



Aminosäurenanalytik

Methode Einsatz und Optimierung

Karl-Heinz Jansen

SYKAM CHROMATOGRAPHIE



Stellungnahme

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

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

Fürstenfeldbruck 16.01.2013

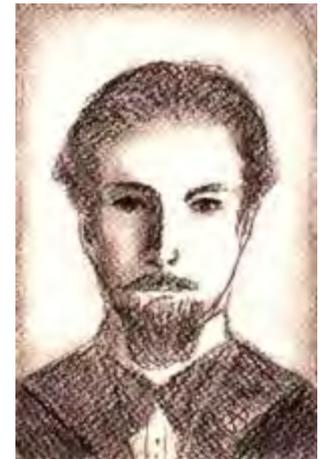
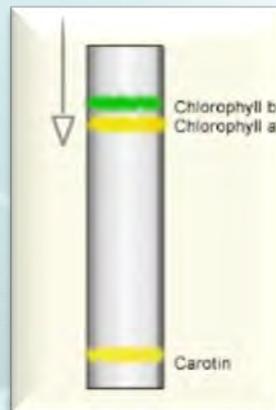
Karl-Heinz Jansen
SYKAM Chromatographie Vertriebs GmbH
info@sykam.de



Chromatographie Basis*

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

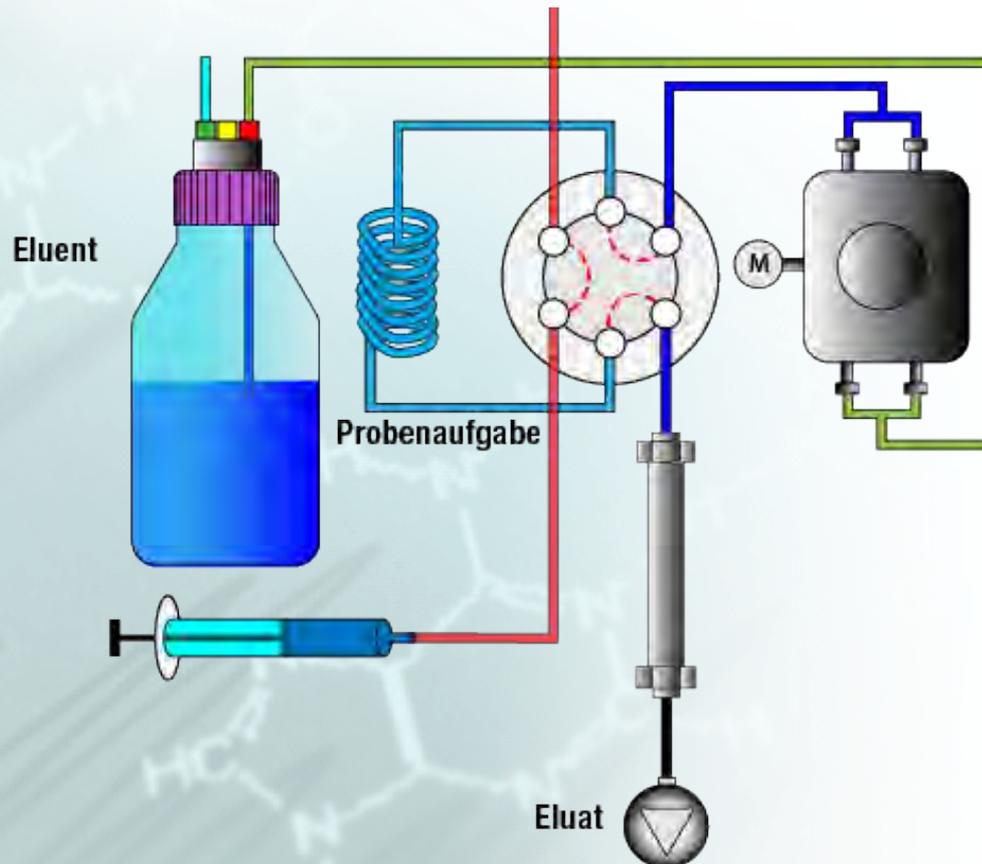
grün: Chlorophyll a
gelb: Chlorophyll b



Tswett nannte seine Methode Chromatographie (Farbschreibung).

*http://www.chemgapedia.de/vsengine/vlu/vsc/de/ch/3/anc/croma/chromatographie_grundlagen.vlu/Page/vsc/de/ch/3/anc/croma/basics/histor/tswett/tswettm65ht1100.vscml.html

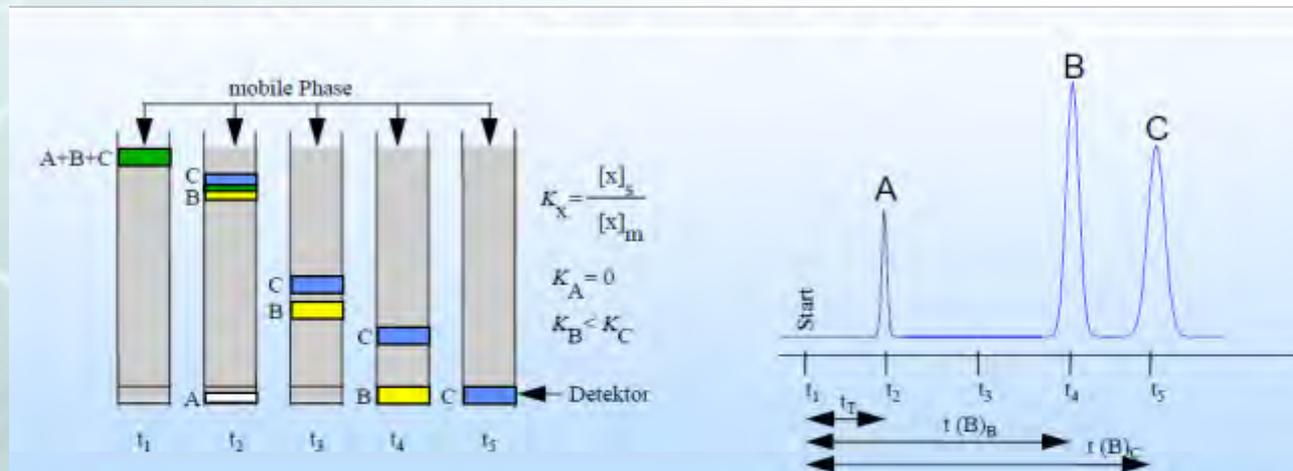
Chromatographie Basis





Auftrennung*

Chromatogramm: Auftragung des Detektorsignals gegen die Zeit



Ein Chromatogramm enthält **qualitative** und **quantitative** Informationen

qualitative, stoffspezifische Information → Retentionszeit

quantitative, mengenspezifische Information → Höhe eines Peaks

Fläche unterhalb eines Peaks

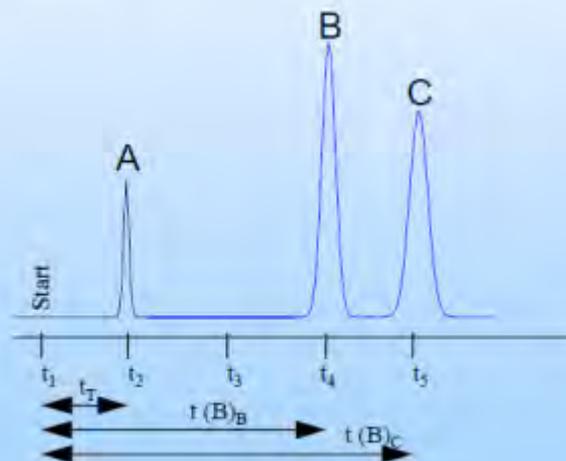
*<http://www.chemie.uni-mainz.de/Praktikum/AC/AC2a/pdf/Seminar-SoSe-08%20Chromatographie.pdf>



Kenndaten*

Grundgrößen:

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



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



Kenndaten*

Abgeleitete Größen:

Mittlere Strömungsgeschwindigkeit der mobilen Phase v :

$$v = L/t_T$$

Nettoretentionszeit t' :

$$t' = t_B - t_T$$

Kapazitätsfaktor k' (auch Retentionsfaktor):

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

=> andere Größe zur Beschreibung der Retention (Maß um wieviel länger sich eine Substanz in der stationären Phase aufhält als in der mobilen Phase).

=> k' (dimensionslos) ergibt sich unmittelbar aus dem Chromatogramm ideale Werte für k liegen zwischen 1 und 5

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



Kenndaten*

Trennfaktor α (auch Selektivität):

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

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

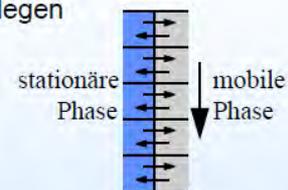
*<http://www.chemie.uni-mainz.de/Praktikum/AC/AC2a/pdf/Seminar-SoSe-08%20Chromatographie.pdf>



Kenndaten*

Trennstufenzahl und Bodenhöhe (HETP):

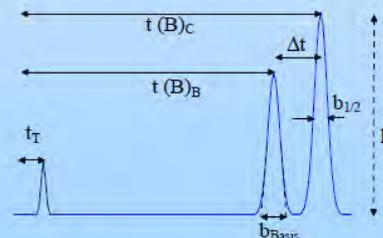
- ⇒ der eigentlich dynamische chromatographische Trennvorgang lässt sich zerlegen in nacheinander ablaufende diskrete Trennschritte (Abb.)
- ⇒ in jedem dieser theoretischen Böden kommt es zur Gleichgewichtseinstellung zwischen den beiden Phasen (höhere Bodenzahl ⇒ bessere Trennung)
- ⇒ die theoretische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



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

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

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



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

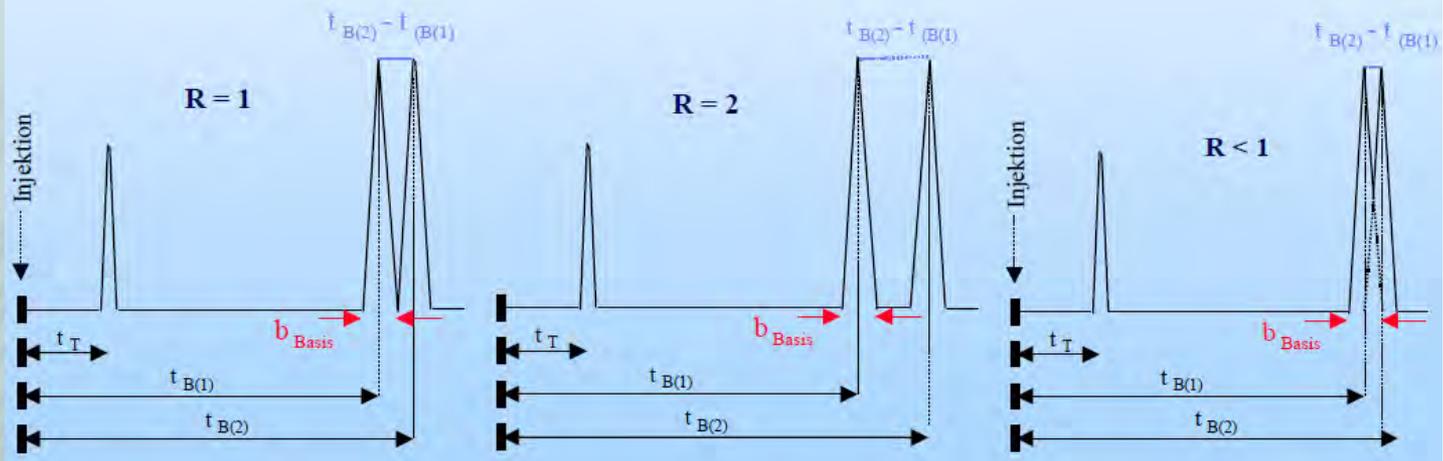


Kenndaten*

Auflösung R (Resolution)

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

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



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



Kenndaten*

Chromatographische Auflösung

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

=> Grundlage zur Optimierung von Trennungen

z.B. zur Auswahl:

des Säulenmaterials (α)

der Menge an stationärer Phase (k')

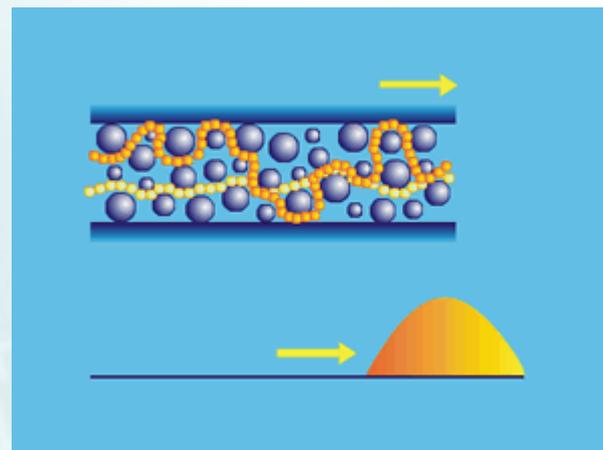
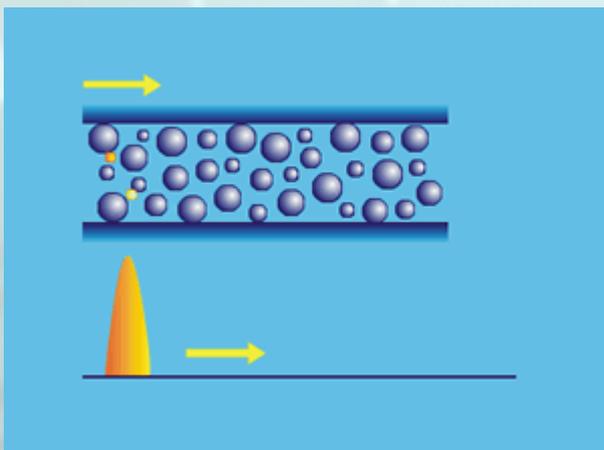
der notwendige Säulenlänge (N_{th})

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



Eddy - Diffusion

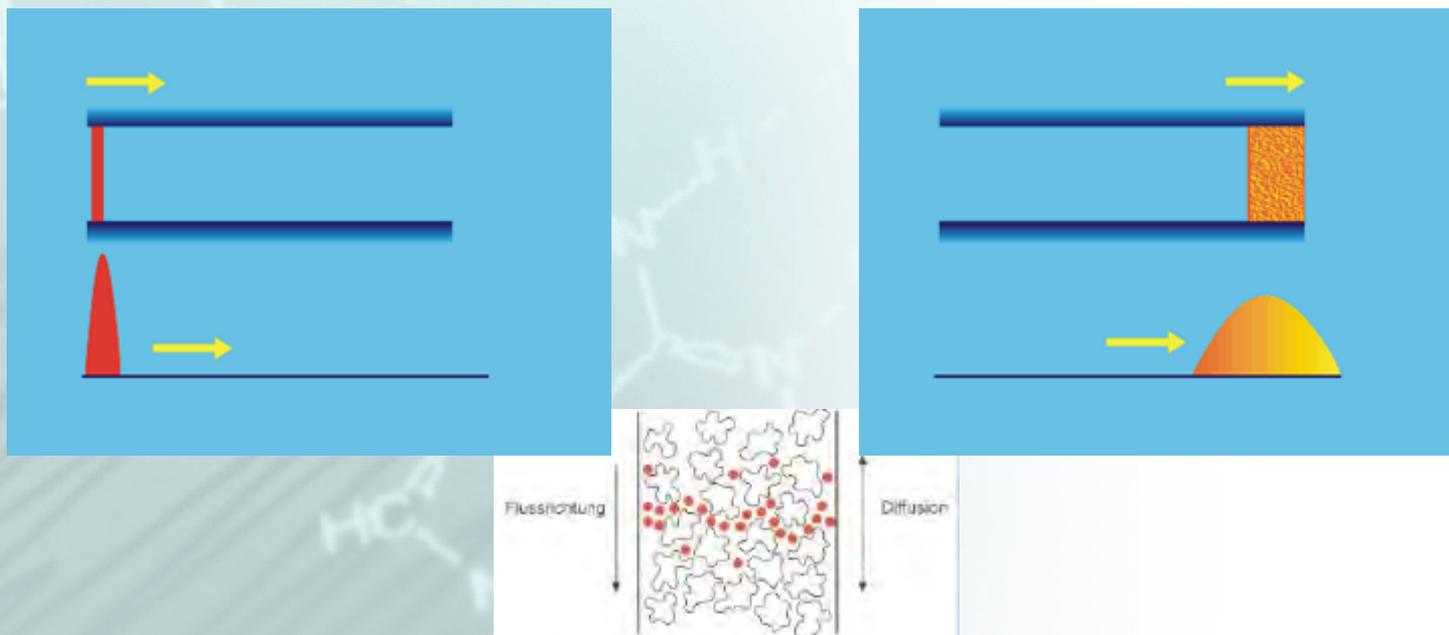
unterschiedliche Wegstrecken durch das Packungsmaterial ansonsten gleicher Moleküle führen zu einem Erreichen des Detektors zu unterschiedlichen Zeitpunkten





Rückdiffusion

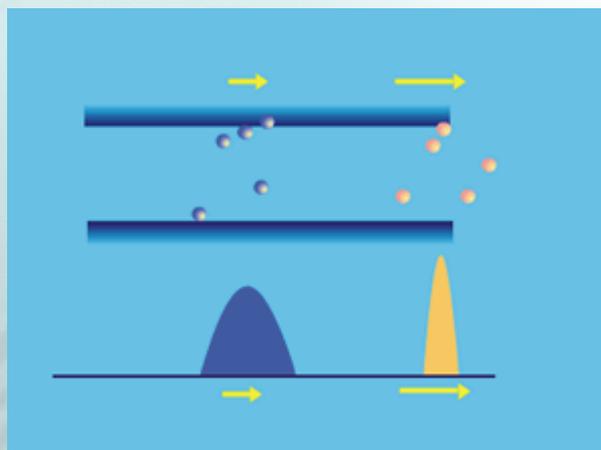
Auch Longitudinaldiffusion: zufällige Bewegung der Moleküle (molekulare Diffusion) entlang der Säulenachse





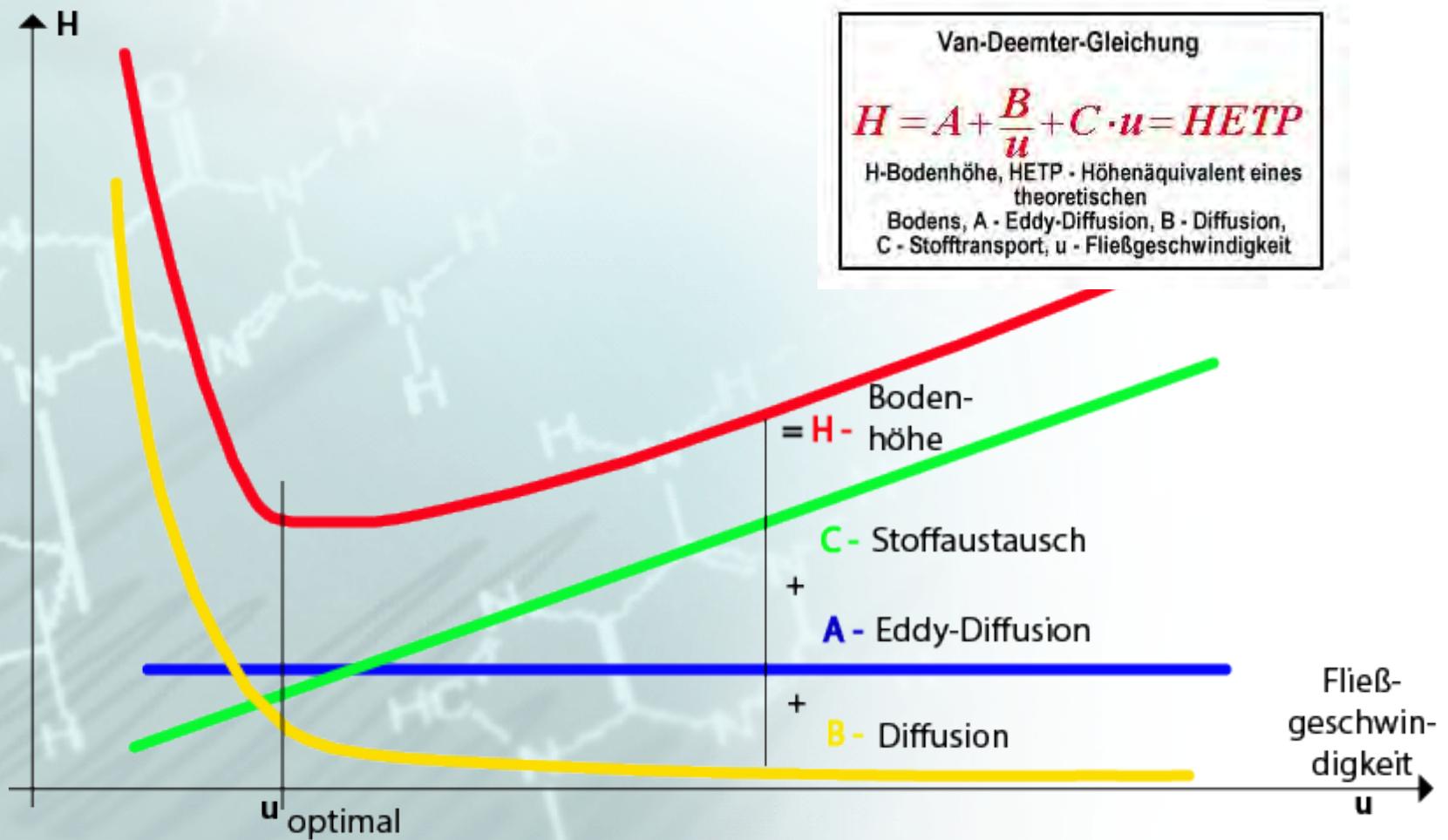
Stoffaustausch

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





Van – Deemter – Gleichung*



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



Chromatographie – Basis

Die Chromatographie ist ein Verfahren zur Auftrennung von Stoffgemischen.

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



Chromatographie – Basis

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

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



Absorption

Adsorption



Chromatographie – Basis

Adsorptions-Chromatographie

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



Chromatographie – Basis

Verteilungs-Chromatographie

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



Chromatographie – Basis

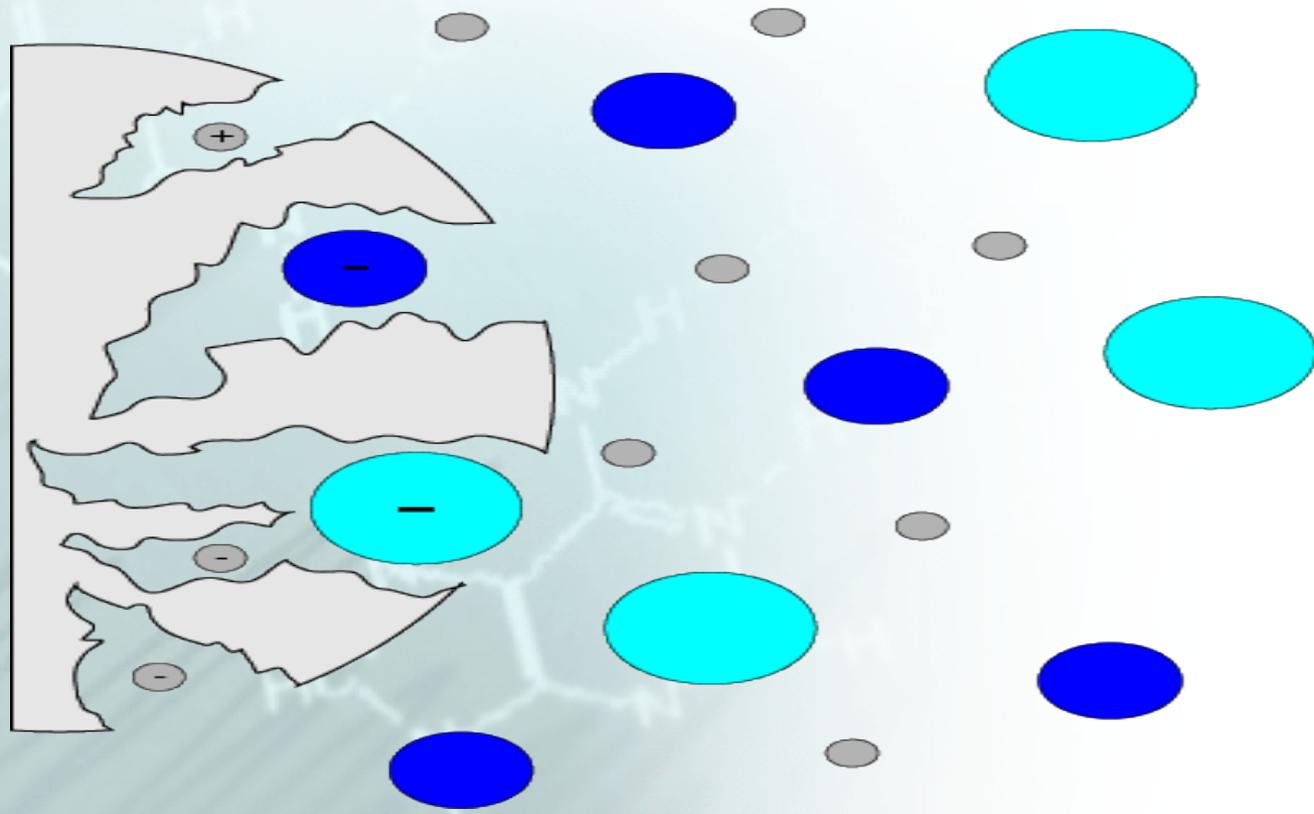
Die Gel-Chromatographie ist eine Sonderform, da es keine Wechselwirkung zwischen fester und mobiler Phase gibt.

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



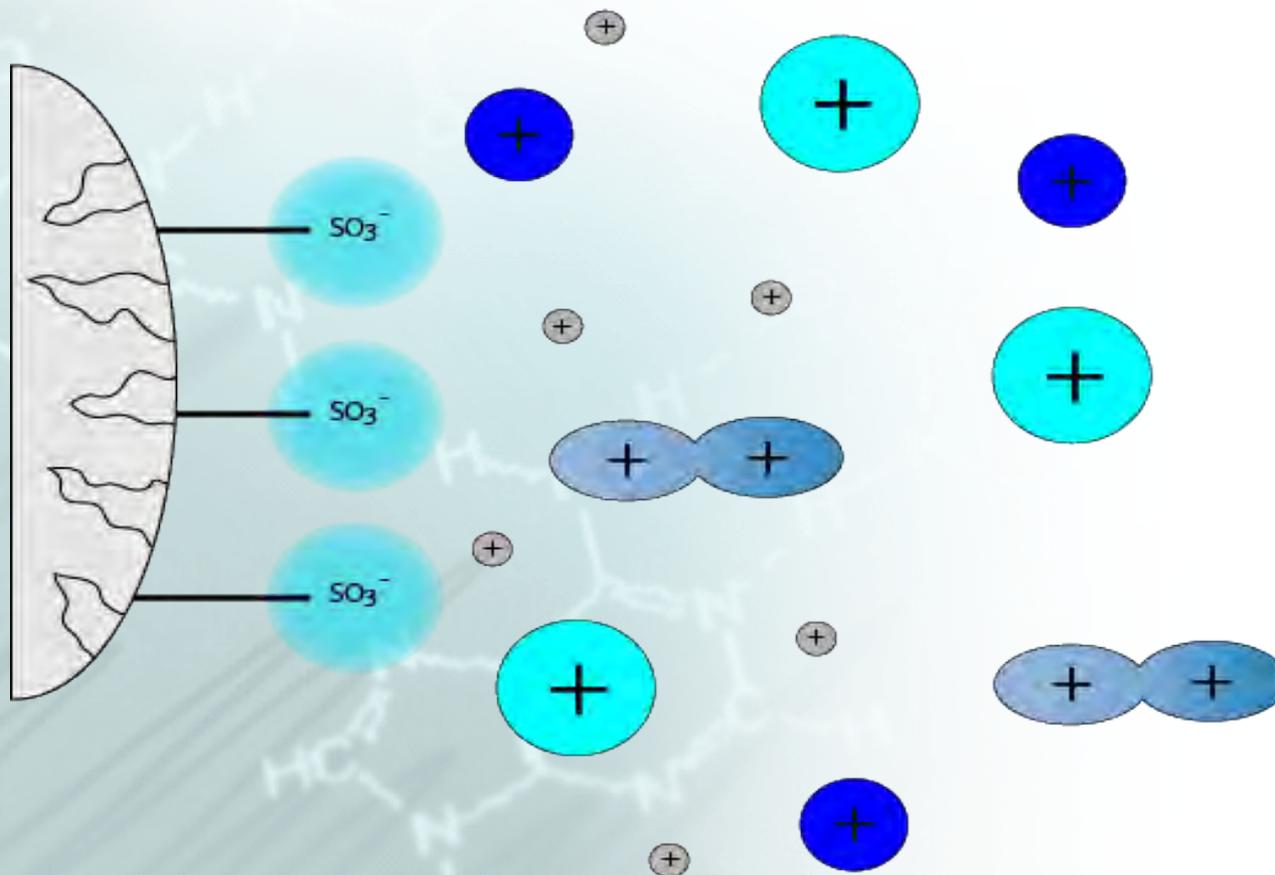
Partikel und Pore

Trennmethoden Ionenausschluss



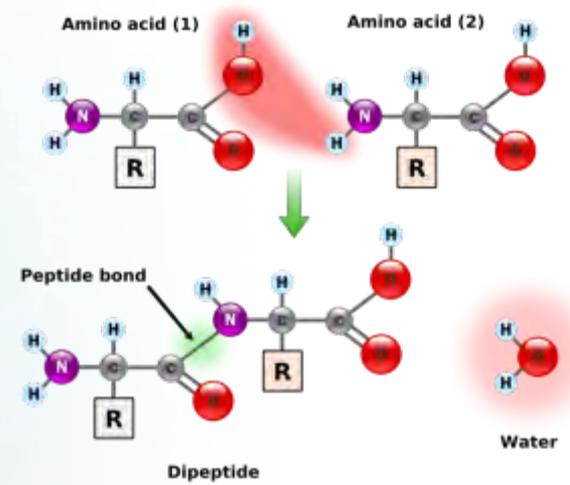
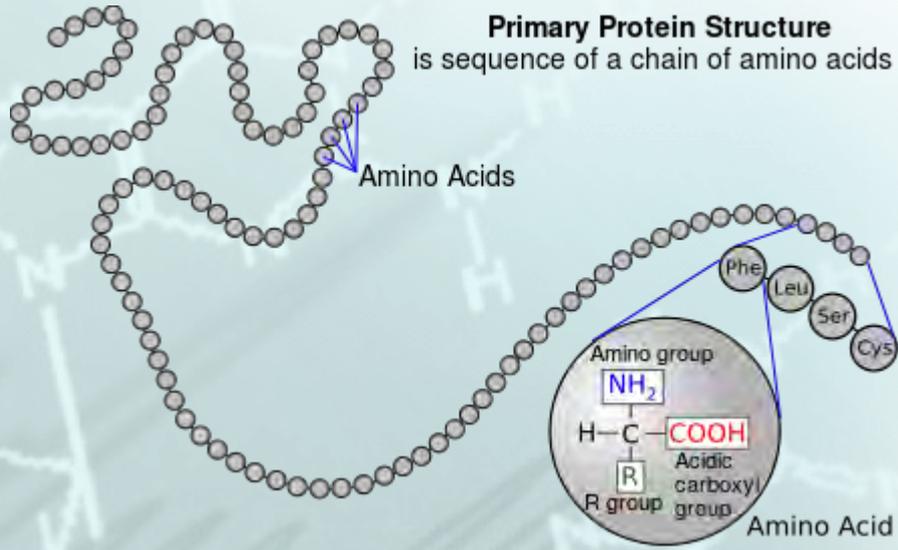


Kationenaustausch





Protein-/Peptidstruktur*



*http://www.google.de/imgres?q=primary+protein+structure&um=1&hl=de&sa=N&biw=1920&bih=936&tbm=isch&tbnid=cY6jtZdv2a2dM:&imgrefurl=http://en.wikipedia.org/wiki/Amino_acid&docid=l5fAU24Um-sXOM&imgurl=http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/3/38/Protein_primary_structure.svg/300px-Protein_primary_structure.svg.png&w=300&h=184&ei=3HM0UfClOYWQtAbB4IEg&zoom=1&iact=rc&dur=317&sig=112340998635946078145&page=1&tbnh=135&tbnw=220&start=0&ndsp=51&ved=1t:429,r:50,s:0,i:236&tx=151&ty=111



Hydrolyse

Die **Hydrolyse** (altgriechisch ὕδωρ *hydor* „Wasser“ und λύσις *lýsis* „Lösung, Auflösung, Beendigung“) ist die Spaltung einer (bio)chemischen Verbindung durch Reaktion mit Wasser. Dabei wird (formal) ein Wasserstoffatom an das eine „Spaltstück“ abgegeben, der verbleibende Hydroxyrest an das andere Spaltstück gebunden.





Hydrolyse

Die Standardmethode zur hydrolytischen Spaltung der Peptidbindungen ist die **saure Hydrolyse**. Dabei werden die Peptide oder Proteine durch 24 bis 96-stündiges Erhitzen auf 110 °C in 6 N HCl im Vakuum oder unter Stickstoff hydrolysiert.

Seltener wird die **alkalische Hydrolyse** in 4 M Ba-, Na-, oder Li-Hydroxid angewendet. Sie dient ausschließlich einer Verbesserung der **Tryptophanausbeute**.

Ebenfalls selten wird auf eine **enzymatische Hydrolyse** zurückgegriffen. Nach einer enzymatischen Hydrolyse sind Gln und Asp nachweisbar, weil sie nicht desamidiert werden. Außerdem lassen sich auch **phosphorylierte Aminosäuren**, die bei saurer Hydrolyse zerstört werden, erfassen.

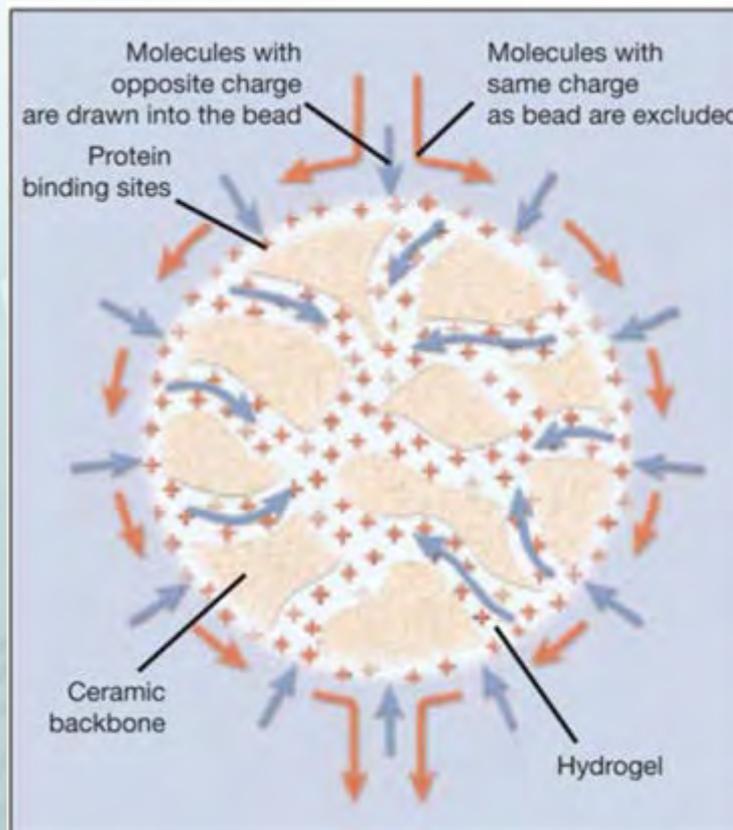


Aminosäuren - Basis

- Essentielle
- Histidine
- Isoleucine
- Leucine
- Lysine
- Methionine
- Phenylalanine
- Threonine
- Tryptophan
- Valine
- Nichtessentielle
- Alanine
- Arginine
- Asparagine
- Aspartic acid
- Cysteine
- Glutamic acid
- Glutamine
- Glycine
- Ornithine
- Proline
- Serine
- Tyrosine

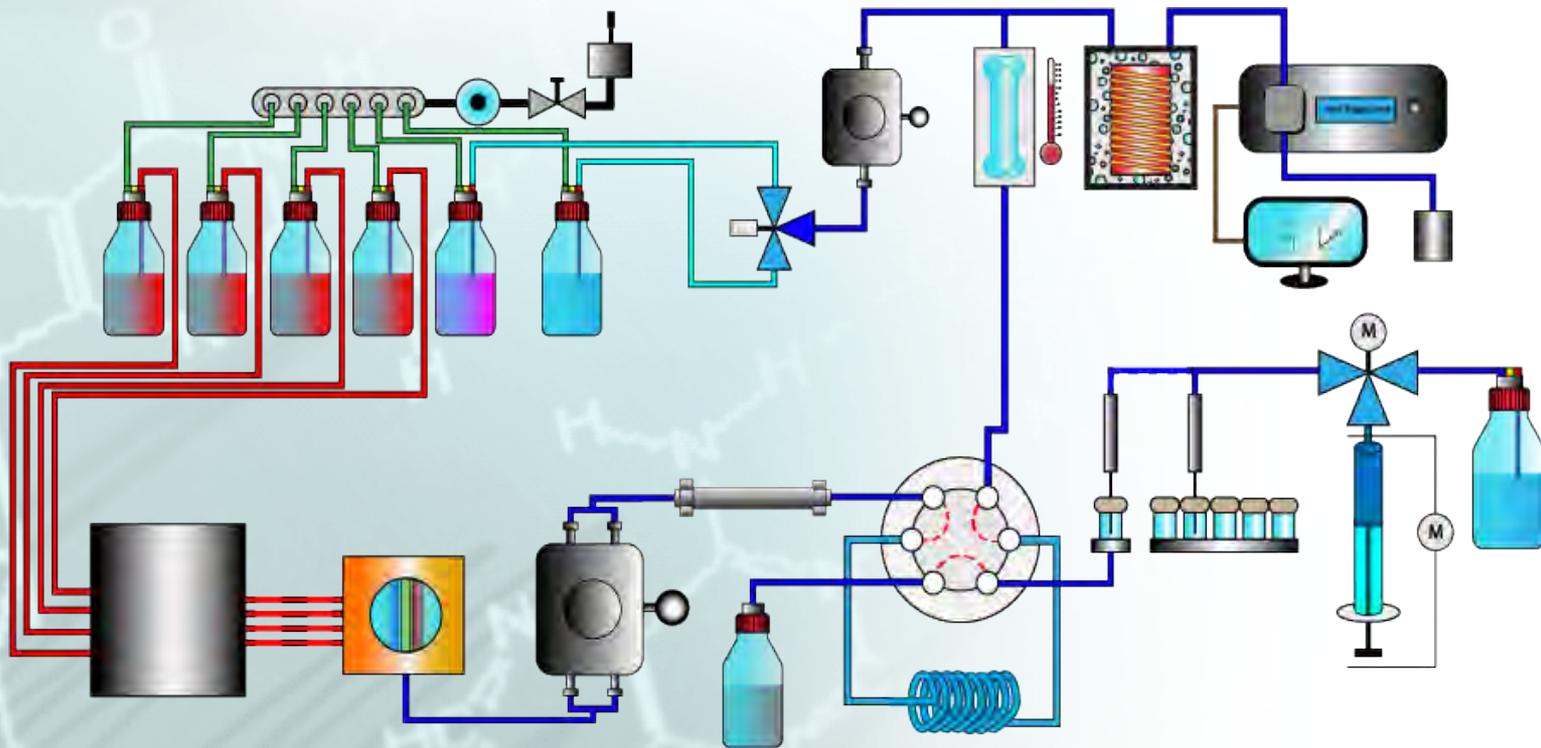


Elutionscharakteristik*



*http://www.google.de/imgres?hl=de&client=firefox-a&hs=ZyT&sa=X&rls=org.mozilla:de:official&channel=fflb&biw=1920&bih=936&tbn=isch&tbnid=SPieGNc4Q7VDmM:&imgrefurl=http://www.pall.com/laboratory_48967.asp&docid=kbSr4thyQpmhvM&imgurl=http://www.pall.com/images/Laboratory/061359-ion-exchange-chromatography-2.17.jpg&w=367&h=419&ei=kHY0UeCilcWu4ATe14DgBg&zoom=1&iact=hc&vpx=1522&vpy=108&dur=602&hovh=182&hovw=159&tx=76&ty=135&sig=112340998635946078145&page=1&tbnh=132&tbnw=116&start=0&ndsp=48&ved=1t:429,r:7,s:0,i:101

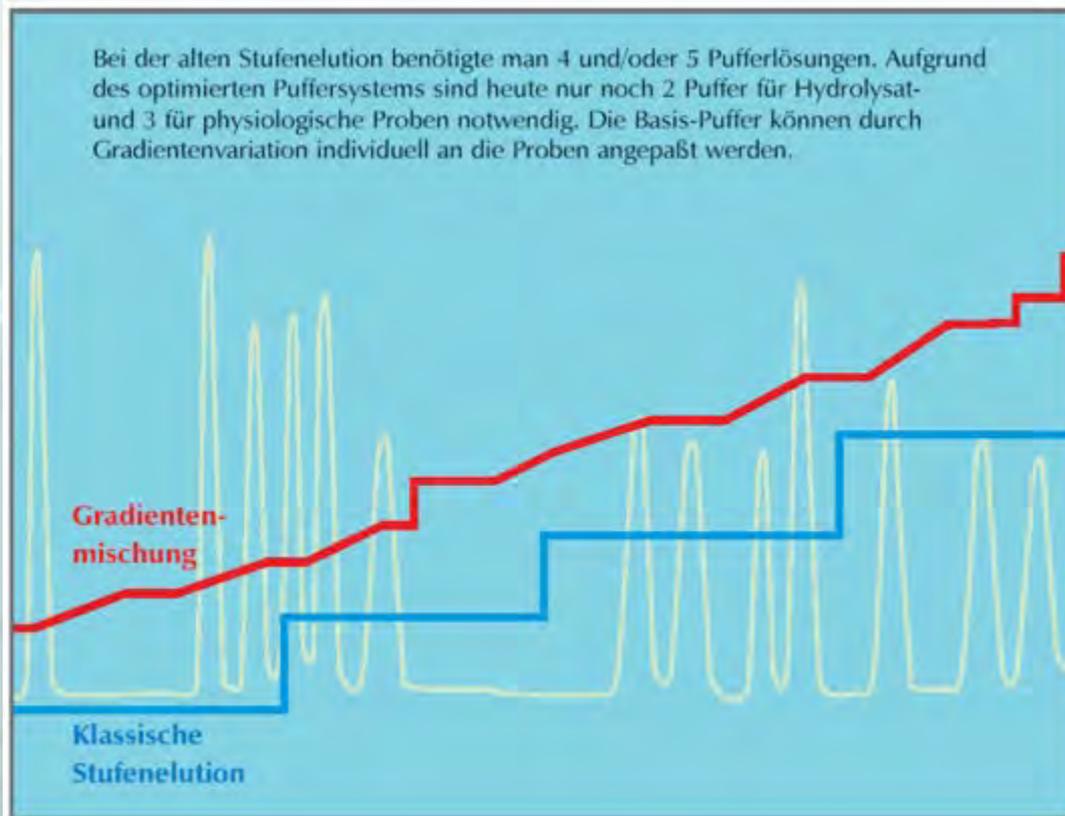
Aminosäurenanalysator





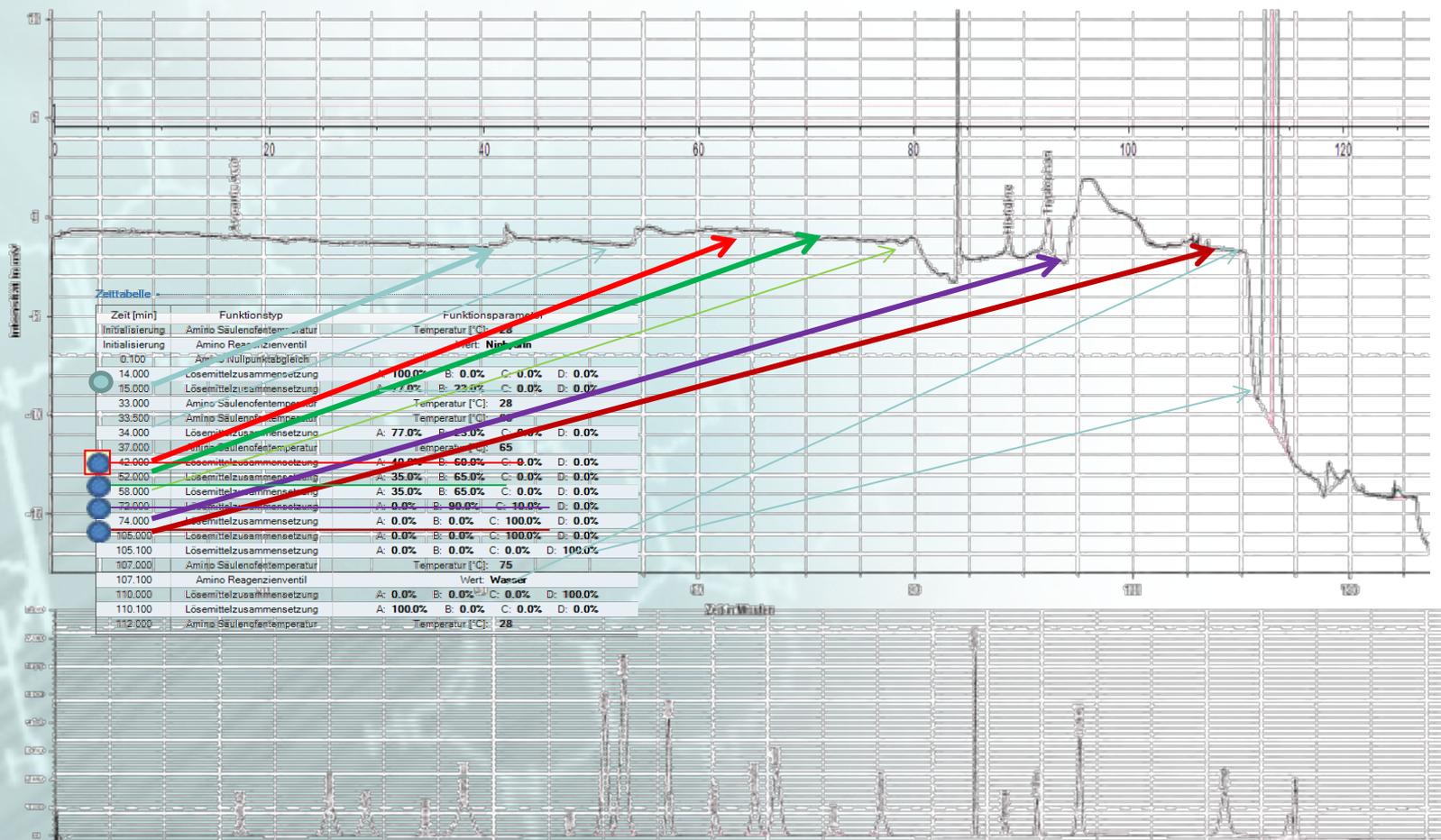
Elutionscharakteristik

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



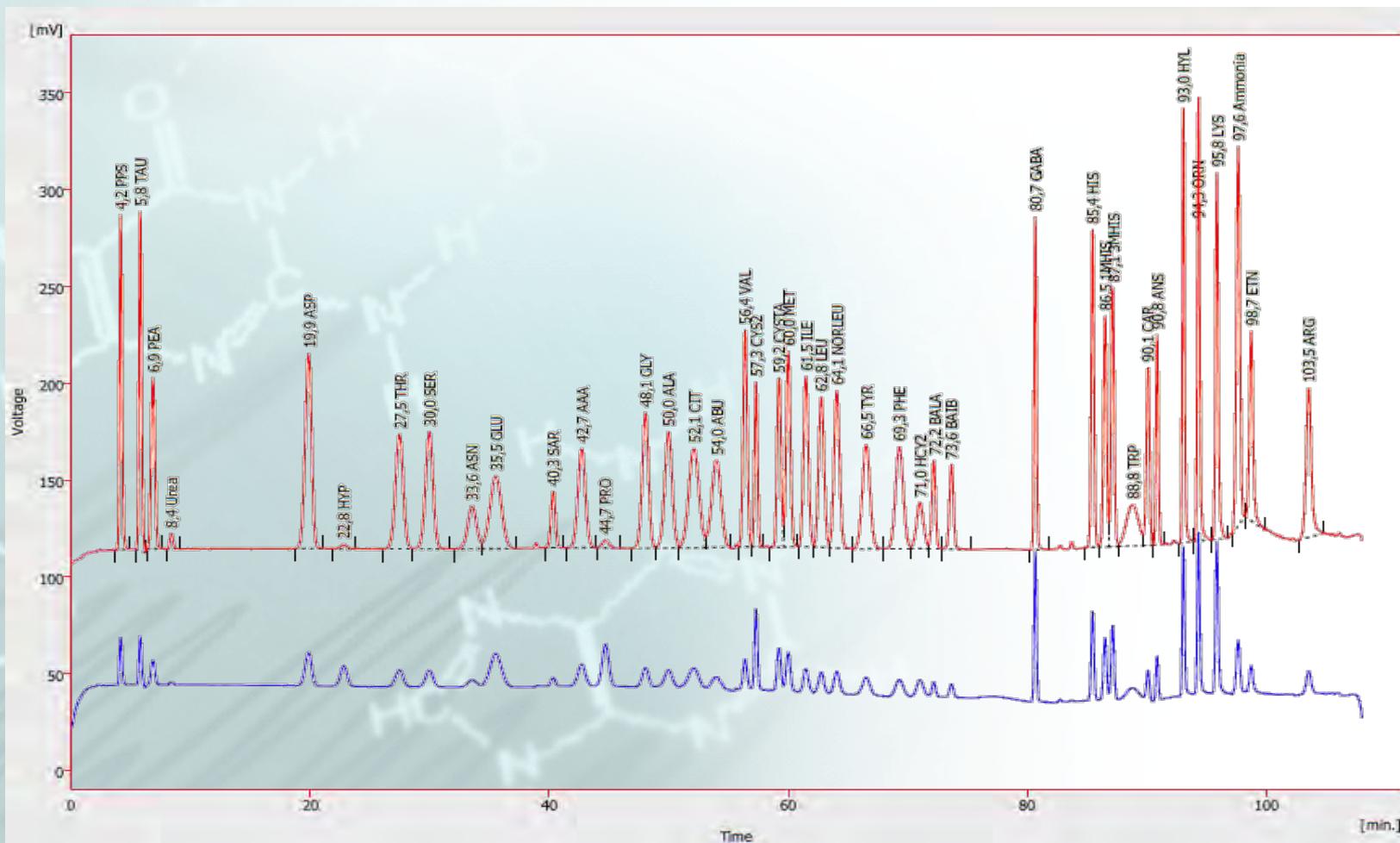


Elutionscharakteristik



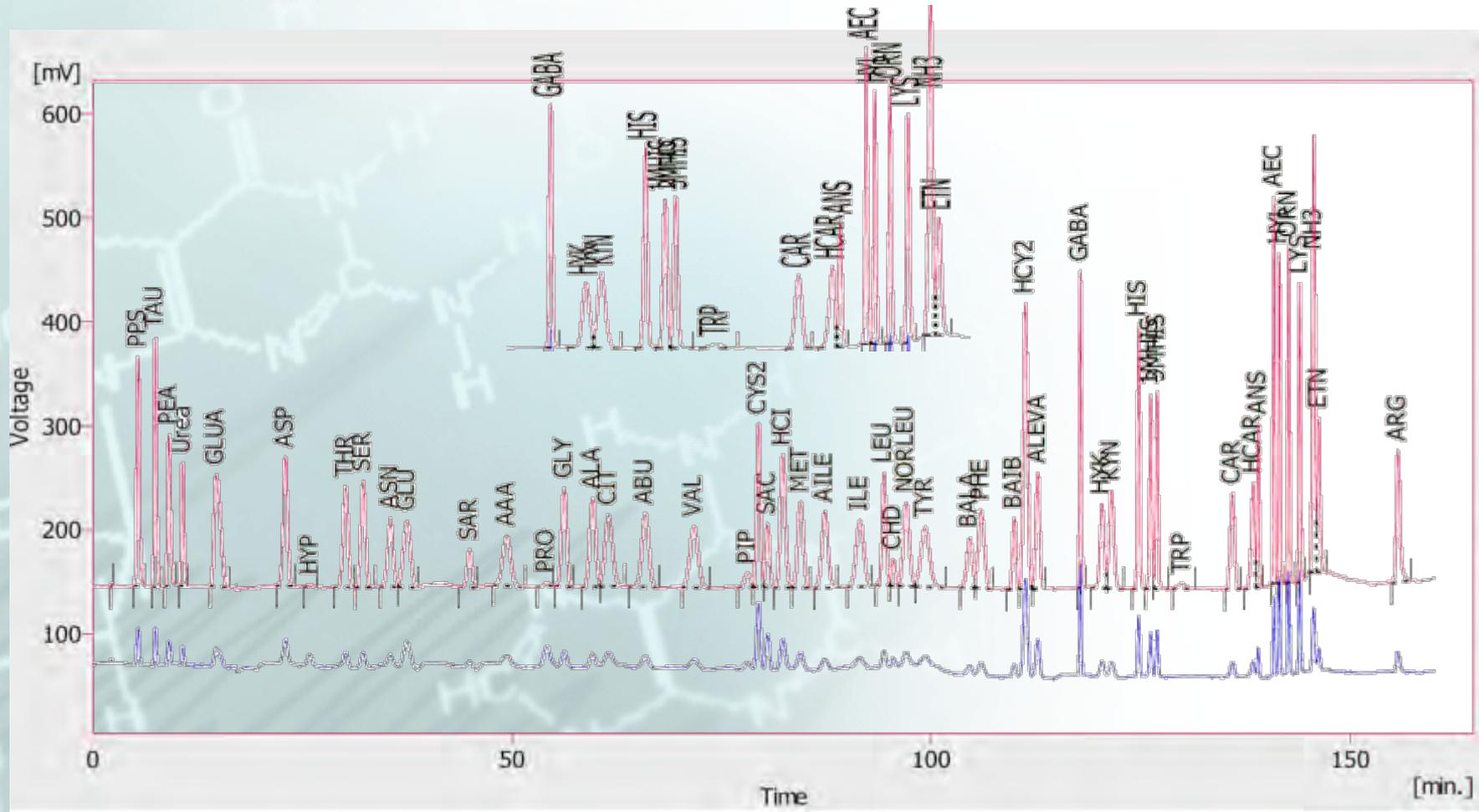


Aminosäuren P-Sigma





Aminosäuren PHS-extended [53]



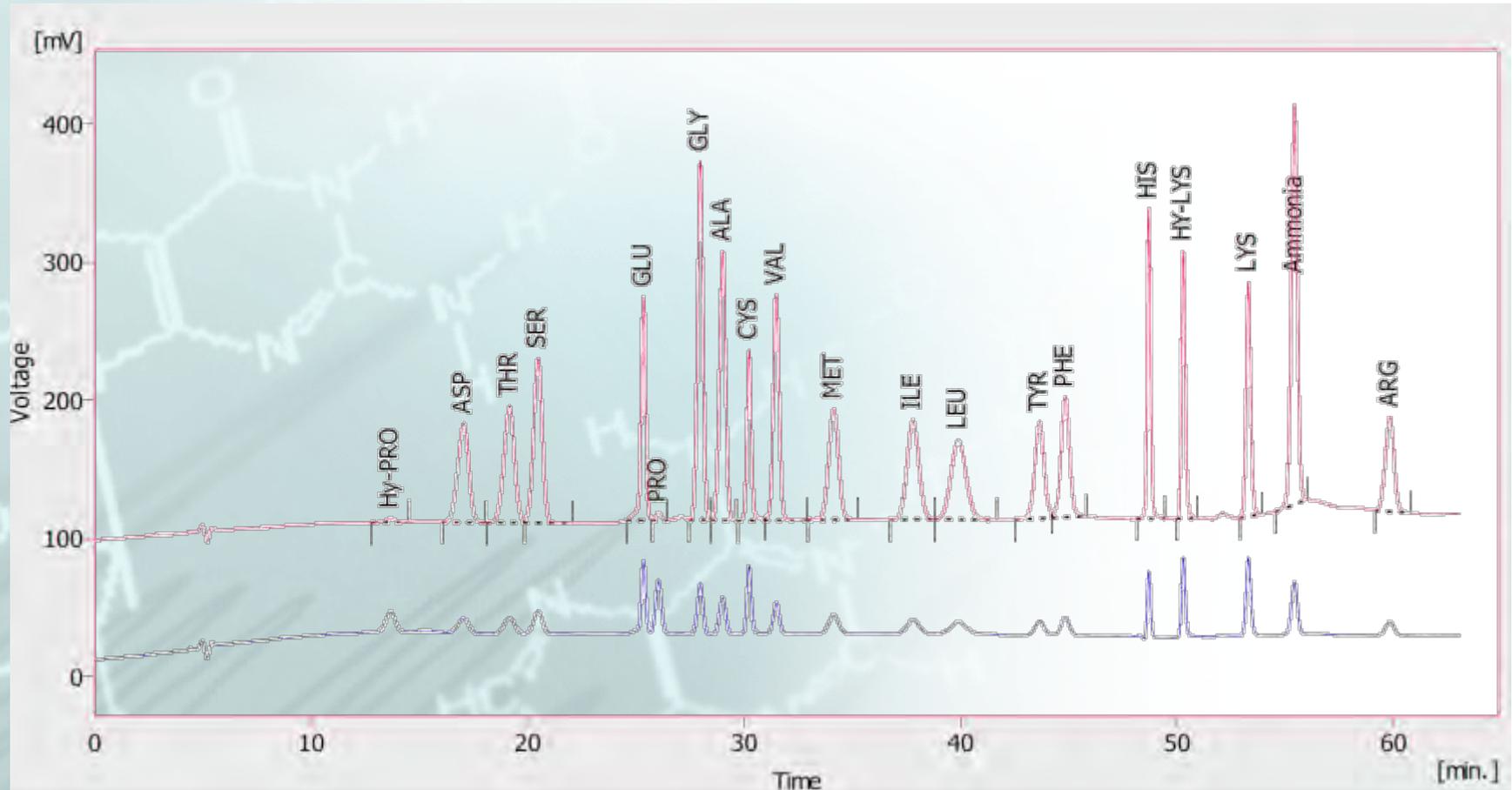


Aminosäuren PHS-extended [53]

phosphoserine	PPS	homocitrulline	HCI	carnosine	CAR
sulfocysteine	SULFO	cystathionine	CYSTA	arginine	ARG
taurine	TAU	isoleucine	ILE	homo-arginine	HAR
phosphoethanolamine	PEA	leucine	LEU	allo-isoleucine	AILE
aspartic acid	ASP	tyrosine	TYR	argininosuccinic acid	ASA
hydroxyproline	HYP	b-alanine	BALA	glucosaminic acid	GLUA
threonine	THR	phenylalanine	PHE	saccharopine	SAC
serine	SER	b-aminoisobutyric acid	BAIB	allo-isoleucine	AILE
asparagine	ASN	homocystine	HCY2	cystine-homocystine-disulfide	CHD
glutamic acid	GLU	g-aminobutyric acid	GABA	amino-levulinic acid	ALEVA
glutamine	GLN	ethanolamine	ETN	aminoethylcysteine	AEC
sarcosine	SAR	3-hydroxykynurenine	HYK	homocarnosine	HCAR
a-aminoadipic acid	AAA	kynurenine	KYN	pipecolic acid	PIP8
proline	PRO	hydroxylysine	HYL		
glycine	GLY	ornithine	ORN		
alanine	ALA	lysine	LYS		
citrulline	CIT	1-methylhistidine	1MHIS		
a-aminobutyric acid	ABU	histidine	HIS		
valine	VAL	tryptophan	TRP		
cystine	CYS2	3-methylhistidine	3MHIS		
methionine	MET	anserine	ANS		

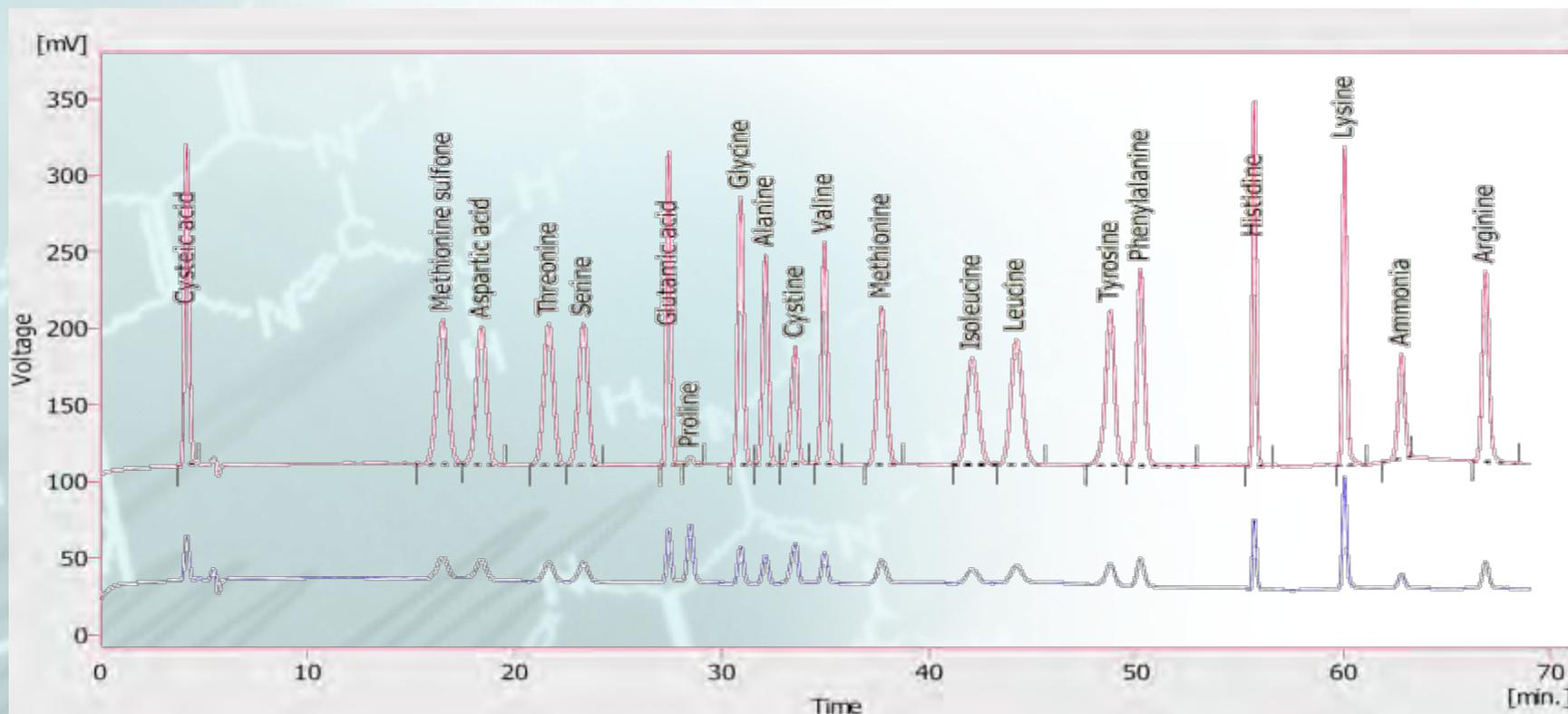


Aminosäuren Collagen



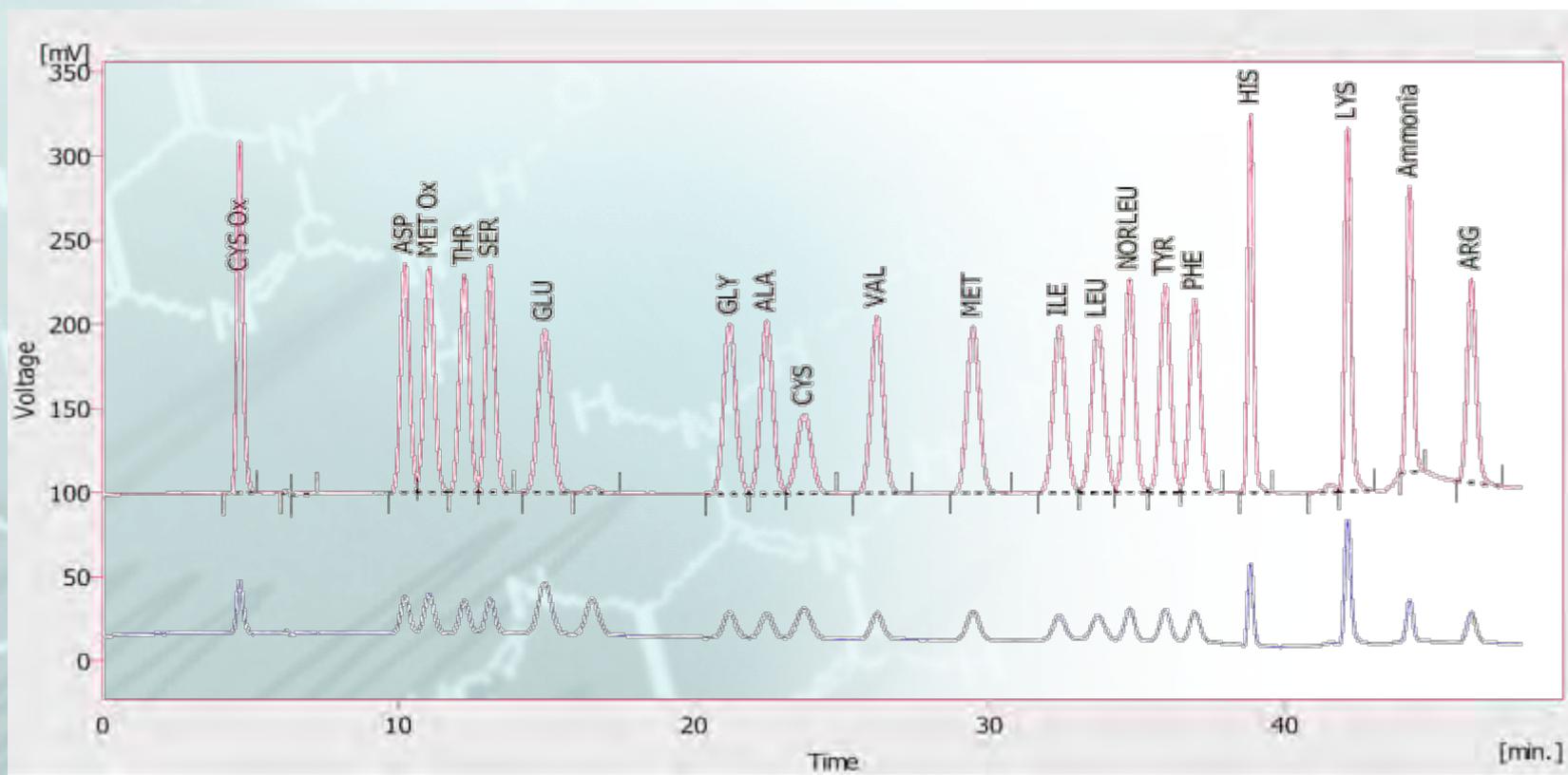


Aminosäuren H-Ox-ext. (Li)





Aminosäuren H-Ox-ext. (Na)

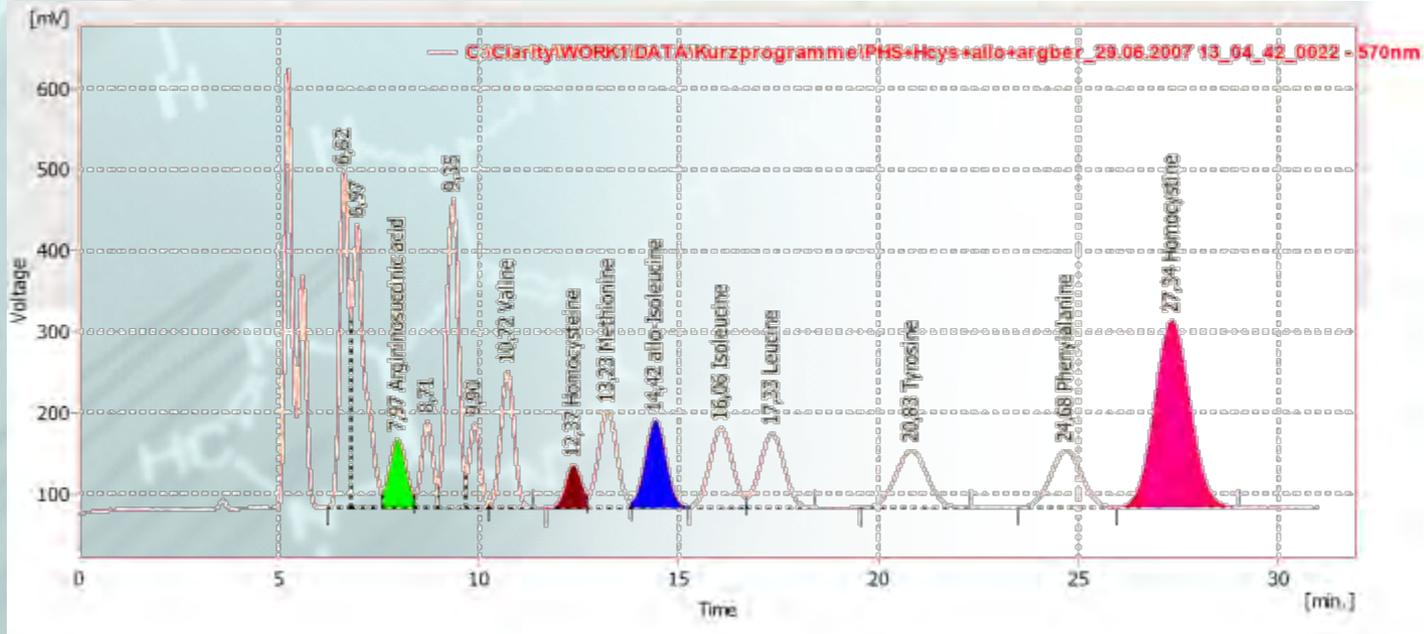




Aminosäuren Kurzprogramm

Gradient Table

Time [min]	A-1/Li [%]	B-1/Li [%]	C-4/Li [%]	D Reg Li [%]	Flow [mL/min]
Initial	26	74	0	0	0,450
5,00	26	74	0	0	0,450
15,00	0	100	0	0	0,450
27,00	0	100	0	0	0,450
27,00	0	0	0	100	0,450
30,00	0	0	0	100	0,450
30,00	26	74	0	0	0,450
42,00	26	74	0	0	0,450
42,00	26	74	0	0	0,000
44,00	26	74	0	0	0,000





Maintenance





Tableau Maintenance

Ausguss Ring Schott-Flaschen (Dichtung)

Glasflasche Puffer D (Lauge)

Verschraubungen Flaschendeckel (innen !!)

Schlauchzuleitungen Pumpe (Fließgeschwindigkeit)

N₂ Qualität und Versorgung (Ninhydrin Ausfällungen)





Gradienten-Pumpe Maintenance

Überprüfung Mischer-Ventil (Nämlichkeit)
Förderkonstanz (Ausfälle Rückschlagventil)

Mischer-Interferenzen

Kolbenrückholfeder

Halber Fluss

Kolbenhinterspülung

Verkeimung (Präservative)

Dichtungsabrieb





Probengeber Maintenance

Transfer-Kapillare

Injektionsport

Nadelübergang

Flaschen Belüftung

Verkeimung (Abfall)

Spüllösung (Isoprop?)

Probenschleife partiell kontra Überfüllung

Maximale partielle Füllung

Memory-Facts

Entgasung Repro-Probleme





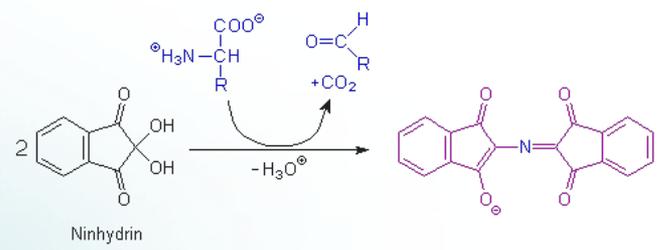
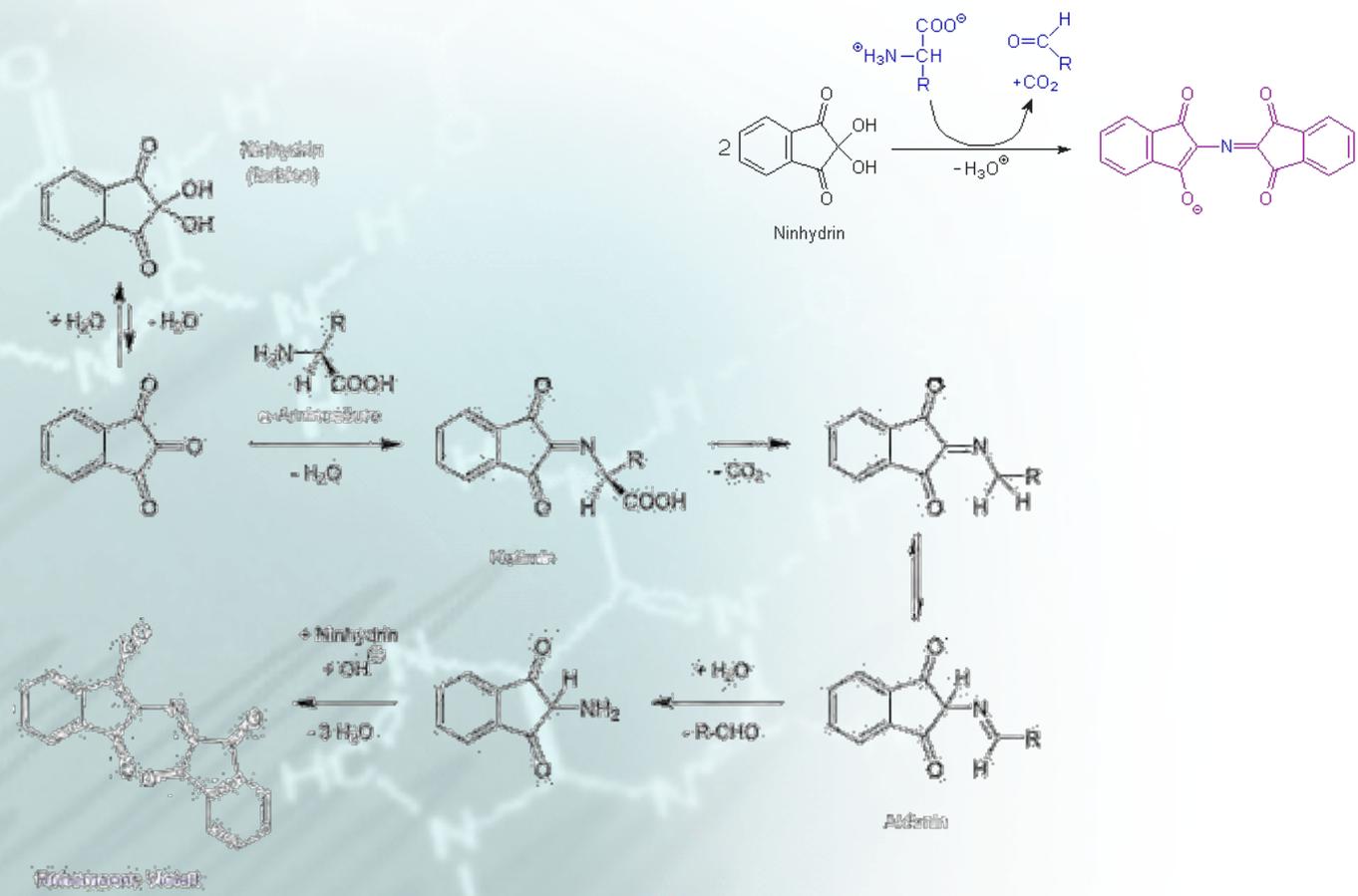
Aminomodul Maintenance

- Funktion Ninhydrin/Spüllösung
- Lampe Alterungsproblematik
- Reaktor Temperaturübergang
- Austausch Reaktionskapillare
- Lüfter Kontrolle nach Reaktorkapillar-Tausch
- Säule Temperaturübergang
- Förderverhalten Mikropumpe
- Reinigung Messzelle
- Rückdruckregelung
- Ninhydrin Ausfällungen



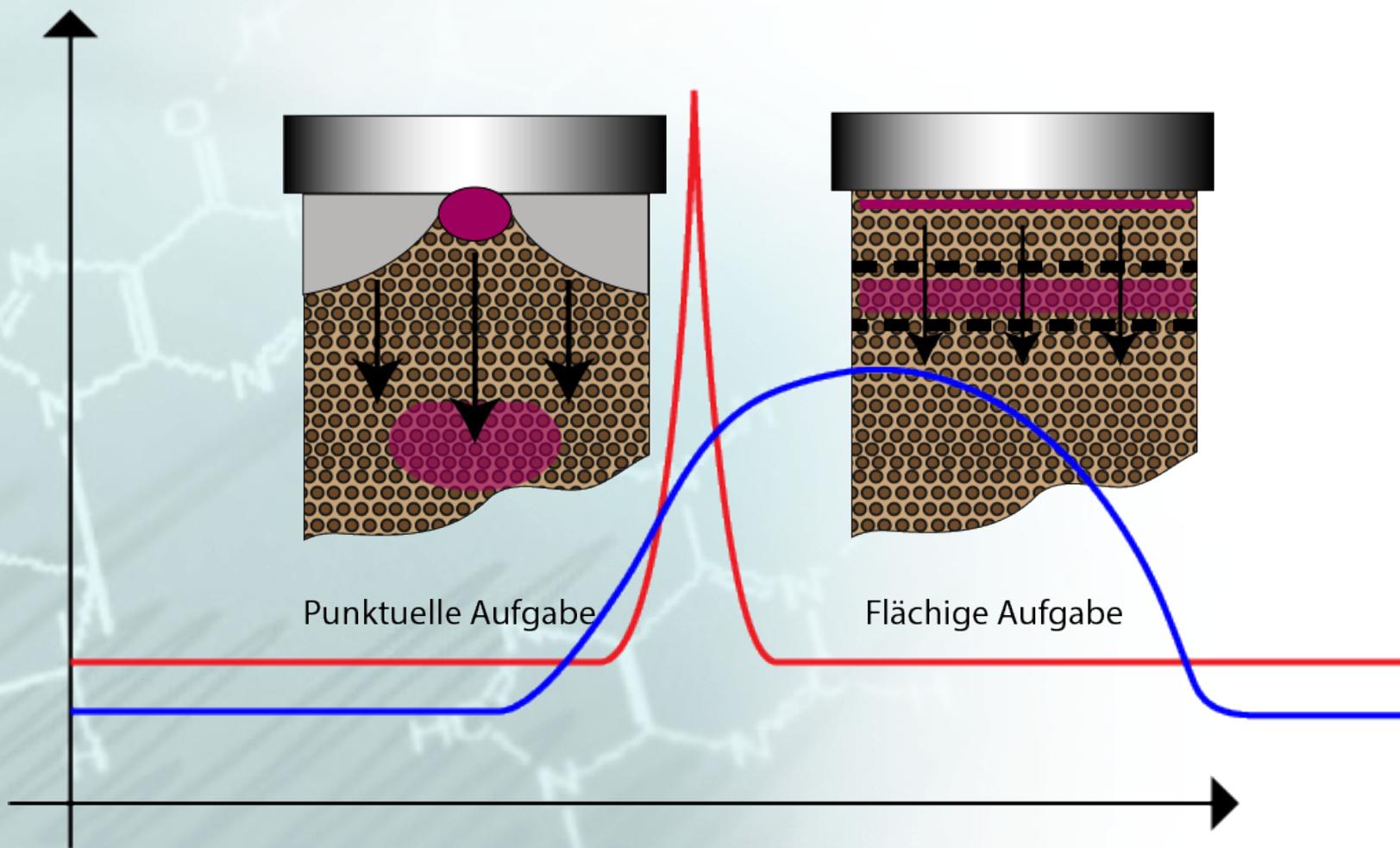


Ninhydrinreaktion





Probenaufgabe



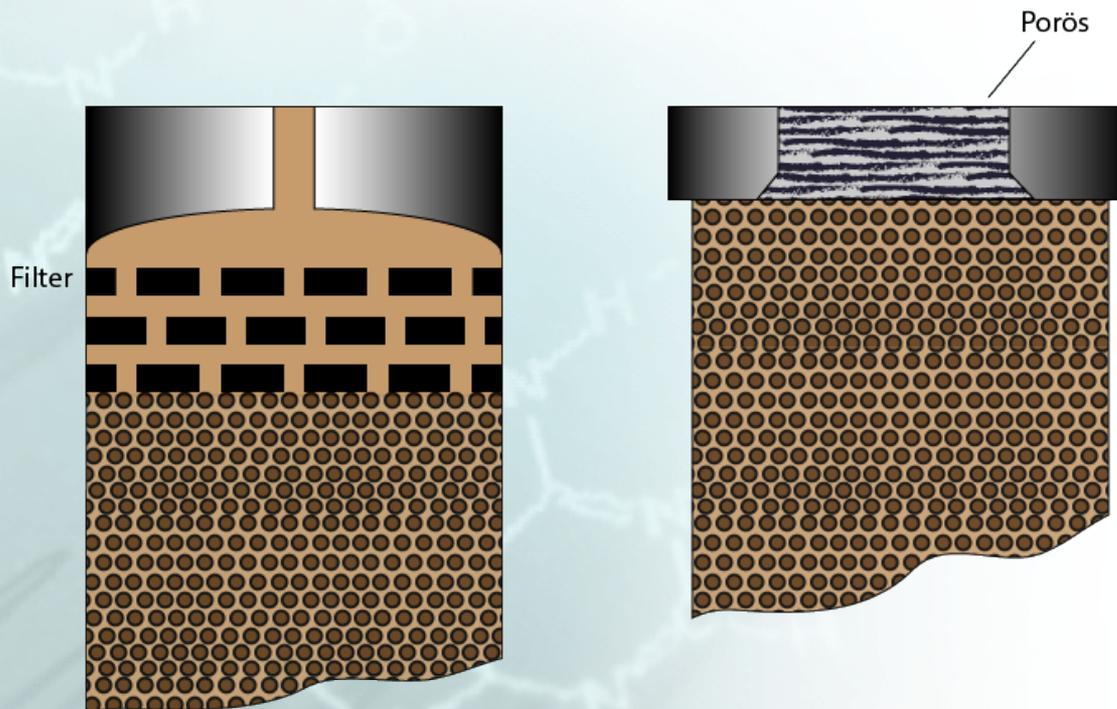
Punktuelle Aufgabe

Flächige Aufgabe



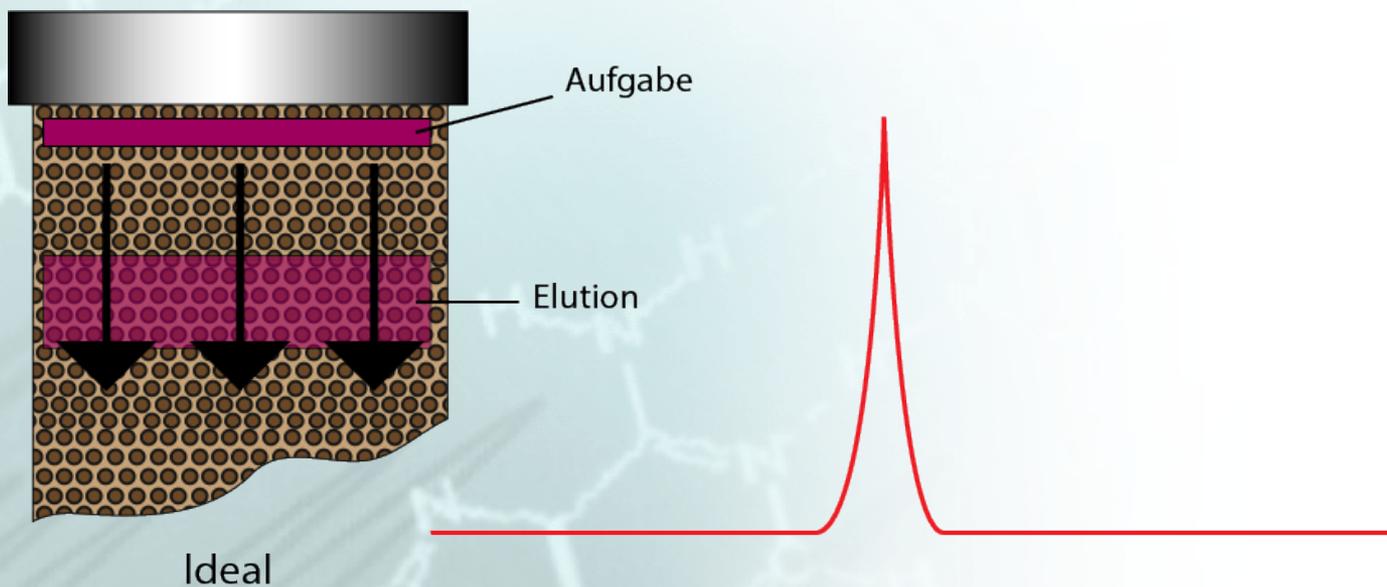
Probenaufgabe

Säulenverschluss



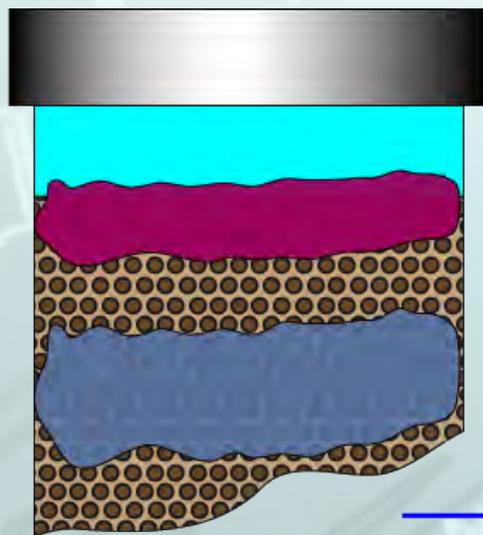


Probenaufgabe

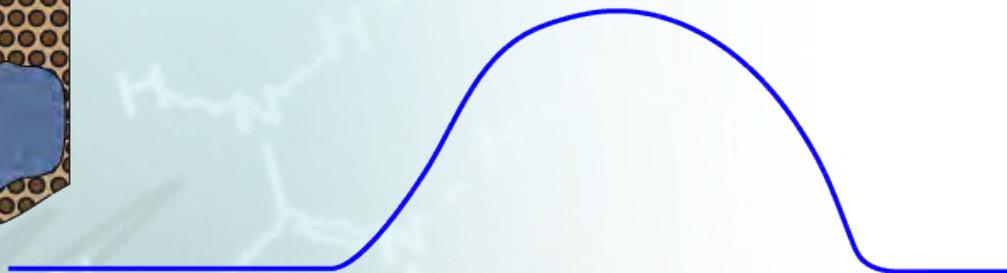




Probenaufgabe

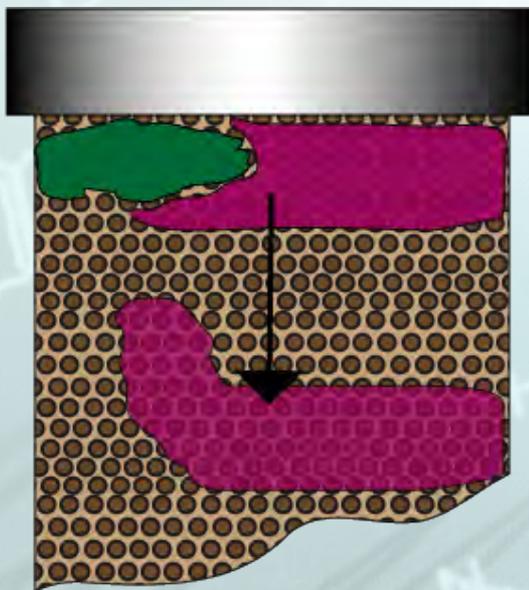


Totvolumen

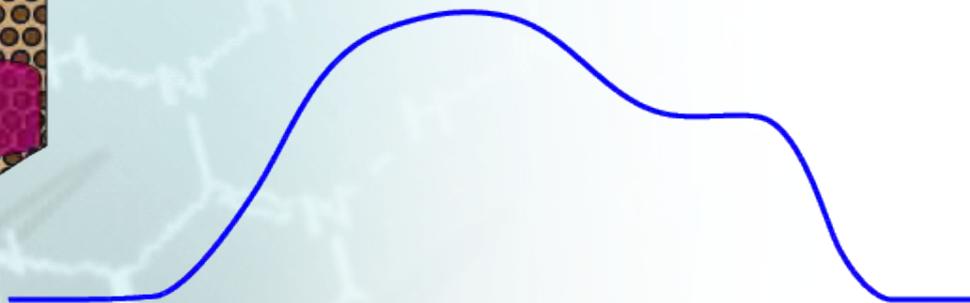




Probenaufgabe

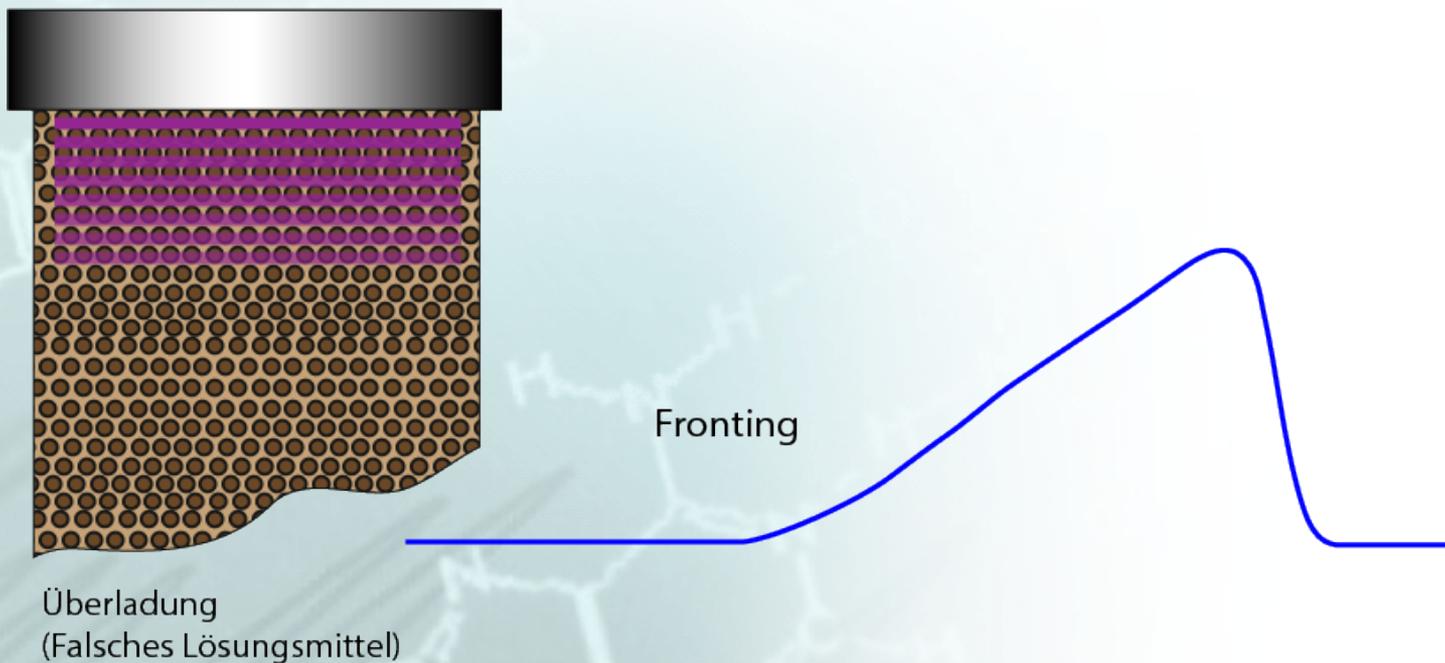


Teilblockade



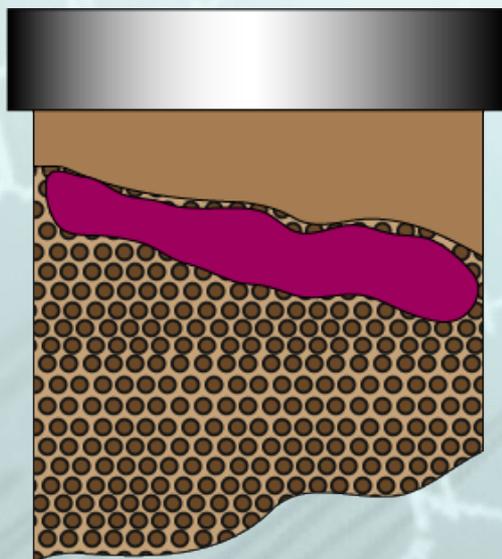


Probenaufgabe





Probenaufgabe



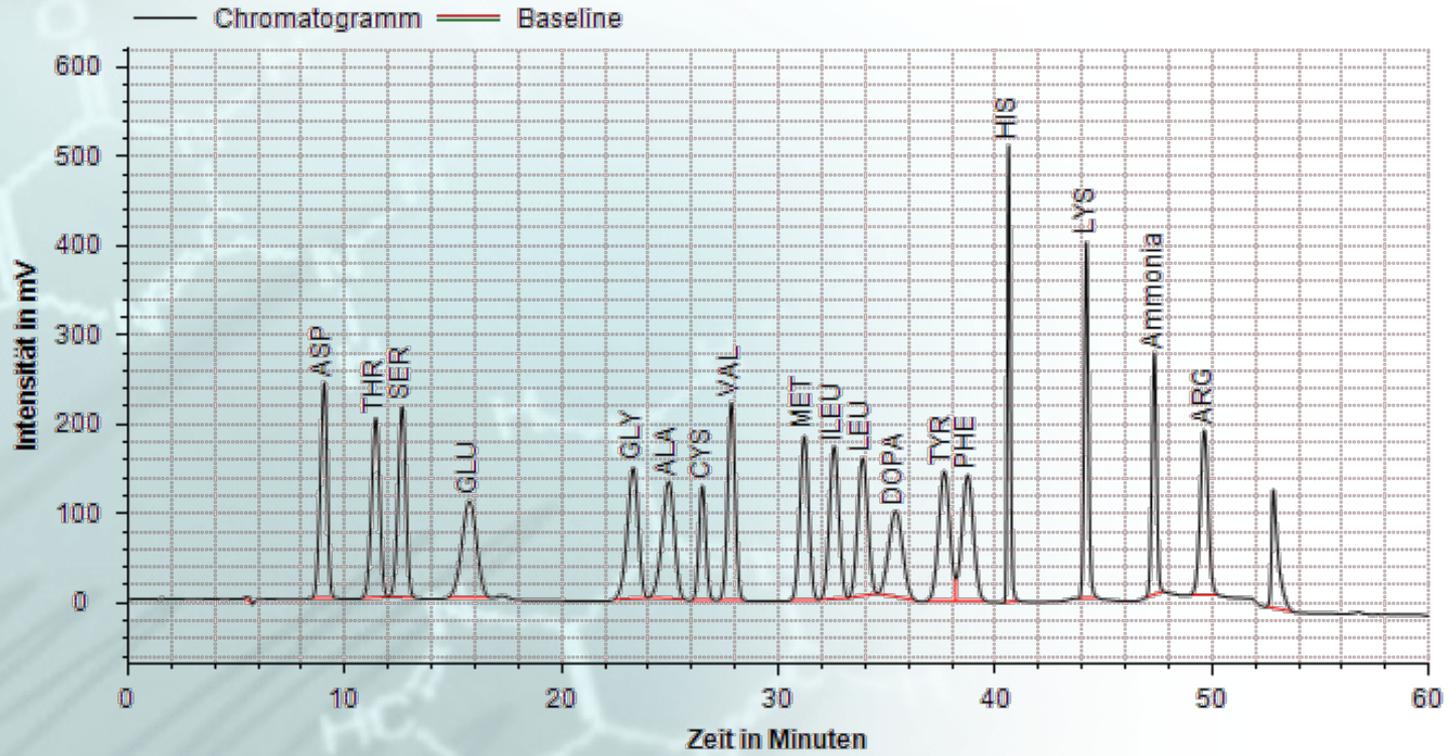
Defektes Säulenbett



Tailing



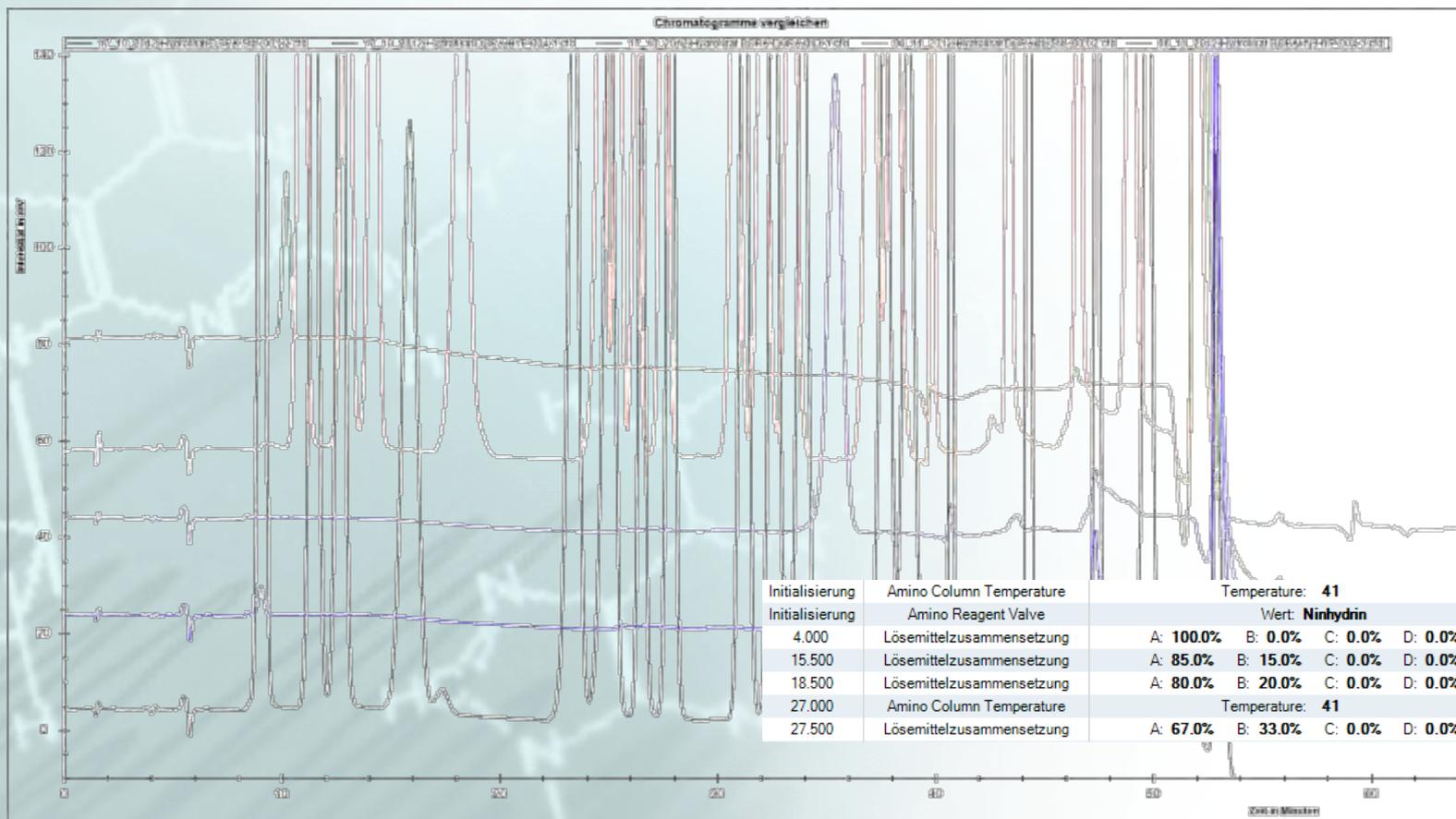
H-Pro + DOPA unter Na-Puffer





H-Pro + DOPA* unter Na-Puffer

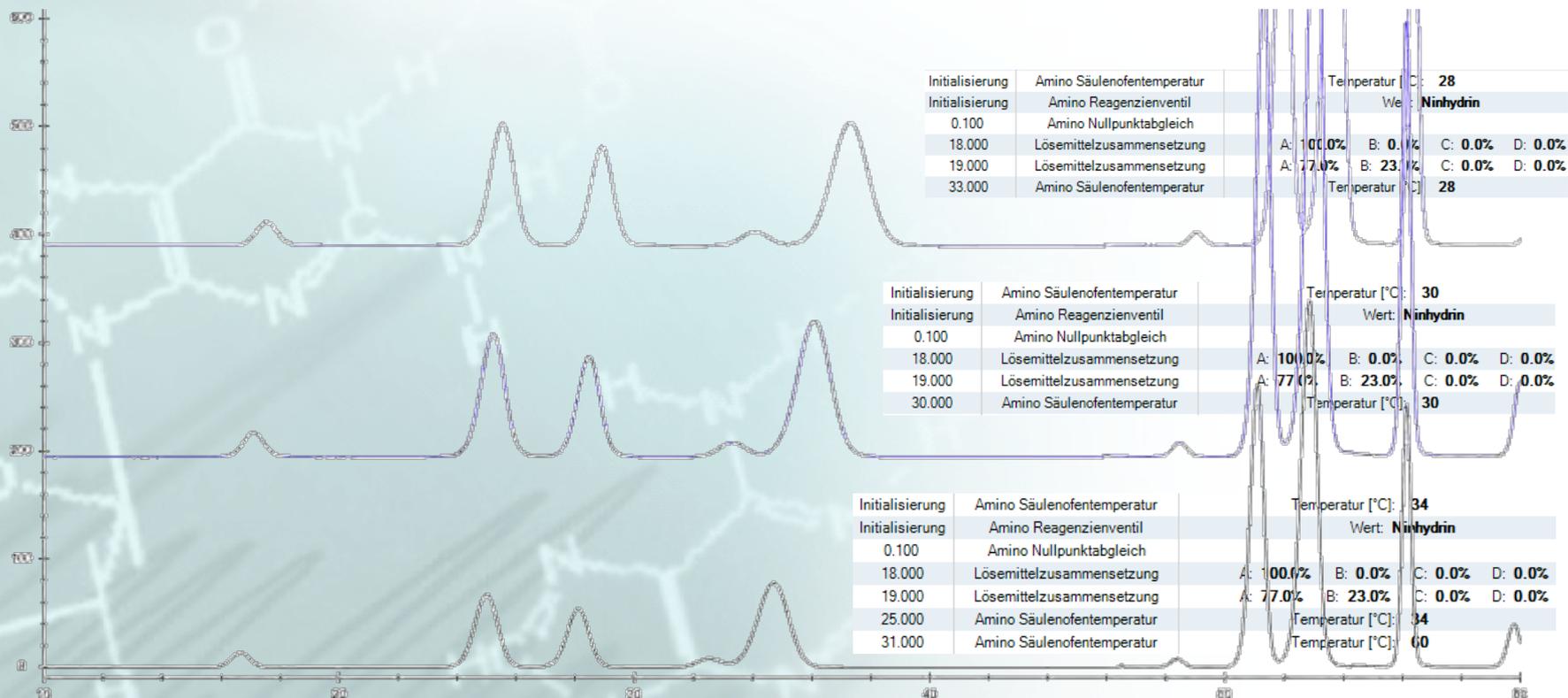
Lösungsmitteloptimierung



*(L-3,4-dihydroxyphenylalanine)

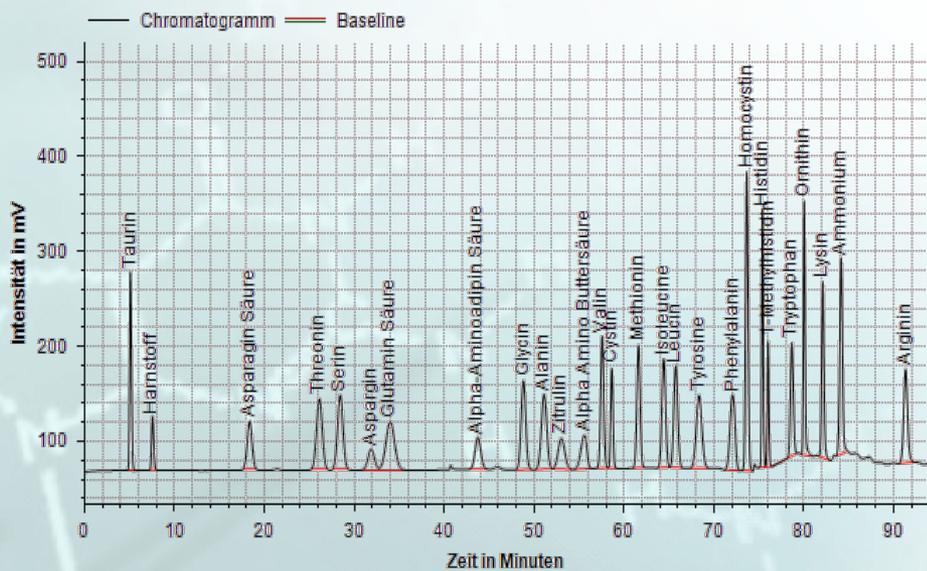


T - Optimierung Glu





Essenstielle AS in physiolo. Lsg.



Zeit [min]	Funktionstyp	Funktionsparameter			
Initialisierung	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
Initialisierung	Flussrate	Wert [ml/min]: 0.45			
Initialisierung	maximale Druckbegrenzung	Wert [Bar]: 150			
Initialisierung	Amino Flussrate	Flussrate: 0.25			
Initialisierung	Amino Reaktortemperatur	Temperatur: 130			
Initialisierung	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37			
Initialisierung	Amino Reagenzienventil	Wert: Ninhydrin			
10.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
11.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 79.0%	B: 21.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
33.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 79.0%	B: 21.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
37.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37			
44.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 42.0%	B: 58.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
57.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 64			
63.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 100.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
64.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 0.0%	C: 100.0%	D: 0.0%
68.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 0.0%	C: 90.0%	D: 10.0%
70.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 0.0%	C: 79.0%	D: 21.0%
71.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 0.0%	C: 78.0%	D: 22.0%
72.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 64			
77.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 74			
87.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 0.0%	C: 76.0%	D: 24.0%
87.010	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 100.0%
88.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 74			
91.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 100.0%
91.010	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
94.000	Amino Reagenzienventil	Wert: Wasser			
98.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37			
110.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0%	B: 0.0%	C: 0.0%	D: 0.0%
240.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37			



Essenstielle AS in physiol. Lsg.

Essential

Histidin

Isoleucine

Leucine

Lysine

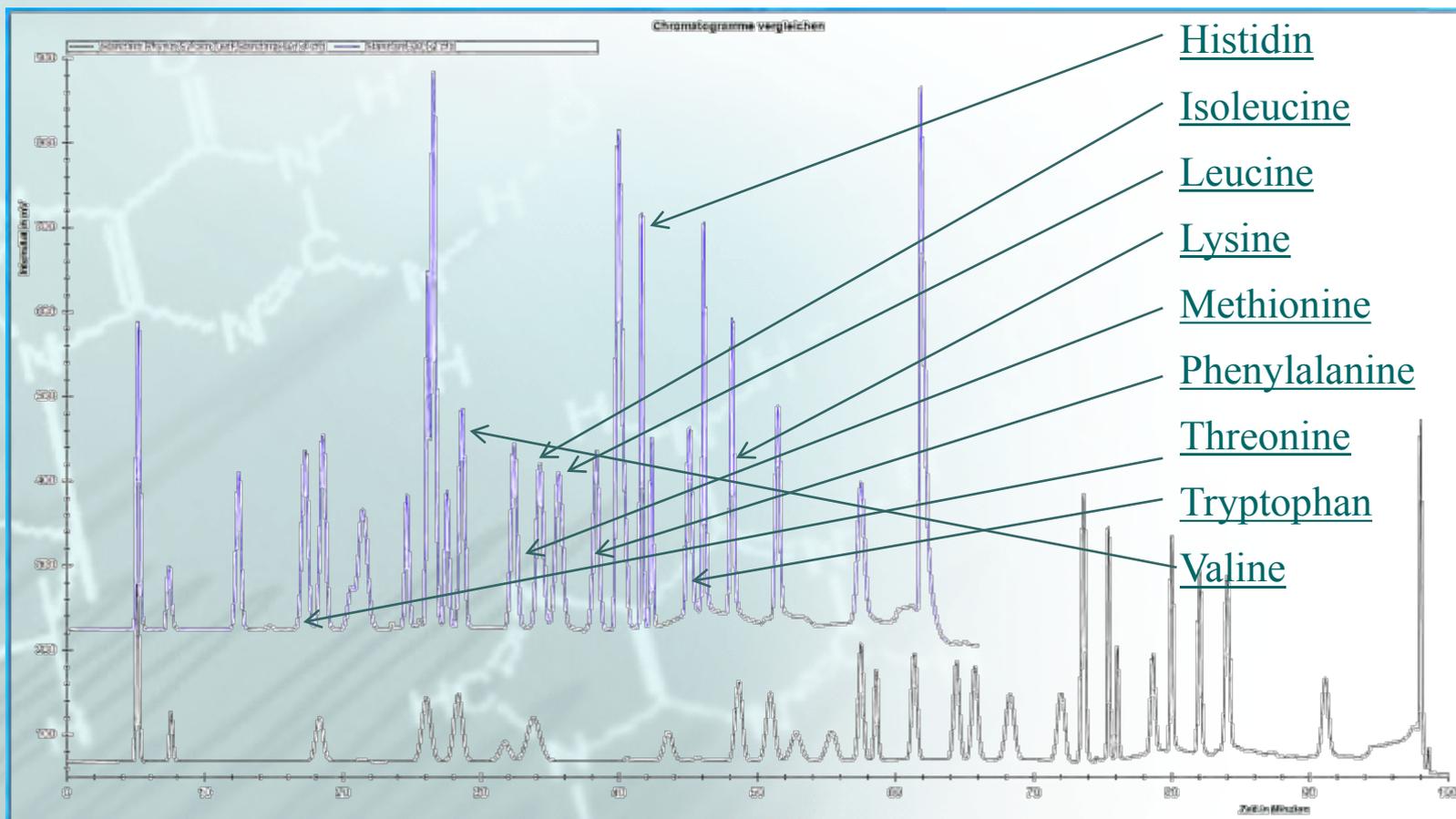
Methionine

Phenylalanine

Threonine

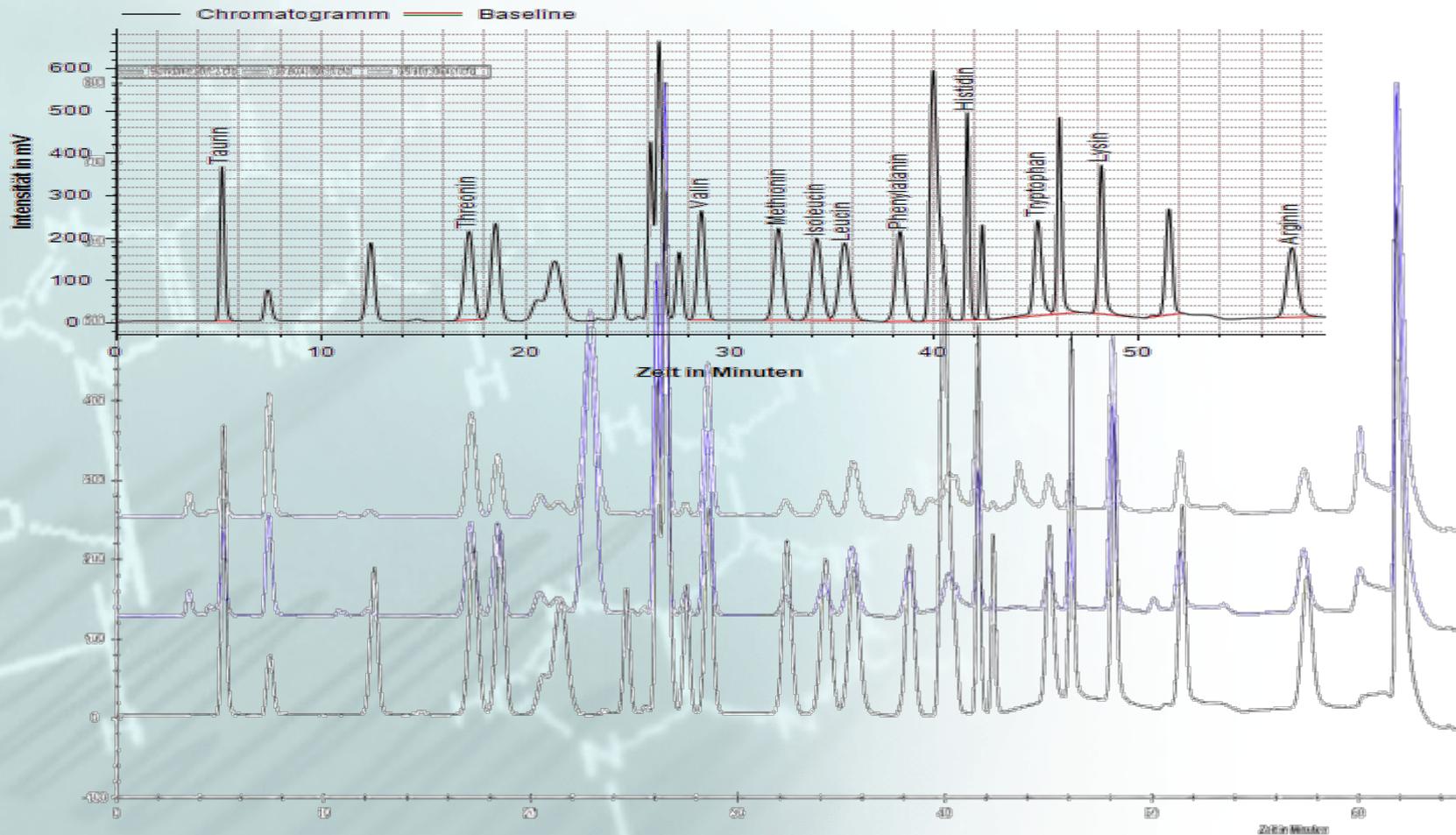
Tryptophan

Valine





Essenstielle AS in physiol. Lsg.





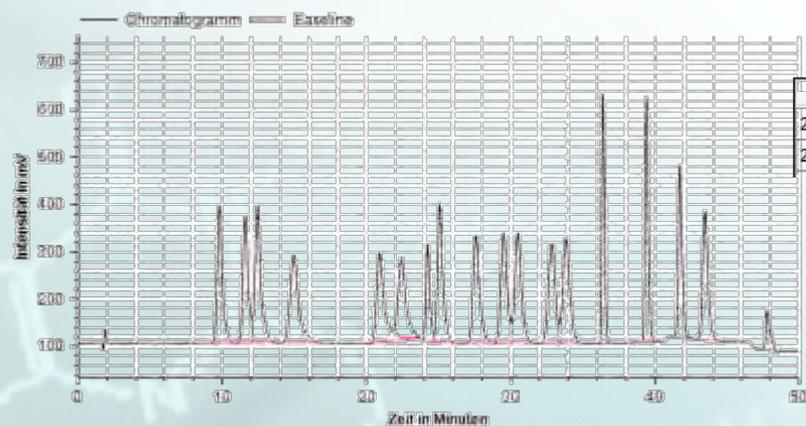
Essenstielle AS in physiol. Lsg.

Zeit [min]	Funktionstyp	Funktionsparameter
Initialisierung	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0% B: 0.0% C: 0.0% D: 0.0%
Initialisierung	Flussrate	Wert [ml/min]: 0.45
Initialisierung	maximale Druckbegrenzung	Wert [Bar]: 150
Initialisierung	Amino Flussrate	Flussrate: 0.25
Initialisierung	Amino Reaktortemperatur	Temperatur: 130
Initialisierung	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37
Initialisierung	Amino Reagenzienventil	Wert: Ninhydrin
10.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0% B: 0.0% C: 0.0% D: 0.0%
11.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 79.0% B: 21.0% C: 0.0% D: 0.0%
33.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 79.0% B: 21.0% C: 0.0% D: 0.0%
37.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37
44.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 42.0% B: 58.0% C: 0.0% D: 0.0%
57.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 64
63.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 100.0% C: 0.0% D: 0.0%
64.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 100.0% D: 0.0%
68.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 90.0% D: 10.0%
70.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 79.0% D: 21.0%
71.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 78.0% D: 22.0%
72.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 64
77.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 74
87.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 76.0% D: 24.0%
87.010	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 0.0% D: 100.0%
88.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 74
91.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 0.0% D: 100.0%
91.010	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0% B: 0.0% C: 0.0% D: 0.0%
94.000	Amino Reagenzienventil	Wert: Wasser
98.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37
110.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 100.0% B: 0.0% C: 0.0% D: 0.0%
240.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37

Zeit [min]	Funktionstyp	Funktionsparameter
Initialisierung	Lösemittelzusammensetzung	A: 85.0% B: 15.0% C: 0.0% D: 0.0%
Initialisierung	Flussrate	Wert [ml/min]: 0.45
Initialisierung	maximale Druckbegrenzung	Wert [Bar]: 150
Initialisierung	Amino Flussrate	Flussrate: 0.25
Initialisierung	Amino Reaktortemperatur	Temperatur: 130
Initialisierung	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37
Initialisierung	Amino Reagenzienventil	Wert: Ninhydrin
1.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 85.0% B: 15.0% C: 0.0% D: 0.0%
2.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 79.0% B: 21.0% C: 0.0% D: 0.0%
10.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 42.0% B: 58.0% C: 0.0% D: 0.0%
23.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37
25.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 64
29.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 100.0% C: 0.0% D: 0.0%
30.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 100.0% D: 0.0%
35.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 90.0% D: 10.0%
36.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 79.0% D: 21.0%
37.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 78.0% D: 22.0%
38.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 64
43.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 74
53.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 76.0% D: 24.0%
53.010	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 0.0% D: 100.0%
56.500	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 74
57.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 0.0% B: 0.0% C: 0.0% D: 100.0%
57.010	Lösemittelzusammensetzung	A: 85.0% B: 15.0% C: 0.0% D: 0.0%
58.000	Amino Reagenzienventil	Wert: Wasser
64.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37
76.000	Lösemittelzusammensetzung	A: 85.0% B: 15.0% C: 0.0% D: 0.0%
240.000	Amino Säulenofentemperatur	Temperatur: 37

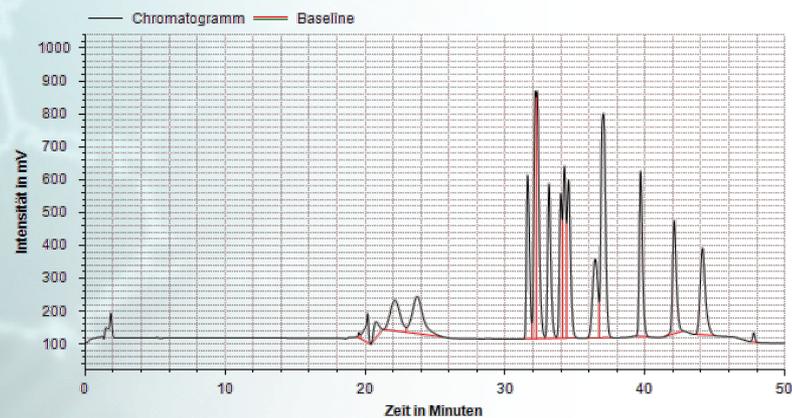


Troubleshooting 1



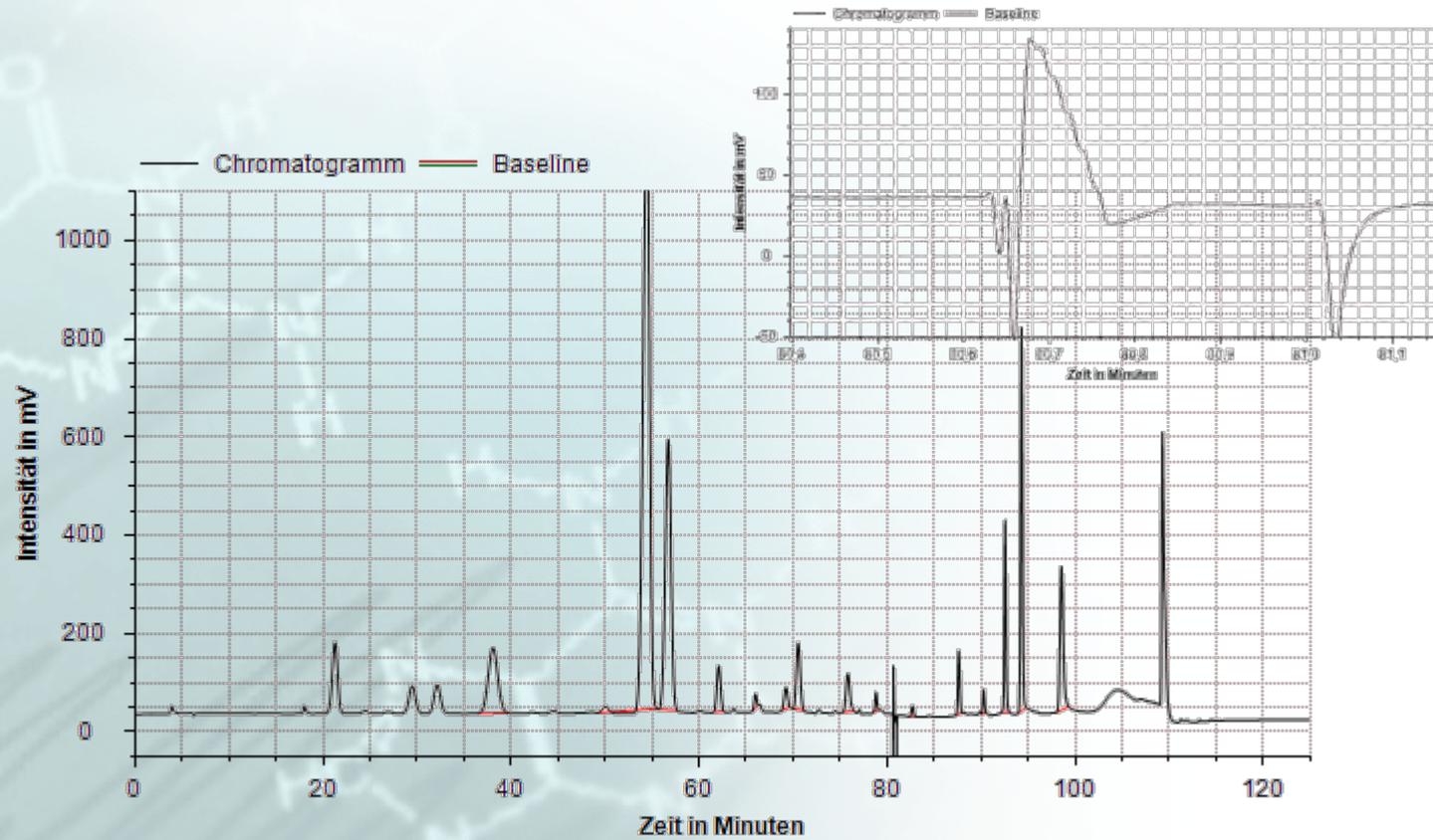
Zeit	Benutzer	Text
25.08.2011 11:15:05		Datenaufnahme gestartet. Pumpendruck: 43
25.08.2011 12:05:05		Datenaufnahme beendet. Pumpendruck: 34

Zeit	Benutzer	Text
30.08.2011 10:32:50		Datenaufnahme gestartet. Pumpendruck: 7
30.08.2011 11:22:50		Datenaufnahme beendet. Pumpendruck: 35



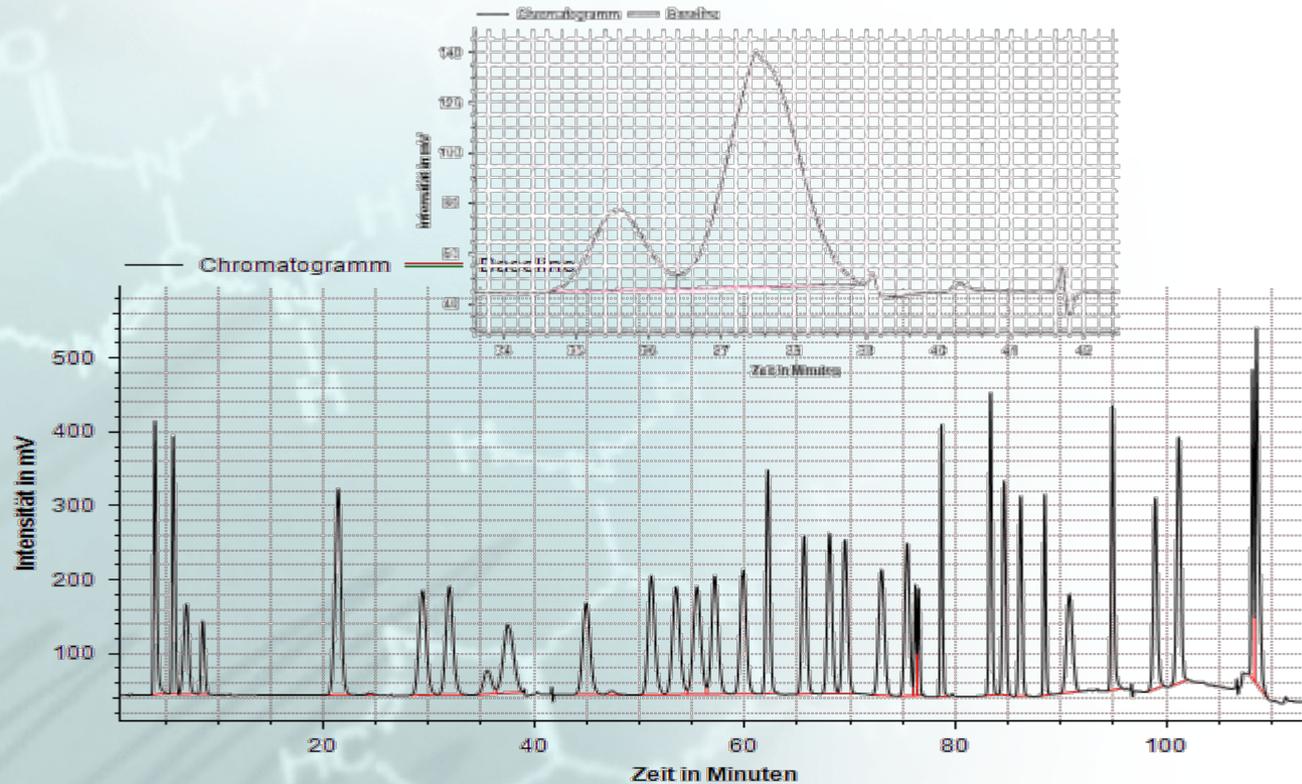


Troubleshooting 2



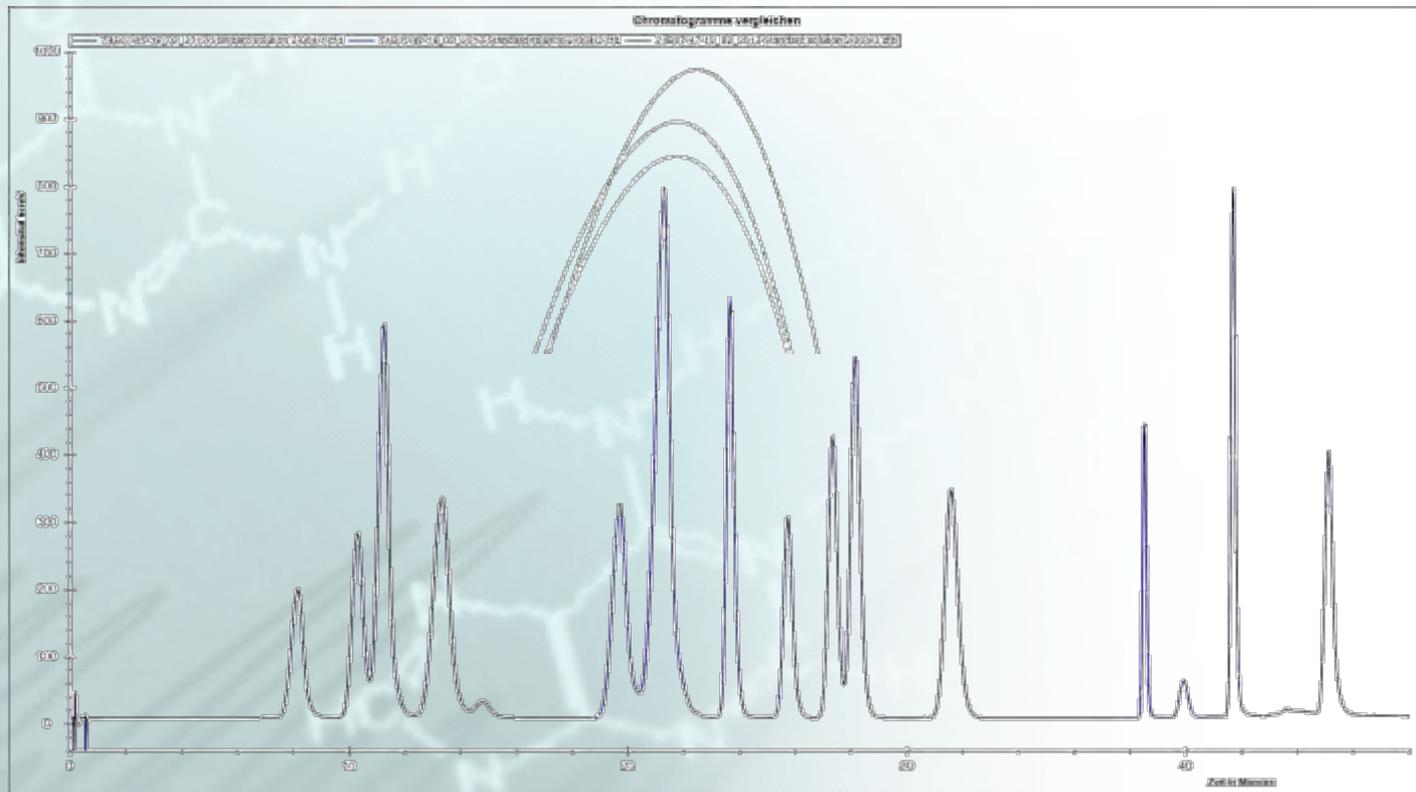


Troubleshooting 4



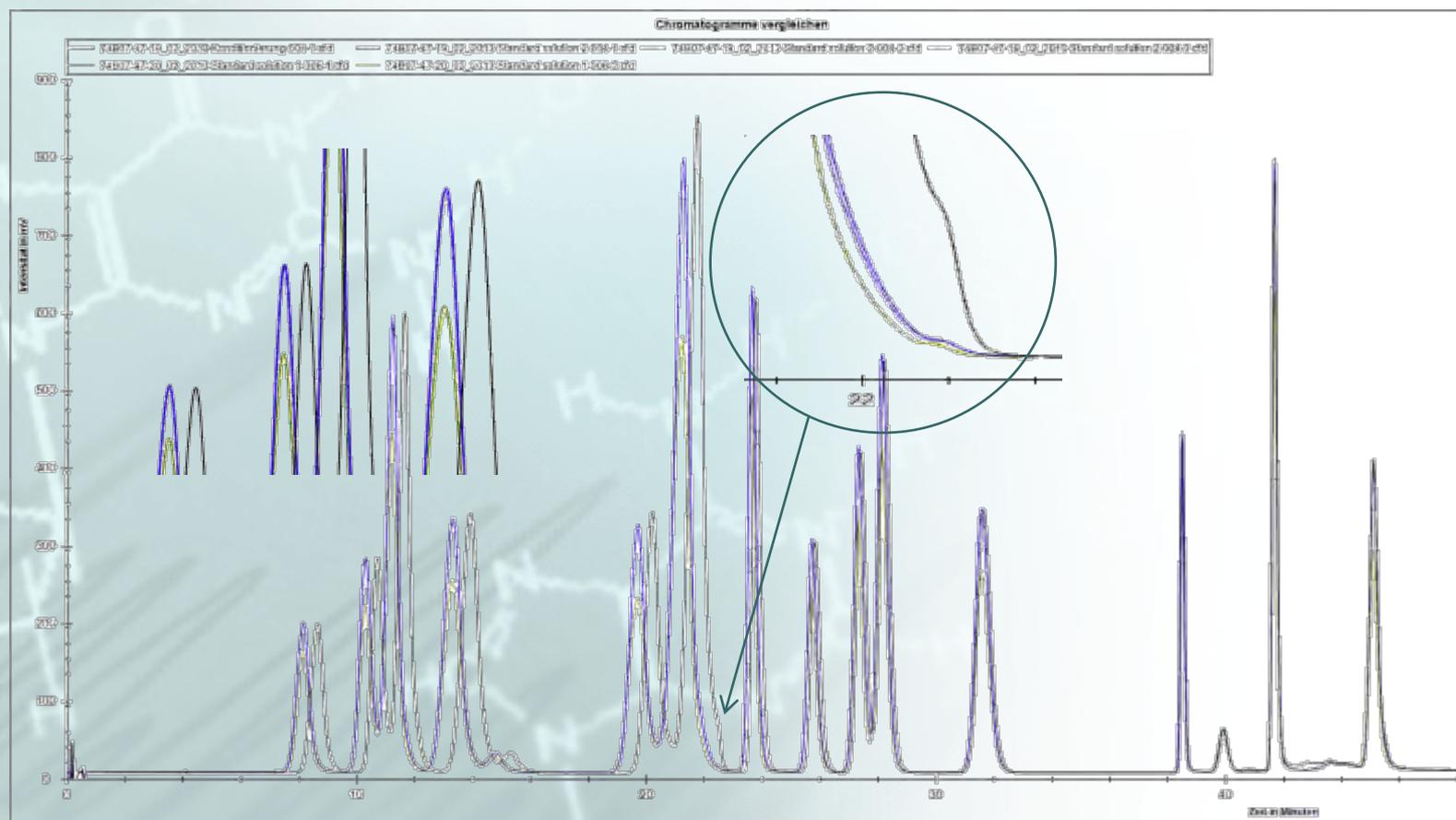


Troubleshooting 5a



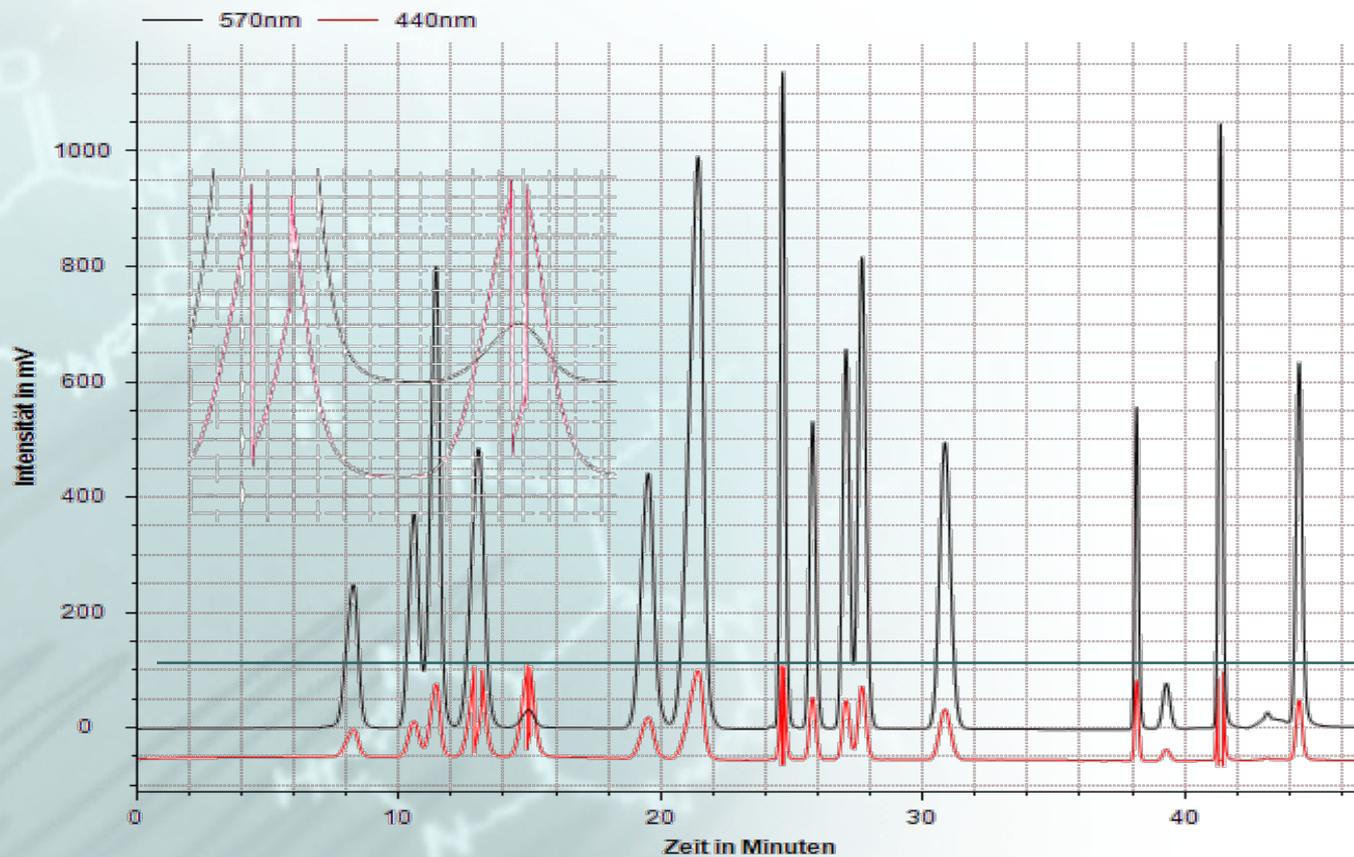


Troubleshooting 5b





Troubleshooting 6





Qualifizierung

I Qualifizierungsgrund

- Erstqualifizierung
- Jährliche Requalifizierung (wenn vom Kunden vorgegeben)
- Requalifizierung nach Standortwechsel
- Requalifizierung nach Reparatur
- Requalifizierung nach Umbau

.... nur Qualität kann qualifiziert werden.*

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

ist als Anlage 11111111 in diesem Protokoll abgelegt.

S2100

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

S4300

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

S5200

- Lotzeit
- Injektionspräzision
- Kurzzeitflusskonstanz
- Peaksymmetrie
- Probenverschleppung

*weiser User



Qualifizierung

Signalstabilität

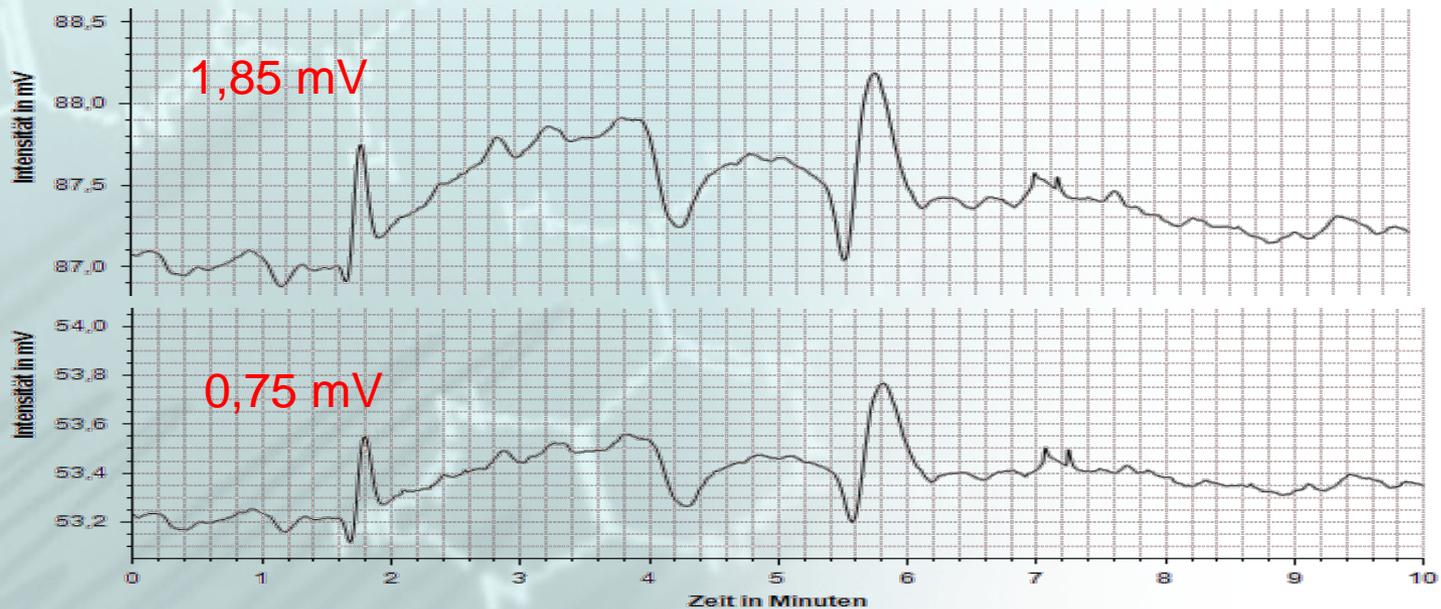
Basislinienstabilität mit Puffer A-1 oder A 6 (isokratisch)
und Ninhydrinlösung

440nm

570nm

< 5,00 mV / 3-8min

< 5,00 mV / 3-8min





Qualifizierung

Richtigkeit der Flussrate (Aminosäuren-Reaktions-Modul)

10 Messungen bei 0,30 ml/min

0,290 – 0,310 ml/min

10 Messungen bei 0,40 ml/min

0,390 – 0,410 ml/min

Sollwert:	0,30	ml/min
Messwert:	1: 0,3031	ml/min
	2: 0,3029	ml/min
	3: 0,3031	ml/min
	4: 0,3029	ml/min
	5: 0,3033	ml/min
	6: 0,3034	ml/min
	7: 0,3029	ml/min
	8: 0,3033	ml/min
	9: 0,3032	ml/min
	10: 0,3029	ml/min

Präzision der Flussrate

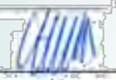
10 Messungen bei 0,30 ml/min:
r. St. Abw. < 1,00 %

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

Mittelwert:	0,3032	ml/min	Akzeptanzkriterium:	0,290 - 0,310 ml/min
Standard-Abweichung:	0,002206	ml/min		
relative Standard-Abweichung:	0,4	%		< 1,00%

Test erfolgreich abgeschlossen.

Test „Flusskontrolle S 4300“ erfolgreich abgeschlossen am: 24.02.2013

Unterschrift Kunde:  Unterschrift Service-Techniker: 



Qualifizierung

Richtigkeit des Drucks (Aminosäuren-Reaktions-Modul)

Überprüfung der Richtigkeit des Druckes am
Abschaltpunkt
Einzustellender Messbereich 34,0 bis 36,0 bar

Bei dem eingestellten Messbereich
werden 35 bar im Display des Modul
angezeigt

9.2.1 Druckkontrolle S 4300

Druckanzeige am Display S4300 35bar



Druckanzeige Messsystem (Druck) 33 bis 37bar



Test „Druckkontrolle S 4300“ erfolgreich abgeschlossen am 21.02.2013

Unterschrift Kunde  Unterschrift Service-Techniker 



Qualifizierung

Richtigkeit der Säulenofentemperatur

Temperaturmessung am
Testpunkt :

50°C

Temperatur:

49,0°C – 51,0 °C

9.3.1 Temperaturkontrolle Säulenofen

Sollwert: 50,0 °C

Messwert: 49,3 °C

Akzeptanzkriterium
46 – 50°C

Test „Temperaturkontrolle Säulenofen“ erfolgreich abgeschlossen am 21.02.2013

Unterschrift Kunde: [Redacted] Unterschrift Service-Techniker: [Signature]



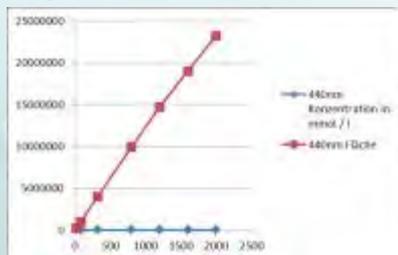
Qualifizierung

Überprüfung der Linearität des Systems

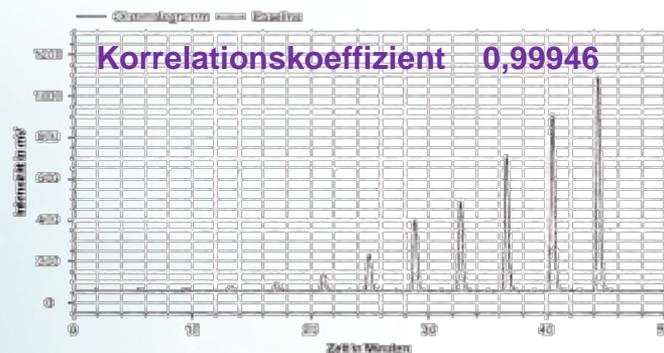
440 nm: 20 µmol / l bis 2000 µmol / l Taurin

Einfachbestimmung bei folgenden Konzentrationen:

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



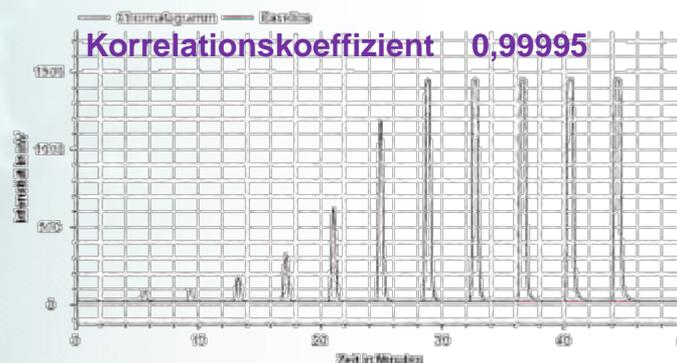
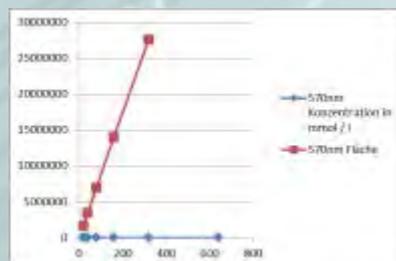
Korrelationskoeffizient bei beiden Wellenlängen \square 0,999



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

Einfachbestimmung bei folgenden Konzentrationen:

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





Qualifizierung

Richtigkeit der Reaktortemperatur

Temperaturmessung am Testpunkt:
130°C

Temperatur: 128,0°C –
132,0 °C

9.3.2 Temperaturkontrolle Reaktor

Sollwert:

130,0 °C

Messwert:

128,0 °C

Akzeptanzkriterium:

116 – 120°C

siehe Kapitel 7.3

Test „Temperaturkontrolle Reaktor“ erfolgreich abgeschlossen am 14.02.2013

Unterschrift Kunde

[Redacted signature]

Unterschrift Service-Techniker

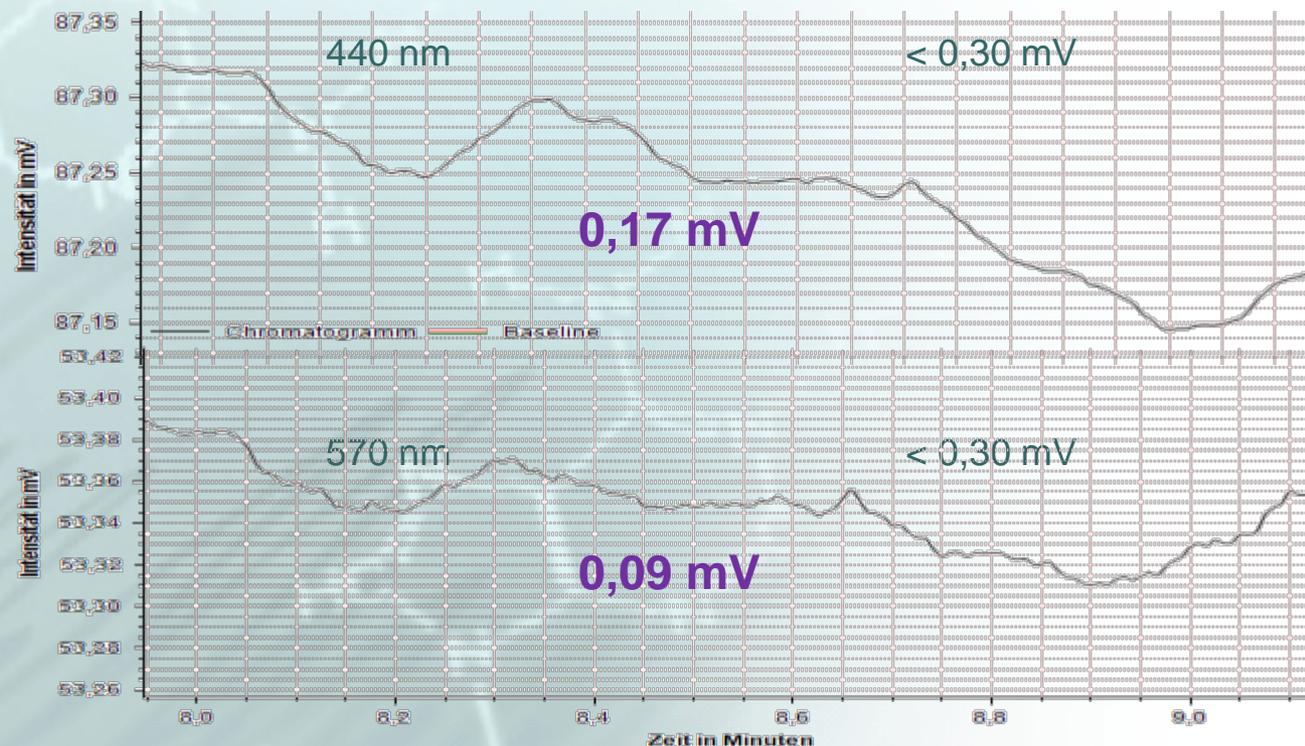
[Handwritten signature]



Qualifizierung

Signal-Rausch-Verhältnis

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





Qualifizierung

Richtigkeit der Flussrate (quaternäre Pumpe)

10 Messungen bei 0,45 ml/min

0,440 – 0,460 ml/min

Sollwert:		0,45	ml/min
Messwert:	1:	0,4515	ml/min
	2:	0,4531	ml/min
	3:	0,4521	ml/min
	4:	0,4532	ml/min
	5:	0,4533	ml/min
	6:	0,4534	ml/min
	7:	0,4535	ml/min
	8:	0,4534	ml/min
	9:	0,4532	ml/min
	10:	0,4534	ml/min

Präzision der Flussrate

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

Mittelwert:	0,4528	ml/min
Standard-Abweichung:	0,00068	ml/min
relative Standard-Abweichung:	0,15	%

Akzeptanzkriterium	0,440 - 0,460 ml/min
	< 1,00%

Test „Flusskontrolle S 2100“ erfolgreich abgeschlossen am 21.02.2013

Unterschrift Kunde: _____ Unterschrift Service-Techniker: _____



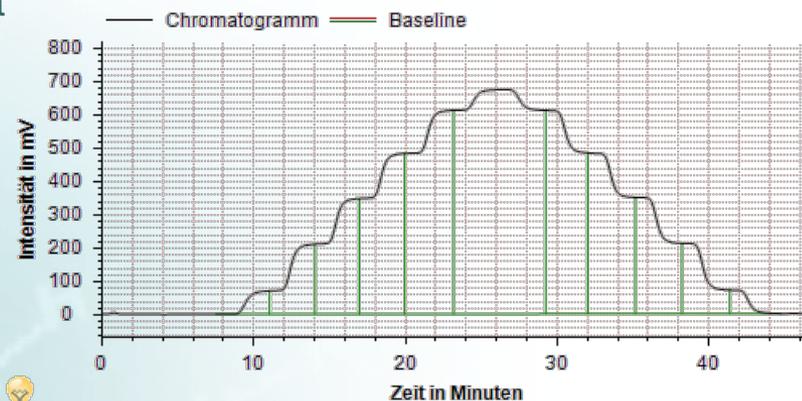
Qualifizierung

Richtigkeit der Gradientenformung

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

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

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



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



Qualifizierung

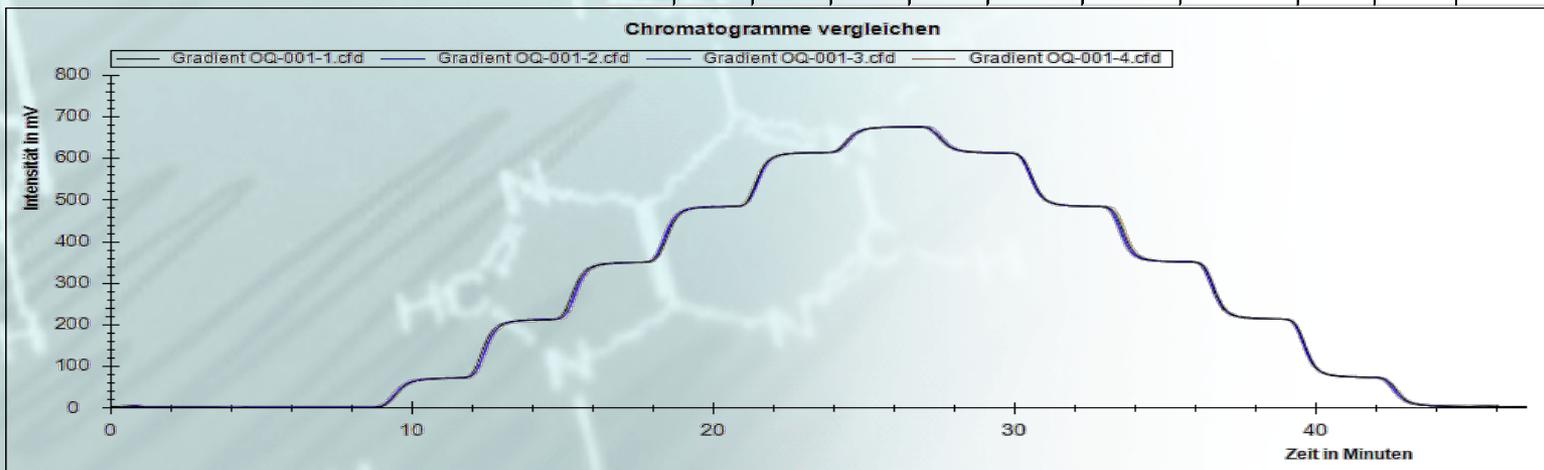
Präzision der Gradientenformung

Stufengradient mit Kaliumpermanganat [0,2 g / l dest.

Wasser] mit vier Wiederholungen

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

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





Qualifizierung

Richtigkeit des Druckes (quaternäre Pumpe)

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

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

9.2.2 Druckkontrolle S 2100

Druckanzeige am Display S2100 120bar



Druckanzeige Messsystem (Druck) 115 bis 125bar



Test „Druckkontrolle S 2100“ erfolgreich abgeschlossen am 27.07.2013

Unterschrift Kunde



Unterschrift Service-Techniker



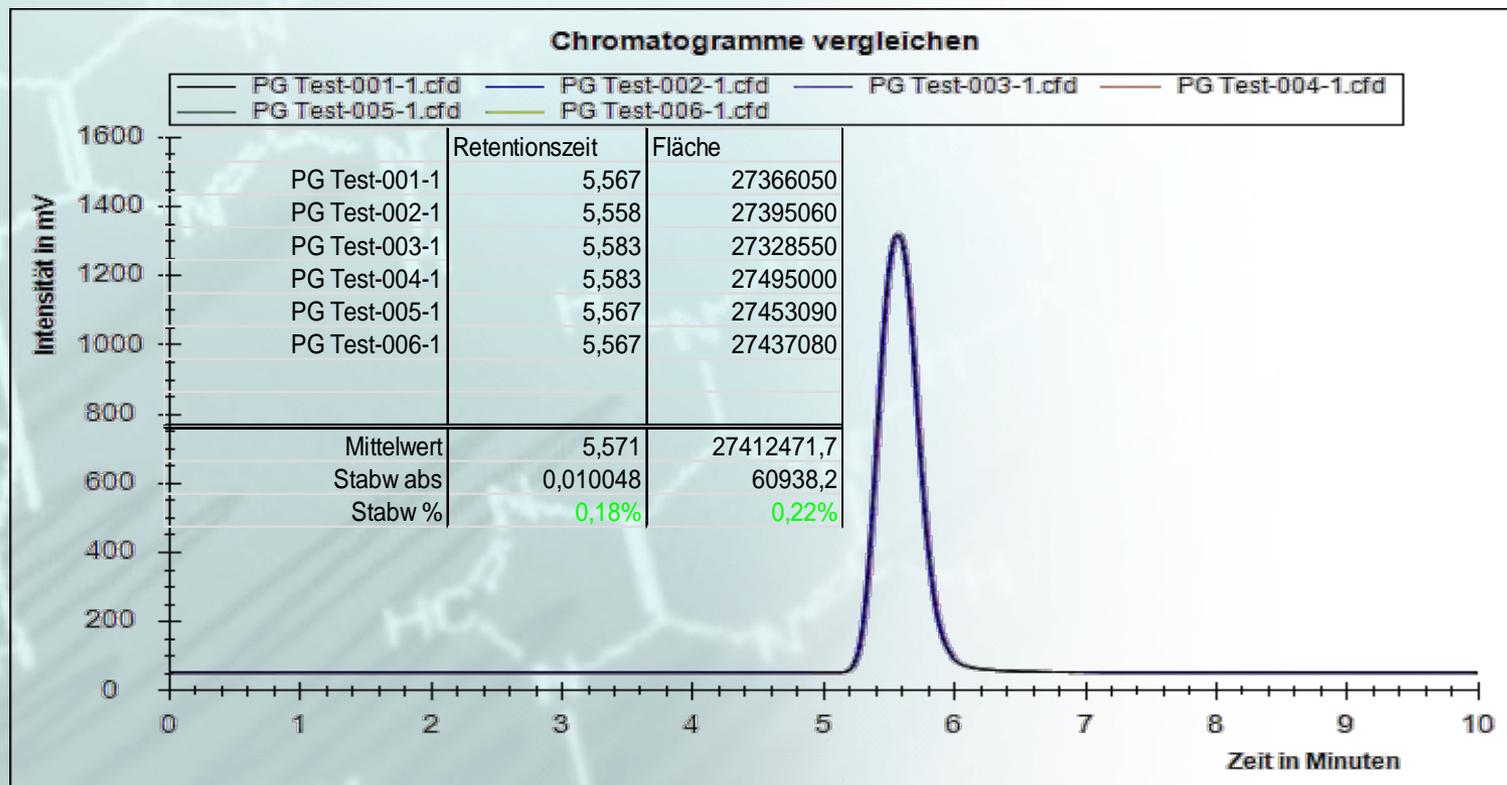


Qualifizierung

Injektorpräzision

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

r. St. Abw. < 1,00 %



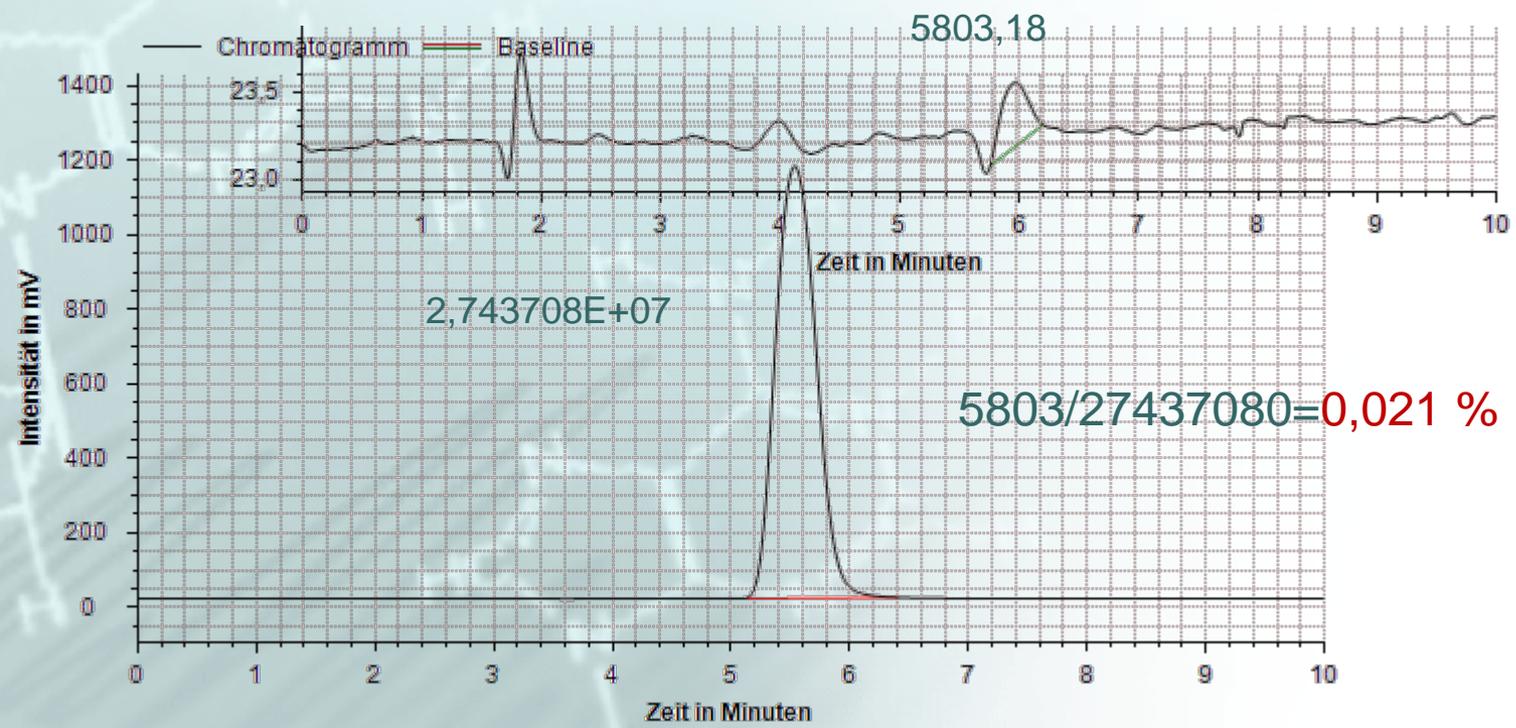


Qualifizierung

Probenverschleppung

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

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





Qualifizierung

Totzeit

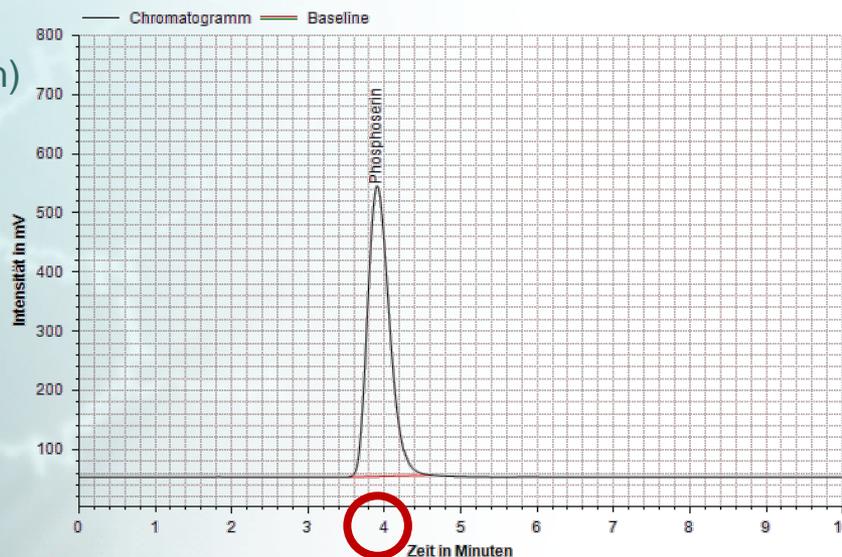
Die Totzeit wird mit der Testlösung ASA/OQ-B1 ermittelt. Als Messwert wird die Retentionszeit von Phosphoserin bei 570 nm, nach dem Injektionszeitpunkt, definiert

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

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

Aminomodul (Ninhydrinlösung; 0,30 ml/min)

Säulentemperatur: 50°C





Qualifizierung

Peaksymmetrie

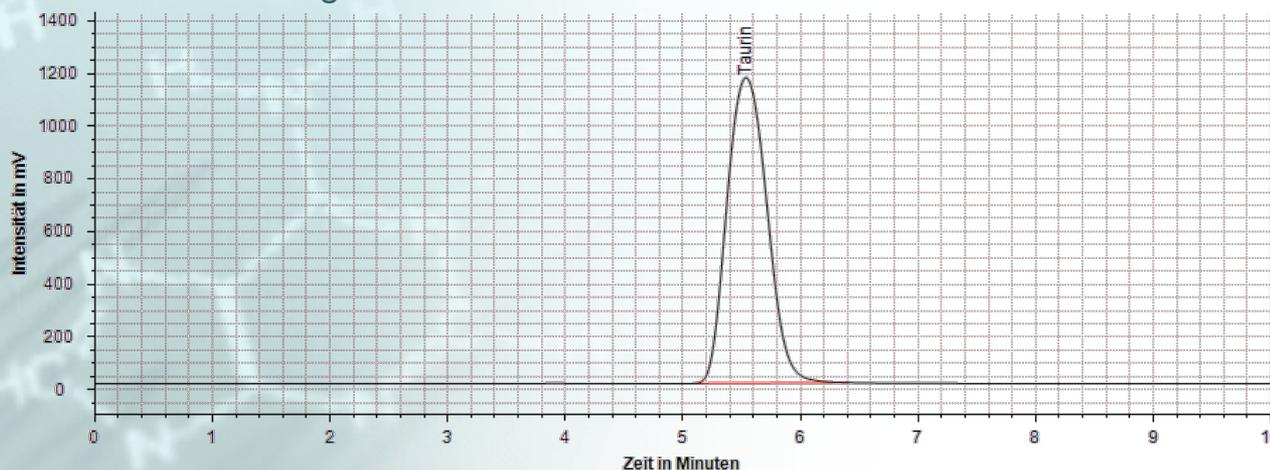
Injektion der Verdünnungslösung 6 (Siehe Seite 15). Die Peaksymmetrie des Taurin-Peaks wird mit der Formel

0,8 – 1,5
(LCA-K13: 0,8 – 1.8)

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

$w_{0,05}$ = Peakbreite bei 1/20 der Peakhöhe
d = Entfernung zwischen der durch das Maximum des Peaks gezogenen Senkrechten und dem aufsteigenden Kurvenast bei 1/20 der Peakhöhe ermittelt.

$P_S = 1,144739$



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

ChromStar 7 Amino Control

Programmübersicht



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



Mit dem **Konfigurator** wird die Gerät Konfiguration einer chromatographischen Anlage festgelegt.



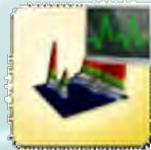
Im Modul **Sequenz** wird die Probenabarbeitung festgelegt. Zur Aufnahme und Auswertung der Chromatogramme und DAD-Daten sind eine Sequenz und die darin genannte Methode unbedingt erforderlich.

ChromStar 7 Amino Control

Programmübersicht



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



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



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



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



ChromStar 7 Amino Control

Programmübersicht



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



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



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



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



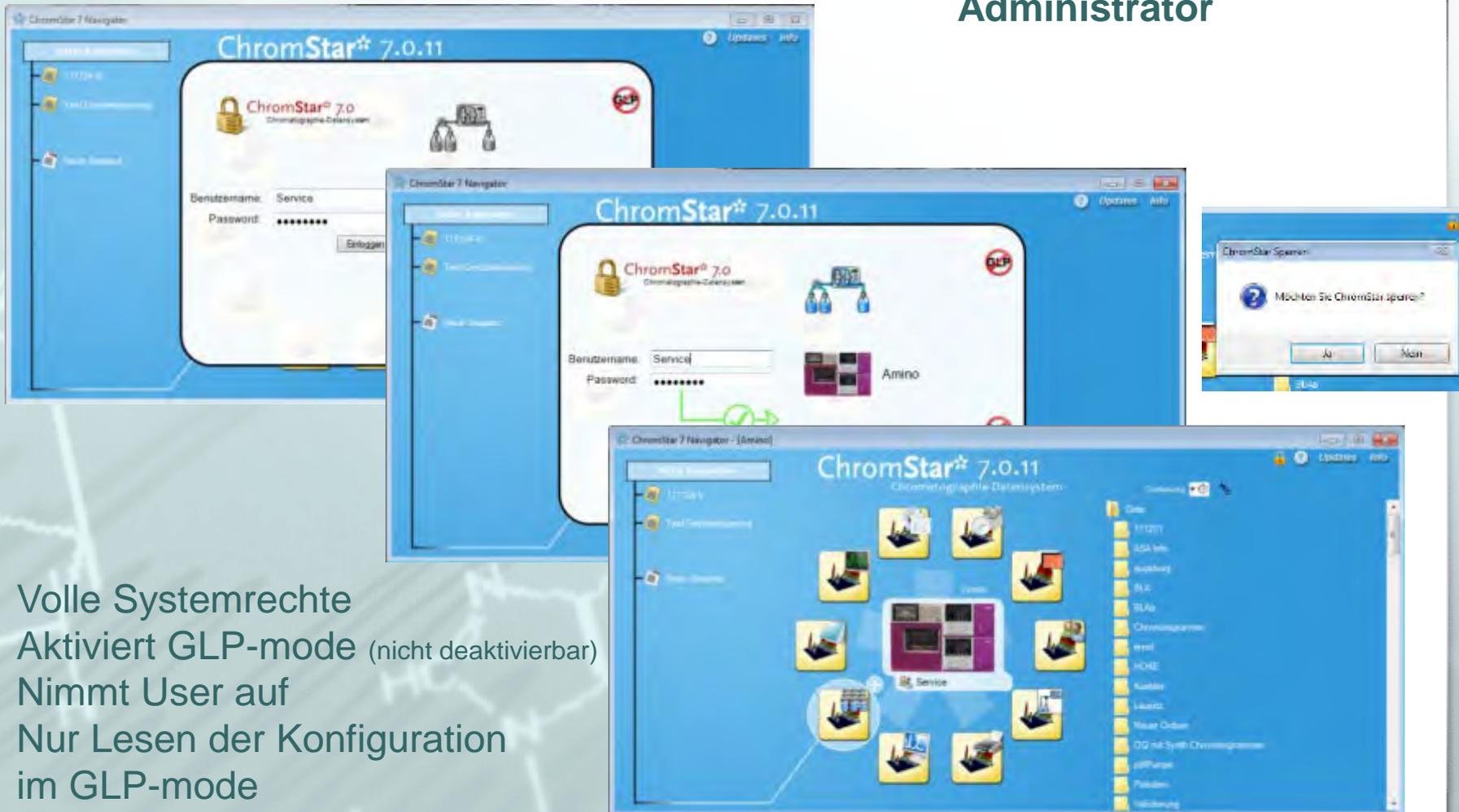
Mit dem **Skin Editor** wird das Erscheinungsbild der Chromatogramme grafisch gestaltet.

ChromStar 7 Amino Control

Log in



Administrator



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

ChromStar 7 Amino Control

Log in



User



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



ChromStar 7 Amino Control

Log in



Superuser



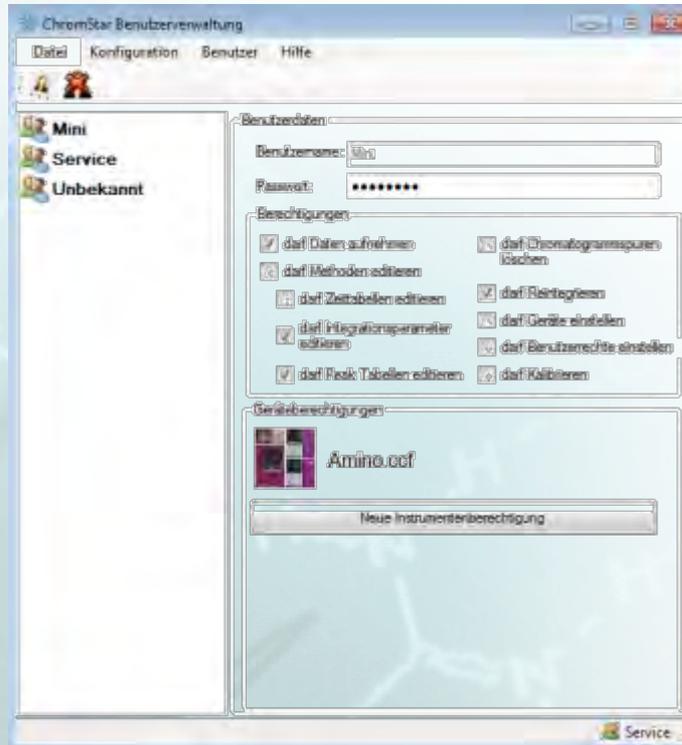
Tagespasswort abhängig vom System aus Datenbank abrufbar (gestützter Audittrail)

Eingabe der Qualifizierungen und Systembausteine

Noteinsatz bei unerlaubten Eingriffen

ChromStar 7 Amino Control

Benutzerverwaltung



Allgemeiner Audit Trail

Audit Trail Rechte

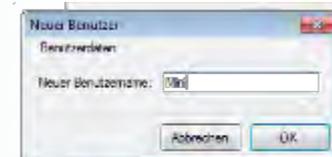
Dat	Benutzer	Aktion
25.11.2011 11:20:57	Service	Modul geöffnet: Methodeneditor
25.11.2011 11:20:59	Service	Modul beendet: Methodeneditor
25.11.2011 11:22:14	Service	Modul geöffnet: Methodeneditor
25.11.2011 11:22:51	Service	Modul beendet: Methodeneditor
25.11.2011 11:23:31	Service	Modul beendet: Navigator
25.11.2011 11:25:01	Service	Modul beendet: Methodeneditor
25.11.2011 11:44:13	Modul geöffnet: Navigator	
25.11.2011 11:44:30	Modul geöffnet: Batch-Wizard	
25.11.2011 11:44:55	Modul beendet: Batch-Wizard	
25.11.2011 11:44:59	Modul geöffnet: Methodeneditor	
25.11.2011 11:45:40	Modul beendet: Methodeneditor	
25.11.2011 11:45:46	Modul geöffnet: Konfigurator	
25.11.2011 11:45:50	Modul beendet: Konfigurator	
25.11.2011 11:45:55	Modul geöffnet: Benutzerverwaltung	
25.11.2011 11:46:01	Sicherheitsstufe wurde geändert zu: Passwort benötigt	
25.11.2011 11:46:17	Neuer Benutzer: Service	
25.11.2011 11:46:39	Administration wurde gespeichert	
25.11.2011 11:46:39	Modul beendet: Benutzerverwaltung	
25.11.2011 11:46:43	Modul beendet: Navigator	
25.11.2011 11:46:59	Service	Modul geöffnet: Navigator (Sicherheitslevel: Passwort)
25.11.2011 11:47:04	Service	Modul geöffnet: Batch-Wizard (Sicherheitslevel: Passwort)
25.11.2011 11:47:10	Service	Modul beendet: Batch-Wizard
25.11.2011 11:47:12	Service	Modul geöffnet: Benutzerverwaltung (Sicherheitslevel: Passwort)
25.11.2011 11:47:22	Service	Sicherheitsstufe wurde geändert zu: GLP
25.11.2011 11:47:24	Service	Administration wurde gespeichert
25.11.2011 11:47:24	Service	Modul beendet: Benutzerverwaltung
25.11.2011 11:47:28	Service	Modul beendet: Navigator
25.11.2011 11:47:42	Service	Modul geöffnet: Navigator (Sicherheitslevel: GLP)
25.11.2011 11:47:47	Service	Modul geöffnet: Batch-Wizard (Sicherheitslevel: GLP)
25.11.2011 11:48:08	Service	Modul beendet: Batch-Wizard
25.11.2011 11:50:54	Service	Modul geöffnet: Methodeneditor (Sicherheitslevel: GLP)
25.11.2011 11:51:19	Service	Modul beendet: Methodeneditor



ChromStar* 7.0
Administrator



ChromStar* 7.0
Administrator

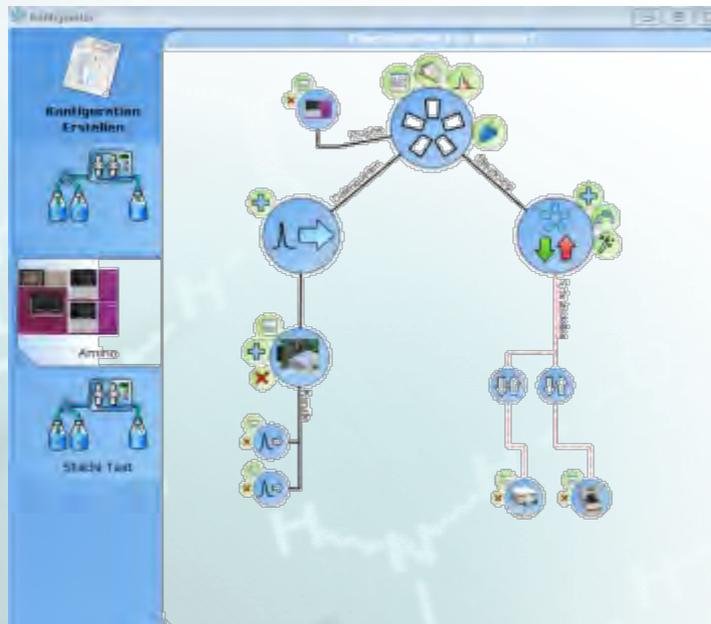


ChromStar* 7.0
Administrator

ChromStar 7 Amino Control Konfiguration



**Ausschließlich
Superuser
im GLP-mode**



Allgemeine Eigenschaften

Gerätebild:
 Bilderpfad: C:\ChromStar7\System\AminoAnlage.png
 Datenverzeichnis: C:\ChromStar7\Data
 Qualifizierung:
 IQ: Test 16.11.2011.khj
 OQ: Test 17.11.2011.khj
 Datenaufnahmemodul Fernsteuerung
 Einschalten

OK

Differentialinstellungen

Gruppenname: System

1
2
3
4

Gruppenname: Column

Separation Column

Serial No:

Serial No:

Serial No:

Gruppenname: System

1
2
3
4
5
6

Gruppe Einfügen OK

Berechnungseinstellungen

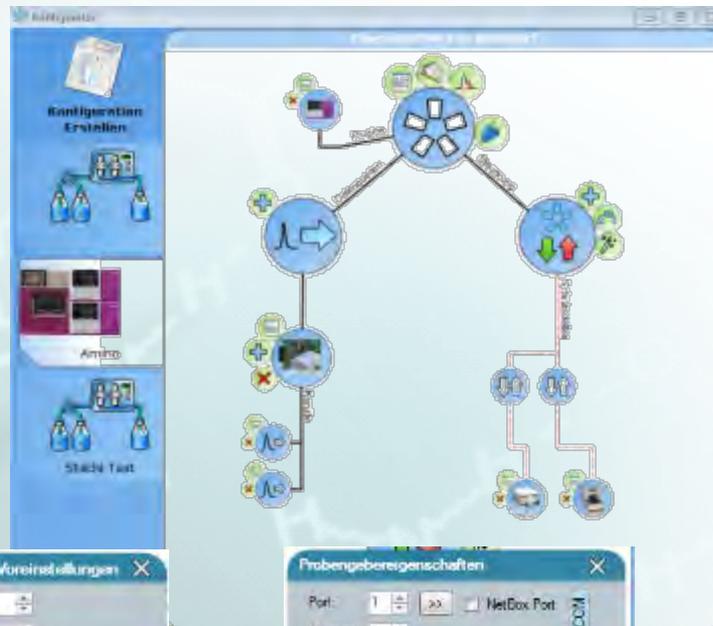
Kalibrationstyp: Exklusiv
 Zusätzlicher Peaktabellenparameter: Nullfläche
 Peaks im Fenster berücksichtigen: Alle im Fenster
 Peaks auflösen: Alle
 Säulenkonwerte berechnen: Ja
 Peakbreitenberechnung: FDA konform
 Peakflächenberechnung: Unabhängig
 Faktor f. Auflösungsberechnung: 2

OK

ChromStar 7 Amino Control Konfiguration



**Ausschließlich
Superuser
im GLP-mode**



AD-Wandler Eigenschaften / Voreinstellungen

Datenpunktabstand (ms): 500

Slope Sensitivity (µV/s): 100

Basisspann Maximum (mV): 500

Skal. Ratio: 3

Filter Faktor (Datenpunkte): 5

Darstellungsbereich (mV): -10 bis 200

Externer Stop aktiv:

Hardware Seriennummer: 27-50-22-02-10

OK

Probengebereiteigenschaften

Port: 1 NetBox Port COM

Adresse: 2

Treiber: S5200_M.dll

Voreinstellung

Probenschleifenvolumen: 100

Injektionsvolumen: 10

Maximalkvolumen: 50

Maximale Injektionszahl: 9

Kein-Fläschchen Aktion: Methode Stoppen

Optionale Parameter

Kommando	Param.	Pr.	Name	Er

OK

Amino Module Eigenschaften

Amino Hardware Konfiguration

COM Port: 2 Geräte suchen

Min. Druckbeg. (Bar): 0

Max. Druckbeg. (Bar): 25

Übertemperatur (°C): 37

Nachtemperatur (°C): 130

Achsen-einstellungen

SOS Medien Konfiguration

SOS Medien eingeschaltet

Sequenz:

SOS Sound

Vollschonung

Stützenschleifen-ID: 20000

Reaktions-ID: 20001

Reagenz-ID: 2

Reagenz-ID: 2

Lösental A: 0 Volumen: 1000 ml

Lösental B: 1 Volumen: 1000 ml

Lösental C: 2 Volumen: 1000 ml

Lösental D: 3 Volumen: 1000 ml

Wasser: 4 Volumen: 10000 ml

Hydram: 5 Volumen: 20

Aptat: 6 Volumen: 10

Lösentalbeschränkung Aktiv

Netzwerkeigenschaften

Typ: **Niedert-G. / Hardware Hoch**

Port: 2 NetBox Port COM

Adresse: 1

Treiber: SykamS2100_M.dll

Voreinstellung

Minialdruck: 0

Maximaldruck: 200

Pulsrate: 0.45

Zykluszeit: 5000

Zusätzlich

- Ist aktiv
- Pumpendruck aufnehmen
- Lösentalbeschränkung bestätigen

Equilibrierungszeit: 0.00 min

Optionale Parameter

Kommando	Param.	Pr.	Name	Er

OK

ChromStar 7 Amino Control Methode



The screenshot displays the ChromStar 7 software interface for configuring a method. The window title is "ChromStar 7 Methode - [Amino] - [Hydrolisat Std.met]". The interface is divided into several sections:

- Information:** Includes fields for "Autor" (khj) and "Datum". A "Notizen" field contains "Standard Hydrolisat Program".
- Ergebnisdateiname:** A section for naming the result files, with checkboxes for "Name", "aktuelles Datum", "aktuelle Zeit", "Methodenname", "Sequenznr.", "Autor", "Proben ID", and "Auto-Inkrement".
- Datenaufnahmeparameter:** Includes "Laufzeit" (50.00 min), "Datenpunktstand" (500 ms), and a checked "Zeittabelle" option.
- 570 nm and 440 nm:** Two tabs for wavelength settings, each with "Analyse" and "Peak-Tabelle" sub-sections.
- Dokumentation:** A section for recording reagents and solvents, including:
 - Solvents:** A list of solvents (A, B, C, D) with their respective concentrations and lot numbers.
 - Reag.:** Reagents like "Ninhydrin" with lot numbers and preparation dates.
 - Flush:** Flush solutions like "dest. Wasser / Isopropanol 50 : 50".
 - Columns:** Details for separation and NH4-trap columns, including part and serial numbers.

ChromStar 7 Amino Control Methode



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

Datei Extras Kalibration Hilfe

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

Datenaufnahme Kanaltyp: A/D Wandler

Nomierung

Verzögerung (min): 0.00

Min. Intensität (mV): -10.00

Max. Intensität (mV): 400.00

Integration

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

Auswertung

Berechnungsbasis: Fläche

Berechnungsmethode: Nomierung

Berechnungseinheit: nM

Minimale Fläche bzw. Höhe: 10

Anzahl an Konzentrationen: 1

Peakfenster nachführen

Säulenlänge (mm):

Totzeit (min):

Ausgeführte Kalibration: E

Kalibration anzeigen

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

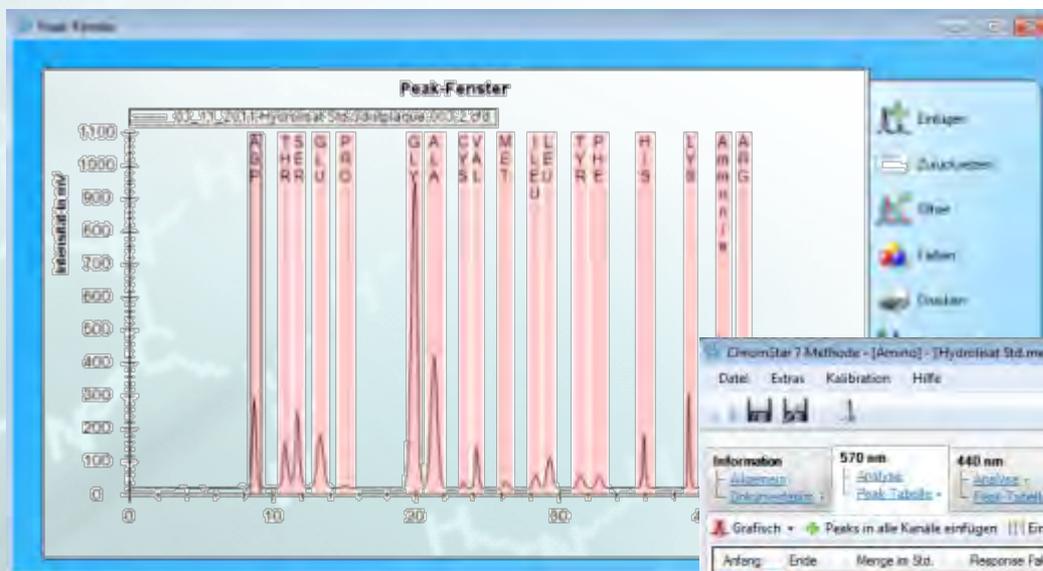
Datei Extras Kalibration Hilfe

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

Zeitabelle

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

Chromstar 7 Amino Control Methode



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

Information: 570 nm, 440 nm, Zeit Tabelle

Grafisch • Peaks in alle Kanäle einfügen ||| Eingabespalten • Eingabe Konzentrationslevel: 1

Anfang	Ende	Menge in Std.	Response Faktor	AreaÜ	Peakname	Code
9.390	9.195	1.0000E+001	2.2345E+006	0.0	ASP	
10.492	11.377	1.0000E+001	2.1477E+006	0.0	THR	
11.511	12.146	1.0000E+001	2.1059E+006	0.0	SER	
12.854	13.820	1.0000E+001	2.1649E+006	0.0	GLU	
14.580	15.653	1.0000E+001	0.0000E+000	0.0	PRO	
19.444	20.330	1.0000E+001	2.1618E+006	0.0	GLY	
20.767	21.894	1.0000E+001	2.1562E+006	0.0	ALA	
22.967	23.691	5.0000E+000	2.0349E+006	0.0	CYS	
23.505	24.652	1.0000E+001	2.1215E+006	0.0	VAL	
25.720	26.756	1.0000E+001	2.1511E+006	0.0	MET	
27.881	28.696	1.0000E+001	2.1083E+006	0.0	ILEU	
28.811	29.616	1.0000E+001	2.1212E+006	0.0	LEU	
30.984	31.950	1.0000E+001	2.2270E+006	0.0	TYR	
32.130	33.337	1.0000E+001	2.1910E+006	0.0	PHE	
35.420	36.627	1.0000E+001	2.1877E+006	0.0	HIS	
38.779	39.584	1.0000E+001	1.9912E+006	0.0	LYS	
40.951	41.927	1.0000E+001	2.0963E+006	0.0	Aminos	
42.464	43.259	1.0000E+001	2.2877E+006	0.0	ARG	

Methode-Anforderungspunkt

Methodengruppe: CHROMSTAR7 (2017-08-10)

Ansichtsoptionen:

Filter: Kein Filter

Zeige Einträge:

von: Erster Eintrag

bis: Letzter Eintrag

Seitenanzahl:

von: Erster Eintrag

bis: 100 von 1000 Einträgen

Buttons: Suchen, Erstellen

ChromStar 7 Amino Control Sequenz



ChromStar Sequenz Editor 1.0 - (Amino) - [Hydroisat Std.csg]

Datei Bearbeiten Sequenz Ausgabe Hilfe

Flaschen: 1 bis 8 Analysenmethode:
 Kalibration: Keine Einwaage: Kein Ausdruck
 Zusätzlich: Nichts Gesamtrepit: Kein Ausdruck

Fläsch	Inj	Vol.	Laufzeit	Probenbezeichnung	Faktor	Einwaag	Int. Std.	Lvl.	Info
1	1	50	50,000	Std 1	1,0000	1,0000	0,0000	0	
2	1	50	50,000	Std 2	1,0000	1,0000			
3	1	50	50,000	Std 3	1,0000	1,0000			
4	1	50	50,000	Std 4	1,0000	1,0000			
5	1	50	50,000	P 1346	1,0000	1,0000			
6	1	50	50,000	P 1347	1,0000	1,0000			
7	1	50	50,000	P 1348	1,0000	1,0000			
8	1	50	50,000	P 1349	1,0000	1,0000			

Neue Sequenzzeile

Probengeber Manuelle Injektion

CSV Daten importieren...

Datei: C:\DromStar\7\Amino\Sequenzimport.csv

CSV Daten
 CSV Start Zeile: 3
 Separator: Semikolon Dezimalpunkt Dezimalpunkt

Vol	Injektions	Volumen	RunTime	SampleID
1	1	50	50	Std 1
2	1	50	50	Std 2
3	1	50	50	Std 3
4	1	50	50	Std 4
5	1	50	50	P 1346
6	1	50	50	P 1347
7	1	50	50	P 1348
8	1	50	50	P 1349

Spalte Spalten-Nr. Standard

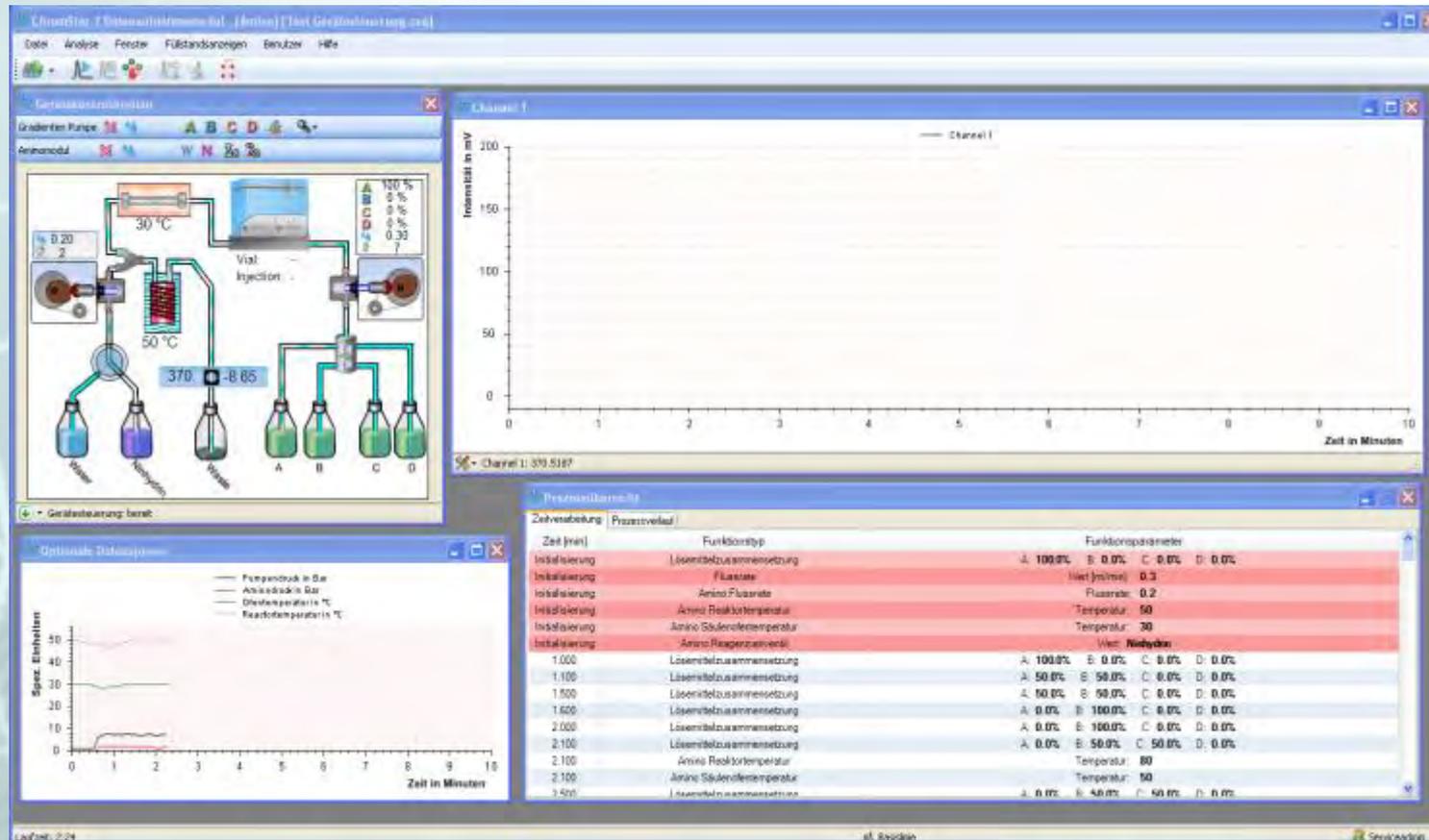
- Flaschen 1 (Std)
- Injektions 2
- Volumen 3
- Laufzeit 4 min
- Proben ID 5
- Faktor
- Einwaage
- Int. Std.
- Konz. Level
- Info
- Report

Abbrechen Importieren

Sequenz	Injektions	Volumen	Laufzeit	Sample ID	Faktor	Einwaage	Intensität	Standard	Information
1	1	50	50	Std 1	1,0000	1,0000	0,0000	0	
2	1	50	50	Std 2	1,0000	1,0000			
3	1	50	50	Std 3	1,0000	1,0000			
4	1	50	50	Std 4	1,0000	1,0000			
5	1	50	50	P 1346	1,0000	1,0000			
6	1	50	50	P 1347	1,0000	1,0000			
7	1	50	50	P 1348	1,0000	1,0000			
8	1	50	50	P 1349	1,0000	1,0000			

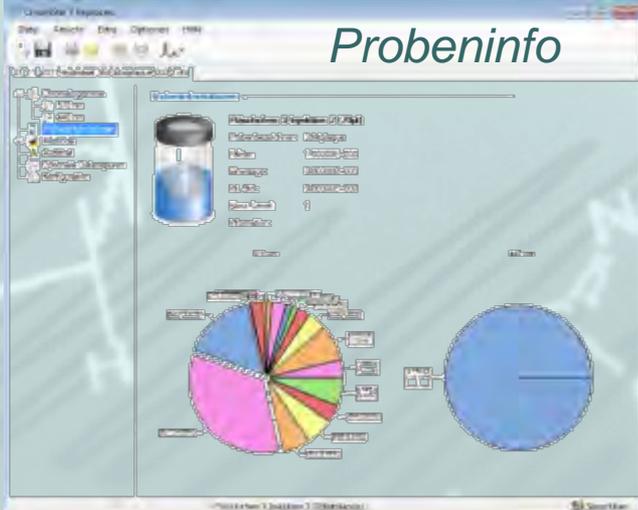
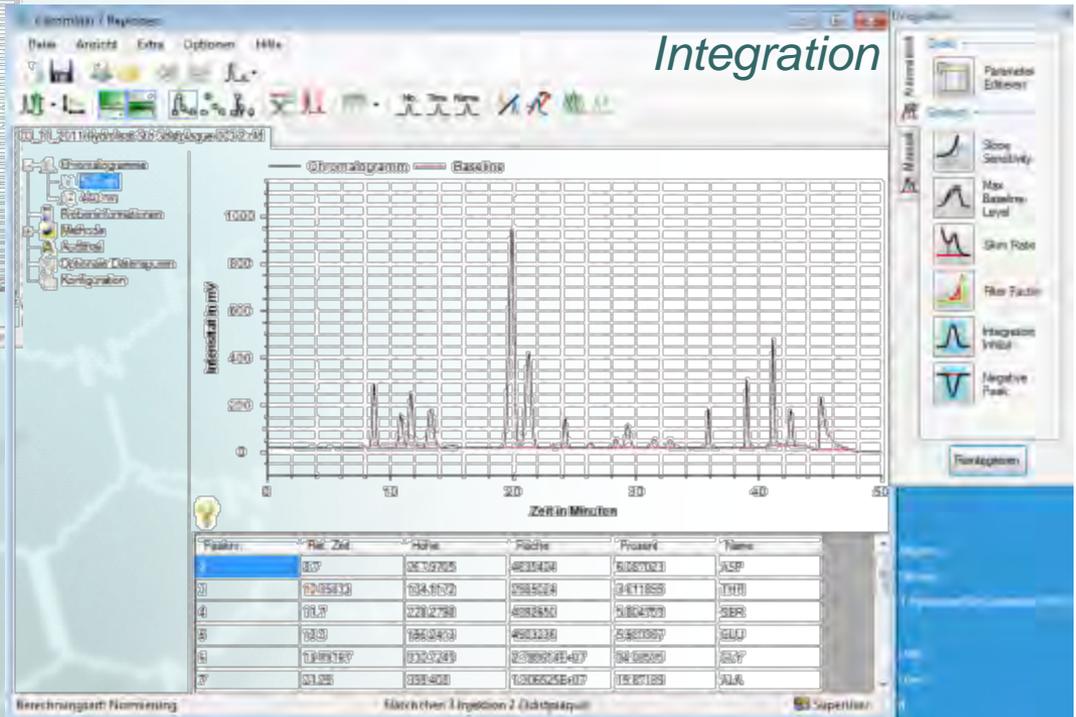
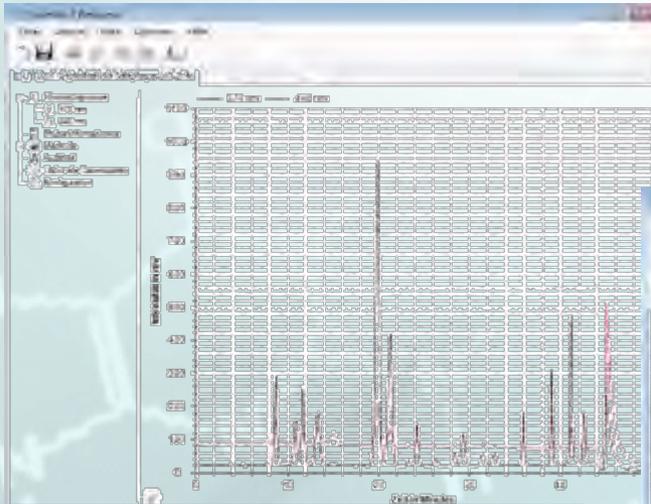
ChromStar 7 Amino Control

Datenaufnahmemodul



ChromStar 7 Amino Control

Reprocess



Rohdaten enthalten sämtliche Informationen

ChromStar 7 Amino Control

Reprocess



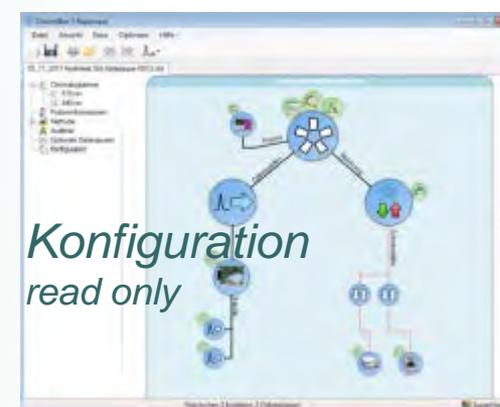
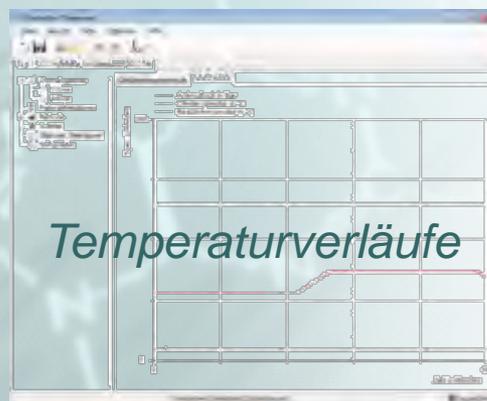
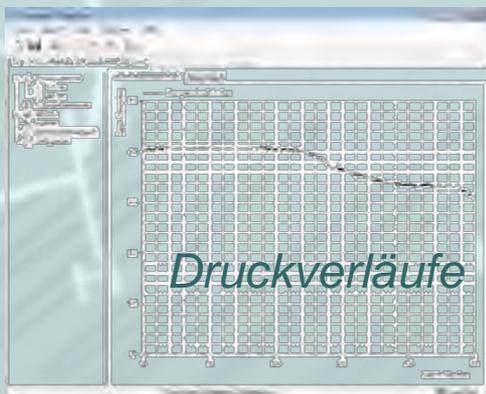
*Vollständige Methode
read only*

The screenshot displays the 'Methoden' (Methods) section of the software. It includes fields for 'Name', 'Datei', and 'Datei' (set to '08-11-2011'). Below these are various checkboxes and input fields for method parameters, such as 'Methode', 'Methode', 'Methode', and 'Methode'. At the bottom, there are buttons for 'Auswählen' and 'Entwerfen'.

Audittrail

Datum	Benutzer	Funktion
2011-11-20 11:20:11	Administrator	Methodenparameter
2011-11-20 11:21:33	Administrator	Methodenparameter
2011-11-20 11:21:33	Administrator	Methodenparameter
2011-11-20 11:21:33	Administrator	Methodenparameter

The screenshot shows the 'Audittrail' (Audit Trail) section. It features a table with columns for 'Datum', 'Benutzer', and 'Funktion'. The table contains several entries, with the first one highlighted in blue. Below the table, there is a large grey area.



ChromStar 7 Amino Control Batch-Wizard



The screenshots illustrate the following steps of the Batch-Wizard:

- Step 1: Action Selection** - A list of actions including Drucken, Reintegrieren, Integration mit neuer Methode, Neuberechnung, and others.
- Step 2: File Selection** - A window showing a list of files to be processed.
- Step 3: Confirmation** - A dialog box asking for confirmation to proceed.
- Step 4: Data Table** - A table showing the results of the process, including columns for No., Report, Typ, Datensatz, Methode, Min. Lauf, and Proben ID.
- Step 5: Calibration Graph** - A graph showing a linear relationship between concentration and signal, with a regression line and data points.
- Step 6: Data Table** - A table showing the results of the calibration, including columns for No., Objekt, Std. Name, Probe, and File.



ChromStar 7 Amino Control

Report-Editor



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

Datei Bearbeiten Papier Hilfe

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

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

ChromStar 7 Amino Control Skin-Editor



ChromStar 7 Skin Editor

Skins

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

Eigenschaften

Hintergrund Achsen Chromatogramm Legende Peak-Fenster Beschriftung

Schriftart: Arial

Größe: 12

Modifizierer

- Fett
- Unterstrichen
- Kursiv
- Kantenglättung
- Schlagschatten

Verschiedenes

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

Intensität in mV

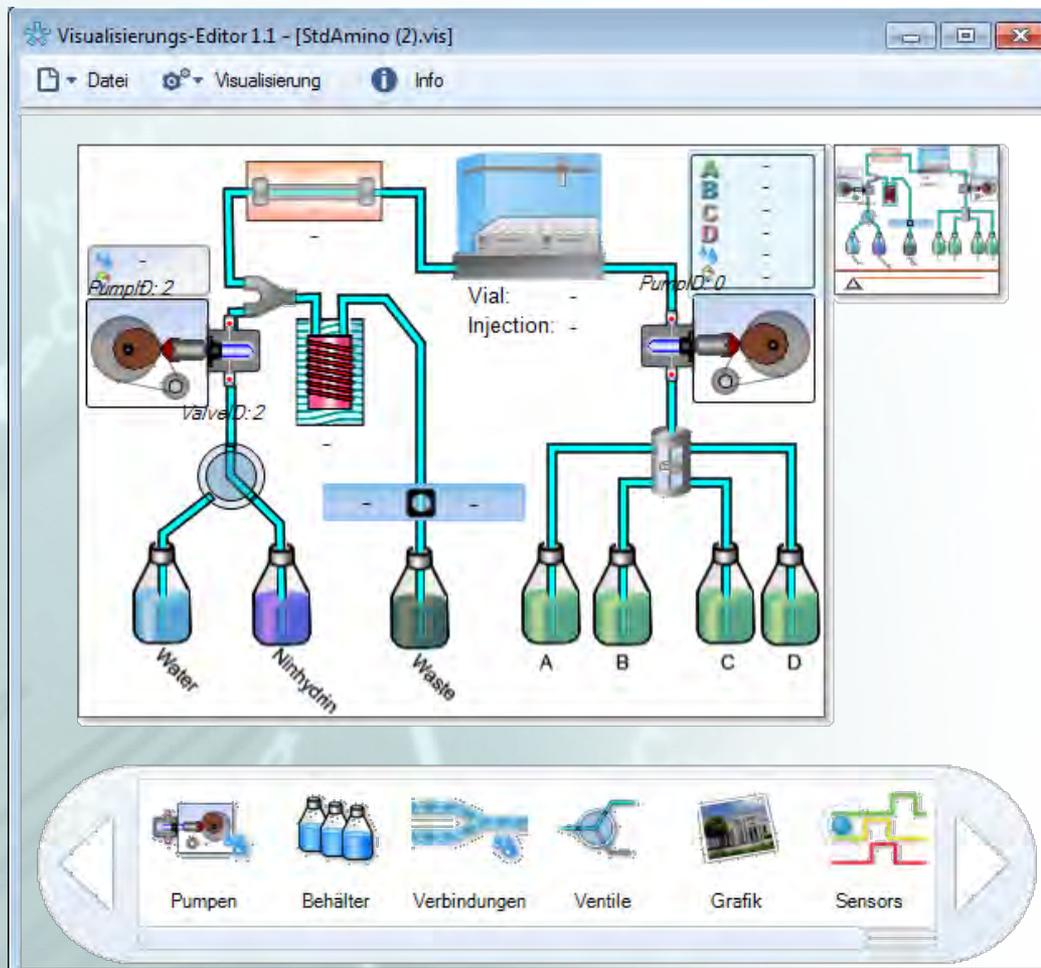
Zeit in Minuten

Legende

Lösemittel

ChromStar 7 Amino Control

Visualisierungs-Editor



ChromStar 7 Amino Control

Qualifizierungen



Freigabe Muster ChromStar 7			
Titel:	Versionskontrolle 7.11	Page:	1
		Version:	2.2
generated (Dateiname) 01/2011-11-02	D:\Produkt\01\02\Formulare\02	chromstar7 (Dateiname) 2011-11-02	

nr.	Aktion	Dokument	Datum	geprüft (Dateiname)	abgegeben (Dateiname)
1	Grundvalidierung der software	SCPA Protokoll + Testzeit	16.10.2011		
2	Änderungsprotokoll	SVEA Log Datei	17.11.2011		
3	SCPA Funktionstest nach Version 25.11.2011	SCPA Protokoll + Testzeit			
4	Eingangstest Sykam nach OQ V 1.7	OQ Protokoll	17.11.2011		
5	Testphase	BT1 Installiert: 18.11.2011 Testbericht: BT2 Installiert: 18.11.2011 Testbericht: BT3 Installiert: 18.11.2011 Testbericht: BT4 Installiert: Testbericht:			
6	Erstellung eines Installationsdatensatzes mit update Anweisungen	Update Master CD 4	17.11.2011		
7	Update von ChrS7.09 auf ChrS7.11 mit update Master CD 4 und Funktionskontrolle	OQ Protokoll	29.11.2011		
8	Freigabe	Die ChromStar 7 Version 7.09 hat alle Testkriterien für die Steuerung/Datenverarbeitung Chromatographischer Sykam Systeme durchlaufen und wird sowohl als Neuinstallation, wie auch als update im pharmazeutischen Umfeld freigegeben. Fürstenfeldbruck		I	

Produziert (Dateiname) 01/2011-11-02	Abgegeben (Dateiname) 01/2011-11-02
Corresponding document for official use prepared by (Initials; date): stj/09-03-07	File name: svy/skam01\o1\Formulare\Doku\FreigabeCS7V201.docm

SYKAM Chromatographie Vertriebs GmbH
www.sykam.com

0049 (0) 89 41 22230



Jede software Version durchläuft vor Auslieferung eine spezifische Freigabe-Prozedur

Grundvalidierung bei Änderung der Aufnahme und/oder Steuertechniken

Funktionstest nach Vorgabemuster

Eingangstest nach Vorgabemuster

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

OQ des software Moduls

ChromStar 7 Amino Control

Qualifizierungen - Grundvalidierung

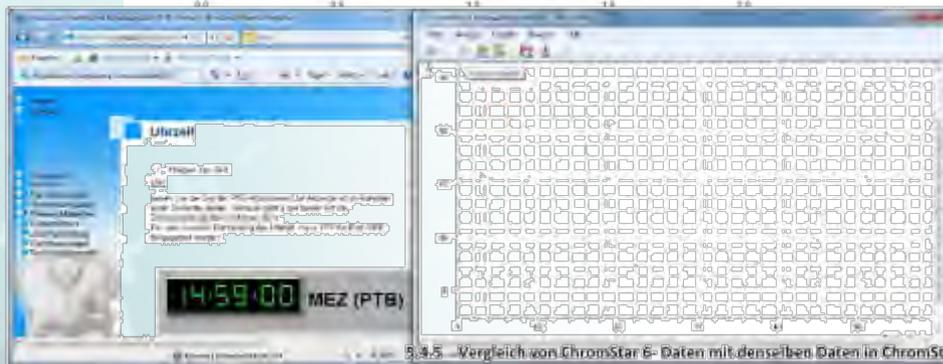
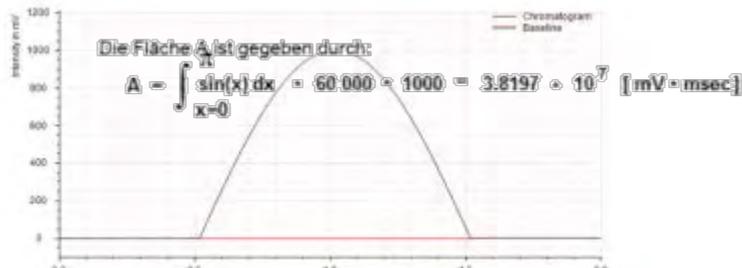


ChromStar 7 Grundvalidierung		SCPA <small>Software für Chromatographie und Prozess-Analytik GmbH</small>	
Titel:	Dokumentation aller seit Aug 2008 durchgeführten Grundvalidierungstests	Seite:	1 von 75
Version:	3.5 Erstellt am/Durch: CR 18.11.2011	Geprüft am/Durch:	WR 18.10.2011

Inhaltsverzeichnis

1	Inhaltsverzeichnis	1
2	Abbildungsverzeichnis	5
3	Grundvalidierung	5
3.1	Zweck der Validierung	5
3.2	Durchführungsanleitung	6
3.3	Verantwortlichkeiten und Unterschriftenbereich	6
4	Grundvalidierung ChromStar 7 Version 7.0.3	6
4.1	Richtigkeit der Messwerte: Flächenberechnung eines Peaks in Form eines Sinus Halbwelle	6
4.1.1	Originaldokument	6
4.1.2	Messanordnung	6
4.1.3	Berechnung der theoretischen Fläche	7
4.1.4	Durchführung der Messung	7
4.1.5	Auswertung	8
4.1.6	Ergebnis	8
4.1.7	Anhang	9
4.2	Richtigkeit der Ziffernfassung	9
4.2.1	Originaldokument	9
4.2.2	Messanordnung	9
4.2.3	Theorie der Messung	9
4.2.4	Durchführung der Messung	10
4.2.5	Ergebnis	13
4.3	Vollständigkeit der Daten	14
4.3.1	Originaldokument	14
4.3.2	Ergebnis	14
4.4	Übereinstimmung der Messwerte mit früheren Version: Vergleich der Relativen Peakflächen eines Chromatogramms aufgenommen mit ChromStar 6 und ChromStar 7	14
4.4.1	Originaldokument	14
4.4.2	Aufgabe	15
4.4.3	Messanordnung	15
4.4.4	Ausführung	15
4.4.5	Auswertung	16
4.4.6	Ergebnis	16
4.4.7	Anhang	16
4.5	Generelle Kompatibilität der Gerätesteuerung	17
4.5.1	Originaldokument	17
4.5.2	Aufgabe	17
4.5.3	Messanordnung	17
4.5.4	Durchführung	18
4.5.5	Ergebnis	19
4.6	Grundvalidierung Version 1.0.0.3	19
5	Grundvalidierung ChromStar 7 Version 7.0.6	20
5.1	Richtigkeit der Messwerte: Flächenberechnung eines Peaks in Form eines Sinus Halbwelle	20
5.1.1	Originaldokument	20
5.1.2	Messanordnung	20
5.1.3	Berechnung der theoretischen Fläche	20

ChromStar 7 Grundvalidierung 3.1.2.3a	Seite 1 von 75
© Sykam GmbH, Alle Rechte vorbehalten. 988118870, Geschäftsbüro: D-98811 Weismannsdorf	
Telefonnummer: (0365) 9301200	E-Mail: info@sykam.de
Internet-Webadresse: www.sykam.de	Telefon: +49 365 9301240
	SCPA



3.4.5 Vergleich von ChromStar 6- Daten mit denselben Daten in ChromStar 7 importiert

Ergebnisse ChromStar 6:

	Test_C60001	Test_C60002	Test_C60004	Test_C60007	Test_C60008					
No.	Ret. Time	Percent	Ret. Time	Percent	Ret. Time	Percent	Ret. Time	Percent	Ret. Time	Percent
1	1.03	0.83	1.02	0.83	1.02	0.83	1.02	0.83	1.03	0.82
2	1.10	0.41	1.09	0.41	1.09	0.41	1.09	1.10	1.10	0.39
3	1.23	0.79	1.21	0.80	1.21	0.80	1.21	1.23	1.23	0.75
4	1.51	1.09	1.50	1.09	1.50	1.09	1.49	1.51	1.51	1.09
5	1.89	0.32	1.87	0.32	1.87	0.32	1.87	1.89	1.89	0.33
6	2.00	18.66	2.00	18.65	2.00	18.66	2.00	2.02	2.02	18.66
7	2.30	26.73	2.29	26.80	2.29	26.80	2.28	2.30	2.30	26.80
8	2.60	17.28	2.58	17.26	2.58	17.28	2.58	2.60	2.60	17.30
9	3.41	19.88	3.40	19.87	3.40	19.88	3.40	3.42	3.42	19.85
10	5.63	14.26	5.61	14.26	5.61	14.26	5.61	5.63	5.63	14.26

	Test_C60009	Test_C60010	Test_C60011	Test_C60012	Test_C60014					
No.	Ret. Time	Percent	Ret. Time	Percent	Ret. Time	Percent	Ret. Time	Percent	Ret. Time	Percent
1	1.03	0.82	1.03	0.82	1.03	0.82	1.02	0.83	1.02	0.83
2	1.10	0.40	1.10	0.41	1.10	0.39	1.09	0.40	1.09	0.40



ChromStar 7 Amino Control

Qualifizierungen - Funktionstest



Funktionstest ChromStar

SCPA

Funktionstest ChromStar

Erstellt von Jan Uhlenberg

Dokumenthistorie

Revision	Datum	Autor
Erste Version	17.11.09	JU
Formatierung überarbeitet	07.12.09	OL
Durchführung der Konfigurationsparam. Test zugefügt	14.12.09	OL
Rechtschreibung und doppelte Sätze entfernt	05.05.10	JR
Rechtschreibung und Änderungen	07.10.11	HR

Inhalt:

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

Letzte Änderung: 25.11.2011 10:30 Seite 1/11

ChromStar 7: Code Name Svea Test Definitionen und Gruppen

Titel: ChromStar 7: Code Name Svea Test Definitionen und Gruppen | Datum: 10/05/2011 | Seite: 1/11

SCPA
Svea Control Software
and Process Control

Das Programm Code Name Svea Test Definitionen und Gruppen definiert die Konfigurationen der Testdefinitionen und Gruppen für die verschiedenen Methoden sowie die Methoden, Geräte und Geräteparameter für die jeweiligen Software-Anwendungen. In Abhängigkeit der Testgruppe Software Module können verschiedene Test Definitionen eingefügt werden, die zur Prüfung der Software durchgeführt werden und deren Logik durch die Software Software-Definitionen.

Auf der folgenden Seite findet sich eine Zusammenfassung der in Code Name Svea Test Definitionen (und Gruppen) ChromStar 7 Software Module. Die Gruppen werden in verschiedenen Gruppen dargestellt, um die Verbindung über entsprechende Testgruppen zu den einzelnen Software-Anwendungen zu ermöglichen. Als Code Name Svea Test Definitionen sind alle die Software-Definitionen.

Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 1	2
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 2	2
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 3	4
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 4	5
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 5	6
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 6	7
Code Name Svea ChromStar 7 Test Definition 7	8
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 05 (User)	9
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 05 Administration	10
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 20 Anwendungsbeispiele	11
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 20 Basisstandard Profile	12
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 20 ChromStar	13
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 21 Datenbankmanagement	14
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 21 Identifikation und Kontrolle	15
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 21 Konzept Editor	16
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 20 Konzepte	17
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 20 Konzepte Editor	18
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 20 Konzepte Editor	19
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 20 Konzepte Editor	20
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 21 Methoden Konzepte	21
Code Name Svea ChromStar 7 Test Gruppe 22 Methoden Konzepte	22

ChromStar 7: Code Name Svea Test Definitionen und Gruppen

ChromStar 7: SW Change Log

Titel	Datum	Version	Quelle	Erstellt
ChromStar 7: SW Change Log	10.05.2011	1.0	SCPA	HR

1.0 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...
1.1 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...
1.2 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...
1.3 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...
1.4 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...
1.5 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...
1.6 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...
1.7 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...
1.8 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...
1.9 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...
2.0 (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011) (10.05.2011)
 Autor: Jan
 Gruppe: 20
 Beschreibung: ...
 ...



ChromStar 7 Amino Control

Qualifizierungen – Operation Qualification



Operation Qualification Chromstar 7

Titel: Kommunikationsfest, Datenaufnahme und Auswertung

Page: 10 of 24

Version: 0.7

Erstellt: 07.04.2013 10:00:00 | Aktualisiert: 07.04.2013 10:00:00

- Anmeldung als Benutzer Serviceadmin, Öffnen der Benutzerverwaltung
- Erstellen des Benutzers Service
- Navigations-Feldern und als Benutzer Serviceadmin wieder öffnen
- Navigations-Feldern und als Benutzer Serviceadmin wieder öffnen
- Benutzer Service in der Benutzerverwaltung löschen
- Auslesen der General Log (General Audit Trail)

Verwendete Werte:

--- gepuffert System öffnen

--- gepuffert Benutzer anfragen

--- Benutzer löschen

--- General Log öffnen und ausdrucken

Benutzerverwaltung erfolgreich und Abgeprüft

General Log Ausdruck unter Anhang Nr.

Kapitel 4 Benutzerverwaltung erfolgreich abgeschlossen am:

Kunde

Service-Techniker

ChromStar 7 Amino Control

Version: ChromStar 7 Amino Control 3.0.0.0 (31.03.2013)

SYKAM Chromatographie Vertrieb GmbH

Am Ahrenfeld 13 | 82256 Fürstenfeldbruck | Tel: +49 (0) 89 3090 1000

SYKAM

Benutzerverwaltung

Operation Qualification Chromstar 7

Titel: Kommunikationsfest, Datenaufnahme und Auswertung

Page: 14 of 24

Version: 0.7

Erstellt: 07.04.2013 10:00:00 | Aktualisiert: 07.04.2013 10:00:00

Nr.	Code	Code (mit Sprache)	Skp	Skp	Skp	Skp	Skp	Skp
14	1.000	1.000	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
15	1.001	1.001	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
16	1.002	1.002	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
17	1.003	1.003	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
18	1.004	1.004	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
19	1.005	1.005	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
20	1.006	1.006	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
21	1.007	1.007	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
22	1.008	1.008	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
23	1.009	1.009	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
24	1.010	1.010	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
25	1.011	1.011	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
26	1.012	1.012	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
27	1.013	1.013	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
28	1.014	1.014	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
29	1.015	1.015	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
30	1.016	1.016	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
31	1.017	1.017	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
32	1.018	1.018	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
33	1.019	1.019	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
34	1.020	1.020	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
35	1.021	1.021	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
36	1.022	1.022	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
37	1.023	1.023	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
38	1.024	1.024	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
39	1.025	1.025	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
40	1.026	1.026	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
41	1.027	1.027	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
42	1.028	1.028	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
43	1.029	1.029	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
44	1.030	1.030	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
45	1.031	1.031	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
46	1.032	1.032	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
47	1.033	1.033	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
48	1.034	1.034	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
49	1.035	1.035	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
50	1.036	1.036	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

Kapitel 6 Kommunikationsfest erfolgreich abgeschlossen am:

Kunde

Service-Techniker

ChromStar 7 Amino Control

Version: ChromStar 7 Amino Control 3.0.0.0 (31.03.2013)

SYKAM Chromatographie Vertrieb GmbH

Am Ahrenfeld 13 | 82256 Fürstenfeldbruck | Tel: +49 (0) 89 3090 1000

SYKAM

Kommunikation

Operation Qualification Chromstar 7

Titel: Kommunikationsfest, Datenaufnahme und Auswertung

Page: 16 of 24

Version: 0.7

Erstellt: 07.04.2013 10:00:00 | Aktualisiert: 07.04.2013 10:00:00

6.2.3 Skim Ratio

Skim Ratio

Skim Ratio

Chromatogramme

Chromatogramm



System reagiert auf Skim Ratio 2

Chromatogramm unter Anhang Nr.

Kapitel 7 Integrationsfest erfolgreich abgeschlossen am:

ChromStar 7 Amino Control

Version: ChromStar 7 Amino Control 3.0.0.0 (31.03.2013)

SYKAM Chromatographie Vertrieb GmbH

Am Ahrenfeld 13 | 82256 Fürstenfeldbruck | Tel: +49 (0) 89 3090 1000

SYKAM

Integration

ChromStar 7 Amino Control

Qualifizierungen – Operation Qualification



Operation Qualification Chromstar 7			
Titel: Kommunikationstest, Datenaufnahme und Auswertung	Page: 33 of 41	Version: 1.0	
SYKAM ChromStar 7 (1.0)	Qualifizierung	SYKAM ChromStar 7 (1.0)	

3.3.3 Prüflauf Chromatogramm-Level 5



Peakname	Retenz. (min)	Retenz. (min)	Temperatur	Flow	Flow	Abweichung	Genauigkeit
A1	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A2	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A3	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A4	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A5	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A6	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A7	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A8	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A9	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A10	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A11	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A12	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A13	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A14	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A15	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A16	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A17	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A18	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A19	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000
A20	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.000	0.000

Chromatogramm Level 5 erfolgreich aufgenommen und überprüft

Chromatogrammdruck unter Anhang Nr. _____

Alle Parameter sind korrekt

SYKAM ChromStar 7 (1.0)

Datenaufnahme

Operation Qualification Chromstar 7			
Titel: Kommunikationstest, Datenaufnahme und Auswertung	Page: 37 of 41	Version: 1.0	
SYKAM ChromStar 7 (1.0)	Qualifizierung	SYKAM ChromStar 7 (1.0)	

3.3.4 Test der Stofffunktion Shering

Die Stofffunktionstest-Datenfunktion Level 5 werden nach der Auswertung über den Server-Wizard der Funktionstestung übertragen. Eben der 3 Datenfiles sind geöffnet und die Daten mit den Grenzwerten in der Tabelle dargestellt.

Parameter	Q-Wert	Q-Wert 2	Q-Wert 3	Q-Wert 4	Q-Wert 5	Q-Wert 6
Parameter 1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Parameter 2	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Parameter 3	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Parameter 4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Parameter 5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Parameter 6	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000

Parameter	A	B	C	D	E	F	Grenzwert	Genauigkeit
Parameter 1								
Parameter 2								
Parameter 3								
Parameter 4								
Parameter 5								
Parameter 6								

Auswertung Shering Level 5 erfolgreich abgeschlossen und überprüft

Chromatogrammdruck unter Anhang Nr. _____

Kopie 1: Datenaufnahme und Auswertung erfolgreich abgeschlossen am: _____

Klasse: _____

Service/Techniker: _____

SYKAM ChromStar 7 (1.0)

Auswertung

Operation Qualification Chromstar 7			
Titel: Kommunikationstest, Datenaufnahme und Auswertung	Page: 38 of 41	Version: 1.0	
SYKAM ChromStar 7 (1.0)	Qualifizierung	SYKAM ChromStar 7 (1.0)	

B Audittrail

Q25 setzt aus Dokumenten den Audit trail zusammen. Der General log der am grundlegenden Operationen vom Start des Systems an dokumentiert. Dieser beginnt wird noch überschrieben von 5 mit automatisch abgelegt. Der Chromatogramm Audit trail ist ein Teil des Chromatogramms und dokumentiert die Operationen von der Eröffnung des Datenfiles bis zur letzten Auswertung. Der Methoden Änderung protokolliert den Inhalt der Methode und wird auch bei der Datenaufnahme in aufgenommene Chromatogramme abgelegt. Die Kontrolle der Beginn erfolgt zum Abschluss der Q25 und überprüft die Einhaltung der Regeln.

B.1 Kontrolle: General audit trail

Kontrolle	Genauigkeit
General log Dokumentiert	Genauigkeit
Benutzername	Genauigkeit
Ändern der Sicherheitsstufe zu Q25	Genauigkeit
Ändern der Eigenschaften (Nicht-Permanenz)	Genauigkeit
Teilen, Kopieren und Speichern einer Sequenz	Genauigkeit
Start der Methode (Offnen der Datenaufnahme)	Genauigkeit
Starten und Beenden der Datenaufnahme	Genauigkeit

Kontrolle General log erfolgreich abgeschlossen und überprüft

General log Ausdruck unter Anhang Nr. _____

SYKAM ChromStar 7 (1.0)

Audittrail

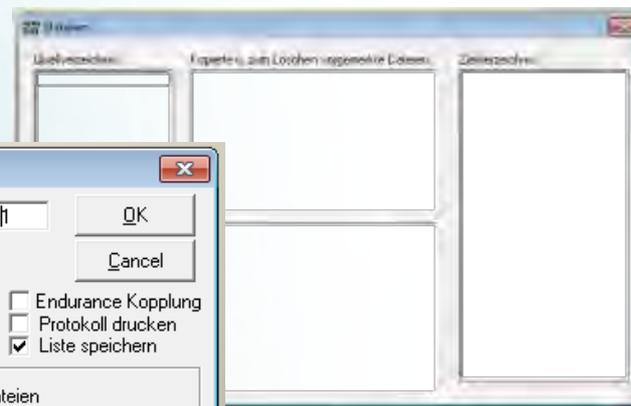
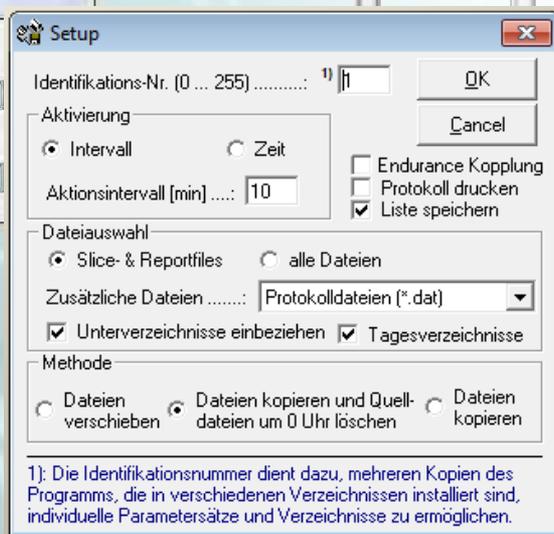
ChromStar 7 Amino Control

Serverlösungen



ChromStar Data Transfer [CDT]

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



ChromStar 7 Amino Control

Serverlösungen



ChromStar Zentrale Benutzerverwaltung [CUO]

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

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

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

CS7-Datenfiles sind über jeden Datei-Manager aufrufbar.

ChromStar 7 Amino Control

Serverlösungen



ChromStar LIMS Transfer Templates [CLTT]

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

Datenparameter sind hierbei z.B.:

Analysenergebnisse;

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

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

Audittrail.

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

ChromStar 7 Amino Control

Serverlösungen



ChromStar LIMS Import Templates [*CLIT*]

Die ChromStar Datenstruktur ermöglicht die vollständige Probenverwaltung im LIMS.

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

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