ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

ХРОМАТЭК АНАЛИТИК

РУКОВОДСТВО ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ

214.00045-51И

КВАЛИФИКАЦИЯ IQ/OQ/PQ

Редакция 19.01.2024

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящее руководство предназначено для сервис-инженеров, работающих с хроматографами производства ЗАО СКБ "Хроматэк". Руководство описывает операции, требуемые для проведения квалификации IQ/OQ/PQ оборудования и программного обеспечения.

Квалификации лабораторного оборудования и программного обеспечения гарантирует их "валидность", т.е. пригодность для реализации задач пользователя.

Процедуру квалификации IQ-OQ-PQ могут выполнять сервис-инженеры, авторизованные ЗАО СКБ "Хроматэк".

Запуск программы квалификации возможен только при наличии цифрового сертификата сервис-инженера.

Изделия СКБ Хроматэк могут содержать модернизированные части в соответствии с новыми разработками или могут быть подвергнуты несущественным доработкам, не отраженным в настоящем документе.

2 ПЛАН КВАЛИФИКАЦИИ

Общий план квалификации и критерии приемлемости для хроматографа указан ниже. План и критерии приемлемости могут отличаться для иных объектов квалификации, в этом случае необходимо руководствоваться непосредственно протоколом квалификации.

2.1 Квалификация монтажа (IQ)

Квалификация монтажа оборудования производства ЗАО СКБ Хроматэк состоит из следующих этапов:

1. Первичная проверка прибора: проверка комплектности поставки, проверка отсутствия повреждений прибора.
2. Идентификация прибора. Подтверждается, что поставка прибора осуществлена верно, в соответствии со спецификацией заказа.
3. Проверка монтажа прибора. Проверяется соответствие условий расположения прибора требуемым, проверяется правильность подключения трубопроводов, их герметичность. Подтверждается корректность подключения кабелей и дозатора (при наличии).
4. Проверка инициализации прибора. Выполняется проверка включения прибора, инициализации периферийных устройств.

2.2 Квалификация функционирования (OQ)

При квалификации функционирования выполняются проверка работоспособности программного обеспечения и прибора. Полный список испытаний и критерии приемлемости результатов приведены в таблице ниже.

Испытание		**Критерий приемлемости**
Проверка актуальности версий ПО и прошивок		
Проверка соответствия хэш-кода метрологически значимых модулей ПО эталону		Соответствие хэш-кода
Проверка герметичности	Герметичность редуктора при 0,4 МПа	Изменение давления газа ≤ 0,05 МПа
	Герметичность электронных РРГ	Расход газа (без подачи газа) ≤ 0,3 мл/мин
		Расход газа (на заглушенном регуляторе) ≤ 0,3 мл/мин
	Проверка герметичности системы с помощью РРГ при расходе 30 мл/мин	Расход газа (на заглушенном регуляторе) ≤ 0,8 мл/мин
Проверка стабильности поддержания давления газа-носителя		Визуальный контроль отсутствия пульсаций и скачков давления
Проверка термостатов	Термостат колонок	Температурные колебания ≤ ±0,03 °C
	Испарители	Температурные колебания ≤ ±0,2 °C
	Детекторы	Температурные колебания ≤ ±0,1 °C
Проверка правильности передачи режима		Соответствие заданных параметров фиксируемым
Проверка работы РРГ	Соответствие заданного расхода фактически измеренному	Разница расхода газа ≤ 0,3 мл/мин (опциональная проверка)

2.3 Квалификация эксплуатации (PQ)

На данном этапе проверяются метрологические характеристики детекторов. Критерии приемлемости приведены ниже.

Испытание	**Параметры и конфигурация**	**Критерий приемлемости**
Проверка шума детекторов	ПИД	≤2×10^{-14} А
	ЭЗД	≤1×10^{-12} А
	ПФД	≤2×10^{-11} А
	ДТП	≤1×10^{-7} В
	ДТХ	≤6×10^{-6} В
	ФИД	≤1×10^{-13} А
	ТИД	≤2×10^{-13} А
	ПРД	≤$1,2\times10^{-4}$ В
	ГИД	≤1.3×10^{-11} А
Проверка дрейфа детекторов	ПИД	≤4×10^{-13} А/ч
	ЭЗД	≤8×10^{-11} А/ч
	ПФД	≤4×10^{-10} А/ч
	ДТП	≤2×10^{-5} В/ч
	ДТХ	≤$1,2\times10^{-4}$ В/ч
	ФИД	≤2×10^{-11} А/ч
	ТИД	≤2×10^{-11} А/ч
	ПРД	≤6×10^{-3} В/ч
	ГИД	≤$1,3\times10^{-10}$ А/ч.
Определение предела детектирования	ПИД	≤2×10^{-12} г/с
	ЭЗД	≤3×10^{-14} г/с
	ПФД	≤2×10^{-13} гР/с ≤1×10^{-12} гS/с
	ДТП	≤2×10^{-9} г/мл
	ДТХ	≤8×10^{-10} г/мл
	ФИД	≤$2,5\times10^{-13}$ г/с
	ТИД	≤2×10^{-14} гР/с
	ПРД	≤3×10^{-13} г/с
	ГИД	≤$4,5\times10^{-12}$ г/с
Определение СКО	ПИД	≤2% (6% для капиллярной колонки)

Испытание	Параметры и конфигурация	Критерий приемлемости
	ЭЗД	≤4%
	ПФД	ПФД-Р ≤6%. ПФД-S ≤10 %
	ДТП	≤2%
	ДТХ	≤2%
	ФИД	≤5%
	ТИД	≤4%
	ПРД	≤4%
	ГИД	≤2%

3 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

Для выполнения процедуры квалификации оборудования убедитесь в наличии всех требуемых инструментов и принадлежностей.

Вам потребуются наклейки на сертификаты квалификации. Они поставляются при заказе процедуры квалификации.

Перечень необходимого оборудования приведён в самом протоколе квалификации и может быть различным для разных сценариев квалификации.

Сценарий определяется выбором объекта квалификации (хроматограф, программное обеспечение, автоматических дозатор, масс-спектрометрический детектор).

Копии сертификатов использованного измерительного оборудования должны быть прикреплены к протоколу.

4 ИНСТРУМЕНТЫ И МАТЕРИАЛЫ

- Формуляр:
  "Хроматэк-Кристалл 5000": 214.2.840.043ФО.
  "Хроматэк-Кристалл 9000": 214.2.840.073ФО.
- Руководство по эксплуатации "Хроматографы газовые лабораторные" 214.2.840.039(075)РЭ, части 1, 2. Инструкция по установке.
- Методика поверки:
  "Хроматэк-Кристалл 5000": 214.2.840.043-03Д.
  "Хроматэк-Кристалл 9000": 214.2.840.073Д.
- Наклейки о проведении квалификации.
- Запасные части и принадлежности (ЗИП) 214.4.060.245.
- Цифровой вольтметр.
- Термометр.
- Выносной датчик температуры.
- Измеритель потока.
- Капиллярная колонка[1] ВРХ5 15 м × 0.25 мм × 0.25 мкм или аналогичная, с характеристиками не хуже предложенных.
- Образец для тестирования[2]. Поверочные образцы выбираются согласно методике поверки 214.2.840.043-02Д и конфигурации прибора.

[1] При наличии нормативной документации на МВИ по ГОСТ 8.563-96 технические характеристики колонок должны соответствовать требованиям раздела о средствах измерений МВИ.

[2] При наличии нормативной документации на МВИ по ГОСТ 8.563-96 образцы должны соответствовать требованиям раздела об образцах МВИ. Допускается использовать следующие коммерчески доступные смеси: ГСО 10956-2017 гептан в нонане, Electron Capture Detector Test Sample 18713-60040; GC flame ionization detector standard, C14, C15, and C16 normal hydrocarbons, 0.033% w/w in hexane, 18710-60170; NPD standard in isooctane, 18789-60060.

5 СОЗДАНИЕ ПРОТОКОЛА КВАЛИФИКАЦИИ

5.1 Запуск генератора протокола

Для запуска программы квалификации:

1. В программе "Хроматэк Навигатор" нажмите на кнопку **Администрирование**.
2. Раскройте группу параметров **Валидация**.
3. Нажмите на ссылку – **Генератор протокола квалификации IQ/OQ/PQ**.

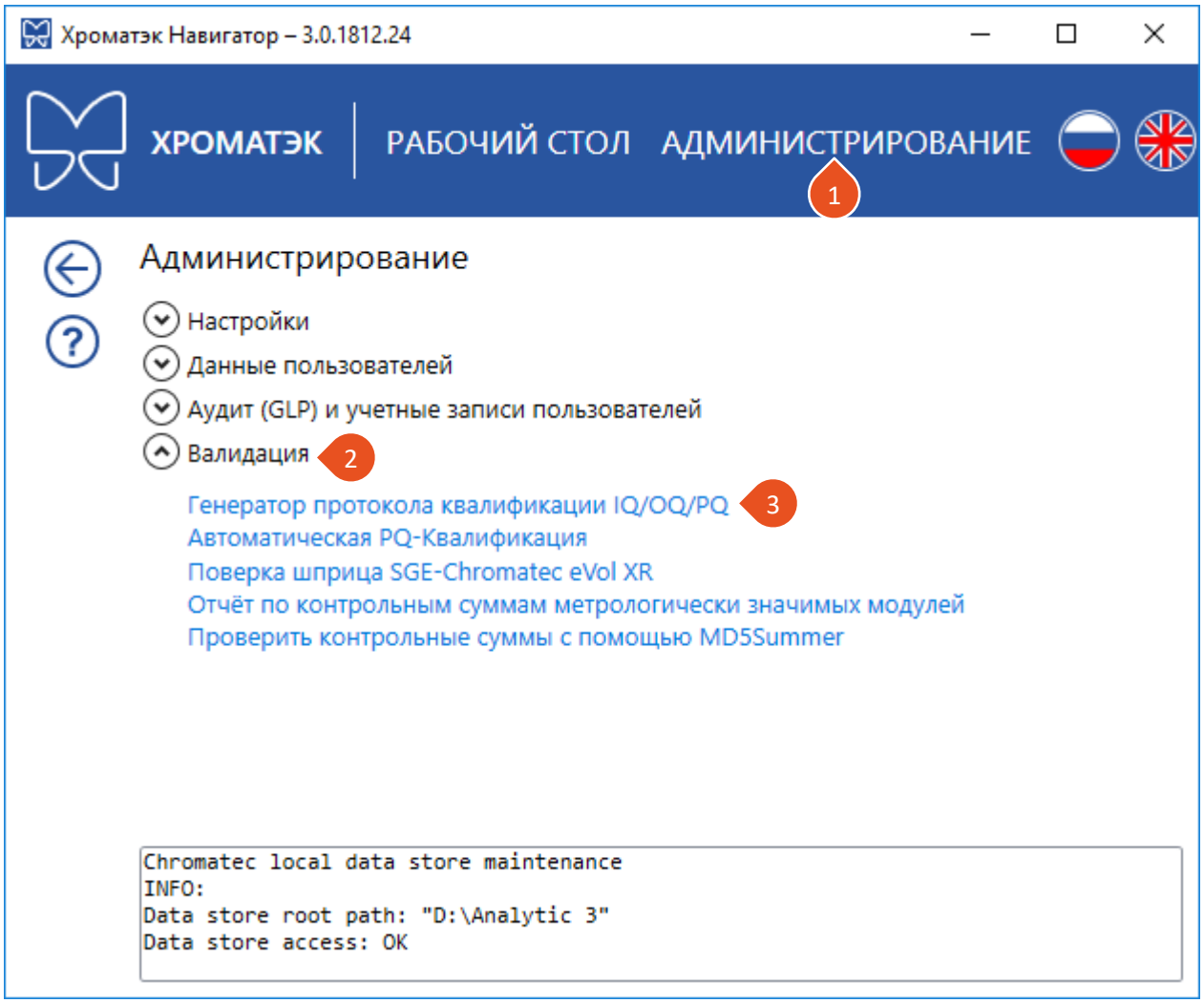


Рисунок 5.1 – Запуск генератора протокола квалификации IQ-OQ-PQ

Программа квалификации при запуске ищет цифровой сертификат в корневых папках всех дисков (в том числе USB-Flash) и, если не находит, то предлагает оператору указать расположение файла сертификата.

После этого программа запрашивает пароль:

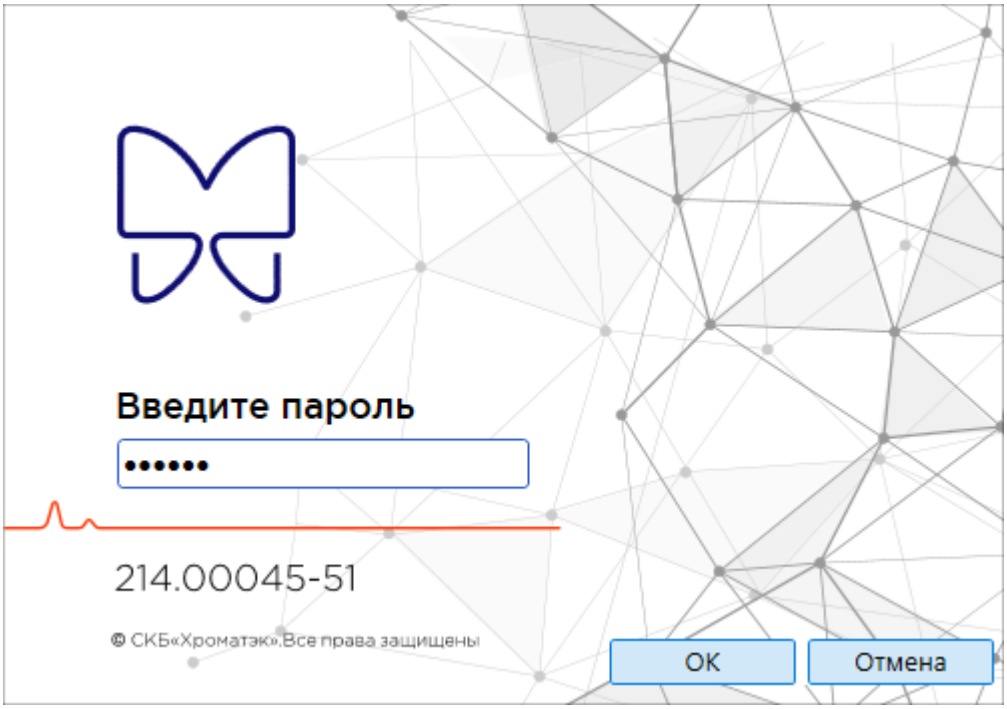


Рисунок 5.2 – Ввод пароля сертификата

Если пароль введен правильно, запускается программа квалификации.

5.2 Выбор объекта квалификации

Объект квалификации определяет сценарий работы и вид протокола.

В списке **Объект квалификации** выберите нужный объект. Будет загружен протокол квалификации.

Протокол квалификации – многостраничный документ, в котором сервис-инженер вводит результаты различных квалификационных испытаний.

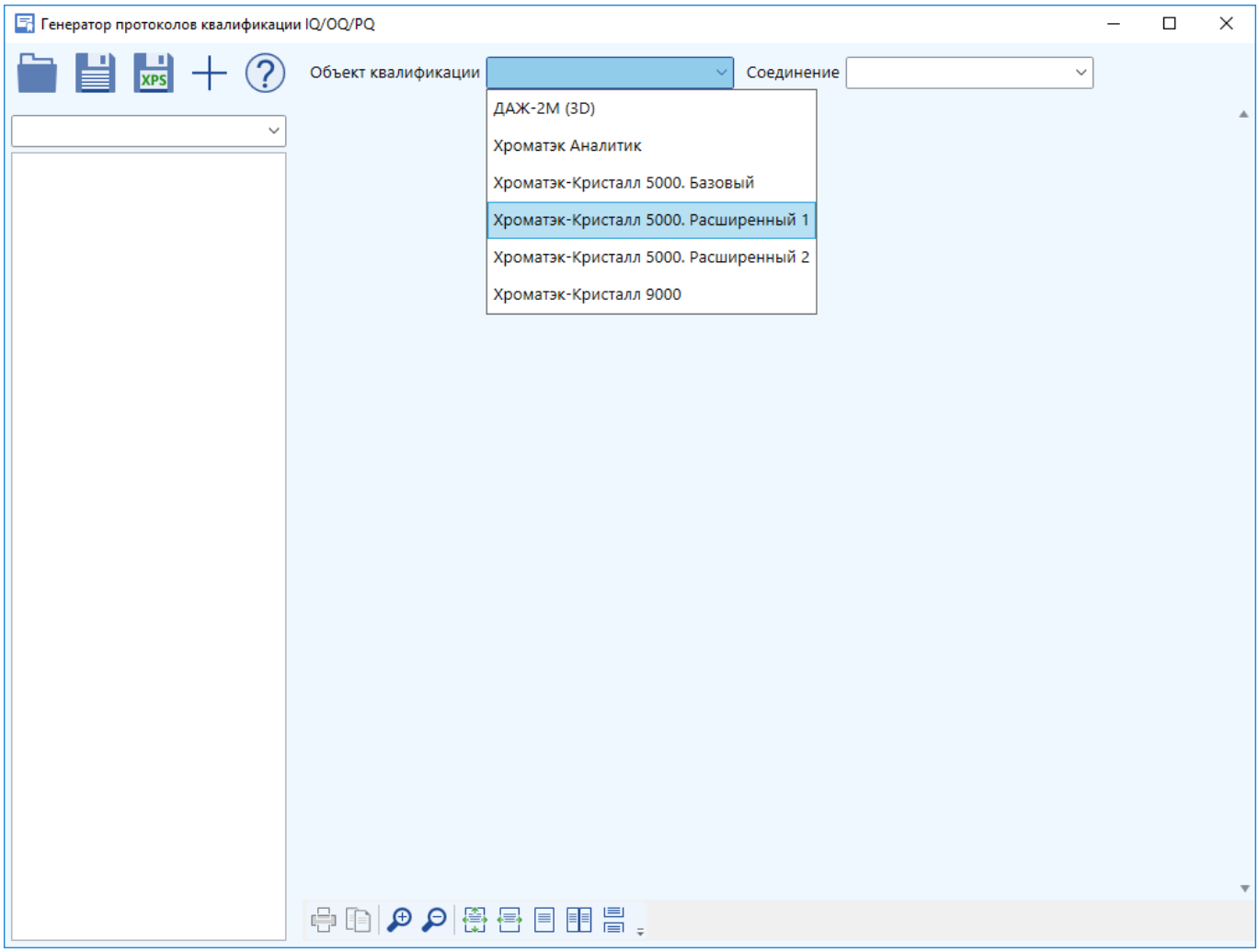


Рисунок 5.3 – Генератор протокола квалификации IQ-OQ-PQ. Выбор объекта квалификации

Для хроматографов "Хроматэк-Кристалл 5000" доступны три сценария квалификации:

- **Базовый**. Упрощенный сценарий квалификации. **Не проводится** процедура калибровки газовых регуляторов (трудоёмкая и требующая наличия дополнительного оборудования – поверенных измерителей расхода газа).
- **Расширенный 1**. Сценарий предполагает проведение процедуру калибровки газовых регуляторов.
- **Расширенный 2**. Вид протокола и сценарий квалификации соответствуют протоколам **Agilent**. Рекомендуется для пользователей, в лабораториях которых имеется оборудование Agilent для обеспечения единообразия протоколов.

5.3 Заполнение протокола

1. На каждой странице заполните поля, выделенные рамкой.
2. Поля, выделенные пунктирной рамкой, предназначены для рукописного ввода и заполняются после печати итогового документа.
3. В зависимости от результатов проверок и испытаний, включайте или не включайте галочки у соответствующих параметров.
4. На некоторых страницах приведены дополнительные инструкции, выделенные темно-красным шрифтом. В итоговом протоколе они будут скрыты.
5. Если вы нажмете на ссылку в секции "Инструкции", откроется соответствующий раздел руководства пользователя "Хроматэк Аналитик".

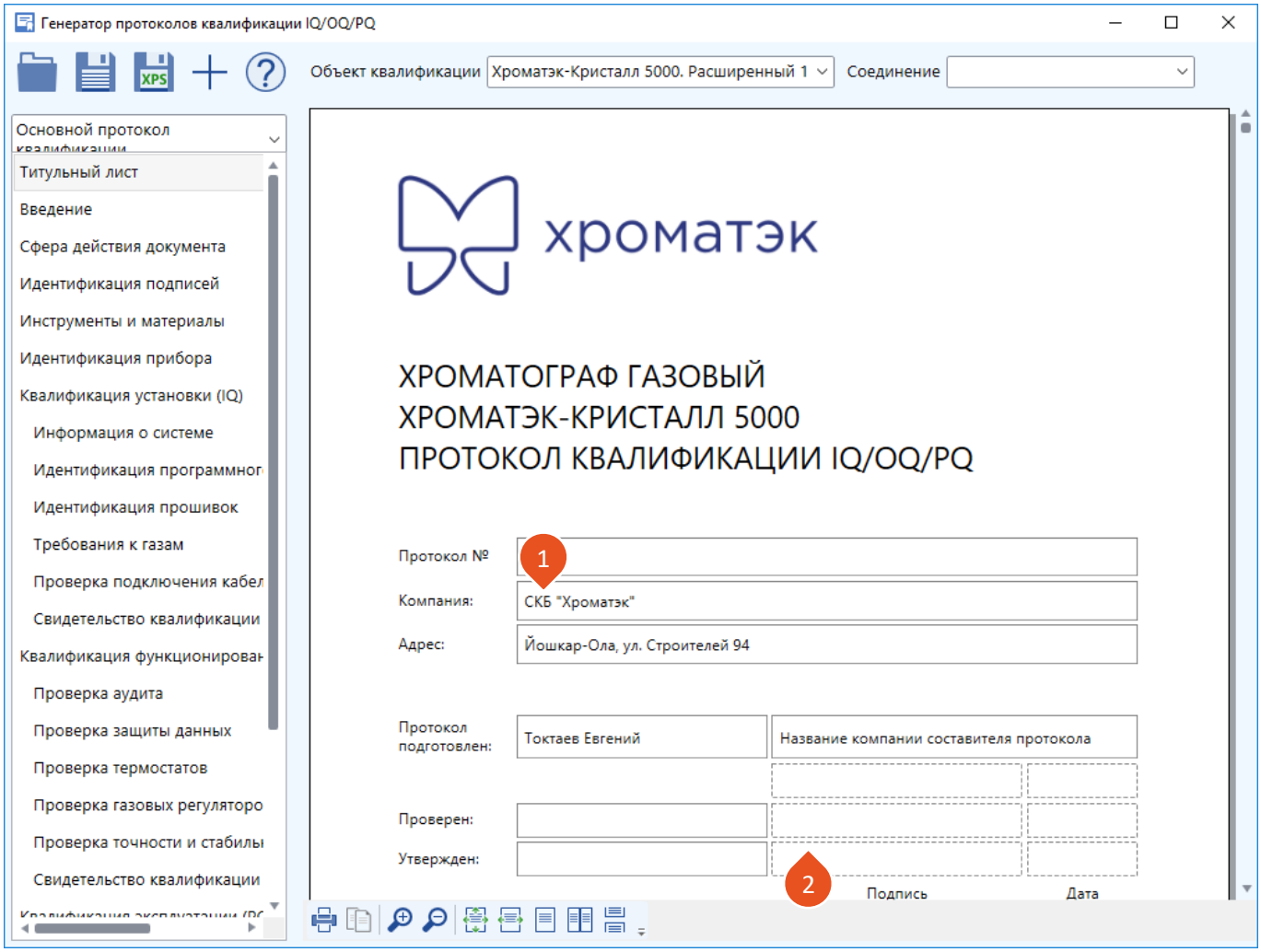


Рисунок 5.4 – Протокол квалификации IQ-OQ-PQ

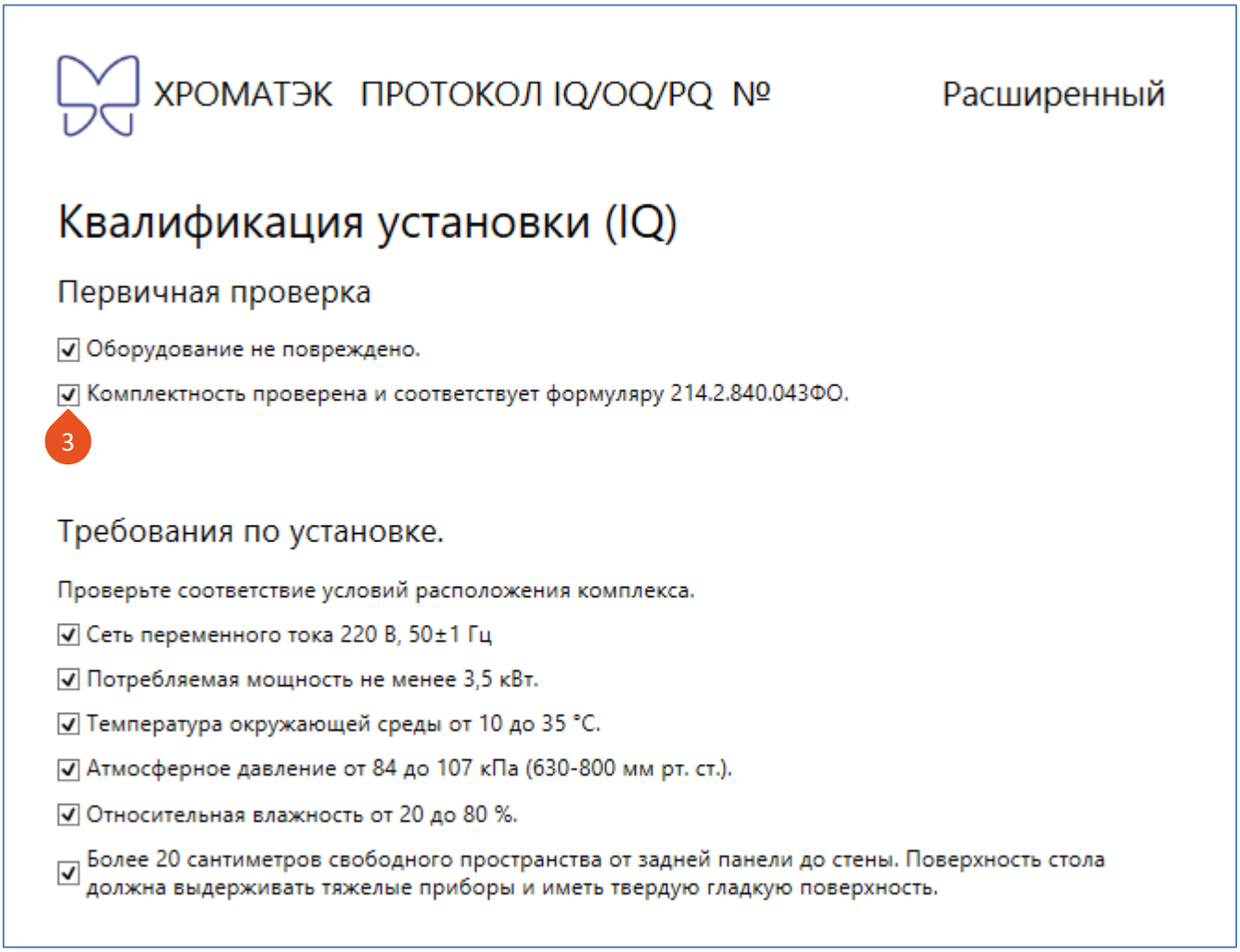
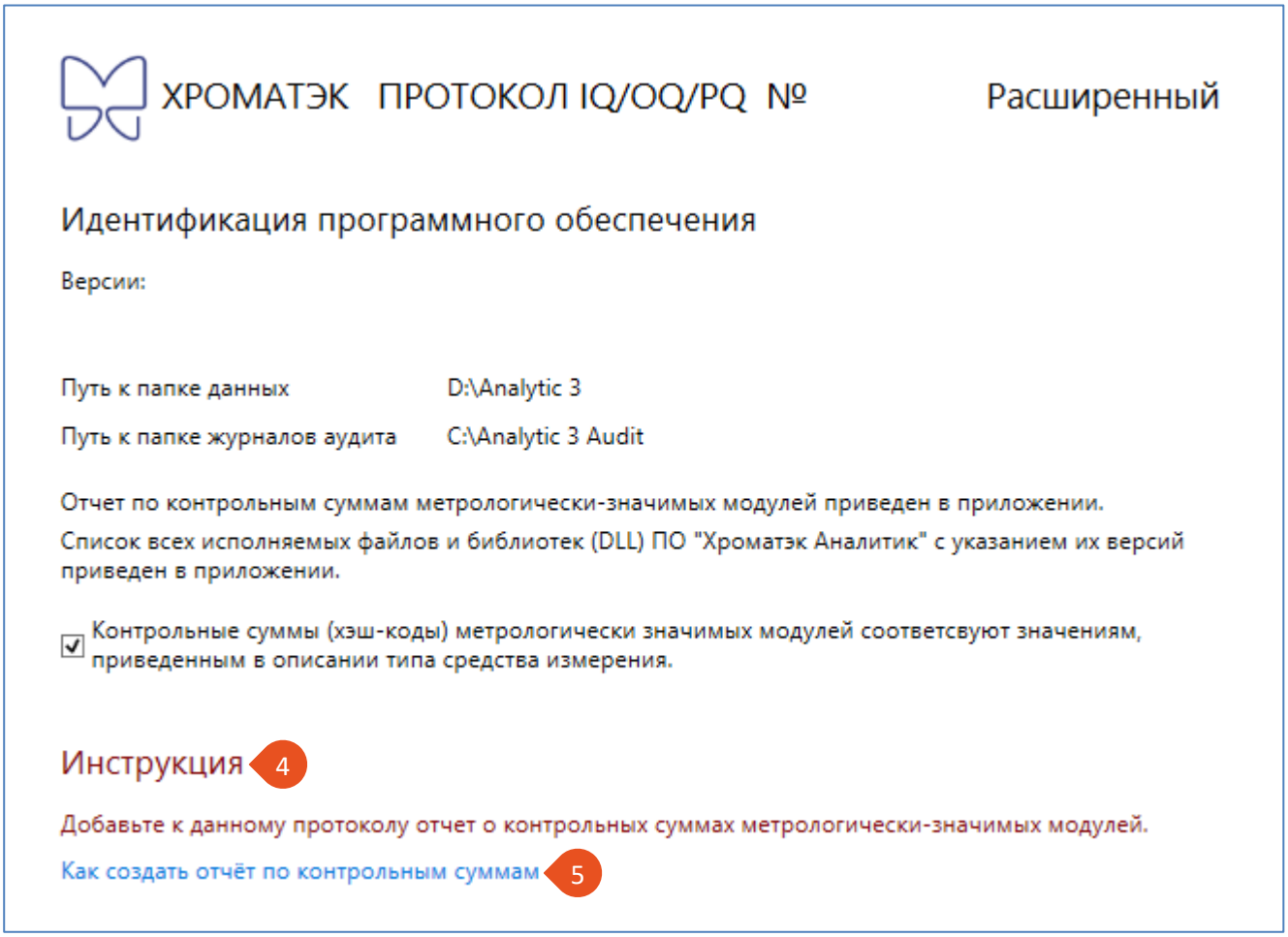


Рисунок 5.5 – Заполнение протокола квалификации IQ-OQ-PQ



1

Рисунок 5.6 – Заполнение протокола квалификации IQ-OQ-PQ. Инструкции

5.4 Прерывание и возобновление заполнения протокола

Вы можете прервать создание протокола и продолжить в другое время. Сохраните изменения с помощью соответствующей кнопки на панели инструментов.

Когда вы откроете ранее сохранённый протокол, программа предложит вам указать причину прерывания предыдущего сеанса работы:

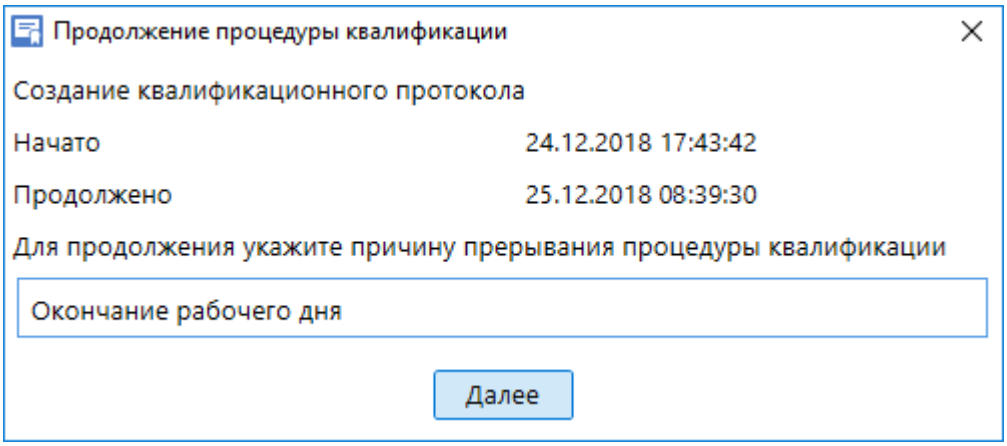


Рисунок 5.7 – Указание причины прерывания процедуры квалификации

Введённая информация будет добавлена в итоговый протокол.

Так же в конец итогового протокола добавляется список всех файлов EXE и DLL программного обеспечения "Хроматэк".

5.5 Добавление дополнительных документов

При создании протокола квалификации вам может потребоваться добавить к нему некие дополнительные документы.

Некоторые из них изначально создаются или могут быть созданы в формате **XPS**. Например:

- Отчёты по хроматограммам.
- Отчёт по контрольным суммам метрологически значимых модулей.
- Отчёты по автоматической PQ-Квалификации.
- Отчёты по аудиту.

Чтобы добавить их к протоколу, нажмите на соответствующую кнопку на панели инструментов. Выберите документ.

1. Введите описание добавленного документа и нажмите **Далее**.
2. Итоговый документ будет добавлен в конец текущего протокола. Чтобы просмотреть его сейчас, выберите его в списке над оглавлением протокола.

К протоколу можно добавлять документы только в формате XPS.

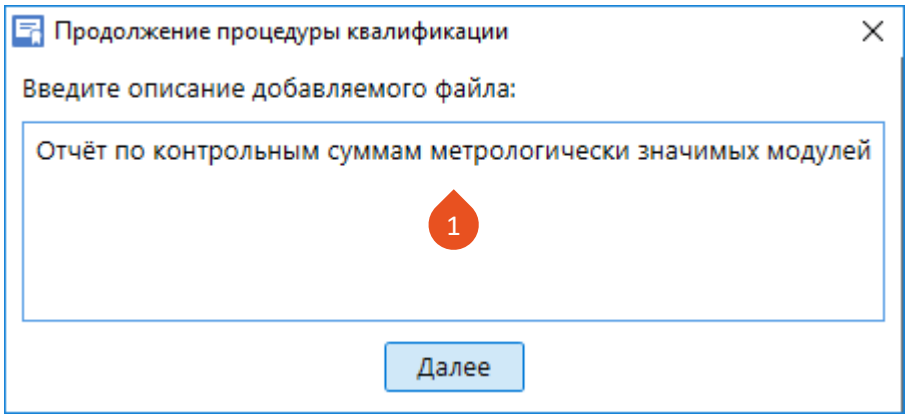


Рисунок 5.8 – Описание добавленного документа XPS

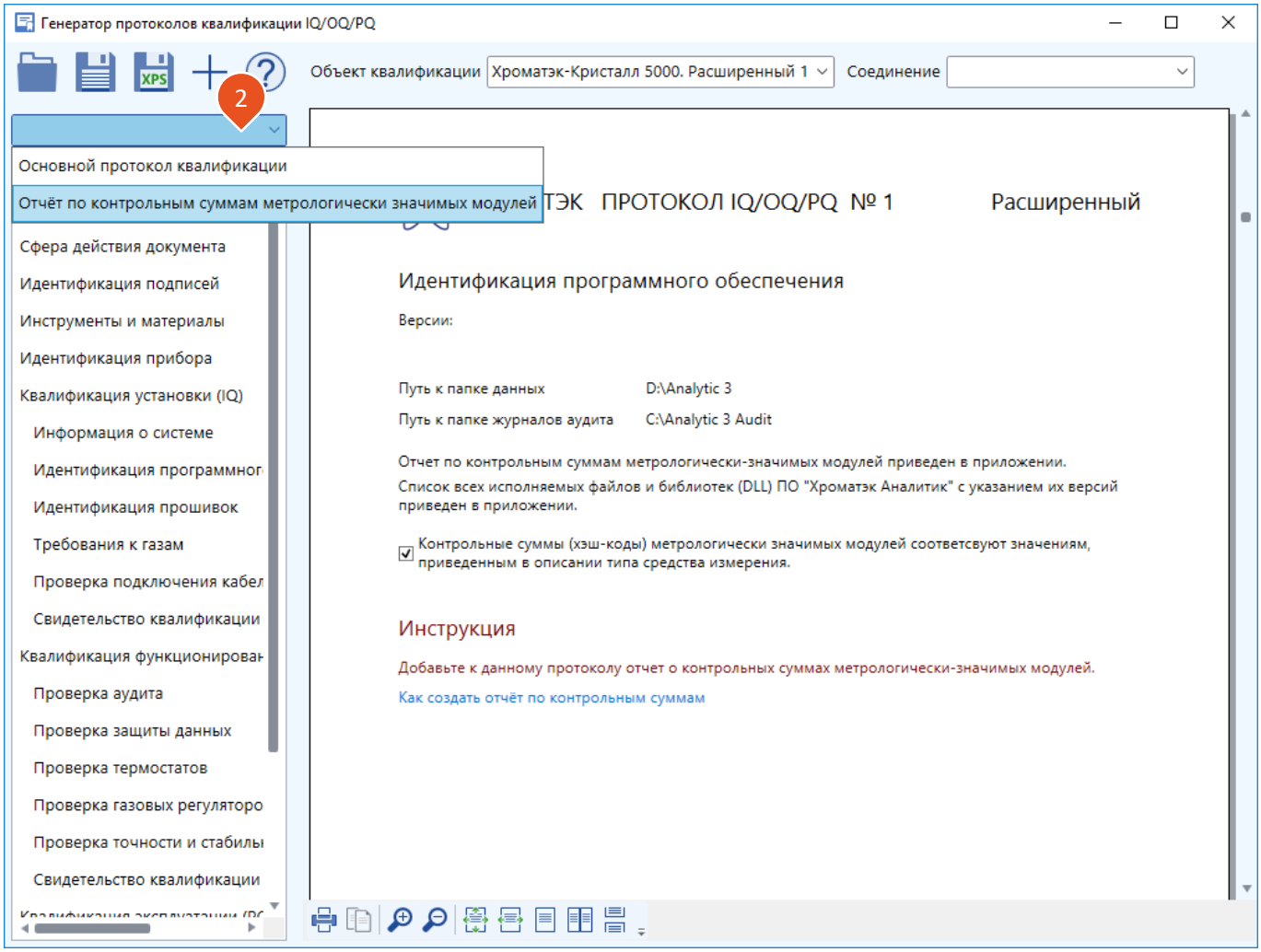


Рисунок 5.9 – Выбор добавленного документа для просмотра

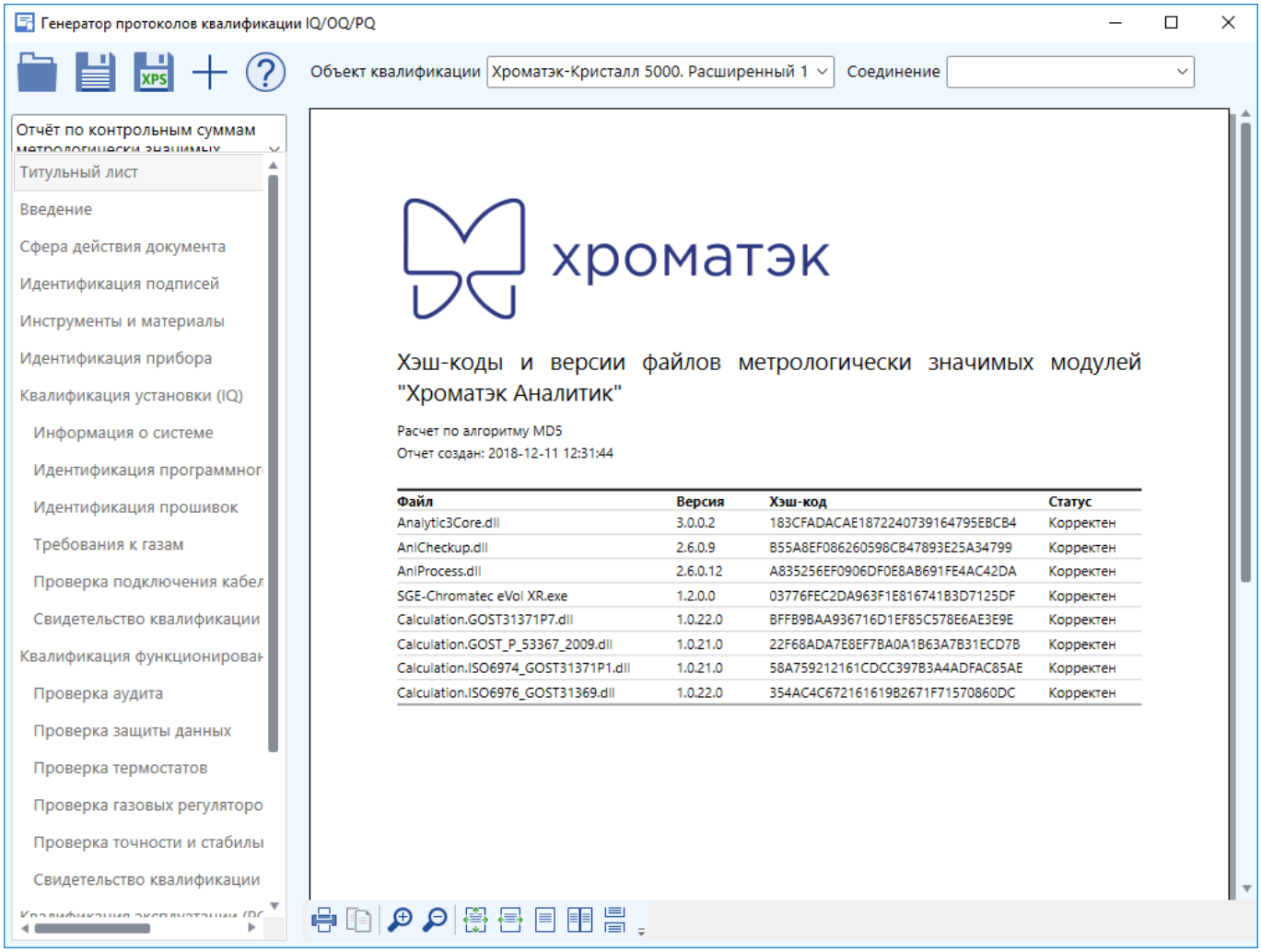


Рисунок 5.10 – Добавленный документ

5.6 Добавление документов в произвольном формате

Как было сказано выше, программа позволяет добавлять к протоколу квалификации только файлы в формате XPS. Однако вам может потребоваться добавить файл в ином формате или вообще некий документ в печатном виде (например, бумажный паспорт на градуировочный образец или сертификат на измерительное оборудование).

Бумажные документы можно отсканировать или сфотографировать.

Любой текстовый или графический файл можно превратить в XPS-документ с с помощью виртуального принтера **Microsoft XPS Document Writer**. Он входит в состав всех Windows, начиная с Vista.

Рассмотрим пример. Допустим, для подтверждения правильности расчёта контрольной суммы метрологически значимых модулей мы воспользовались сторонней программой **md5summer**. Результат её работы вы видите на экране:

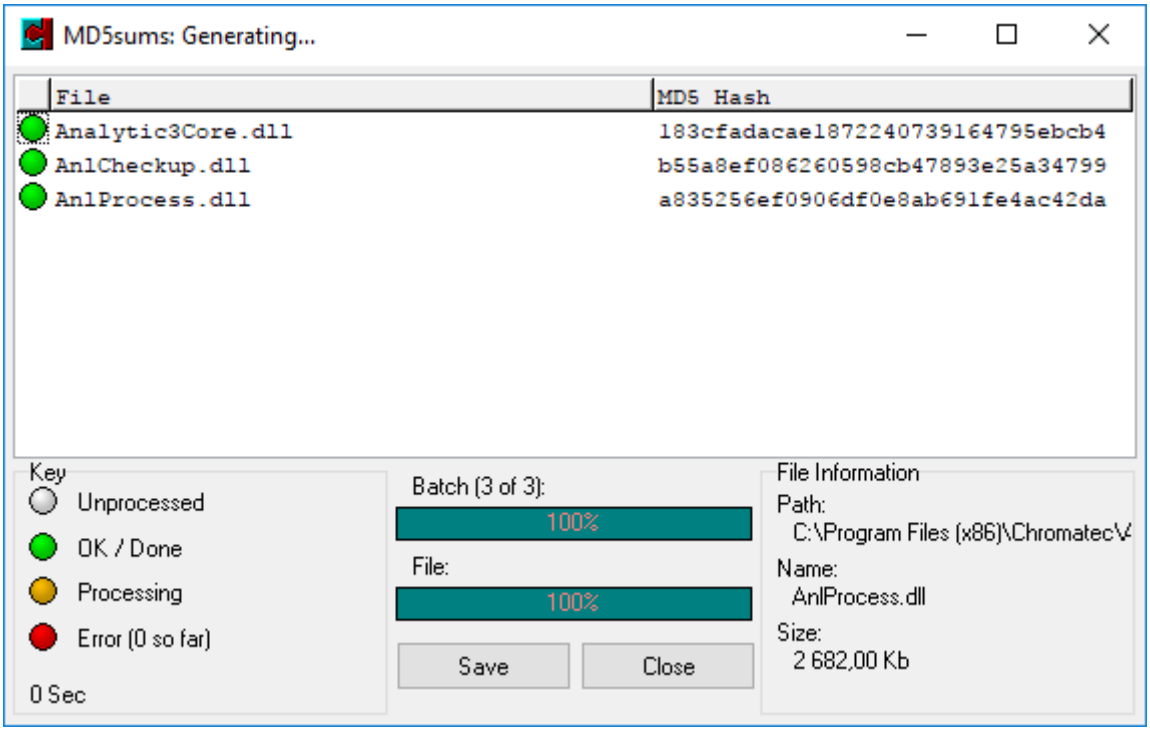


Рисунок 5.11 – Определение контрольных сумм в программе "md4summer"

Сделайте снимок экрана комбинацией клавиш **ALT + PRINT SCREEN**. Изображение окна программы будет скопировано в буфер обмена.

Вставьте его в любой текстовый графически редактор.

1. Добавьте описание снимка экрана.
2. Откройте диалог печати.
3. Выберите виртуальный принтер **Microsoft XPS Document Writer**.
4. Нажмите на кнопку **Печать**.
5. Выберите формат документа – XPS.

Не выбирайте формат OpenXPS!

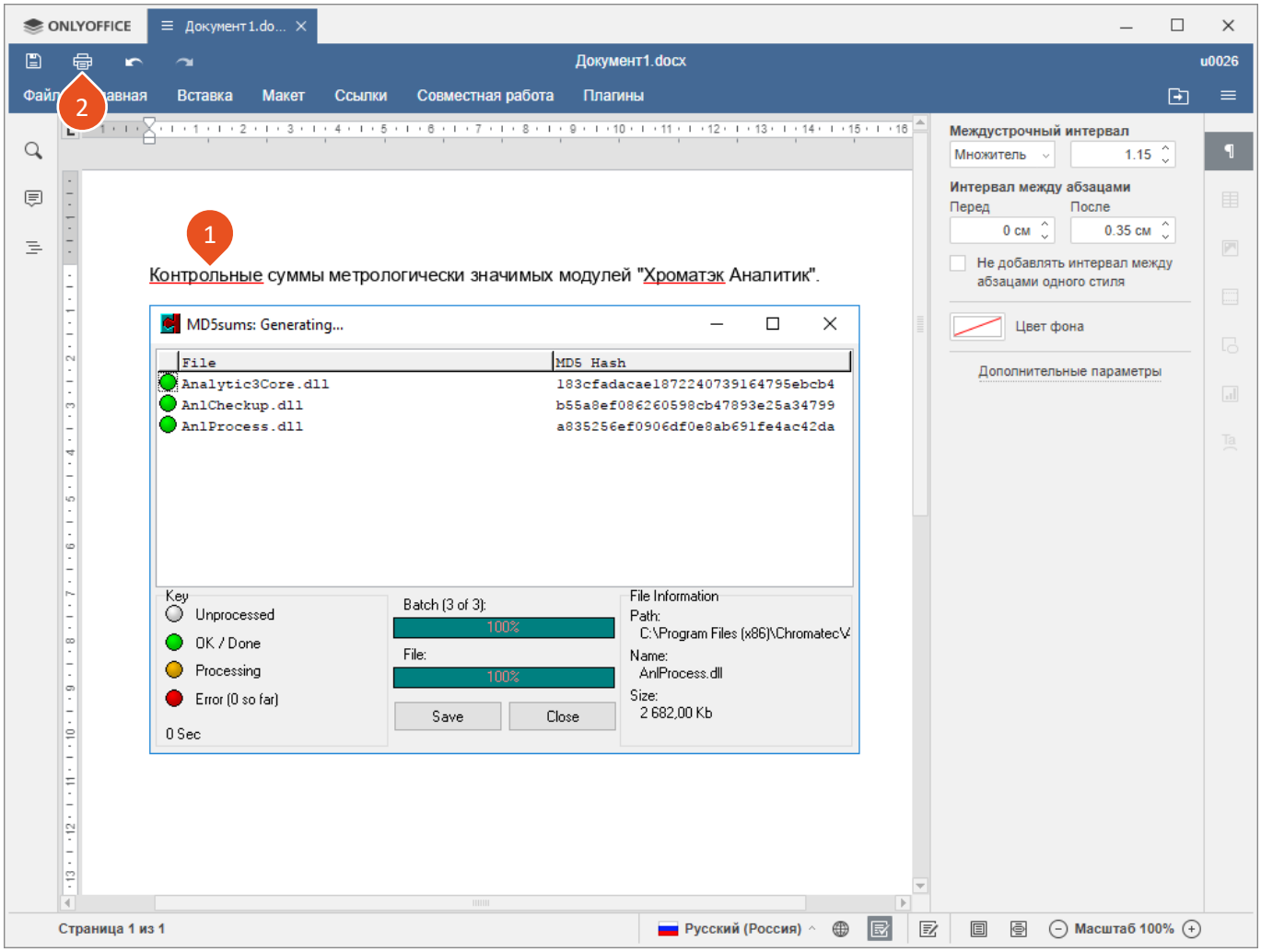


Рисунок 5.12 – Снимок экрана вставлен в документ "Only Office"

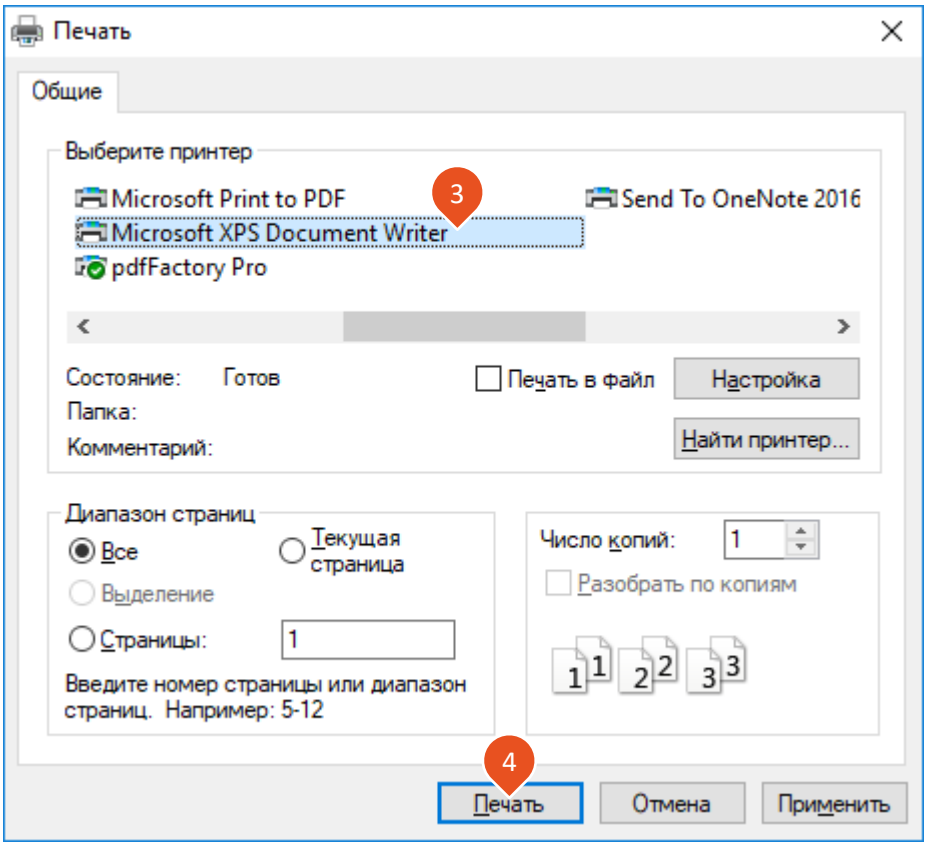


Рисунок 5.13 – Выбор принтера "Microsoft XPS Document Writer"

6. Задайте имя файла.
7. Нажмите **Сохранить**.

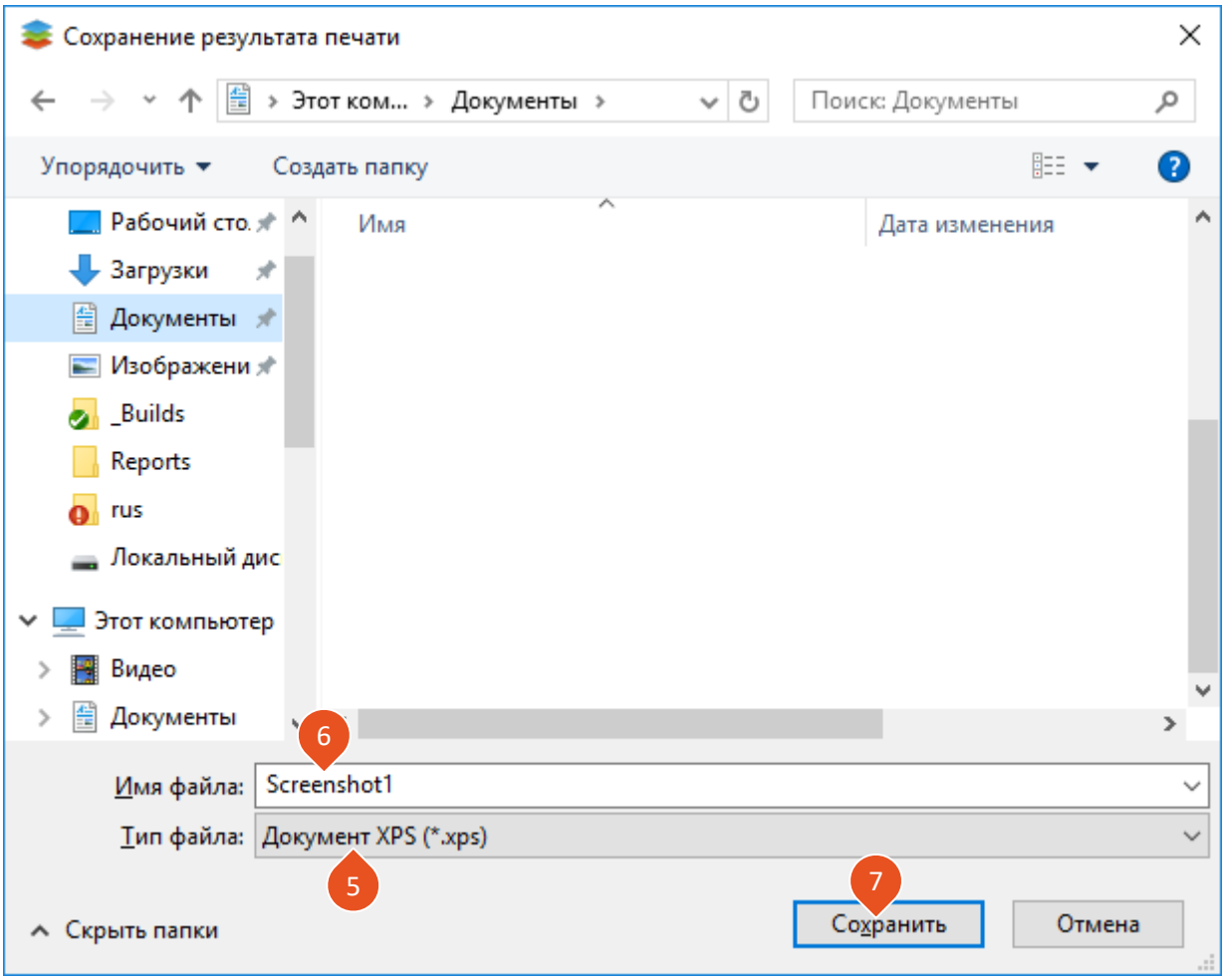


Рисунок 5.14 – Сохранение файла в формате XPS

Далее добавьте полученный файл XPS к протоколу квалификации.

Добавленный документ будет содержать водяной знак.

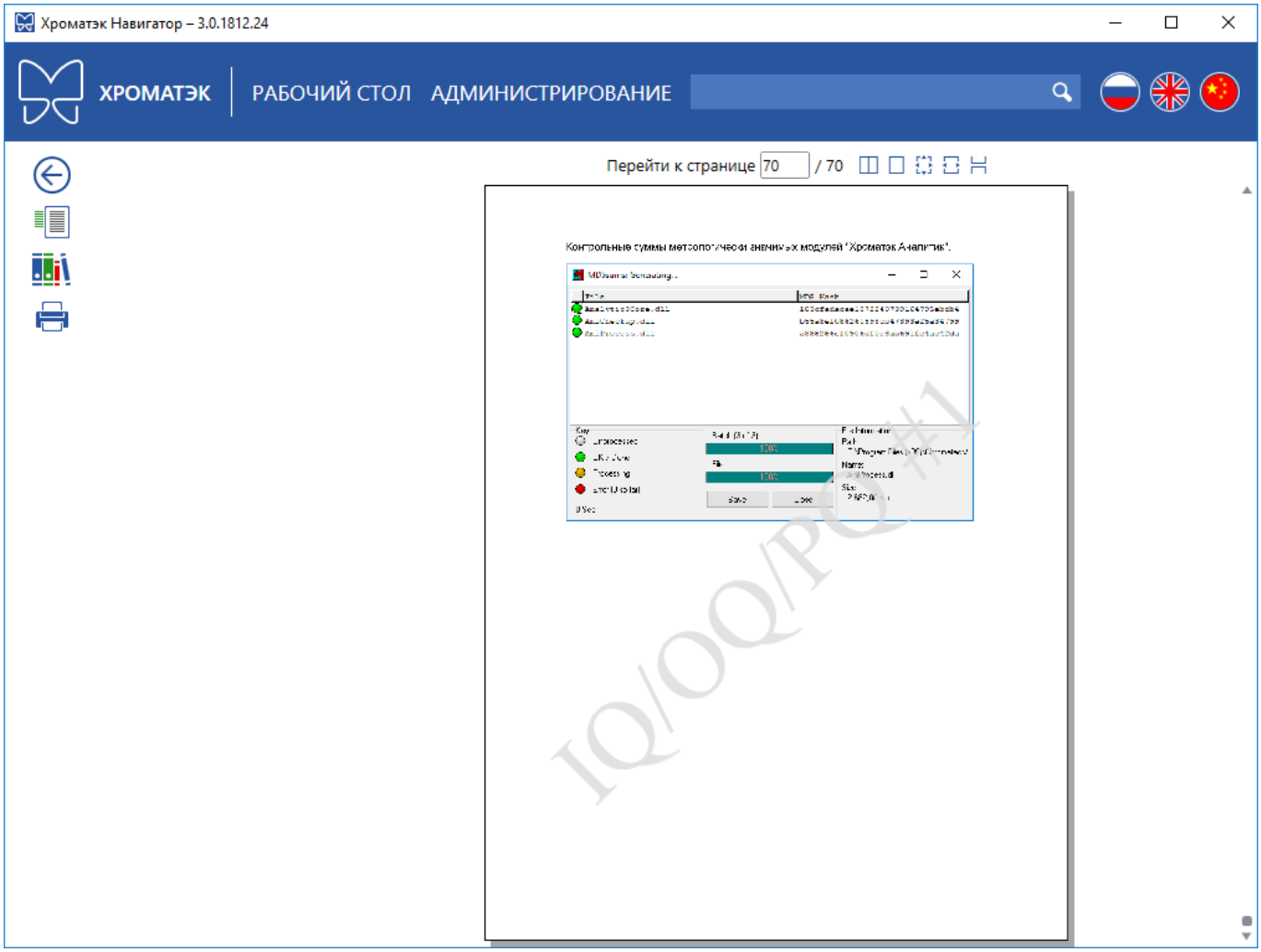


Рисунок 5.15 – Добавленный документ с наложенным водяным знаком

5.7 Завершение процедуры создания протокола



Когда вы закончите процедуру создания протокола, нажмите на кнопку **Сохранить документ в XPS**.



Протокол будет открыт в "Хроматэк Навигатор". Распечатайте его и проставьте необходимые подписи.

6 АВТОМАТИЧЕСКАЯ PQ-КВАЛИФИКАЦИЯ

Процедура автоматической PQ-квалификации подтверждает неизменность расчётной (метрологически значимой) части программного обеспечения.

Данная процедура выполняется при первоначальной установке ПО, а также после установки обновлений.

Процедура представляет собой автоматическую запись эталонных сигналов, по которым проводится проверка расчётов "Хроматэк Аналитик".

Всего в ходе квалификации выполняются следующие операции:

- Расчёт методом нормализации (одна хроматограмма).
- Градуировка (пять хроматограмм).
- Контроль градуировки (одна хроматограмма).

Для проведения квалификации предварительно установите **Эмулятор хроматографа**, который всегда входит в комплект поставки ПО.

Для активации квалификации:

1. Перейдите в раздел **АДМИНИСТРИРОВАНИЕ**.
2. Раскройте группу параметров **Валидация**.
3. Нажмите на ссылку **Автоматическая PQ-Квалификация**.

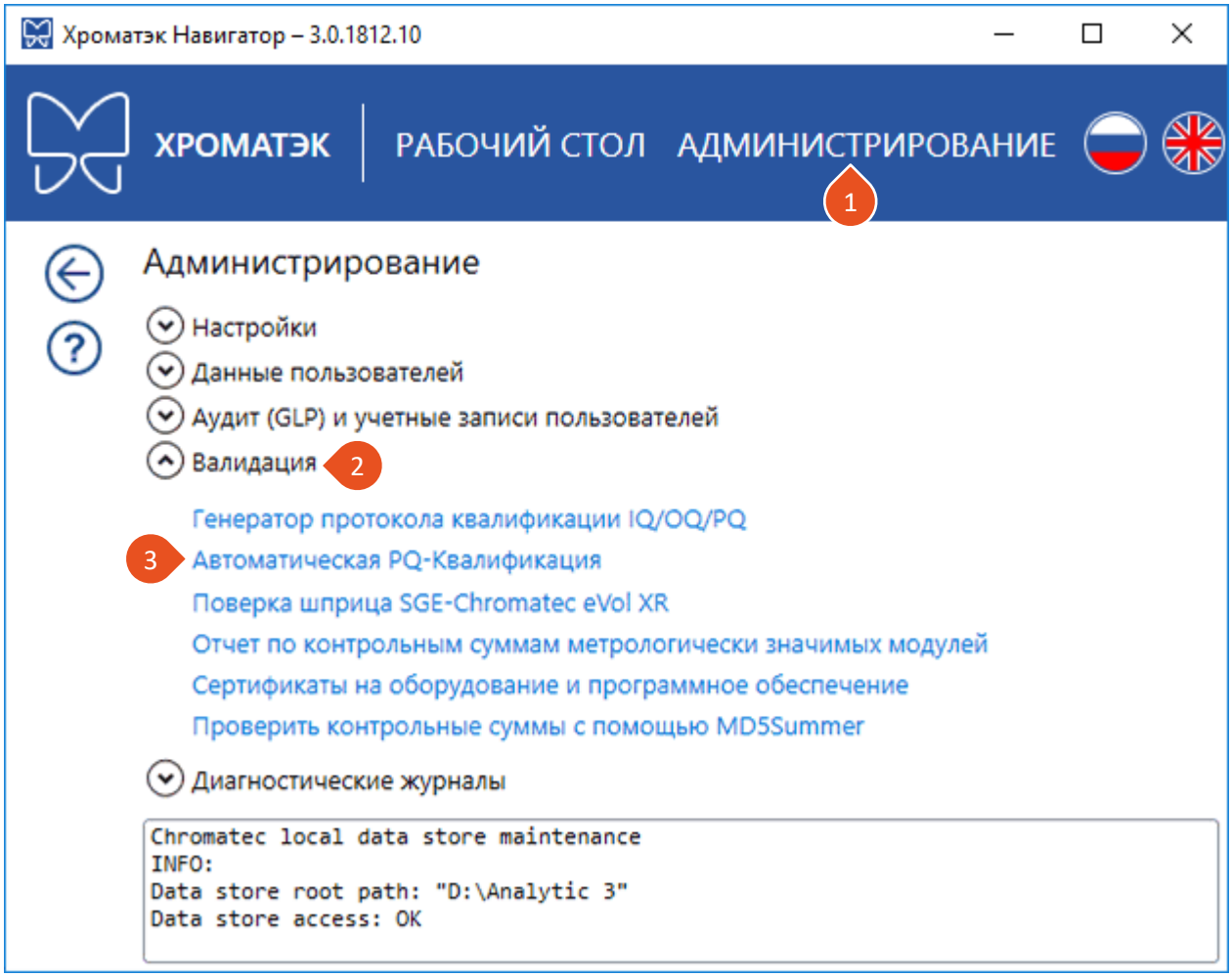


Рисунок 6.1 – Активация автоматической PQ-квалификации

Будут запущены "Панель управления" и "Хроматэк Аналитик". Автоматически начнется выполнение последовательности тестовых анализов. Всего будет выполнено 8 анализов, длительностью 2 минуты каждый.

По окончании квалификации в папке отчётов появятся два отчёта в формате XPS – **PQ TEST Нормализация** и **PQ TEST Градуировка**.

Эти отчёты вы можете включать в протокол квалификации IQ-OQ-PQ.

Отклонение любого из параметров в отчёте квалификации не должно превышать 0.1% относительно соответствующего значения, полученного при проведении первоначальной квалификации.