



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

Regulierungsbereich(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 Öztürkcine

Unterschrift

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

08 JAN 2019

Datum

M. Finkam


Unterschrift

*Fi 14.1.19
Stempel falsch*

Inhaltsverzeichnis

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

-/-

	HQ-AC-133-D033-01	Seite 2 von 18
---	-------------------	-------------------

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


	HQ-AC-133-D033-01	Seite 4 von 18
---	-------------------	-------------------

Beteiligte Rolle	Verantwortlichkeit
	<ul style="list-style-type: none"> • die Bereitstellung 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.


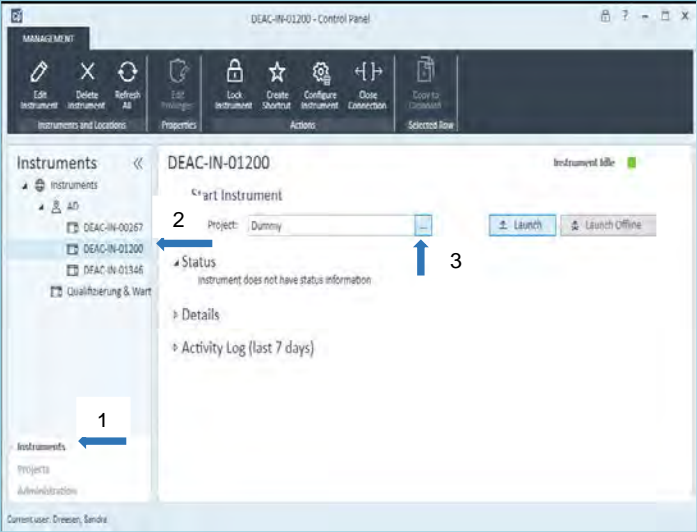
Begriff	Definition/Erläuterung
CDS	Chromatographiedatensystem
DSM	Data Sample Management
GC	Gas Chromatography
S/SL	Split/Splitless
EPC	Electronic Pressure Control

	HQ-AC-133-D033-01	Seite 5 von 18
---	-------------------	-------------------

5 Durchführung

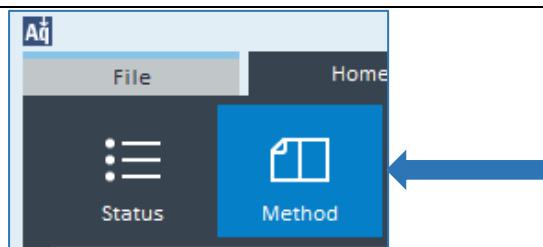
5.1 Aquisition Methode

In diesem Abschnitt wird beispielhaft die Erstellung einer Instrumentenmethode beschrieben.

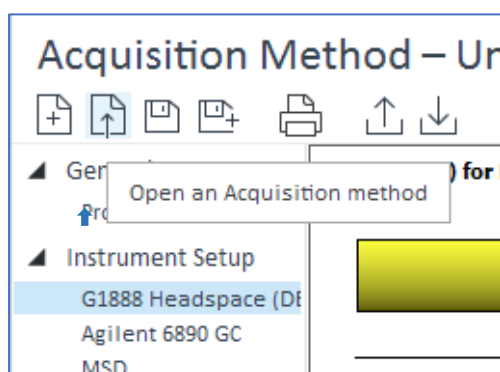
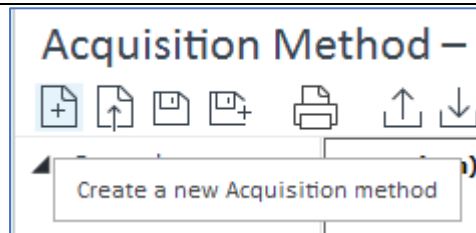
	<p>Öffnen Sie den OpenLab Control Panel und melden sie sich mit dem Windows Anmeldedaten an. Klicken Sie auf OK.</p>
	<p>Klicken Sie auf den Reiter Instruments (1). Unter dem Reiter AD öffnen sich alle zur Verfügung stehenden Instrumente. Wählen Sie das gewünschte Instrument (2) aus. Auf der rechten 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 Acquisition method**“ aus oder wählen Sie als Vorlage eine bereits existierende Methode über **Open an Acquisition method**.

ALS_Injector

Instrument Setup
Agilent GC System
MSD

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

Column #1
50 °C [40 °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
 - ALS
- Counters
- Readiness
- GC Calculators

Back Injector

Injection
Syringe Size: 10 µL

Injection Volume: 1 µL

Washes and Pumps

	Preinj	Postinj	Volume (µL)
Solvent A Washes:	1	1	Max
Solvent B Washes:	1	1	Max
Sample Washes:	1		Max
Sample Pumps:	2		

Dwell Time
Pre-Injection: 0 min
Post-Injection: 0 min

Sample Depth
☐ Enable 0 mm

Plunger Speed (Variable)
☐ Fast ☐ Slow ☒ Variable

	Draw	Dispense
Solvent Wash	300 µL/min	6000 µL/min
Sample Wash	300 µL/min	6000 µL/min
Inject		6000 µL/min

Viscosity Delay: 0 sec

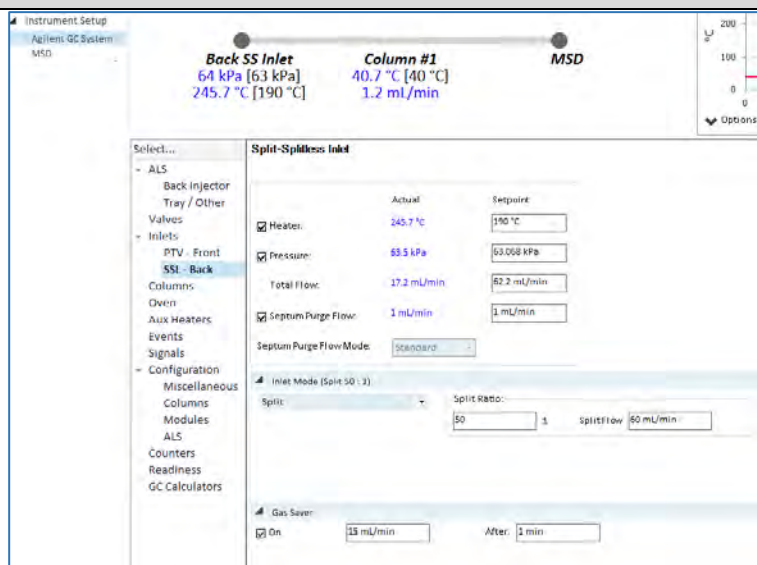
Injection Type
Standard

L1 air gap: 0.2 µL
L2 volume: 1 µL
L2 air gap: 0.2 µL
L3 volume: 1 µL
L3 air gap: 0.2 µL

L1

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

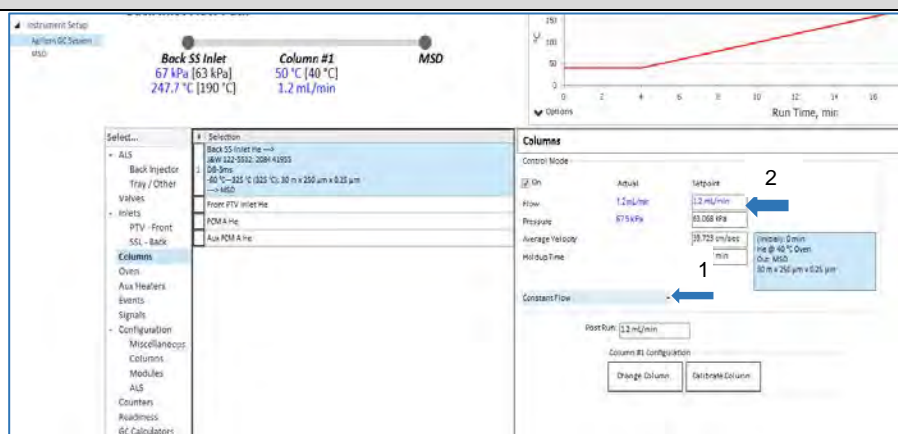
Inlets



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

Oven

Unter **Oven** wird das Temperaturprogramm definiert.

Die **Maximum Oven Temperature** und die **maximale Säulentemperatur** dürfen im Temperaturprogramm nicht überschritten werden.

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

Aux Heaters

Aux Heaters

Hierunter wird die Temperatur der MSD Transfer Line definiert.

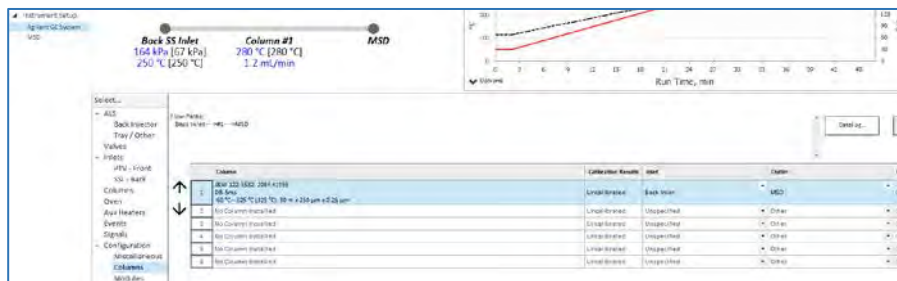
Signal

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.

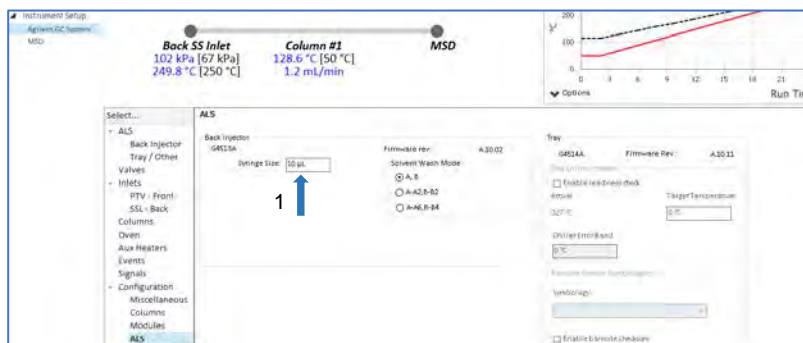
Modules



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

Acquisition Method – AC_1296_1200_Methode1.amx

General
Method
 Acquisition
 Chromatograms
 Time Events
Tune
 Autotune
 Advanced Autotune
 Custom Tune
 Manual Tune
 Parameters
 Acquisition
Maintenance
 Vent/Pump Down
 Bakeout
 Purge Gas Valve
 Service

Tune File
 Tune file: atune
 Tune type: T1
 Tune EM volts: 1411

Detector Settings
☒ Run time (min): 47.0
 Solvent delay (min): 3.0
☐ Trace ion detection
 Electron multiplier (EM) mode: Delta EM volts
 Delta EM volts: 0
 Applied EM volts: 1411
☐ EM saver
 Limit: Sum (limit, 1.0) (default)

Time Segments
 Scan Time Segments

Time (min)	Start mass (m/z)	End mass (m/z)	Threshold	Scan speed	Frequency (scan/s)	Cycle time (ms)	Stop size (m/z)
3	50	550	150	1,562 (N=2)	2.92	342.65	0.1

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 Hacken entfernt wird, wird automatisch die **Run time** des GC's übernommen.

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

Tune File
 Tune file: atune
 Tune type: T1
 Tune EM volts: 1411

Detector Settings
☒ Run time (min): 35.0
 Solvent delay (min): 3.0
☐ Trace ion detection
 Electron multiplier (EM) mode: Delta EM volts
 Delta EM volts: 0
 Applied EM volts: 1411
☐ EM saver
 Limit: Sum (limit, 1.0) (default)

Time Segments
 Scan Time Segments

Time (min)	Compound group	Ion count	Dwell (ms)	Cycle time (ms)	Resolution	Delta EM volts	Applied EM volts
3	Group 1	2	200	4.32	Low		1411

SIM Table

Compound name	Mass (m/z)	Dwell (ms)	Plot ion
Quatifier	44	100	<input checked="" type="checkbox"/>
DMA	87	100	<input checked="" type="checkbox"/>

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



Label	Mass or mass range (m/z)
-------	--------------------------

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

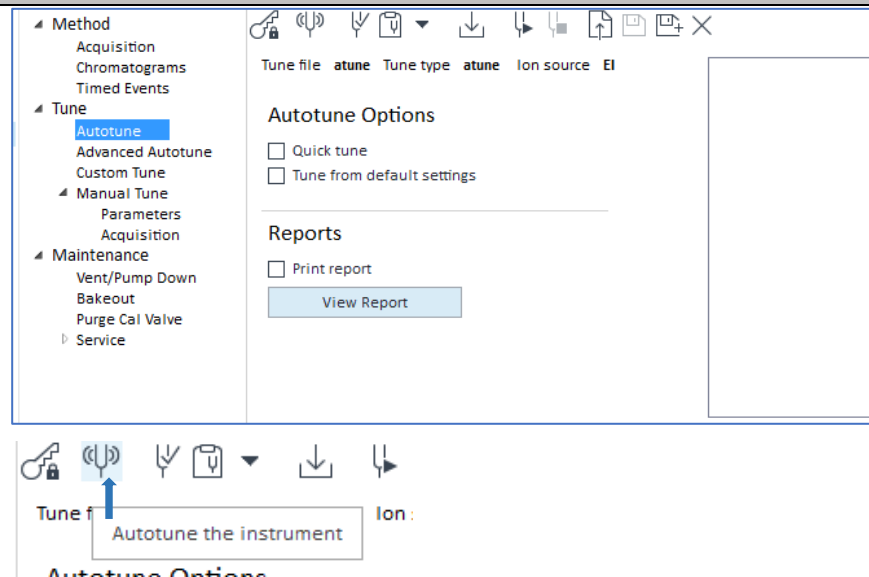


	Start time (min)	Type	Value
▶	0	<div> <div>El calibration valve on</div> <div> <div>El calibration valve on</div> <div>El calibration valve off</div> <div>Cl calibration valve on</div> <div>Cl calibration valve off</div> <div>MS on</div> <div>MS off</div> <div>Delta EM volts</div> <div>MS source temperature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

Events

Hier können zu bestimmten Zeiten verschiedene Detektor Events eingetragen werden.

Tune_Autotune



Autotune

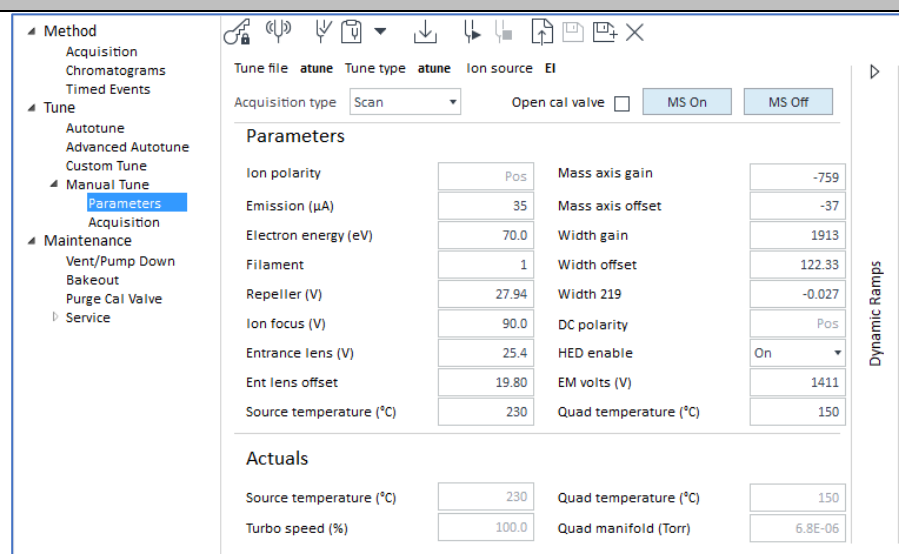
Hier wird der wöchentlichen **Autotune** durchgeführt.

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\Geräte GC\GC-MS

Jeweils unter dem getesteten Gerät.

Tune_Manual Tune

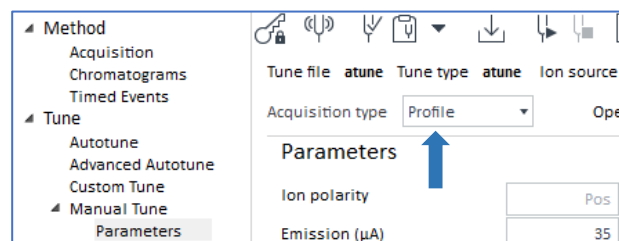


Paramter

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

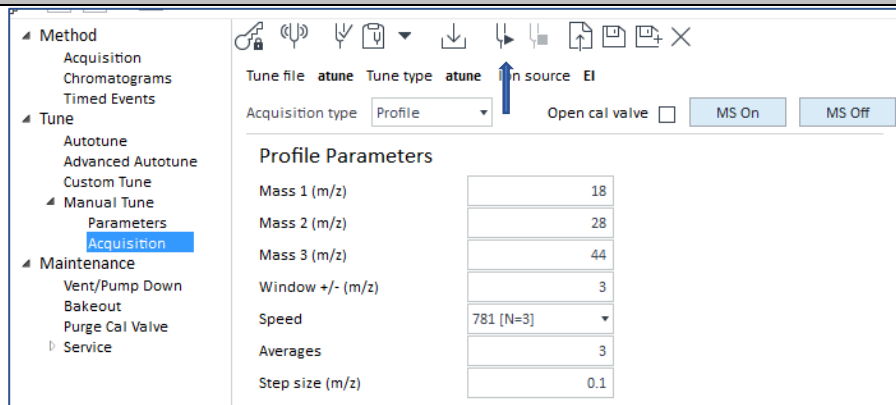
Unter **Quad temperature** kann die Quellen Temperatur eingestellt werden.

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



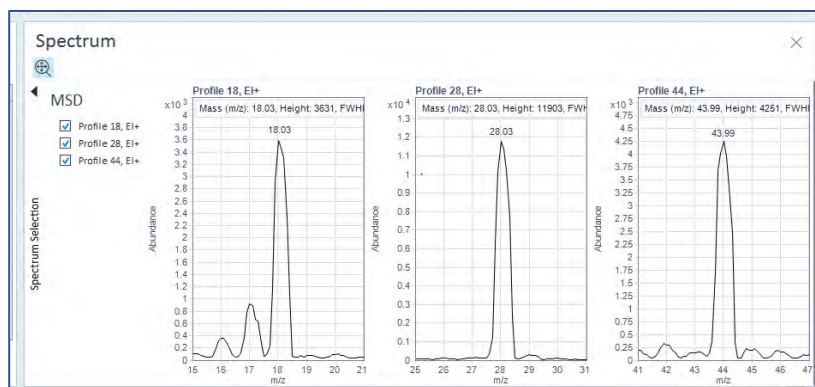
Für den Scan von einzelnen Massen wie z.B. O₂; N₂ und CO₂. muss der **Aquisition type** auf **Profile** eingestellt werden.

Tune_Manual Tune



Manual Tune_Aquisition

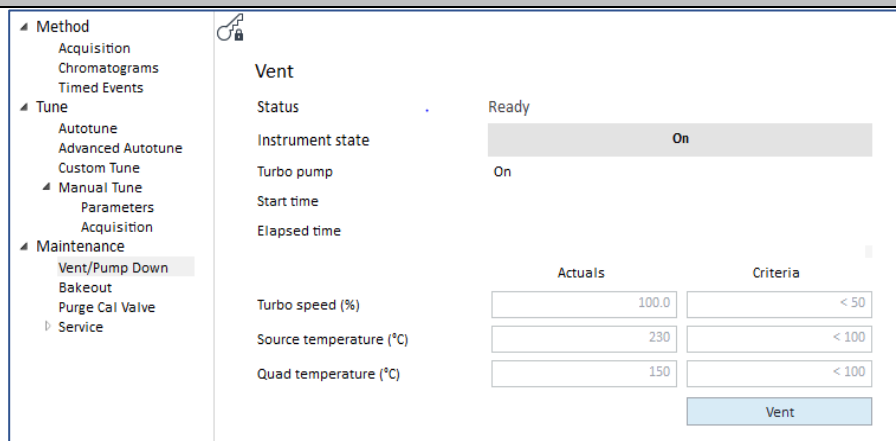
Hier können unter **Mass 1-3** die gesuchten Massen eingetragen werden. Um die Aufnahme der Massen zu starten muss auf das Icon mit der Stimmgabel geklickt werden. Die Aufnahme der Spektren kann über Status verfolgt werden.



Status Fenster

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

Maintenance_Vent/Pump Down



Vent/Pump Down

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

Maintenance_Bakeout_Purge Cal Valve_Service

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

Bakeout

Ready

Status

Start time

Elapsed time

	Bake temperature	Final temperature	Actual value
Source temperature (°C)	300	230	230
Quad temperature (°C)	200	150	150
Bakeout time (hrs)	1.0		0h 0m 0s
Equilibrium time (min)	10		0h 0m 0s

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

File

Home

Control

GC Plugins

DEAC

DE German (Germany)

Status

Method

Single Sample

Sequence

Layouts

Copy

Delete

Reset

Activity Log

Instrument Status

Run Queue

Online Signals

Spectrum

Status

Windows

Acquisition Method – Untitled

Create a new Acquisition method

Instrument Setup

G1808 Headspace (G)

Agilent 8890 GC

MSD

Temperature

	Setpoint	Actual
<input checked="" type="checkbox"/> Oven	60 °C	60 °C
<input checked="" type="checkbox"/> Loop	110 °C	110 °C
<input checked="" type="checkbox"/> Transfer Line	120 °C	120 °C

Pressure

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

Timing

	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

Other Settings

Shaking

High

Multiple Headspace Extraction

Off

Method Assist

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

Headspace

Temperature

☒ Oven

Setpoint

60 °C

Actual

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.

Timing

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.

Pressure

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.

Other Settings

Shaking

High


Multiple Headspace Extraction

Off

Method Assist

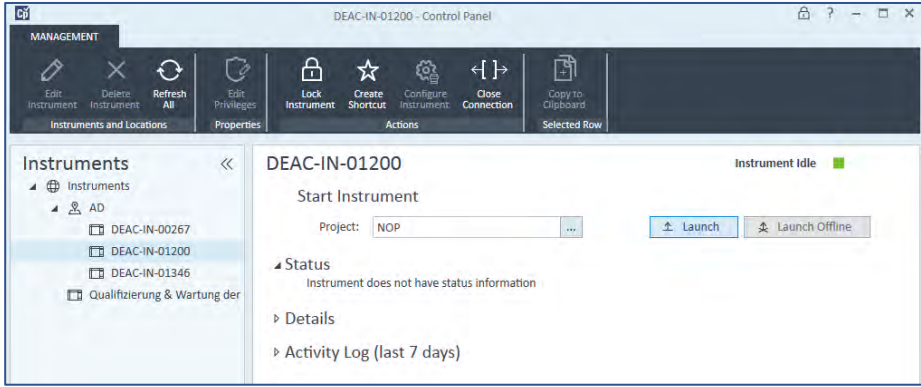
Gemäß der produktspezifischen Methode wird hier unter **Shaking** der Grad des Schüttlers definiert.

Zudem kann hier die **Multiple Headspace Extraction** definiert werden.

	HQ-AC-133-D033-01	Seite 18 von 18
---	-------------------	--------------------

5.4 Weiter Einstellungen

5.4.1 Close Connection



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

-/-