



**CREACIÓN DEL MÉTODO CON N-  
ALKANE EN EL GCMSMS SHIMADZU**

**Código:** ITR-LRPM-161  
**Emisor:** DGT-DL-DLQ-LRPM  
**Versión:** 01  
**Vigente:** 03/04/2023  
**Página:** 1 de 14

# CREACIÓN DEL MÉTODO CON N- ALKANE EN EL GCMSMS SHIMADZU

<b>ELABORADO POR</b>	<b>VERIFICADO POR</b>	<b>APROBADO POR</b>
<b>Nombre y Apellido:</b> Lic. Fabián Núñez Lic. Alba Dominguez	<b>Nombre y Apellido:</b> Ing. Agr. Jadiyi Torales	<b>Nombre y Apellido:</b> Ing. Agr. Cesar Rivas
<b>Cargo:</b> Técnico del LRPM Jefe de DLQ	<b>Cargo:</b> Directora de Laboratorios.	<b>Cargo:</b> Director General Técnico
<b>Firma:</b>	<b>Firma:</b>	<b>Firma:</b>
<b>Fecha:</b> 24/03/2023	<b>Fecha:</b> 27/03/2023	<b>Fecha:</b> 03/04/2023



## CREACIÓN DEL MÉTODO CON N-ALKANE EN EL GCMSMS SHIMADZU

**Código:** ITR-LRPM-161  
**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 para la **Selección de método de Análisis**

### 2. ALCANCE

Se aplica al USO DE DEL GCMS-TQ8050 SHIMADZU para creación de métodos

### 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

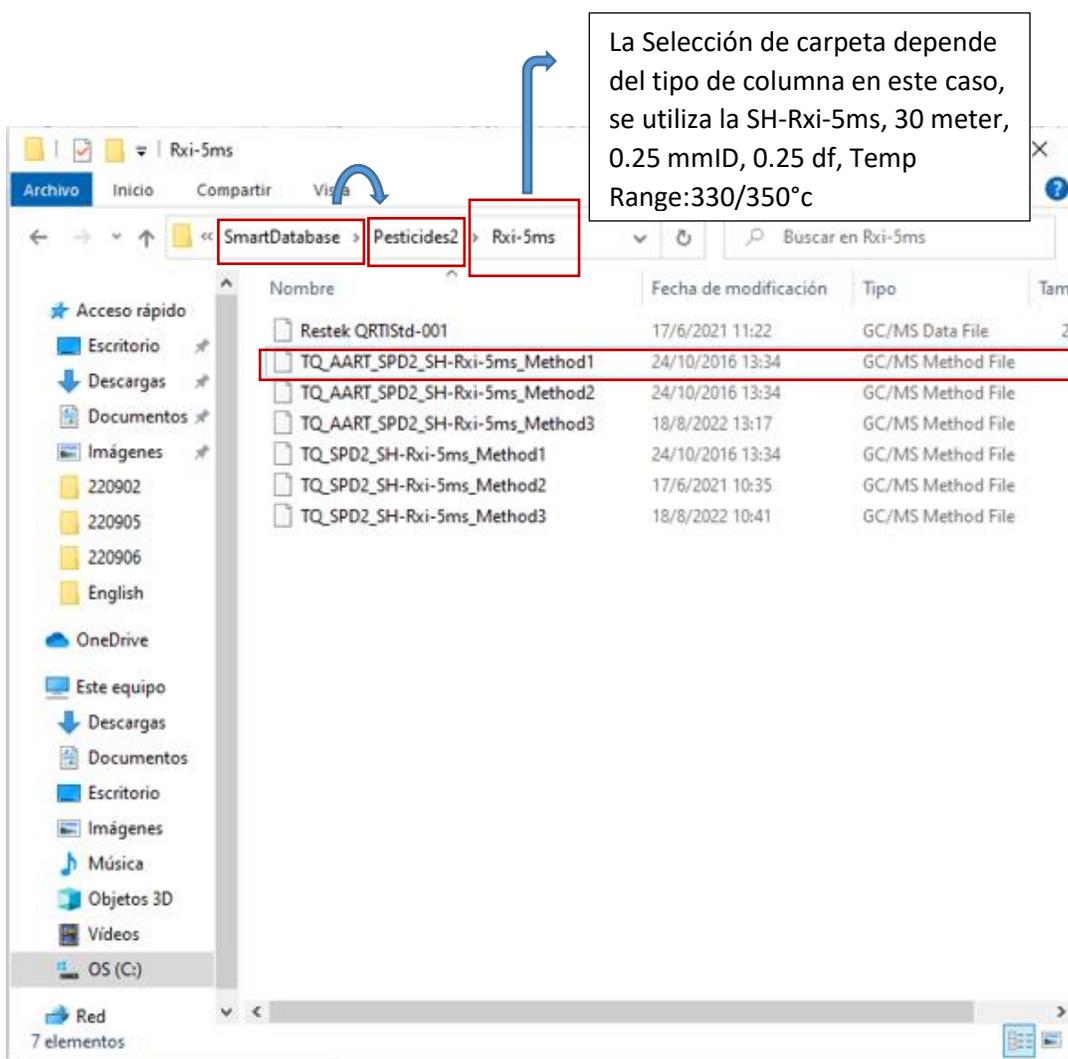
### 5. CREACION DE METODOS

5.1 Dirigirse a la carpeta GC SMART SOLUTIONS, seleccionar Smart Data base seguido la carpeta Pesticide2, seleccionar la carpeta correspondiente al nombre de la columna utilizada para el análisis y Seleccionar el método de análisis según las siguientes consideraciones;

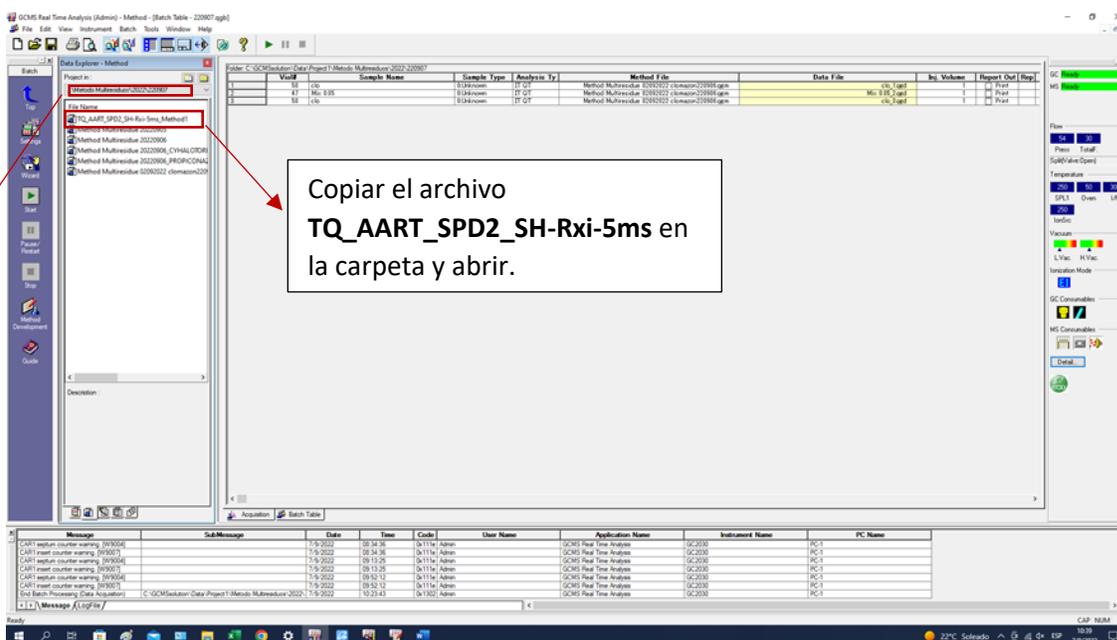
Método 1: Este método se usa principalmente cuando se analizan muestras de disolventes de acetona/hexano (1:1 por volumen).

Método 2: Este método se utiliza cuando se analizan muestras de análisis en poco tiempo. Se recomienda un máximo de 200 pesticidas objetivo.

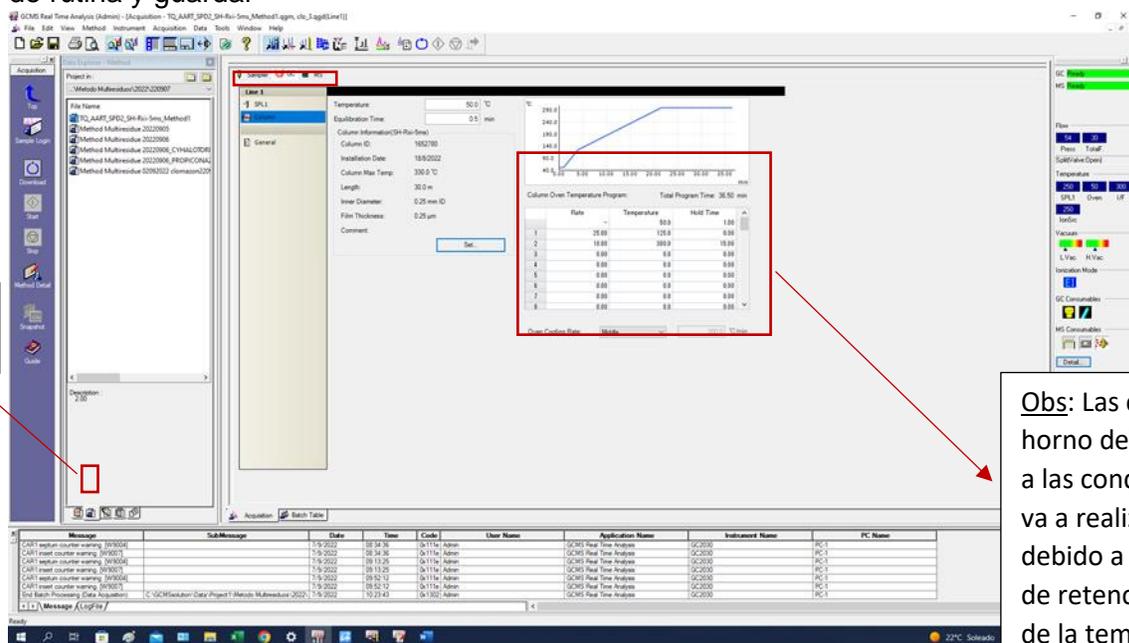
Método 3: Este método se usa principalmente cuando se analizan muestras de solventes de acetonitrilo y solventes de tolueno.



### 5.1.2 Abrir el programa y copiar el archivo en la carpeta de análisis del día.



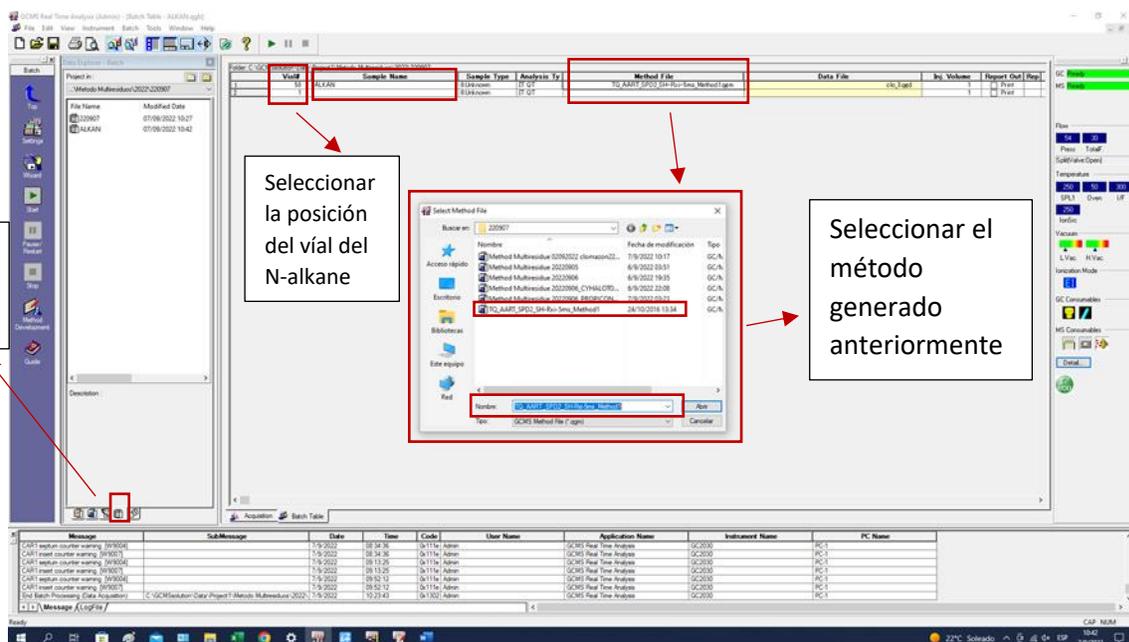
5.1.3 Abrir la carpeta de método y seleccionar las condiciones de Análisis, tener en cuenta que las condiciones de Análisis deben de ser las mismas en la cual se realizara el análisis de rutina y guardar



Abrir método

Obs: Las condiciones de horno debe de ser igual a las condiciones que se va a realizar el análisis debido a que el tiempo de retención depende de la temperatura de análisis

5.1.4 Dirigirse a Batch table colocar en la posición del vial correspondiente al N-Alkane, seleccionar el método copiado anteriormente guardar e iniciar el análisis



Dirigirse a Batch table.

Seleccionar la posición del vial del N-alkane

Seleccionar el método generado anteriormente

5.1.5 Una vez culminado el análisis abrir el programa GCMS Postrun Analysis dándole

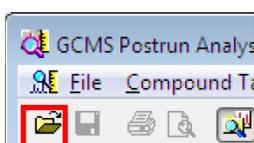


5.1.6 Ingresar Admin en User ID y dar OK

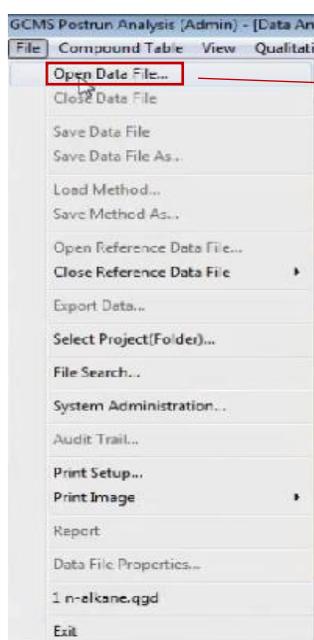


5.2 Selecciona el Archivo de n-Alkanes que se generó anteriormente con la lectura del n-Alkane para ellos dar click en:

5.2.1 File luego open

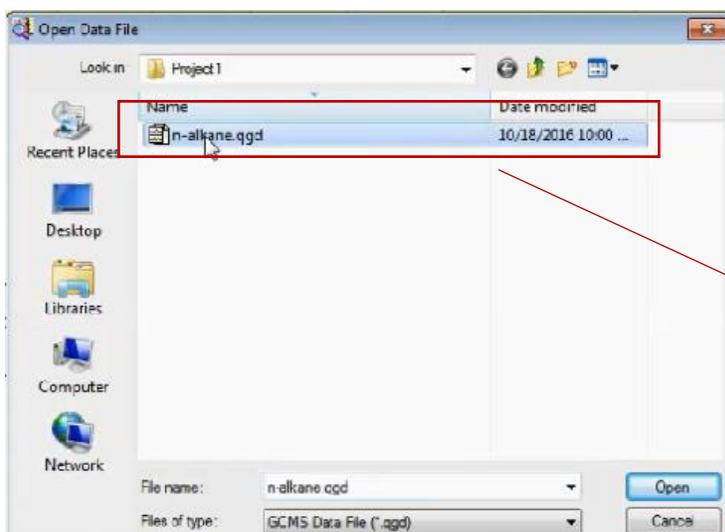


5.2.2 Luego open



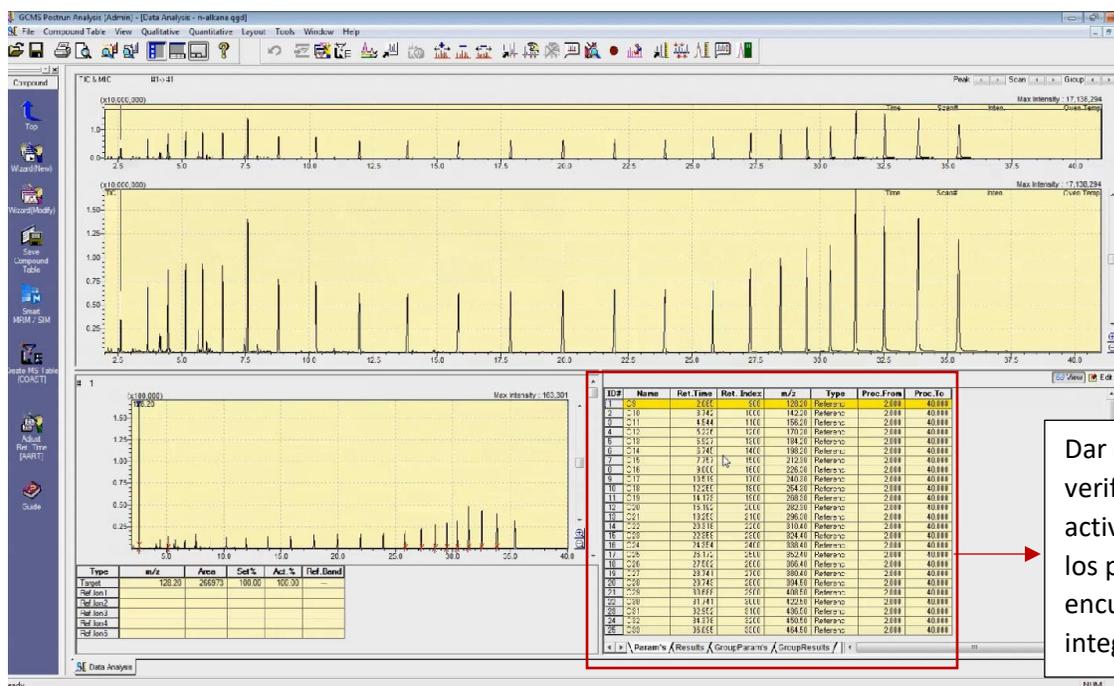
Dar open data file y seleccionar el archivo generado de la corrida de N-Alkane

5.2.3 Seleccionar la carpeta y el archivo generado



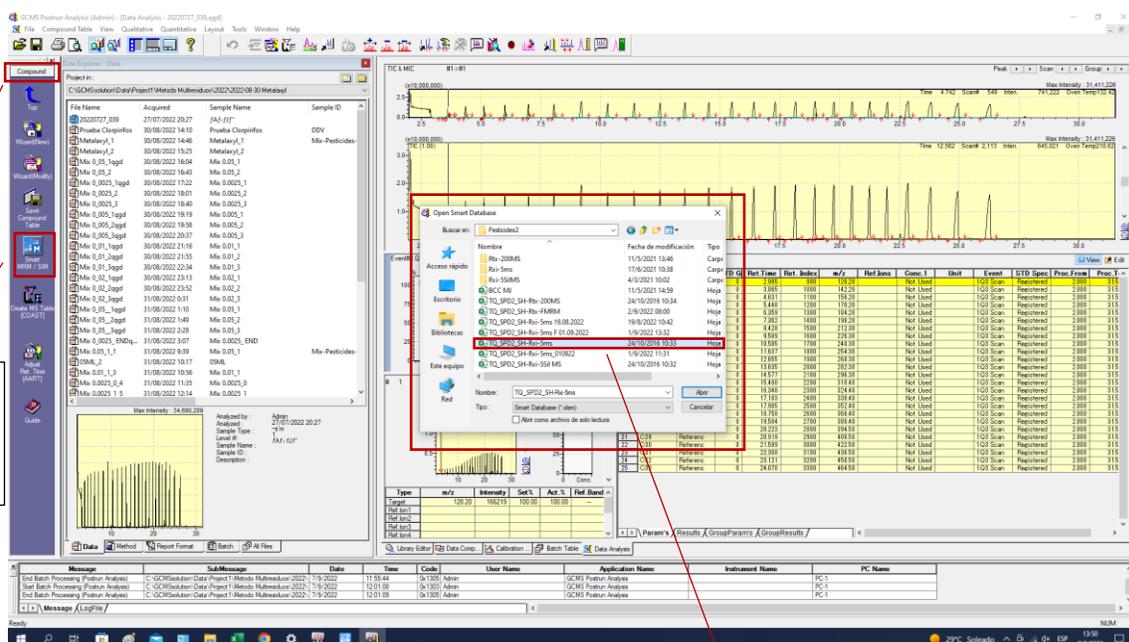
Seleccionar el archivo generado de la corrida de N-Alkane

5.2.4 Dar click en resultados y Verificar que los 25 picos correspondiente a la lectura del N-Alkane se encuentren integrados. Una vez realizados los cambios dar click a guardar



Dar click en Results y verificar que cada activo tenga todos los picos y se encuentren integrados

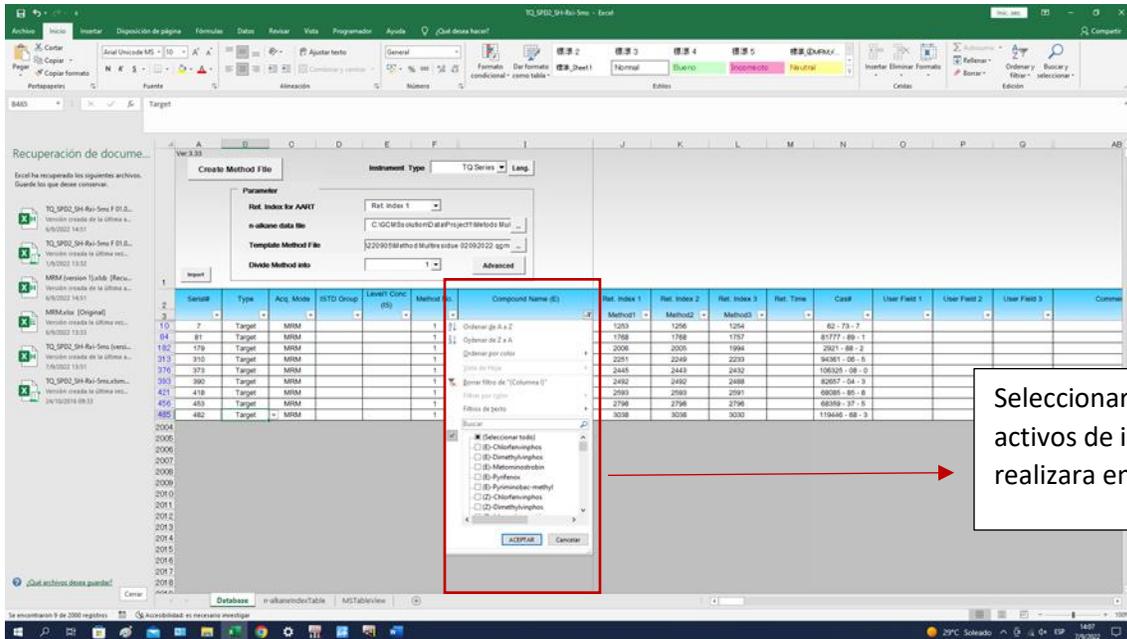
5.2.5 Dirigirse a Compound y dar click a (Smart MRM/SIM) y seleccionar el archivo correspondiente al nombre de la Columna que se está usando para el análisis



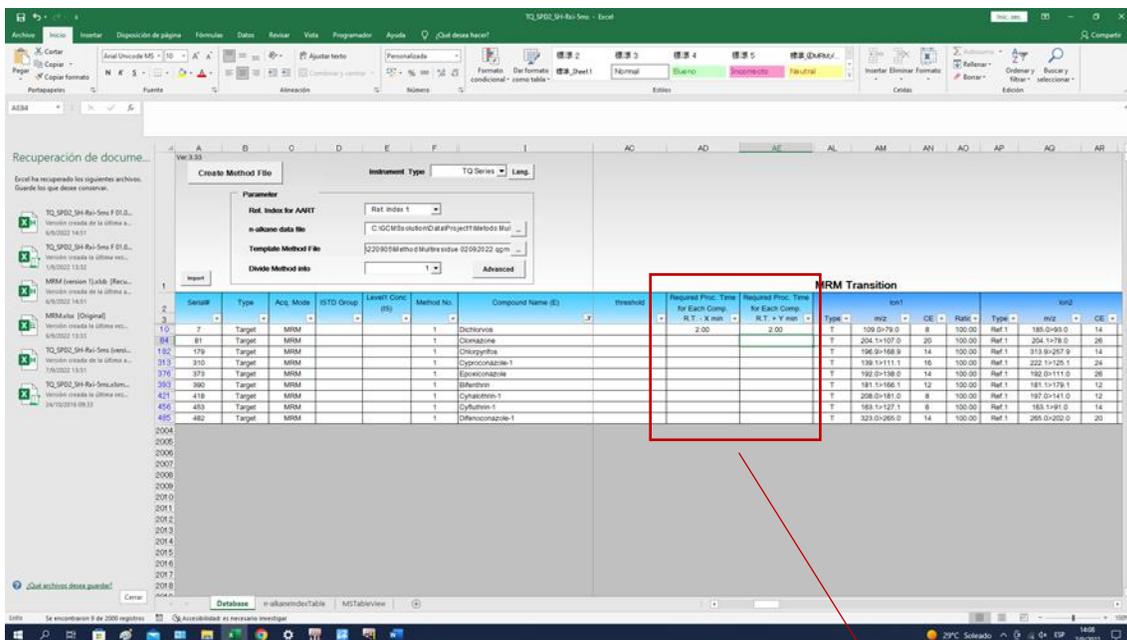
Seleccionar el archivo correspondiente al nombre de a columna que se esta utilizando para el análisis en este caso se utilizó la columna **SH-Rxi-5ms** por lo tanto se utiliza el archivo con el mismo nombre.

5.2.6 Seleccionar método que se creó anteriormente para el análisis

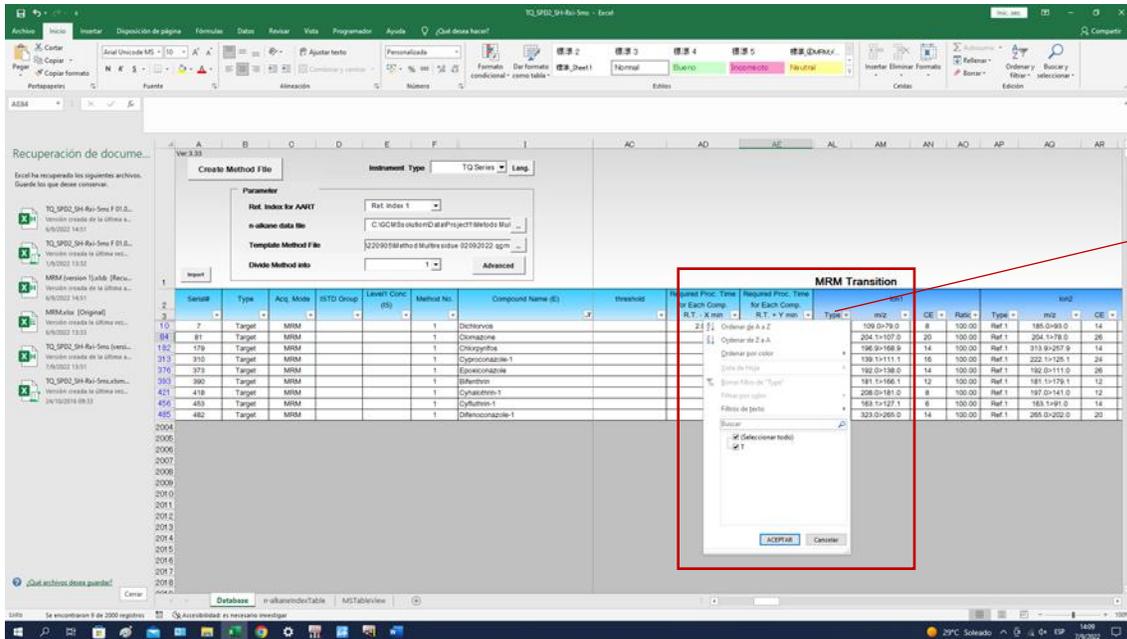




5.2.9 En Required Proc. Time for Each comp. R.T. – Xmin colocar el tiempo de retención inicial restándole 2 minutos en el tiempo de retención y en Required Proc. Time for Each comp. R.T. + Ymin, colocar el tiempo de retención final sumándole 2 minutos a el tiempo de retención final.

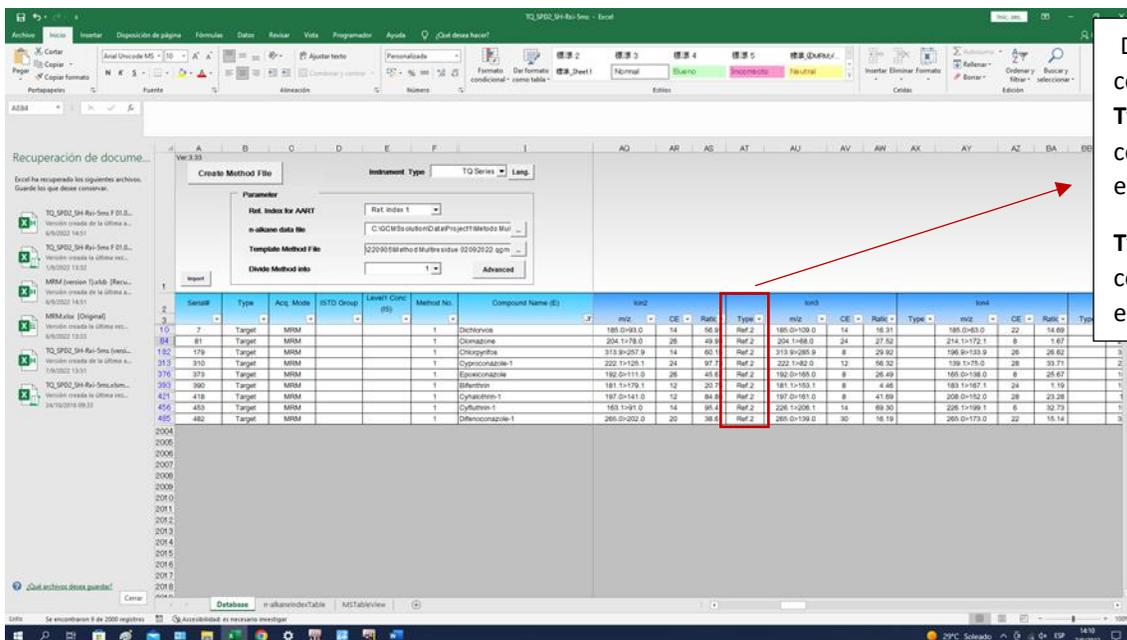


5.2.10 En MRM Transition Ion1 verificar que en Type se encuentre seleccionado T que corresponde al ión cuantitativo



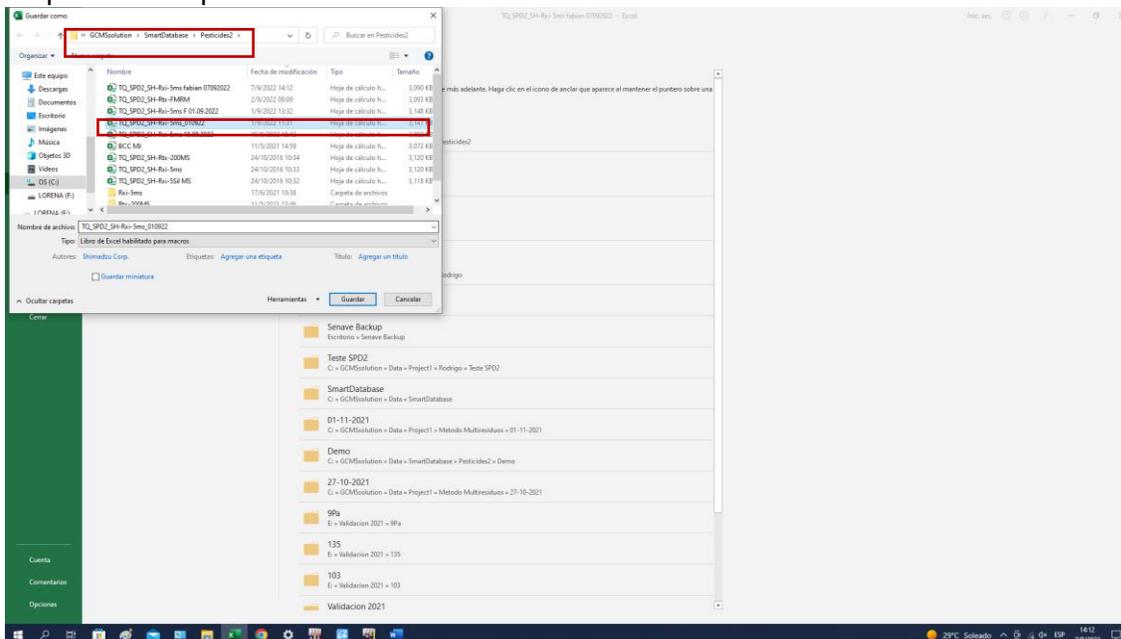
**Type para Ion1 debe de esta en T**

5.2.11 En MRM Transition Ion 2 Type debe de quedar seleccionado Ref.1 que corresponde al canal 2 y MRM Transition Ion 3 Type debe de quedar seleccionado Ref.2 que corresponde al canal 3.

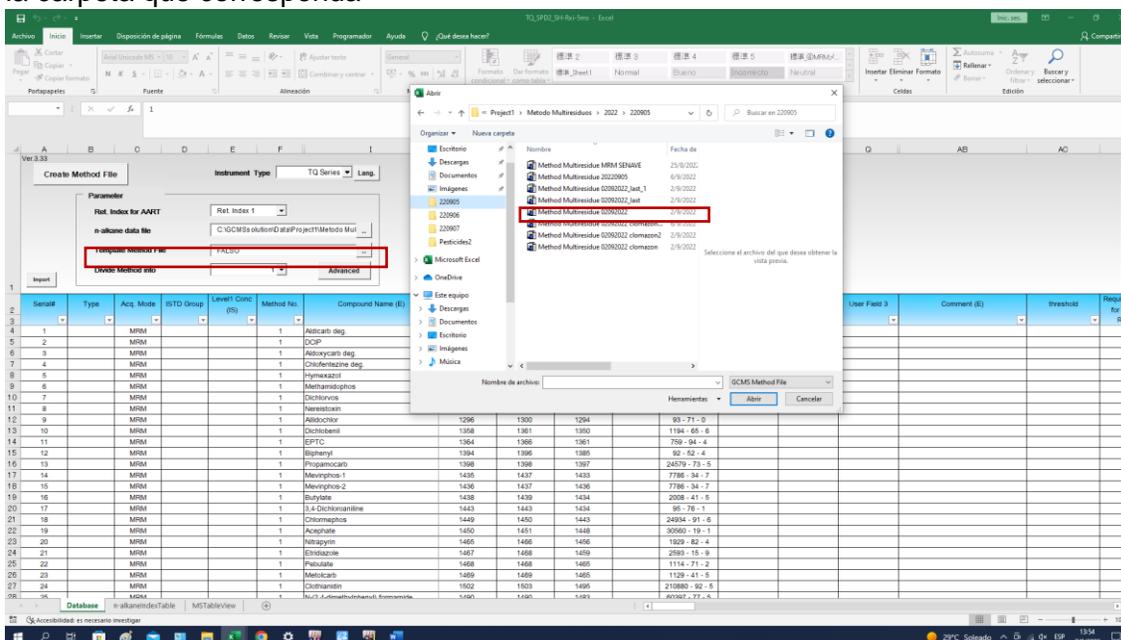


**Debe de colocarse para Type Ion2 Ref1 correspondient e al canal 2**  
  
**Type Ion3 Ref2 correspondient e al canal 3**

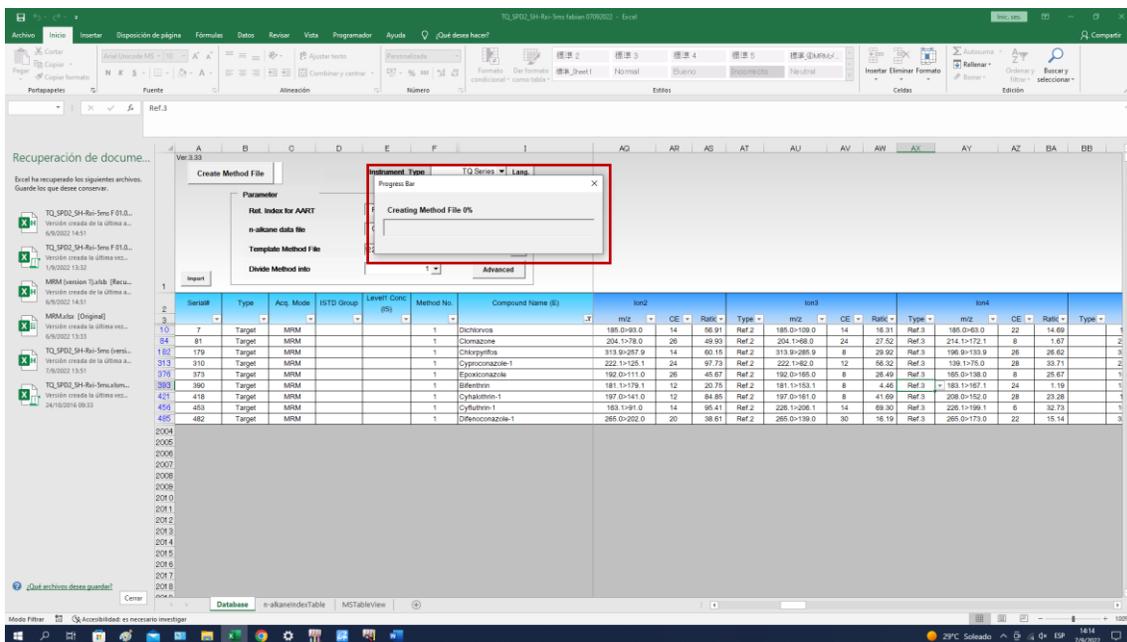
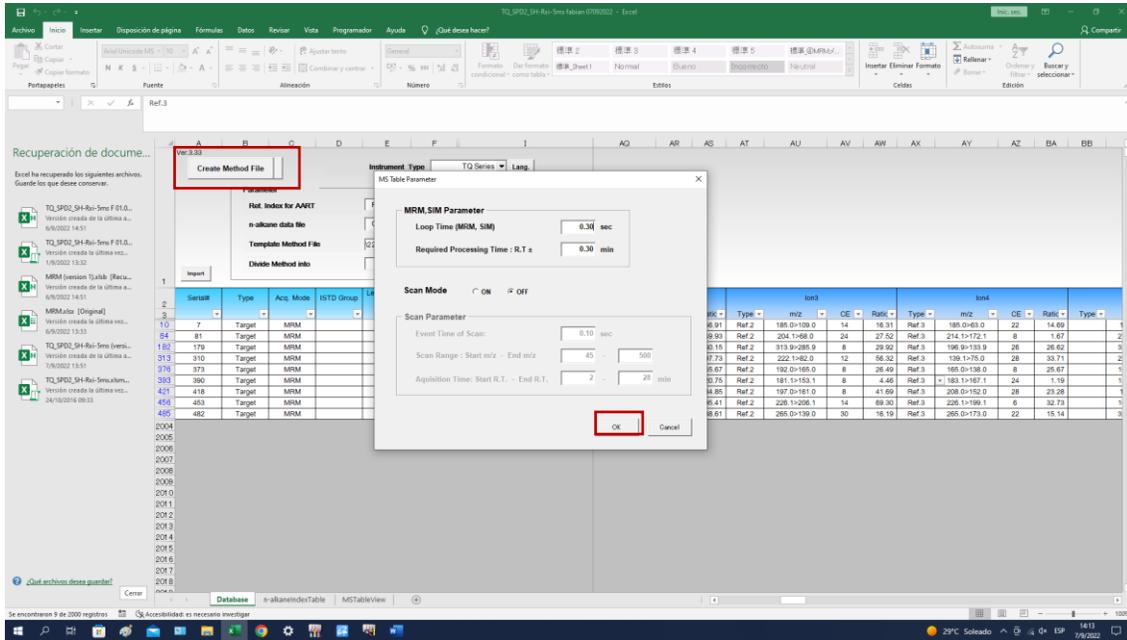
## 5.2.12 Seleccionar carpeta GCMSsolution, seleccionar Smartdatabase y guardar en la carpeta correspondiente a Pesticide2.



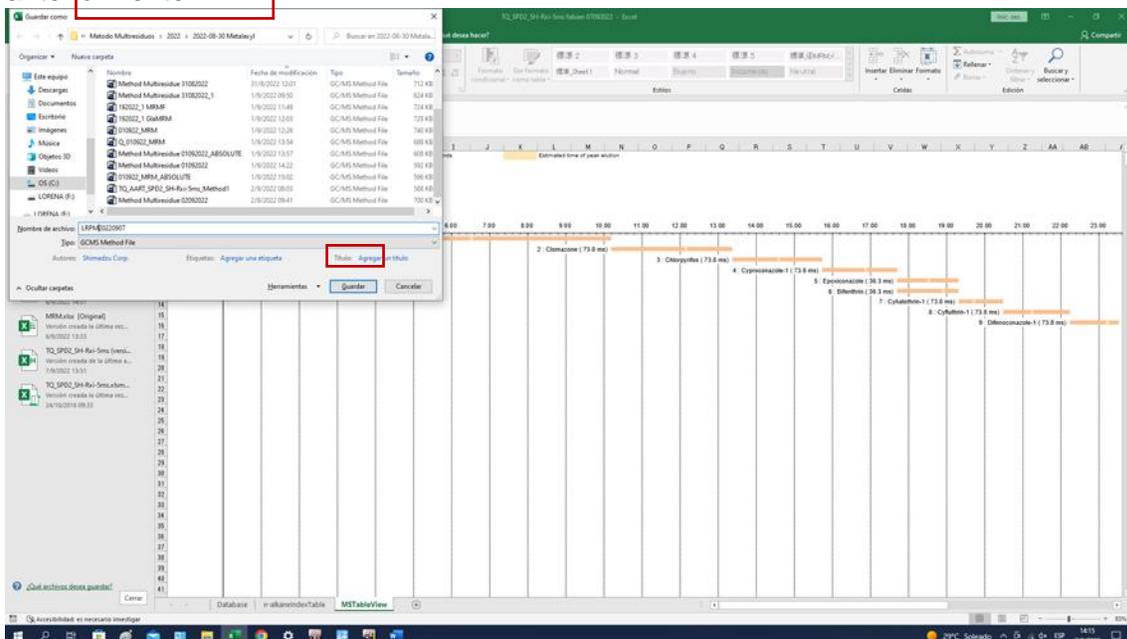
## 5.2.13 En la opción Template Method file seccionar el método que se creó previamente en la carpeta que corresponda



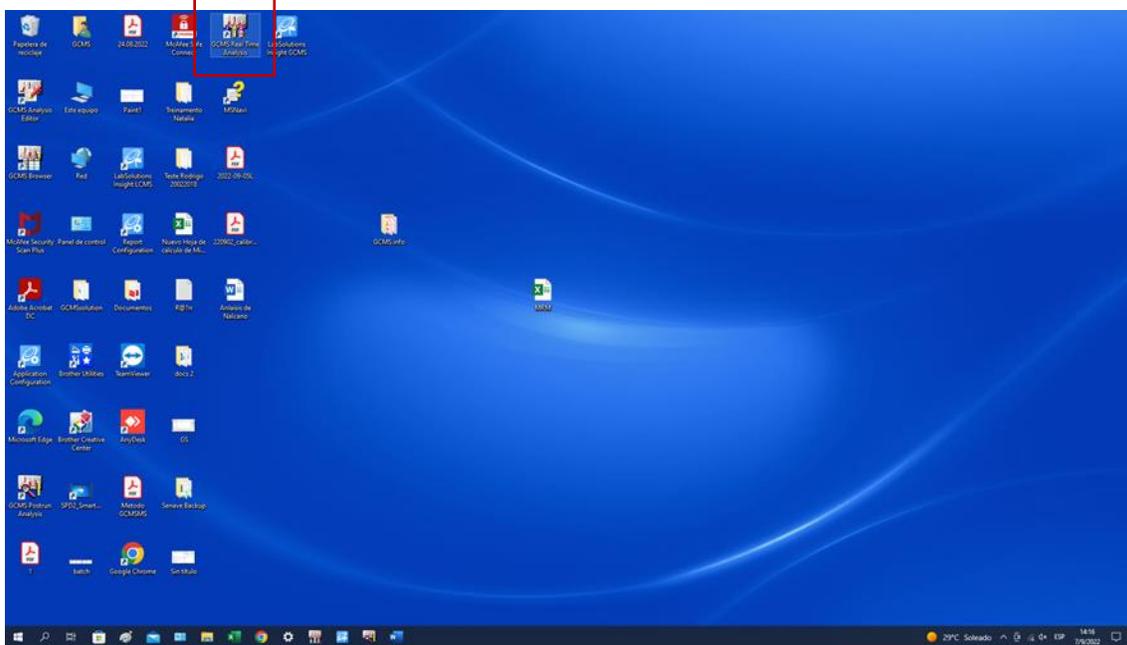
## 5.2.14 Dar click a Create method file y darle ok sin modificar nada



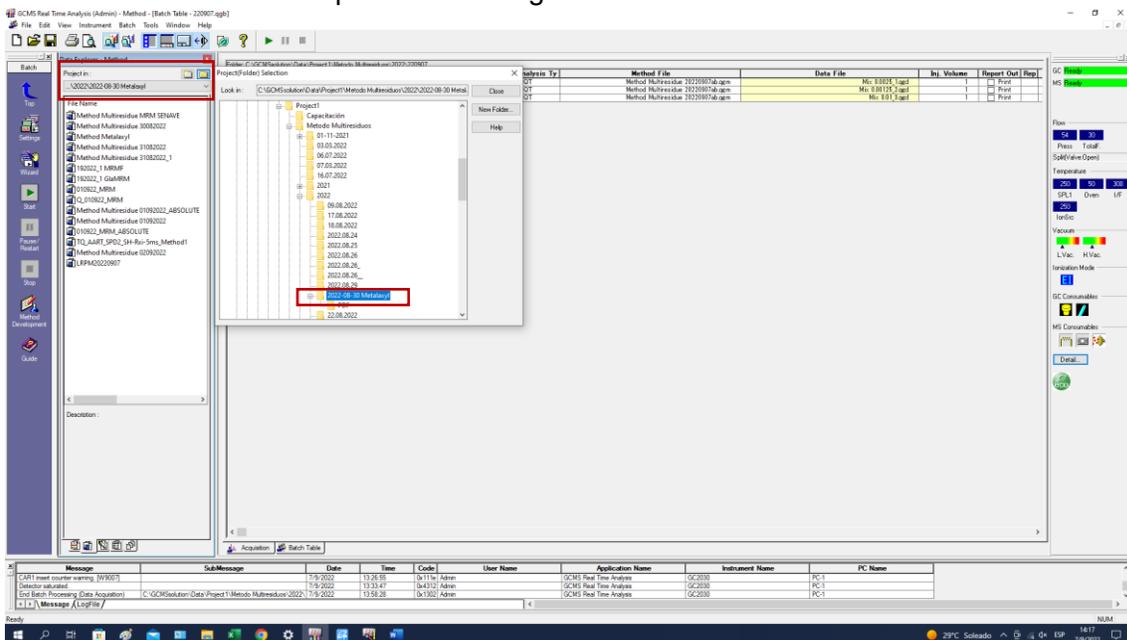
## 5.2.15 Guardar en la carpeta Método Multiresiduos , y la carpeta donde se guardó anteriormente.



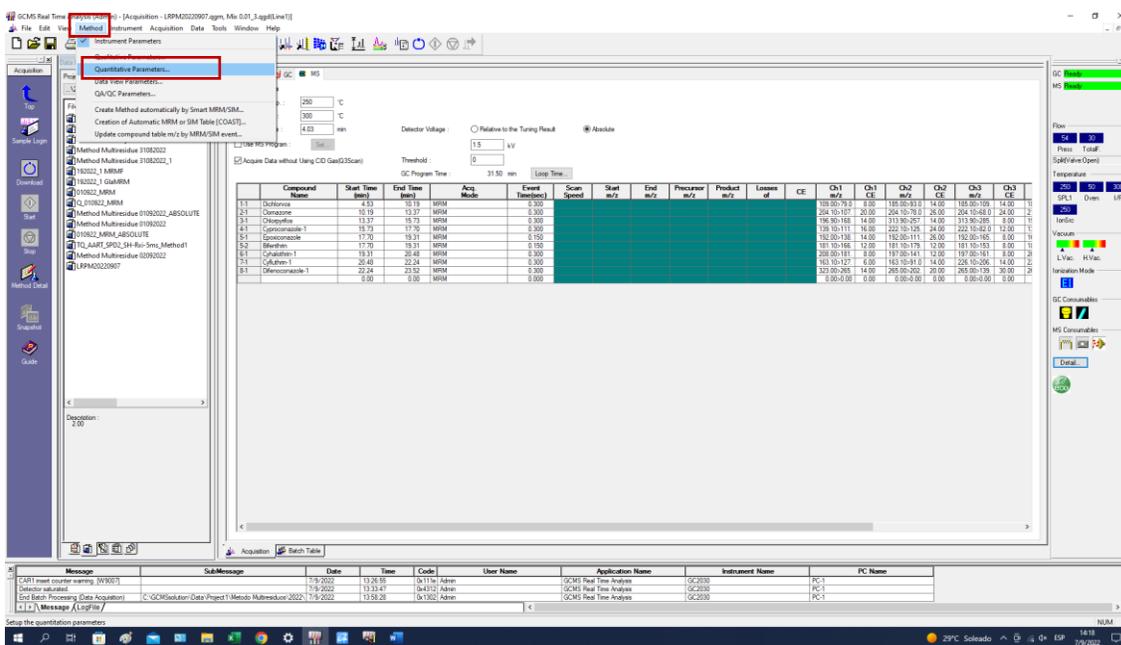
### 5.2.15 Una vez terminado el proceso seleccionar GCMS Real Time Analysis



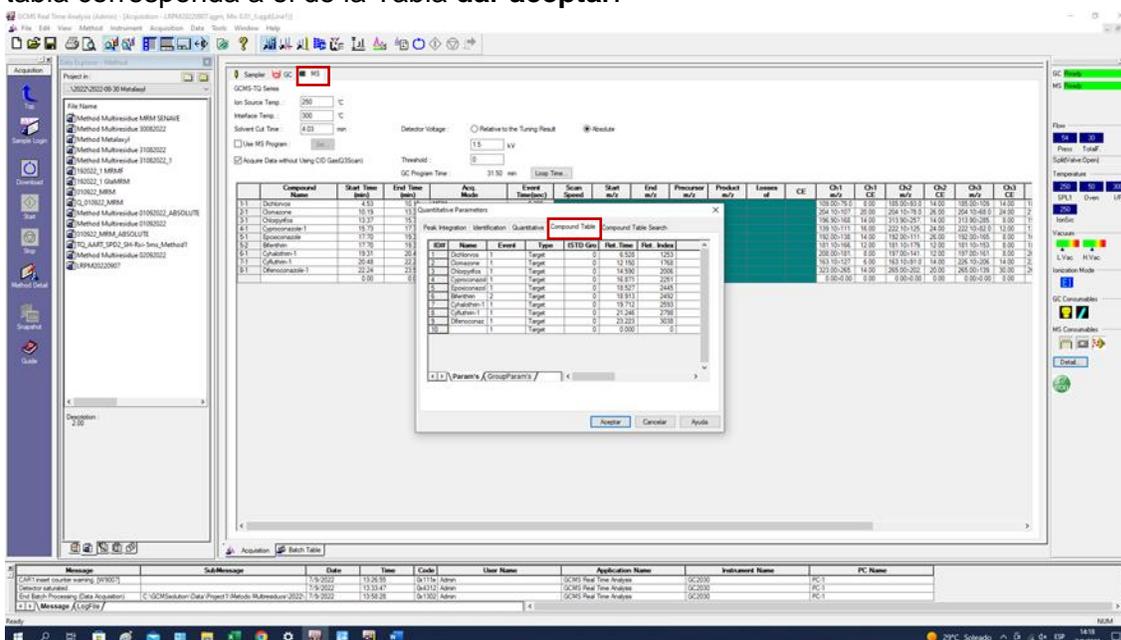
### 5.2.16 Seleccionar la carpeta donde se guardo el Archivo



### 5.2.17 Dar Click a Method y Quantitative Parameters



5.2.18 Seleccionar **MS**, luego **Compound Table** y verificar que el número de eventos en la tabla correspondan a el de la Tabla **dar aceptar**.



5.2.19 Una vez culminado se procede a realizar el mix de los activos que se desea determinar y se realiza una curva de calibrado con las concentraciones que se desea leer, hacer correr la concentración más elevada y verificar los picos de cada activo y que se encuentren en el tiempo de retención que le corresponde. Una vez verificado los picos proceder a leer el punto más bajo de la curva y verificar que los picos de cada activo se encuentren en el tiempo de retención que corresponda. Si no se obtienen resultados buenos se procede a la modificación del método variando algunas condiciones como el tiempo de evento y el voltaje

Una vez culminado las verificaciones proceder a realizar la lectura de rutina



## CREACIÓN DEL MÉTODO CON N-ALKANE EN EL GCMSMS SHIMADZU

**Código:** ITR-LRPM-161  
**Emisor:** DGT-DL-DLQ-LRPM  
**Versión:** 01  
**Vigente:** 03/04/2023  
**Página:** 14 de 14

### 6. CONTROL DE CAMBIOS

Item	Página	Cambios

### 7. DOCUMENTOS

Nombre del Documento	Código	Área de archivo	Responsable	Tiempo de retención por dependencia	Disposición Final
Ficha de equipos	FOR-DL-006	Sala de archivos	UMEL	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Registro de Verificaciones diarias del GCMS/MS	FOR-LRPM-117	Sala de archivos	Técnicos	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Plan de Mantenimiento	FOR-DL-004	Sala de archivos	UMEL	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>

### 8. ANEXOS

NO APLICA