



Number:

Title:

Title (EN):

Type:

Scope:

Area:

Country:

Previous Number:

Document Information

Revision:

Status:

Effective Date:



**Standardarbeitsanweisung
Grünenthal, 52099 Aachen, Germany**

Dokument-Nr.	Ersetzt Dokument-Nr.	vom	Seite	von
HQ-AC-133-D033-01	-/-	-/-	1	18
Gültig ab	01 FEB 2019	Anlagen	-/-	

GC-Aquisition Methoden im OpenLab der Abteilung Analytical Development

GC-Aquisition Methods in the OpenLab System of the Analytical Development

SDN05-GL-QA-094-A009-V11

**Regulierungs-
bereich(e)** GCP GLP GMP GVP GDP MedDev

Andere(r) Bereich(e) wenn "x" bitte spezifizieren sonst löschen

Sprachversion Original Übersetzung

Erstellt von Sandra Dreesen,
Entwicklungsingenieur,
GI-DD-TDD-AD

13 DEC 2018

Datum

S. Dreesen

Unterschrift

Geprüft von Patrick René Królikowski
Lab Assistant,
GI-DD-TDD-AD

13 DEC 2018

Datum

Królikowski

Unterschrift

Didem Öztürkcine
QA Manager,
Internal Manufacturing QA
Germany

03 JAN 2019

Datum

Didem

Unterschrift

**Genehmigt
von** Dr. Michael Finkam
Abteilungsleiter
GI-DD-TDD-AD

08 JAN 2019

Datum

M. Finkam

Unterschrift

*Bi 14.1.19
Stempel falsch*

Inhaltsverzeichnis

Dieses Dokument ist ausschließlich Eigentum von Grünenthal. Es ist vertraulich zu behandeln und darf ohne Genehmigung weder vollständig noch teilweise vervielfältigt oder an Dritte weitergegeben werden.
-/-



1	Ziel	3
2	Geltungsbereich	3
3	Beteiligte Rollen	3
4	Definitionen	4
5	Durchführung	5
5.1	Aquisition Methode	5
5.2	Massenselektiver Detektor	12
5.3	Headspace	16
5.4	Weiter Einstellungen	18
6	Querverweise	18
6.1	Querverweise auf prozedurale Dokumente	18
6.2	Gesetzliche Verweise	18
6.3	Andere Verweise	18
7	Anlagen	18
8	Historienindex	18

1 Ziel

Ziel dieses Dokuments ist die Beschreibung, wie Aquisition Methoden für GC-Anlagen im Chromatographiedatensystem AC-OpenLabs der Abteilung „Analytical Development“ erstellt und benannt werden.

2 Geltungsbereich

Diese SAA ist für alle Benutzer des AC-OpenLabs Systems der Abteilung „Analytical Development“ gültig.

3 Beteiligte Rollen

Dieses Kapitel führt die am beschriebenen Prozess beteiligten Rollen auf und deren Verantwortlichkeiten.

Beteiligte Rolle	Verantwortlichkeit
Administrator	<p>Der Administrator ist für die Systempflege und die Verfügbarkeit des Systems verantwortlich. Er hat ausschließlich verwaltende Aufgaben (z.B. User Einrichten, Passwort zurücksetzen, LAC/e/ AIC Anbindung, Projektkonfiguration, ...).</p> <p>Außerhalb des CDS ist er für die Systemwartung verantwortlich. Das bedeutet, dass er für die Installationen, den allgemeinen Systemcheck und für die Verwaltung des Systems sowie der Datenbank verantwortlich ist.</p> <p>Ebenso gehören die Erstellung und Änderung von Reports und Customfields zu den Aufgaben des Systemadministrators.</p>
Process Owner	<p>Er ist der Inhaber der Prozess-zugehörigen Daten und entscheidet über den Zugriff auf diese Daten.</p> <p>Der Process Owner ist verantwortlich für:</p> <ul style="list-style-type: none">• den zugehörigen Business Process (z.B. Inhaltsänderungen, Verbesserungen)• die Anpassung des Prozesses an die Unternehmensstrategie• die Pflege des validierten Zustandes des verwendeten computergestützten Systems im GxP Prozess• die Sicherstellung, daß das Personal bezüglich relevanter SOPs und Anwendungen ausreichend geschult ist

Beteiligte Rolle	Verantwortlichkeit
	<ul style="list-style-type: none">• die Breitstellung des Änderungsprozesses und des Abweichungs-Management-Prozesses• Business Continuity-Planung• Lieferanten- und Software-Auswahl
Business Operator (SME)	<ul style="list-style-type: none">• Projektpflege und Customizing im System• Pflege von Reports• Administrative Aufgaben innerhalb des Systems

4 Definitionen

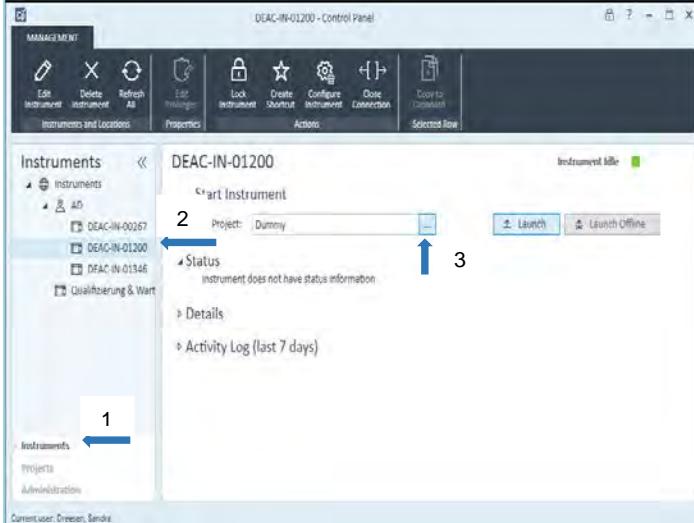
In diesem Dokument benutzte Definitionen und Abkürzungen werden nachfolgend erklärt.

Begriff	Definition/Erläuterung
CDS	Chromatographiedatensystem
DSM	Data Sample Management
GC	Gas Chromatography
S/SL	Split/Splitless
EPC	Electronic Pressure Control

5 Durchführung

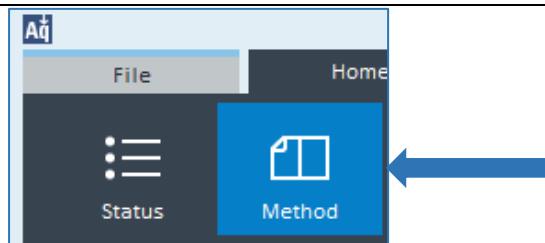
5.1 Aquisition Methode

In diesem Abschnitt wird beispielhaft die Erstellung einer Instrumentenmethode beschrieben.

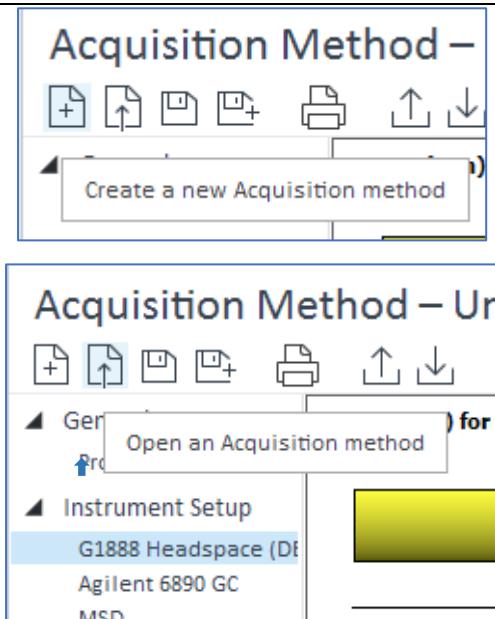
	<p>Öffnen Sie den OpenLab Control Panel und melden sie sich mit dem Windows Anmeldedaten an. Klicken Sie auf OK.</p>
	<p>Klicken Sie auf den Reiter Instruments (1). Unter dem Reiter AD öffnen sich alle zur Verfügung stehenden Instrumente. Wählen Sie das gewünschte Instrument (2) aus. Auf der rechten Seite werden jetzt Instrument Optionen angezeigt. Klicken Sie auf Select Projects (3).</p>



Wählen Sie unter **Select Projects** das richtige Projekt aus und klicken Sie auf **OK**. Anschließend klicken Sie auf **Launch**. Das **Acquisition Fenster** wird geöffnet.



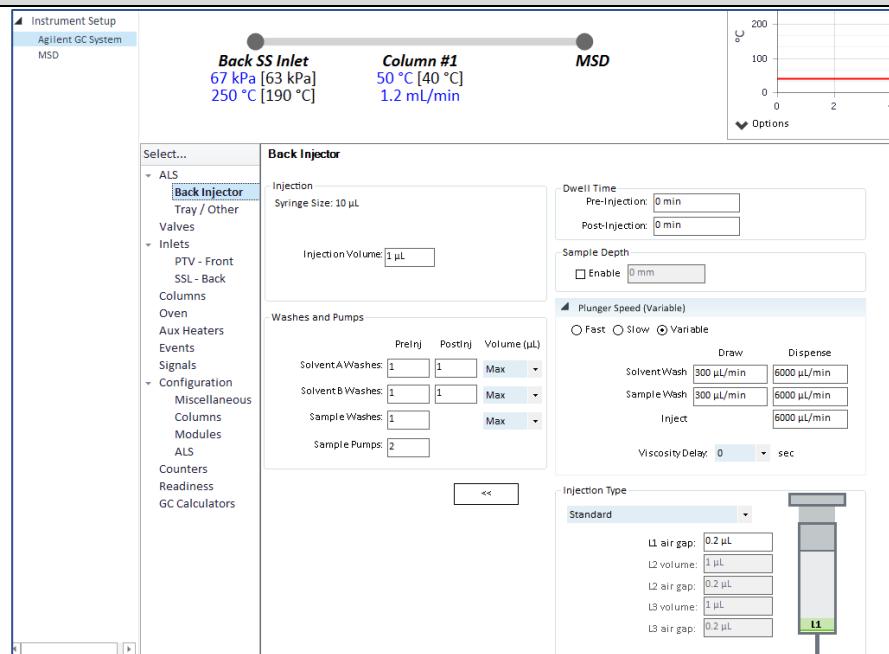
Klicken Sie im **Acquisition Fenster** auf **Method**. Das Acquisition Method Fenster öffnet sich.



Wählen Sie „**Create a new Aquisition method**“ aus oder wählen Sie als Vorlage eine bereits existierende Methode über **Open an Acquisition method**.

Geräte Settings

ALS_Injector



Injection Volume
Angabe des Injections Volumens.

Washes and Pumps
Eintrag der benötigten Waschschrifte vor und nach der Injektion.

Hier sollten, wenn möglich, diese Einstellungen eingetragen werden:

Sol. A Preinj: 3

Sol. B Preinj: 3

Sol. A Postinj: 3

Sol. B Postinj: 3

Sample Washes: 3

Sample Pumps: 3

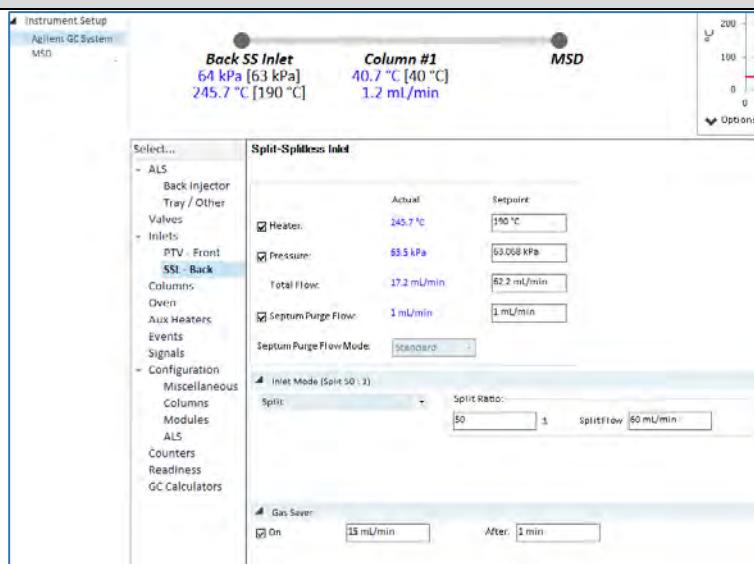
Viscosity Delay sollte auf 3 eingestellt werden.

Inection Type
Hier kann das Luftpolster der Nadel definiert werden.

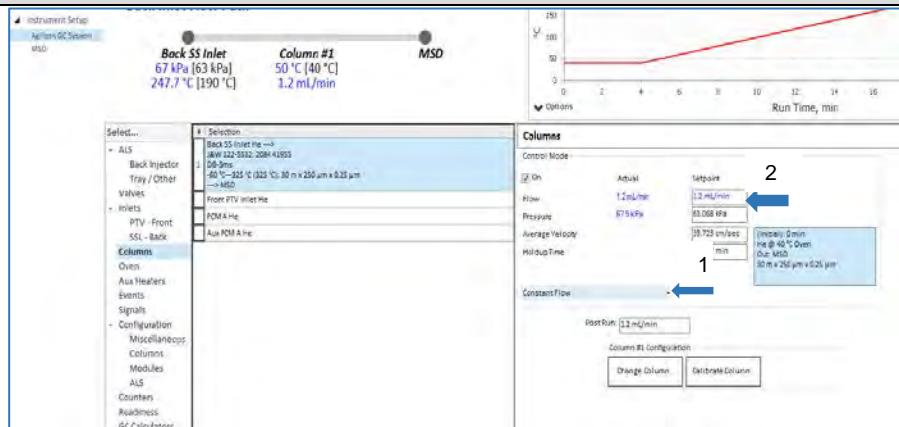
Sample Depth
Hier kann die Einspritztiefe der Nadel definiert werden.

Plunger Speed
Hier kann die Geschwindigkeit der Nadel definiert werden.

Für **Dwell Time**, **Sample Depth**, **Plunger Speed** und **Inection Type** werden in der Regel die Default Werte übernommen.

Inlets

Inlet

Bei **Inlet** können die Parameter für den Injektor definiert werden wie z.B. Temperatur, Split Ratio bzw. Flow und der Gas Saver ein oder ausgeschaltet werden.

Column

Columns

Unter **Change Column** kann die Säule definiert werden. Es kann entweder eine Säule aus dem Katalog ausgewählt werden oder eine eigene Säule definiert werden.

Unter **Control mode (1)** erfolgt die Auswahl zwischen **Constant Flow** und **Constant Pressure**.

Unter **Flow** oder **Pressure (2)** wird je nach vorheriger Auswahl der Fluss bzw. der Druck des Gasflusses definiert.

Oven

Instrument Setup
Agilent GC System
MSD

Back SS Inlet
105 kPa [63 kPa]
250 °C [190 °C]

Column #1
137.4 °C [107.8 °C]
1.2 mL/min

MSD

Select...

- ALS
- Back Injector
- Tray / Other
- Valves
- Inlets
 - PTV - Front
 - SSL - Back
- Columns
- Oven**
- Aux Heaters
- Events
- Signals
- Configuration
- Miscellaneous
- Columns
- Modules

Actual

Oven Temp On: 137.4 °C 60 °C

Equilibration Time: 0.5 min

Maximum Oven Temperature: 300 °C

Over ride Column Max: 325 °C

Post Run: 70 °C
Post Run Time: 0 min

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
(Initial)	40			
Ramp 1	10	200	1	21
Ramp 2	40	40	0	25
A				

Select...

- ALS
- Back Injector
- Tray / Other
- Valves
- Inlets
 - PTV - Front
 - SSL - Back
- Columns
- Oven**
- Aux Heaters
- Events
- Signals
- Configuration
- Miscellaneous
- Columns
- Modules

Actual

Oven Temp On: 280 °C 60 °C

Equilibration Time: 0.5 min

Maximum Oven Temperature: 300 °C

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
(Initial)	40			
Ramp 1	10	350	1	36
Ramp 2	40	40	0	43.75
A				

Oven

Unter **Oven** wird das Temperaturprogramm definiert.

Die **Maximum Oven Temperature** und die **maximale Säulen-temperatur** dürfen im Temperaturprogramm nicht überschritten werden.

Sollte einer der beiden Temperaturen überschritten werden, wird dies durch eine gelbe Markierung ersichtlich.

Aux Heaters

Instrument Setup
Agilent GC System
MSD

Back SS Inlet
164 kPa [63 kPa]
250 °C [190 °C]

Column #1
280 °C [286.2 °C]
1.2 mL/min

MSD

Select...

- ALS
- Back Injector
- Tray / Other
- Valves
- Inlets
 - PTV - Front
 - SSL - Back
- Columns
- Oven
- Aux Heaters
- Events

Aux Heaters

Thermal Aux 2 (MSD Transfer Line):

Actual

On: 500 °C

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
(Initial)	40			
Ramp 1	10	350	1	36
Ramp 2	40	40	0	43.75
A				

Aux Heaters

Hierunter wird die Temperatur der MSD Transfer Line definiert.

Signal

Instrument Setup
Agilent GC System
MSD

Back SS Inlet
164 kPa [63 kPa]
250 °C [190 °C]

Column #1
280 °C [350 °C]
1.2 mL/min

MSD

Select...

- ALS
- Back Injector
- Tray / Other
- Valves
- Inlets
 - PTV - Front
 - SSL - Back
- Columns
- Oven
- Aux Heaters
- Events
- Signals
- Configuration
- Miscellaneous
- Columns
- Modules

Signal Source:

Det	Signal Source	Data Rate / Min Peak Width	Zero	Save
F	#1 Diagnostic Test Plot	[100 ms / 0.004 min]	[]	[]
G	#2 Diagnostic Test Plot	[100 ms / 0.004 min]	[]	[]
H	#3 Diagnostic Test Plot	[100 ms / 0.004 min]	[]	[]
I	#4 Diagnostic Test Plot	[100 ms / 0.004 min]	[]	[]

Signal Event Table (Choose a detector signal above to enable event definition.)

Signal Source	Time, min	Signal Event

Signal

Auswahl des Signaltypen und der Datenrate. Hier wird in der Regel für die Steuerung der GC-MS Instrumente nichts eingetragen.

Configuration

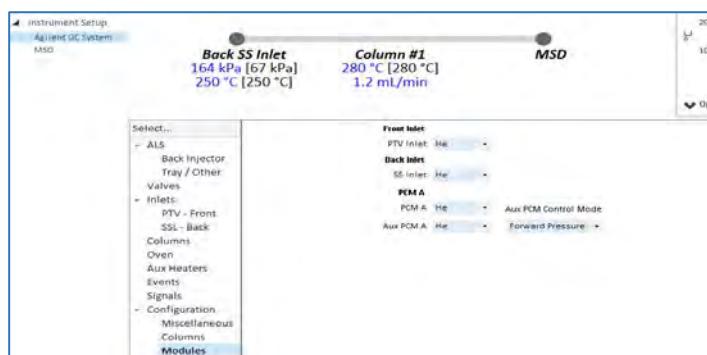
Columns



Columns

Die Daten werden automatisch vom System übertragen.

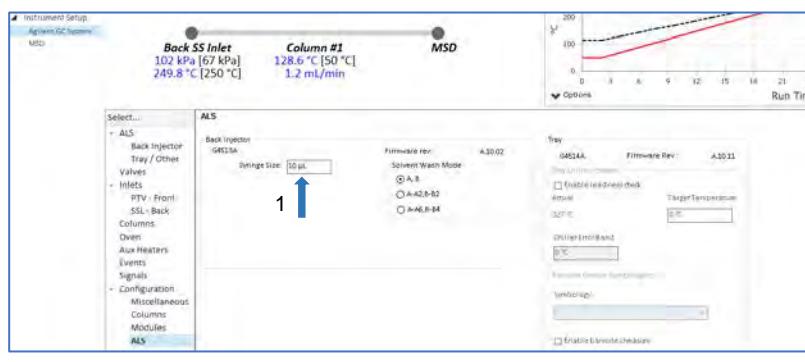
Modules



Modules

Die Daten werden automatisch vom System übertragen.

ALS



ALS

Unter 1 wird das Volumen der Spritze definiert.

Solvent Wash Mode
Hier wird definiert aus welchen Vials gespült werden soll.

Counters

Counters

Hierunter können Counter für die einzelnen Module des Systems festgelegt werden. Diese werden in der Regel deaktiviert.

Readiness

Readiness

Hier wird festgelegt welche Module auf Einsatzbereitschaft überprüft werden sollen. Es ist darauf zu achten, dass nur die Module angehakt sind, die für die entsprechende Methode relevant sind.

GC Calculator

GC Calculator

Hier werden von Agilent verschiedene Calculatoren zur Verfügung gestellt. Hierbei handelt es sich um zusätzliche Informationen, die für die eigentliche Methode nicht relevant sind.

5.2 Massenselektiver Detektor

In diesem Abschnitt wird beispielhaft die Erstellung der MS Instrumentenmethode beschrieben.

Method_Aquisition

Unter **Tune File** kann der verwendete Tune File geändert werden. Wenn hier nichts verändert wird, ist immer der zuletzt gespeicherte Tune File hinterlegt.

Unter **Detector Settings** wird die **Run time**, der **Solvent delay**, **Electron multiplier (EM) mode** und der **Aquisition type** festgelegt.

Wenn bei **Run time** der Haken entfernt wird, wird automatisch die **Run time** des GC's übernommen.

Der **Solvent delay** soll so gewählt werden, dass das Lösungsmittel ausgebendet wird.

Der **Electron multiplier mode** sollte auf **Delta EM Volts** (0) eingestellt werden. Bei dieser Einstellung, werden die **EM Volts** aus dem Tune Report unverändert übernommen.

Der **Aquisition type** muss bei einer Identität auf **Scan** eingestellt sein. Für Quantifizierungen kann der Type auf **SIM** geändert werden. In diesem Fall wird die Messung nur mit ausgewählten Massen durchgeführt. Diese können in der **SIM Table** definiert werden.

Method_Chromatograms

- Method
 - Acquisition
 - Chromatograms**
 - Timed Events
- Tune
 - Autotune
 - Advanced Autotune
 - Custom Tune
- Manual Tune
 - Parameters
 - Acquisition
- Maintenance
 - Vent/Pump Down
 - Bakeout
 - Purge Cal Valve
 - Service

Real Time Plots

Total ion chromatogram

Display

Base peak chromatogram

Display

Extracted Ion Chromatogram



Chromatograms
Die Einstellung sind voreingestellt und werden in der Regel nicht verändert.

Method_Timed Events

- Method
 - Acquisition
 - Chromatograms
 - Timed Events**
- Tune
 - Autotune
 - Advanced Autotune
 - Custom Tune
- Manual Tune
 - Parameters
 - Acquisition
- Maintenance
 - Vent/Pump Down
 - Bakeout
 - Purge Cal Valve
 - Service

Timed Events

Start time (min)	Type	Value
0	El calibration valve on	
	El calibration valve on	
	El calibration valve off	
	Cl calibration valve on	
	Cl calibration valve off	
	MS on	
	MS off	
	Delta EM volts	
	MS source temperature	

Events

Hier können zu bestimmten Zeiten verschiedene Detektor Events eingetragen werden.

Tune_Autotune

Autotune Options

- Quick tune
- Tune from default settings

Reports

- Print report
- View Report**

Autotune the instrument

Autotune
Hier wird der wöchentlichen **Autotune** durchgeführt.

Nach anklicken des Icons in Bild 2 wird der Autotune automatisch durchgeführt. Nach Abschluss des Tunes wird der Tune Report als PDF angezeigt. Dieser wird unter dem folgenden Pfad abgespeichert.

F:\TD\Gadgets\AC\Gerät e GC\GC-MS

Jeweils unter dem getesteten Gerät.

Tune_Manual Tune

Parameters

Ion polarity	Pos	Mass axis gain	-759
Emission (μ A)	35	Mass axis offset	-37
Electron energy (eV)	70.0	Width gain	1913
Filament	1	Width offset	122.33
Repeller (V)	27.94	Width 219	-0.027
Ion focus (V)	90.0	DC polarity	Pos
Entrance lens (V)	25.4	HED enable	On
Ent lens offset	19.80	EM volts (V)	1411
Source temperature ($^{\circ}$ C)	230	Quad temperature ($^{\circ}$ C)	150

Actuals

Source temperature ($^{\circ}$ C)	230	Quad temperature ($^{\circ}$ C)	150
Turbo speed (%)	100.0	Quad manifold (Torr)	6.8E-06

Paramter

Unter **Source temperature** kann die Temperatur der Quelle eingestellt werden.

Unter **Quad temperature** kann die Quellen Temperatur eingestellt werden.

Die anderen Eingabefelder werden durch den Autotune generiert und sollten nicht verändert werden.

Parameters

Ion polarity	Pos
Emission (μ A)	35

Für den Scan von einzelnen Massen wie z.B. O₂; N₂ und CO₂. muss der **Aquisition type** auf **Profile** eingestellt werden.

Tune_Manual Tune

Method
 Acquisition
 Chromatograms
 Timed Events

Tune
 Autotune
 Advanced Autotune
 Custom Tune

Manual Tune
 Parameters
Acquisition

Maintenance
 Vent/Pump Down
 Bakeout
 Purge Cal Valve
 Service

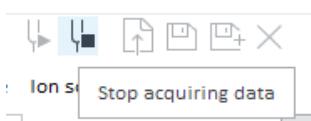
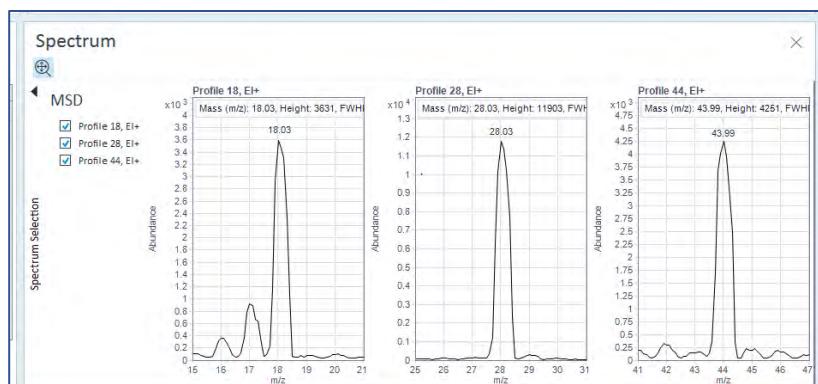
Profile Parameters

Mass 1 (m/z)	18
Mass 2 (m/z)	28
Mass 3 (m/z)	44
Window +/- (m/z)	3
Speed	781 [N=3]
Averages	3
Step size (m/z)	0.1

Acquisition type: Profile
 Open cal valve
 MS On
 MS Off

Manual Tune_Aquisition

Hier können unter **Mass 1-3** die gesuchten Massen eingetragen werden. Um die Aufnahme der Massen zu starten muss auf das Icon mit der Stimmgabel geklickt werden. Die Aufnahme der Spektren kann über Status verfolgt werden.



Status Fenster

Die Aufnahme wird über **Stop Aquiring data** gestoppt.

Maintenance_Vent/Pump Down

Method
 Acquisition
 Chromatograms
 Timed Events

Tune
 Autotune
 Advanced Autotune
 Custom Tune

Manual Tune
 Parameters
 Acquisition

Maintenance
Vent/Pump Down

Vent

Status	Ready
Instrument state	On
Turbo pump	On
Start time	
Elapsed time	

	Actuals	Criteria
Turbo speed (%)	100.0	< 50
Source temperature (°C)	230	< 100
Quad temperature (°C)	150	< 100
Vent		

Vent/Pump Down
Hier kann das Vakuum System über **Vent** Belüftet und über **Pump Down** Entlüftet werden.

Maintenance_Bakeout_Purge Cal Valve_Service

Bakeout

Status	Ready
Start time	
Elapsed time	
Bake temperature	300
Final temperature	230
Actual value	230
Source temperature (°C)	300
Quad temperature (°C)	200
Bakeout time (hrs)	1.0
Equilibrium time (min)	10
Start	

Bakeout wird verwendet, wenn der MS Detektor verschmutzt ist. Mit diesem Programm wird die Quelle und der Quadrupol 2 Stunden bei hohen Temperaturen ausgeheizt.

Purge Cal Valve hier kann das PFTBA Vial gepurged werden.

Service wird in der Regel nur von Service Technikern verwendet.

5.3 Headspace

Headspace

G1888 Headspace (D)

Acquisition Method – Untitled

Instrument Setup

Oven	Setpoint: 60 °C	Actual: 60 °C
Loop	Setpoint: 110 °C	Actual: 110 °C
Transfer Line	Setpoint: 120 °C	Actual: 120 °C

Timing

Vial Equilibration	30 min
Vial Pressurization	0.5 min
Loop Fill	0.2 min
Loop Equilibration	0.05 min
Injection	2 min
GC Cycle	35 min

Pressure

Carrier	Expected Value: 0.0 psi	Actual: 11.2 psi
Vial	Expected Value: 0.0 psi	Actual: 14.7 psi

Other Settings

Shaking	High
Multiple Headspace Extraction	Off

Für die Headspace-einstellung muss auf den Reiter **G1888 Headspace** gewechselt werden.

Headspace

Temperature  <table border="1"><thead><tr><th></th><th>Setpoint</th><th>Actual</th></tr></thead><tbody><tr><td>Oven</td><td>60 °C</td><td>60 °C</td></tr><tr><td>Loop</td><td>110 °C</td><td>110 °C</td></tr><tr><td>Transfer Line</td><td>120 °C</td><td>120 °C</td></tr></tbody></table>		Setpoint	Actual	Oven	60 °C	60 °C	Loop	110 °C	110 °C	Transfer Line	120 °C	120 °C	Unter Temperatur wird die Oven , Loop und Transfer Line Temperatur entsprechend der Methode definiert.		
	Setpoint	Actual													
Oven	60 °C	60 °C													
Loop	110 °C	110 °C													
Transfer Line	120 °C	120 °C													
Timing  <table border="1"><thead><tr><th></th><th>Setpoint</th></tr></thead><tbody><tr><td>Vial Equilibration</td><td>30 min</td></tr><tr><td>Vial Pressurization</td><td>0.5 min</td></tr><tr><td>Loop Fill</td><td>0.3 min</td></tr><tr><td>Loop Equilibration</td><td>0.05 min</td></tr><tr><td>Injection</td><td>2 min</td></tr><tr><td>GC Cycle</td><td>35 min</td></tr></tbody></table>		Setpoint	Vial Equilibration	30 min	Vial Pressurization	0.5 min	Loop Fill	0.3 min	Loop Equilibration	0.05 min	Injection	2 min	GC Cycle	35 min	Unter Timing werden gemäß der produktspezifischen Methode die Zeitpunkte für die Injektion eingetragen.
	Setpoint														
Vial Equilibration	30 min														
Vial Pressurization	0.5 min														
Loop Fill	0.3 min														
Loop Equilibration	0.05 min														
Injection	2 min														
GC Cycle	35 min														
Pressure  <table border="1"><thead><tr><th></th><th>Expected Value</th><th>Actual</th></tr></thead><tbody><tr><td>Carrier</td><td>9.9 psi</td><td>11.2 psi</td></tr><tr><td>Vial</td><td>14.5 psi</td><td>14.7 psi</td></tr></tbody></table>		Expected Value	Actual	Carrier	9.9 psi	11.2 psi	Vial	14.5 psi	14.7 psi	Gemäß der produktspezifischen Methode wird hier der Carrier Pressure und der Vial Pressure definiert.					
	Expected Value	Actual													
Carrier	9.9 psi	11.2 psi													
Vial	14.5 psi	14.7 psi													
Other Settings  <table border="1"><tbody><tr><td>Shaking</td><td>High</td></tr><tr><td>Multiple Headspace Extraction</td><td>Off</td></tr><tr><td colspan="2"><input type="button" value="Method Assist"/></td></tr></tbody></table>	Shaking	High	Multiple Headspace Extraction	Off	<input type="button" value="Method Assist"/>		Gemäß der produktspezifischen Methode wird hier unter Shaking der Grad des Schüttlers definiert. Zudem kann hier die Multiple Headspace Extraction definiert werden.								
Shaking	High														
Multiple Headspace Extraction	Off														
<input type="button" value="Method Assist"/>															

5.4 Weiter Einstellungen

5.4.1 Close Connection

The screenshot shows the 'DEAC-IN-01200 - Control Panel' window. In the top navigation bar, there is a 'Actions' menu with several icons. The 'Close Connection' icon, which looks like two crossed lines forming a circle, is highlighted. To its right, there are other icons for 'Edit Instrument', 'Delete Instrument', 'Refresh All', 'Privileges Properties', 'Lock Instrument', 'Create Shortcut', 'Configure Instrument', and 'Copy to Clipboard'. Below the menu, there's a main panel titled 'DEAC-IN-01200' showing 'Instrument Idle' status. On the left, there's a sidebar with a tree view under 'Instruments' showing nodes for 'Instruments', 'AD', and specific instrument IDs like 'DEAC-IN-00267', 'DEAC-IN-01200', and 'DEAC-IN-01346'. At the bottom of the sidebar, there's a section for 'Qualifizierung & Wartung der'.

Bevor Reparaturen, Qualifizierungen/ Wartungen vorgenommen werden können oder das Gerät ausgeschaltet werden kann, muss immer ein **Close Connection** durchgeführt werden.

6 Querverweise

6.1 Querverweise auf prozedurale Dokumente

-/-

6.2 Gesetzliche Verweise

-/-

6.3 Andere Verweise

-/-.

7 Anlagen

-/-

8 Historienindex

Version/ Dokumenten- Nr.	Grund der Änderung	Gültig ab
01	Neuerstellung	Siehe Deckblatt

-/-