

	DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES ORGANISMO DE INVESTIGACION JUDICIAL (OIJ) PODER JUDICIAL, COSTA RICA	PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN NORMADO ESPECÍFICO P-DCF-ECE-TOX-010
	USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	
VERSION: 01	Rige desde: 18/03/2024	PAGINA: 1 de 33

Elaborado o modificado por: Dra. María de los Ángeles Sancho Brenes Perito, Sección Toxicología	Revisado por Líder Técnico: Dra. María de los Ángeles Sancho Brenes Líder Técnico de Sección/Unidad de Confirmatorios/Plaguicidas
Visto Bueno Encargado de Calidad: Dr. Marco Martínez Esquivel Encargado de Calidad de la Sección de Toxicología	Aprobado por: Dr. Diego Arias Alfaro Jefatura, Sección de Toxicología

CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
01	18/03/2024		Versión Inicial del Procedimiento	002-2024	DAA

**ESTE PROCEDIMIENTO ES UN DOCUMENTO CONFIDENCIAL
PARA USO INTERNO DEL DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES
SE PROHÍBE CUALQUIER REPRODUCCIÓN QUE NO SEA PARA ESTE FIN**

La versión oficial digital es la que se mantiene en la ubicación que la Unidad de Gestión de Calidad defina. La versión oficial impresa es la que se encuentra en la Unidad de Gestión de Calidad. Cualquier otro documento impreso o digital será considerado como copia no controlada

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 2 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

1 Objetivo:

El objetivo de este procedimiento es brindar una guía para el uso rutinario y manejo general del cromatógrafo de gases acoplado a espectrometría de masas Thermo utilizado en la Sección de Toxicología: cromatógrafo de gases modelo Trace 1300 acoplado a un espectrómetro de masas modelo ISQ 7000 (GC/MS-3). Incluye el mantenimiento del cromatógrafo de gases (puerto de inyección, columna), del espectrómetro de masas (cámara de ionización, etc.) y cambio del suministro de Helio.

2 Alcance:

Este procedimiento es exclusivo para el cromatógrafo de gases codificado como GC/MS-3 de la Sección de Toxicología.

El procedimiento incluye el uso rutinario del equipo y describe los procedimientos de mantenimiento del GC y del MS. Las labores de mantenimiento que no necesitan la liberación de vacío del equipo pueden ser realizadas por el personal que lo utiliza rutinariamente.

Cualquier cambio en la configuración del equipo debe acompañarse de una revisión de este procedimiento para asegurarse que todavía es aplicable.

Las labores de mantenimiento que necesiten la liberación del vacío o cualquier otra labor de mantenimiento que no esté descrita en este Procedimiento de Operación Normado debe ser realizada por los encargados de mantenimiento de estos equipos en la Sección de Toxicología o realizada por el servicio técnico encargado del mismo.

3 Referencias:

- 3.1** Manual del Cromatógrafo de Gases, Serie Thermo Trace 1300: "TRACE 1300 and TRACE 1310 Hardware Manual", M-EXT-ECE-TOX-116, Versión digital
- 3.2** Guía de Usuario del Cromatógrafo de Gases, Serie Thermo Trace 1300: "TRACE 1300 Series GC User Guide", M-EXT-ECE-TOX-116, Versión digital.
- 3.3** Manual del Detector de Masas, Serie Thermo ISQ 7000: "ISQ 7000 Hardware Manual", M-EXT-ECE-TOX-116, Versión digital.
- 3.4** Guía de Usuario del Detector de Masas, Serie Thermo ISQ 7000: "ISQ 7000 User Guide", M-EXT-ECE-TOX-116, Versión digital.
- 3.5** Guía de Usuario del Automuestreador, Serie Thermo AI 1310: "AI 1310/AS 1310 Sampling System-User Guide", M-EXT-ECE-TOX-116, Versión digital.
- 3.6** Guía Rápida para análisis de datos en Software Chromeleon "Quick Start Guide" Chromeleon 7.2, M-EXT-ECE-TOX-116, Versión digital.
- 3.7** Procedimiento para el Manejo General de Casos en la Sección de Toxicología Forense, Departamento de Ciencias Forenses. Organismo de Investigación Judicial (O.I.J.), Versión vigente.
- 3.8** WADA Technical Document TD2021IDCR. Minimum criteria for chromatographic-mass spectrometric confirmation of the identity of analytes for doping control purposes. 2021.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 3 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

4 Equipos y Materiales:

Bitácora de Control de Uso de Equipo, digital ubicada en el escritorio de la computadora.

Formulario "Lista de chequeo para uso de equipo instrumental (GC/MS-3)".

GC/MS-3: Cromatógrafo de gases Thermo Scientific serie Trace 1300 ISQ 7000, con horno estándar, puerto de inyección split/splitless y con columna capilar polar (TG-SQC) o equivalente, acoplado a Thermo Scientific™ ISQ 7000™ Single Quadrupole con triple off-axis detector, con filament dual, bomba turbomolecular, cámara de ionización por impacto electrónico y fuente de ionización de electrones avanzada (AEI); con AI Autoinyector y el Thermo Scientific AS 1310 Automuestreador; controlado por una computadora con sistema operativo Windows 10 o superior, capaz de correr el software Chromeleon, version 7.2, Chromathography Data System CDS software; Con al menos las siguientes bibliotecas de espectros de masas: Cayman Spectral Library, SWGDRUG Mass Spectra Library, NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library 2014 y Maurer/Pfleger/Weber Mass Spectral Lybrary 2007.

5 Reactivos y Materiales de Referencia:

Acetato de Etilo p.a

Acetona p.a

Cámara de Bioseguridad clase 2-B2 (sustituye a la cámara de bioseguridad tipo I y a la capilla de extracción).

Cámara de bioseguridad tipo I.

Capilla de extracción de gases.

Cilindro de Helio UHP.

Metanol p.a

Gabacha o uniforme de laboratorio.

Guantes desechables.

Líquido detector de fugas Swagelock Snoop, o similar.

Lentes de seguridad.

Pieza de tela de algodón o similar

Pinzas metálicas

6 Condiciones Ambientales:

No.	Condición ambiental	Valor mínimo	Valor máximo	Otras características
1	Temperatura durante el análisis en el equipo GC/MS	No es crítico para el proceso	30°C	Estos parámetros no requieren monitoreo continuo debido a que en condiciones de aire acondicionado no se alcanza esa temperatura máxima. Si se presenta un fallo en el aire acondicionado debe registrarse la temperatura antes de realizar el análisis.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 4 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

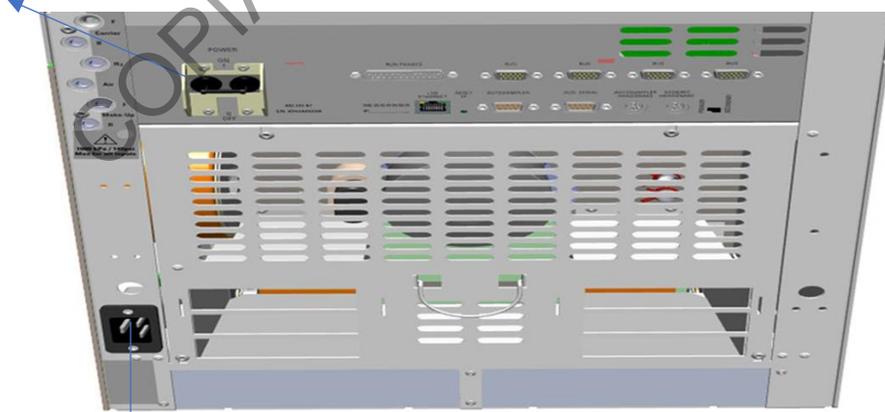
7 Procedimiento:

7.1 Apagado y Encendido del Cromatógrafo de gases:

- 7.1.1** Refiérase al "TRACE 1300 and TRACE 1310 Hardware Manual" (3.1), página 72 para el apagado y encendido del cromatógrafo de gases. En el anexo 1 se describen los componentes del GC/MS-3.
- 7.1.2** Utilice gabacha, guantes desechables y lentes de seguridad.
- 7.1.3** Ponga el GC en condición de standby según se explica en el punto 7.7.7 de este procedimiento.
- 7.1.4** Presione el botón de mantenimiento para enfriar el GC o apague las temperaturas de las zonas calientes de forma manual, según se indica en el punto 7.4.3.
- 7.1.5** Apague el GC:
 Presione hacia abajo el interruptor de encendido, ubicado en la parte posterior del TRACE 1300, hasta la posición O.
 Desconecte el cable de alimentación del conector de entrada de CA del automuestreador o desde el interruptor principal.
- 7.1.6** Conecte los cables de alimentación de los módulos externos anteriormente desconectados y encienda el GC.
- 7.1.7** Levante el interruptor de encendido a la posición I. Configure las condiciones normales trabajo del inyector, el detector y el GC.

Figura 1. Sistema apagado/encendido del Cromatógrafo de gases

Interruptor apagado/encendido del equipo



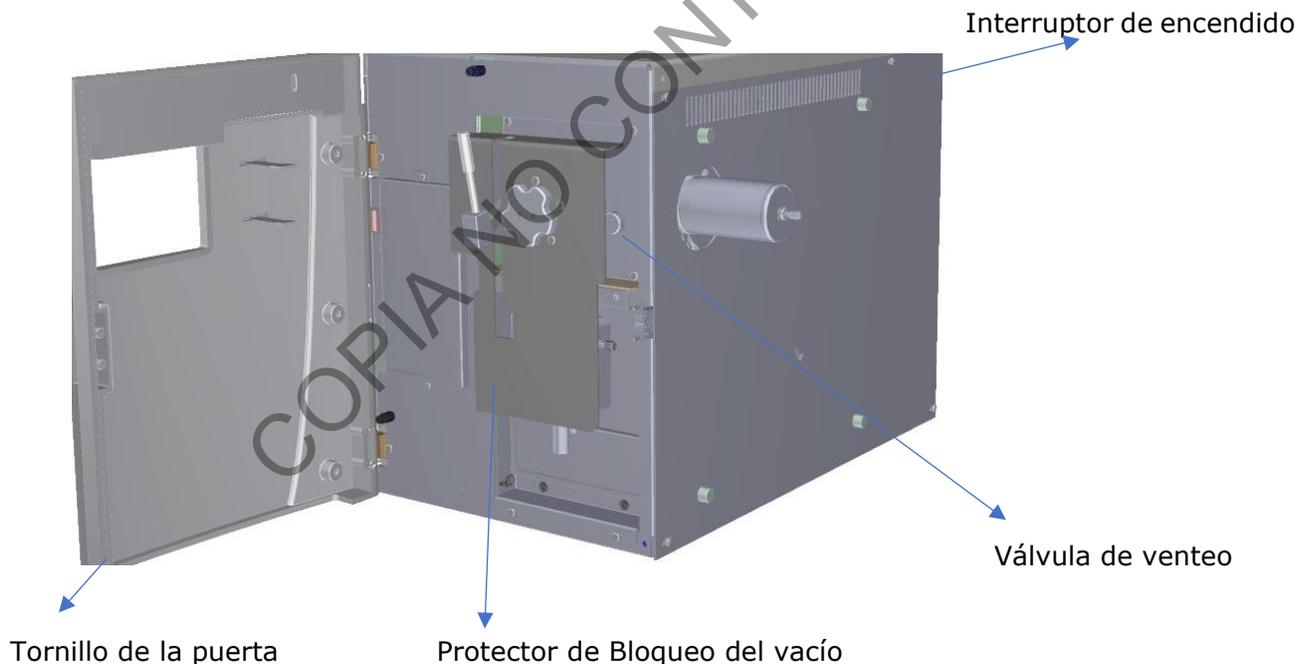
Conector de entrada de CA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 5 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

7.2 Apagado y Encendido del Detector de Masas:

- 7.2.1** Refiérase al "ISQ 7000 Hardware Manual" (3.3) para el apagado y encendido del detector de masas.
- 7.2.2** Abra el ISQ 7000 Dashboard para el apagado del sistema, y de clic en "Shut Down". Cuando el procedimiento está completo el instrumento está listo para apagarse, la luz "Power" se volverá anaranjada y comenzará a parpadear rápidamente.
- 7.2.3** Presione hacia abajo el interruptor de encendido, ubicado en la parte posterior del ISQ 7000, hasta la posición O.
- 7.2.4** Abra la puerta frontal del instrumento, desatornillando con la mano, el tornillo ubicado en el extremo inferior derecho de la puerta.
- 7.2.5** Detrás del lado derecho del protector de bloqueo del vacío, se ubica la válvula para ventear el equipo, gírela una vuelta y media en contra de las manecillas del reloj para abrir el venteo.

Figura 2. Partes del ISQ 7000 usadas en el encendido y apagado del sistema



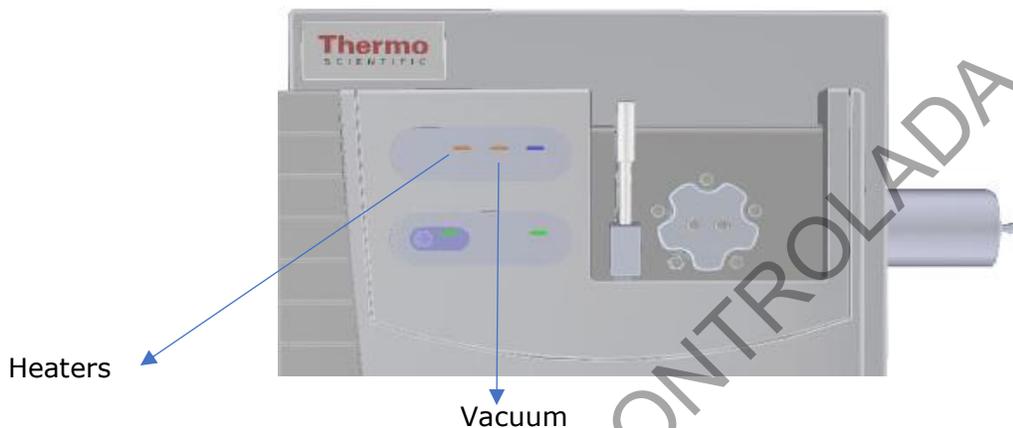
- 7.2.6** Presione hacia arriba el interruptor de encendido para encender el equipo, ubicado en la parte posterior del ISQ 7000, hasta la posición I.
- 7.2.7** Cierre la válvula de venteo: cuando la luz "Vacuum" está en verde sin parpadear se ha alcanzado el alto vacío, si está luz se queda parpadear en color anaranjado muy

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 6 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

rápidamente puede haber una gran fuga, si ese es el caso apague y encienda nuevamente o cerciórese de que la válvula de ventear está bien cerrada.

7.2.8 Hasta que el alto vacío se alcance los calentadores se encenderán y la luz "Heaters" se pondrá verde.

Figura 3. Luces indicadoras del funcionamiento del ISQ 7000



7.3 Mantenimiento del Automuestreador

7.3.1 Refiérase al "AI 1310/AS 1310 Sampling System-User Guide" (3.5) para detalles del mantenimiento del automuestreador, el cual generalmente no requiere mantenimiento, excepto vaciar el contenedor de desecho cuando esté lleno, limpiar la bandeja de muestras y limpiar o reemplazar la jeringa, para cualquier otra operación se debe contactar al Servicio Técnico a cargo del mismo.

7.3.2 Mueva la torre del automuestreador si es necesario para vaciar el contenido del vial de desecho, saque el vial de desecho de color blanco de la bandeja de lavado y desecho, quite la tapa y descarte el contenido, vuelva a colocarlo en su asiento en la bandeja, en la posición waste rotulada como (W).

7.3.3 La bandeja de muestras debe limpiarse periódicamente, use agua y jabón, pero no productos abrasivos, seque usando una pieza de tela seca.

7.3.4 Para cambiar o limpiar la jeringa, el instrumento puede estar prendido o apagado, la jeringa estándar tiene una capacidad de 10 µL con una aguja de longitud de 50 mm:

- Abra la puerta de seguridad de la torre del automuestreador. Gire la perilla de bloqueo de la jeringa 180° en sentido antihorario.
- Retire con cuidado el cabezal del émbolo de la jeringa de sus guías correspondientes, luego retire el cuerpo de la jeringa de su asiento. Saque completamente la jeringa con especial atención de no doblar la aguja de la jeringa al retirarla del dispositivo de inyección de viales.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 7 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

- Tome la jeringa nueva, inserte la aguja de la jeringa en el dispositivo de inyección de viales, acomode el cuerpo de la jeringa en su alojamiento, acomode el cabezal en sus guías correspondientes.
- Bloquee la jeringa girando la perilla de bloqueo 180° en sentido de las manecillas del reloj. Cierre la puerta de seguridad de la torre del automuestreador.
- Limpie la jeringa de manera manual, si no ha utilizado el equipo durante una semana o más, sacándola de su lugar tal como se explicó anteriormente y límpiela con acetona, subiendo y bajando el embolo de la jeringa al menos 5 veces dentro de un recipiente con acetona.
- Para la limpieza automática del automuestreador:
- Vaya al software Chromeleon que está en el escritorio de la computadora, al lado izquierdo de la pantalla que se abre, elija "Instruments" en la pestaña "Sampler", está programado un lavado preinyección tomando solvente del vial A de la bandeja de lavado y desecho, además de un lavado post inyección tomando solvente del vial B de esta bandeja, asegúrese de mantener estos viales llenos con acetato de etilo o acetona.

Figura 4. Componentes principales del automuestreador AI 1310



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 8 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

Figura 5. Posición de los viales en la bandeja de lavado y desecho



7.4 Mantenimiento del Puerto de Inyección

7.4.1 Cambie los siguientes consumibles para el mantenimiento rutinario del puerto de inyección: el septum o merlin, el liner y el O-ring. Revise en la bitácora de uso del equipo, que el número acumulado de inyecciones sea inferior a 1000 para el merlin, a 100 si está usando septum y menor a 200 para el liner. Realice el mantenimiento según "TRACE 1300 and TRACE 1310 Hardware Manual" (3.1), páginas 82 a 93.

Nota 1. Asegúrese de verificar el consumible (septum o merlin) que se está utilizando en el equipo para llevar el conteo respectivo en la bitácora.

7.4.2 Reemplace el septum o merlin si es necesario, ponga el GC en la condición de standby según el punto 7.7.7 de este procedimiento, enfríe el horno y el inyector a temperatura ambiente, apague el gas de arrastre y espere a que la presión llegue a cero.

7.4.3 Enfríe el cromatógrafo de gases de dos maneras:

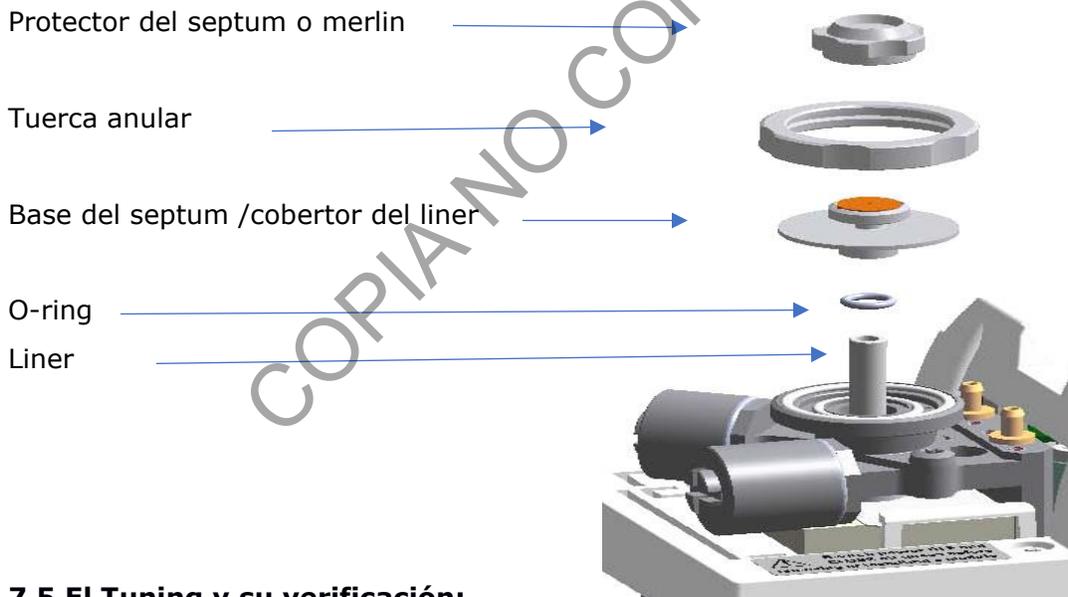
-De manera manual a través del software del equipo: vaya al software Chromeleon que está en el escritorio de la computadora, al lado izquierdo de la pantalla que se abre, elija "Instruments" en la pestaña "Thermo Scientific GC-MS Home" al lado derecho en "More" presione la tecla "Maintenance" para enfriar el equipo, de clic en "Star Cool-down", al final del mantenimiento presione "Restore Temperatures".

-Al presionar el botón de mantenimiento frente del cromatógrafo por al menos 3 segundos, la luz de este botón parpadea en color verde indicando que el GC está enfriándose para el mantenimiento, las temperaturas bajarán hasta 60°C. Espere hasta que la luz deje de parpadear para iniciar el mantenimiento para evitar errores en el equipo.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 9 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

- 7.4.4** Aleje la torre del automuestreador, moviéndola al lado derecho del equipo, retire la placa de centrado del mismo, abra la tapa del módulo del inyector.
- 7.4.5** Desenrosque y retire el protector del septum, para reemplazar el septum utilice pinzas, coloque el septum nuevo, atornille y apriete el cobertor del septum con los dedos sin ajustarlo demasiado para no dañarlo.
- 7.4.6** Cierre la tapa del módulo del inyector, ajuste la placa de centrado del automuestreador a la torre del mismo, colóquelo en su posición inicial, abra el gas de arrastre y ponga al detector, al inyector y al GC en condiciones de trabajo o presione nuevamente la tecla de mantenimiento para que el GC regrese a sus condiciones iniciales.
- 7.4.7** Siga el procedimiento indicado en 7.4.3 a 7.4.5, para reemplazar el liner y el O-ring, posteriormente desenrosque con los dedos la tuerca anular, retire jalando hacia arriba con suavidad la base del septum /cobertor del liner, reemplace el liner con su o-ring utilizando pinzas.
- 7.4.8** Coloque nuevamente la base del septum /cobertor del liner, enrosque la tuerca anular y continúe según lo indicado en el punto 7.4.6.

Figura 6. Consumibles para el mantenimiento del inyector



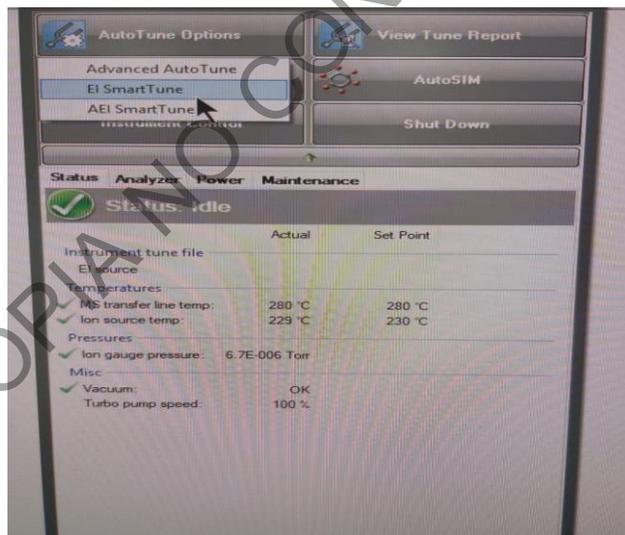
7.5 El Tuning y su verificación:

- 7.5.1** Realice un tuning al equipo al menos cada 48 horas. Inicie el tuning cuando las luces frente al instrumento estén de color verde para asegurar que la temperatura y el vacío están estables. Realice un tuning del equipo como se indica a continuación:
- 7.5.2** Abra el dashboard ISQ 7000 en el escritorio del equipo y seleccione Auto Tune Options, con clic derecho puede acceder "EI Smart tune", para verificar el estado del equipo antes de iniciar una secuencia.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 10 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

- 7.5.3** Marque la casilla de "EI tune inicial" si es el primer tune que se realiza posterior a la limpieza de la cámara de ionización, de lo contrario deje esta casilla sin marcar.
- 7.5.4** El equipo tardará unos minutos realizando el tuning y posteriormente mostrará en el reporte: "tuning is succesfully", "ready for run".
- 7.5.5** Revise el reporte de evaluación dando clic en "View Tune Report" en el dashboard ISQ 7000, verifique que el vacío "Ion Gauge Pressure" se encuentre en 10^{-6} , que el agua sea menor al nitrógeno en "air /Water Check", que el parámetro "Detector Gain" sea de 10^5 . Si no es así, comuníquese a los encargados de mantenimiento de equipos de la Sección o al líder técnico. Solo podrá utilizar el equipo si la verificación es correcta o si el encargado de mantenimiento o el líder técnico así lo determina. Para tratar de solucionar el problema refiérase al "Troubleshooting ISQ 7000 Hardware Manual" (3.3) o "ISQ 7000 User Guide" (3.4).
- 7.5.6** Los resultados son guardados por el software del equipo de manera automática en la siguiente dirección electrónica: "C:/Users/Public/PublicDocuments/ThermoISQ/Tune Results."

Figura 7. Acceso al EI SmartTune en el Dashboard ISQ 7000

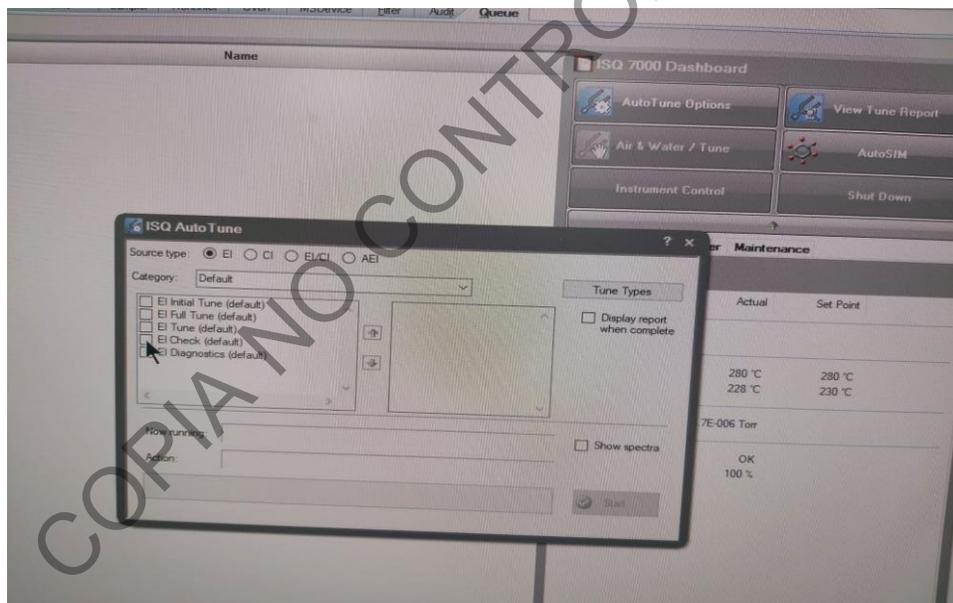


- 7.5.7** Seleccione "Auto Tune Options" y luego "Advance Auto tune" en el dashboard ISQ 7000. Se abre un cuadro con los tipos de tune disponibles, elija el "EI Check" si está utilizando la fuente de ionización de impacto electrónico.
- 7.5.8** Si el equipo está trabajando con menor sensibilidad puede realizar un tuning diagnóstico para determinar si hay fallas en los circuitos, para esto debe crear dicho tuning de la siguiente manera:

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 11 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

- Seleccione "Auto Tune Options" y luego "Advance Auto tune" en el dashboard ISQ 7000. Se abre un cuadro con los tipos de tune disponibles, elija el tune "default" según la fuente de ionización que tenga instalada y de clic en copiar.
- Se abre la ventana "Edit Tune Type" donde se puede dar un nombre específico y una descripción al tune seleccionado. En el "Type File" seleccione "Diagnostics Only".
- De clic en la pestaña de "Diagnostics" y seleccione los tipos de diagnóstico que usted desea que se realicen en su equipo. Guarde y cierre el "Tune Type Editor".
- Seleccione "Auto Tune Options" y luego "Advance Auto Tune" en el dashboard ISQ 7000 y elija el tune que creó anteriormente y dele "Start" cuando desee correr ese tune diagnóstico.
- De clic en "View Tune Report" en el dashboard ISQ 7000 para visualizar los resultados.
- De clic en el botón "Report Option" de la esquina superior derecha de la ventana. Seleccione "Diagnostics" en el área de reportes opcionales de la ventana. Revise los resultados de este tune tal y como se indica en 7.5.5.

Figura 8. Acceso a diferentes tipos de tuning en el dashboard ISQ 7000



7.6 Verificación de reactivos/equipo

- 7.6.1** Verifique el estado del equipo antes de correr una secuencia de análisis en el equipo, la calidad de los reactivos utilizados y que no se presente arrastre entre las muestras. Para ello, se debe alistar una secuencia de verificación, que puede tener variaciones según la metodología que se esté utilizando.
- 7.6.2** La secuencia de verificación generalmente incluye disoluciones de CRM sin extraer y controles de matriz blanco sin estándares internos, y se utiliza para verificar lo indicado en el punto 7.6.1. No obstante, los materiales utilizados, preparación y el orden específico de los viales en la secuencia puede variar entre cada metodología y se debe seguir lo indicado en el PON específico que se esté utilizando.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 12 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

7.6.3 Luego de correr la secuencia de verificación, los resultados deben ser revisados por un perito para verificar si se cumplen los criterios de aceptación y rechazo descritos en el PON específico de la metodología que está utilizando.

7.6.4 Complete el Formulario "Lista de chequeo para uso de equipo instrumental (GC/MS)", una vez finalizada la secuencia de verificación y guárdelo en pdf. según la fecha, en la carpeta de la computadora destinada para su almacenamiento. La carpeta se localiza en ChromeleonLocalD/Año /Lista de Chequeo.

7.6.5 Refiérase al PON específico de cada metodología, para más información sobre los criterios de aceptación y rechazo. Si estos criterios se cumplen, se puede continuar con la secuencia de análisis y la corrida de las muestras.

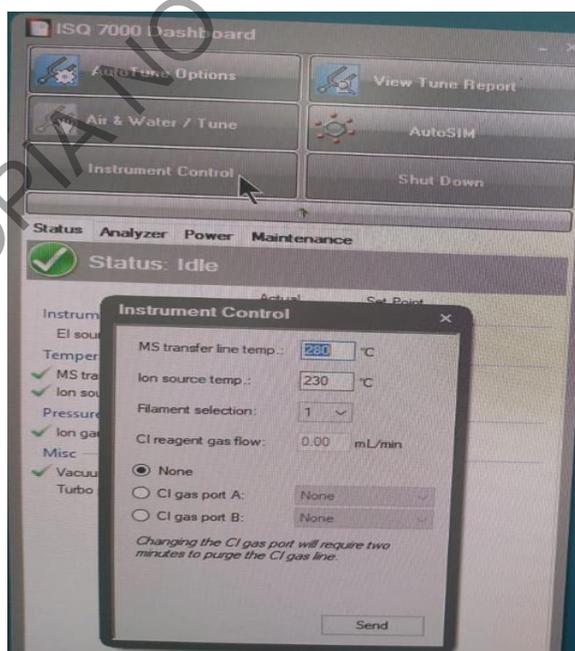
Nota 2. Generalmente la secuencia de verificación es la primera secuencia del día y por tanto se le asigna la letra "a", las secuencias de análisis con muestras reales llevan las letras siguientes ordenadas alfabéticamente: b, c, etc.

7.7 Iniciando el análisis

7.7.1 Suba el interruptor que está ubicado en la parte de atrás del equipo hasta la posición marcada I, si el equipo está apagado, como se muestra en la Figura 1.

7.7.2 Revise el flujo del gas de arrastre y la temperatura del cromatógrafo de gases, vaya a "Instrument Control" del ISQ 7000 Dashboard, para verificar que los valores actuales y los establecidos son iguales.

Figura 9. "Instrument Control" del ISQ 7000 Dashboard



7.7.3 Revise la presión del cilindro de helio. La presión mínima debe ser de 400 p.s.i., si es menor proceda a cambiarlo o a solicitarle a los encargados que lo cambien. La presión de salida del cilindro debe ser de 80 ± 10 p.s.i., si es diferente proceda a ajustarla moviendo

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 13 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

la válvula en el sentido de las agujas del reloj para aumentar la presión y al contrario para disminuirla. La presión de salida nunca debe superar los 100 p.s.i.

- 7.7.4** Póngase en contacto con los encargados de mantenimiento de estos equipos de la Sección en caso de que observe que la presión llegó a cero o que hay una fuga perceptible (sonido de gas saliendo).
- 7.7.5** Revise de inmediato que el flujo de gas es adecuado, y que no se presente un error en el que parpadean las luces de "Power" y "Ready" en color anaranjado y además suena una alarma, si se presenta este error repórtelo al encargado del equipo.
- 7.7.6** Abra el formulario "Lista de chequeo para uso de equipo instrumental (GC/MS)" (.pdf rellenable) y vaya completándolo.
- 7.7.7** Asegúrese de que el TRACE 1300 está encendido verificando que la luz "Power" frente al instrumento está encendida. El equipo está en condición "Standby" cuando esa luz está encendida y las demás luces apagadas.
- 7.7.8** Cuando el GC Trace 1300 esté en condición de "Standby", presione el botón "Start/Stop" para iniciar la preparación de la corrida de muestras. Si los parámetros del equipo no han sido alcanzados la luz "Ready" parpadea en tono anaranjado.
- 7.7.9** Si todos los parámetros están listos, el GC entra en "PrepRun" (preparándose para correr), la luz "Ready" parpadea en color verde. Cuando la fase de "PrepRun" finaliza se puede visualizar la luz "Ready", verde sin parpadear, de "Start" a la secuencia de muestras que tiene programada para analizar, en ese momento la luz "Run" se vuelve azul, al final el equipo vuelve al estado de "Standby".

Figura 10. Condición de Standby del Cromatógrafo de Gases TRACE 1300



7.8 Corrida de una secuencia en el Software Chromeleon

- 7.8.1** Abra el software Chromeleon desde el escritorio de su computadora. Existen tres maneras diferentes de hacer una secuencia de análisis en este software: Usando el ícono de "Create" para elaborar la secuencia desde cero, usando eWorkflows para crear una plantilla de

P-DCF-GCG-JEF-001-R3, Versión 01

Emitido y Aprobado por Unidad de Gestión de Calidad

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 14 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

secuencia y hacer todas las secuencias con la misma cantidad y distribución de controles o muestras y finalmente cuando ya hay secuencias creadas se pueden "guardar como" y modificar según lo requerido.

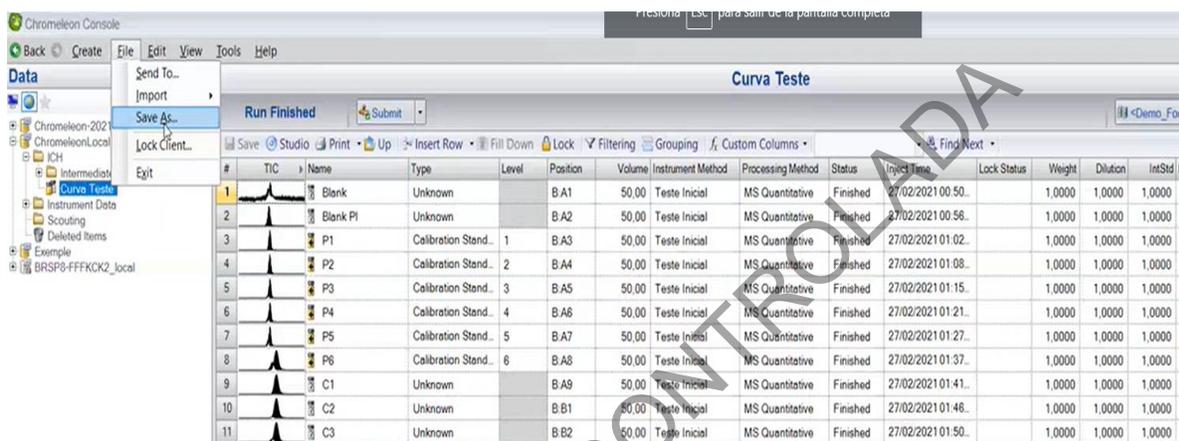
- 7.8.2** En el anexo 2 se puede observar los componentes de la Consola Chromeleon.
- 7.8.3** Vaya a la consola Chromeleon, para elaborar la secuencia sin utilizar una secuencia previa, en la barra de categorías, elija "Data", clic en "Create", luego en "Sequence".
- 7.8.4** Se abre una pantalla "New Sequence Wizard", presione "next" para moverse dentro de las opciones de esta pantalla. Dele nombre a la secuencia y guárdela.
- 7.8.5** Revise la primera columna en la secuencia "TIC" mientras el equipo corre para verificar que haya señales en las inyecciones en cuánto éstas finalicen.
- 7.8.6** En la siguiente columna "Name" se puede identificar la muestra o el control que se va analizar.
- 7.8.7** Elija en la columna "Type" entre diferentes opciones, en general se utilizan las siguientes: "Blank" se utiliza en la primera línea de la secuencia para que el equipo ajuste la línea base sin inyectar ningún vial. La opción "Unknown" se utiliza para la inyección de muestras, blancos de corrida y controles como glucorónidos o analitos en matriz. La opción "Calibration Standard", se usa para los blancos enriquecidos de las matrices a analizar que son las inyecciones con las que se calibra la secuencia en el equipo.
- 7.8.8** Defina en las siguientes columnas el volumen de inyección y la posición del vial, si es necesario. El uso del campo de volumen de inyección no es necesario cuando se usa el automuestreador AI 1300 porque está definido en el "Instrument Method".
- 7.8.9** Dé doble clic en la columna "Instrument Method" o use el señalador que aparece en el extremo derecho de la celda, para buscar el método de adquisición con el que desea correr la secuencia, seleccione el que va a utilizar y clic en el botón "Open". En este campo, con clic derecho se puede borrar, copiar, pegar, buscar un folder o agregar y borrar filas.
- 7.8.10** Haga clic en la columna de "Processing Method", use el señalador que aparece en el extremo derecho de la celda, para buscar el método de procesamiento con el que desea correr la secuencia, seleccione el que va a utilizar y clic en el botón "Open".
- Nota 3. Para poder elegir un método de adquisición o de procesamiento, así como una plantilla de reporte en la secuencia de análisis, asegúrese que, en la barra de status de la parte inferior de la secuencia, en la pestaña "Associated Items" aparecen los métodos o plantillas que desea utilizar, de lo contrario debe añadirlos en este sitio.
- 7.8.11** Haga clic en la columna "Level", la cual se utiliza únicamente si existe un procesing method y si en la columna "Type" se definió las inyecciones que corresponden a "Calibration Standard"
- 7.8.12** Siga añadiendo tareas, una vez configurada una fila de la secuencia, haga clic en la siguiente fila y repita los pasos anteriores. Con clic derecho en la mayoría de los campos puede agregar más filas a la secuencia.
- 7.8.13** Seleccione "File" y luego "Save" para guardar la secuencia, una vez que ha creado la secuencia con todas las muestras, guárdela en ChromeleonLocalD/SEQUENCES/año/ddmm_aa, letra consecutiva de la secuencia.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 15 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

7.8.14 Presione la tecla "Start" en la parte superior de la secuencia cuando el cromatógrafo esté en condición de "PrepRun", conforme se indica en el punto 7.7.9, para iniciar la secuencia.

7.8.15 Después del análisis de una secuencia puede guardarla con otro nombre y fecha para no iniciar desde cero la siguiente secuencia. En la consola de Chromeleon, en la barra de funciones de la parte superior elija "File" y luego "Save as" tal y como se muestra en la figura 11.

Figura 11. Secuencia de análisis en Software Chromeleon



7.9 Análisis de datos en Chromeleon

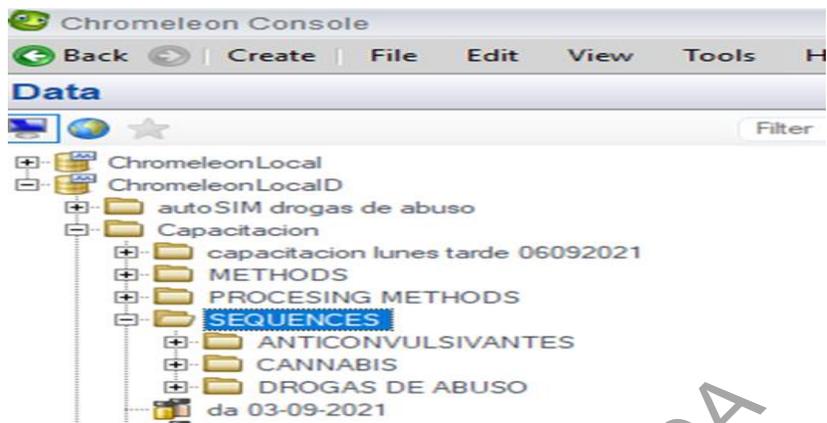
7.9.1 Refiérase al anexo 3 para visualizar los componentes principales del Software Chromeleon Studio. Después de que los datos han sido adquiridos, estos pueden ser procesados. Todas las etapas de procesamiento son desarrolladas en "Studio" y guardadas en el Processing method.

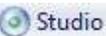
Nota 4. Cuando se hace un cambio en el processing method, los resultados de todas las inyecciones en la secuencia son recalculados instantáneamente, no hay necesidad de reprocesar la secuencia o actualizar resultados manualmente.

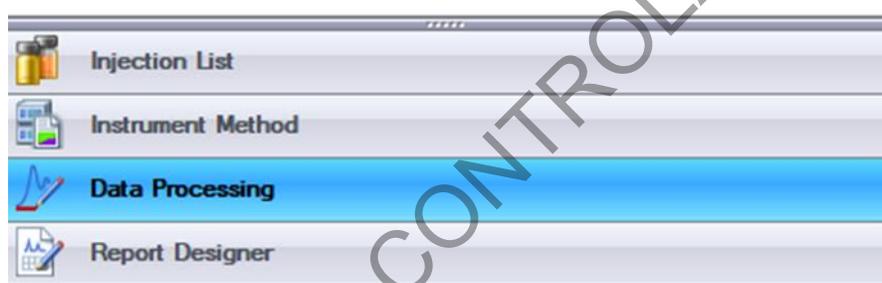
7.9.2 Chromeleon tiene una variedad de herramientas para simplificar o agilizar el procesamiento de datos, las etapas más comunes se describen a continuación:

7.9.3 Abra "Chromeleon Console", en "DATA" abra ChromeleonLocalID, se desplegarán varias opciones, seleccione la carpeta "SEQUENCES" y busque la secuencia a analizar por fecha y tipo de análisis, seleccione la secuencia dándole doble clic.

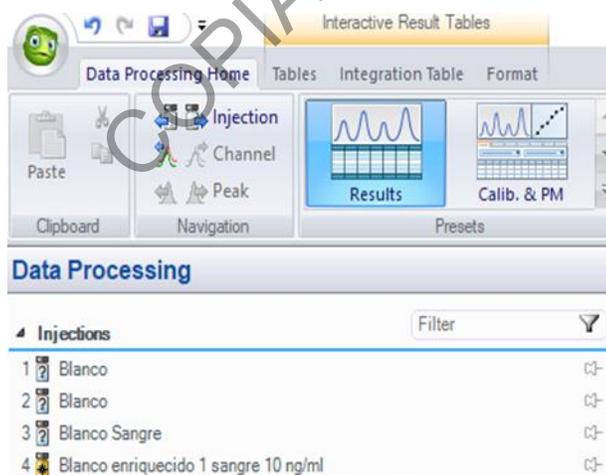
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 16 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	



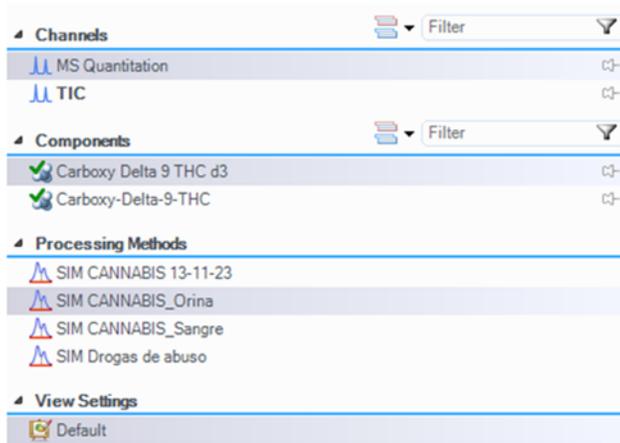
7.9.4 Dele click a , elija en la barra de categorías "Data Processing" que se encuentra en la esquina inferior izquierda.



7.9.5 Seleccione la inyección que desea revisar en "Injections" del "Data Processing". Elija en Channels, "MS Quantitation", y en "Processing Method" el método según corresponda:

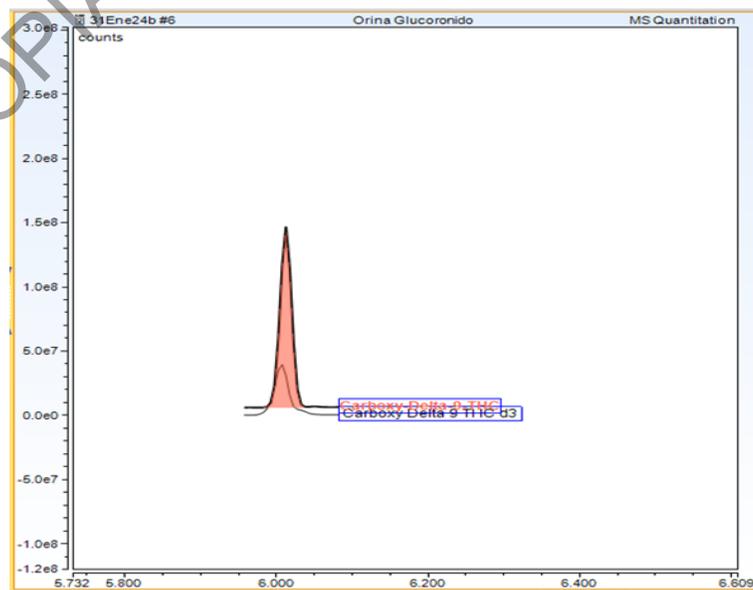


DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 17 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	



Nota 5. Se puede navegar en los datos de "Chromeleon Studio" de varias formas como se muestra en la figura anterior: Usando los botones en el grupo "Navigation" de la pestaña "Data Processing Home" o seleccionando inyecciones, canales, componentes en el Panel de Navegación o bien haciendo doble clic a un componente o inyección en "Integration" o en "Summary" en el panel "Interactive Results".

7.9.6 Revise los cromatogramas y los datos de los picos antes de reportar los resultados, revise la integración del cromatograma de una inyección en el gráfico del cromatograma tal y como se muestra en la siguiente figura. Antes de revisarla asegúrese de seleccionar la inyección de interés, en el canal "MS Quantitation" y el analito que desea visualizar en "Components" del panel de navegación.



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 18 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

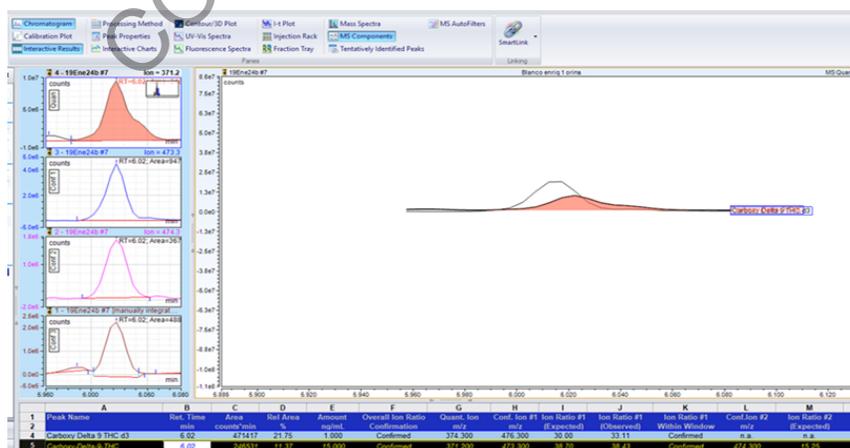
7.9.7 Verifique que todos los iones aparecen confirmados, para esto vaya al panel "Data Processing Home" y en "Presets" active la pestaña "Results", en "Panels" active las pestañas "Interactive Results" y "Chromatogram". Al activar "Interactive Results" observará en la parte inferior la pestaña "Peak Results", selecciónela, en esta pantalla podrá observar si los iones se encuentran dentro de la tolerancia permitida como se muestra a continuación:

A	F	G	H	I	J	K
Peak Name	Overall Ion Ratio Confirmation	Quant. Ion m/z	Conf. Ion #1 m/z	Ion Ratio #1 (Expected)	Ion Ratio #1 (Observed)	Ion Ratio #1 Within Window
Carboxy Delta 9 THC d3	Not confirmed	374.300	476.300	30.00	6.11	Not confirmed
Carboxy-Delta-9-THC	Confirmed	371.200	473.300	38.70	45.55	Confirmed

7.9.8 Verifique la concentración de cada una de las muestras y controles una vez realizada la calibración en la casilla "Amount" y que la integración de cada uno de los iones del analito cumple la ventana de tolerancia permitida para la intensidad relativa de cada ion, esto se observará en la tabla que se despliega al activar "Interactive results", en la pestaña de "Peak Results" que la casilla Overall Ion Ratio Confirmation indica "Confirmed", si todos los iones se encuentran dentro de la tolerancia.

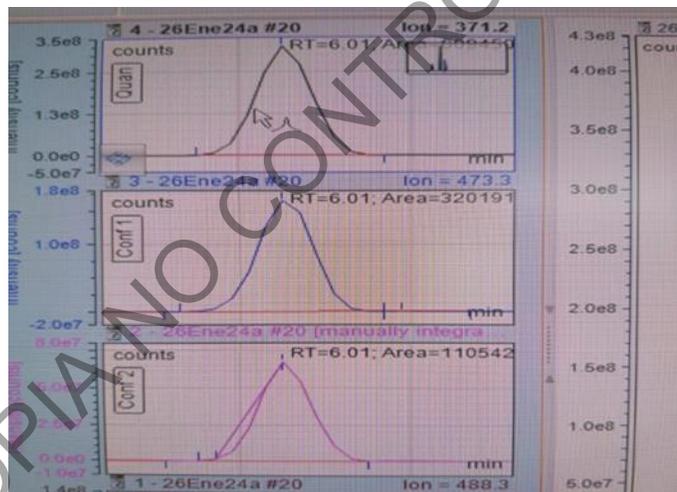
A	B	C	D	E	F
Peak Name	Ret. Time min	Area counts*min	Rel Area %	Amount ng/mL	Overall Ion Ratio Confirmation
Carboxy Delta 9 THC d3	6.01	923150	19.59	1.000	Confirmed
Carboxy-Delta-9-THC	6.01	2501642	53.09	145.849	Confirmed

7.9.9 Active también "MS components" en "Panels", si requiere ver el gráfico de cada uno de los iones tal y como se muestra a continuación:

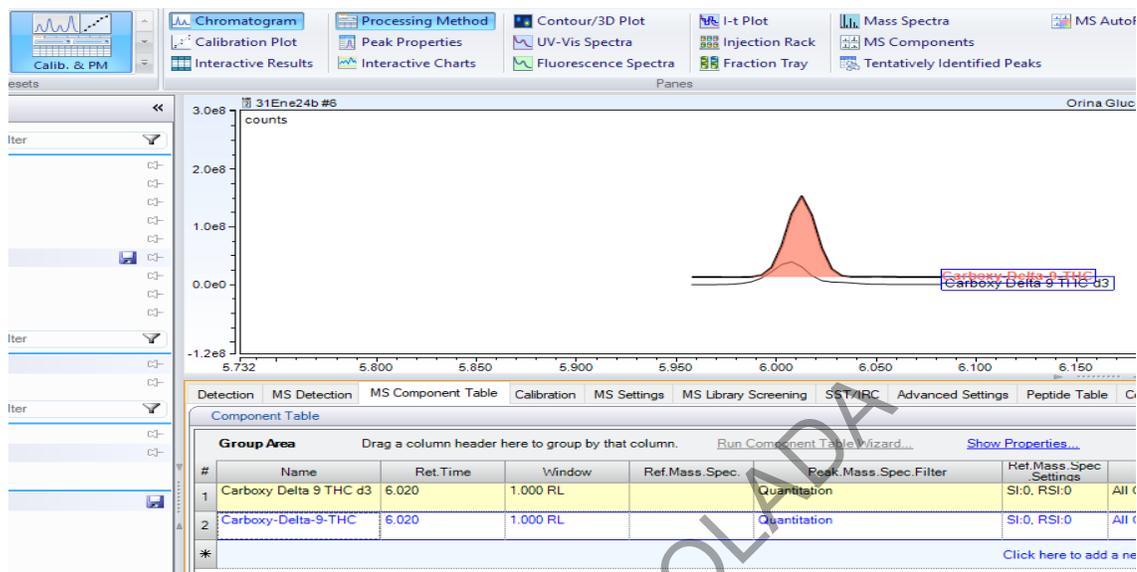


DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 19 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

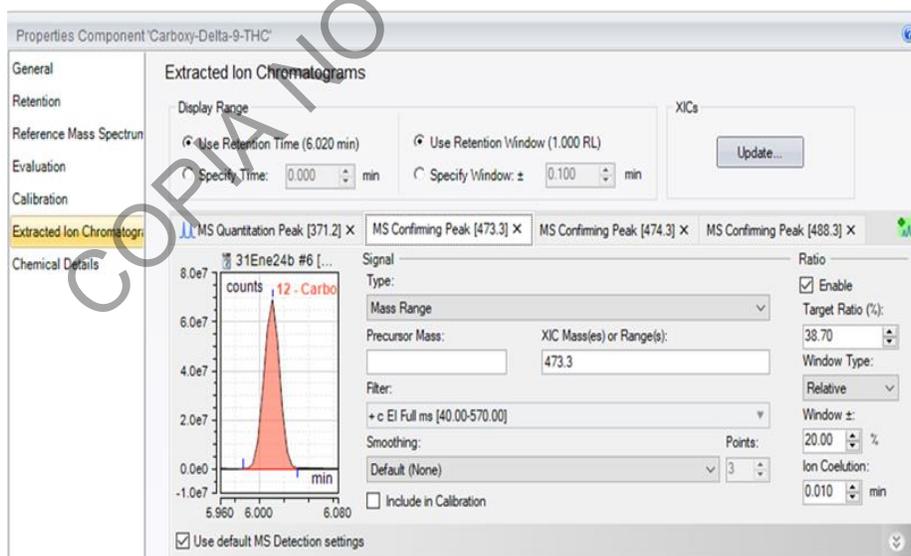
- 7.9.10** Proceda a ajustar los iones manualmente de los controles y de las muestras que se encuentran en una concentración en el límite administrativo o superior según indica el Pon específico del grupo de análisis. Si estos iones no se encuentran dentro de la tolerancia permitida, verifique cual o cuales iones no se confirman, indican Not confirmed.
- 7.9.11** Proceda a realizar la integración manual, recuerde que debe encontrarse activo "Chromatogram" en "Panes". Seleccione el analito a integrar manual, lo puede realizar dándole clic al analito en el cromatograma o en "Components" en el panel de navegación.
- 7.9.12** De clic sobre el pico del ion a modificar, luego de clic derecho sobre el mismo, teniendo activado "MS Componets" en "Panes", aparecen varias opciones para modificar la integración, elija "Delete peak" para borrar la integración y hacerla nuevamente.
- 7.9.13** Coloque el mouse sobre el pico cromatográfico en varios puntos hasta que aparezca una imagen similar a un pico cromatográfico tal y como aparece en la siguiente. Vuelva a integrar el pico de extremo a extremo.



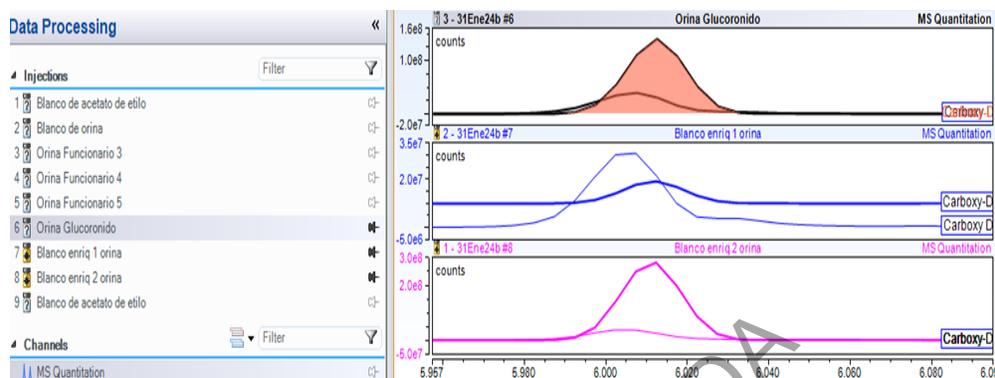
- 7.9.14** Realice el ajuste de la intensidad relativa de uno o más iones calificadores en toda la secuencia de análisis, en métodos adquiridos en modo SIM, en el panel "Data Processing Home", en Presets active la pestaña "Calibration & PM", y en "Panes" active "Chromatogram" y "Processing Method", al activar esta última, seleccione la pestaña "MS Component Table" en "Group Area" de doble clic en el nombre del analito.



7.9.15 Elija "Extracted Ion Chromatogram", y seleccione la pestaña "MS Confirming Peak" del ion calificador a modificar para visualizar y modificar en caso necesario, la intensidad relativa de los iones calificadores para métodos adquiridos en modo SIM y el criterio de tolerancia permitida según el "Procedimiento de Manejo de Casos de la Sección de Toxicología"



7.9.16 Superponga cromatogramas de diferentes inyecciones o canales en "Data Processing", en la pestaña de "Injections" dando clic en el icono  y marcando las inyecciones a comparar como se muestra a continuación manteniendo activo el icono de "Chromatogram" en Panes.



Nota 6. Se puede ajustar la integración de los iones calificadoros de manera automática en una metodología específica adquirida en modo SIM haciendo clic en el gráfico del cromatograma, luego de clic en la pestaña "Processing" en el grupo "Detection Parameters" o usando la herramienta dando clic en "Cobra Wizard", se van abriendo ventanas consecutivas donde se eligen parámetros de TR, altura de picos, línea base, entre otros, hasta lograr la integración deseada.

7.9.17 Calibración de los analitos en el Software Chromeleon:

7.9.17.1 Calibre los analitos con los blancos enriquecidos de matriz, siguiendo estos pasos:

- Especifique en la secuencia de análisis cuáles inyecciones son "Calibration Standards" en Chromeleon Studio, acceda a "Injections List" que se encuentra en "Category Bar", para más detalle consulte punto 7.8.7)
- Asigne los niveles de calibración en "Level" a esos "Calibration Standards" como se indica a continuación:

#	FID_Front	Name	Type	Level	Position	Volume [µl]	Instrument Method	Processing Method	Status	Inject
1	None	STD 1	Calibration Standa	1	1	1.0	Test 1		Idle	
2	None	STD 2	Calibration Standa	2	2	1.0	Test 1		Idle	
3	None	STD 3	Calibration Standa	3	3	1.0	Test 1		Idle	
4	None	STD 4	Calibration Standa	4	4	1.0	Test 1		Idle	
5	None	STD 5	Calibration Standa	5	5	1.0	Test 1		Idle	
6	None	Sample 1	Unknown		6	1.0	Test 1		Idle	
7	None	Check Std	Check Standard		7	1.0	Test 1		Idle	

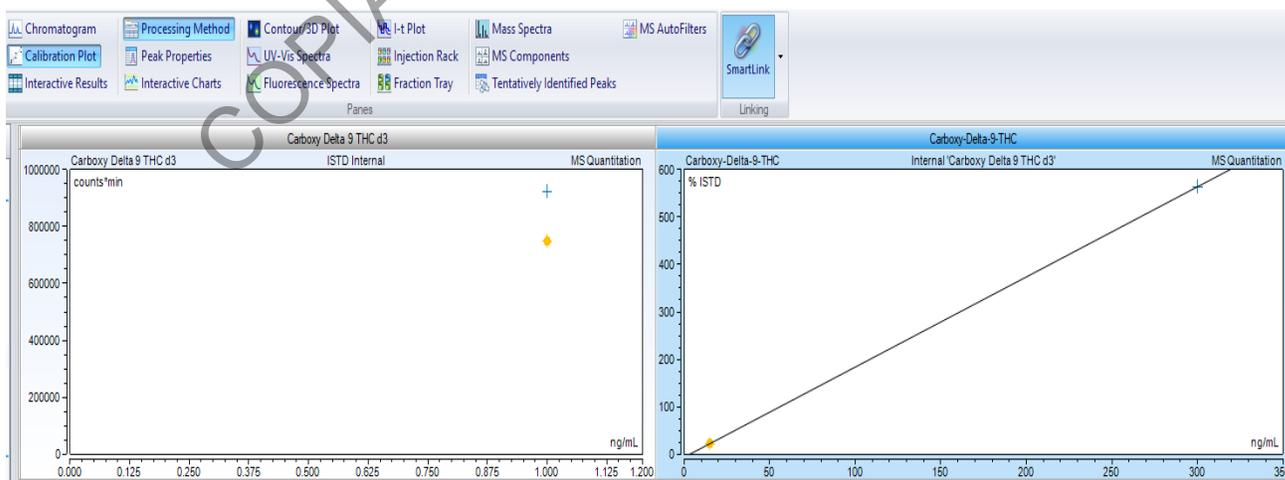
- Ingrese la cantidad o concentración de los "Calibration Standards"

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 22 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

- Introduzca de ser necesario las concentraciones de los niveles, vaya a "Chromeleon Studio" (si ya se encuentra en esta pantalla, seleccione Injection list en la sección llamada Category Bar), en la barra de categorías de la izquierda elija "Data Processing", en "Injections" elija la inyección donde se encuentra el blanco enriquecido de matriz con el que va a calibrar.
- Seleccione en el área de "Panels" la pestaña "Processing Method", en la tabla que se despliega, seleccione la pestaña de "Component Table" donde podrá agregar o verificar las concentraciones que están asignadas a los niveles de los calibradores que se incluyeron en la secuencia de muestras tal, como se muestra a continuación.

Component Table					
Group Area					
#	Name	Ret.Time	Level "01"	Level "02"	Level "03"
1	Pentachloroethane	4,090	5,000000	10,000000	20,000000
2	1,3-Dichlorobenzene	4,380	5,000000	10,000000	20,000000
3	1,4-Dichlorobenzene-d4	4,455	5,000000	10,000000	20,000000
4	1,4-Dichlorobenzene	4,460	5,000000	10,000000	20,000000
5	1,2-Dichlorobenzene	4,650	5,000000	10,000000	20,000000
6	Hexachloroethane	5,050	5,000000	10,000000	20,000000

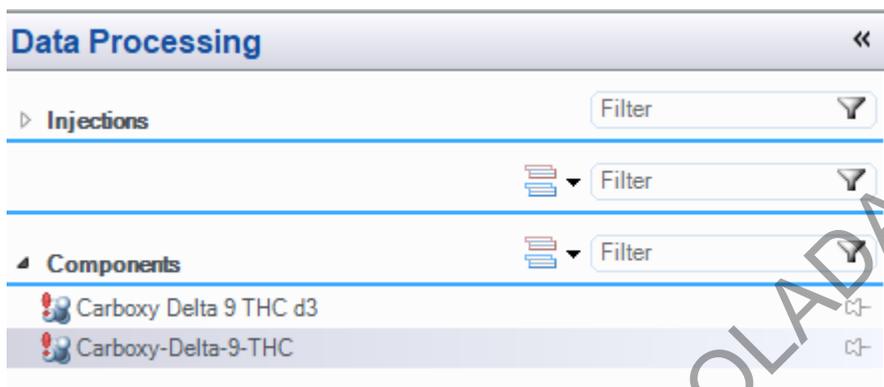
- Revise la curva de Calibración dando clic en el analito de interés que se encuentra en "MS Component Table" manteniendo activado en "Panels" la pestaña "Calibration Plot"



Nota 7: Las curvas de calibración son automáticamente actualizadas cuando se hacen cambios en los "Calibration Standards".

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 23 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

-Observe la curva de calibración de cada componente en estado activado en Panes, "Calibration Plot". En la barra de categorías elija "Data processing" seleccione el analito de interés en el grupo de Navegación de la pestaña "Data Processing Home" en "Components" como se muestra a continuación.

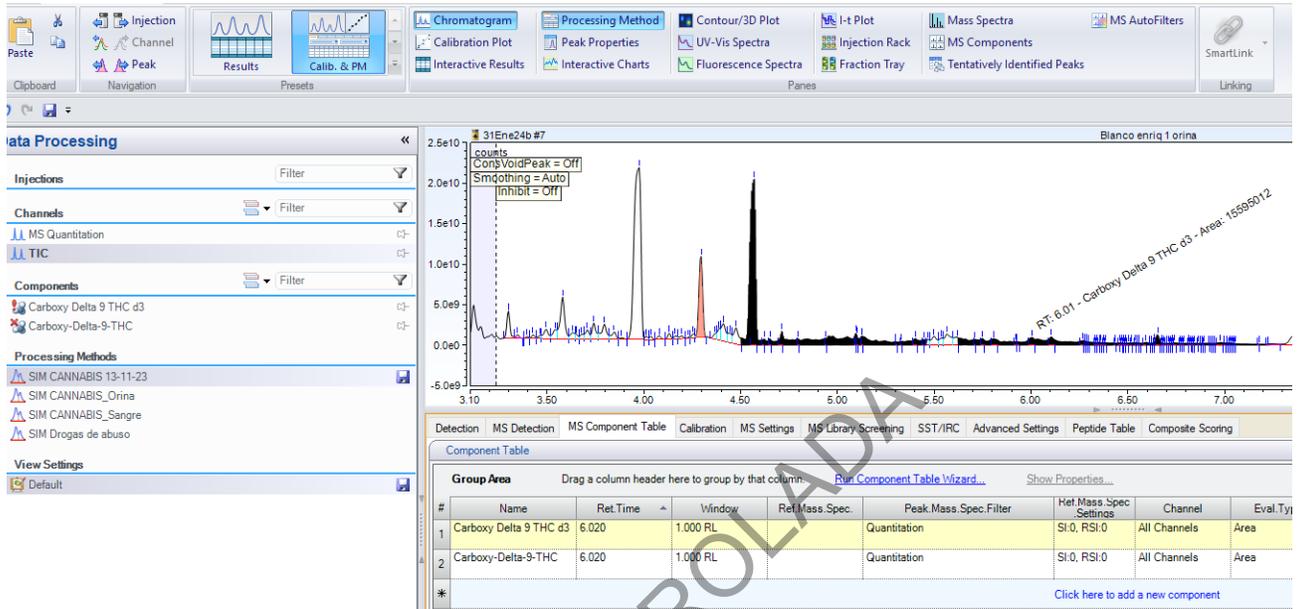


En el anexo 4 aparece un resumen de los pasos a seguir para la calibración de analitos.

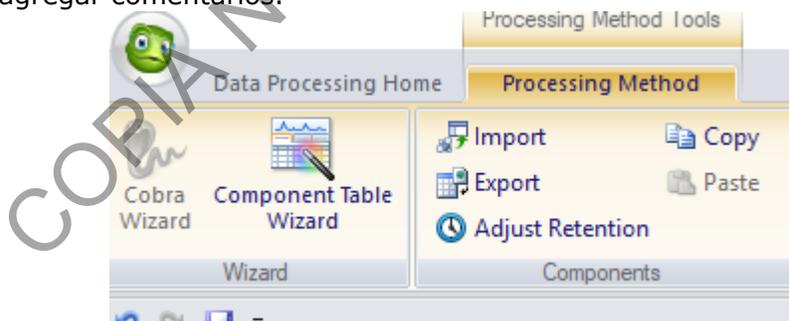
7.9.18 Agregue de ser necesario otros componentes a la tabla de Componentes en "Component Table", dando clic en "Click here to add a new component".

Detection										
MS Detection		MS Component Table		Calibration	MS Settings	MS Library Screening	SST/IRC	Advanced Settings	Peptide Table	Composite Scoring
Component Table										
Group Area		Drag a column header here to group by that column.				Run Component Table Wizard...	Show Properties...			
#	Name	Ref. Time	Window	Ref. Mass. Spec.	Peak. Mass. Spec. Filter	Ref. Mass. Spec. Settings	Channel			
1	Carboxy Delta 9 THC d3	6.020	1.000 RL		Quantitation	SI:0, RSI:0	All Channels	Area		
2	Carboxy-Delta-9-THC	6.020	1.000 RL		Quantitation	SI:0, RSI:0	All Channels	Area		
*								Click here to add a new component		

7.9.19 Asegúrese de que estén activados en "Panes": "Chromatogram" y "Processing Method", en "Presets" "Calib. & PM" y en el panel de navegación en "Channels" seleccione "TIC" como se muestra a continuación:



Nota 8: Otra manera de agregar componentes es a través de Component Table Wizard, al cual puede acceder, una vez agregado el nuevo componente, de clic en la pestaña de "Processing Method", luego dé clic en el botón "Component Table Wizard", el asistente de la tabla de componentes se abre, hay una guía para agregar nuevos componentes, se pueden nombrar todos los componentes, modificar el tiempo de retención y la ventana del pico y agregar comentarios.



7.9.20 Análisis de señales en modo SCAN

- Refiérase al Procedimiento para el Manejo General de Casos en la Sección de Toxicología Forense, Departamento de Ciencias Forenses en 7.18 para las directrices en los análisis en espectrometría de masas.
- Busque comparaciones espectrales contra las bibliotecas almacenadas en el equipo: vaya al panel "Data Processing Home" y active las pestañas "Results" en "Presets", y "Chromatogram" en "Panels", y en el panel de navegación en "Channels" seleccione "TIC", de clic en el gráfico del cromatograma, de clic derecho sobre el pico cromatográfico, le aparecerá la opción "Find Spectrum in Library", ingrese a esa opción y encontrará una tabla con "hits", índices de similitud y porcentajes de probabilidad.

<31Ene24b> <Blanco enriq 2 orina> <TIC> <Carboxy Delta 9 THC d3> - Ad Hoc Library Search

MS libraries to be searched in

- mainlib
- nist_msms
- nist_msms2
- nist_ri
- replib

Add... F

Hit #	SI	RSI	Prob (%)	Name	Library Name
1	859	871	97.34	(±)-11-nor-9-Carboxy-89-THC	mainlib
2	752	852	97.34	(±)-11-nor-9-Carboxy-89-THC	replib
3	649	715	0.97	11-Hydroxy- DELTA-9-tetrahydrocannabinol, bis(trimethylsilyl) ether	mainlib
4	620	697	0.27	Nordihydromorphine, N,O,O-tris(trimethylsilyl) deriv.	mainlib
5	610	767	0.19	8α-Hydroxyhexahydrocannabinol, bis(trimethylsilyl) ether	mainlib
6	608	623	0.17	17-(1,5-Dimethylhexyl)-10,13-dimethyl-3-styrylhexadecahydrocyclopenta[a]	mainlib
7	593	618	0.10	Pregna-3,5-dien-20-one, 6-methyl-3,17,21-tris(trimethylsilyloxy)-	mainlib
8	583	655	0.07	1,3-Dipalmitin, TMS derivative	replib
9	569	622	0.04	Cholestane-2-carboxylic acid, 3,3-[1,2-ethanediylbis(oxy)]-, methyl ester,	mainlib
10	566	581	0.04	Naringenin, 3TMS derivative	mainlib
11	563	724	0.03	2-(Trimethylsilyloxy)-3,4,4-trimethoxychalcone (isomer 2)	mainlib
12	562	680	0.03	DELTA-9-Tetrahydrocannabinol, TPDMS derivative	mainlib

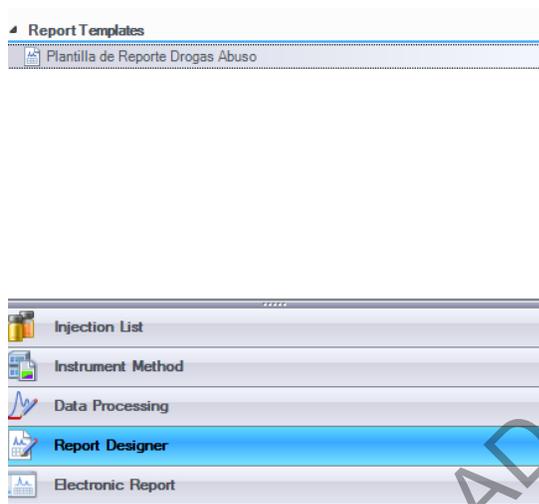
- Confirme la identidad de una sustancia, con una "Prob (%)" que este arriba del 90 % significa que el espectro de masas es muy similar y muy probablemente se trata de la sustancia identificada; sin embargo, es necesario obtener una coincidencia en el tiempo de retención y espectro de masas con el analito en el blanco enriquecido para establecer la identidad de la sustancia. Ver Procedimiento para el manejo general de casos en la Sección de Toxicología Forense.

7.9.21 Reporte de los resultados en formato PDF

Nota 9: Antes de imprimir resultados, todos los iones deben haber pasado la tolerancia permitida, y por tanto, debe asegurarse que en "Componet Table" se indique "Confirmed" en "Overall Ion Ratio Confirmation" según apartado 7.9.

- Utilice alguna de las plantillas de reporte en el software o bien personalice alguna plantilla a partir de las que están disponibles, en la barra de categorías elija "Report Designer", en el panel de navegación seleccione la inyección que se requiere imprimir.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 26 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	



- Elija en el menú Studio  "Print", aparecen 3 opciones, clic nuevamente en "Print", se abre una tabla con opciones en la parte superior para imprimir en PDF ya sea la inyección señalada o imprimir toda la secuencia.

7.10 Mantenimiento con pérdida de vacío:

7.10.1 Mantenimiento del analizador de masas:

- En este mantenimiento se incluye el desarmado, limpieza y rearmado de la cámara de ionización y el cambio de filamentos.
- Efectúe la limpieza de la cámara de ionización cada tres meses. A menos que se detecte una contaminación en la misma (se evidencia como aumento en el voltaje del repeledor, aumento en los anchos de pico, cambios en el espectro del calibrador, picos partidos para las m/z del calibrador o pérdida de la sensibilidad para la m/z 502 del calibrador, todo observable en el reporte de tuning), en cuyo caso debe adelantarse.
- Tenga lista la cámara que se quita para el siguiente mantenimiento. Como se cuenta con dos cámaras de ionización completas, puede quitarse la que está sucia, instalar de inmediato la que está limpia y recuperar el vacío lo antes posible.
- Siga el procedimiento, del Manual del Detector de Masas "ISQ 7000 Hardware Manual" (3.3) de la página 91 a 98 para liberar el vacío y reemplazar el filamento dual del equipo.
- Refiérase a las páginas 99 a 107 del Manual del Detector de Masas "ISQ 7000 Hardware Manual" (3.3) para liberar el vacío y reemplazar el Electromultiplicador.
- Siga el procedimiento, del Manual del Detector de Masas "ISQ 7000 Hardware Manual" (3.3) de la página 108 a 113 para limpieza de las partes duraderas y delicadas de la cámara de ionización.
- Anote que se realizó mantenimiento preventivo y el número de parte de los consumibles utilizados, así como el reemplazo de la cámara de ionización por una limpia, en la "Bitácora de Control de Uso de Equipo" digital del GC/MS-3, según sea el caso.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 27 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

7.10.2 Mantenimiento de la bomba de piso:

- Si el equipo tiene una bomba de piso libre de aceite, éste no requiere mantenimiento por parte del usuario.

7.10.3 Cambio de suministro de Helio:

- Cambie el cilindro cuando la presión este en 400 p.s.i. Si se está en medio de algún análisis o si tiene muestras pendientes, se puede terminar con este trabajo antes de cambiar el cilindro, pero este no debe bajar de 350 p.s.i.
- Traiga un nuevo cilindro de Helio hasta el cuarto de instrumentos y retire la capucha de protección y el sello plástico que está sobre la válvula de presión. Colóquelo al lado del cilindro que desea cambiar.
- Limpie con papel toalla impregnada con etanol al 95% la salida de la válvula del cilindro.
- Cierre la llave principal del cilindro de helio. Sustituya el cilindro por el nuevo e instale el manómetro. Abra la válvula principal del nuevo cilindro. La presión debe estar entre 1900 y 2500 p.s.i.
- Moje la conexión del manómetro con el cilindro con líquido detector de fugas Swagelock Snoop, espere para ver si se forman burbujas que indican fugas. Limpie este líquido con papel toalla desechable impregnada con etanol al 95%.

7.11 Mantenimiento Anual:

7.11.1 Este procedimiento se realiza una vez al año junto con el procedimiento de OQ/PV, no es realizado por el usuario, es realizado por el personal de servicio técnico de la empresa que provee el equipo. Consiste en un cambio de consumibles del GC, del MS y limpieza del equipo.

7.11.2 El equipo debe ser probado después del mantenimiento anual antes de ser utilizado en rutina.

7.12 Liberación del vacío o purga del MS y recuperación del mismo:

7.12.1 Refiérase al Manual del Detector de Masas, Serie Thermo ISQ 7000: "ISQ 7000 Hardware Manual", M-EXT-ECE-TOX-116, Versión digital, páginas 13-15 para la liberación del vacío.

7.12.2 Refiérase al Manual del Detector de Masas, Serie Thermo ISQ 7000: "ISQ 7000 Hardware Manual", M-EXT-ECE-TOX-116, Versión digital, páginas 9-12 para la recuperación del vacío.

7.12.3 Espere al menos dos horas antes de utilizar el equipo. Siempre debe realizar un tuning antes de utilizarlo si se ha liberado el vacío.

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

Estos criterios deben estar definidos en los procedimientos de análisis que utilizan el equipo GC/MS-3. Además, deben cumplirse todos los lineamientos indicados para espectrometría de masas indicados en el PON para el Manejo General de Casos en la Sección de Toxicología Forense (3.7)

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 28 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

N/A

10 Reporte de Análisis y Resultados:

N/A

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

- No abra ningún recipiente con disolventes volátiles fuera de la capilla de extracción de gases (o cámara de seguridad clase II B2)
- Si ocurre un derrame de algún reactivo refiérase al Manual de Seguridad y Salud Ocupacional del Departamento de Ciencias Forenses.
- Si ocurre contacto de algún reactivo con los ojos, acuda inmediatamente a la ducha para ojos que se encuentra en el laboratorio.
- Si ocurre algún derrame importante de disolventes o ácido en la ropa o la piel utilice la ducha que se encuentra en el laboratorio.
- Siempre que salga del área de laboratorios, deseche los guantes, lávese las manos y deje la gabacha en la entrada del mismo.

12 Simbología:

CRM: material de referencia certificado.

DCF: Departamento de Ciencias Forenses.

ddmmm_aa: se refiere a día mes y año, como por ejemplo 07dic_06.

GC: cromatógrafo de gases.

GC/MS: cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas.

m/z: relación masa/carga.

MS: espectrómetro de masas.

N/A: no aplica.

NIH: National Institute of Health (Estados Unidos) por sus siglas en inglés.

NIST: National Institute of Standard and Technology.

OQ/PV: Siglas de Operation-Qualification/Performance-Verification.

PON: Procedimiento de Operación Normado.

SCAN: Monitoreo de escaneo completo.

SCD: Solicitud Cambio Documental.

SIM: Monitoreo de Ion Selectivo.

TR: Tiempo de Retención

UHP: Ultra High Purity

P-DCF-GCG-JEF-001-R3, Versión 01

Emitido y Aprobado por Unidad de Gestión de Calidad

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 29 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)	P-DCF-ECE-TOX-010	

WADA: World Antidoping Agency

13 Terminología:

Analito: sustancia o compuesto que se desea determinar.

Blanco enriquecido de matriz: corresponde a un control preparado utilizando matriz blanco y enriquecido con los analitos, al que se aplican todos los procesos de una muestra incógnita o real (preparación, extracción, dilución o derivatización). Se nombra según la matriz que contiene (blanco enriquecido de sangre, blanco enriquecido de orina, etc.)

Espectro de masas: Patrón de fragmentación del analito que presenta los diferentes iones en los que la molécula se fragmentó en la cámara de ionización.

Intensidad relativa: Si se asigna el 100% al target, la intensidad relativa es la relación de abundancia entre un ion calificador y el ion target. Puede ser más del 100%.

Ion calificador: Es un ion del espectro de masas del analito que lo caracteriza y se utiliza en su identificación.

14 Anexos

No. de Anexo	Nombre del Anexo
1	Componentes del GC/MS-3
2	Componentes de la Consola Chromeleon
3	Componentes de la ventana Chromeleon Studio
4	Resumen de la calibración de analitos en Software Chromeleon

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 01	PAGINA: 30 de 33
USO Y MANEJO DE CROMATÓGRAFOS DE GASES CON DETECTOR DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS THERMO (GC/MS-3)		P-DCF-ECE-TOX-010

Anexo 1. Componentes del equipo GC/MS-3

Viales de lavado y desecho Automuestreador AI 1310 Bandeja de muestras



MS ISQ 7000

GC Trace 1300

Computadora con Software Chromeleon

Anexo 2
Componentes de la Consola Chromeleon

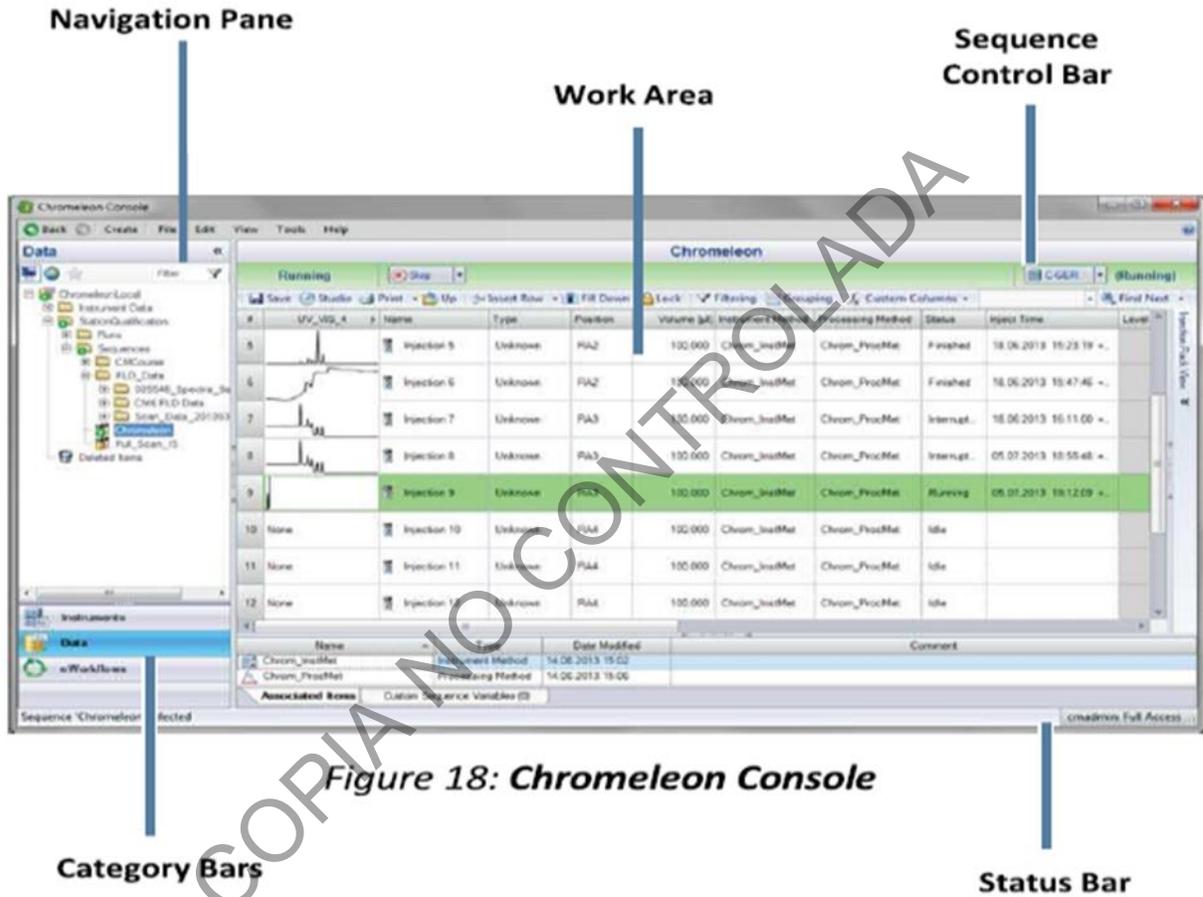


Figure 18: Chromeleon Console

Anexo 3
Componentes de la ventana Chromeleon Studio

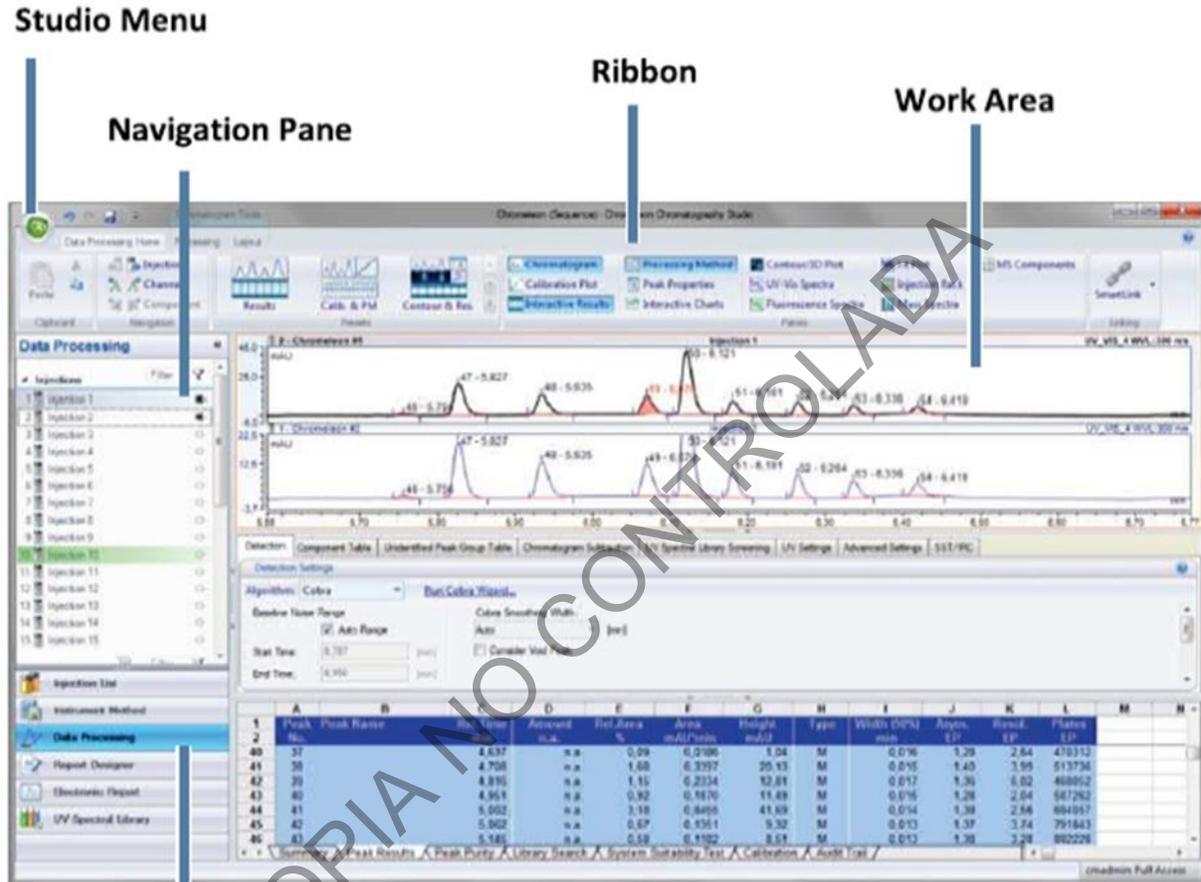


Figure 20: Chromatography Studio

Anexo 4. Resumen de la calibración de analitos en Software Chromeleon

III. Calibración (Multi-level)

1. Establecer estadares de calibración en secuencia: Calibration Standard
2. Establecer los niveles de cada estadares : 01, 02, etc
3. Introducir concentraciones : **Component Table**
4. Configurar la calibración: Cal. Type, Std. Method, etc

Name	Type	Level
Std 1	Calibration Standard	01
Std 2	Calibration Standard	02

Eval Type	Stand Meth	Cal Type
Area	External	Lin, Wtd, Offset
Area	ISTD IntExt	Lin

Component Table		
Group Area		
#	Level "01"	Level "02"
1	0.100000	0.500000
2	0.100000	0.500000

COPIA NO CONTROLADA