



USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 1 de 14

USO DE DEL GCMS-SHIMADZU

ELABORADO POR	VERIFICADO POR	APROBADO POR
Nombre y Apellido: Lic. Laura Lezcano Lic. Alba Domínguez	Nombre y Apellido: Ing. Agr. Jadiyi Torales	Nombre y Apellido: Ing. Agr. Cesar Rivas
Cargo: Técnica LRPM Jefe de DLQ	Cargo: Directora de Laboratorios.	Cargo: Director General Técnico
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha: 24/03/2023	Fecha: 27/03/2023	Fecha: 03/04/2023



USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 2 de 14

1. OBJETIVO

Establecer los pasos a seguir para el uso del USO DE DEL GCMS-TQ8040 SHIMADZU

2. ALCANCE

Se aplica al USO DE DEL GCMS-TQ8040 SHIMADZU

3. SIGLAS Y DEFINICIONES

3.1 Siglas

- 3.1.1. **ITR** : Instructivo de trabajo
- 3.1.2. **DLQ** : Dirección de Laboratorios Químicos
- 3.1.3. **LRPM** : Laboratorio de Residuos de Plaguicidas y Micotoxinas
- 3.1.4. **UMEL** : Unidad de Mantenimiento de Equipos de Laboratorio.

3.2 Definiciones

- 3.2.1. **Instructivo (ITR):** son los documentos que describen las actividades paso a paso que se realizan en una etapa de un proceso y son complementarias a los procedimientos.
- 3.2.2. **Formularios (FOR):** son documentos con formato (físico o digital) preestablecido

4. RESPONSABILIDAD

El Departamento de Laboratorios Químicos y la Unidad de Mantenimiento de Equipos de Laboratorios son responsables del cumplimiento y aplicación del presente instructivo

5. ACTIVIDADES

5.1 MODO DE USO

5.1.1. Encendido del Sistema

El modo de encendido se aplica antes de cada uso y se realiza como se detalla a continuación

- 5.1.1.1. Encender todos los módulos del equipo con la perilla "ON".
- 5.1.1.2. Encender la computadora, esperar que en la pantalla aparezca el icono del programa "Lab Solutions ", luego escribir el nombre del usuario en "USER IDENTIFICATION" y por último escribir el "PASSWORD" correspondiente.



USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 3 de 14

- 5.1.1.3.** Cambiar el contenido de viales de lavado y purga, etiquetar en el rack del inyector
- 5.1.1.4.** Colocar la columna adecuada dentro del horno de acuerdo a la metodología a realizar o a desarrollar
- 5.1.1.5.** Abrir el gas Helio, purgar con la perilla posterior a la valvula de salida del gas antes de que ingrese al equipo.

5.1.2. Abrir el Programa GCMS Realtime

5.1.2.1. Creación del método en modo MRM

Paso 1: Adquisición de datos en modo Escaneo usando la muestra referencia (Q3 Scan)

Paso 2: Creación de tabla de compuestos y determinación de iones precursores

Paso 3: Creación de base de datos usando la función inteligente Smart Data Base

Paso 4: Creación / adquisición de datos en el modo de escaneo de iones del producto

Paso 5: Creando la secuencia de análisis usando la función

Paso 6: Determinación de transiciones y los respectivos valores de CE utilizando la función MRM Optimizacion Tool

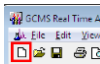
Paso 7: Creación / adquisición de datos en modo MRM

5.1.2.2. Adquisición de datos en el modo de escaneo usando la muestra de referencia (escaneo Q3)

- 1) Inicie el programa GCMS Real Time Analysis y haga clic en el icono de datos

adquisición  . Cree un nuevo archivo haciendo clic en New File. En la pestaña MS, al hacer clic en la columna Modo de adquisición, aparecerán todos los modos de análisis posibles. En este caso, seleccione Q3 Scan como modo de

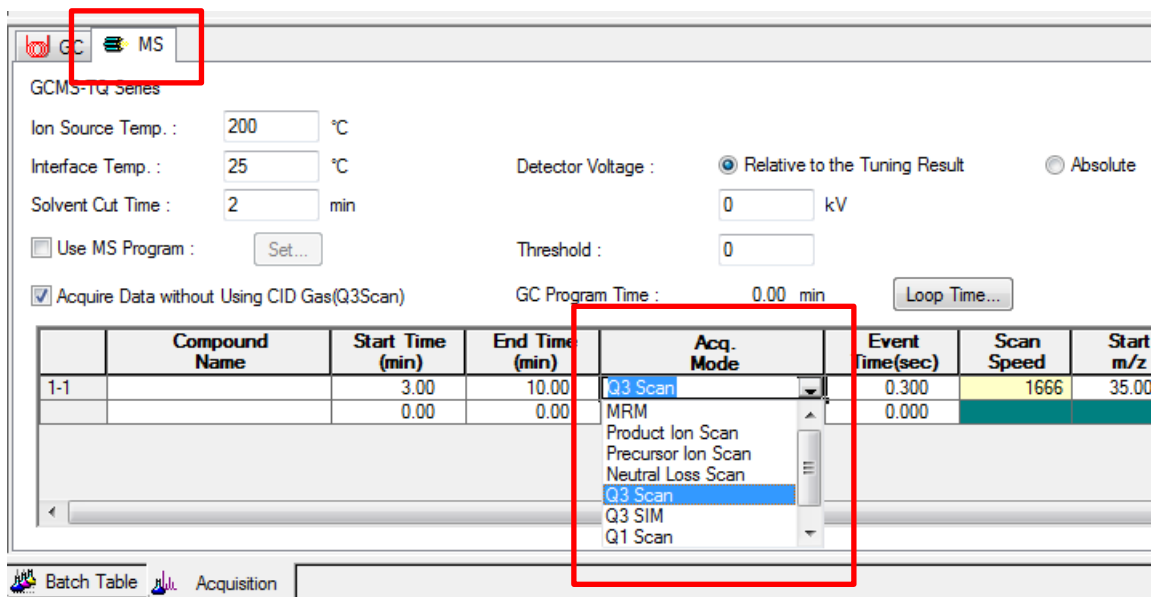
análisis y haga clic en Aceptar .





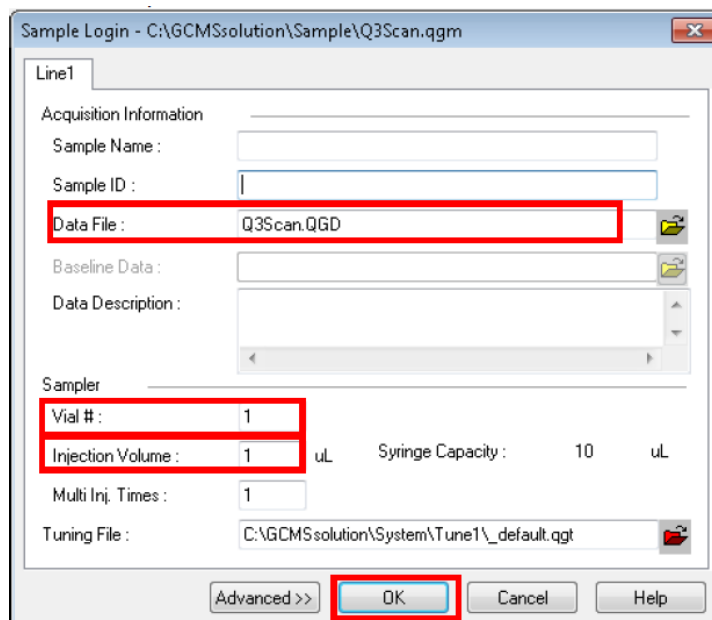
USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 4 de 14



- 2) Optimice el análisis en el modo de escaneo Q3 en relación con los parámetros cromatográficos (GC), espectrómetro de masas (MS) y automuestreador (si está acoplado al equipo). Guarde el método con el nombre de archivo deseado respectivo. Después de finalizar la optimización de todos los parámetros, vaya a Adquisición y haga clic en Descargar parámetros iniciales.
- 3) Prepare una mezcla del estándar, si corresponde, que se comparará en el método creado anteriormente, preferiblemente en el rango de concentración de 1 a 2 ppm. Para realizar este análisis, es preferible realizar un solo análisis, es decir, Sinle Run. Entonces, vaya a adquisición y haga clic en Sample Login. Al realizar este paso, se abrirá la siguiente ventana.





- 4) Agregue el nombre de la muestra, preferiblemente con el mismo nombre para Data File, seleccione la posición del vial, el volumen de inyección, inserte, si lo desea, cualquier información adicional en el campo Data Description. Finalmente, seleccione el archivo Tuning y haga clic en Aceptar.
- 5) Compruebe la posición del vial y / o insértelo en su posición real en el muestreador automático, haga clic en el icono Descargar para iniciar la adquisición de datos. 

5.1.2.3. Creación de tabla de compuestos y determinación de iones precursores

- 5.1.2.3.1. Para iniciar la determinación / elección de iones precursores, primero debe cerrar Real Time Analysis y luego abrir el archivo de datos adquirido en el programa CGMS Post Run Analysis.
- 5.1.2.3.2. Inicie el programa GCMS Post Run Analysis y, en la ventana Data Analysis, haga clic en el icono Abrir y elija el archivo generado previamente en el análisis en el modo Q3



USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 6 de 14

Scan.



5.1.2.3.3. Desde el asistente de la barra lateral, ubicado en el lado

izquierdo de la pantalla, haga clic en el icono Qualitative , 

haga clic en Integración máxima para todos TICs para la



integración de los picos  cualitativamente y, en

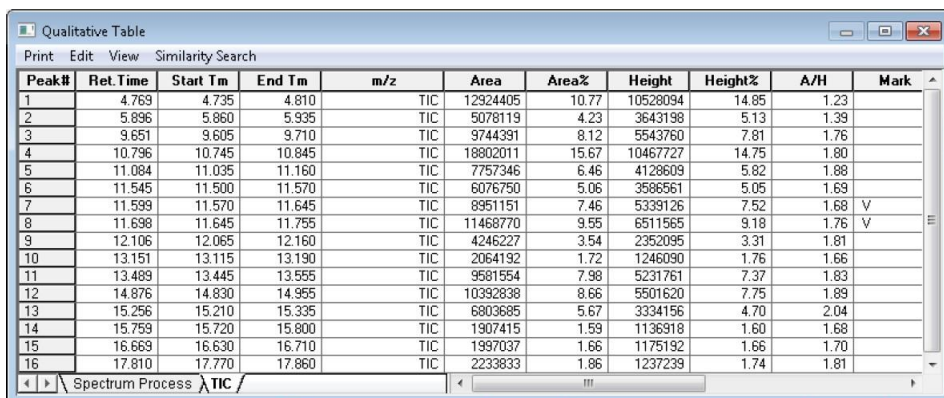
consecuencia, la detección de cada pico contenido en el patrón.

Cabe destacar que este paso se puede realizar de otras formas,

no es obligatorio, para ese propósito. Después de eso, haga clic

en el icono de

Qualitative Table para abrir una ventana que muestra todos los picos integrados en el TIC



Peak#	Ret.Time	Start Tm	End Tm	m/z	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark
1	4.769	4.735	4.810	TIC	12924405	10.77	10528094	14.85	1.23	
2	5.896	5.860	5.935	TIC	5078119	4.23	3643198	5.13	1.39	
3	9.651	9.605	9.710	TIC	9744391	8.12	5543760	7.81	1.76	
4	10.796	10.745	10.845	TIC	18802011	15.67	10467727	14.75	1.80	
5	11.084	11.035	11.160	TIC	7757346	6.46	4128609	5.82	1.88	
6	11.545	11.500	11.570	TIC	6076790	5.06	3986561	5.05	1.69	
7	11.599	11.570	11.645	TIC	8951151	7.46	5339126	7.52	1.68	V
8	11.698	11.645	11.755	TIC	11468770	9.55	6511565	9.18	1.76	V
9	12.106	12.065	12.160	TIC	4246227	3.54	2352095	3.31	1.81	
10	13.151	13.115	13.190	TIC	2064192	1.72	1246090	1.76	1.66	
11	13.489	13.445	13.555	TIC	9581554	7.98	5231761	7.37	1.83	
12	14.876	14.830	14.955	TIC	10392838	8.66	5501620	7.75	1.89	
13	15.256	15.210	15.335	TIC	6803685	5.67	3334156	4.70	2.04	
14	15.759	15.720	15.800	TIC	1907415	1.59	1136918	1.60	1.68	
15	16.669	16.630	16.710	TIC	1997037	1.66	1175192	1.66	1.70	
16	17.810	17.770	17.860	TIC	2233833	1.86	1237239	1.74	1.81	

5.1.2.3.4. A partir del análisis de la tabla TIC, verificar que se hayan

detectado todos los picos referentes a los compuestos de interés.

Al final de este paso, en la propia tabla cualitativa, haga clic en

Edit, seleccione la opción Select All, vuelva al menú Edit y

seleccione Register to Spectrum Process Table.

Peak	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark
1	12924405	10.77	10528034	14.85	1.23	
2	5078119	4.23	3643198	5.13	1.39	
3	9744391	8.12	5543760	7.81	1.76	
4	18802011	15.67	10467727	14.75	1.80	
5	7757346	6.46	4128609	5.82	1.88	
6	6076750	5.06	3588561	5.05	1.69	
7	8951151	7.46	5339126	7.52	1.68	V
8	11468770	9.55	6511565	9.18	1.76	V
9	4246227	3.54	2352035	3.31	1.81	
10	2064192	1.72	1246090	1.76	1.66	
11	9581554	7.98	5231761	7.37	1.83	
12	10392838	8.66	5501620	7.75	1.89	
13	6803685	5.67	3334156	4.70	2.04	
14	1907415	1.59	1136918	1.60	1.68	
15	1997037	1.66	1175192	1.66	1.70	
16	2233833	1.86	1237239	1.74	1.81	

5.1.2.3.5. Después de registrar todos los picos detectados en la Spectrum Process Table, realice una búsqueda de similitudes en la tabla para definir los nombres de los respectivos compuestos detectados. Para hacer esto, haga clic en el menú Similarity Search, seleccione la opción Search All Table. Por lo tanto, se realiza el paso de buscar similitud del espectro en relación con el compuesto

Qualitative Table

Print Edit View Similarity Search

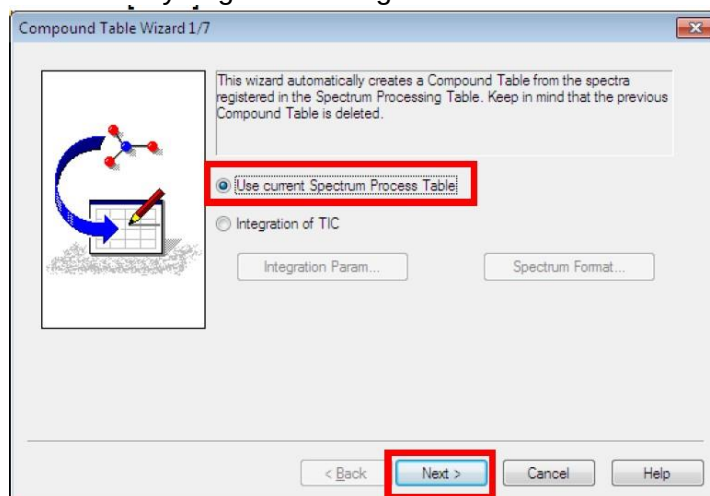
	Spectrum			Background				Report	
	Ret.Time	Start Tm	End Tm	Ret.Time	StartRT	EndRT	Search	Report	
1	---	4.765	4.775	4.770	4.735	4.810	Done	☒	Octafluoronaphthalene
2	---	5.890	5.900	5.895	5.860	5.935	Done	☒	Dichlorvos
3	---	9.645	9.655	9.650	9.605	9.710	Done	☒	Fenobucarb
4	---	10.790	10.800	10.795	10.745	10.845	Done	☒	Hexachlorobenzene
5	---	11.080	11.090	11.085	11.035	11.160	Done	☒	Simazine
6	---	11.540	11.550	11.545	11.500	11.570	Done	☒	Propyzamide
7	---	11.595	11.605	11.600	11.570	11.645	Done	☒	Diazinon
8	---	11.690	11.700	11.695	11.645	11.755	Done	☒	Chlorothalonil
9	---	12.100	12.110	12.105	12.065	12.160	Done	☒	Iprobenfos
10	---	13.145	13.155	13.150	13.115	13.190	Done	☒	Fenitrothion
11	---	13.485	13.495	13.490	13.445	13.555	Done	☒	Thiobencarb
12	---	14.870	14.880	14.875	14.830	14.955	Done	☒	Stearic acid, methyl ester
13	---	15.250	15.260	15.255	15.210	15.335	Done	☒	Isoprothiolane
14	---	15.755	15.765	15.760	15.720	15.800	Done	☒	Isoxathion
15	---	16.665	16.675	16.670	16.630	16.710	Done	☒	Chloritrofen
16	---	17.805	17.815	17.810	17.770	17.860	Done	☒	EPN

Spectrum Process TIC

111

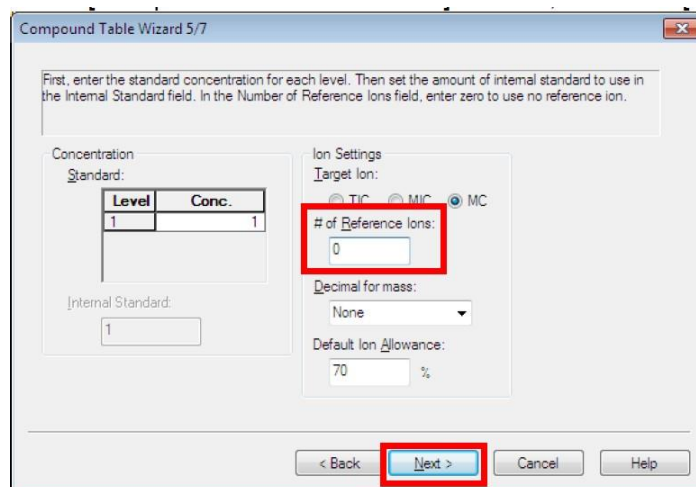
5.1.2.3.6. Con el asistente de la barra lateral, vaya a la parte superior y, justo después de hacer clic en Icono  crear tabla compuesta

Haga clic en el icono del Wizard New  para abrir la ventana del Asistente para tablas compuestas que tiene siete pasos para completarla. En el paso 1/7, seleccione Usar tabla de proceso de espectro actual y haga clic en Siguiente.



Para los pasos 2/7 y 3/7, confirme el número de picos procesados haciendo clic en Siguiente, en el paso 4/7, defina el método utilizado para la cuantificación junto con la cantidad de niveles de calibración, etc.

En el paso 5/7, ingrese cero en el campo que se refiere a la elección de los números de iones de referencia. Esto se debe a que en este paso se definirá el ión precursor de los respectivos compuestos involucrados en el análisis, por lo que no es necesario tener ningún ión de referencia, solo la presencia del ión precursor para cada compuesto involucrado en el análisis.



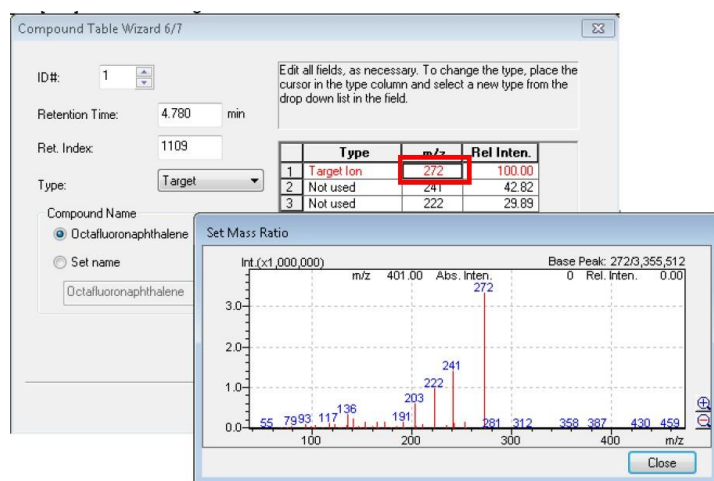
Para el paso 6/7, seleccione el mejor ión m / z que se utilizará como ión precursor.



USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 9 de 14

Cabe señalar en este punto que la elección del ión precursor se vuelve fundamental para obtener una mejor sensibilidad del método, ya que a partir de él se seleccionarán los iones producto y, a partir de ahí, el ion de transición al modo MRM. El ion de mayor intensidad del espectro se selecciona automáticamente como predeterminado. Para ver el espectro, simplemente [Clickea en !\[\]\(666e09182d4cd268646ea700ea60dcdf_img.jpg\)](#) poniendo el cursor del mouse en la esquina derecha de la celda deseada en la columna m / z. Para cambiarlo, simplemente haga doble clic en el ion deseado en el espectro o cámbielo manualmente a través de la tabla. Para completar este paso, haga clic en [Siguiente](#).



Finalmente, en el paso 7/7, haga clic en Finalizar para la creación de la tabla compuesta (Tabla compuesta). Haga clic en [Ver !\[\]\(d66ff64371a51729ac8c1cdaa685ba6f_img.jpg\)](#) para terminar de Editarlo

ID#	Name	Type	ISTD G	m/z	Ret. Time	Ret. Index	Unit
1	Octafluoron	Target	0	272.00	4.780	1109	ppb
2	Dichlorvos	Target	0	185.00	5.910	1241	ppb
3	Fenobucarb	Target	0	150.00	9.665	1605	ppb
4	Hexachlorob	Target	0	284.00	10.805	1712	ppb
5	Simazine	Target	0	201.00	11.095	1740	ppb
6	Propyzamide	Target	0	173.00	11.555	1783	ppb
7	Diazinon	Target	0	304.00	11.610	1789	ppb
8	Chlorothalon	Target	0	266.00	11.710	1798	ppb
9	Iprobenfos	Target	0	204.00	12.120	1838	ppb
10	Fenitrothion	Target	0	277.00	13.165	1943	ppb
11	Thiobencarb	Target	0	257.00	13.500	1977	ppb
12	Stearic acid,	Target	0	298.00	14.885	2126	ppb
13	Isoprothiola	Target	0	290.00	15.265	2167	ppb
14	Isoxathion	Target	0	313.00	15.770	2224	ppb
15	Chlornitrofe	Target	0	317.00	16.680	2330	ppb
16	EPN	Target	0	157.00	17.825	2470	ppb



USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 10 de 14

Haga clic en el icono Guardar tabla compuesta para guardar la tabla generada previamente en el archivo de método creado para el análisis del modo Q3Scan. Para guardar los datos, vaya a Archivo y haga clic en Guardar archivo de datos (procedimiento fundamental para guardar la identificación realizada en la Tabla compuesta).

5.1.3. Inyección de las muestras:

Completar los ítems de numero de vial ,Sample Name ,Sample Type, Method File Tuning File y Vol. inj., luego dar clic en Start

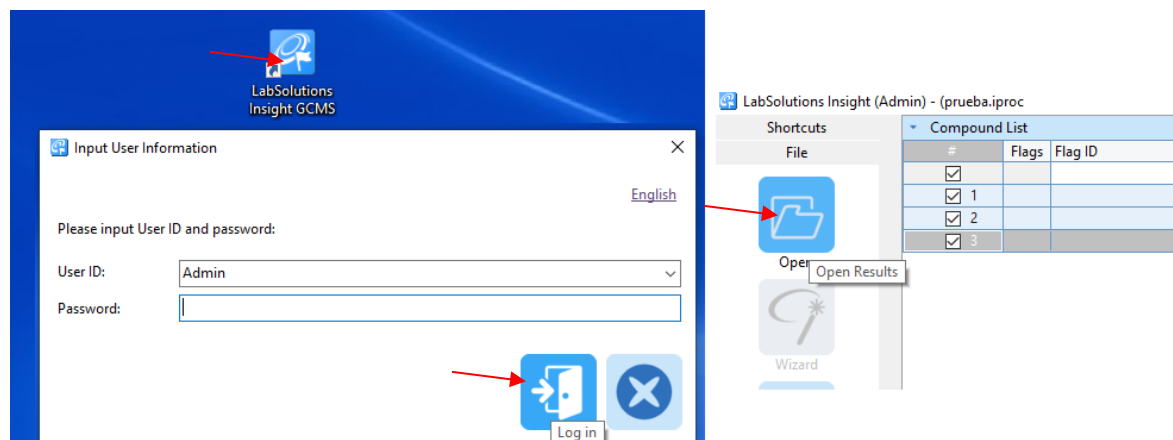
	Vial#	Sample Name	Sample Type	Level#	Analysis Ty	Method File	Inj. Vo	Tuning File	Report Out	Data File
1	1	Std0.0025-1CM	0:Unknown	1	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	Std0.0025-1.qed
2	1	Std0.0025-2CM	0:Unknown	1	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	Std0.0025-2.qed
3	1	Std0.0025-3CM	1:Standard	1	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	Std0.0025.qed
4	2	Std0.005CM	1:Standard	2	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	Std0.005.qed
5	3	Std0.01CM	1:Standard	3	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	Std0.01.qed
6	4	Std0.02CM	1:Standard	4	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	Std0.02.qed
7	5	Std0.05CM	1:Standard	5	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	Std0.05.qed
8	6	NC	0:Unknown	1	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	NC.qed
9	34	PC1-25-	0:Unknown	1	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	PC1-25-L.qed
10	35	PC2-25-	0:Unknown	1	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	PC2-25-0.qed
11	36	PC3-25-	0:Unknown	1	IT QT	Metodo Multiresiduos.qcm	2	2.0_2021.qet	☐ Print	PC3-25-C.qed



Una vez finalizada la secuencia se debe colocar el apagado automatico ,en Batch dar clic en Enter Ecology Mode when ending Realtime Batch, una vez terminada la secuencia el equipo entrara en modo eco.

5.1.4. Cálculo de resultados integración e impresión de los Cromatogramas

Abrir Lab Solutions Insight GCMS → File → Open Results.

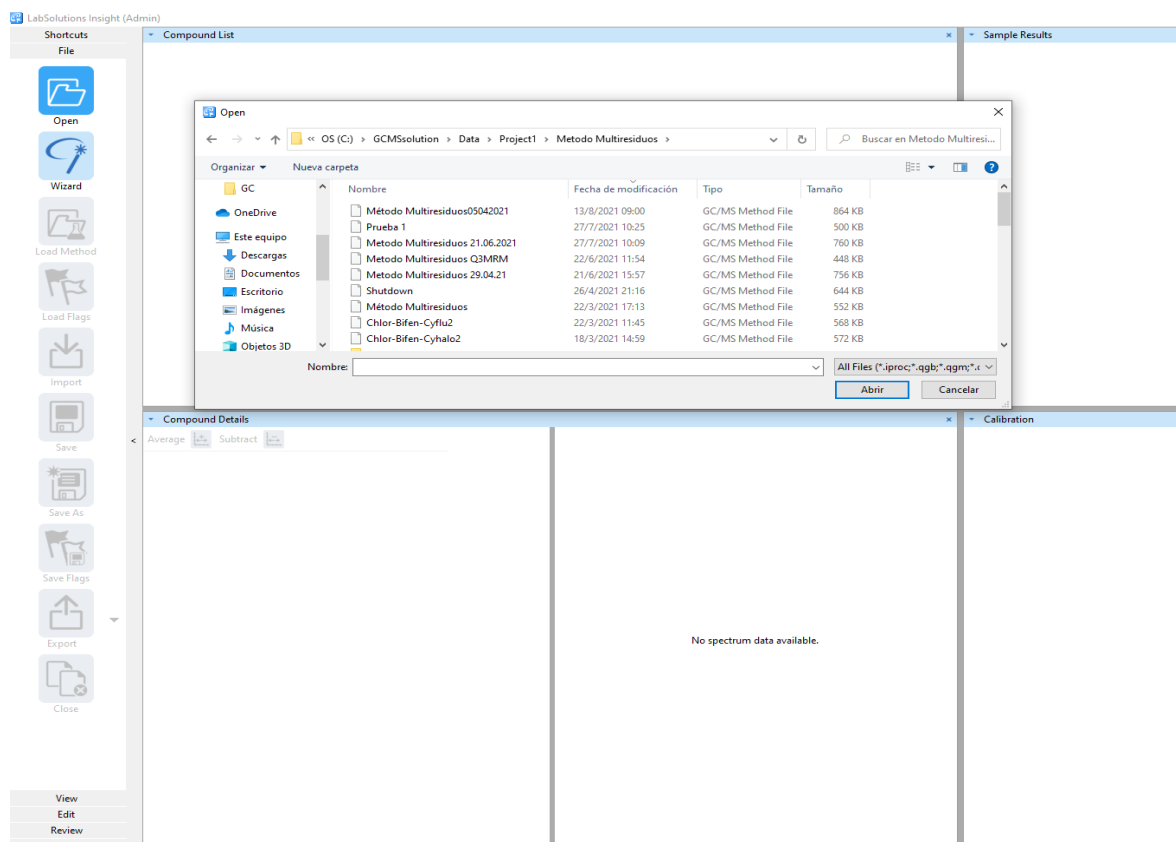


5.1.4.1. Se elige la carpeta dentro del proyecto donde se guardó la secuencia, se selecciona All files, se busca la secuencia de la fecha deseada y luego abrir.

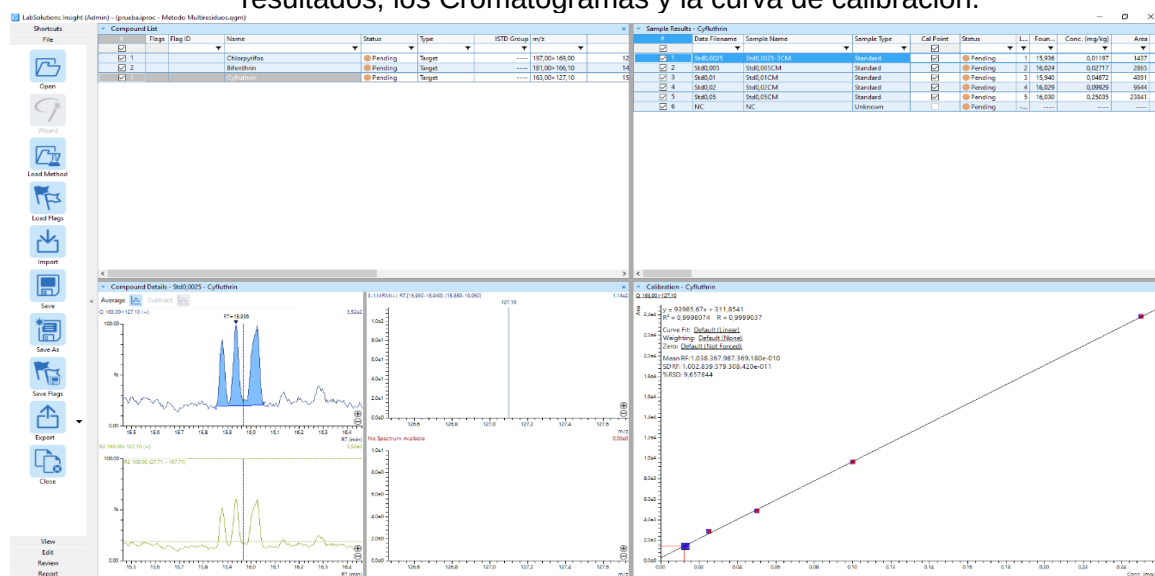


USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 11 de 14



5.1.4.2. Se abre una tabla con el listado de principios activos, los resultados, los Cromatogramas y la curva de calibración.

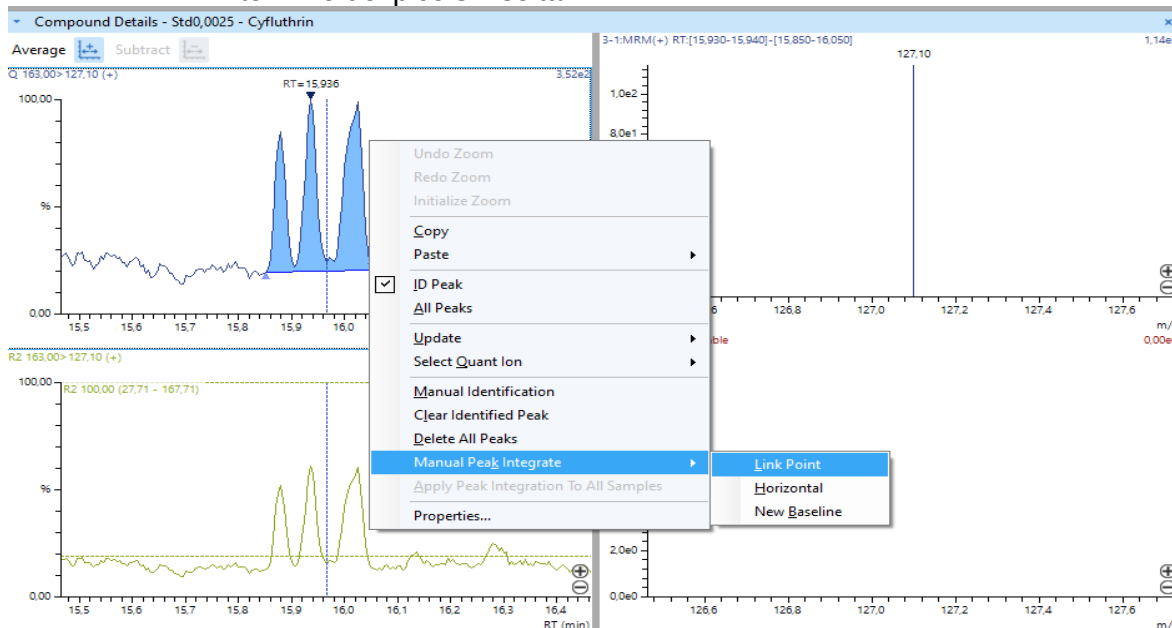




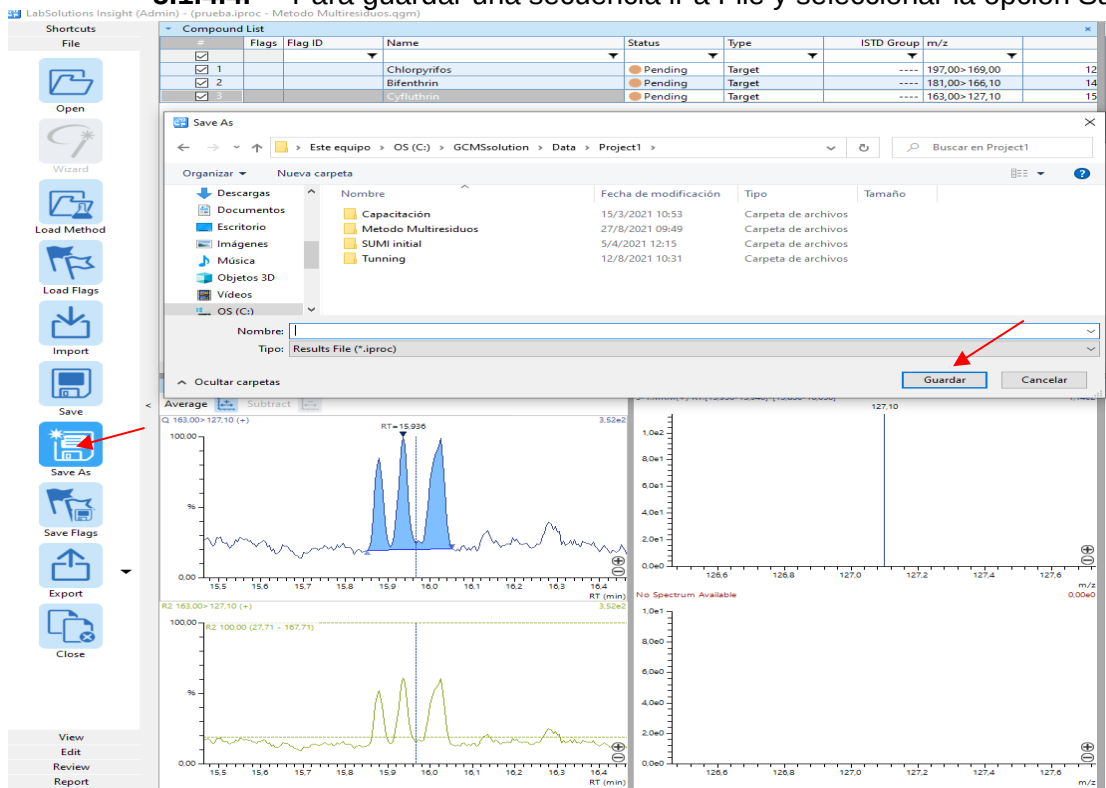
USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 12 de 14

5.1.4.3. Para integrar un pico, click derecho sobre el cromatograma, luego manual peak integrate, link point y se desliza el cursor desde el inicio al termino del pico sin soltar.



5.1.4.4. Para guardar una secuencia ir a File y seleccionar la opción Save.





USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 13 de 14

5.1.5. Para imprimir reporte de resultados

Ir a Report, luego Sample Report, y seleccionar Print Summary Report, seleccionar Print para imprimir

Compound List

#	Flags	Flag ID	Name	Status	Type	ISTD Group	m/z
1			Chlorpyrifos	Pending	Target	----	197,00>169,00
2			Bifenthrin	Pending	Target	----	181,00>166,10
3			Cyfluthrin	Pending	Target	----	163,00>127,10

Reports

- Compound Report
- Sample Report
- Batch Report
- Comparison Report
- Flagged Report
- Calibration Report
- Integration Report
- Acquisition Report
- Audit Trail Report
- Chromatogram Report
- Method Report
- Spectrum Report

Report Options

Data selection method:

- ☐ Highlighted Samples
- ☒ Highlighted Compounds
- ☐ Checked Samples
- ☐ Checked Compounds

Print summary report

Chromatogram

Compound Details - Std0,0025 - Cyfluthrin

Average

RT=15.936

Print Preview Report - prueba.iproc

Insight Report

Results File: C:\GCMSolution\Data\Project1\Metodo_Multiresiduos\27-08-2021\prueba.iproc - Metodo_Multiresiduos.qsm

ID3: Cyfluthrin

Curve Fit: Linear | Weighting: None | Zero: Not Forced

Quantitative Method: External Standard

Q: 163,00>127,10

R² = 0.9999074 R = 0.9999037

y = 93985.67x + 311.8541

Std0,0025

Data Acquired: 26/8/2021 11:39:50

Acquired by: Admin

Method: File: C:\GCMSolution\Data\Project1\Metodo_Multiresiduos\26-08-2021\Metodo_Multiresiduos.qsm

Data File: Std0,0025

Vol: 11 µl | Volume: 2.0000 µl | Temp:

#	Name	Conc.
1	Cyfluthrin	0.01197

5.2 Verificación del Sistema

Las operaciones de verificación del estado del equipo se realizan mediante la inyección de un material de referencia certificado con columna específica e identificada para tal efecto. Con lo cual se verifica la eficacia, la precisión (repetibilidad y reproducibilidad de las áreas) y exactitud del equipo.

5.3 Calibración

5.3.1. Este equipo se verifica anualmente si requiere calibración, no está incluido dentro del Plan de Calibración.

5.3.2. Las comprobaciones para asegurar que responde a las especificaciones exigidas se realizan a través de las verificaciones, que se detallan en el punto anterior.

5.3.3. Se realiza una calificación del equipo cada 5 años



USO DEL GCMS SHIMADZU

Código: ITR-LRPM-155
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 14 de 14

5.4 Mantenimiento

La empresa representante de la marca es responsable del mantenimiento de los equipos, con el acompañamiento del UMEL de realizar el mantenimiento. La frecuencia de mantenimiento se establece en preventivo y correctivo de acuerdo a la necesidad, los registros se encuentran adjuntos a la ficha del equipo.

6. CONTROL DE CAMBIOS

Item	Página	Cambios

7. DOCUMENTOS

Nombre del Documento	Código	Área de archivo	Responsable	Tiempo de retención por dependencia	Disposición Final
Protocolo de trabajo	FOR-LRPM-156	Sala de archivos	Técnicos	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Ficha de equipos	FOR-DL-006	Sala de archivos	UMEL	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Registro de Verificaciones diarias del GC MS/MS	FOR-LRPM-117	Sala de archivos	Técnicos	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Control de Stock	FOR-LRPM-116	Sala de archivos	Técnicos	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>

8. ANEXOS

NO APLICA