



USO DEL UPLC MS/MS WATERS

Código: ITR-LRPM-125
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 1 de 8

USO DEL UPLC MS/MS WATERS

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 UPLC MS/MS WATERS

Código: ITR-LRPM-125
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 2 de 8

1. OBJETIVO

Describir el modo de operación y verificación del Cromatógrafo Líquido Ultra Performance (UPLC) con Detector de masa/masa.

2. ALCANCE

Se aplica al equipo UPLC MSMS marca Waters
El equipo cuenta con los siguientes módulos:

- 1- Bomba cuaternaria Acquity UPLC Quaternary Solvent Manager
- 2- Inyector automatic Acquity UPLC Sample Manager – FTN
- 3- Horno de columna Acquity UPLC CH30A
- 4- Bandeja de solventes Acquity UPLC
- 5- Detector MS-MS Acquity UPLC TQ Detector
- 6- Detector de Arreglo de Diodos Acquity UPLC PDA eλ Detector
- 7- Detector de Fluorescencia Acquity UPLC FLR Detector
- 8- Generador de Nitrogeno Peak Scientific
- 9- CPU Lenovo ThinkCentre
- 10- Monitor marca Lenovo LCD ThinkVision
- 11- Programa cromatográfico Waters MassLynx Versión 4.2

3. SIGLAS Y DEFINICIONES

3.1 Siglas

- | | | |
|---------|---|--|
| a) ITR | : | Instructivo de trabajo |
| b) DLQ | : | Dirección de Laboratorios Químicos |
| c) LRPM | : | Laboratorio de Residuos de Plaguicidas y Micotoxinas |
| d) UMEL | : | Unidad de Mantenimiento de Equipos de Laboratorio. |

3.2 Definiciones

- a) **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.
- b) **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

4.1 Encendido del Sistema UPLC

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

4.1.1 Encender todos los módulos del equipo con la perilla “ON”.

4.1.2 Encender la computadora, esperar que en la pantalla aparezca el icono del programa “windows”, luego escribir el nombre del usuario en “USER IDENTIFICATION” y por último escribir el “PASSWORD” correspondiente.

4.1.3 Cambiar el contenido de las botellas de fases móviles, líquidos de lavado y purga, etiquetar

4.1.4 Colocar la columna adecuada dentro del porta columnas de acuerdo a la metodología a realizar o a desarrollar.

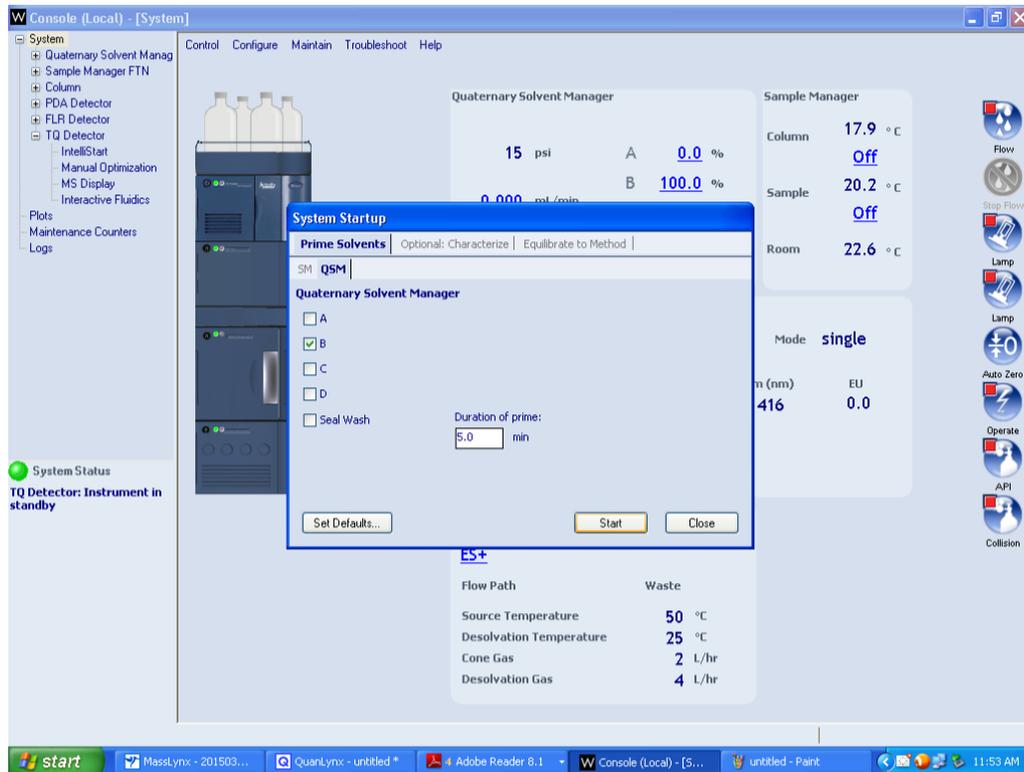
4.1.5 Abrir el programa Mass Lynx → Instrument → Abrir

4.1.5.1- Inlet Method

4.1.5.2- Ms Tune

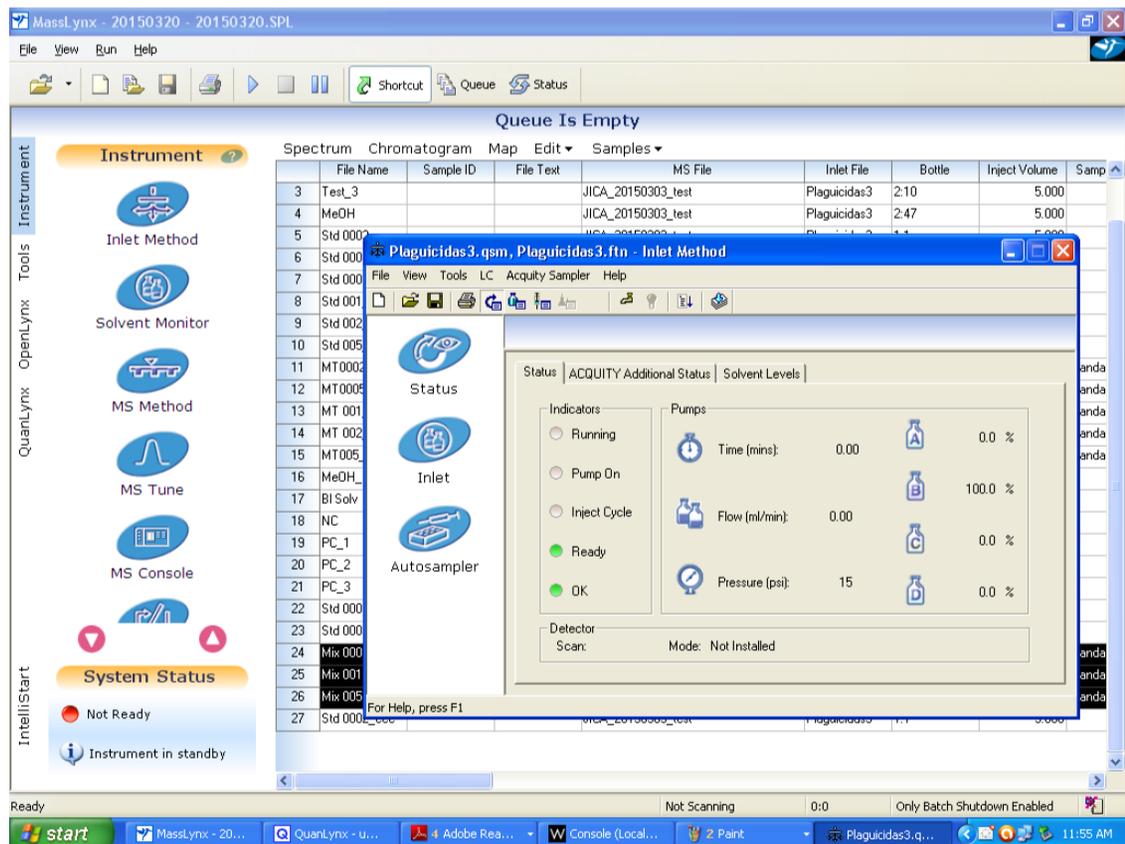
4.1.5.3 - Ms Console

4.1.6 En Ms Console realizar el Prime de los solventes cambiados en QSM → control → Prime Solvent → start



4.2 Edición del método:

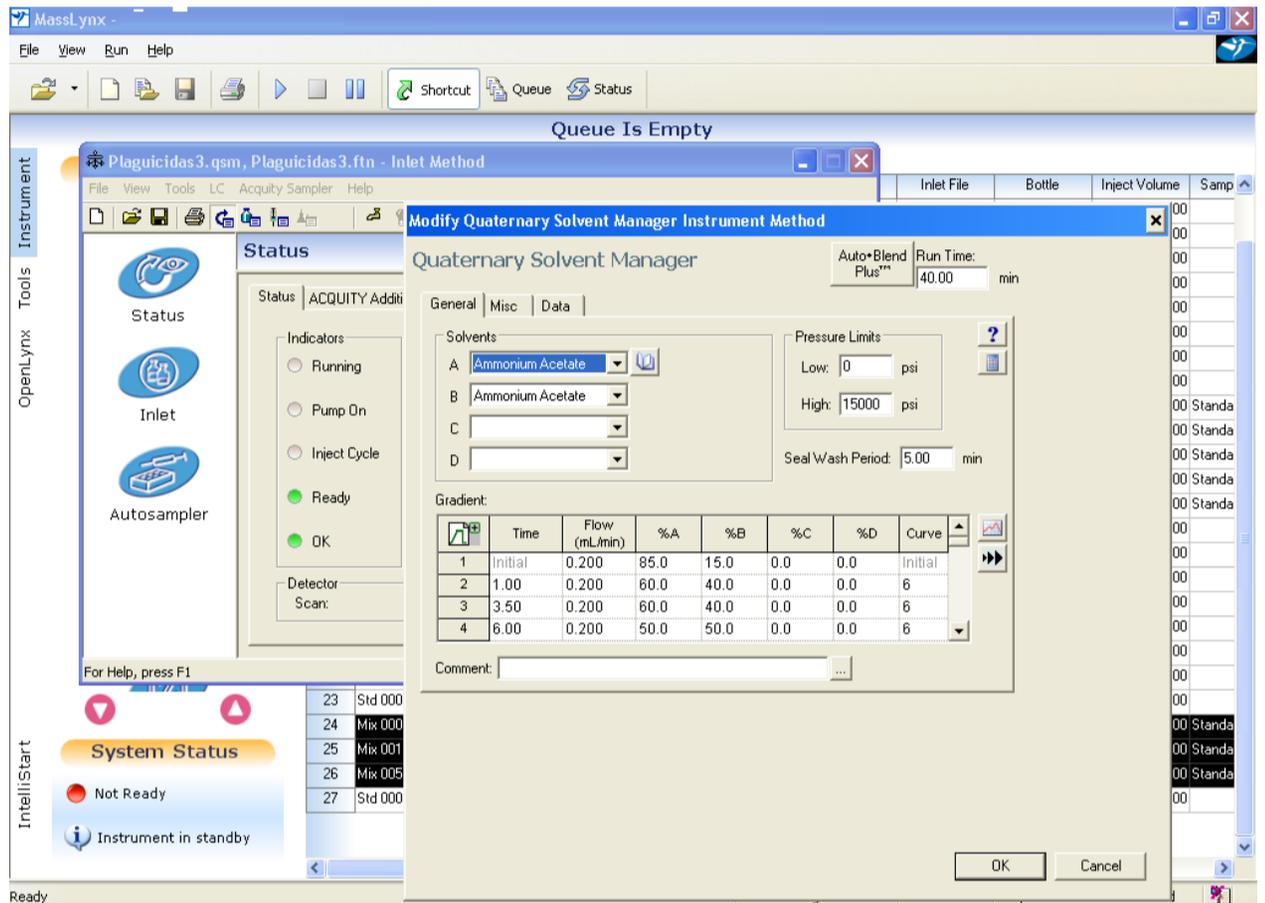
4.2.1. Si el método está creado hacer click en: Inlet Method → control → Load Method



Abrir y cargar el método con el que se desea trabajar.

4.2.2. Si el método no está creado se procede de la siguiente manera:

Mass Lynx → Inlet Method → Inlet y aparece “ Modify Quaternary Solvent Manager Instrument Method” y ahí cargar los datos de nombre de Fase móvil, Proporción de la fase móvil de acuerdo al tiempo y Flujo del Gradiente
 → Ok

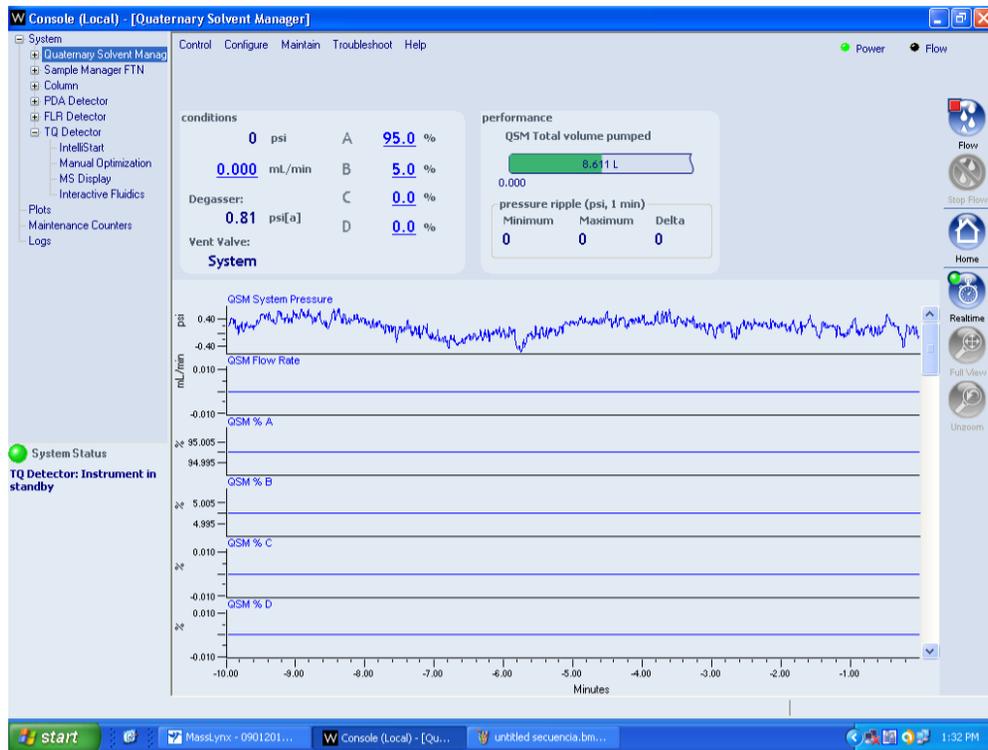


En se guarda el método creado en SAVE METHOD.

4.2.3 En Water Tq Detector click en “Operate” se Prende de color verde la perilla se abren los gases

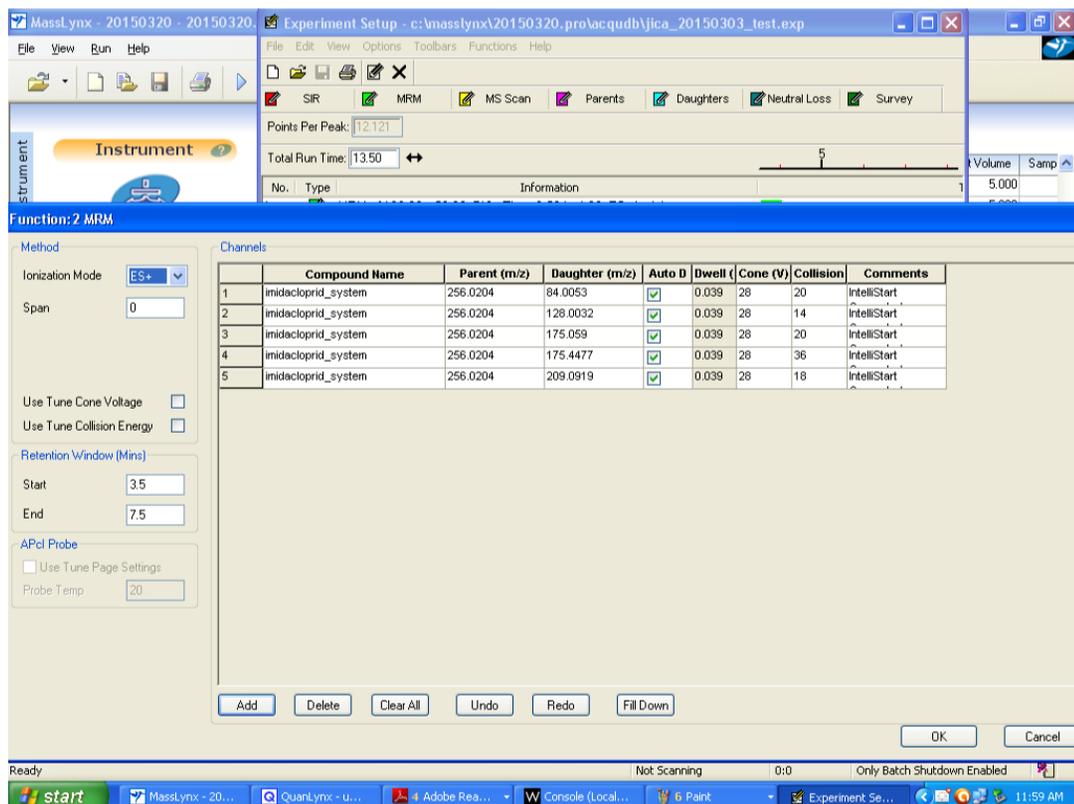
API COL

4.2.4 En Ms Console ver las condiciones de Presion,Delta y anotar en el FOR-LRPM-163

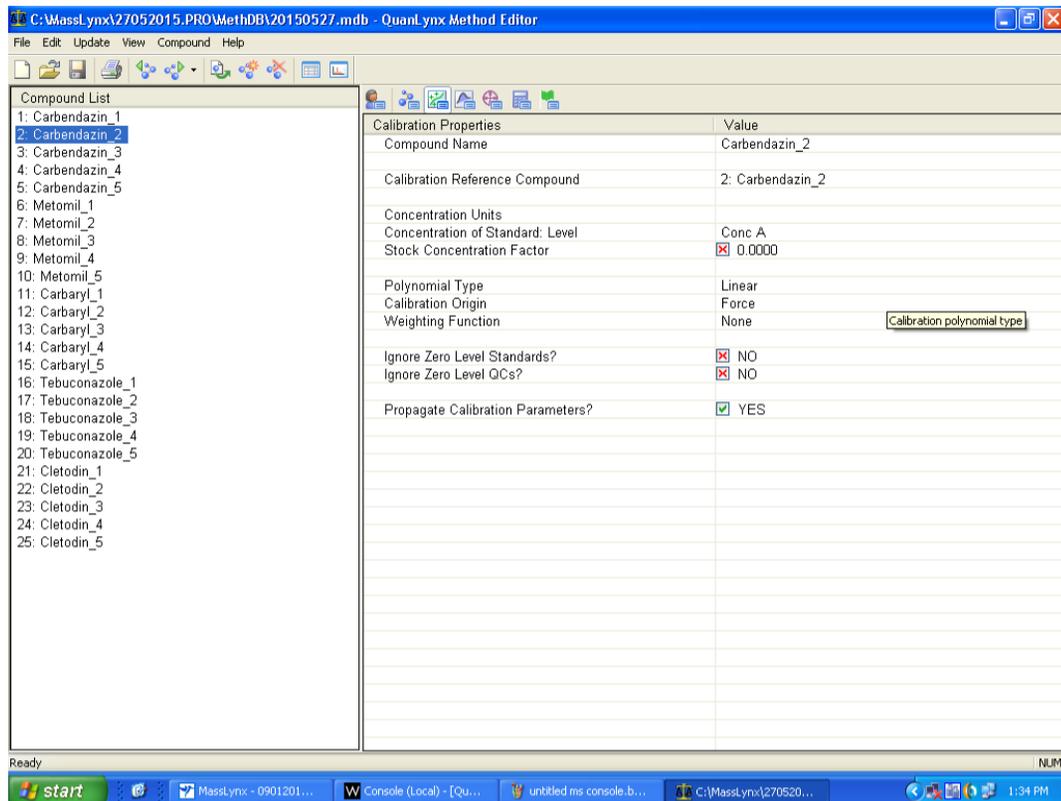


4.2.5 Crear el método en Masa

En Mass Lynx → Edit Method → Nuevo compuesto →
 Abrir el cromatograma en la opción Display → Mass → Seleccionar el canal a utilizar → OK

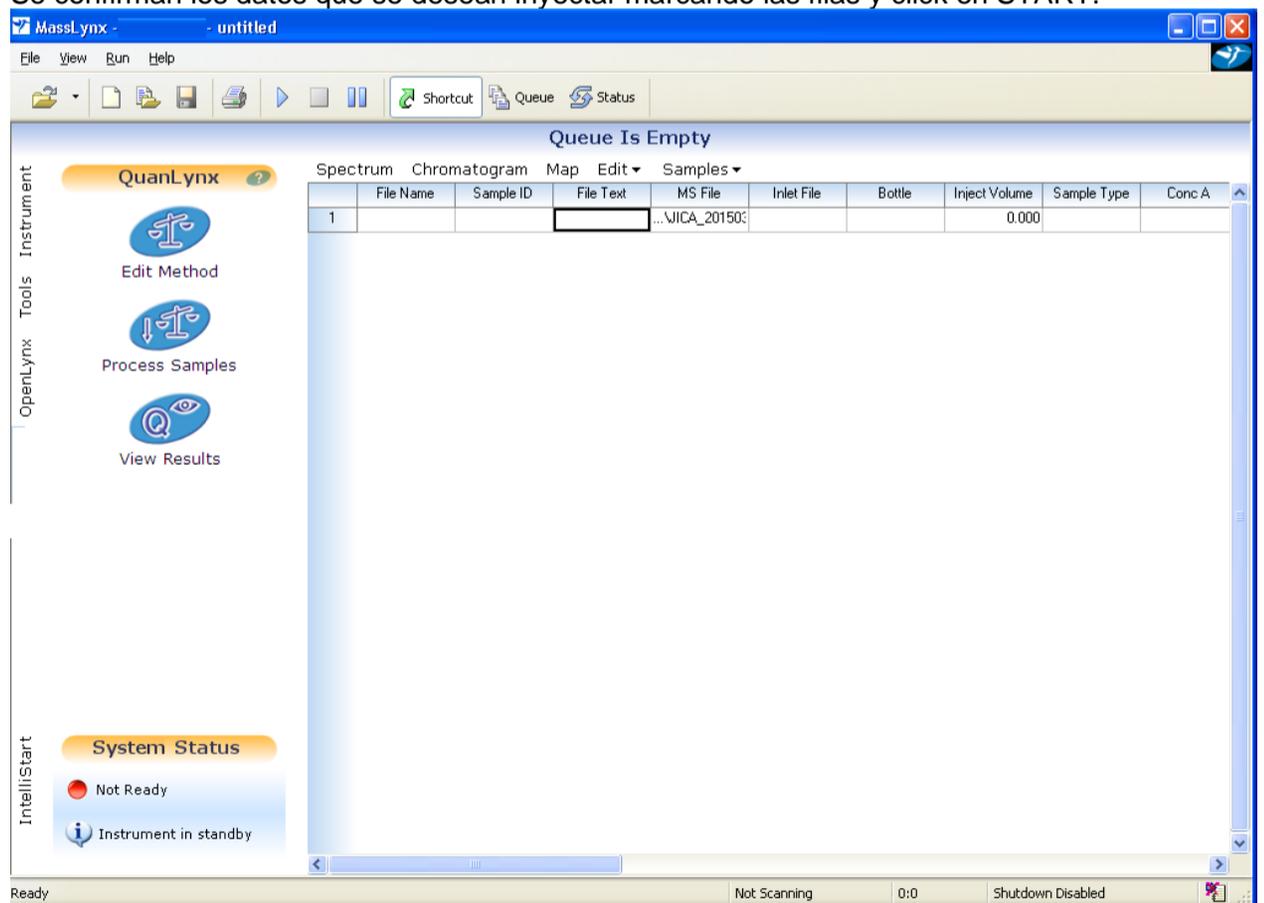


En TargetLynx dar click en el boton "new compound" cambiar el tiempo de retención ,nombre ,agrear los iones de identificación y guardar el método de masa en Mass Lynx "Methos DB"



4.3 Inyección de las muestras:

4.3.1 En Mass Lynx Crear un nuevo Proyecto en File → Project Wizard → Select Project (Yes) → Nombre del Proyecto → Click en “Next” → crear un proyecto usando uno existente → Click en “Finish”
 Completar los campos de File Name ,MSFile, Inlet File , Bottle ,Inject Volume
 Se confirman los datos que se desean inyectar marcando las filas y click en START.



4.4 Búsqueda, integración e impresión de los cromatogramas:

4.4.1 Para buscar el cromatograma de una muestra, se realiza los siguientes pasos:



Mass Lynx → se abre el proyecto utilizado → se marca las filas que se desea cuantificar dar click en Process sample

4.4.2 Para poder integrarlos presionar el icono “Add Peak” click derecho del mouse.

4.4.3 Para imprimir los cromatogramas ingresar en el icono  PRINT y luego confirmar la información con OK.

4.5 Apagado del Sistema UPLC

4.5.1 Cuando el equipo se deja trabajando toda la noche se debe observar que todos los frascos de las bombas estén con disolvente para evitar la entrada de aire a las bombas.

4.5.2 Una vez terminada la secuencia, programar al final de la misma el “apagado automático”

4.5.3 Si el proceso se termina el mismo día en que se comenzó, se puede empezar la limpieza con el programa creado para el “Lavado” que tomará Metanol: Agua en una proporción de (90:10), e ir subiendo de a poco el flujo.

4.6 Verificación del Sistema UPLC

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.

4.7 Calibración

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

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

4.7.3 se realiza una calificación del equipo cada 5 años

4.8 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 de equipos .

6. CONTROL DE CAMBIOS

Item	Página	Cambios

7. DOCUMENTOS



USO DEL UPLC MS/MS WATERS

Código: ITR-LRPM-125
Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 8 de 8

Nombre del Documento	Código	Área de archivo	Responsable	Tiempo de retención por dependencia	Disposición Final
Planilla de Uso del UPLC MS/MS	FOR-LRPM-163	Sala de archivos	Técnicos	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Protocolo de trabajo	FOR-LRPM-156	Sala de archivos	Técnicos	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Esquema de Inyección en el UPLC MS/MS	FOR-LRPM-155	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>

8. ANEXOS

NO APLICA