

USO DEL GC TRACE 1300

<u>MODIFICADO POR</u>	VERIFICADO POR	APROBADO POR
Nombre y Apellido: Lic. Jessica Samaniego Lic. Alba Domínguez	Nombre y Apellido: Dra. Ing. Agr. Jadiyi Torales	Nombre y Apellido: Ing. Agr. César Rivas
Cargo: Técnica Analista Jefa interina del DLQ	Cargo: Directora de la DL	Cargo: Director General Técnico
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha: 22/03/2023	Fecha: 24/03/2023	Fecha: 03/04/2023



USO DEL GC TRACE 1300

Código: ITR-LCC-101
Emisor: DGT-DL-DLQ- LCC
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 2 de 18

1. OBJETIVO

Describir el modo de operación y verificación del Cromatógrafo Gaseoso (GC).

2. ALCANCE

Se aplica al equipo Cromatógrafo Gaseoso marca Thermo Scientific, modelo TRACE 1300, con Código N°: LC.GCFI.06 del LCC.

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. LCC: Laboratorio de Control de Calidad de Insumos Agrícolas.
- 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 donde se registrarán los datos resultantes de una actividad.
- 3.2.3. Calificación: proceso total de aseguramiento de que un instrumento es apropiado para el uso propuesto y que su funcionamiento está de acuerdo a las especificaciones establecidas por el usuario y el proveedor.

4. RESPONSABILIDAD

Es responsabilidad del Encargado del LCC, del Encargado de UMEL y de los técnicos analistas que operan el equipo, verificar el adecuado cumplimiento de este instructivo.

5. ACTIVIDADES

5.1 Encendido del Sistema GC

- El modo de encendido se aplica antes de cada uso y se realiza como se detalla a continuación:
- 5.1.1 Encender todos los módulos del equipo; suba el interruptor ubicado en la parte posterior, el inyector y la computadora acoplada.
 - 5.1.2 Colocar la columna adecuada dentro del porta columnas de acuerdo a la metodología utilizada.

5.1.3 Activar las válvulas de los gases (la presión no debe de estar bajo 300 PSI).

5.1.4 Esperar que en la pantalla aparezca el icono del programa “CHROMALEON” e ingresar. Proceder de la siguiente manera:

5.1.5 Hacer click en “Local” > Instruments.

- a) Sección Thermo Scientific GC Home: verificar que el botón bajo la imagen esté de color verde con la indicación “connected”, de lo contrario, hacer click sobre el mismo.
- b) Sección Sampler: en Sampler Status verificar que el botón esté de color verde con la indicación “connected”.
- c) Sección Front Inlet: hacer click y activar en modo “ON”: Gas server, Column Flow, Purge y Temperature. Verificar que los valores del estado “Actual del equipo” coincidan con las establecidas en “Set point”.
- d) Sección Oven: Activar el botón de Temperature en modo “ON”
- e) Sección Front Detector: hacer click y activar en modo “ON”: Temperature, Flame, Hydrogen, Aire, Makeup gas. Verificar que los valores del estado “Actual” del equipo coincidan con las establecidas en “Set point”.
- f) Esperar 30 min. aprox. para su estabilización.

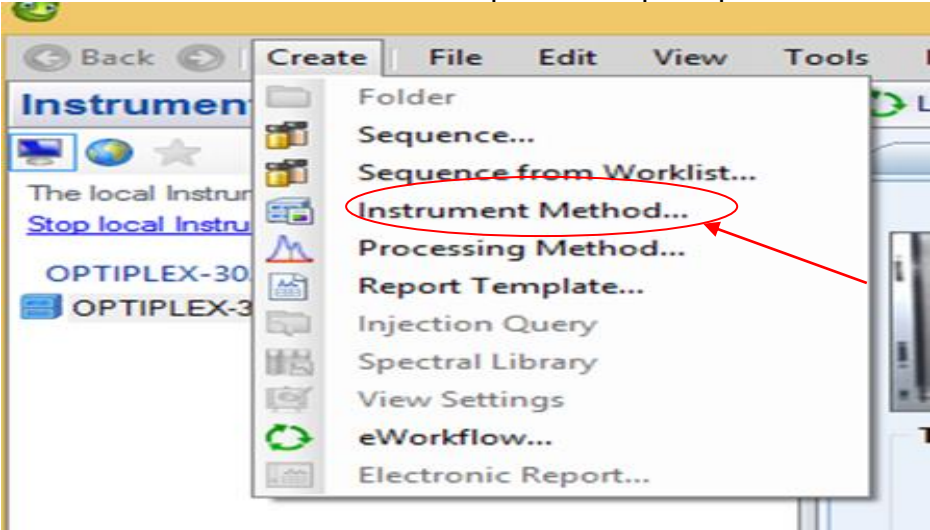
5.1.6 Llenar los viales correspondientes al lavado del inyector: un vial con Hexano y otro con Isopropanol.

5.2 Creación de un método

Para la creación de un nuevo método, se deberán modificar las variables conforme al principio activo en las siguientes ventanas: Instrument Method, Processing Method y Report Template.

5.2.1 Instrument Method

Paso 1. En la pestaña de inicio del equipo, diríjase a la ventana CREATE y haga click en Instrument Method. Se abrirá una ventana donde completará los datos de acuerdo al método establecido para cada principio activo.

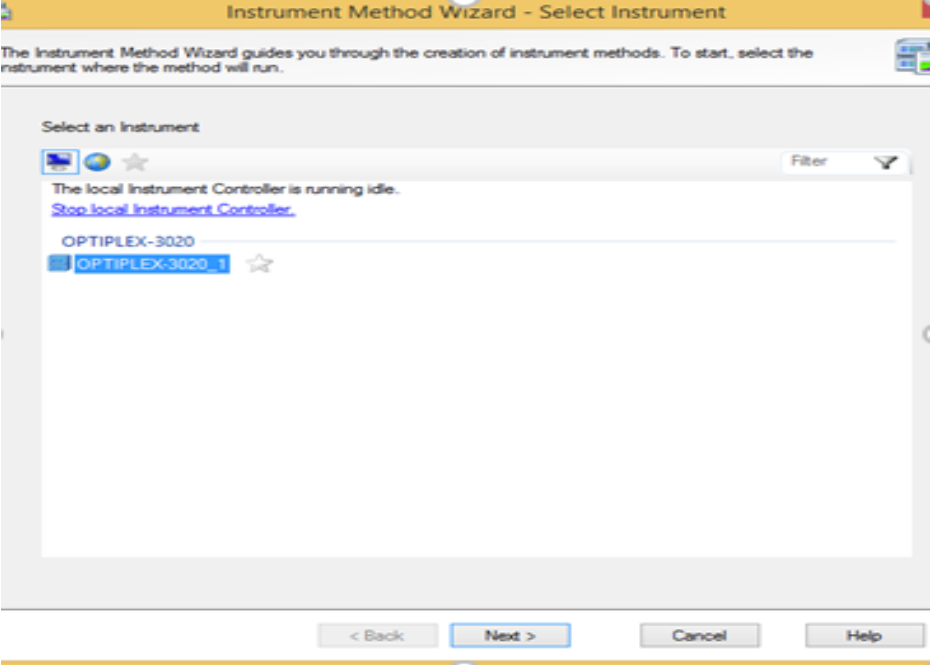




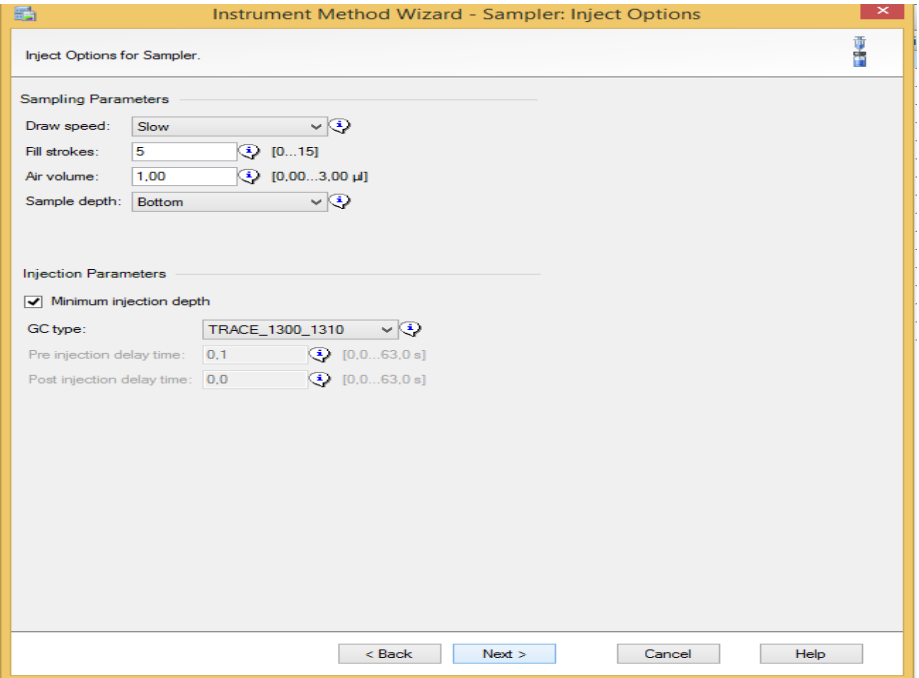
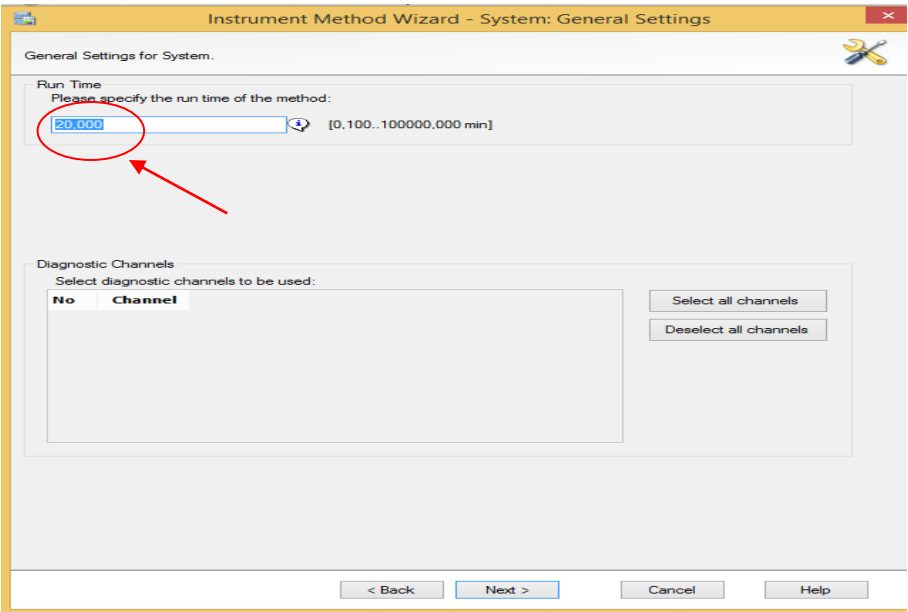
USO DEL GC TRACE 1300

Código: ITR-LCC-101
Emisor: DGT-DL-DLQ- LCC
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 4 de 18

Paso 2. En la ventana Select Instrument haga click en NEXT.



Paso 3. En System General Settings modifique el tiempo de corrida según el Principio activo, seguidamente haga click en NEXT.



Paso 4. En Inject Options no se modifican variables. Haga click en NEXT.



USO DEL GC TRACE 1300

Código: ITR-LCC-101
Emisor: DGT-DL-DLQ- LCC
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 5 de 18

Paso 5. En Sampler Wash Program no se modifican variables. Haga click en NEXT.

Instrument Method Wizard - Sampler: Sampler Wash Program

Sampler Wash Program for Sampler.

Pre Injection Washing Parameters

Pre injection washing cycles: 2 [0...15]

Pre injection washing vial(s): B

Sample Washing Parameters

Sample wash cycles: 2 [0...15]

Post Injection Washing Parameters

Post injection washing cycles: 2 [0...15]

Post injection washing vial(s): A

< Back Next > Cancel Help

Paso 6. En GC Component Selection no se modifican variables. Haga click en NEXT.

Instrument Method Wizard - GC (TRACE1300Series): GC component selection

GC component selection for GC (TRACE1300Series).

Please select the components to be used:

Available inlets: ☒ FrontInlet

Available columns: ☒ FrontInlet (carrier settings)

Available detectors: ☒ FrontDetector

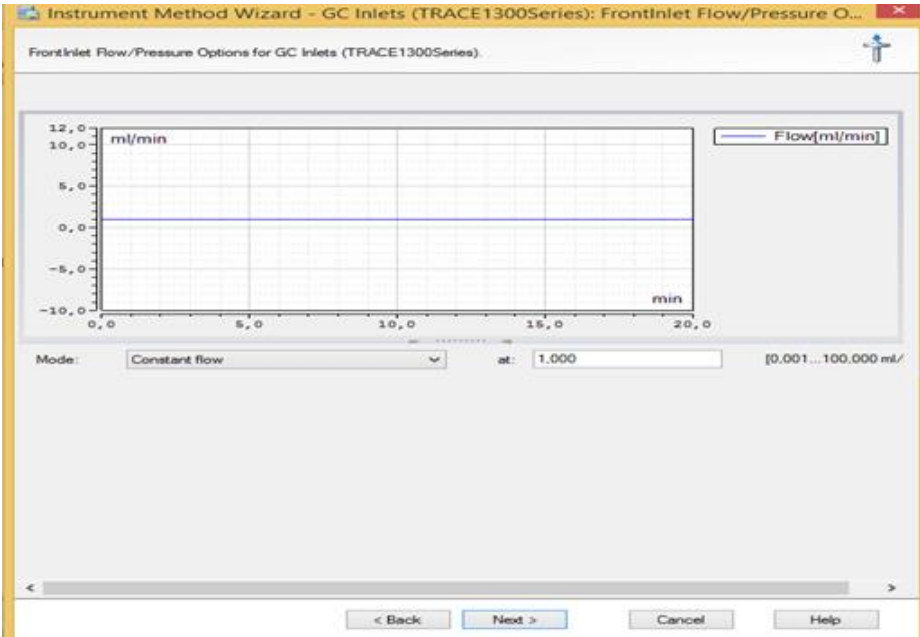
< Back Next > Cancel Help

Paso 7. En Frontinlet Flow / Pressure no se modifican variables. Haga click en NEXT.



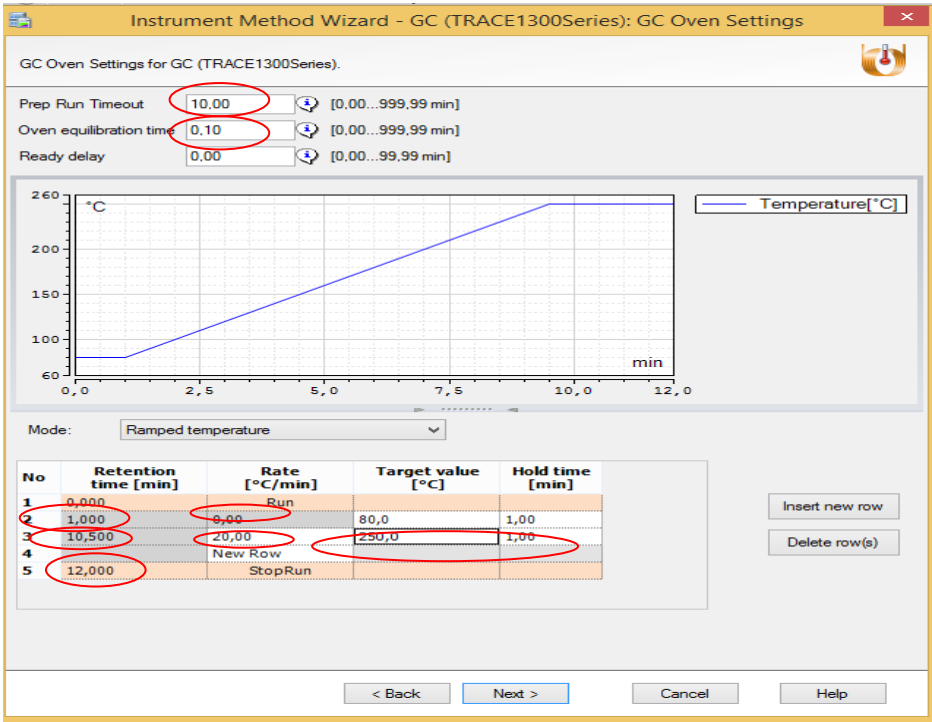
USO DEL GC TRACE 1300

Código: ITR-LCC-101
Emisor: DGT-DL-DLQ- LCC
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 6 de 18



Paso 8. En Front Inlet Options no se modifican variables. Haga click en NEXT.

Paso 9. En Oven Settings for GC se realizan modificaciones de las variables señaladas en la imagen dependiendo del tipo de Principio activo. Al finalizar haga click en NEXT.



. Paso 10. En Column Configuration Settings desmarcar “Validate Column Configuration” y haga click en NEXT

Instrument Method Wizard - GC (TRACE1300Series): Column Configuration Settings

Column Configuration Settings for GC (TRACE1300Series).

FrontColumn: ☒ Validate Column Configuration

Detector: TR-5MS

Length: 30.00 [0.10...200.00 m]
Diameter: 0.250 [0.050...0.999 mm]
Film Thickness: 0.25 [0.00...20.00 µm]

Buttons: < Back, Next >, Cancel, Help

Paso 11. En FrontDetector no se modifican variables. Haga click en NEXT.



USO DEL GC TRACE 1300

Código: ITR-LCC-101
Emisor: DGT-DL-DLQ- LCC
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 8 de 18

Instrument Method Wizard - GC Detectors (TRACE1300Series): FrontDetector Options

FrontDetector Options for GC Detectors (TRACE1300Series).

Detector type: Flame Ionization Detector (FID)

Signal Settings

Data collection rate: 10 [1...300 Hz]

Detector Settings

☒ Detector temperature control
Detector temperature: 250 [0...450 °C]

☒ Flame

☒ Enable flameout retry
Ignition threshold: 1.0 [0.0...10.0 pA]

Peak Width: Standard

Gas Settings

☒ Air flow control
Air flow: 350.0 [5.0...500.0 ml/min]

☒ Makeup gas flow control
Makeup gas flow: 30.0 [1.0...50.0 ml/min]

☒ Hydrogen flow control
Hydrogen flow: 35.0 [1.0...100.0 ml/min]

< Back Next > Cancel Help

Paso 12. En FrontDetector Time Program for GC no se modifican variables. Haga click en NEXT.

Instrument Method Wizard - GC Detectors (TRACE1300Series): FrontDetector Time Pr...

FrontDetector Time Program for GC Detectors (TRACE1300Series).

No	Time	Timed Autozero	Timed Flame Ctrl
1	{Initial Time}	☐	

Add
Insert
Remove
Sort

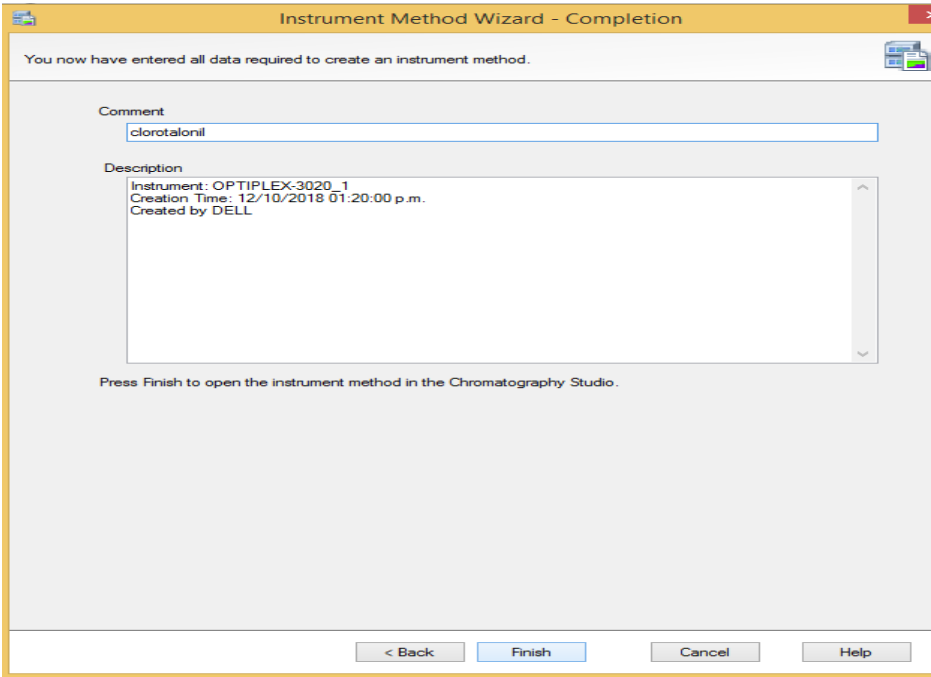
< Back Next > Cancel Help

Paso 13. En Completion, en el comentario escriba el nombre del Principio Activo luego haga click en FINISH.

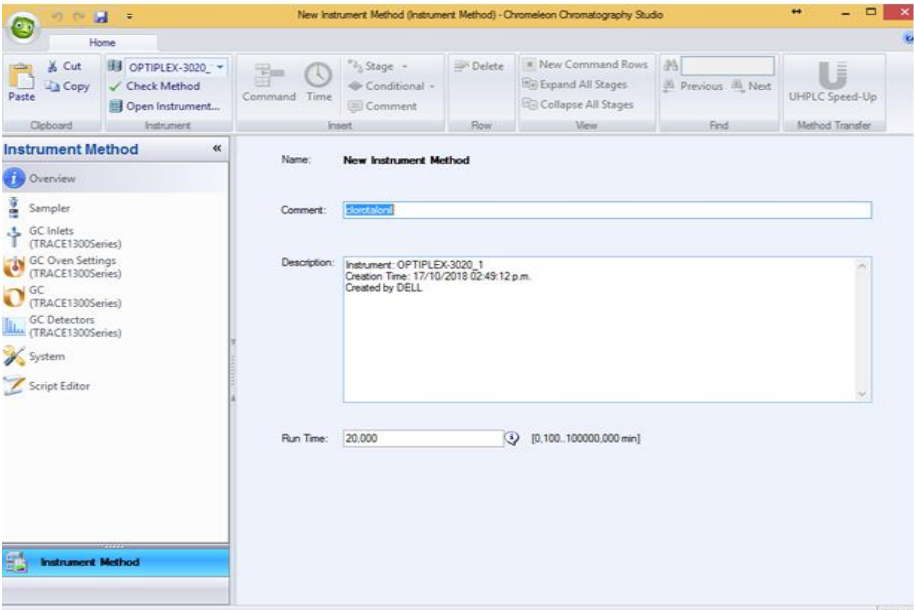


USO DEL GC TRACE 1300

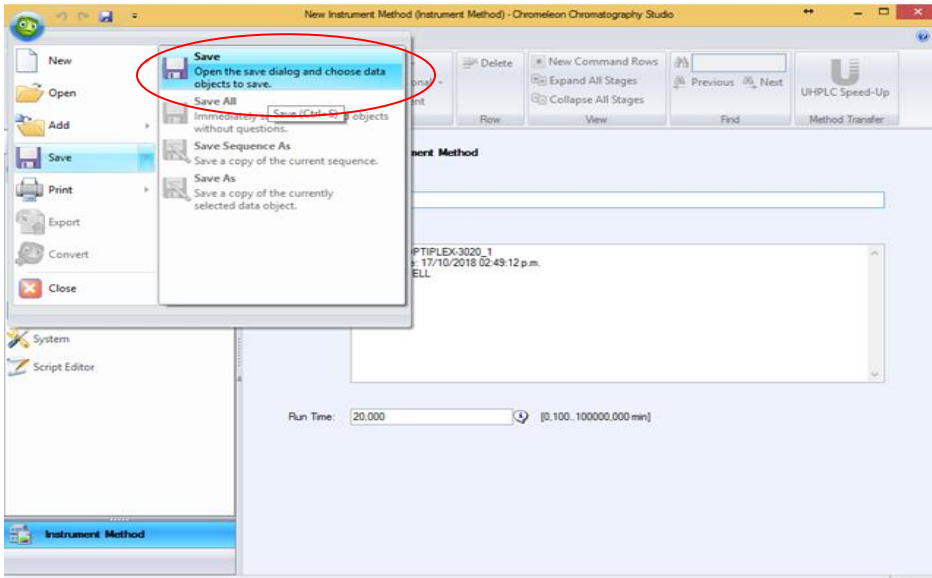
Código: ITR-LCC-101
Emisor: DGT-DL-DLQ- LCC
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 9 de 18



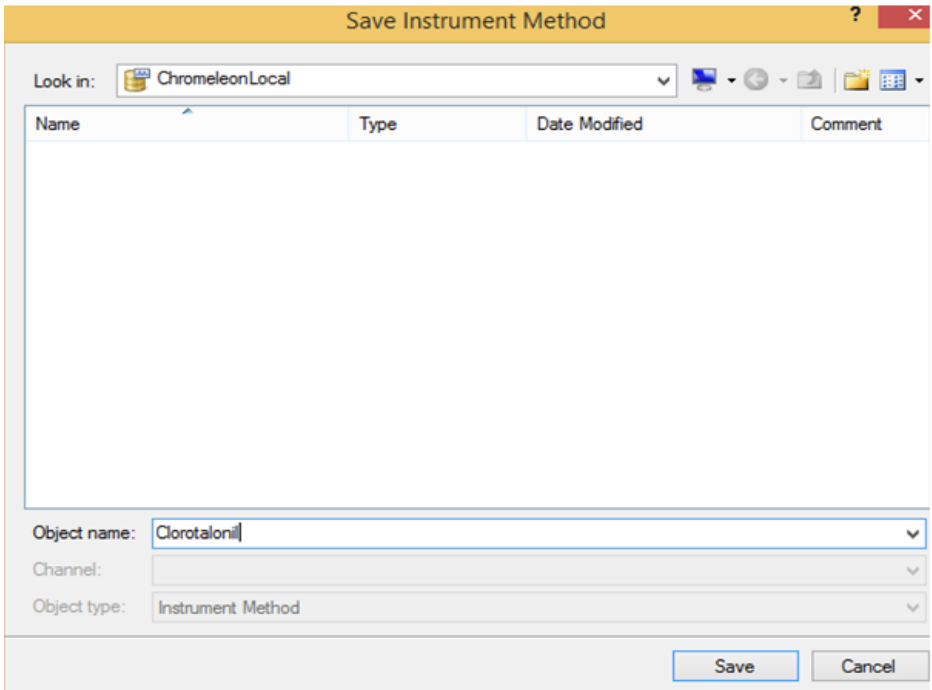
Paso 14. Seguidamente aparecerá la ventana New Instrument Method en el comentario. Escriba el nombre del Principio Activo.



Paso 15. Se procede a Guardar el Método del Instrumento como se señala en la imagen, ingresando a la pestaña de Inicio > SAVE > SAVE (Abra el método guardado y elija los datos a guardar)

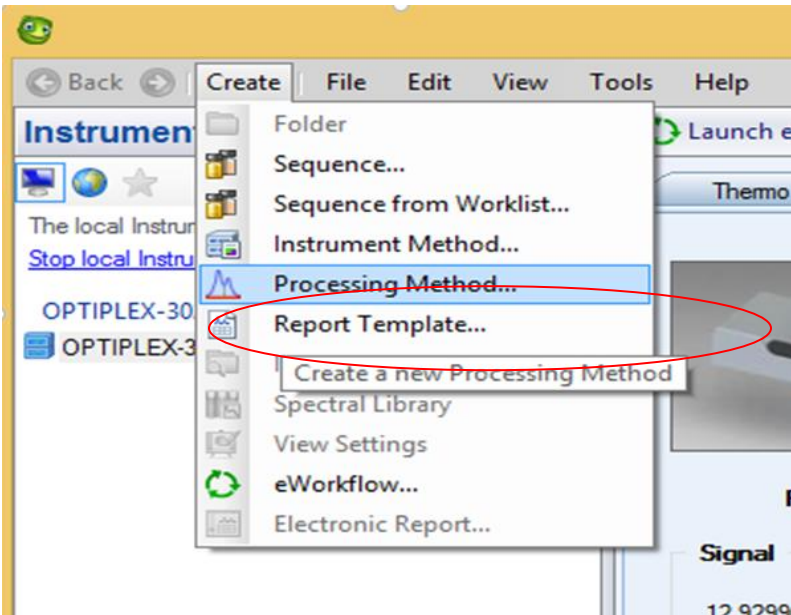


Paso 16. En **Save Instrument Method** escriba el nombre del Principio activo y haga click en “SAVE”

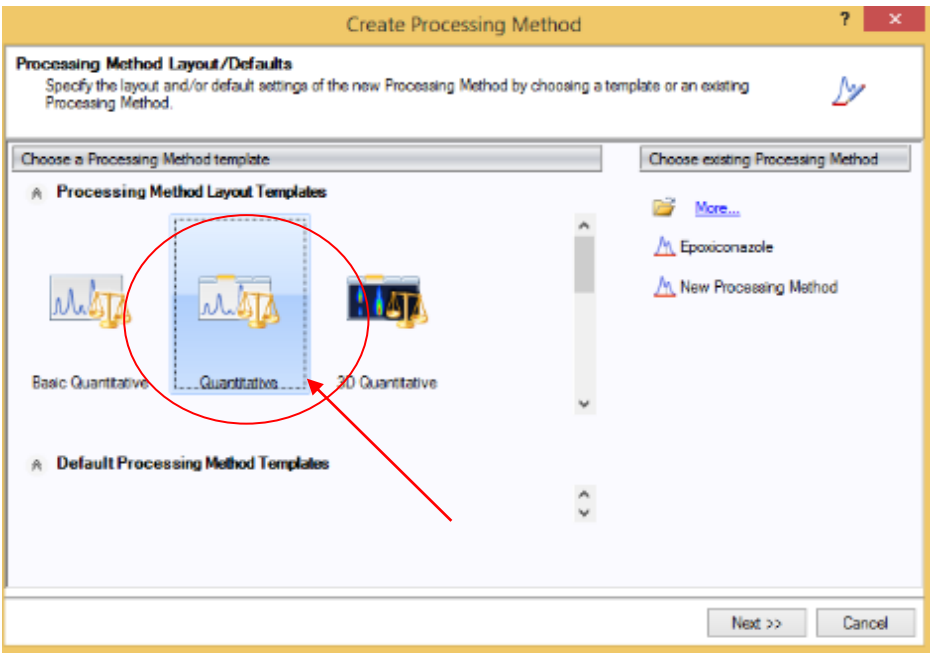


5.2.2 Processing Method

Paso 1. Diríjase a la pestaña CREATE y haga click en Processing Method.



Paso 2. En **Create Processing Method** Seleccione el método “Quantitative” y haga click en NEXT.



Paso 3. En **Create Processing Method** Identifique el Principio Activo en la celda seleccionada de acuerdo a la imagen, luego haga click en FINISH.

Create Processing Method

Processing Method Information

Name and comment the new Processing Method. Specify which injection(s) you want to assign the method to.

Name: Clorotalonil

Location: chrom://optplex-3025/ChromleonLocal

Comment:

<< Back Finish Cancel

Paso 4. Se modifican las variables de "Name y Ret time" señaladas en la imagen dependiendo del Principio activo.

Processing Method Tools

Clorotalonil (Processing Method) - Chromleon Chromatography Studio

Data Processing Home Processing Method

Paste Injection Channel Results Calib. & PM

Clipboard Navigation Presets

Data Processing

Processing Methods

Clorotalonil

Detection Settings

Algorithm: Cobra Run Cobra Wizard...

Group Area

Drag a column header here to group by that column.

#	Ret.Time	Param. Name	Param. Value	Inj. Type	Channel
1	<Initial>	Consider Void	Off	Any	All Channels
2	<Initial>	Baseline Noise	Auto	Any	All Channels
3	<Initial>	Smoothing Width	Auto	Any	All Channels

Click here to add a new Cobra detection parameter

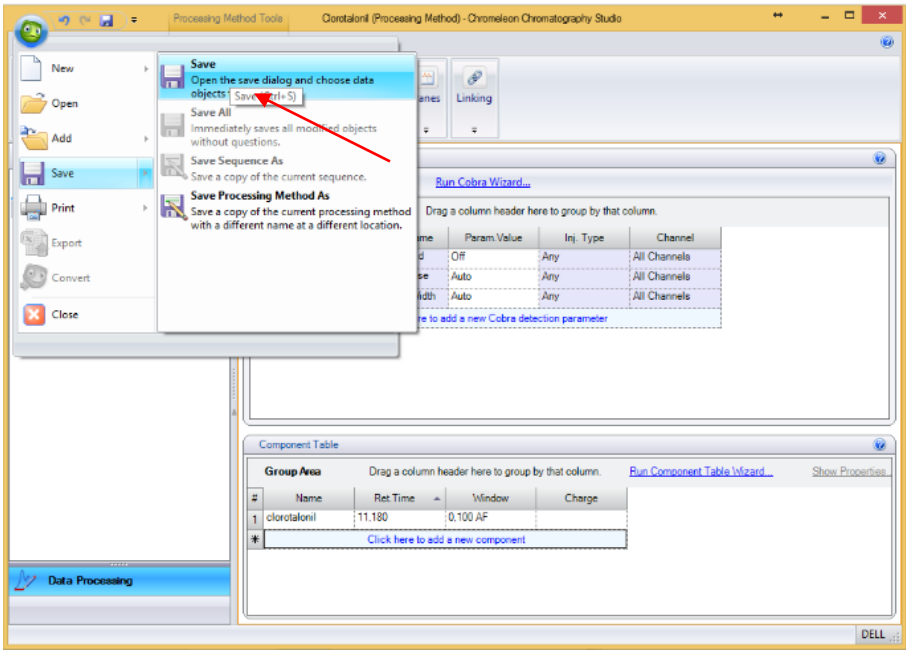
Component Table

Drag a column header here to group by that column. Run Component Table Wizard... Show Properties

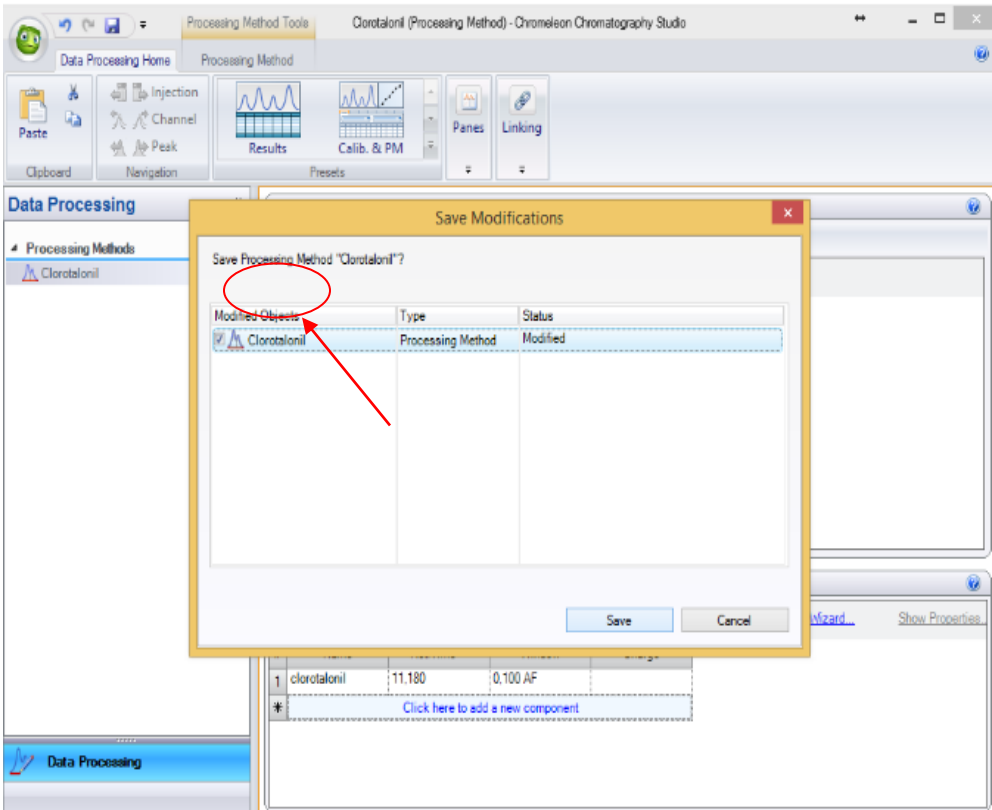
#	Name	Ret. Time	Window	Charge
1	clorotalonil	11.180	0.100 AF	

Click here to add a new component

Paso 5. Para guardar haga click en SAVE.

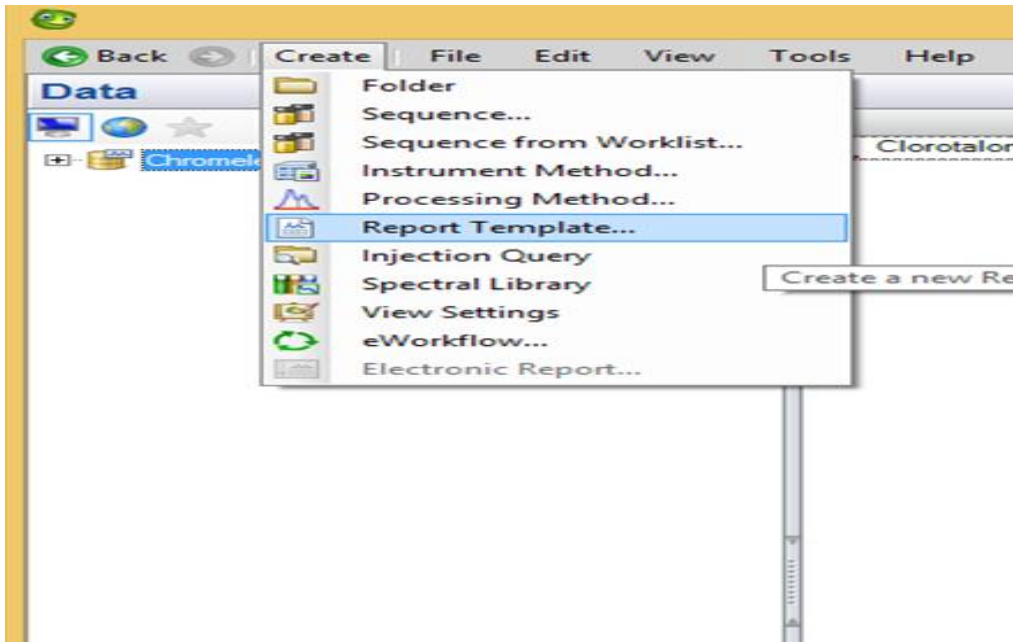


Paso 6. En Save Modifications marque el Principio activo que señala la imagen y haga click en SAVE para guardar el Método de Procesamiento.

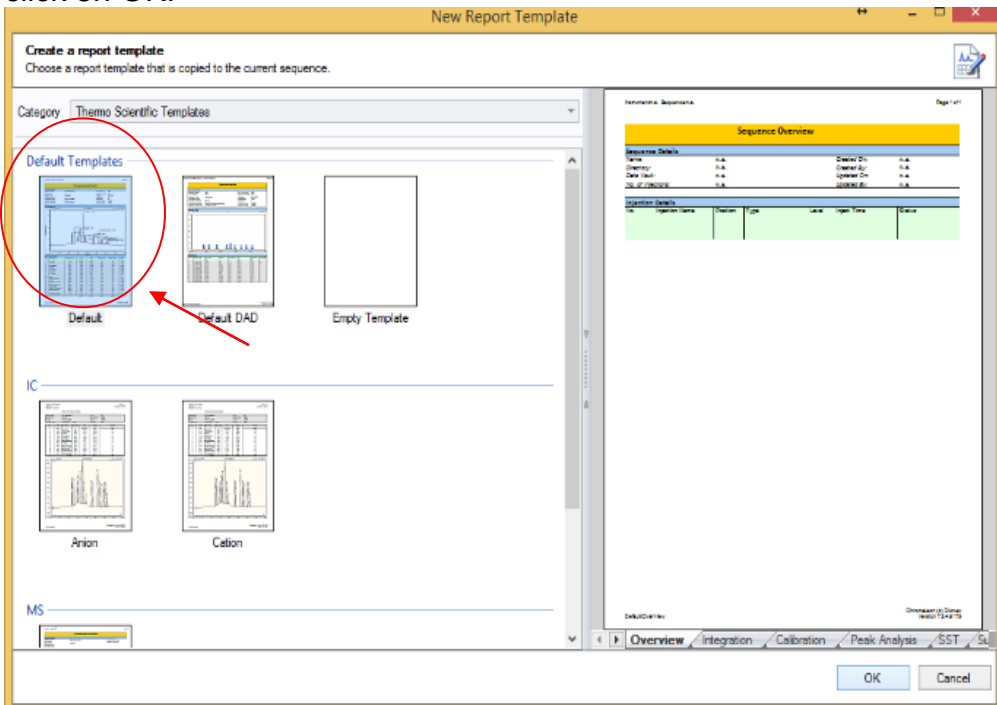


5.2.3 Report Template

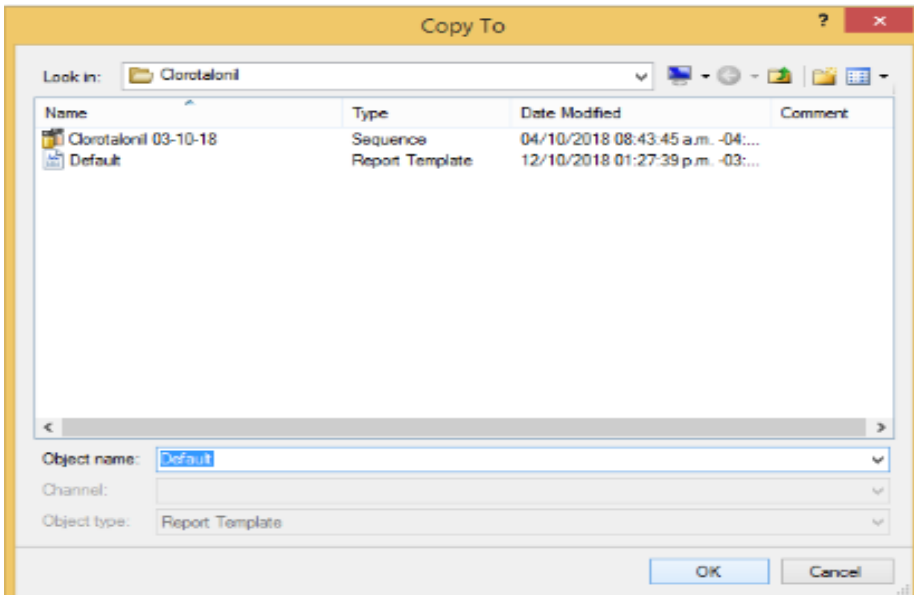
Paso 1. Diríjase a la pestaña CREATE y haga click en Report Template.



Paso 2. En New Report Template Seleccione el tipo de reporte "Default " y haga click en OK.



Paso 3. En Copy To haga click en OK para guardar el reporte. Con este último paso finaliza la Creación del Método.



5.3 Creación de una Secuencia

5.3.1 En la barra del menú seleccione cráte > sequence. Siga las instrucciones como sigue:

- En la sección Instrument haga click en “Next”.
- En la sección Unknown Injections:
- Pattern for Injection Name: escriba el nombre del Principio Activo.
- Number of vial: escriba el número de inyecciones a realizar según la cantidad de muestras.
- Injection per vial: 2.
- Start position: 1 (la posición del vial con el que desea comenzar la corrida)
- Injection Volume: 1µL.
- En la sección Method & Reporting: Seleccione las carpetas respectivas de “Method, Processing Method, Report Template” que han sido creado previamente para el principio activo a determinar.

5.3.2 Por último haga click en Next > Next > Finish > Save Sequence, para guardar la secuencia creada.

5.4 Inyección de las muestras

5.4.1 Realización de una inyección manual

Para realizar una inyección manual:

- Verifique que se ha instalado una columna correcta, que el inyector contiene el liner adecuado y que el sistema no presenta fugas.
- Compruebe la temperatura del horno y la del detector.
- Programe el caudal de gas portador.
- Asegúrese de disponer de la jeringa adecuada para la técnica elegida.
- Monitoree el estado del TRACE 1300 y de cada etapa del ciclo a través de la pantalla táctil o del panel del estado.
- Si aparece el estado Not Ready, significa que el TRACE 1300 están calentado el horno hasta la temperatura especificada en el menú Oven.
- Cuando el horno haya alcanzado la temperatura inicial programada, se muestra el estado Standby.



USO DEL GC TRACE 1300

Código: ITR-LCC-101
Emisor: DGT-DL-DLQ- LCC
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 16 de 18

- h) Cuando el TRACE 1300 está en Standby, pulse el botón Start para dar comienzo al ciclo Preparation Run, en que el sistema GC prepara las condiciones necesarias para un ciclo.
- i) Según el modo programado, el TRACE 1300 realizarán las siguientes operaciones:
- j) Si programó la función de ahorro de gas, Prep Run termina el modo de ahorro de gas y reinicia el caudal dividido al caudal usado en la inyección.
- k) En modo splitless, Prep Run cierra la válvula divisora y cerrará la válvula de purga de septum según se haya programado.
- l) En modo splitless con pulso de presión, Prep Run inicia el pulso de presión.
- m) Cuando se muestre el estado Ready to Inject, inyecte la muestra:
- n) Inserte la aguja de la jeringa en el inyector.
- o) Inyecte la muestra con rapidez y, de forma igualmente rápida, retire la jeringa del inyector.
- p) Pulse el botón Start. Se iniciarán los pasos del ciclo y terminará el análisis según esté programado.
- q) Al término del ciclo, se muestra el estado Cooling. En este estado, el equipo regresa a las condiciones iniciales de temperatura y presión.
- r) Una vez alcanzado el estado Standby, el equipo está listo para dar comienzo al siguiente ciclo analítico.

5.4.2 Realización de una inyección automática

5.4.2.1. Para llevar a cabo una inyección con un muestreador automático de muestras:

- a) Verifique que se ha instalado la columna correcta, que el inyector contiene e liner adecuado y que el sistema no presenta fugas.
- b) Compruebe la temperatura del horno y la del detector.
- c) Programe el caudal de gas portador.
- d) Asegúrese de disponer de la jeringa adecuada para la técnica elegida.
- e) Programe el método del muestreador automático, así como la secuencia de muestras deseada.
- f) Monitorice el estado del equipo y de cada etapa del ciclo a través de la pantalla táctil o del panel de estado.
- g) Si aparece el estado Not Ready, significa que el equipo está calentado el horno hasta la temperatura especificada en el menú Oven.
- h) Cuando el horno alcanza la temperatura inicial programada, se muestra el estado Standby.
- i) Cuando se encuentre en estado Standby, pulse el botón Start para dar comienzo al ciclo Preparation Run, en que el sistema GC prepara las condiciones necesarias para un ciclo.

54.2.2. Según el modo programado, se realizarán las siguientes operaciones:

- a) Si programó la función de ahorro de gas, Prep Run termina el modo de ahorro de gas y reinicia el caudal dividido con el valor de caudal usado en la inyección.
- b) En modo splitless, Prep Run cierra la válvula de split y la válvula de purga del septum según se haya programado.
- c) En modo splitless con pulso de presión, Prep Run inicia el pulso de presión.
- d) Cuando se muestre el estado Ready to Inject, inyecte la muestra.
- e) Inicie la secuencia de la muestra y pulse Start. El muestreador automático inyectará las muestras de acuerdo con el método y la secuencia programados.
- f) Al término del ciclo se muestra el estado Cooling, en que el equipo regresa a las condiciones iniciales de temperatura y presión.



USO DEL GC TRACE 1300

Código: ITR-LCC-101
Emisor: DGT-DL-DLQ- LCC
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 17 de 18

- g) Una vez alcanzado el estado Standby, el TRACE 1300 está listo para dar comienzo al siguiente ciclo analítico.

5.5 Resultados Obtenidos

5.5.1 En la sección “Data Processing” aparecerán los cromatogramas de las muestras analizadas.

5.5.2 La edición se realiza manualmente, ubicando el cursor en cada extremo de la columna y haciendo click para ajustar.

5.5.3 Una vez seleccionado el pico, haga click en guardar.

5.5.4 En la sección “Report Designer” aparecerá el cromatograma final editado con los resultados del área.

5.5.4 Para imprimir los cromatogramas ingrese en el icono “PRINT” y luego confirme la información con OK.

5.6 Apagado del Sistema GC

5.6.1 Para apagar el equipo una vez terminado el análisis, primero deberá bajar la temperatura tanto de la columna como de la muestra y cortar el flujo de los gases.

5.6.2 Diríjase a Instrument:

- a) Sección Front Inlet: destilde Carrier pressure, Purge flow, Split flow y Temperature.
- b) Sección Front Detector: destilde Temperature, Flame, Hydrogen, Air y Makeup Gas.

5.6.3 Espere un tiempo prudencial hasta que se enfríen todos los módulos y a que todos los valores se encuentren en “cero”.

5.6.4 Una vez apagado todos los puntos anteriores, diríjase a la sección “Sampler Status” y pulse sobre el botón verde de modo a que se torne color rojo y aparezca la palabra “Disconnected”.

5.6.5 En la sección Thermo Scientific GC Home pulse sobre el botón verde que cambiará a color rojo.

5.6.6 Cierre todas las válvulas de los gases.

5.6.7 Cierre el programa CHROMALEON, baje el interruptor del equipo, del inyector y apague la computadora acoplada.

5.7 Verificación del Sistema GC

La verificación intermedia del estado del equipo se realiza mediante la inyección de un material de referencia certificado, material de referencia o estándar primario con columna específica e identificada para tal efecto. La misma se registra FOR-LCC-11



5.8Mantenimiento

El Responsable de la Unidad de Mantenimiento de Equipos de Laboratorio, es el encargado de realizar el mantenimiento de este equipo. La frecuencia de mantenimiento es anual, esto se verifica en el FOR-DL-004 Plan de Mantenimiento.

6. Control de cambios

Ítem	Página	Cambios
NA	1	Proviene de un Sistema de Gestión de Calidad de la Norma NP-ISO/IEC 17025:2018. La DL adopta el SGCI del SENAVE en cumplimiento de la Resolución SENAVE N° 42/2023 “Control de documentos”, versión 04. Se realiza el cambio de formato al SGCI del ITR-LCC-101 ver: 03 Vigencia: 10/09/2021, pasa a la versión 01, teniendo en cuenta lo establecido en la Nota 02 del PRO-DSGC-001 “Control de documentos”.

7. REGISTRO

Nombre del Documento	Código	Área de archivo	Responsable	Tiempo de retención por dependencia	Disposición Final
Plan de Mantenimiento	FOR-DL-004	Página web enlace del Sistema de Gestión de Calidad	Jefe de área	5 años	Eliminación
Panilla de verificación de equipos cromatográfico	FOR-LCC-114	Página web enlace del Sistema de Gestión de Calidad	Jefe de área	5 años	Eliminación
Plan de Calibración	FOR-DL-003	Página web enlace del Sistema de Gestión de Calidad	Jefe de área	5 años	Eliminación
Protocolo de Trabajo	FOR-LCC-189	Página web enlace del Sistema de Gestión de Calidad	Jefe de área	5 años	Eliminación
Informe de Resultados de Ensayo LCC	FOR-LCC-134	Página web enlace del Sistema de Gestión de Calidad	Jefe de área	5 años	Eliminación

8. ANEXOS

No Aplica