

# **USO DEL UPLC MSMS 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:	Cargo:	Cargo:
Técnica LRPM Jefe de DLQ	Directora de Laboratorios.	Director General Técnico
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha: 23/03/2023	Fecha: 24/03/2023	Fecha: 03/04/2023



# 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 marca Shimadzu, modelo Nexera X<sub>2</sub> LCMS 8060 El equipo cuenta con los siguientes módulos:

- 1- Módulo de comunicación CBM 20 A (Comunication bus module)
- 2- Unidad de degasificación DGU-20A 3R( Degassing unit)
- 3- Autosampler Nexera X<sub>2</sub>SIL-30AC
- 4- Válvula de selección de canal de flujo de alta presión FCV-20 AH<sub>2</sub>
- 5- Horno de columna CTO-30A
- 6- Módulo de entrega de solvente (Bomba A) LC-30AD
- 7- Módulo de entrega de solvente (Bomba B) LC-30AD
- 8- Detector LCMS 8060
- 9- Generador de Nitrógeno Peak Scientific
- 10-CPU marca DELL
- 11-Monitor marca DELL
- 12-Programa cromatográfico Lab Solutions versión 5.97.
- 13-Impresora Láser HP modelo M180nw.

## 3. RESPONSABILIDAD

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

#### 4. ACTIVIDADES

#### 4.1. Encendido del Sistema LC

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 "Power".
- 4.1.2. Agregar a las botellas las fases móviles y líquidos de lavado.
- **4.1.3.** Colocar la columna adecuada dentro del porta columnas de acuerdo a la metodología.
- 4.1.4. Abrir el programa Lab Solutions→ Instrument → LC+MSMS → Abrir

Login	IabSolutions Main (System Administrator)           File         View         Process         Window         Help           Iai         ?         ************************************	-	×	
	Internet Construction		1	
LabSolutions	Postrum			
User ID: Minin V	Administration			
Password: Change Password >>				
OK Cancel Help	Marsual			



Código: ITR-LRPM-108 Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM Versión: 01 Vigente: 03/04/2023 Página: 3 de 14

7 Realtime Analysis (LC+MSMS-System Administrator) - [Data Acquisition - diuron tel	uconazole.lcm, Prueba Diuron 0,05_001.lcd)						- o ×
1 Ele Edit View Method Instrument Acquisition Data Jools Window Help							1 8 X
🍕 🔍 P 😥 🗋 🧉 🖬 🖳 📙 🐘 🔲	🖬 🛲 🚍  ? 🛛 🛃 🗓 🖾 🛔	🗑 🎃 🌭 ? 🛛 🗊 🕤	r 🔁 🔁 🚺 🚥 🗉	? 🗊 💦 NEBU		?	
Main Folder:	LCDoody MSDoody					Plat	IC Peats
Acquisition C:\LabSolutions\Data\Senave\Diuron\2020-02-17 V	Sample Name : Prueba Diuron 0.05					<u></u>	MS Ready
Filename	Sample ID : Data Comment :						🗊 ன 🚺
instrument 2020-02-17	LC MS ALL MS Running Time: 35:00 / 35:00 min Scantt: 5097 Int	ten : 200					Detal
Prueba Diuron 0,05_001	(x1.000.000)					Max Intensity : 1.009.804	Item Value Setting Units
	1,0-10(1,00) 22TIC(1,00)				Title	inten.	Total Flow 0.2000 0.2000 mL/min
oran Single Run	0,5				Λ	e	Pump A Row mL/min
	0,0	0 4,0 5,0	6.0 7.0 8.0	9,0 10,0	11,0 12,0 13,0	14,0 min	Pump A Pressur 9,3 MPa Pump B Pressur 9,0 MPa
Stop	Eventil: 1 Polarity: + Mode: MRM 7P						Pump 8 Degas -35 kPa OvenTemperat 40.0 40 C
N				· ·			Temperature LI 85 85 C Overlap Mode Off
Quick Batch	Event#: 2 Polarity: + Mode: MRM	00 80	100 110	120 130	140 150	100 m/2	Vial No (Autosa Injection Volum) UL
		72					Nebulizing Gas 2.0 2.0 L/min Drying Gas Ro 10.0 10.0 L/min
40	50 60 70	68 68	100 110	120 130	140 150	160 m/z	Interface ESI
Shapera C	Instrument Parameters View  Normal	Advanced End Time : 35.00 r	nin			Download	Interface Votag 4,0 KV Interface Curre 8,1 uA
Data Anihara	Deptilize     Deptilize	of Time: 35,000 min	MS Program Fidit Value and	MS Program		^	Desolvation Te 355 355 C DL Temperatur 250 250 C
	MRM(+) Product ion Scan(+) Presumor Ion	Scan(+) Neutral Loss Scan(+)	SIM(+) Scan(+)				Heat Block Te 400 400 C Conversion Dyn 10.0 k.V
<b>1</b>							Detector Voltag 1,74 k.V IG Vacuum 2,3e-03 Pa
Optimization for Method	Type Event#	mound Name m/r Time (0.00)	Loop	s Time			PG Vacuum 1,6e+02 Pa CID Gas 270 270 kPa
	MRM 1 • Teb	sconazolim1 308 2000>20	min - 33,000 min)				Turbo pump Ru 4241 hr
	a cur	101 222,00007 (2,0000, 223)					Plotary pump R 4241 Inr
	Amat vi Amat 0	- 15 min Compa	red Namer Tels concarole. I				
				2 P - 01			
	Ch Precursor m/2 Product m/2 Pause 1 Ch1 308,2000 70,0000 3,0	100.0 -16.0 100.0	-22.0 -22	3 Pro Bias(V) ^			
	Ch2 308,0000 10,1000 3.0 Ch3 308,0000 125,0000 3.0	100.0 -23.0	-12.0 -2	8.0 v			
Realitions Batch	All Data Accurat All Beatime B			`		•	
					- 11		
Message		<					
= = e = <u>11 e @</u>							∧ GB ¢≬ ESP 117,2/2020 ₩

**4.1.5.** El purgado de las fases móviles realizar abriendo las perillas en las bombas A y B y luego apretar purge o desde el programa Lab solutions en realtime analysis con el botón

autopurge .

**4.1.6.** Luego del purgado manual se cierran las perillas y se aprieta pump.



**4.1.7** Colocar en posición 1 la valvula FCV-20AH<sub>2</sub> para las corridas y en posición 0 para Waste.

#### 4.2 Creación de método de trabajo

4.2.1 Ir a realtime analysis → File → New Method file

**4.2.2** Ajustar parametros para MS,Interface, Data adquisition , LC time Prog, Pump, Column oven, Controller, Autosampler y Autopurge.



Código: ITR-LRPM-108 Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM Versión: 01 Vigente: 03/04/2023 Página: 4 de 14

Realtime Analysis (LC+MSMS-System Administrator) - [Data Acquisition - diuron tel	suconazole.km, Prueba Diuron 0,05,001.kcd)	- ø ×						
Eile Edit View Method Instrument Acquisition Data Jools Window Help		_ 8 ×						
New Method File Ctrl+N	□ <b>- </b>							
🔄 🙆 Open Method File Ctrl+O		I Get						
Close Method Hie	I Chards MS Dands	IC Ready						
A Save Method File Ctrl+S	Sandel Name Puebo Diceo 105	MS Ready						
Save Interiod File As Template	Sample ID :	a 🖬 🗐						
The Lond Mathead Researchers	Use Content :	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1						
A Coan Reference Data Ele	MS Running Time: 35.00 / 35.00 min Scantt: 5097 Inten: 200	Detail						
Close Beference Data File	(v1.000.000) Max Intensity 1.000.004	Item Value Setting Units						
Select Project(Folder)	1.9-11/E(1.00) THE 1.00 A	Total Flow 0,2000 0,2000 mL/min						
File Search	v	B.Conc 15,0 15,0 %						
R3 Audit Trail Log		Pump B Row mL/min						
Select Acquisition Printer	0.0 1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0 16.0 11.0 12.0 13.0 14.0 mm	Pump A Pressur 0.1 MPa Pump B Pressur 0.1 MPa						
Print Setup	Evenith 1 Polarity + Mode MRM 70 001	Pump B Degas -95 kPa Oven Temperat 40.0 40 C						
Print Method File		Temperature U 85 85 C						
(3) Method File Properties	50 60 70 60 90 100 110 120 130 140 160 160 miz	Vial No.(Autosa						
diuron tebuconazole	E VERIX 2 FORMY PRODE PRIM	Nebulizing Gas 2.0 2.0 L/min						
2 diuron tebuconazole		Dying Gas Ro 10.0 10.0 L/min						
4 Metodo 19 Pà fluio 0.4	50 60 70 80 90 100 110 120 130 140 150 160 m/z	Interface ESI						
Exit Alt+F4	Tuduner Paraneters Vew Nemal Advanced End Time 15:00 min							
U I	M5 Interface Data Acquisition LC Time Prog. Pump Column Oven Controller Autosampler Autosample	Interface Temp 200 200 C						
Data Analysis	Positive Okopative End Time: 35,000 min MS Program Edd Valve and MS Program	DL Temperatur 250 250 C						
	MBM(4) Product Ion Scan(4) Precursor Ion Scan(4) Neutral Loss Scan(4) SIM(4) Scan(4)	Conversion Dyn 10.0 kV						
1 Martin Carlos and Ca		Detector Voltag 1,74 kV						
Optimization for	CID Gas CID Gas Attenuation	PG Vacuum 1,6e+02 Pa						
Method	Type         Event#         +/-         Compound Name         m/z         Time (0,000 min - 35,000 min)	MS Valve 1						
	MMM         1         +         Teleconstat/= 1000 Fe0007x0           MMM         2         +         Dumm 233 MOVP 2000, 233	Turbo pump Ru 4242 hv Botavy pump R 4243 hv						
< >								
Comment:								
	MBR V Acq. Ime: 0 - 33 min Compound Hame: Tebuconazoe-1							
	Ch. Procursor m/2 Product m/2 Pause Time (msec) Dwell Time (msec) (D Pre Bas(V) CE. Q3 Pre Bas(V)							
	Ch1 308,2000 70,0000 3.0 100.0 -16.0 22.0 -38.0 Ch2 308,2000 70,1000 3.0 100.0 -23.0 -12.0 -28.0							
	013 300.000 125.000 3.0 100.0 16.0 12.0 28.0							
Realtime Batch	2 Data Acques. [39] Heatme B.	·						
X + Message		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·						
= = e 📁 🚺 🕫 🔟 📕		∧ ∰ d⊗ ESP 13:31 🖏						

**4.2.3 Método de Masa MS**: ir a MRM (+), insertar el compuesto precursor junto a los productos y energías de colisión obtenidos en la optimización.

Stop		( ) ( ) ( ) ( ) ( ) ( ) ( ) ( ) ( ) ( )	>
		Instrument Parameters View Normal Advanced End Time : 35.00 min	📧 👆 Download
27		MS Interface Data Acquisition LC Time Prog. Pump Column Oven Controller Autosempler AutoPurge	
Quick Batch		Positive O Negative End Time: 35,000 min MS Program Edit Valve and MS Program	^
199771		Mg M(+) Product Ion Scan(+) Precursor Ion Scan(+) Neutral Loss Scan(+) SIM(+) Scan(+)	
Snapshot			
		Nr.         Evenue         #/2         Compound reame         m/2         Time (0.000 mm - 39,000 mm)           Mired         1         +         Tebucorsoleri 309,2000 mm)         -	
Data Maiysis		MRM 2 + Divron 233,0000>72,0000, 233	
<b>111</b>			
Optimization for			
Method			
	< >>	MRM V Acq. Time: 0 - 35 min Compound Name: Tebuconazole-1	
	Comment:		
		Con 308,2000 70,0000 3.0 100. 100. 20. 20. 20. 20. 20. 20. 20. 20. 20.	
		012 308.0000 70.1000 3.0 100.0 -23.0 -12.0 -28.0 013 308.0000 125.0000 3.0 100.0 -16.0 -12.0 -28.0	
		Event Time: 0,309 sec Q1 Resolution: Unit ~ Advanced Settings	
		Q3 Resolution: Unit 🗸	
		Burraw Forest Burraw Burraw Battoon	
			Ŷ
Realtime Batch	🔟 % 🖾 🥬 📖	Data Acquisi. (@ Reakme B	
*			
A Mossage	/	1	
H H	😑 🧰 😰 🛝		

## 4.2.4 Interface: Indicar las cromatográficas del detector MSMS

🗥 Realtime Analy	sis (LC+MSMS-System Administrator) - [Data Acquisition - Nuevo m	etodo.lcm, Prueba Diuron 0,05_001.lcd]
<u> Eile E</u> dit <u>V</u> i	ew <u>M</u> ethod <u>I</u> nstrument <u>A</u> cquisition <u>D</u> ata <u>T</u> ools <u>W</u> indow <u>H</u> elp	
S 🖉 🖓	) P 😥 📘 🧭 🖬 🛛 🛲 🛄	■ <b></b>
Main	Folder:	
Acquisition	C:\LabSolutions\Data\Senave\Diuron\2020.02-17	Sample Name - Prese Discon 0.05
		Sample ID :
<u>_</u> /	Filename	LC MS ALL
Instrument Parameters	Ma Nuevo metodo	
		1.0011000
		0.75-
Start Single Run		0,50
		0,25-
0		0,00-
Stop		-0.25
æ.,		-0.00
127		0.7
Quick Batch		
1000		174.0 172.0 175.0 174.0 175.0 178.0 175.0 178.0 175.0 178.0
- (O)		
Shapshot		Instrument Parameters View     Normal Advanced End Time : 35.00 min
<u></u>		MS Interface Data Acquisition LC Time Prog. Pump Column Oven Controller Autosampler AutoPurge
Data Analysis		Interface: SI
M 1997		Nebulizing Gas Flow: Z L/min
Optimization for Method		Heating Gas Flow: 10 L/min
		Interface Temperature: 200 C
		Desolvation Temperature: 355 C
	< >	DL Temperature: 250 C
	Comment:	Heat Block Temperature: 400 C
		Drying Gas Flow: 10 L/min

**4.2.5 Data Acquisition:** Se agrega el tiempo que durara la corrida.



🔼 Realtime Analy	ysis (LC+MSMS-System Administrator) - [Data Acquisition - Nuevo i	metodo.lcm, Prueba Diuron 0,05_001.lcd]
掛 Eile Edit Vi	ew <u>M</u> ethod <u>I</u> nstrument <u>A</u> cquisition <u>D</u> ata <u>T</u> ools <u>W</u> indow <u>H</u> e	۹¢.
🖏 💿 C	) 🖓 📝 📘 🧭 🖬 🖾 🔍 💽 🐘	
Main Acquisition Instrument Parameters Start Single Run © Stop Stop Cuick Batch Cuick Batch	Folder:	Image: state stat

# 4.2.6 Rampa LC Time Prog: Se elabora el gradiente cromatográfico.

Realtime Analysis (LC+MSMS-System Administrator) - [Data Acquis	tion - Nuevo metodo.lcm, Prueba Diuron 0,05_001.lcd]	- a ×
Eile Edit View Method Instrument Acquisition Data Jools	<u>Window</u> Help	- 8 ×
5 0 0 P 17 🗋 🖉 🗋 🖉 🤇	, , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	
Main Acquisition Cr(LabSolutions(Data)Senave(Dkron12020-02-17 Filename	Image: Constraint of the second sec	.C Ready MS Ready
Parameters	10 INS ALL 13(1000) 1000 10	Detal  tom Value Setting Units Mode Bray grad Bray grad
Start Single Run		Internet         0.2000         0.2000         0.2000         mLmm           B Cene         15.0         15.0         %           Rump A Row         mLmin         mLmin           Pump B Row         mLmin         mLmin           Pump A Pressur         0.1         MPa
Step	C S Industries Very Const (Advanced) End Time 35:00 min.	Nump B Degas         -95         k.Pa           Overn Temperat         40,0         40 C           Temperature U         85         85 C           Overlap Mode         Off
Quick Batch	The premise basis causes in the more rule countries automatic automatic Automatic automatic auto	Wal No (Autoria)         UL           Injection Volum         UL           Nebulzing Gas         2.0         2.0         L/min           Dying Gas Ro         10.0         10.0         L/min           Heating Gas R         10.0         10.0         L/min
Snapshot	- 1000 - 10000 - 1000 - 1000 - 1000 - 1000 - 1000 - 1000 - 1000 - 1000 - 1000 -	Interface ESI Interface Votag 4.0 kV Interface Curre 4.1 uA Interface Temp 200 200 C
Data Analysis	50 - 50,0	Description 1e     305     305     C     Temperatur     250     250     C     Heat Block Te     400     400     C
Clotimization for Method		IG Vacuum 2.3e-03 Pa PG Vacuum 1.6e+02 Pa CID Gas 270 270 kPa MS Valve 1
C	Time         Modde         Command         Value         Comment         Comment           3         100         Luga         8 Gare         40         Comment         6           2         23         Lugas         8 Gare         40         Comment         6	Tutbo pump Ru 4243 hr Rotary pump R 4243 hr
Comments.	3         6.00         Augus         6.Grec         55           4         100         Augus         6.Grec         55           5         17.20         Augus         6.Grec         56           6         20.00         Augus         6.Grec         56	
	7         20.01         Purps         8.Gmc         15           8         30.80         Governance         50         00 <td></td>	
	11         0.0	
Realtime Batch	Bearran @ Peatrice B.	

# 4.2.7 Bomba: Se escoge el flujo y la proporción inicial de una de las fases móviles.



4.2.6 Horno de columna : Se agrega la temperatura de columna.



Image:		
	🚄 🔍 🗈 🐘 💷	🖬 📠 📄 ? 🛛 😭 🎦 UL 🖾 👹 🍪 🎼 ? 🛛 🗊 🖛 📨 🔟 🗓
Sample Name : Prueba Diuron 0.05 Sample ID :: Data Comment : L C MS ALL 1,0(x1,000) -1,0 -		LCReady MSReady
LC MS ALL 1,0 <sup>(x1,000)</sup> 0,0 -1,0 188,0 187,0 188,0 189,0 190,0 191,0 192,0	on\2020-02-17 ~	Sample Name : Prueba Diuron 0,05 Sample ID : Data Comment :
1,0(x1,000)         0,0         0,0         1,0		LC MS ALL
0,0 -1,0 -	11	1,0 <sup>(×1,000)</sup>
0,0- -1,0- 188,0-187,0-188,0-189,0-190,0-191,0-192,0-19 Instrument Parameters View Normal Advanced Encl Time : 35.00 min MS Interface Data Acquisition LC Time Prog. Pump Column Oven Controller Autosampler AutoPur Model: CTO-30A Column Oven Oven Temperature: 40 C Temperature Limit(Maximum): 85 C Heat Compensation: AUTO Heat Compensation Flow: 0,2000 mL/min Ready Cherk: 0n Ready Cherk		
Instrument Parameters View     Normal Advanced End Time : 35.00 min     Ms Interface Data Acquisition LC Time Prog. Pump Column Oven Controller Autosampler AutoPur     Model: CTO-30A     Column Oven     Oven Temperature: 40 C Temperature Limit(Maximum): 85 C     Heat Compensation: AUTO Heat Compensation Flow: 0,2000 mL/min     Ready Cherk:		0,0
1.0 1 12 0 13 1,0 13 1,0 13 1,0 13 1,0 19 1,0 19 1,0 19 2,0 13     Instrument Parameters View Normal Advanced End Time : 35.00 min     MS Interface Data Acquisition LC Time Prog. Pump Column Oven Controller Autosampler AutoPur     Model: CTO-30A     Column Oven     Oven Temperature: 40 C Temperature Limit(Maximum): 85 C     Heat Compensation: AUTO Heat Compensation Flow: 0,2000 mL/min     Ready Cherk: 00		
Instrument Parameters View Normal Advanced End Time : 35.00 min          M5       Interface Data Acquisition LC Time Prog. Pump Column Oven Controller Autosampler AutoPur         Model: CTO-30A       Column Oven         Oven Temperature:       40         C       Temperature Limit(Maximum):         85       C         Heat Compensation:       AUTO         Beardy Cherk:       On         Ready Cherk:       On		-1,0-1,0-1,0-1,0-1,0-1,0-1,0-1,0-1,0-1,0
Mormal Advanced End Time : 35.00 min MS Interface Data Acquisition LC Time Prog. Pump Column Oven Controller Autosampler AutoPum Model: CTO-30A Column Oven Oven Temperature: 40 C Temperature Limit(Maximum): 85 C Heat Compensation: AUTO Heat Compensation Flow: 0,2000 mL/min Ready Cherk: 0n Ready Cherk		
MS Interface Data Acquisition LC Time Prog. Pump Column Oven Controller AutoPum Model: CTO-30A Column Oven Oven Temperature: 40 C Temperature Limit(Maximum): 85 C Heat Compensation: AUTO Heat Compensation Flow: 0,2000 mL/min Ready Cherk: On Ready Cherk		Instrument Parameters View Normal Advanced End Time : 35.00 min
Model: CTO-30A Column Oven Oven Temperature: 40 C Temperature Limit(Maximum): 85 C Heat Compensation: AUTO Heat Compensation Flow: 0,2000 mL/min Ready Check: 00		MS Interface Data Acquisition LC Time Prog. Pump Column Oven Controller Autosampler AutoPur
Oven Temperature:     40     C     Temperature Limit(Maximum):     85     C       Heat Compensation:     AUTO     Heat Compensation Flow:     0,2000     mL/min		Model: CTO-30A
Heat Compensation: AUTO Heat Compensation Flow: 0,2000 mL/min		✓ Column Oven     Oven Temperature: 40 C Temperature Limit(Maximum): 85 C
Ready Check		
		Heat Compensation: AUTO  Heat Compensation Flow: 0,2000 mL/min
		Heat Compensation:     AUTO     Heat Compensation Flow:     0,2000     mL/min       Ready Check:     On     Ready Check
		Heat Compensation:     AUTO     Heat Compensation Flow:     0,2000 mL/min       Ready Check:     On     Ready Check
		Heat Compensation:     AUTO     Heat Compensation Flow:     0,2000     mL/min       Ready Check:     On     Ready Check     Image: Check Chec

# 4.2.8 Auto sampler: Se ajustan parámetros para la inyección.

3 💿 🔅	) 🖓 📝 📘 🧭 🖬 🚄 🔍 🖪 🐘 🔲	) 🖬 🛲   ?   🍼 🛬 U, 🖂 👹 🍓 🎍 ?   🗊 🖬 🖛 🙄 🗍 💷 🖙 ?	
Main Acquisition     State     State	Jew Method Instrument Acquisition Data Jools Window Help Data Jools Window Help Poder: City ubsolutions (Data (Senave (Duron (2020-02-17 Filename Nuevo metodo Comment:	Image:	198.0

# **4.2.9 Auto purge:** Se seleccionan condiciones para purgado de las fases móviles.

Realtime Analy	sis (LC+MSMS-System Administrator)	- [Data Acquisition - Nuevo met	odo.lcm, Prueba Diu	ron 0,05_001.lcd]				
🕂 Eile Edit Vie	w Method Instrument Acquisition	<u>Data Tools Window H</u> elp						
👒 💿 😳	) 🖉 📝 📘 📄 🧭 🖬	🚄 🔍 🖪 🐘 🛄		? 🛛 😭 🔚 📖 🖾	í 🕍 🎃 🌆 ?	= = =	T 🗊 💷 🖬	
Main	Folder:		LCReady M	4S <mark>Ready</mark>				
Acquisition	C: V.abSolutions \Data \Senave \Diuron \20	20-02-17 ~	Sample Name : Pr Sample ID :	ueba Diuron 0.05				
Instrument Parameters	Filename 述 Nuevo metodo		Data Comment : LC MS	ALL				
Start Single Run			0.0	95.0 197.0 195.0	199.0 200.0	201.0 202.0	203.0 204.0	
Stop			<	50,0 197,0 190,0	199,0 200,0	201,0 202,0	200,0 204,0	
34			Instrument Pa	rameters View Norr	nal Advanced End	Time : 35.00 min	1	
Quick Batch			MS Interfac	e Data Acquisition LC Time F	Prog. Pump Column Oven	Controller Autosampler	AutoPurge	
			Purge Order	Mobile Phase Name	Purge Time	Purging Pump Pump A: LC-30AD		
Spanshot			2nd:	Mobile Phase B	v 5 min	Pump B: LC-30AD		
			3rd:	None	V 5 min			
Data Analysis			4th:	None	S min			
				Measuring Line: Default I	3,0 5,0 min			
J 💉 .				Rinse Port: Default	20 5,0 min			
Optimization for Method					min			
	د	>		Init. ConcReplacement:	5 min			
	Comment:		- Warm up Wait time	e: 0 min				
			Total Flo	w: 0,0000 mL/min				4.2.10
			Activate	e system after AutoPurge				Para
								1 212
								guarda
r el méto	odo ir a File	Save Metho	d file as	Dar noi	nbre			-

SENAVE OF CHILDREN	USO DEL U	PLC MSMS SHIMADZ	Có Err U Ve Viç Pá	digo: ITR-LRPM-108 hisor: DGT-DL-DLQ-LRPM rsión: 01 gente: 03/04/2023 gina: 7 de 14
Instrument MS Inter Purge Ord 1st: 2nd: 3rd: 4th:	205,0 206,0 207,0 Parameters View Nor face Data Acquisition LC Time Guardar r Mobile Phase Name Mobile Phase A Mobile Phase B None Cali None Cali None Cali None Cali	208,0 209,0 210,0 211,0 Method File As en: Senave e 0 en sesamo 9-11-28 ana 2019 ficacion rpirifos ron 0-2010	212.0 3,0 212.0 3,0 Fecha de m Crear nueva 12/2/2020 08:49 28/11/2019 09:43 12/2/2020 14:33 7/2/2020 14:33 7/2/2020 15:58 17/2/2020 09:40 29/11/2019 10:35	214,0 215,0 × carpeta
Warm Wait Total ☑ Activ	Measuring Line: Default Rinse Port: Default Init. ConcReplacement: up ime: 0 min Flow: 0,0000 mL/min ate system after AutoPurge	Nuevo metodo LC Method File (*1cm) 5 min	<ul> <li>✓ Guard</li> <li>✓ Cance</li> </ul>	ar lar

4.2.10.1 Una vez creado el método ir en la carpeta indicada y descargar en el proyecto del día.

**4.2.10.2** Para establecer los parámetros ir a Method → Data Processing Parameters (MS) comprobar si coincide los eventos en el orden que están en el método, establecer productos (m/z), TR y las concentraciones de estándares.





**4.3 Crear proyecto:** Open method file → OPEN → nueva carpeta → Abrir





**4.3.1 Descragar método:** Seleccionar el método → Download → Pump On/Off para estabilización del LC, se considera estable si se observa un comportamiento lineal en las presiones de la bomba A y B transcurrido aproximadamente 15 minutos.



Código: ITR-LRPM-108 Emisor: DGT-DL-DLQ-LRPM Versión: 01 Vigente: 03/04/2023 Página: 9 de 14

🔞 Realtime Analysis (LC+MSM5-System Administrateo) - [Deta Acquisition - Nuevo metodo.km, Prueba Diuron 0,05,001.kcd]	- a ×
建 Elie Edit Yiew Method Instrument Acquisition Data Joob Window Hep	_ # ×
[3] ◎ ◎ ♪ ♪ [] 3] 5] 4] C. [], [] 3] 3] 7] 7] 7] 7] 7] 7] 7] 7] 7] 7] 7] 7] 7]	
Lam         Profer:         LCRoady         Profer:         Pr	LC Ready MS Ready
Open         Team         Team <th< td=""><td>tem         Value         Setting         Units           Mode         Binary grad         Binar</td></th<>	tem         Value         Setting         Units           Mode         Binary grad         Binar
Stee         6.25           Ar         6.06           Ques Bart         4.25	Pump B Prestur         2/4         Mrs           Pump B Depast         450         KFa           Own Temperati         40.0         40.0           Temperature U         85 C         Overlag           Variation Mode         Off         Fig.           Variation Mode         Off         Overlag           Variation Mode         Off         Overlag           Variation Mode         Off         Overlag           National Contract Contract         Line         Overlag
Securit         4.50         -	Dyreg Gas Ro         10.0         10.0         10.0         Limin           Heating Gas RP         10.0         10.0         Limin         Interface         ESI         Interface         Limin         Interface         Limin         Interface         Limin         Interface         Limin         <
Kashme Babo         Kashme Babo	Heat Book 16         600 <t< td=""></t<>
C ≥ \Message f	
## # 0 👼 💇 🔟	^ € ¢) ESP 15:10

#### 4.4 Crear secuencia

Realtime  $\rightarrow$  Batch  $\rightarrow$  Realtime analysis.



Wizard  $\longrightarrow$  Batch Table Wizard  $\longrightarrow$  New en Batch Table  $\longrightarrow$  Method File  $\longrightarrow$  Batch File Name  $\longrightarrow$  Abrir $\longrightarrow$  Finalizar.





DRY NEBU HEAT ESI DL HEAT TG

Iray	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	Metanol limpieza		0:Unknown	MIT MQT	etodo 19 PA flujo 0,4.lcm	(Auto File
1	Sta 1 10 0000			LUIT HOT		(Auto File
1	Sta Batch lable Wizard				~	(Auto File
1	Sta	-				(Auto File
1	Sta	Batch Table	New	Append		(Auto File
1	Sta	Dutterritorie		0.444		(Auto File
1	Ste	Method File:	C: LabSolu	tions \Data \Senave \P	esticidas 2019\	(Auto File
1						(Auto File
1	NC	Injection vo	iume: 5	uL		(Auto File
1	PC	MS Data Pro	cessina:	Qualitative	Quantitative	(Auto File
1	20	Select stand	lard location in the	requence	-	(Auto File
1	20	Selectistario	ard locadorr in the	sequence.		(Auto File
1	20	Number o	f Sample Groups:	1		(Auto File
1	21		L			(Auto File
1	ME	OUnkn	own Only		5 5 5 5	(Auto File
1	NC					(Auto File
1	PC					(Auto File
1	20	Ostan	dard Only			(Auto File
1	20			ā	0000	(Auto File
1	20	Stan	dard & Unknown	<b>1</b>		(Auto File
1	ME			U		(Auto File
1	NC	OProved	ot Calibration	<u>44</u>	AAAAA	(Auto File
	PO	Obrac	(et Calibration	i i i i i i i i i i i i i i i i i i i		(Auto File
	21			00		(Auto File
1	21	Bracke	over	lap 🗸		(Auto File
1	21	Us	e the same vial(s) ir	n Bracket		(Auto File
1	ME					(Auto File
1	Sta	QA/QC Sam	ples			(Auto File
		Inser	rt OA/OC Samples			
			e de la des servicies			
			< Atrice	Siguiente >	Cancelar	



# 4.5 Shutdown

Realtime Analysis	Instrum	nent 🗕	Shute	down 🗕 🛶 A	ceptar
Realtime Analysis (LC+MSMS-System Administrator) -	- [Realtime Batch - 2020-02	2-17.lcb]			-
<u>File Edit View</u> Instrument Batch Tools Window	w <u>H</u> elp				
System Configuration Audit Trail Log	2	‴ =• =•		×   • • • •   •	
🕤 🔚 🕕 🖸 🖄 System Check	🗊 峙 🗾 🏹 🗊	) an es ?			Ms ?
Startup  Main Fo Shutdown		Folder: C:\LabS	olutions\Data\Se	nave\Diuron\2020-02-17	-
Acquisition C: VabSolutions/Data/Sepage/Disron/201	20-02-17	Analysis	Vial# Tray	Sample Name	Sample ID

4.6 Lab Lab Sol	• Solutions Insight utions Insight LCMS	→ File →	Open Results	
Shortcuts	- Con			
File				
Open Open Result	5			
Se selecciona	la carpeta de secuencia	a deseada	→ All files	—►abrir.



/ts	Compound List				
	🛃 Open				×
7	🗧 🚽 🕆 🦲 « Veg	etales 2019 > 2020-02-14	~ Ö	Buscar en 2020-02-14	Q
	Organizar 👻 Nueva car	rpeta		IEE •	
	2020-02-17 ^	Nombre		Fecha de modificación	Tipo ^
*	2020-02-17	45-20_016		30/1/2020 20:00	Shimada
	Erte equipe	45-20_034		5/2/2020 03:52	Shimadzi
1	Descenter	46-20_017		30/1/2020 20:20	Shimada
	Descargas	46-20_035		5/2/2020 04:13	Shimadzi
7	Documentos	47-20_018		30/1/2020 20:41	Shimadzi
	Escritorio	47-20_036		5/2/2020 04:33	Shimadzi
hod	📰 Imágenes	48-20_019		30/1/2020 21:01	Shimadzu
	Música	48-20_037		5/2/2020 04:54	Shimadz.
S.	Objetos 3D	49-20_020		30/1/2020 21:22	Shimadzi.
	Videos	49-20_038		5/2/2020 05:14	Shimada
9 <sup>4</sup>	CS (C1)	50-20_021		30/1/2020 21:42	Shimadzi
	- DATA (D-)	50-20_039		5/2/2020 05:35	Shimadz
	WACIGR (E)	51-20_022		30/1/2020 21:45	Shimadr.
·	v ·	<			>
	Nomb	re	Ŷ	All Files (".iproc;".lcb;".	lom;".lce ~
		-		Results File (*.iproc) LC/MS Batch File (*.lcb) Method File (*.lcm) Data Files (*.lcd)	F d



4.6.1 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.

	Compound Details - Nivel 5-005 001 - Carbaryl	×
Save	Background 📈 Peak 📈 Smoothing Level Other 🗸 🐼 🗸	ŀ
	Q 202.20° M45.10 (+) A 21.0019 2.4 100.00	5e5
Save Flags	%- %- %- %- %- %- %- %- %- %- %- %- %- %	
View Edit	Delete All Peaks Manual Peak Integrate Link Point Apply Peak Integration To All Samples Horizontal	⊕
Review Report	0.00 + + + + + + + + + + + + + + + + + +	nin)
📲 🖽 ڪ		

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





#### # # 😁 🖬 🖉 🖪

# 4.7 Optimización de principios activos

Quitar la columna cromatográfica

Open en Realtime analysis \_\_\_\_\_seleccionar la carpeta Optimización con el método deseado descargar.\_\_\_\_\_





Optimize MRM event from precursor ion

⊍ Open Metho	d File		×
Buscar en:	Optimización ~	G 🤌 📂 🛄 🗸	
-	Nombre	Fecha de modificación	Tipo
	20190912	16/9/2019 10:35	Carpe
Acceso rápido	20190827	16/9/2019 10:36	Carpe
	optimizacion de energia	16/9/2019 10:36	Carpe
·	20190927	27/9/2019 09:17	Carpe
Escritorio	20190924	9/10/2019 16:04	Carpe
_	20191018	18/10/2019 14:04	Carpe
	20200213	13/2/2020 10:29	Carpe
Bibliotecas	Pesticides_SENAVE- optimizacion	12/9/2019 12:19	Shim
Este equipo	N N		
	<		>
Red	Nombre:	~ A	brir
	Tipo: I C Method File (* Icm)	Can	celar

Acquisition → Optimization for method search → siguiente



Se coloca el peso molecular, el tiempo de búsqueda de 0 a 0,8 minutos, el número del vial y el volumen de inyección.

Method F	ile: Pesticides_SENAVE- op	otimia		Max Loop	Time 1,80	sec				
Search	n Precursor ion			Predicted	end time 9,60	min				
✓ Adjus ✓ Optim ✓ Auto s ✓ Adjus	t Precursor m/z ize Voltage Advance select product m/z Auto Select t Product m/z	ed Setting	recursor Min Inte Selec Selec	Ion Search Para nsity 20000 It the Precursor n It the Precursor n	meters )/z from All Candi )/z from Maximum	date Intensity				
Addu	ct Ion Positive : ++1 N Charge : 1 - 1	legative : -H		Set same time						
#	Compound Name	Molecular weight	+/-	Start(min)	End(min)	Sample ID	Vial#	Tray	Inj Vo	a. ^
				Image: Constraint of the second sec			Image: Second			
Output	Folder: C:\LabSolutions\Data	Senave \Optimización \								
O Sav C:∛	<b>e new method file</b> LabSolutions \Data \Senave \Diurc	on\2020-02-17\Pesticides	_SENAVE	- optimizacion_2	02002181					
Creat C: V	ate new method files by every e LabSolutions \Data \Senave \Optin	vent nización \optimizacion de e	energia\			-				
	Option					Shutdown aft	er optimiza	tion		

Optimización en Output folder — Create new method file by every event



# 4.8 Verificación del Sistema UPLC

**4.8.1.** 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.

## 4.9 Calibración

- **4.9.1.** Este equipo se verifica anualmente si requiere calibración, no está incluido dentro del Plan de Calibración.
- **4.9.2.** Las comprobaciones para asegurar que responde a las especificaciones exigidas se realizan a través de las verificaciones, que se detallan en el punto anterior.
- 4.9.3 se realiza una calificación del equipo cada 5 años

#### 4.10 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.

## 5. CONTROL DE CAMBIOS

Item	Página	Cambios

## 6. DOCUMENTOS

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>
Esquema de Inyección en el UPLC MS/MS	FOR-LRPM-155	Sala de archivos	Técnicos	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Plan de manteniendo	FOR-DL-004	Sala de archivos	UMEL	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Ficha de equipos	FOR-DL-006	Sala de archivos	UMEL	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Protocolo de trabajo	FOR-LRPM-156	Sala de archivos	Técnicos	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>

# 7. ANEXOS

NO APLICA