

Reimpressão do pôster

ASMS 2019

ThP349

Tornando a análise de espectrometria de massas fácil e automatizada utilizando o software de acesso aberto MassHunter WalkUp

Kyle Covert, Robert Ley

Agilent Technologies Inc., Santa Clara, CA

Introdução

A síntese de um ingrediente farmacêutico ativo (API) requer muitas etapas de reação monitoradas. Cada etapa deve ser testada quanto à pureza e rendimento gerais para assegurar que uma trajetória sintética confiável e econômica seja estabelecida. Obter resultados rápidos é fundamental para determinar as decisões apropriadas para a próxima etapa. O mesmo pode ser dito para a descoberta de drogas, o desenvolvimento de processos e o controle de qualidade, onde o acesso rápido a resultados analíticos leva a decisões mais rápidas, além de economizar tempo e dinheiro. A melhor maneira de atender a essas necessidades é com um instrumento analítico de acesso aberto que seja fácil de usar ao mesmo tempo em que fornece resultados rápidos e de alta qualidade. O LC/MSD iQ Agilent InfinityLab com o software MassHunter WalkUp oferece essa solução.

Em um sistema de acesso aberto, existem dois tipos de usuários: o administrador e o remetente. O administrador é o especialista que gerencia o sistema. Eles criam os métodos que os usuários utilizam para analisar suas amostras. O sistema pode ser "protegido" para que o usuário interaja apenas com as telas de envio de amostra (Figura 1).

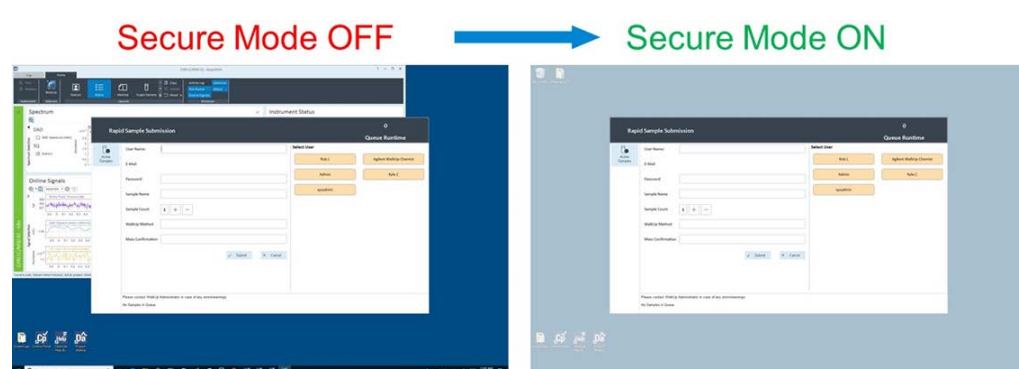


Figura 1. Recurso modo de segurança do WalkUp

- Com o *Modo de segurança* desativado, um emissor pode acessar o OpenLab CDS e outros programas no computador.
- Com o *Modo de segurança* ativado, o emissor está restrito apenas ao envio de amostra do Walkup. Todos os outros programas e comandos do sistema operacional estão bloqueados.

O emissor não precisa ter nenhum conhecimento sobre o Agilent OpenLab CDS nem sobre como operar o instrumento. Com o WalkUp, um emissor pode simplesmente dirigir-se ao instrumento, enviar uma amostra e retornar à sua mesa para receber um relatório por e-mail com os resultados analíticos (Figura 2). Isso permite que os laboratórios reduzam os tempos de treinamento e melhorem a eficiência operacional.

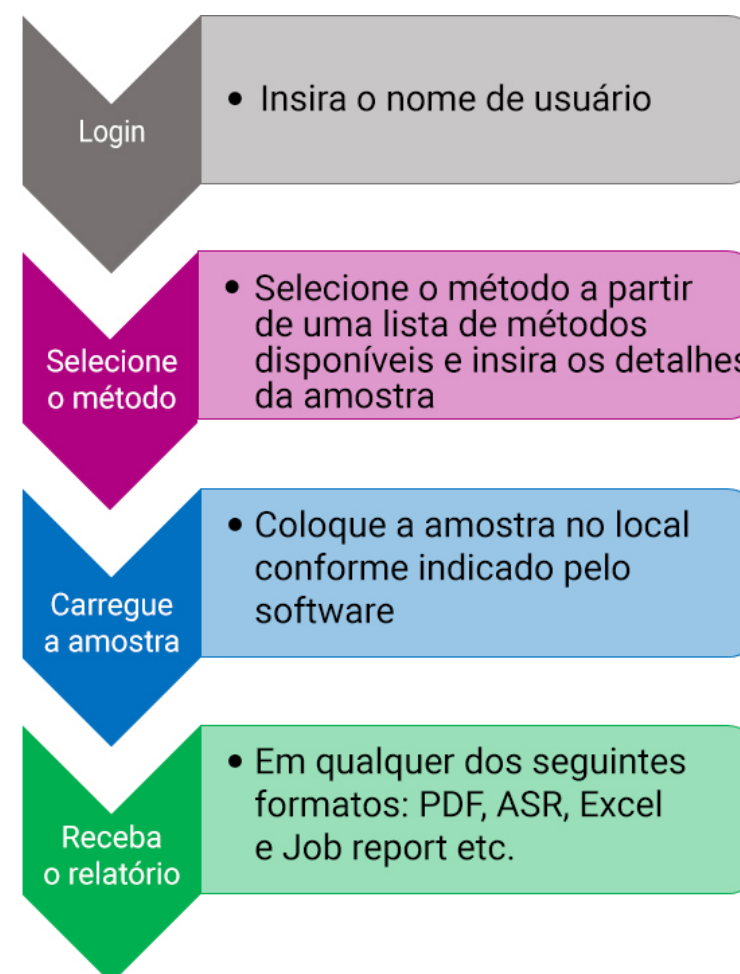


Figura 2. Fluxo de trabalho típico do usuário para o sistema LC/MSD iQ Agilent WalkUp.

Parte experimental

Instrumentação típica do WalkUp

O sistema LC/MSD iQ WalkUp Agilent InfinityLab consiste nos seguintes módulos:

- Agilent 1290 Infinity II Bomba de alta velocidade (G7120A)
- Agilent 1290 Infinity II Multisampler (G7167B) ou Agilent 1290 Infinity II Vialsampler (G7129B)
- Agilent 1290 Infinity II Termostato de múltiplas colunas (G7116B)
- Agilent 1290 Infinity II Detector de arranjo de diodos (G7117B)
- Agilent LC/MSD iQ (G6160AA)

Figura 3. LC/MSD iQ Agilent com uma pilha de HPLC Prime InfinityLab II

Fácil envio de amostras para usuários de qualquer histórico

Existem duas maneiras de enviar amostras, dependendo do uso pretendido do sistema WalkUp pelo laboratório. O *envio rápido de amostras* é especificamente projetado para ser usado em trabalhos de *Pureza de amostra* ou *Confirmação de massa-alvo* (Figura 4). Como alternativa, o *envio de amostra clássico* é usado em trabalhos mais complexos que exigem vários métodos ou para a coleta de frações baseada em massa (Figura 5). É necessário que os emissores sigam as mesmas etapas em ambos os trabalhos de envio da amostra:

- Identificar-se no sistema WalkUp e inserir uma senha opcional
- Inserir informações simples da amostra
- Escolher a partir de uma lista de métodos analíticos
- Inserir as massas alvo (opcional)
- Carregar a amostra no amostrador, conforme indicado pelo sistema
- Receber o relatório de resultados por e-mail

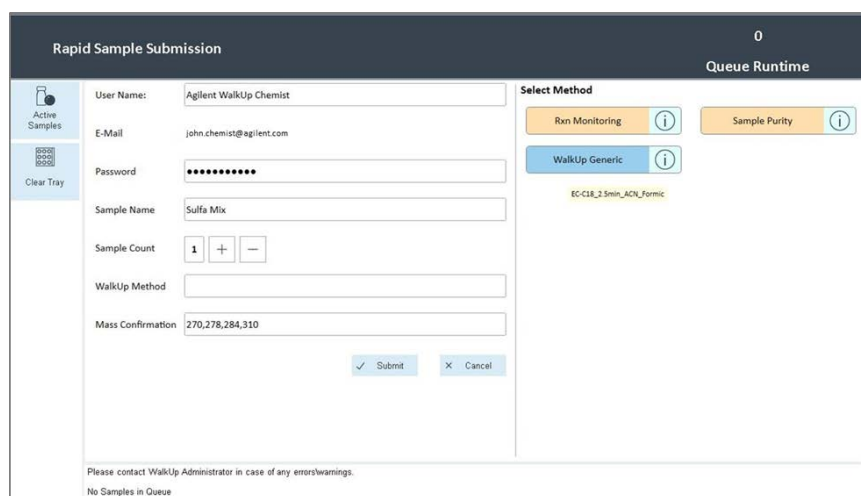


Figura 4. Envio rápido de amostras: todas as entradas são inseridas a partir desta única tela. O lado direito exibe os métodos disponíveis para os emissores e "botões" de seleção de método são oferecidos para o uso em tela touch.

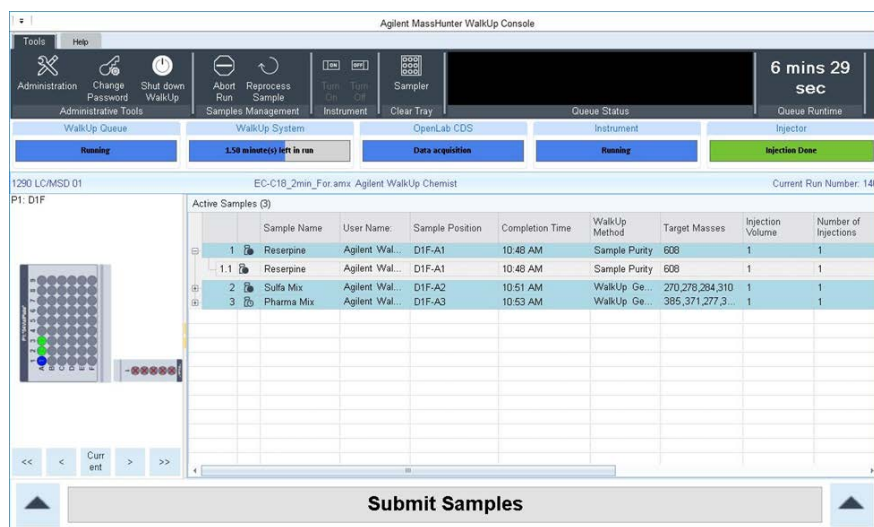


Figura 5. Envio de amostra clássico: É possível submeter múltiplas amostras de uma só vez com métodos específicos para cada uma delas. Uma fila de amostras ativas indica qual amostra está analisada no momento.

Vantagens e benefícios para Gerentes de laboratório

Para o administrador do sistema, alguns dos principais benefícios do WalkUp são:

- Funcionalidade de tela touch usando o Envio rápido de amostras
- Controle de privilégios de grupos e usuários (Fig. 6)
- Capacidade de importar listas de trabalho definidas com o Envio de amostra clássico
- Bandeja de amostra externa para envios de amostras ininterruptos
- Fila de amostras em tempo real e status do instrumento em laboratórios pequenos ou grandes
- Gerenciamento de múltiplos sistemas usando os serviços compartilhados do OpenLab CDS em grandes laboratórios
- Verificação da configuração do sistema após as alterações terem sido feitas
- Alertas por e-mail ou SMS quando ocorre um problema com o sistema

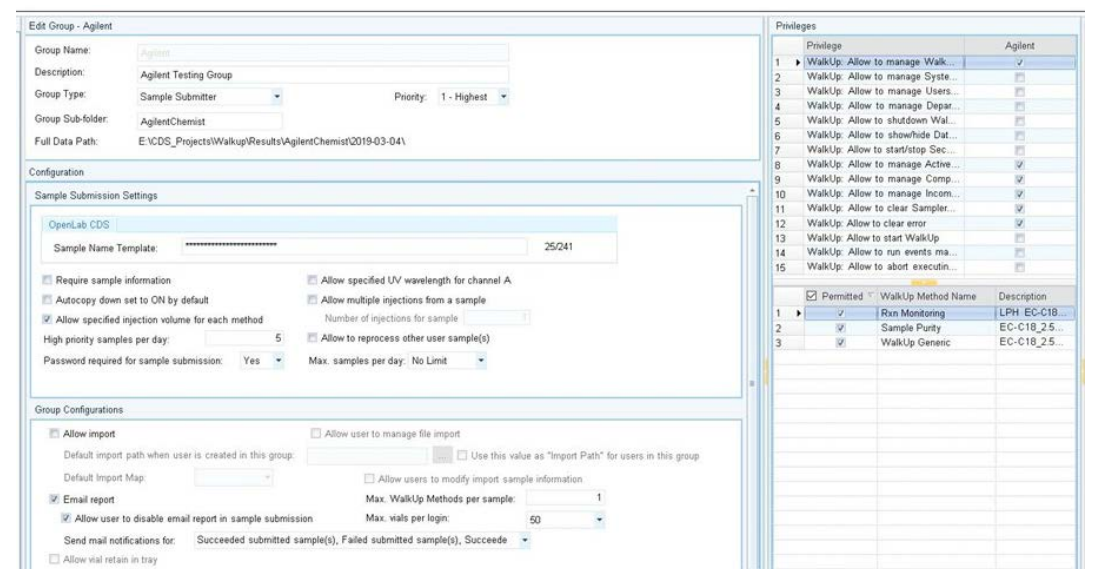


Figura 6. A guia de permissões do grupo contém uma lista de todos os grupos e seus usuários. Cada grupo pode receber um conjunto de privilégios e métodos para usar.

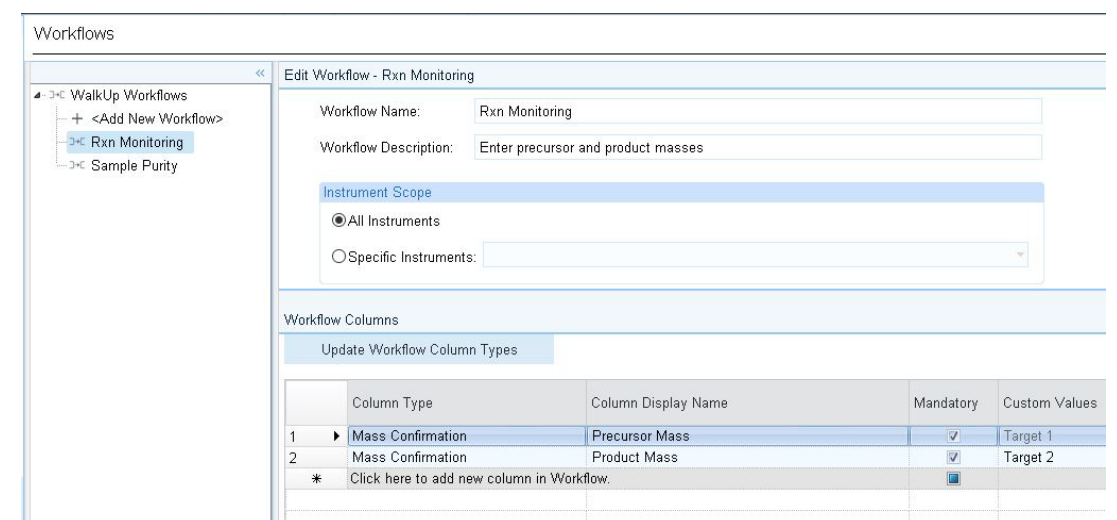


Figura 7. Um fluxo de trabalho para monitoramento de reações. Duas colunas são adicionadas à tela de envio de amostra para uma massa-alvo precursora e massas-alvo do produto.

Agendamento automático de eventos importantes do sistema

É possível agendar eventos chave com base no tempo (por ex., todos os dias, semanas, dias úteis) ou com base no envio de amostras (por ex., após uma placa estar concluída, após N corridas) (Figura 8). É possível selecionar qualquer número de métodos WalkUp. Os vials de amostra podem ser armazenados em posições de referência, que não são utilizadas pela fila de amostras. Alguns exemplos de eventos que podem ser feitos são:

- Correr padrões de referências ao longo do dia de trabalho
- Padrões de calibração para garantir que os valores relatados estejam no alvo
- Verificação da adequação do sistema para estabilidade do instrumento e da coluna
- Corridas em branco para verificar carryover ou contaminação
- Autotune agendado ou Checktune disponível com o LC/MSD iQ.

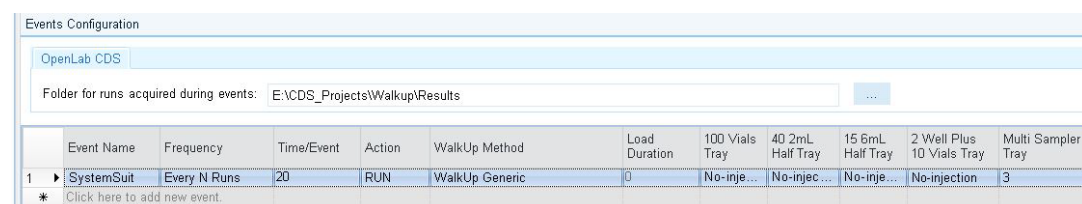


Figura 8. Tela de aquisição de dados do OL CDS.

Relatórios e dados enviados por e-mail diretamente para a caixa de entrada do emissor

Os dados adquiridos são processados automaticamente pelo método de análise de dados, que cria o relatório de análise de dados. O administrador, então, configura o que é enviado para o emissor (Figura 9). O emissor recebe o relatório criado pelo administrador diretamente em sua caixa de entrada (Figura 10).

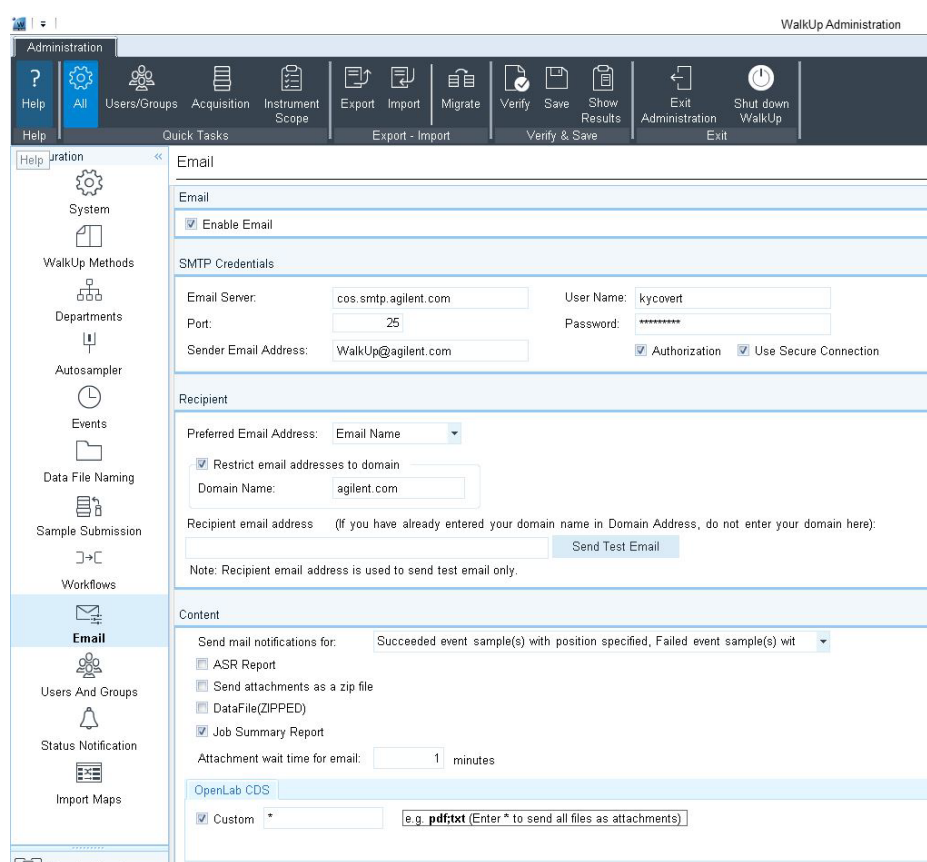


Figura 9. Arquivos de dados, relatórios de análise de dados e arquivos ASR podem ser enviados por e-mail aos usuários.

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

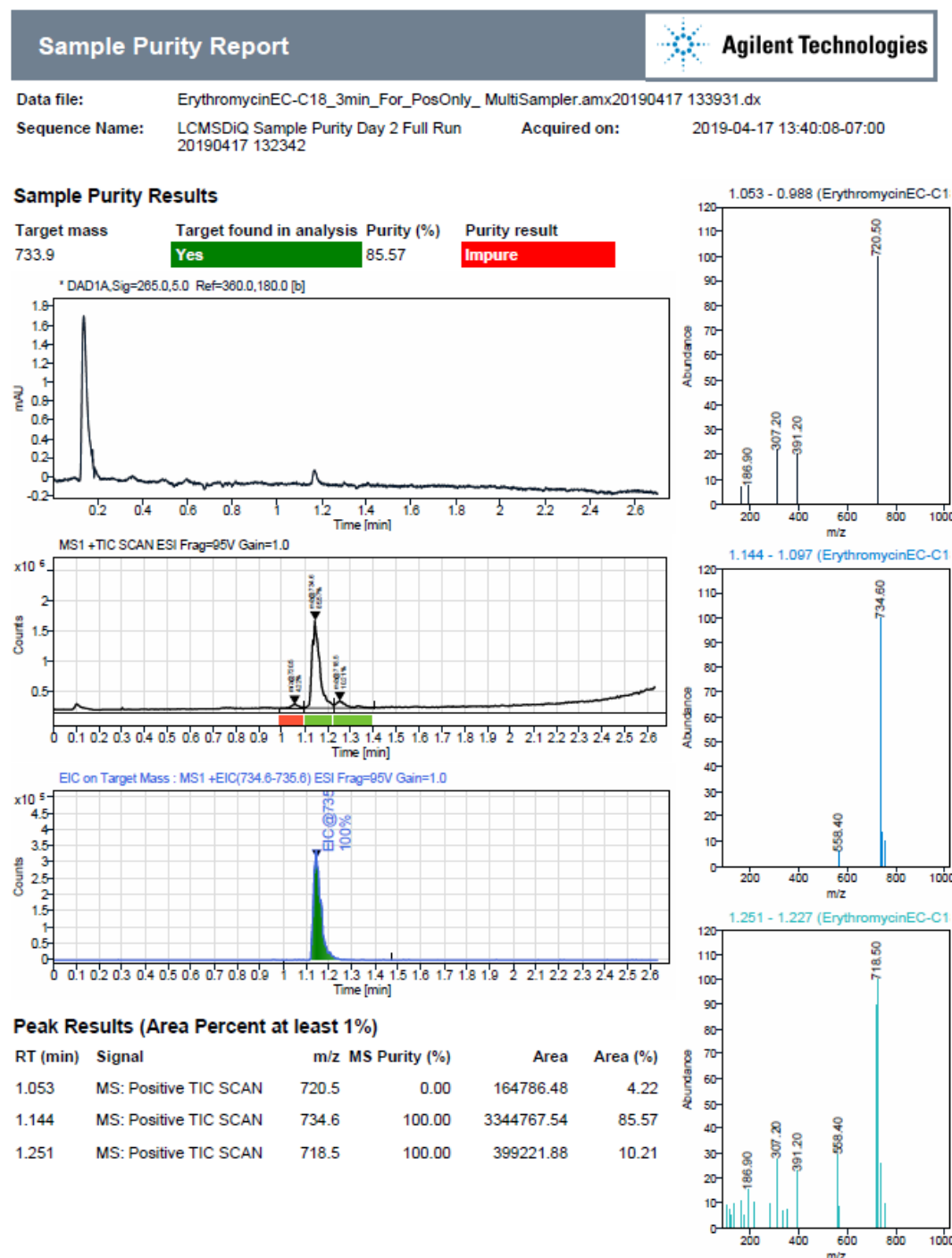


Figura 10. Um relatório WalkUp de pureza da amostra enviado por e-mail ao usuário mostra a pureza da amostra da massa-alvo m/z 733,9 (eritromicina) juntamente com o cromatograma UV e a corrente total de íons MS. As barras coloridas abaixo dos picos TIC mostram se o pico MS é puro (verde) ou impuro (vermelho).

Conclusões

- Com recursos de envio de amostras rápidos, flexíveis e intuitivos, combinados com opções flexíveis de geração de relatórios, o MassHunter WalkUp oferece uma experiência de acesso aberto fácil de trabalhar e rica em recursos para emissores e administradores.
- Combinado com o LC/MSD iQ InfinityLab, os emissores recebem informações de massa para identificações mais definitivas.
- Ferramentas administrativas sofisticadas permitem que um administrador de sistemas configure os trabalhos que podem ser executados praticamente sem a necessidade de treinamento.

Somente para uso em pesquisas. Não deve ser usado em procedimentos de diagnóstico.