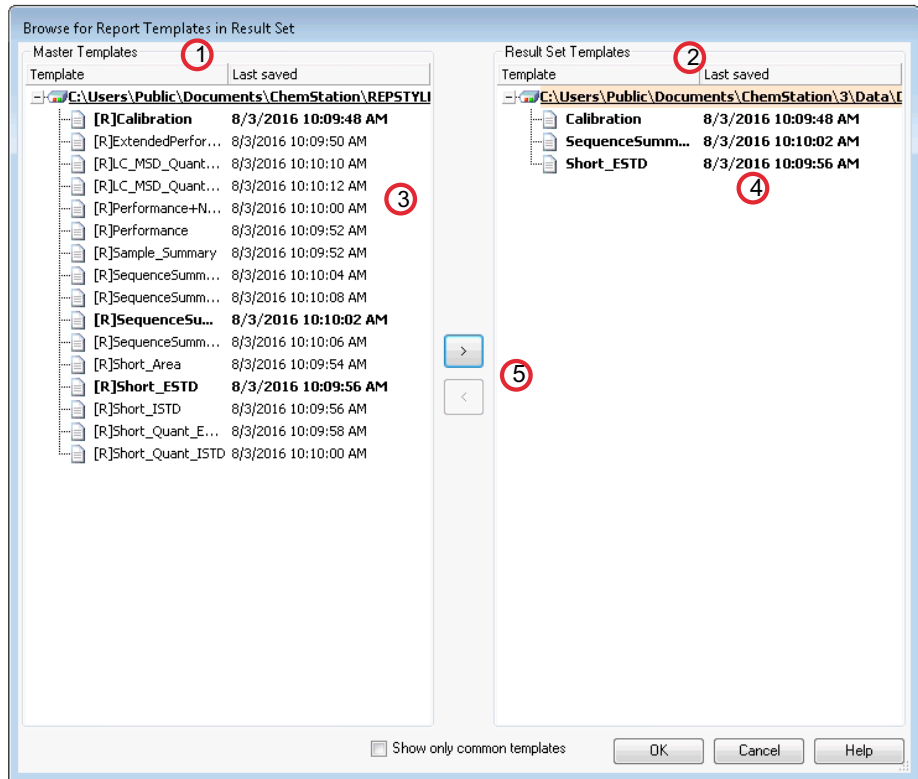


Figure 47 Boîte de dialogue Browse for Report Templates in Result Set

- 1 Sur le côté gauche, vous pouvez voir les modèles dans le répertoire Modèles par Défaut (définis pendant l'installation).
- 2 Sur le côté droit, vous voyez les modèles du jeu de résultats actuellement chargé.
- 3 Pour chaque modèle, vous voyez la date de son dernier enregistrement. L'infobulle de la date affiche la dernière entrée du modèle.
- 4 Les modèles courants pour le jeu de résultats et le répertoire des méthodes par défaut sont affichés en caractères gras. Les modèles sont appariés seulement par nom.
- 5 Vous pouvez copier des modèles entre le répertoire des modèles par défaut et le jeu de résultats par un glisser-déplacer ou à l'aide du bouton >.

Enregistrement des rapports créés

Désignation des fichiers pour des rapports d'injection simple

Lorsque vous attribuez un nom de fichier à un rapport d'injection simple dans la boîte de dialogue **Specify Report**, vous pouvez utiliser les jetons suivants :

- <Date> date du jour
- <Time> heure actuelle
- <SeqName> nom du fichier de séquence (« _ » pour un échantillon simple)
- <ResultSet> nom du jeu de résultats (« _ » pour un échantillon simple)
- <SampleName> nom d'échantillon
- <LimsID> LimsID
- <InjDateTime> date et heure de l'injection
- <DataFile> nom du fichier de données
- <SampleLoc> emplacement de l'échantillon

Désignation des fichiers pour les rapports récapitulatifs de séquence

Lorsque vous attribuez un nom de fichier à un rapport récapitulatif de séquence dans l'onglet **Sequence Output** de la boîte de dialogue **Sequence Parameters**, vous pouvez utiliser les jetons suivants :

- <Date> date du jour
- <Time> heure actuelle
- <SeqName> nom du fichier de séquence
- <ResultSet> nom du jeu de résultats
- <LimsID> LimsID

Modèles de rapport du système de stockage central de données

Si vous utilisez un système de stockage central de données, les modèles de rapport sont traités comme type de document individuel. Vous pouvez charger des modèles vers le système de stockage central de données, télécharger des modèles depuis un système de stockage central de données, ou mettre à jour tous les modèles de rapports locaux au moyen de la dernière version du système de stockage central de données.

Création de rapports classique

Valeurs de champ personnalisé de génération de rapport

Les valeurs des champs personnalisés associés à un échantillon particulier en fonction de sa méthode d'acquisition peuvent être ajoutées au rapport. Les champs personnalisés d'échantillon sont listés à la fin de l'en-tête de rapport qui contient les informations générales d'échantillon. Les champs personnalisés de composé apparaissent à la fin du rapport.

Styles de rapports

Pour ajouter un signal à l'un des styles de rapports classiques, vous devez cocher la case correspondante dans la boîte de dialogue Spécifier le rapport.

Les styles de rapports suivants sont disponibles :

- **None** : aucun texte ne sera inclus dans le rapport. Le chromatogramme n'est inclus dans le rapport que si l'option Ajouter une sortie de chromatogramme est sélectionnée.
- **Short** : comprend les résultats quantitatifs sous forme de texte.
- **Detail** : inclut l'en-tête, les résultats quantitatifs et les courbes d'étalonnage. L'en-tête est stocké dans un fichier, RPTHEAD.TXT, situé dans le répertoire des méthodes. Vous pouvez modifier l'en-tête à l'aide d'un éditeur de texte si vous souhaitez ajouter un texte spécifique pour la méthode.
- **Header + Short** : inclut l'en-tête du fichier et les résultats quantitatifs. L'en-tête est stocké dans un fichier, RPTHEAD.TXT, situé dans le répertoire des méthodes. Vous pouvez modifier l'en-tête à l'aide d'un éditeur de texte si vous souhaitez ajouter un texte spécifique pour la méthode.
- **GLP + Short** : inclut l'en-tête, les informations sur l'échantillon, les conditions de l'instrument, le journal, l'acquisition et les résultats quantitatifs. L'en-tête est stocké dans un fichier, RPTHEAD.TXT, situé dans le répertoire des méthodes. Vous pouvez modifier l'en-tête à l'aide d'un éditeur de texte si vous souhaitez ajouter un texte spécifique pour la méthode.

- **GLP + Detail** : inclut l'en-tête, les informations sur l'échantillon, les conditions de l'instrument, le journal, l'acquisition, les résultats quantitatifs et les courbes d'étalonnage. L'en-tête est stocké dans un fichier, RPTHEAD.TXT, situé dans le répertoire des méthodes. Vous pouvez modifier l'en-tête à l'aide d'un éditeur de texte si vous souhaitez ajouter un texte spécifique pour la méthode.
- **Full** : inclut l'en-tête, les informations sur l'échantillon, les conditions de l'instrument, le journal, les acquisitions et les résultats quantitatifs. L'en-tête est stocké dans un fichier, RPTHEAD.TXT, situé dans le répertoire des méthodes. Vous pouvez modifier l'en-tête à l'aide d'un éditeur de texte si vous souhaitez ajouter un texte spécifique pour la méthode. Pour les fichiers de données contenant des spectres, le spectre au sommet de chaque pic est également rapporté.
- **Performance** : génère un rapport en fonction des limites spécifiées dans la boîte de dialogue Modifier les limites de performances du menu Conformité du système.

Pour les méthodes non étalonnées, les paramètres du rapport incluent le numéro du pic, le temps de rétention/migration, l'aire et la hauteur du pic, la description du signal, la largeur vraie du pic à mi-hauteur (reportez-vous également à *Largeur de pic réelle $W_x[min]$* dans le Guide de référence, la symétrie, k', l'efficacité (plateaux) et la résolution pour chaque pic.

Pour les méthodes étalonnées, les paramètres du rapport incluent le numéro du pic, le temps de rétention/migration, le nom du composé, la quantité, la description de l'acquisition, la vraie largeur du pic à mi-hauteur, la symétrie, k', l'efficacité (plateaux) et la résolution pour chaque pic.

Le calcul du pic à mi-hauteur est différent de la formule de calcul de largeur de pic la plus complexe utilisée par l'intégrateur. Les valeurs d'efficacité et de résolution sont basées sur la largeur de pic calculée. L'en-tête du rapport reprend toutes les informations pertinentes pour la méthode, y compris l'instrument, la colonne/capillaire, l'échantillon et les paramètres d'acquisition. Le signal est également tracé.

- **Performance + Noise** : combine le style de rapport Performances avec les calculs des plages de bruits définies dans la boîte de dialogue Modifier une plage de bruits du menu Conformité du système. En outre, le bruit est calculé comme six fois l'écart-type, en tant que bruit crête-à-crête et bruit ASTM. La dérive et la déviation sont également déterminées.
- **Performance + Extended** : génère un rapport étendu reprenant l'ensemble des paramètres des calculs de performances de pic ainsi que les tracés de chaque pic. Ces tracés incluent la ligne de base, les tangentes, ainsi que les largeurs de pic aux hauteurs définies. Ce type de rapport n'inclut que les pics étalonnés.

Outre les paramètres imprimés pour le style de rapport de performance, d'autres paramètres de performance optimale sont définis pour les pics étalonnés : les temps de début et de fin de pic, l'asymétrie, l'excès, la largeur de pic, le facteur de traîne USP, l'intervalle de temps entre les points de données, le nombre de points de données, les moments statistiques, les plateaux, les plateaux par mètre, la sélectivité et la résolution de chaque pic sont imprimés. La largeur de pic, les plateaux, les plateaux par mètre, la sélectivité et la résolution sont calculés à l'aide des méthodes vraie à mi-hauteur, de tangente, de traînée et 5 sigma (pour plus d'informations, reportez-vous à *Définition des tests de performances* dans le Guide de référence).

L'en-tête du rapport reprend toutes les informations pertinentes pour la méthode, notamment l'instrument, la colonne/le capillaire, l'échantillon et les paramètres d'acquisition, ainsi qu'un tracé du signal. Pour une liste complète des algorithmes des paramètres de performances des pics, reportez-vous aux *Définitions des tests de performances* dans le Guide de référence.

Les styles de rapport spectral (**Short + Spectrum, Detail + Spectrum, Performance + Library Search**) sont décrits dans le manuel *Comprendre votre module spectral*.

Ajout d'un rapport personnalisé aux styles de rapport

Vous pouvez ajouter à la liste des styles de rapport disponibles un modèle de rapport personnalisé, créé dans la vue Mise en page de rapport de ChemStation.

REMARQUE

Tous les rapports, à l'exception des rapports de performances, répertorient les largeurs de pic calculées à l'aide d'une formule plus complexe employée par l'intégrateur (pour plus d'informations sur les calculs de largeur de pic, reportez-vous à *Largeur de pic* dans le Guide de référence).

Autres paramètres de style de rapport

Table de sommation des pics

Lorsque le rapport est généré, ChemStation utilise la table de sommation des pics pour créer un rapport de sommation des pics imprimé une fois les calculs de rapport standard effectués.

Mise en page de rapport pour pics non étalonnés

Pour modifier la mise en page de rapport pour pics non étalonnés, choisissez l'une des options suivantes dans la boîte de dialogue Specify Report (Spécifier le rapport).

- Utilisez l'option Separately (Séparément) pour rapporter les pics non étalonnés dans une table distincte si le tri par temps de rétention/migration est sélectionné, ou dans des tables distinctes si le tri par signal est sélectionné.
- Utilisez l'option With Calibrated Peaks (Pics étalonnés) pour rapporter les pics non étalonnés et les pics étalonnés.
- Utilisez l'option Do Not Report (Ne pas rapporter) pour supprimer le rapport des pics non étalonnés.

Rapport récapitulatif de séquence

Présentation

ChemStation peut imprimer toute une série de rapports standard pour les analyses d'échantillon individuelles. Le rapport récapitulatif de séquence est un autre moyen de générer un rapport. Il permet de calculer et d'inclure dans un rapport les paramètres de différentes analyses. Il s'avère particulièrement utile, par exemple pour tester la stabilité d'un instrument ou la fiabilité d'une nouvelle méthode.

Un rapport récapitulatif de séquence peut inclure les éléments suivants :

- une page de titre,
- la configuration de l'instrument, y compris ses numéros de version et les détails de la colonne d'analyse/du capillaire utilisés,
- les listes de la table de séquence décrivant la séquence automatisée des analyses qui doit être réalisée,
- les descriptions du journal expliquant les opérations effectuées par la séquence et détaillant les événements inattendus relevés au cours de cette séquence,
- les listes de méthodes,
- des rapports individuels pour chaque échantillon,

- des statistiques sur les analyses, sur la base des critères sélectionnés, sachant que *les statistiques sont calculées pour les composés étalonnés uniquement* et
- une table des matières incluant les numéros de page afin d'accéder facilement aux différentes sections du rapport.

Élaboration d'un rapport de résumé de séquences

Pour élaborer un rapport de résumé de séquences, vous pouvez sélectionner toute combinaison des neuf catégories suivante en cochant les cases appropriées et, le cas échéant, sélectionner un style de rapport à partir de la sélection de modèles. Chaque modèle spécifie le contenu et le format de la rubrique particulière du rapport global de résumé de séquence.

Vous pouvez choisir l'un des styles de rapport de résumé de séquences suivants :

One Page Header

Le modèle GLP imprime GLP en grosses lettres comme titre de la page pour le rapport suivant. Il inclut également la date et l'emplacement pour la signature.

Configuration

Sélectionner **Configuration** si vous voulez inclure la configuration et la colonne analytique/les spécifications capillaires de l'instrument dans le rapport.

Sequence Table

Sélectionner la **Sequence Table** pour inclure une liste des échantillons, les paramètres de quantification des échantillons et le nom des méthodes dans le rapport. La liste montre ce que le système devrait avoir analysé.

Logbook

Sélectionner **Logbook** pour obtenir la liste des analyses que le système a effectuées, y compris les conditions d'analyse et les événements inhabituels survenus sur l'instrument pendant l'analyse des échantillons.

Methods

Sélectionner **Methods** pour obtenir la liste de toutes les méthodes d'analytiques utilisées dans la série d'analyses automatisées.

Analysis Reports

Sélectionner **Analysis Reports** pour obtenir les rapports d'analyse individuels selon le style de rapport prédéfini pour la méthode.

Les rapports d'analyse individuels peuvent être imprimés après chaque analyse en fonction du style de rapport spécifié pour l'analyse en question, en plus des sections de rapport spécifiées dans **Sequence Summary Reporting**. Voir « Résultats de séquence » ci-dessous.

Statistics for Calibrated and Sample Runs

En sélectionnant les statistiques des analyses d'étalons, vous obtenez la tendances statistique pour les échantillons d'étalonnage. En sélectionnant les **Statistics** des analyses d'échantillons, vous obtenez la tendances statistique pour les échantillons inconnus. Les deux sélections de statistiques comprennent des styles de modèles version standard et version étendue. **Extended Statistics** imprime les tendances statistiques des analyses sous forme de graphiques, alors que la sélection **Standard Statistics** n'imprime que du texte. Les sélections que vous faites dans la boîte de dialogue **Items and Limits for Extended Statistics** sont utilisées uniquement lorsque vous choisissez la ou les options de **Extended Statistic** dans la boîte de dialogue **Sequence Summary Parameters**.

Si vous choisissez la ou les options de **Standard Statistic** dans la boîte de dialogue **Sequence Summary Parameters**, les statistiques rapportées concernent les éléments suivants :

- temps de rétention/migration ;
- surface ;
- hauteur ;
- quantité ;
- largeur de pic (basée sur le style de rapport, voir « Styles de rapports », page 203) ;
- symétrie.

Le calcul statistique ne distingue pas entre différents niveaux d'étalonnage dans une séquence utilisant des méthode d'étalonnage multi-niveaux. Cela veut dire que les éléments dépendants de la concentration tels que la surface, la hauteur et la quantité (voir la boîte de dialogue pour les éléments et les limites de statistiques étendues) sont tous pris ensemble, quel que soit le niveau d'étalonnage. Les valeurs de **Statistics for Calibration Runs** ne sont donc pas utiles pour les méthodes d'étalonnage multi-niveaux dans des séquences.

Summary

La sélection **Summary** imprimera une vue globale de la série d'échantillons analysés ainsi que les méthodes utilisées. Si Résumé est sélectionné en même temps que d'autres sélections de Résumé de séquences, les numéros de pages se rapportant aux autres parties du rapport de résumé de séquence seront inclus. Deux styles de résumé sont disponibles :

Le **Sample Summary** contient des informations sous forme de tableau concernant les analyses d'échantillons d'une séquence, avec des données telles que le nom des échantillons, les noms de fichiers, la méthode et les numéros de flacon.

Le **Compound Summary** fournit des informations sous forme de tableau sur les analyses d'échantillons avec les résultats de quantification de base de chaque composé étalonné, ou chaque pic, selon le type de rapport spécifié dans la méthode.

Sequence Output

Dans la boîte de dialogue **Sequence Output**, vous pouvez définir où doit être imprimé le rapport de résumé de séquences.

Sélectionner **Report to file** et saisir un nom de fichier pour imprimer le rapport vers le fichier spécifié. Le paramétrage par défaut est que les données sont sauvegardées dans le fichier GLPrpt.txt. Dans les systèmes de GC à double injection, les données sont sauvegardées dans les fichiers GLPrptF.txt et GLPrptB.txt pour l'injecteur avant et l'injecteur arrière respectivement.

Sélectionner **Report to PDF** pour sauvegarder le rapport sous forme de document pdf. Le rapport est sauvegardé dans le dossier de séquences sous le nom de GLPrpt.pdf.

Sélectionner **Report to HTML** pour imprimer le rapport au format HTML. Le rapport est sauvegardé dans un répertoire HTML dans le sous-répertoire de données ou le répertoire contenant les séquences. Le rapport HTML comprend un fichier index (index.htm) et au moins deux autres fichiers, un fichier de contenu (contents.htm) et un fichier GIF (Graphics Interchange Format) pour chaque page du rapport (par ex. page1.gif). Pour voir le rapport HTML, ouvrir le fichier index avec votre navigateur.

Sélectionner **Report to printer** pour imprimer le rapport sur l'imprimante du système. L'impression d'un rapport individuel pour chaque analyse active également l'impression d'un rapport d'échantillon après chaque analyse. Ces rapports sont imprimés en plus des rapports spécifiés pour le rapport de résumé de séquences produits à la fin d'une séquence complète. Vous pouvez spécifier une nouvelle destination pour ces rapports dans la boîte de dialogue **Sequence Output** ou utiliser la destination spécifiée dans chaque méthode.

Formats des fichiers de rapport

Un rapport peut être sauvegardé sous différents formats. Chaque format possède une extension spécifique. Il est possible de sélectionner plus d'un format de rapport.

- .txt** Le texte du rapport est imprimé sous forme de fichier texte UNICODE.
- .emf** Chaque graphique du rapport (signaux ou courbe d'étalonnage) est sauvegardé sous forme de méta-fichier Microsoft Windows (wmf). Il est possible d'avoir plusieurs fichiers .wmf pour un seul rapport. Le format de fichier généré adhère au format de méta-fichier standard de Microsoft tel que défini dans la documentation de développement du logiciel Windows. Ces fichiers sont compatibles avec le format Aldus Placeable Metafile (apm) utilisé par plusieurs suites de logiciel propriétaires.
- .dif** Les données rapportées sous forme de tableau sont sauvegardées au format Data Interchange Format (dif). Ce format est accepté par les programmes de tableurs tels que EXCEL de Microsoft Windows. Indépendamment du style de rapport sélectionné, seules les informations contenues dans le style de rapport court (Short) seront sauvegardées.

REMARQUE

Aucun fichier dif n'est généré pour les rapports de performance.

- .csv** Le rapport est au format Comma Separated Values (csv). Il s'agit d'un format très simple pour les données sous forme de tableau, accepté par de nombreux tableurs et bases de données. Indépendamment du style de rapport sélectionné, seules les informations contenues dans le style de rapport court (Short) seront sauvegardées.

Il peut y avoir plusieurs fichiers .dif et .csv pour un seul rapport. Pour chaque bloc de rapport, le premier fichier, par exemple, report00.csv, contient les informations du titre du rapport. Les fichiers suivants contiennent les résultats sous forme de tableau.

Si les résultats sont classés en fonction du temps de rétention/migration, seul un fichier est requis pour le tableau complet, par exemple, report01.csv.

Si les résultats sont classés par signal, un tableau séparé est nécessaire pour chaque signal. Dans ce cas, les fichiers sont nommés report01.csv à reportNN.csv où NN est le numéro du signal.

REMARQUE

Aucun fichier csv n'est généré pour les rapports de performance.

- .XLSX** Le rapport est exporté sous un format de tableur Microsoft Excel (xlsx). Les données nécessitent généralement un traitement supplémentaire.
- .pdf** Le rapport est imprimé sous forme de fichier .pdf. Pendant que le logiciel ChemStation est actif, une imprimante de PDF ChemStation figure dans la liste du menu **Start Menu/Device and Printers**. L'option **Unique pdf file name** vous permet de sauvegarder vos rapports .pdf indépendamment des rapports avec des noms de fichier du type <sequence_container_name>_<data_file_name>.pdf

9

Principes et fonctions propres à l'EC

Fonctions propres à l'EC ChemStation Agilent dans la vue Méthode et Contrôle de méthode et d'analyse 213

Table de flacons 213

Table de conflit de méthode 214

Table de conflit de séquence 215

Type de sommet de pic 216

Types d'étalonnages 217

Étalonnages basés sur le temps de migration 218

Étalonnage à l'aide de la correction de mobilité 218

CE-MS 220

Soustraction du bruit de fond 220

Sous-répertoires de méthode pour différents modes EC 221

Ce chapitre ne vous concerne que si vous utilisez le logiciel ChemStation pour contrôler des instruments EC.

Fonctions propres à l'EC ChemStation Agilent dans la vue Méthode et Contrôle de méthode et d'analyse

Table de flacons

REMARQUE

La fonctionnalité **Vial Table** n'est disponible que pour les sessions en ligne de la ChemStation.

La **Vial Table** est une table qui associe les flacons du plateau à des échantillons et surtout à des flacons destinés à des tâches précises, comme les tampons, le flacon de rinçage, le flacon de nettoyage et le flacon de récupération. La **Vial Table** est liée à la table de séquence. Lorsqu'une séquence est chargée, les informations de la table de séquence sont copiées dans la table de flacons. Toutefois, les entrées de la table de flacons ne sont pas répercutées dans la table de séquence. La boîte de dialogue **Vial Table Advanced Settings** apparaît lorsque vous cliquez sur le bouton **Advanced** dans la **Vial Table**. Elle vous permet d'activer des avertissements de conflits entre la **Vial Table**, la méthode ou la séquence et l'utilisation de noms symboliques. Vous devez sélectionner **Enable vial table checks and warnings** pour contrôler les conflits entre la **Vial Table** et la méthode ou la séquence.

Lorsqu'une méthode ou une séquence est chargée, un contrôle de cohérence est effectué entre les attributions de flacons dans la **Vial Table** et celles de la méthode ou de la séquence. Les éventuels conflits d'attribution de flacons se règlent facilement à l'aide des tables **Conflict**.

REMARQUE

La position 49 du plateau de flacons est réservée au flacon de rinçage de l'aiguille et la position 50 est laissée libre pour permettre le retour du mécanisme de lavage du flacon. Ces positions ne sont pas disponibles dans la **Vial Table**.

La colonne **Used in** de la Table de flacons permet de préciser l'utilisation du flacon. Il existe cinq entrées valides pour les champs **Used in** :

| | |
|-----------------|---|
| Ignorer | Aucun contrôle de cohérence n'est effectué |
| Méthode | Le flacon est référencé dans la méthode |
| Séquence | Le flacon est référencé dans la table de séquence |

Système Il s'agit d'un flacon spécial appartenant à la configuration du système. Le **Name** doit être l'un des noms symboliques suivants :

- **@INLET** le flacon d'entrée
- **@OUTLET** le flacon de sortie
- **@FLUSH** le flacon de rinçage
- **@WASTE** le flacon de déchets
- **@clean tubes** le flacon utilisé pour le nettoyage des tubes
- **@USER X** (où x peut être un nombre entre 1 et 10) l'emplacement de la séquence

Cette option permet d'indiquer les numéros de chaque flacon correspondant aux noms symboliques utilisés dans la méthode. L'utilisateur peut ainsi indiquer des flacons différents pour Référence d'entrée, Référence de sortie, Remplissage, Préconditionnement, Postconditionnement, etc. pour chaque ligne de la séquence.

Non utilisé Il n'y a aucun flacon dans cette position

Table de conflit de méthode

La **Method Conflict Table** apparaît lorsque vous chargez une méthode dont les flacons définis entrent en conflit avec les flacons définis dans la table de flacons. La **Method Conflict Table** est composée de deux parties : la partie gauche contient une image de la **Vial Table**, la partie droite représente les flacons en conflit.

Pour résoudre les conflits, vous pouvez choisir de remplacer (flèche simple) ou de déplacer le flacon de la méthode vers la position libre suivante dans la **Vial Table** (flèche double). Cette opération est possible pour chaque flacon en conflit dans la table.

Lorsque des flacons définis par l'utilisateur (avec des noms symboliques @User1, @User2, etc.) sont utilisés, le test de conflit ne peut pas être effectué sur ces flacons. En effet, en l'absence d'informations de séquence, il est impossible de savoir s'il existe un conflit.

Table de conflit de séquence

La **Sequence Conflict Table** apparaît lorsque vous configurez ou chargez une séquence dont les flacons définis entrent en conflit avec les flacons définis dans la table de flacons. La **Sequence Conflict Table** est composée de deux parties : la partie gauche contient une image de la **Vial Table**, la partie droite représente les flacons en conflit.

Pour résoudre les conflits, vous pouvez choisir de remplacer les informations de la **Vial Table** par celles de la **Sequence Table**. Si le conflit est lié à une entrée système, elles ne peuvent pas être remplacées. Vous pouvez choisir de fermer la **Sequence Conflict Table** sans résoudre les conflits.

Lorsque des flacons définis par l'utilisateur (dans les colonnes User1, User2, etc.) sont utilisés, le test de conflit ne peut pas être effectué. En effet, en l'absence d'informations relatives à la méthode, il est impossible de savoir s'il existe un conflit.

Type de sommet de pic

Contrairement aux pics CPL, CPG ou SM, il est normal que les pics EC soient asymétriques. En raison de cela, il est très important de pouvoir sélectionner des paramètres d'intégration qui produiront le plus haut degré d'exactitude et de reproductibilité possible dans vos résultats de quantification.

Les types de sommet de pic suivants sont disponibles lorsque vous sélectionnez **Peak Top Type** dans le menu déroulant **Integration** :

Point le plus élevé

- sélectionné lorsque le pic est de forme triangulaire, et
- lorsque vous travaillez avec différentes concentrations

Interpolation parabolique

- utilisée pour la traînée, pics non séparés

Centre de gravité

- fournit des calculs plus précis, avec des pics de forme triangulaire
- échantillons avec des concentrations similaires

Méthode gaussienne d'ajustement

- utilisé pour des pics symétriques

Types d'étalonnages

L'étalonnage par étalon est basé sur la surface ou la hauteur de pic. Lorsque vous sélectionnez **Standard Calibration**, vous pouvez **Calculate Signals Separately** ou les **Calculate with Corrected Areas**.

L'option Calculer les signaux séparément est sélectionnée lorsque vous souhaitez vous assurer que, dans le calcul des rapports %Norm, le pourcentage des signaux rapportés séparément atteint 100 % pour chaque signal. Lorsque l'option **Calculate signals separately** est désélectionnée, le pourcentage de tous les signaux cumulés s'élève à 100 %. La sélection de **Calculate signals separately** est une condition préalable pour trier par signal dans la table d'étalonnage.

Sélectionnez **Calculate with Corrected Areas** pour corriger la surface du pic en fonction du temps de migration. Dans ce mode, la surface est divisée par le temps de migration, ce qui permet d'améliorer la reproductibilité dans l'analyse quantitative lorsque les temps de migration sont instables.

Outre l'étalonnage par étalon, trois étalonnages propres à l'électrophorèse capillaire représentent des signaux basés sur le temps de migration.

Les différents types d'étalonnage sont disponibles dans la liste déroulante de votre table d'étalonnage :

- **Standard Calibration**
- **Protein Molecular Weight Calibration**
- **DNA Base-Pair Calibration**
- **Capillary Isoelectric Focusing Calibration**

Pour de plus amples informations sur les étalonnages propres à l'électrophorèse capillaire, voir *OpenLab CDS ChemStation Edition : référence aux principes de fonctionnement* (CDS_CS-references.pdf).

Étalonnages basés sur le temps de migration

Utilisation des étalonnages basés sur le temps de migration dans une séquence

Les étalonnages et réétalonnages basés sur le temps de migration peuvent être inclus dans une séquence, mais seuls les étalonnages explicites et les réétalonnages cycliques sont pris en charge. Le réétalonnage encadrant ne l'est pas. Il n'existe pas de rapport récapitulatif de séquence relatif aux étalonnages basés sur le temps de migration.

Styles de rapport pour les étalonnages basés sur le temps de migration

Les seuls styles de rapport disponibles pour les étalonnages basés sur le temps de migration sont **Short** (résultats quantitatifs au format texte) et **Full** (en-tête, informations d'échantillon, conditions d'instrument, journal, résultats quantitatifs et tracé de pureté du pic).

Étalonnage à l'aide de la correction de mobilité

De légères modifications de composition du tampon, de viscosité ou de température d'analyse et d'adsorption au niveau de la paroi capillaire peuvent influencer le flux électro-osmotique (EOF) et le rendre instable. Les changements du flux électro-osmotique peuvent créer un écart type assez élevé des temps de migration. Les corrections de mobilité peuvent réduire considérablement l'effet des décalages de temps de migration d'une analyse à l'autre, en surveillant le temps de migration du pic de référence de mobilité, et augmenter ainsi considérablement la reproductibilité du temps de migration.

Le pic de référence de mobilité doit être choisi avec les priorités suivantes :

- Sélectionner le pic avec le signal le plus élevé.
- Sélectionner le pic le plus isolé.
- Le marqueur EOF ou étalon interne peut également faire office de pic de référence de mobilité.
- Agrandir la fenêtre de recherche pour être certain de trouver le pic de référence de mobilité.
- Si plusieurs pics se retrouvent dans la fenêtre de recherche, le pic avec le signal le plus élevé est automatiquement choisi comme pic de référence de mobilité.

Il existe deux types de correction de mobilité :

**Correction de
mobilité
effective**

La **Effective Mobility Correction** utilise les mobilités effectives de tous les pics. Les données de rampe de tension et de l'électrophorégramme doivent être disponibles. En outre, travailler avec une correction de mobilité effective permet de déterminer les mobilités effectives réelles de tous les composants d'échantillon.

**Correction de
mobilité
relative**

La **Relative Mobility Correction** peut s'effectuer en l'absence de données de tension, ce qui suppose une tension constante pour toutes les mesures.

CE-MS

Soustraction du bruit de fond

Quand vous sélectionnez l'élément de menu **Subtract Background** (BSB), le dernier spectre de masse sélectionné est soustrait de chaque point de l'électrophorétogramme actuel. Les données résultantes sont enregistrées dans le même répertoire et avec le même nom que le fichier de données d'origine ; cependant, l'extension du fichier devient .BSB.

Le nouveau fichier de données devient le fichier de données actuel et l'électrophorétogramme avec soustraction de bruit de fond s'affiche. Un enregistrement du nombre de soustractions du bruit de fond effectuées est conservé dans l'élément Opérateur de l'en-tête du fichier de données.

Si vous visualisez une liste des données BSB sous forme de tableau, vous pouvez observer des différences dues à la précision de la représentation des données.

REMARQUE

Les fichiers texte AIDE dans le LC/MS concernent uniquement les paramètres LC et non EC. Certaines fonctions disponibles dans le logiciel LC/MS ne sont pas disponibles ou applicables aux applications CE/MS mais sont utilisées dans le LC. La fonction **peak matching** ne s'applique pas aux CE-MS et est donc inactive. Dans CE-MS, UV et MS, la détection a lieu à différentes longueurs effectives du capillaire de séparation. L'identification des pics est impossible en raison de la résolution différente à différentes longueurs effectives.

Sous-répertoires de méthode pour différents modes EC

Dans les systèmes EC, les méthodes dépendent du mode EC sélectionné. Elles sont donc stockées dans des sous-répertoires différents du répertoire Method (Méthode) :

- CE** Stocke les méthodes du mode EC.
- CEC** Stocke les méthodes du mode CEC.
- CEp** Stocke les méthodes du mode EC sous pression.
- CEMS** Stocke les méthodes du mode EC-SM.
- CEMSp** Stocke les méthodes du mode EC-SM sous pression.

Contenu de ce manuel

Ce guide décrit divers concepts du logiciel OpenLab CDS ChemStation d'Agilent. Il a pour objectif de vous aider à mieux comprendre le fonctionnement de la ChemStation. Il contient des informations concernant les thèmes suivants :

- Concepts basiques
- Acquisition des données
- Automatisation/Séquences
- Contrôle d'analyse
- Principes de traitement et de révision des données
- Étalonnage
- Reporting
- Concepts spécifiques CE et fonctions

www.agilent.com

© Agilent Technologies 2010-2019

Published in Germany
04/2019



M8301-93019 Rev. C

