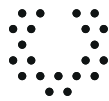


# Aplicaciones y generalidades de un equipo GCMS-TQ8040 de Shimadzu

Diana Angélica Varela Martínez  
Miguel Ángel González Curbelo  
Eduardo Ramírez Valencia  
Isabel Cristina Castellanos Cuéllar  
Javier Ricardo Velandia Cabra



ean®

Ediciones

Catalogación en la fuente: Biblioteca Universidad EAN

Varela Martínez, Diana Angélica

Aplicaciones y generalidades de un equipo GCMS-TQ8040 de Shimadzu / Diana Angélica Varela Martínez, Miguel Ángel González Curbelo, Eduardo Ramírez Valencia, Isabel Cristina Castellanos Cuéllar, Javier Ricardo Velandia Cabra.

Descripción: 1a edición / Bogotá: Universidad EAN, 2018  
101 páginas

9789587565997 (Electrónico 2018)

1. Cromatografía de gases 2. Espectrómetros 3. Instrumentos científicos  
4. Tecnología química 5. Ingeniería química

I. González Curbelo, Miguel Ángel II. Ramírez Valencia, Eduardo III.  
Castellanos Cuéllar, Isabel Cristina IV. Velandia Cabra, Javier Ricardo

543.85 CDD23

### Edición

Gerencia de Investigaciones

**Gerente de Investigaciones**

H. Mauricio Diez Silva

**Coordinadora de Publicaciones**

Laura Cediél Fresneda

**Revisor de estilo**

Juan Carlos Velásquez

**Diagramación y finalización**

María Eugenia Mila

**Diseño de carátula**

Cesar Augusto Rubiano Moreno

Publicado por Ediciones EAN, 2018.

Todos los derechos reservados.

ISBNe: 9789587565750

©Universidad EAN, El Nogal: Cl. 79 No. 11 - 45. Bogotá D.C., Colombia, Suramérica, 2018  
Prohibida la reproducción parcial o total de esta obra sin autorización de la Universidad EAN®

©UNIVERSIDAD EAN: SNIES 2812 | Personería Jurídica Res. n°. 2898 del Minjusticia -  
16/05/69| Vigilada Mineducación. CONACREDITACIÓN INSTITUCIONAL DE ALTA CALIDAD,  
Res. N° 29499 del Mineducación 29/12/17, vigencia 28/12/21

Producido en Colombia.

# CONTENIDO

Resumen.....	5
Palabras clave.....	5
Introducción.....	7
1. Especificaciones generales del instrumento.....	9
1.1 Generalidades del software.....	10
1.2 Operaciones básicas con el instrumento	11
1.3 Operación básica del software para el encendido.....	21
1.4 Acondicionamiento e instalación de la columna.....	31
1.5 Verificación del tuning inicial de las condiciones del espectrómetro de masas.....	35
2. Generación de métodos básicos.....	39
2.1 Descripción corta del ambiente Real Time Analysis.....	39
2.2 Verificación de parámetros del autoinyector automático.....	43
2.3 Verificación de parámetros del cromatógrafo de gases.....	44
2.4 Verificación de parámetros del espectrómetro de masas...	46
3. Generación de métodos.....	49
4. Verificación de parámetros iniciales en el encendido del equipo.....	53
4.1 Automuestreador.....	53
4.2 Autoinyector.....	54
4.3 Gases.....	55
4.4 Tuning.....	56
5. Creación de métodos de inyección.....	59
5.1 Programar una inyección sencilla.....	59
5.2 Generar inyecciones en secuencia.....	61

6. Análisis cualitativo de los resultados obtenidos.....	71
7. Análisis cuantitativo de los resultados obtenidos.....	75
7.1 Creación de la tabla de compuestos.....	75
8. Creación de una curva de calibración.....	81
9. Desarrollo del método instrumental en modo MRM.....	93
9.1 Inyección sencilla modo MRM.....	93
10. Aplicaciones generales a la técnica de cromatografía de gases.....	99
Referencias.....	102

## Resumen

**L**a cromatografía es una técnica analítica que permite realizar la separación de mezclas complejas basadas en interacciones fisicoquímicas de los analitos, arrastradas por una fase móvil. En el caso de la GC se utiliza un gas inerte con una fase estacionaria contenida en una columna capilar que es donde ocurre la separación. Los analitos se separan de manera diferencial y eluyen a diferentes tiempos, lo que se conoce como tiempo de retención. De ahí continúan hacia el detector para ser analizados.

Por su parte, la espectrometría de masas es una técnica de análisis que permite determinar la distribución de las moléculas de una sustancia de acuerdo a su masa. El espectrómetro de masas es un dispositivo que permite analizar con gran precisión la composición de diferentes elementos químicos e isótopos atómicos, separando los iones de las sustancias en función de su relación masa/carga ( $m/z$ ).

## Palabras clave

Cromatografía, analitos, tiempo de retención, eluyente, espectrometría.



## Introducción

**E**l Departamento de Ciencias Básicas de la Universidad EAN cuenta con un equipo de cromatografía de gases (GC), acoplado a un espectrómetro de masas en tándem (MS/MS), con analizador de triple cuadrupolo (TQ), adquirido a través de la casa comercial Shimadzu (2012), estando de esta manera a la vanguardia en lo que a técnicas de análisis instrumental se refiere. Este equipo permite la identificación y determinación de niveles traza de una gran variedad de compuestos químicos orgánicos e inorgánicos, y elementos para diferentes aplicaciones en el campo de la docencia y la investigación.

Un cromatógrafo de gases consta de varios módulos para su funcionamiento: un gas portador, inerte (fase móvil), la elección de gas está con frecuencia determinada por el tipo de detector que se utiliza, sistema de inyección de la muestra, columnas (rellenas, capilares o abiertas) y hornos según la columna, y un sistema de detección para que señalen la elución de un componente de la muestra y registren una señal que sea proporcional a la cantidad de sustancia que pasa a través del detector (Skoog, 1998).

Las aplicaciones de esta técnica son amplias, ya que en la industria es muy usada en el campo farmacéutico, ambiental, síntesis química; en la investigación es utilizada para la cualificación y cuantificación de diferentes analitos y en la optimización de diferentes métodos.

Generalmente la técnica de cromatografía es acoplada con otras técnicas, esto con el fin de hacerla más robusta en la detección y cuantificación de analitos y además de realizar detecciones a un espectro más amplio de analitos sobre todo aquellos que son susceptibles a pasar a la fase de vapor o a ionizarse y no descomponerse.



# Especificaciones generales del instrumento

# 1.

**E**quipo de cromatografía de gases acoplado a un detector de espectrometría de masas de triple cuadrupolo: este instrumento permite análisis del espectro de masas para análisis cualitativos o identificación de compuestos desconocidos por el modo Selected Ion Monitoring (SIM) o en un rango de masas determinado (SCAN) para cuantificación de compuestos.

En términos generales, el modelo estándar se compone de:

- Cromatógrafo de gases GC 2010.
- Bomba de vacío turbo molecular y una bomba rotatoria de pistón.
- Vacuum gauge para el monitoreo del vacío, una Pirani Gauge (PG) para el vacío bajo y una Ion Gauge (IG) para la región de alto vacío.
- Interfase acoplada GC/MS.
- Fuente de iones para impacto electrónico EI con control independiente de temperatura.
- Fuente de iones con filamento dual para energía/ corriente de electrones variable.
- Filtro de masas de cuádruplo con prerods.
- Detector multiplicador de electrones con dinodo de conversión.
- Fuente de poder y circuito de control del instrumento.

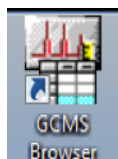
El software para el control del instrumento es el GCMSsolution, usado para el control del GCMS QP2010, para la captura y para el procesamiento de datos. El software incluye las siguientes funciones:

## 1.1 Generalidades del software

El software para el funcionamiento del equipo es el GCMS solution, consta de 4 ambientes en el que se pueden realizar distintas operaciones.



Se usa para crear y editar archivos de metodos instrumentales y secuencias durante el analisis.



Se usa para para el procesamiento de datos cualitativos y cuantitativos, imprimir reportes y hacer tareas de procesamientos de datos multiples.



Se usa para desarrollar procesamiento de datos cualitativo, cuantitativo e imprimir reportes.



Se usa para encender y apagar el equipo, configurar el instrumento y controlar la operación del mismo.

Además de esto, con el software GCMSsolution se pueden realizar las siguientes operaciones.

- Control del GCMS y de dispositivos periféricos como el autosampler, y un ajuste automático del instrumento con el autotuning.
- Función QA/QC para soportar los análisis de precisión de los

- datos y control de calidad.
- Creación de métodos de análisis.
  - Modos de adquisición de datos scan y SIM.
  - Procesamiento cualitativo que incluye la presentación del espectro y búsquedas en librerías.
  - Procesamiento cuantitativo para la creación de tablas de compuestos, curvas de calibración y cálculos de concentración.
  - Reportes ajustables.
  - Análisis y procesamiento secuencial de datos por la opción de procesamiento de secuencias.

## 1.2 Operaciones básicas con el instrumento

A continuación se describe secuencialmente cómo encender el equipo y acondicionarlo para realizar análisis.

### 1.2.1 Consideraciones antes de encender el instrumento

El cromatógrafo de gases acoplado al detector de espectrometría de masas es un equipo que requiere un procedimiento de encendido de unos 2 a 3 días, dependiendo del tiempo que haya permanecido apagado.

Si el equipo se encuentra apagado por un lapso de tiempo prolongado, se recomienda realizar una revisión al estado de ciertos componentes que se enumeran a continuación.

### 1.2.2 Requerimientos de los gases empleados

El cromatógrafo de gases emplea dos gases distintos para su operación: gas Carrier y gas Cid.

El gas Carrier empleado en el sistema debe mantener las siguientes condiciones:

- Gas Carrier: Helio.
- Presión necesaria: 300 a 980 KPa (45 -140 psi).
- Pureza: superior a 99.995 % o superior (gas comercialmente conocido como 4.5).

**Figura 1.** Presión del manómetro



**Fuente.** Elaboración propia.

El Argón se emplea en el instrumento como gas Cid. Las condiciones son las siguientes:

- Presión necesaria: 350-450 KPa.
- Pureza: Superior a 99.99 %.

Figura 2. Presión del gas Argón.



Fuente. Elaboración propia.

Tener en cuenta todas las precauciones en la manipulación y en el almacenamiento de los cilindros de gases.

Verificación de las presiones de los gases en la estación de trabajo del laboratorio, ubicado detrás del equipo.

**Figura 3.** Presión de los gases.



Verificar que esta presión sea la misma presión del manómetro en la estación al lado del cromatógrafo.  
Presión Ar: 300KPa.

Verificar que esta presión sea la misma presión del manómetro en la estación al lado del cromatógrafo.  
Presión He: 600KPa.

**Fuente.** Elaboración propia.

### 1.2.3 Revisión al estado del aceite de la bomba rotatoria

La bomba rotatoria es una bomba de vacío ubicada en la parte posterior del instrumento. Modelo RV3 de Edwards, funciona con aproximadamente 1.5 litros de un aceite traslucido Ultragrade 19. Este aceite se cambia cada 6 meses aproximadamente.

Antes de iniciar el vacío del instrumento se recomienda revisar que no haya fugas de aceite en la bomba y verificar el estado del mismo. No se deben observar burbujas en el interior y el color debe ser de un amarillo claro. Si se observa de un color café claro, se recomienda reemplazarlo de inmediato.

Figura 4. Nivel de aceite de la bomba.



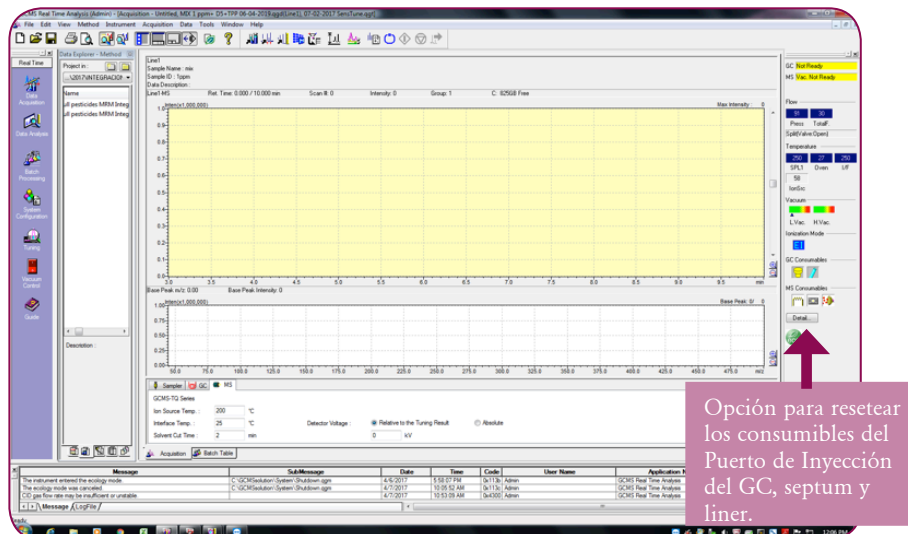
Fuente. Elaboración propia.

## 1.2.4 Resetear contadores del puerto de inyección o del aceite de la bomba

Entrar al contador de consumibles que se encuentra en el ambiente Real Time.

- A. Dar clic en la opción Detail, ubicada en la parte derecha de la pantalla del ambiente Real Time.

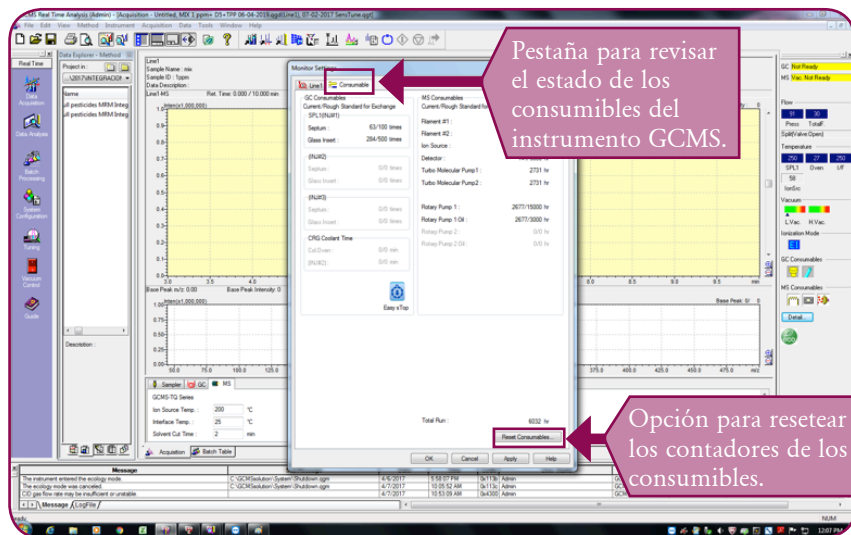
Figura 5. Contador de consumibles.



Fuente. Elaboración propia.

B. Dar clic en la pestaña Consumibles. Ahí aparece el contador de todos los consumibles del instrumento, tanto del GC como del MS.

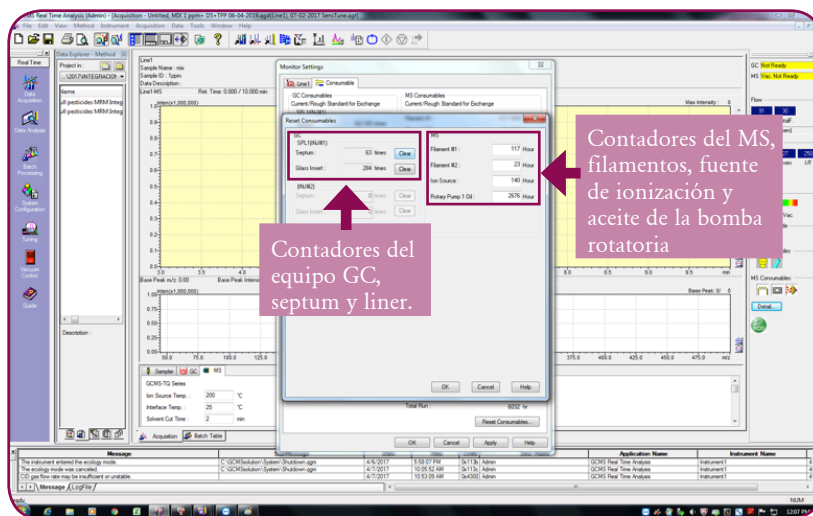
Figura 6. Ambiente consumibles.



Fuente. Elaboración propia.

- C. Resetear el contador del consumible que se haya cambiado. La opción Clear permite resetear el contador seleccionado.

Figura 7. Reseteo del contador de consumibles.



Fuente. Elaboración propia.

- D. Dar clic en OK. Los contadores de los consumibles reemplazados ya deben quedar reseteados.

## 1.2.5 Revisión del automuestreador y a la jeringa

Para cambiar la jeringa no se recomienda apagar el automuestreador.

- A. Abra la puerta frontal del autoinyector, en el display se observan las letras OP.
- B. Con la puerta abierta, presione el botón de STOP.

Figura 8. Frontal del autoinyector.

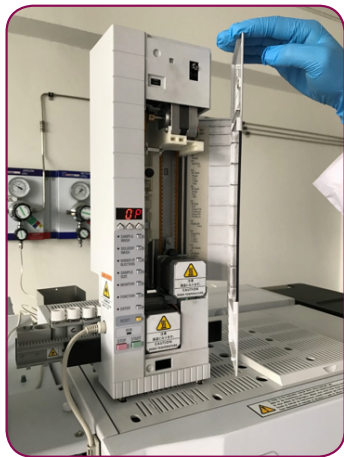


Figura 9. Botón stop.



Fuente. Elaboración propia.

C. Libere el seguro frontal de la jeringa con el auto inyector.

D. Presione hacia arriba la unidad de inyección del embolo y desenrosque el tornillo negro. Realice la operación con cuidado.

Figura 10. FSeguro frontal.

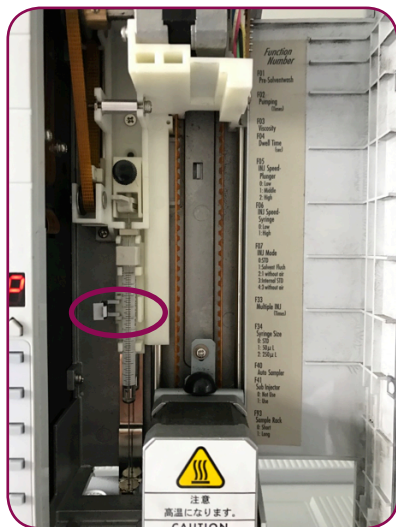


Figura 11. Unidad de inyección del émbolo.

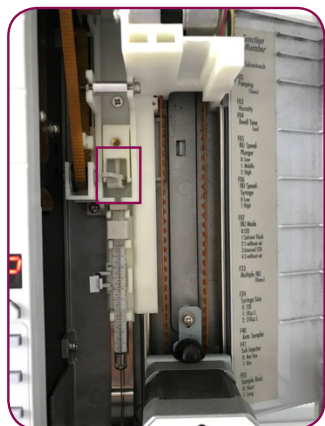


Fuente. Elaboración propia.

E. Libere el sujetador del émbolo.

F. Retire la jeringa. Teniendo cuidado de no doblar la punta de la aguja.

**Figura 12.** Adaptador del émbolo.



**Fuente.** Elaboración propia.

**Figura 13.** Cambio de jeringa.



G. Lave la jeringa con el solvente adecuado.

H. Instale nuevamente la jeringa en el autoinyector.

**Figura 14.** Limpieza de la jeringa.



**Fuente.** Elaboración propia.

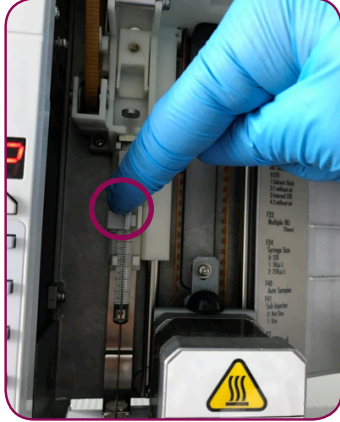
**Figura 15.** Instalación de la jeringa.



I. Ajuste el seguro del cuerpo de la jeringa.

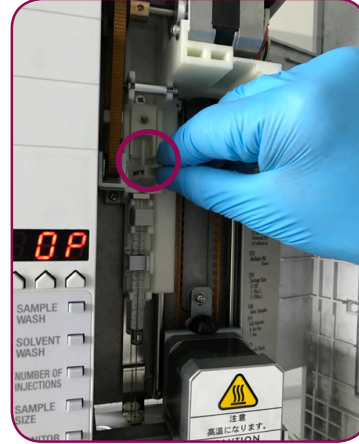
J. Ajuste el sujetador del émbolo.

Figura 16. Cuerpo de la jeringa.



Fuente. Elaboración propia.

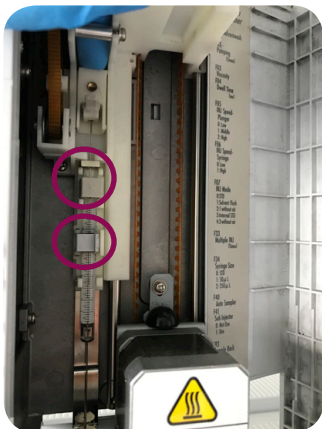
Figura 17. Adaptación del émbolo.



K. Verifique que la jeringa tenga los seguros y el émbolo se encuentre en la posición correcta.

L. Baje el sujetador del émbolo hasta que la punta de este se encuentre en el límite inferior de la jeringa, asegure el tornillo negro.

Figura 18. Posición de los seguros.



Fuente. Elaboración propia.

Figura 19. Seguro de la jeringa.



M. Cierre la puerta y oprima el botón Reset para que el autoinyector inicie.

**Figura 20.** Botón reset.



**Fuente.** Elaboración propia.

## 1.3 Operación básica del software para el encendido

El encendido del instrumento se realiza desde el software GCMSsolution. Para encender el equipo es necesario seguir el procedimiento que se indica a continuación.

### 1.3.1 Encendido del sistema GCMS

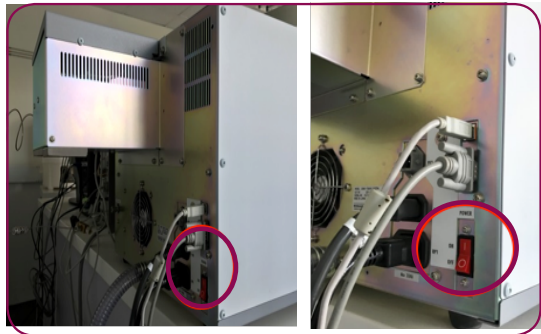
Encienda los dispositivos periféricos o accesorios conectados al sistema antes de iniciar el sistema GCMS. Suministre los gases de operación del instrumento a las presiones adecuadas.

- A. Encienda el interruptor principal del GC.
- B. Encienda el interruptor del MS.

**Figura 21.** Interruptor principal.



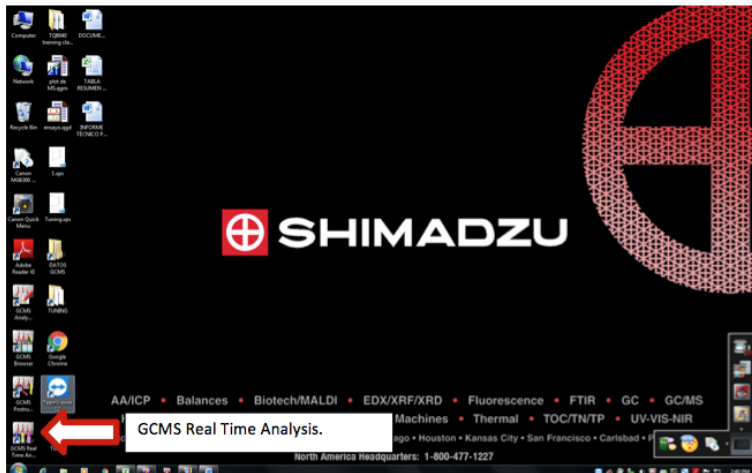
**Figura 22.** Interruptor del MS.



**Fuente.** Elaboración propia.

- C. Dé doble clic en el ícono de GCMS Real Time Analysis. El programa debe iniciar.

**Figura 23.** Ícono Real Time Analysis.



**Fuente.** Elaboración propia.

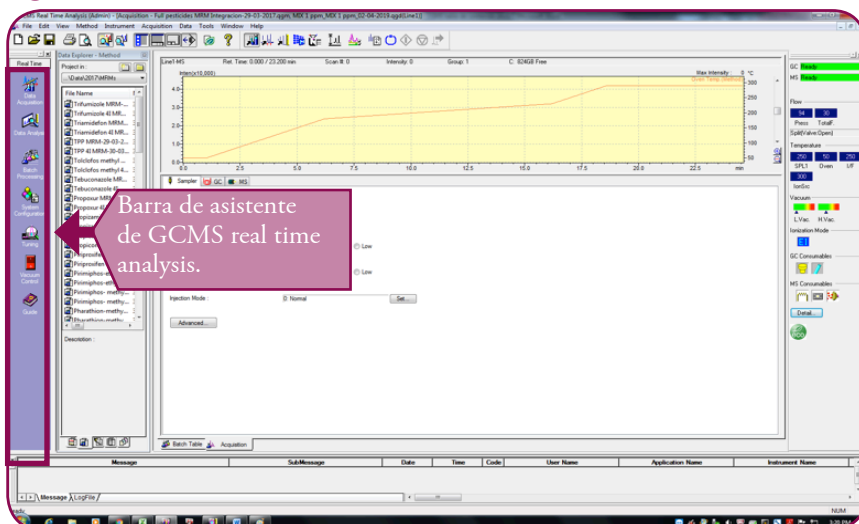
- D. Dé clic en OK.

### 1.3.2 Inicio del sistema de vacío del espectrómetro de masas.

Ingresar al ambiente GCMS Real Time Analysis, ir al ícono Vacuum control que está en la barra de asistente.

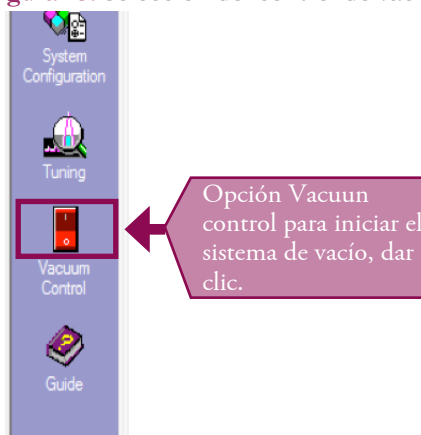
A. En la barra de asistente, ubicar el icono de Vacuum control.

Figura 24. Barra de asistente ambiente real time.



Fuente. Elaboración propia.

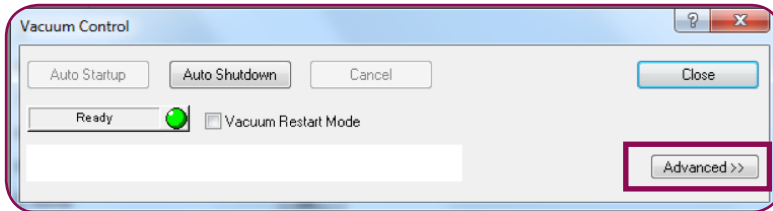
Figura 25. Selección del control de vacío.



Fuente. Elaboración propia.

B. Seleccione la opción Advanced.

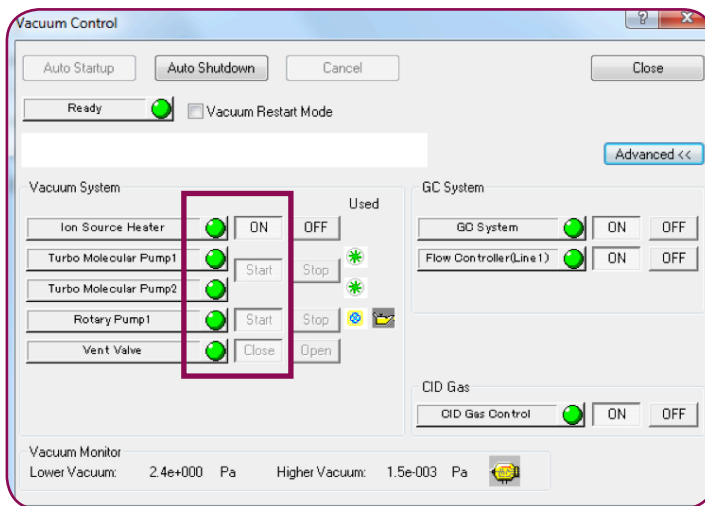
**Figura 26.** Selección de la opción avanzado.



**Fuente.** Elaboración propia.

C. Inicie el sistema en orden de abajo hacia arriba en el encendido.

**Figura 27.** Sistema de encendido del GC.

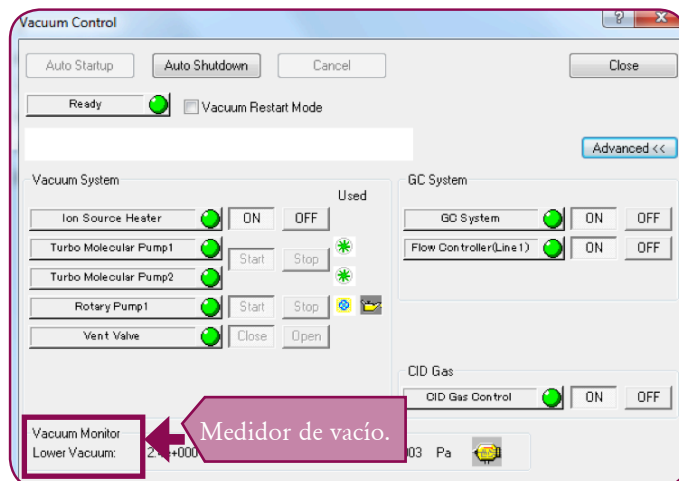


**Fuente.** Elaboración propia.

La opción Vent Valve debe estar cerrada, al darle clic a la opción Rotary Pump1 se debe iniciar el sistema de vacío y se debe escuchar el encendido de la bomba rotatoria que está ubicada atrás del equipo.

D. Una vez el indicador de vacío esté en un valor menor  $9.0e+000$  Pa, se puede iniciar la bomba turbo molecular.

Figura 28. Sistema de indicador de vacío.

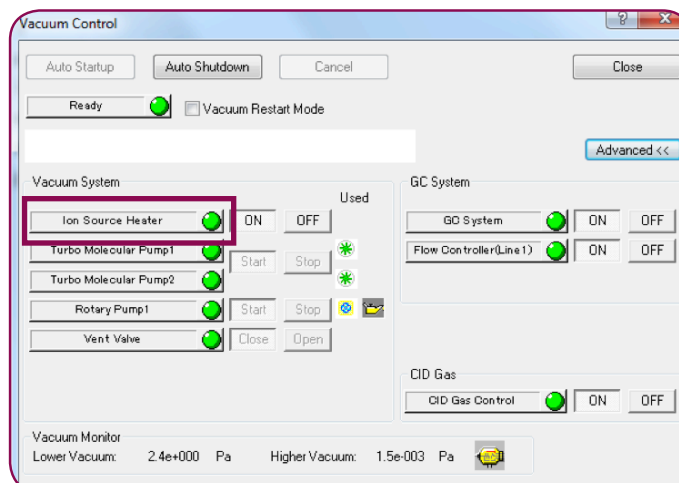


\*Si el equipo ha permanecido largo tiempo apagado, se recomienda dejar en vacío entre 12 y 24 horas.

**Fuente.** Elaboración propia.

E. Encienda la opción de Ion Source Heater.

Figura 29. Encendido de la fuente de iones.



**Fuente.** Elaboración propia.

F. Después de una hora, realice una verificación de vacío en el sistema.

### 1.3.3 Verificación de estado del puerto de inyección del GC

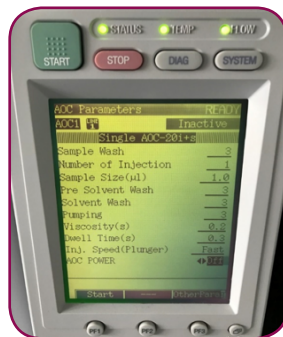
Antes de realizar la conexión de la columna, se recomienda realizar una revisión al puerto de inyección, y en general al estado de los consumibles septum y liner del puerto de inyección. De acuerdo a las recomendaciones generales, los contadores de estos consumibles tienen los siguientes límites que pueden variar dependiendo del tipo de muestras que se estén analizando.

- Septum: se recomienda cambiar cada 200 inyecciones aproximadamente.
- Liner: se recomienda cambiar cada 500 inyecciones.

Para reemplazar, se debe garantizar que todas las piezas están frías (por debajo de 50 °C) y no debe tener presión en el puerto de inyección. El procedimiento para realizar la verificación en el puerto de inyección es el siguiente.

A. Retire el autoinyector AOC20i. Si el inyector está encendido, es necesario apagarlo. Desde la pantalla frontal del GC, oprimir la tecla Option y en la opción AOC power, con las teclas poner la opción OFF y oprimir la tecla Enter. El autoinyector debe apagarse.

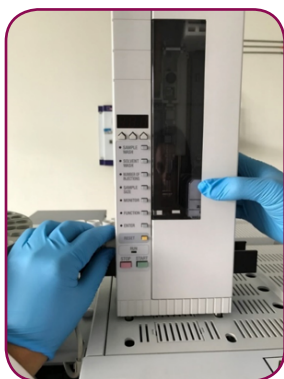
**Figura 30.** Pantalla frontal.



**Fuente.** Elaboración propia.

- B. Con el autoinyector apagado, desconecte el cable de alimentación a la parte izquierda del módulo.
- C. Levante el módulo de manera vertical evitando que se dañen los pines que lo soportan.

**Figura 31.** Desconexión cable de alimentación.



**Figura 32.** Extracción del módulo de inyección.



**Fuente.** Elaboración propia.

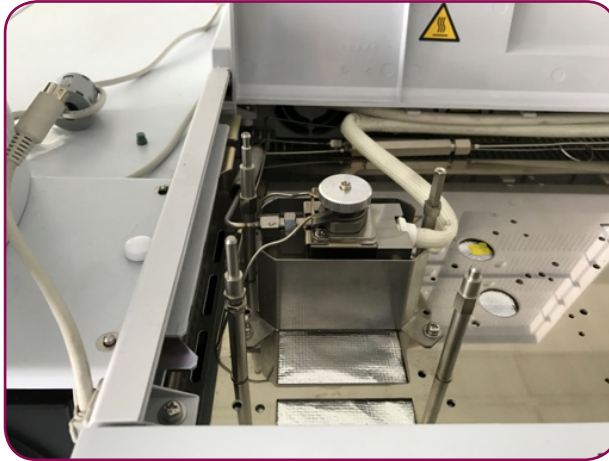
- D. Levante el módulo de manera vertical evitando que se dañen los pines que lo soportan.

**Figura 33.** Ubicación de la tapa superior del inyector.



**Fuente.** Elaboración propia.

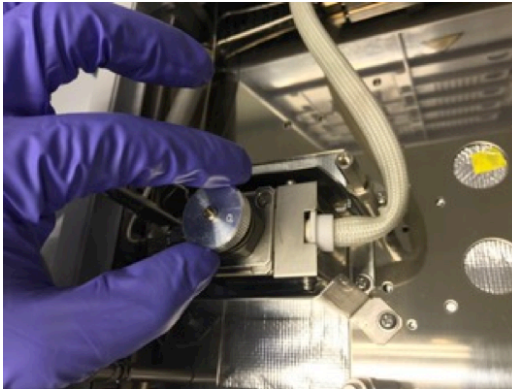
**Figura 34.** Ubicación del puerto de inyección.



**Fuente.** Elaboración propia.

E. Con guantes limpios, desatornille suavemente la tuerca del puerto de inyección.

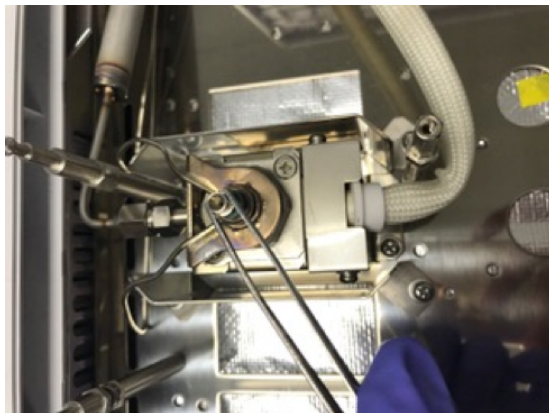
**Figura 35.** Desenroscamiento de la tuerca del puerto de inyección.



**Fuente.** Elaboración propia.

F. Retire la guía de la aguja con unas pinzas.

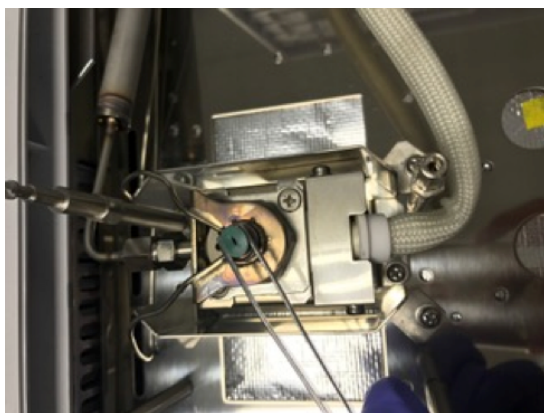
**Figura 36.** Extracción de la guía de la aguja.



**Fuente.** Elaboración propia.

G. Retire el septum con unas pinzas. Si se va a reemplazar con uno nuevo evitar presionarlo demasiado para no deformarlo.

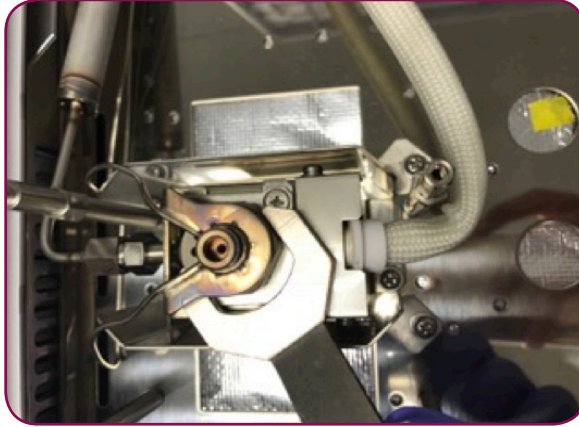
**Figura 37.** Extracción del séptum.



**Fuente.** Elaboración propia.

H. Con la llave especial para el puerto de inyección (llave de 22 mm) desatornille la tuerca de dicho puerto.

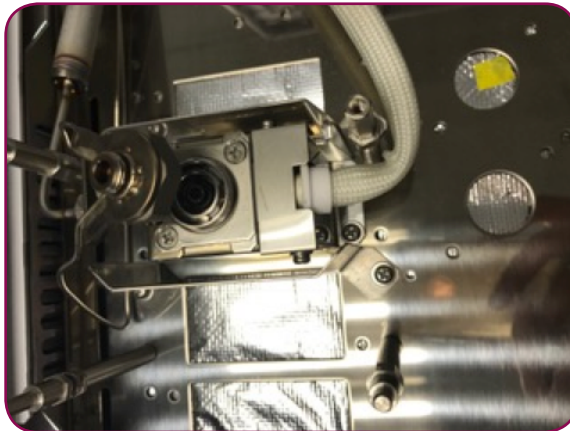
**Figura 38.** Desenroscamiento de la tuerca del puerto de inyección.



**Fuente.** Elaboración propia.

- I. Se tiene acceso al puerto de inyección. Con unas pinzas retire el liner y el o-ring.

**Figura 39.** Extracción del Liner.

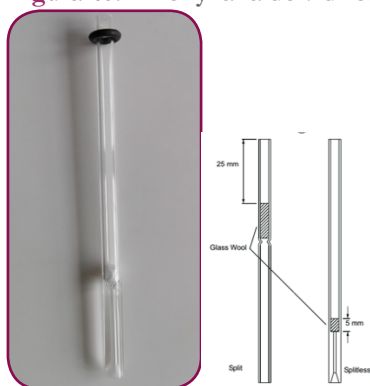


**Fuente.** Elaboración propia.

- J. Reemplace el liner y verifique que sea el adecuado de acuerdo a la aplicación. Igualmente, verificar el estado de la lana de vidrio y reemplazarla si es necesario.

- K. Ponga las piezas nuevamente en su lugar. No ajuste demasiado las tuercas del puerto de inyección para evitar dañar la jeringa del autoinyector.
- L. Con el inyector nuevamente en su lugar, oprimir la tecla Option en el teclado del cromatógrafo. En la opción AOC POWER cambiar con las flechas a ON y oprimir Enter.

**Figura 40.** Liner y lana de vidrio.



**Fuente.** Elaboración propia.

**Figura 41.** Teclado frontal.



- M. El autoinyector debe realizar un proceso de inicialización y debe conectarse normalmente.

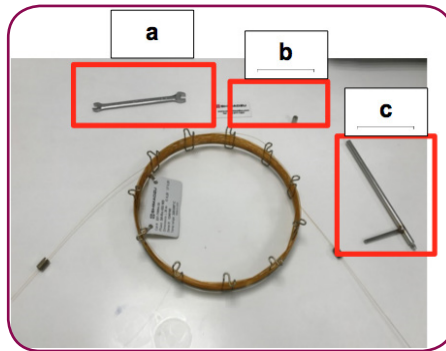
## 1.4 Acondicionamiento e instalación de la columna

El procedimiento para realizar el acondicionamiento es el siguiente:

- A. En la caja de herramientas del equipo encuentra las herramientas necesarias para la instalación o cambio de la columna.

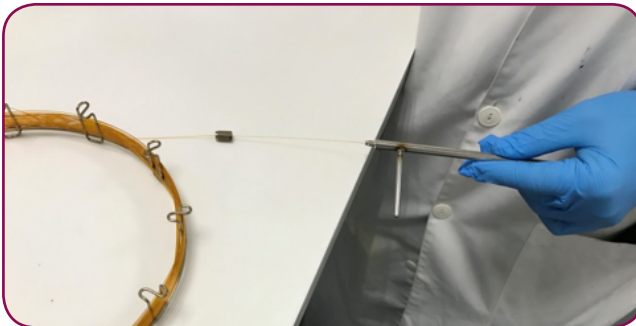
**B. Ubique:**

- a. Llave boca fija.
- b. Cortador cerámico.
- c. JIG con la distancia al detector.

**Figura 42.** Caja de herramientas para el CGMSQqQMs/Ms.**Figura 43.** Herramientas para la instalación.

**Fuente.** Elaboración propia.

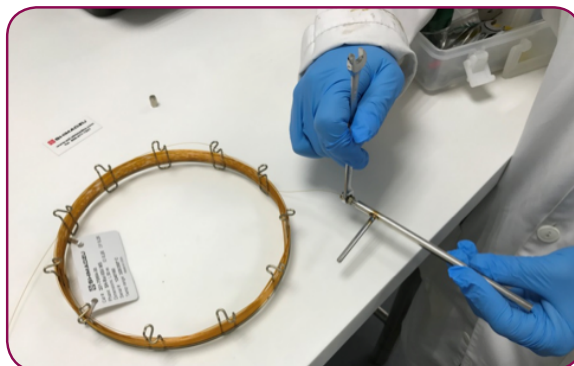
- C. Introduzca una férula Vespel y una tuerca, luego ajuste la tuerca con el medidor de columna JIG respectivamente en cada una de las 2 puntas de la columna: una punta para el detector y la otra para el puerto de inyección.

**Figura 44.** Fijación de la férula y medidor.

**Fuente.** Elaboración propia.

D. Ajuste las tuercas con suavidad hasta que la férula quede fija en la columna.

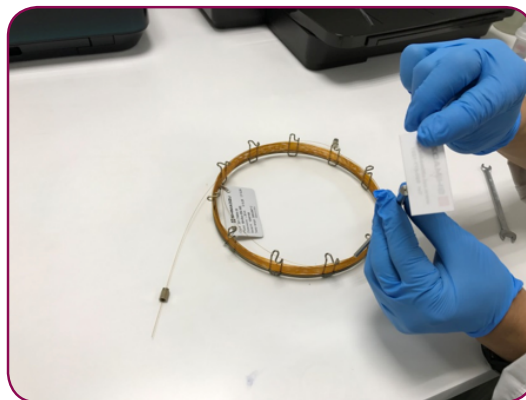
**Figura 45.** Ajuste de la férula en la columna.



**Fuente.** Elaboración propia.

E. Corte el sobrante de columna con el cortador cerámico, teniendo en cuenta que el corte debe quedar horizontal.

**Figura 46.** Corte de la columna.

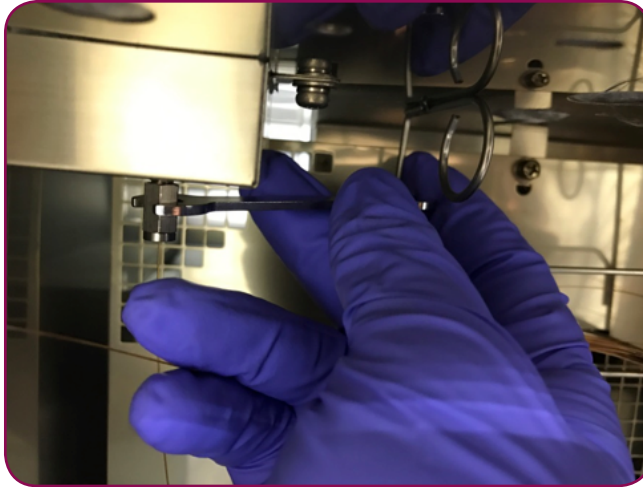


**Fuente.** Elaboración propia.

F. Luego, retire el medidor de columna JIG, limpie las puntas de la columna con acetona o metanol.

G. Conectar la columna al puerto de inyección y ajustarla.

**Figura 47.** Conexión de la columna al puerto de inyección.

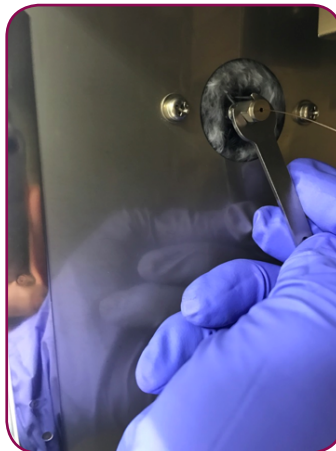


**Fuente.** Elaboración propia.

H. Programe un método de acondicionamiento de la columna, con el fin de eliminar los contaminantes. Se recomienda un programa de acondicionamiento, teniendo en cuenta de no exceder el límite de temperatura que soporta la columna.

I. Conectar la columna al detector de masas.

**Figura 48.** Conexión de la columna al detector de masas.

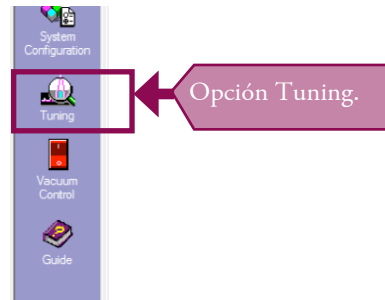


**Fuente.** Elaboración propia.

## 1.5 Verificación del tuning inicial de las condiciones del espectrómetro de masas

Figura 49. Opción Tuning.

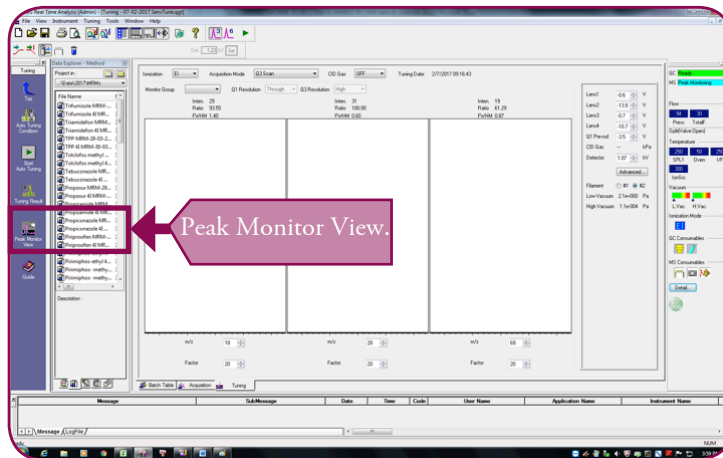
- A. Las condiciones de vacío deben estar óptimas para realizar la verificación de fugas del sistema, en la barra de asiste, ir a la Opcion Tuning.



Fuente. Elaboración propia.

- B. Se abre un ambiente llamado Peak Monitor View.

Figura 50. Opción peak monitor view.

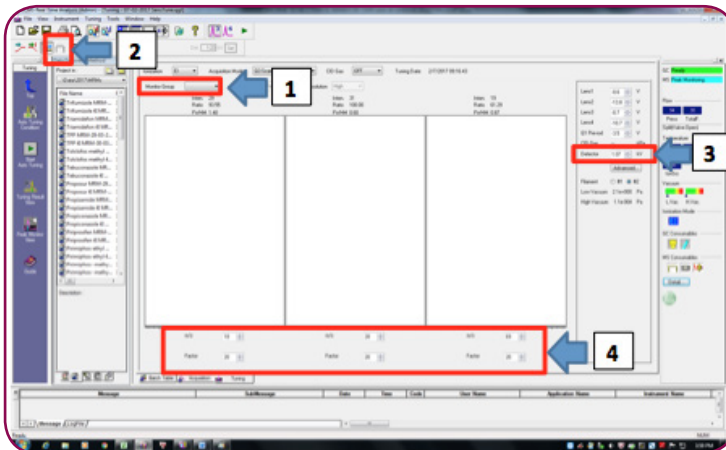


Fuente. Elaboración propia.

- C. Los 3 cuadros que aparecen en la pantalla, permiten monitorear la intensidad de los iones seleccionados. Observe los íconos de abajo.

- Ícono 1: Monitor Group permite evaluar los iones representativos de agua, aire o PFTBA.
- Ícono 2: Es la opción para encendido/apagado del filamento seleccionado.
- Ícono 3: voltaje del detector, este se puede cambiar gradualmente manipulando las flechas arriba/abajo.
- Ícono 4: muestra la relación masa/carga ( $m/z$ ) de los iones seleccionados, y un factor de amplificación.

Figura 51. Monitoreo de los iones seleccionados.



Fuente. Elaboración propia.

Evaluar la intensidad de  $m/z=18$  y  $m/z=28$ , se espera que la intensidad del pico 28 sea el doble del pico de 18, si la intensidad del pico 18 es mayor, se recomienda dejar el equipo realizando vacío por más tiempo y poner una temperatura más alta en el calentador de la fuente de ionización.

Si se cumplen las condiciones de relación de intensidades  $m/z$ , se realiza el Autotuning. Es recomendable la verificación de Tuning periódicamente (1 vez al mes).

## 1.5.1 Autotuning

- A. Para la ejecución del Autotuning, diríjase al botón Tuning que está en la barra de asistente de tareas.
- B. Dé clic en el ícono Peak Monitor View de la barra de asistente de Tuning.

Figura 52. Opción tuning.

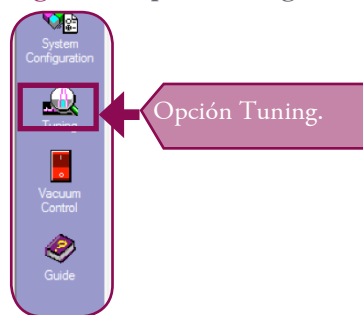
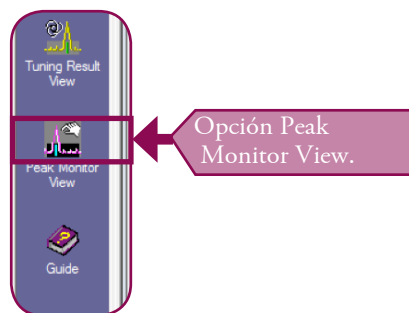


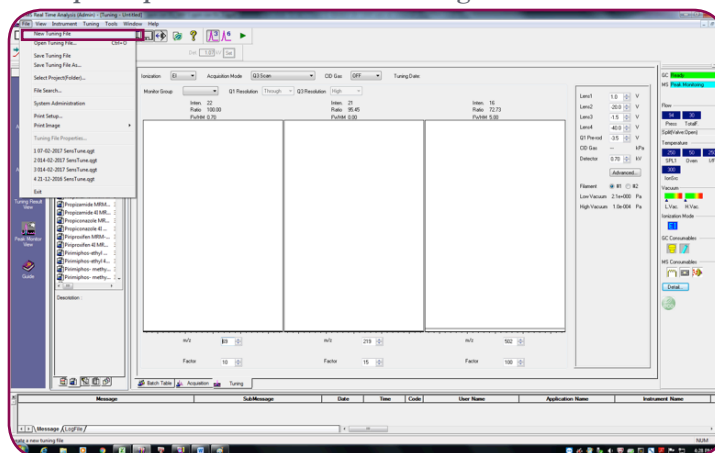
Figura 53. Opción para monitoreo de picos.



Fuente. Elaboración propia.

- C. Seleccionar en el menú file la opción New Tuning Five.

Figura 54. Opción para la realización del tuning.



Fuente. Elaboración propia.

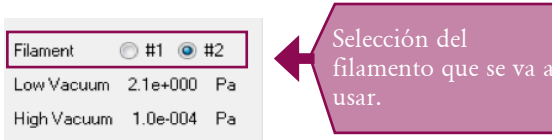
D. Seleccionar las condiciones para realizar el Tuning y el filamento que se va a usar.

E. Clic en la opción Start Auto Tuning de la barra de asistente de Tuning. El Tuning inicia.

**Figura 55.** Verificación de condiciones para la realización del tuning



**Figura 56.** Opción inicio del tuning.



**Fuente.** Elaboración propia.

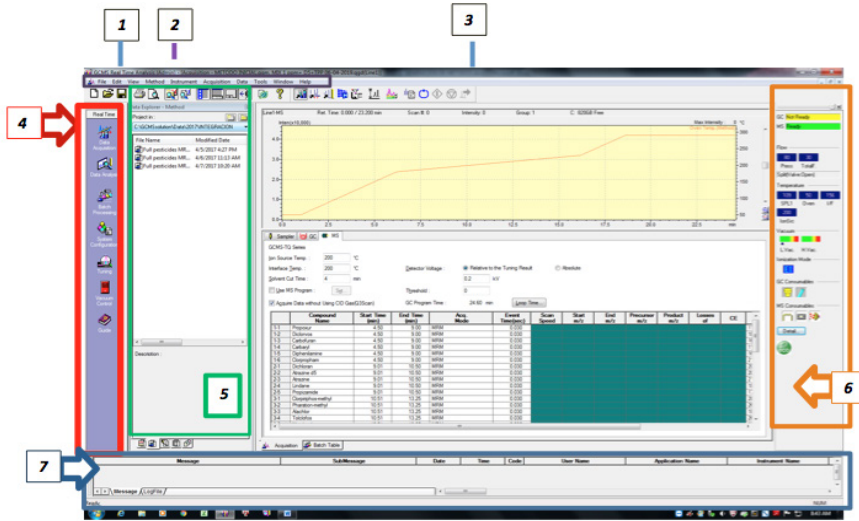
F. Una vez termine el procedimiento de Tuning, guardar el archivo .gct y generar el reporte de Tuning.

- Se recomienda realizar el Tuning periódicamente, para mantener siempre las mismas condiciones de sensibilidad y garantizar la calibración de masas en el instrumento. Una periodicidad adecuada es de un mes aproximadamente.



- B. Dé clic en OK, con el usuario de administrador y sin contraseña.
- C. Se inicia el ambiente Real Time Analysis. En este ambiente se observan las siguientes partes.

**Figura 58.** Descripción ambiente GCMS real time



**Fuente.** Elaboración propia.

- A. Barra de título. Nombre del programa, proceso y archivo que está siendo ejecutado actualmente.
- B. Barra de menú. Comandos de ciertas funciones dependiendo de la ventana en que se esté trabajando.
- C. Barra de herramientas. Menú de herramientas de ciertas funciones dependiendo de la ventana en que se esté trabajando.
- D. Barra de asistente. Serie de íconos ordenados en el orden típico de operación en secuencia. Las funciones dependen de la ventana en la que se esté trabajando.

- E. Explorador de datos. Es una herramienta para ubicar rápidamente los tipos de archivos que se generan en el instrumento. Cuenta con un filtro de tipo de archivo en la parte inferior, para discriminar datos, secuencias, reportes o archivos de métodos.
- F. Monitor del instrumento. Muestra los parámetros del instrumento analítico en tiempo real.
- G. Ventana de salida. Muestra las operaciones que se han llevado al equipo y las tareas que se han ejecutado en la sesión activa.

**Para la creación de un método nuevo el procedimiento es el siguiente:**

- A. En la barra de asistente, seleccionar la opción Data acquisition en la barra de asistente del ambiente Real Time Analysis.

**Figura 59.** Opción data acquisition.



**Fuente.** Elaboración propia.

Figura 60. Creación de un nuevo método.

Opción para la creación de un Nuevo Método.

Compound Name	Start Time (min)	End Time (min)	MRM
1-1 Propouur	4.50	9.00	MRM
1-2 Dichloros	4.50	9.00	MRM
1-3 Carbuban	4.50	9.00	MRM
1-4 Carbaryl	4.50	9.00	MRM
1-5 Dphenlamine	4.50	9.00	MRM
1-6 Cosopham	4.50	9.00	MRM
2-1 Dichloran	9.01	10.50	MRM
2-2 Aiazine d5	9.01	10.50	MRM
2-3 Aiazine	9.01	10.50	MRM
2-4 Lindane	9.01	10.50	MRM
2-5 Propozamide	9.01	10.50	MRM
3-1 Cosopphos-methyl	10.51	13.25	MRM
3-2 Pharston-methyl	10.51	13.25	MRM
3-3 Alachlor	10.51	13.25	MRM
3-4 Tolofos	10.51	13.25	MRM
3-5 Metalaxyl	10.51	13.25	MRM
3-6 Pimphos-methyl	10.51	13.25	MRM
3-7 Fenitrothion	10.51	13.25	MRM
3-8 Malathion	10.51	13.25	MRM
3-9 Clopiphos	10.51	13.25	MRM
3-10 Feniton	10.51	13.25	MRM
3-11 Transpofon	10.51	13.25	MRM
3-12 Pimphos-ethyl	10.51	13.25	MRM
4-1 Pemconazole	13.26	15.25	MRM
4-2 Tefumazole	13.26	15.25	MRM
4-3 Methidathion	13.26	15.25	MRM

Fuente. Elaboración propia.

- B. Genera un nuevo método, este tiene los parámetros establecidos por el programa, dependiendo las necesidades de cada análisis se deben ajustar estos parámetros.
- C. Parámetros de adquisición del autoinyector, del cromatógrafo de gases y el espectrómetro de masas se ajustan de acuerdo al tipo de análisis que se vaya a realizar. A continuación se explica cada uno en detalle.

## 2.2 Verificación de parámetros del autoinyector automático

- A. En la pestaña Sampler se encuentran los parámetros del autoinyector, estos se modifican de acuerdo al análisis y tipo de muestra que se va a realizar. Se recomienda tener en cuenta las polaridades y la miscibilidad de los solventes para el análisis.

Tenga en cuenta el número de Rinses que se realiza.

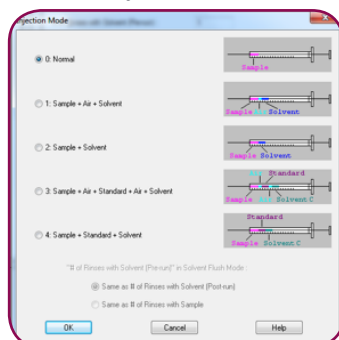
Figura 61. Verificación de parámetros del auto inyector.



Fuente. Elaboración propia.

- B. Al darle clic en Set, se despliega el menú que se muestra a continuación, este se usa en caso de hacer inyecciones de las características que muestra la pestaña.

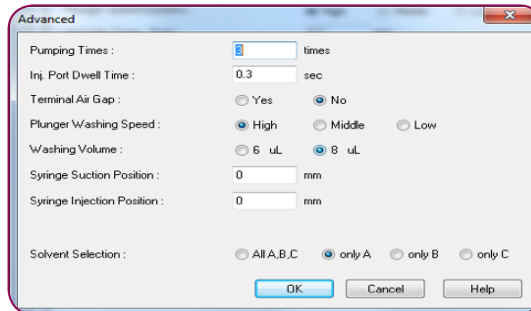
Figura 62. Parámetros de inyección.



Fuente. Elaboración propia

C. Al darle clic en Advanced, se despliega el menú que se muestra a continuación, este cuadro permite modificar las opciones que se muestran en el cuadro para las inyecciones de las muestras.

Figura 63. Modificación inyecciones.

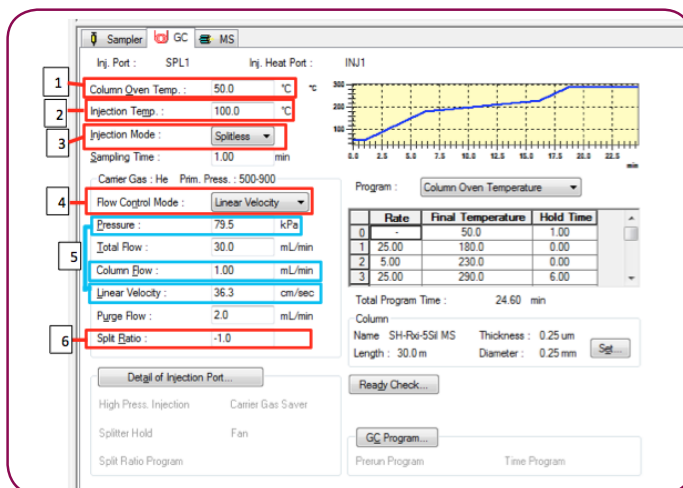


Fuente. Elaboración propia.

## 2.3 Verificación de parámetros del cromatógrafo de gases

En la pestaña GC, se programan las condiciones de análisis para el cromatógrafo de gases.

Figura 64. Verificación de las condiciones iniciales.



Fuente. Elaboración propia.

- A. Permite ingresar la temperatura inicial de la columna en el método. Generalmente es una temperatura entre 40-100 °C.
- B. Permite ingresar la temperatura del puerto de inyección, teniendo en cuenta los puntos de ebullición de los compuestos a analizar.
- C. Seleccionar el modo de inyección Split o Splitless. El modo Split se selecciona cuando la concentración de los analitos es alta (generalmente mayor a 10 ng/uL) y Splitless se selecciona cuando la concentración de analitos de interés es baja (menor a 10 ng/uL).
- D. Seleccionar el modo para controlar el flujo:
- En modo Pressure, cuando se quiere ajustar el método a presión constante.
  - El modo Linear Velocity, mantiene una velocidad lineal constante del gas Carrier, si no se dispone de información, se recomienda el método con velocidad lineal constante.
- E. Permite ajustar parámetros de presión en el puerto de inyección, flujo en la columna o velocidad lineal, esto depende del método que se esté trabajando. Si no se dispone de información, se recomienda ajustar una presión que permita un flujo de 1 mL/min en la columna, que es un flujo recomendado para columnas capilares. La siguiente tabla es una guía para con las presiones típicas en el puerto de inyección de columnas capilares.

**Tabla 1.** Presiones y columnas capilares.

Columna capilar (i.d 0.25 mm) Middle bore capillary column		Columna capilar (i.d 0.32 mm) Semi-wide bore capillary column	
30 m	60 m	30 m	60 m
75 to 150 kPa	100 to 250 kPa	30 to 50 kPa	50 to 100 kPa

**Fuente.** Elaboración propia.

- F. Permite programar la relación de Split, relacionada con la cantidad de muestra que se va a ingresar a la columna y la cantidad que se retira.

## 2.4 Verificación de parámetros del espectrómetro de masas

En la pestaña MS, se programan las condiciones de análisis para el espectrómetro de masas

Figura 65. Verificación de las condiciones del espectrómetro de masas.

Compound Name	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Inlet (sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z
1-1 Propofol	4.50	9.00	MRM	0.030			
1-2 Diclonofo	4.50	9.00	MRM	0.030			
1-3 Carbofuran	4.50	9.00	MRM	0.030			

Fuente. Elaboración propia.

- A. Permite ingresar la temperatura de la fuente de ionización (200-300 °C).
- B. Permite ingresar la temperatura de la interfase (200-300 °C).
- C. Permite ingresar el tiempo inicial Start time y tiempo final End time del análisis. Es importante tener en cuenta el tiempo de elución del pico del solvente.
- D. Permite ajustar el voltaje del detector, está la opción Relative to the tuning result el programa toma el resultado del último Tuning realizado, y la opción Absolute permite ingresar este valor manualmente. Se recomienda realizar el Tuning periódicamente (1 vez al mes) y realizar los análisis con el último Tuning realizado.

- E. Permite ingresar el valor de tiempo que debe ser menor al tiempo de inicio de los eventos de análisis. A partir de este tiempo programado el filamento se enciende, pero no hay adquisición de datos.
  
- F. Permite seleccionar el modo de adquisición Scan, SIM, MRM. Dependiendo del modo de adquisición seleccionado se habilitan celdas para modificar el rango de  $m/z$  que se va a analizar en modo Scan, o el canal  $m/z$  que se va a monitorear en los modos SIM y MRM. En el modo MRM hay que tener en cuenta la energía de colisión.
  
- G. Permite ingresar el rango de  $m/z$  que se va a analizar, Start  $m/Z$  es el límite inferior y End  $m/z$  es el límite superior.



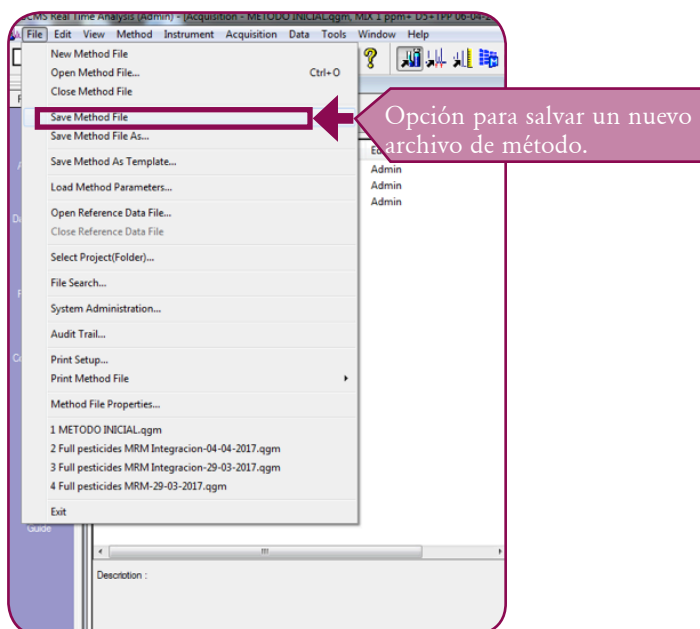
# Generación de métodos

# 3.

Una vez se han definido los parámetros de adquisición del método, se recomienda guardar los métodos establecidos Save Method File.

A. Se organiza por carpetas de acuerdo al análisis y la fecha realizada.

Figura 66. Opción de guardar el método.

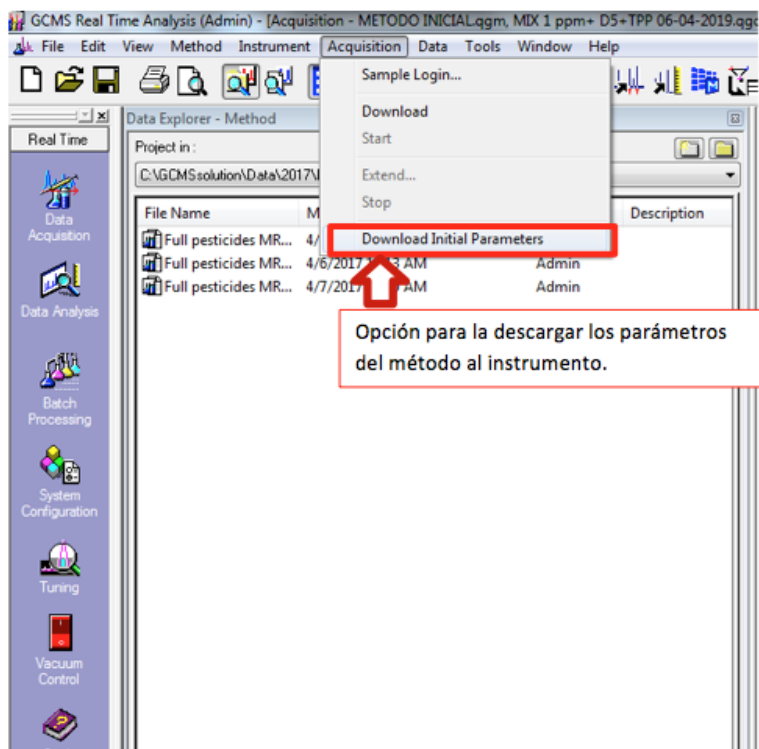


Fuente. Elaboración propia.

\*Una vez el método está guardado, se transfieren los parámetros al cromatógrafo para el análisis.

- B. En la pestaña Acquisition de la barra de menú y la opción Download Initial Parameters, este descarga los parámetros al sistema.

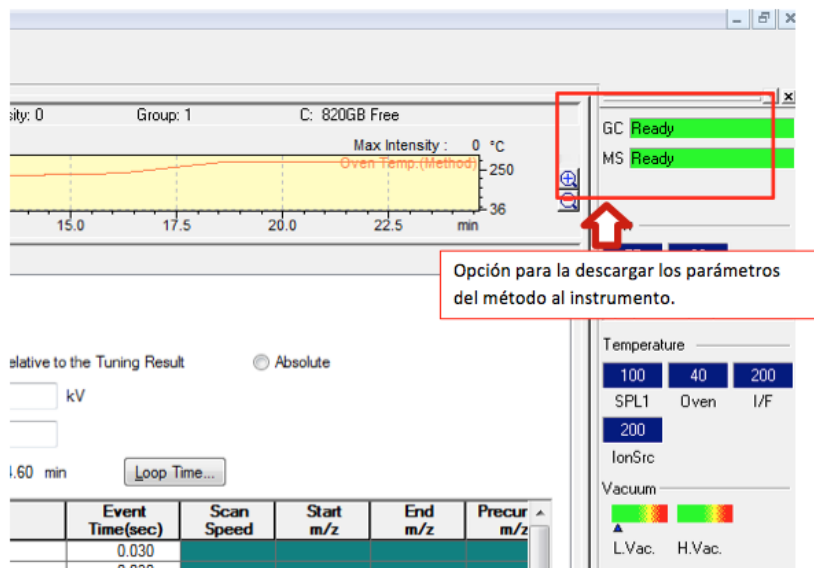
Figura 67. Descarga de parámetros del sistema.



Fuente. Elaboración propia.

- C. Cuando se alcanzan las condiciones programadas en el método, el indicador del monitor del instrumento muestra el mensaje de Ready en una barra color verde, lo que indica que el equipo está listo para realizar el análisis.

Figura 68. Indicador del equipo para el uso.



Fuente. Elaboración propia.



# Verificación de parámetros iniciales en el encendido del equipo

# 4.

**A**ntes de realizar inyecciones, verifique los siguientes parámetros:

- Posiciones de viales en el automuestreador.
- Posiciones y nivel de solvente en los viales de lavado.
- Presión de los gases.
- El Tuning realizado con el archivo más reciente, se recomienda hacerlo en un periodo no mayor a 30 días.
- La ruta de archivos en el cual va a guardar sus análisis.

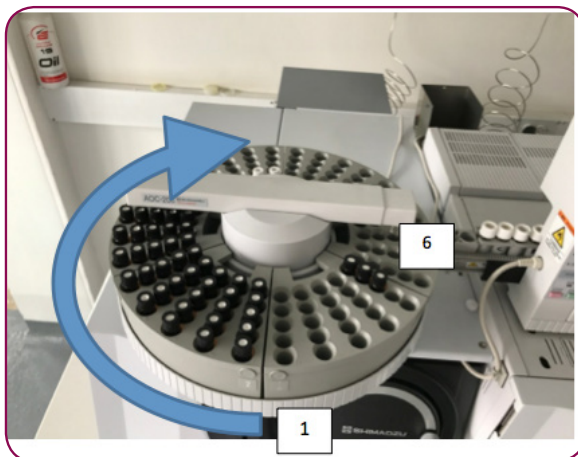
## 4.1 Automuestreador

El autoinyector del instrumento es el AOC 20i, el automuestreador es el AOC 20s, es un inyector de muestras líquidas con una jeringa de 10 uL, los viales estándar son de 1,5 mL.

El automuestreador tiene 6 racks (o tortas), cada uno tiene 25 posiciones para un total de 150 posiciones. Las tortas están numeradas de derecha a izquierda, siendo el número uno la que está frente al usuario.

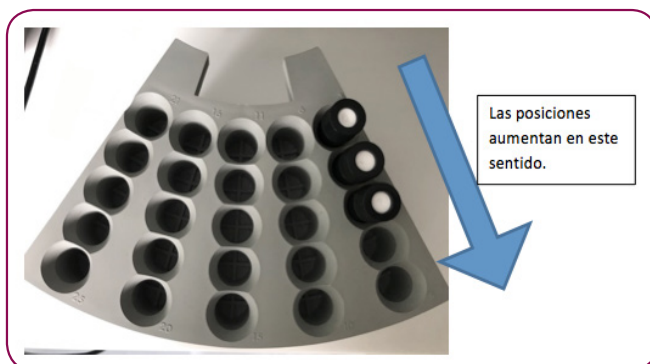
Las posiciones de los viales están numerados en intervalos de 5 posiciones, superior e inferior. Verifique que las posiciones de los viales que se van a analizar sean las correctas y programadas en el software. Figura 70. Numeración de las tortas.

Figura 69. Tortas del auto muestreador.



Fuente. Elaboración propia

Figura 70. Numeración de las tortas.



Fuente. Elaboración propia

## 4.2 Autoinyector

Los viales de lavado están numerados como A, B, C, siendo el C el que está a la izquierda frente al analista, y el A el que está a la derecha.

Verifique que el método de inyección tenga programado los viales de lavado y sean los solventes adecuados de acuerdo al tipo de muestras que se estén analizando.

Figura 71. Numeración de las tortas.



Fuente. Elaboración propia

## 4.3 Gases

Verifique que la presión primaria sea mayor a 600 KPa para el gas Carrier, y que sea mayor a 450 KPa para el gas Argón.

Figura 72. Verificación de la presión de los gases.



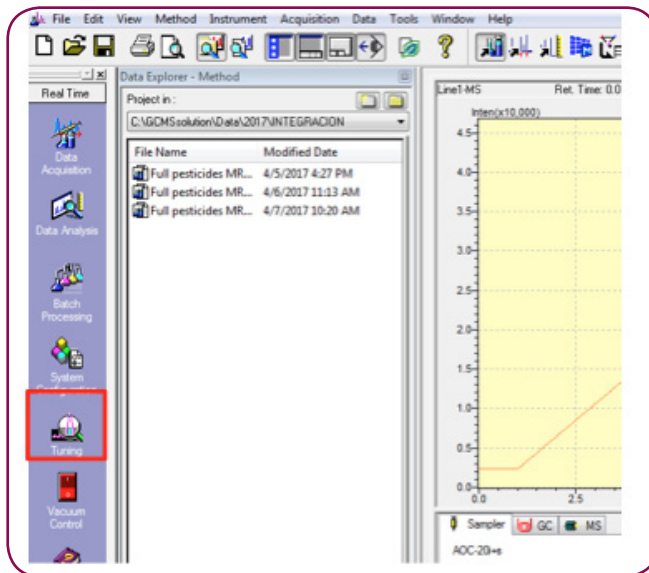
Fuente. Elaboración propia

## 4.4 Tuning

Verifique que se disponga de un archivo de Tuning reciente (menor a 30 días), si no se dispone del archivo reciente, se debe hacer el Tuning nuevamente. Para verificar si el Tuning realizado es reciente, siga los siguientes pasos:

- A. En el ambiente de Real Time en la barra de asistente de Tuning, diríjase al Tuning.

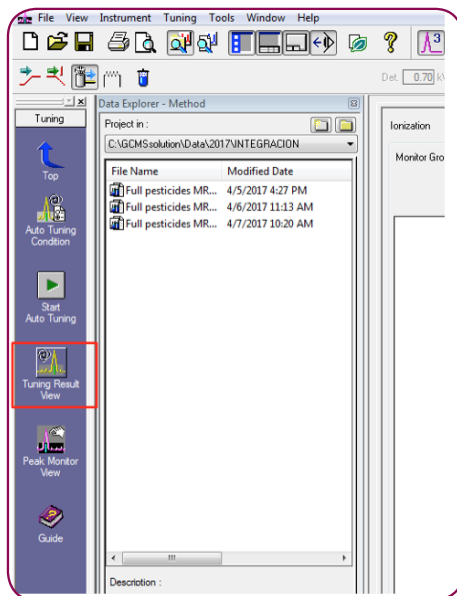
Figura 73. Verificación del tuning.



Fuente. Elaboración propia

- B. Vaya a Tunig Result View.

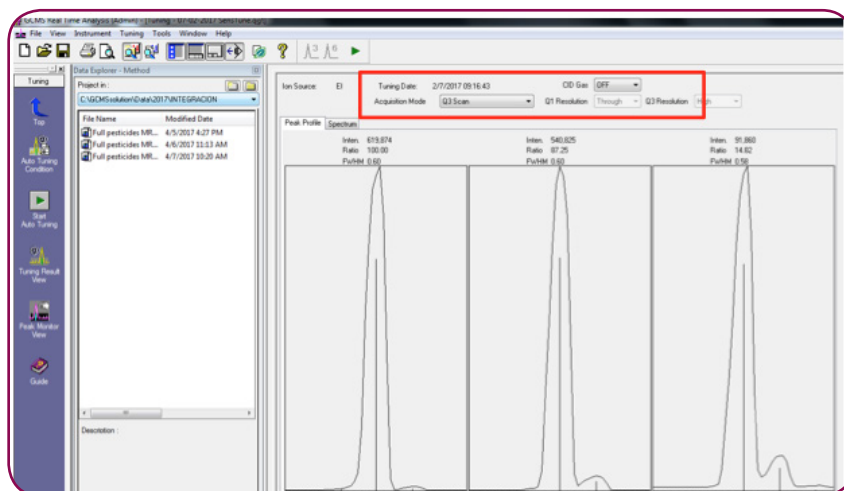
Figura 74. Opción del resultado del tuning.



Fuente. Elaboración propia

C. Verifique la fecha del Tuning.

Figura 75. Verificación de la fecha del tuning.

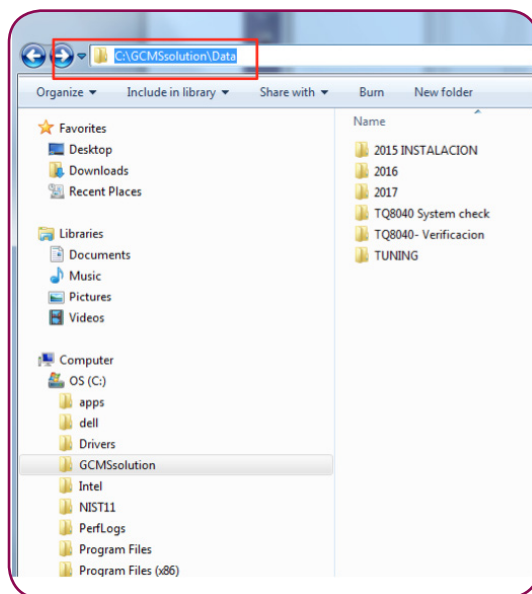


Fuente. Elaboración propia

#### D. Ruta de archivos

Tenga en cuenta que los archivos del software se guardan en una carpeta por año y por el nombre del proyecto, se recomienda que los análisis sean guardados con las fechas diarias en que se realicen las adquisiciones de los datos. En la siguiente figura se muestra la ruta para guardar los archivos:

**Figura 76.** Verificación de la ruta de archivos.



**Fuente.** Elaboración propia

La carpeta Tuning es la que almacena todos los archivos realizados, en esta se lleva el seguimiento de funcionamiento del instrumento.

# Creación de métodos de inyección

# 5.

Los parámetros de adquisición están en el método que se trabajó en la parte 2. Los datos se pueden adquirir mediante inyección sencilla o inyección en secuencia.

## 5.1 Programar una inyección sencilla

- En la barra de asistente del ambiente Real Time dé clic en la opción Sample Login.
- Se despliega una ventana en donde se debe ingresar la información solicitada.

Figura 77. Opción para inicio de sesión.

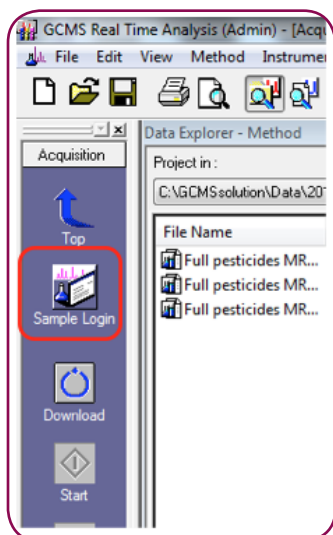
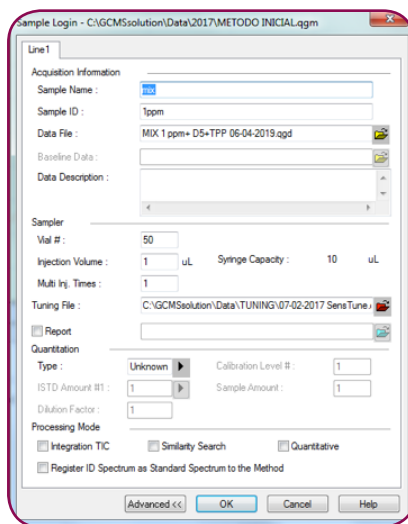


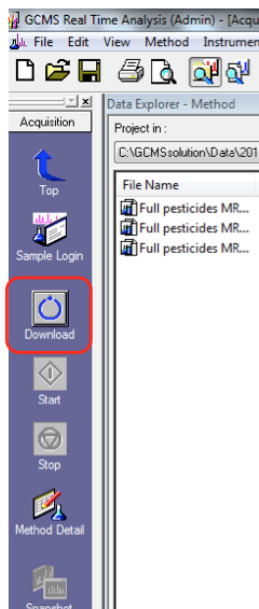
Figura 78. Información para la inyección.



Fuente. Elaboración propia.

- a. Ingresar el nombre del archivo y la ruta en que será almacenado.
  - b. Ingresar la posición del vial.
  - c. Ingresar el volumen de inyección.
  - d. Dé clic en OK.
- C. En la barra de asistente, dé clic en la opción Download, el sistema inicia la adquisición de los datos de acuerdo al método que se halla descargado.

**Figura 79.** Adquisición de datos del sistema.



**Fuente.** Elaboración propia.

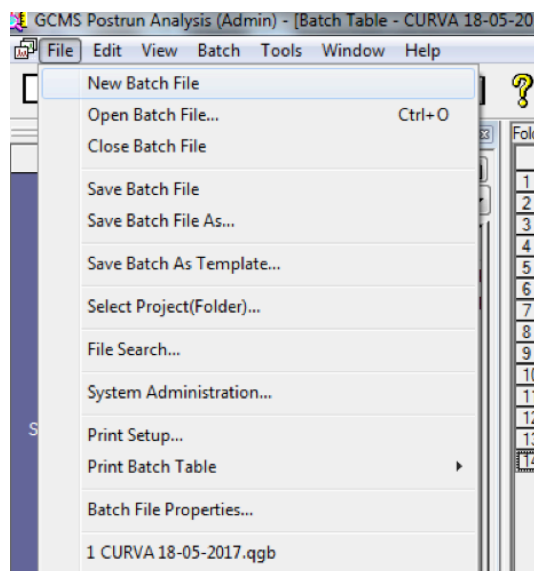
- D. STOP a la inyección sencilla.
- E. Extender el tiempo de adquisición.

## 5.2 Generar inyecciones en secuencia

Para crear una nueva secuencia en GCMS Postrum:

A. Seleccione New Batch File en el menú File.

**Figura 80.** Opción para un nuevo archivo.



**Fuente.** Elaboración propia.

B. Especifique el programa de análisis de lotes en la tabla de secuencias.

C. Los principales elementos que deben especificarse en la tabla de secuencias son los siguientes:

Figura 81. Elementos de la tabla de secuencias.

Folder: C:\GCMSolution\Data\2017\INTEGRACION

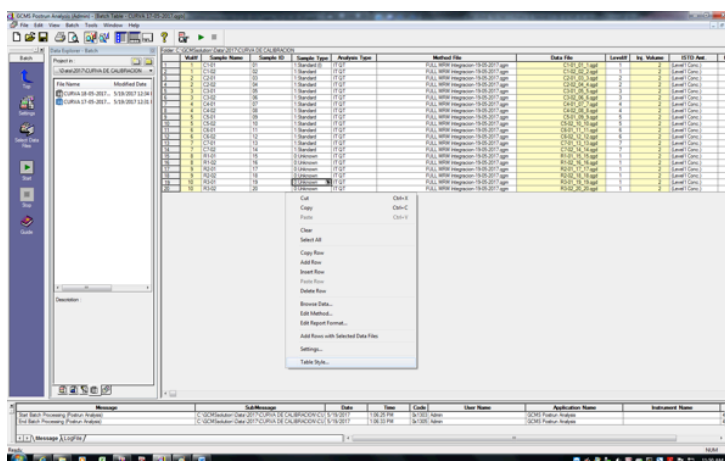
Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume	ISTD Amt	Report Output	Report File	Tuning File
1	Mix Topm 12-05-2017_001	0\Unknown	IT G	com-12-05-2017-002.gpm	Mix Topm 12-05-2017_001_1.qgd	1	1	Level1 Co	Print	Print	SeraTune.qst	
2	Mix Topm 12-05-2017_002	0\Unknown	IT G	com-12-05-2017-002.gpm	Mix Topm 12-05-2017_002_2.qgd	1	1	Level1 Co	Print	Print	SeraTune.qst	
3	Mix Topm 12-05-2017_003	0\Unknown	IT G	com-12-05-2017-002.gpm	Mix Topm 12-05-2017_003_3.qgd	1	1	Level1 Co	Print	Print	SeraTune.qst	

Fuente. Elaboración propia.

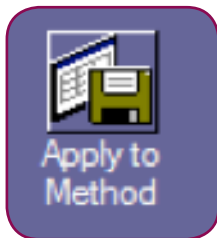
- **Vial#:** número de vial de la muestra que ha inyectado el automuestreador. Si no se está inyectando ninguna muestra, especifique "-1".
- **Sample name:** nombre que se le va a poner al archivo, servirá como identificación, puede ser editable.
- **Sample ID:** consecutivo que se puede asignar al nombre. Puede ser editable.
- **Tray Name:** número de bandeja de la muestra que ha inyectado el automuestreador. No es necesario especificar ningún valor si utiliza un automuestreador que no dispone de configuración de varias bandejas.
- **Inj. Volume:** volumen de inyección (unidad:  $\mu\text{L}$ ).
- **Sample Type:** se selecciona el tipo de muestra. Posteriormente la muestra Standard para crear la curva de calibración y Unknown para cuantificarla. En la primera muestra estándar para crear una curva de calibración, active Initialize Calibration Curve.

- **Analysis Type:** se especifica si desea realizar el procesamiento de análisis. IT significa realización de integración de picos y QT realización de cálculo cuantitativo.
  - **Method File:** se especifica el archivo de método que se va a utilizar para el análisis.
  - **Data File:** se asigne un nombre a los datos que desea guardar como resultados del análisis. Si se especifica el nombre de archivo sin una ruta de acceso, los datos se crearán en la carpeta de proyectos que se examina actualmente (como se ha especificado anteriormente).
  - **Level#:** número de nivel de calibración cuando utilice la muestra estándar.
4. Cuando los elementos necesarios no aparezcan en la tabla de lotes, haga clic con el botón derecho del ratón en dicha tabla y seleccione Table Style en el menú emergente. Agregue los elementos necesarios en Display Items.

Figura 82. Adición de elementos a la tabla de secuencias.



Fuente. Elaboración propia.



**Asigne un nombre a la tabla de lotes y guárdela.**

Haga clic en el botón Save de la barra de herramientas y guárdela con un nombre nuevo. Se guardará el contenido de la tabla de secuencias.



**Con la tabla de la secuencia abierta en "LC Real Time Analysis", haga clic en Batch Start, en la barra del asistente Batch.**

El análisis de lotes se llevará a cabo de uno en uno empezando por la primera línea.

- E. En una adquisición de datos continua por inyección de múltiples muestras, para realizarlo tenga en cuenta:
- En el ambiente CGMS-Real Time Analysis, ubique el ícono Batch Processing de la barra de asistente.
  - Se puede dar clic en la opción Wizard de la barra de asistente.

Figura 83. Opción para el nuevo procesamiento.

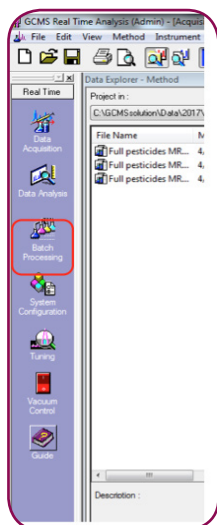
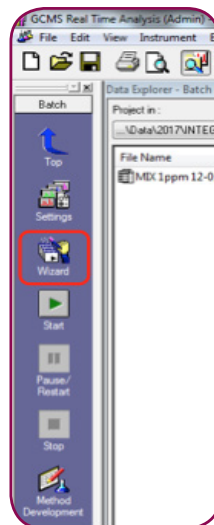


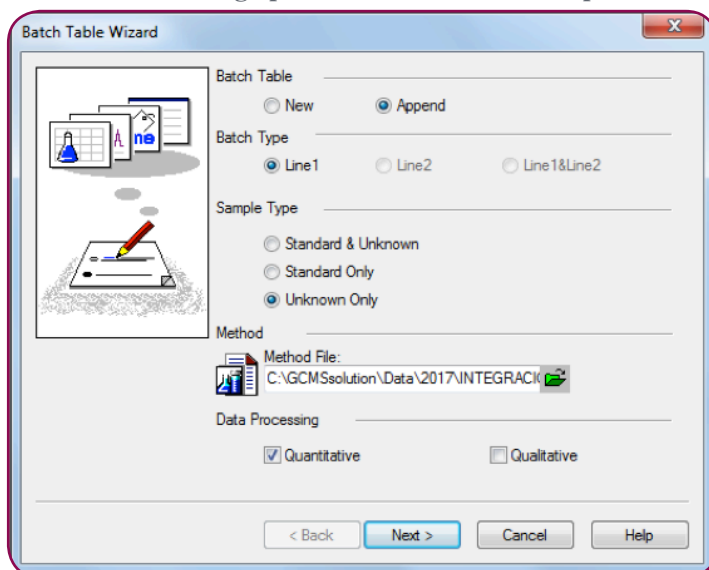
Figura 84. Opción wizard.



Fuente. Elaboración propia.

c. Al hacer clic sobre la opción, se genera un cuadro de diálogo.

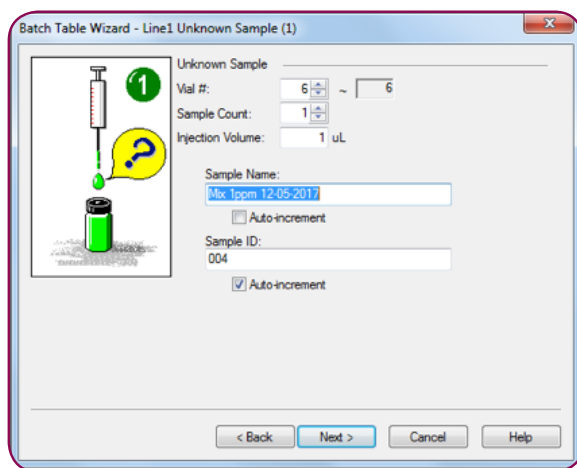
Figura 85. Cuadro de diálogo para acondicionamiento de parámetros.



Fuente. Elaboración propia.

- d. En este cuadro de diálogo, definimos si vamos a crear una secuencia nueva New o si vamos a adicionarla a la que está creada Append.
- El método que va a correr la secuencia se carga por defecto, es el último método cargado en el ambiente Real Time Analysis.
  - Se especifican los tipos de muestra que se van a analizar. Los viales de Standard son aquellos que van a generar una curva de calibración. Para más información sobre la curva de calibración ver la sección 7.
  - Data processing es una opción que permite tomar únicamente parámetros para realizar análisis cualitativos o análisis cuantitativos.
- e. Se da clic en Next y aparece otro cuadro de diálogo, dependiendo del tipo de muestras seleccionadas.

**Figura 86.** Opciones de inyección.

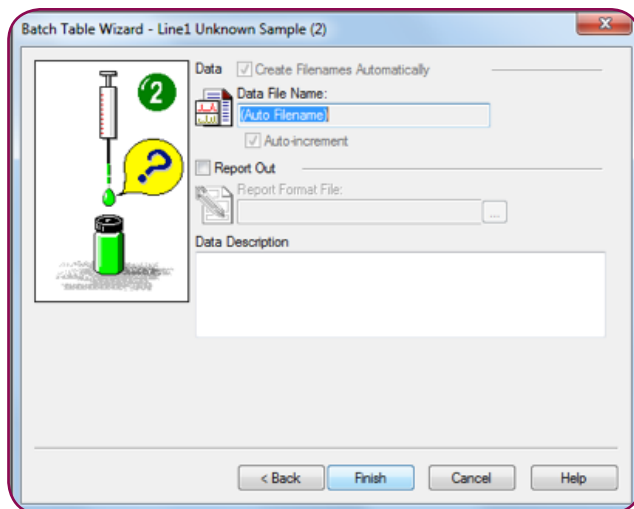


**Fuente.** Elaboración propia.

- f. Se especifica el #Vial y el Tray con los que se va a realizar el análisis. Así como el volumen de inyección Injection Volume. Estas condiciones se pueden modificar una vez esté especificada la tabla. Se especifica también Sample count o el número de repeticiones de la inyección.

g. Si las condiciones están especificadas, se da clic en siguiente.

**Figura 87.** Opción para nombrar el archivo de datos.



**Fuente.** Elaboración propia.

- h. En la opción Data File Name, especificar el nombre de los archivos que se van a generar.
- i. En la opción Report Out, especificar el archivo de reporte que se quiere generar, para que se genere automáticamente al terminar la secuencia.
- j. Dar clic en el botón Finish. Al terminar, se generará la tabla de secuencia con la información que se suministró.  
Es posible editar las columnas si no se tienen los valores correctos, #Vial, Tray Name, Sample Name, Sample ID, etc.

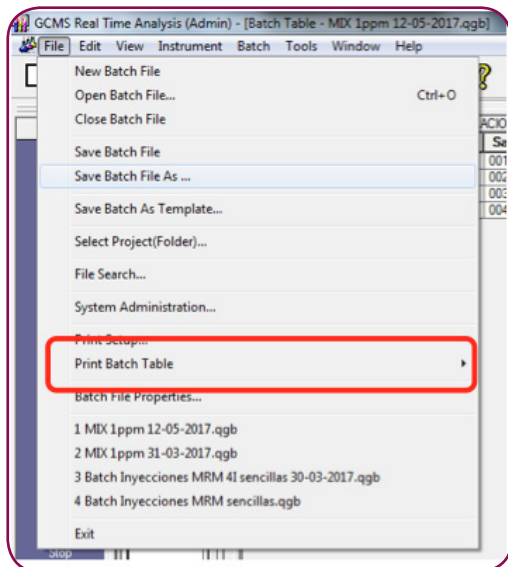
**Figura 88.** Adición de columnas a la tabla.

Valid	Sample Name	Sample I	Sample Type	Analysis	Method File	Data File	Level#	Inj. Volum	ISTD Amt.	Report Output	Report File	Tuning File
1	Mix 1ppm 12-05-2017	001	0 Unknown	IT Q	c:\on-12-05-2017-002.qgm	Mix 1ppm 12-05-2017_001_1.qgd	1	1	Level1 Co	Print		Sera Tune.qgd
2	Mix 1ppm 12-05-2017	002	0 Unknown	IT Q	c:\on-12-05-2017-002.qgm	Mix 1ppm 12-05-2017_002_2.qgd	1	1	Level1 Co	Print		Sera Tune.qgd
3	Mix 1ppm 12-05-2017	003	0 Unknown	IT Q	c:\on-12-05-2017-002.qgm	Mix 1ppm 12-05-2017_003_3.qgd	1	1	Level1 Co	Print		Sera Tune.qgd

**Fuente.** Elaboración propia.

F. Una vez la información de la tabla de secuencias es la deseada, se puede guardar la secuencia con un nombre nuevo y se puede ejecutar con la opción Batch Start.

**Figura 89.** Almacenamiento de la secuencia.

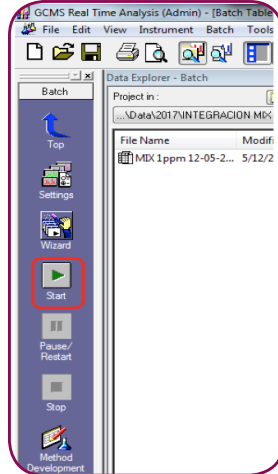


**Fuente.** Elaboración propia.

G. El archivo de secuencia ha sido generado en la ubicación correspondiente (es un archivo con extensión .qgb).

H. Si se desea ejecutar el archivo, se puede dar clic en la opción Start, ubicado en la barra de asistente.

Figura 90. Ejecución de los parámetros.



Fuente. Elaboración propia.

El archivo de secuencia se ejecutará como estaba programado.

- I. Es posible realizar el seguimiento del avance con la ventana Output Window, que es una ventana de resultados. Se puede comprobar si han ocurrido errores en el avance de los análisis.

Figura 91. Ventana de verificación de resultados.

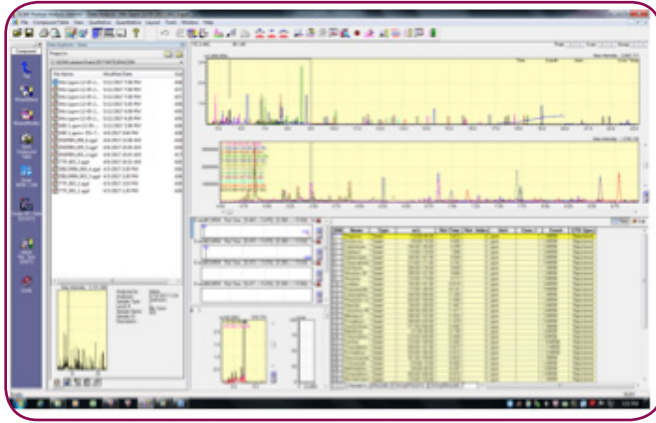
Message	SubMessage	Date
Start Batch Processing (Data Acquisition)	C:\Data\Project\Batch1.lcb : 1	8/1/2002
No peak has been detected.	Detector A (C:\Data\Project\Std1.lcd)	8/1/2002
No peak has been detected.	PDA (C:\Data\Project\Std1.lcd)	8/1/2002
No peak has been detected.	Detector A (C:\Data\Project\Std1.lcd)	8/1/2002

Fuente. Elaboración propia.





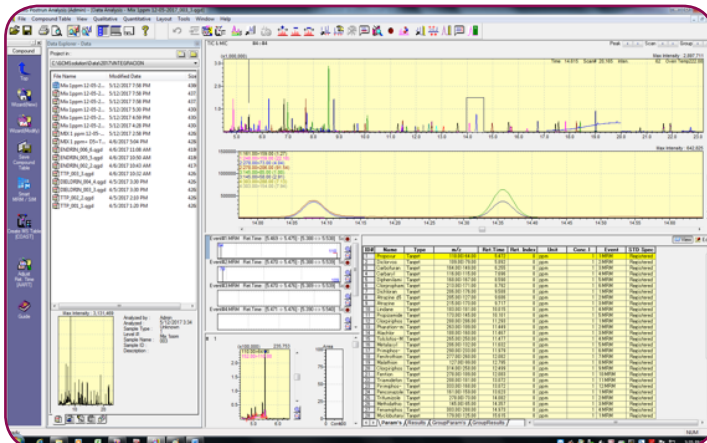
Figura 93. Selección de datos.



Fuente. Elaboración propia.

D. Para analizar en detalle uno de los picos del espectro, se debe seleccionar el pico de interés que está en la parte superior, e inmediatamente en la parte inferior aparece la ampliación del pico seleccionado.

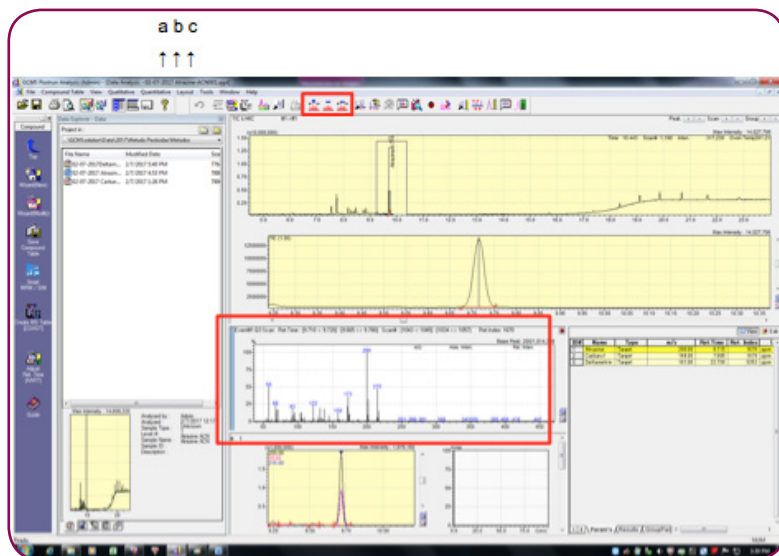
Figura 94. Selección de picos.



Fuente. Elaboración propia.

E. Para visualizar el cromatograma.

Figura 95. Opciones de vista del cromatograma.



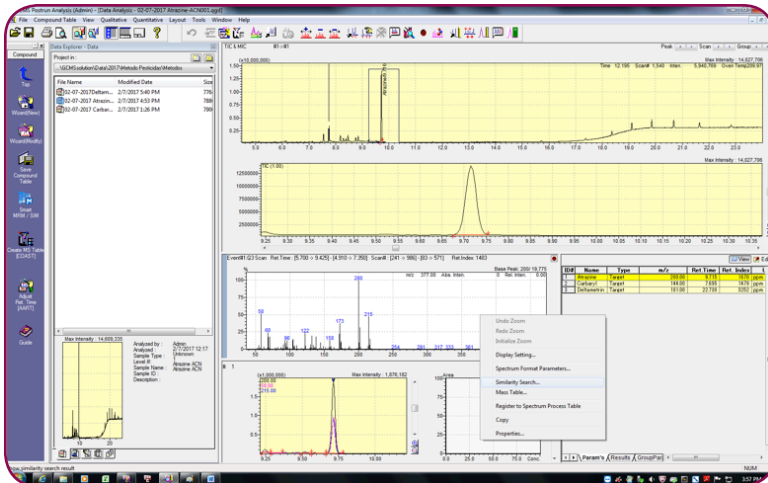
Fuente. Elaboración propia.

- Selecciona el pico o la región de interés del espectro de la parte superior.
- Permite la visualización del pico.
- Selecciona la línea base del espectro de la parte superior.

El cromatograma le brinda la información de: espectro, información de masa, intensidad del pico e intensidad relativa en donde tenga el cursor, relación  $m/z$ , registros de espectros.

- Para buscar en la librería y comparar, se da clic derecho en el cromatograma y selecciona la opción Similarity search.

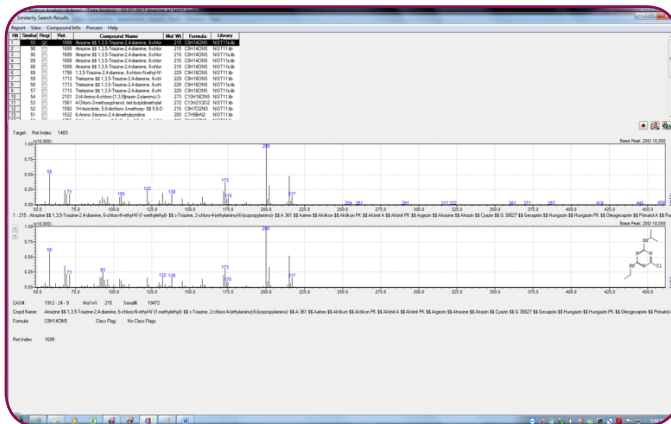
Figura 96. Opción de espectros similares.



Fuente. Elaboración propia.

G. Según la librería NIST, se generan las probabilidades de compuestos posibles.

Figura 97. Ambiente librería NIST.



Fuente. Elaboración propia.

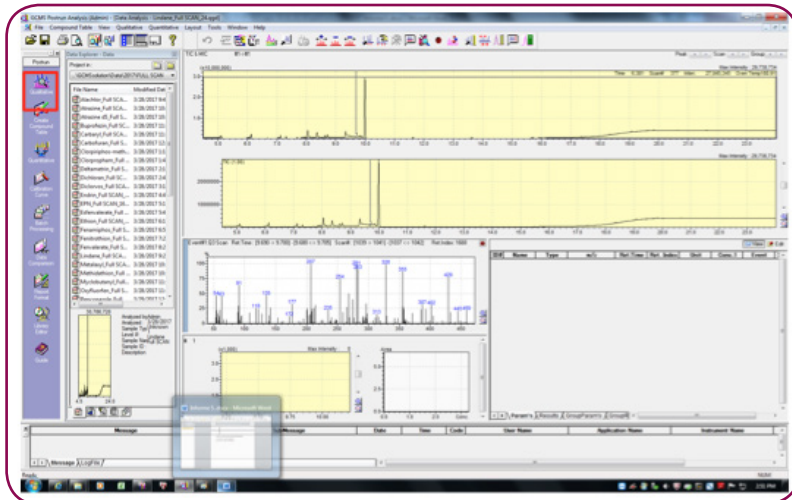
# Análisis cuantitativo de los resultados obtenidos

# 7.

## 7.1 Creación de la tabla de compuestos

- A. El archivo se abre en el ambiente Postrun Analysis.
- B. En la barra de asistente se tiene la opción Create compound table, que va a permitir crear la tabla con los compuestos que se van a analizar.

Figura 98. Opción para la creación de compuestos.



Fuente. Elaboración propia.

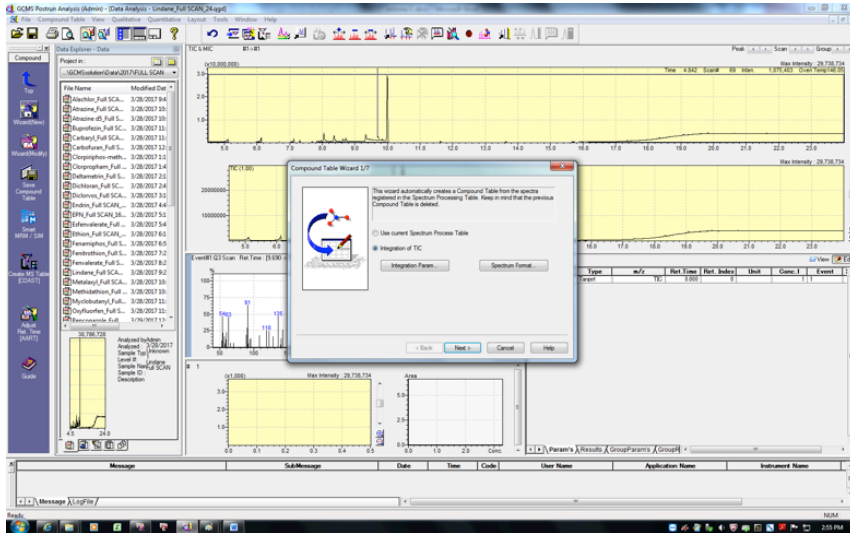
- C. Clic en Wizard(New), en la opción Compound.



Se despliega un cuadro de diálogo, que indica si la tabla se va a generar a partir del Spectrum Process Table o la integración del TIC.

D. Seleccione la opción de crear la tabla a partir de la integración del TIC.

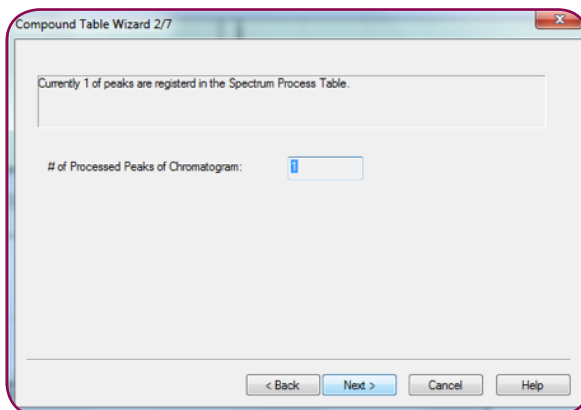
Figura 99. Opción de integración TIC.



Fuente. Elaboración propia.

E. Chequear el número de espectros registrados al Spectrum process table, dé clic en Next.

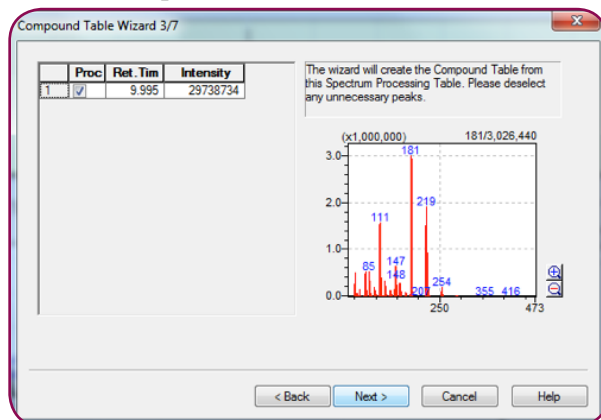
Figura 100. Verificación de espectros registrados.



Fuente. Elaboración propia.

F. Seleccionar en la columna Proc los espectros que van a ser procesados. Clic en siguiente.

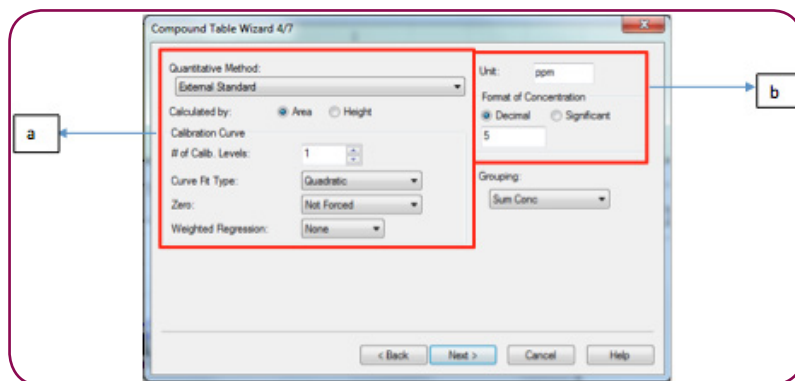
Figura 101. Selección de espectros.



Fuente. Elaboración propia.

G. Cuando se tengan parámetros para construir la curva de calibración, tenga en cuenta:

Figura 102. Parámetros curva de calibración: concentración.



Fuente. Elaboración propia.

- Método de cuantificación, si se va a realizar con estándar externo o interno, cuantificación por normalización de área, etc.
- Definir el número de niveles de la curva de calibración y el ajuste que se va a realizar con la curva.
- Las unidades de concentración en que se va a realizar el análisis.

H. Una vez se tenga, dar clic en siguiente.

**Figura 103.** Parámetros de la curva de calibración: Standard.

Compound Table Wizard 5/7

First, enter the standard concentration for each level. Then set the amount of internal standard to use in the Internal Standard field. In the Number of Reference Ions field, enter zero to use no reference ion.

Concentration Standard:

Level	Conc.
1	1

Internal Standard: 1

Ion Settings

Target Ion:  TIC  MC  MC

# of Reference Ions: 2

Decimal for mass: None

Default Ion Allowance: 30 %

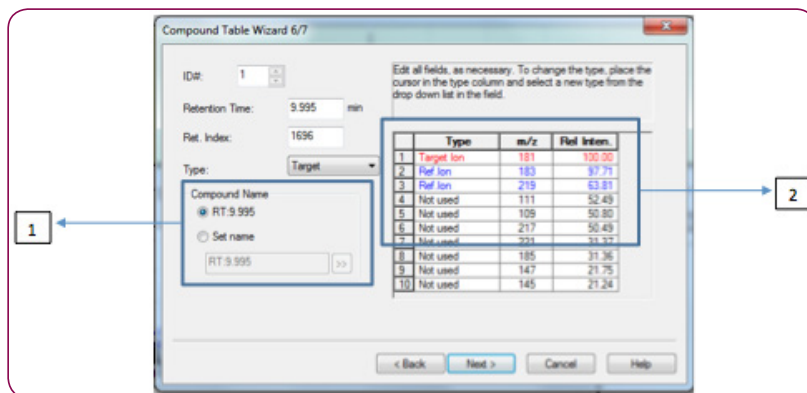
< Back Next > Cancel Help

**Fuente.** Elaboración propia.

- Permite ingresar los valores de concentración de los estándares.
- Permite definir el número de iones de referencia que van a ser usados en la identificación de los picos.
- Determina la cantidad de cifras significativas que van a ser usadas en el análisis de los iones.
- Se puede definir la concentración del estándar interno cuando se selecciona la cuantificación por estándar interno.

I. Dar clic en siguiente.

Figura 104. Parámetros curva de calibración: iones.

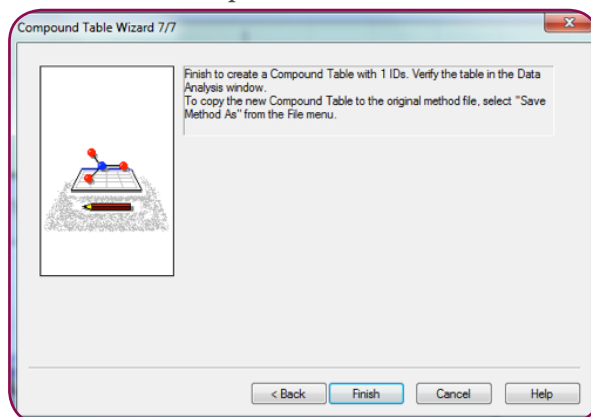


Fuente. Elaboración propia.

- Permite ingresar el nombre del compuesto que se va a cuantificar.
- Permite modificar los iones que van a ser empleados en la identificación.

J. Dé clic en siguiente.

Figura 105. Finalización de los parámetros.



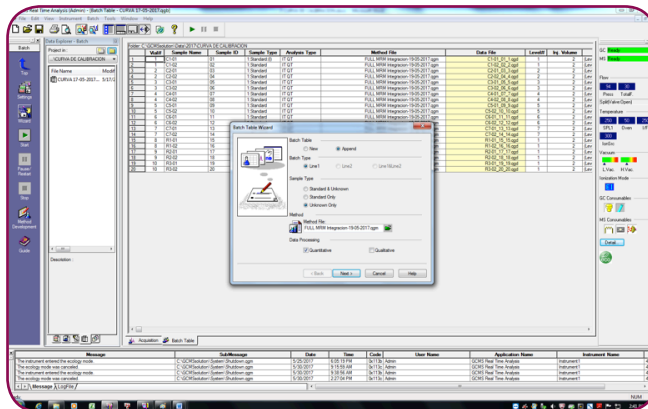
Fuente. Elaboración propia.





C. La opción Wizard es un ayudante para generar una secuencia de análisis, programar la curva de calibración y cuantificar muestras desconocidas de acuerdo a la curva realizada.

Figura 109. Ambiente menú.



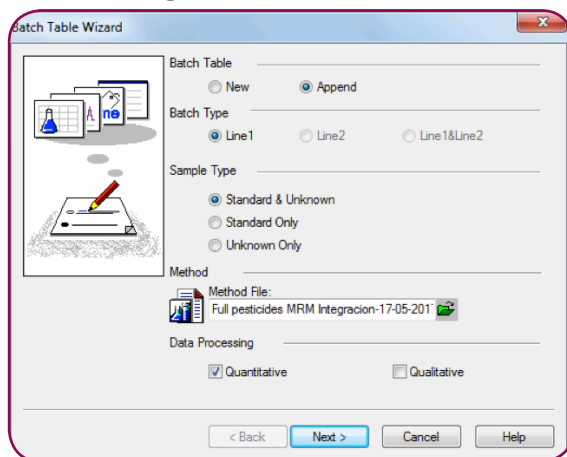
Fuente. Elaboración propia.

D. Luego de hacer clic en Wizard, se despliega una ventana en donde se recomienda:

- Batch Table: la opción New cuando va a generar una nueva secuencia, opción Appened cuando se trabaja sobre la una secuencia ya existente.
- Batch Type: line 1, solamente se selecciona ese ítem.
- Sample Type: las opciones Standar Unknown y Standar Only son para construir las curvas de calibración y analizar desconocidos o solamente para la curva de calibración, y la opción Unknown solamente adquiere los valores de las muestras desconocidas sin realizar una curva de calibración.
- Method: verifique la búsqueda del método que va a realizar o el ultimo que estandarizó para el análisis que requiere.
- Data processing: selecciona el tipo de tratamiento a sus datos, puede ser cualitativo o cuantitativo.

E. Si la opción es Standard Unknown, al hacer clic sobre la opción aparece un cuadro de diálogo.

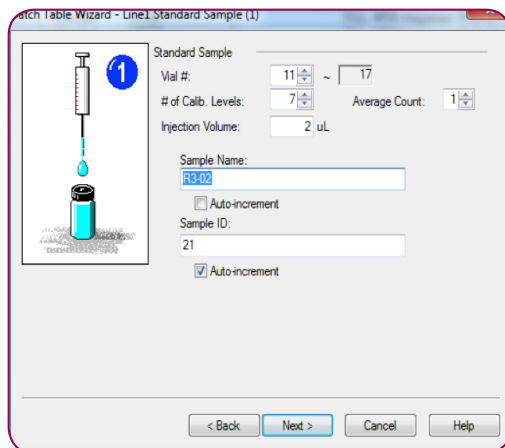
Figura 110. Cuadro de diálogo.



Fuente. Elaboración propia.

- En este cuadro de diálogo, definimos si vamos a crear una secuencia nueva New o si vamos a adicionarla a la que está creada Append.
- El método que va a correr la secuencia se carga por defecto, es el último método cargado en el ambiente Real Time Analysis.
- Se especifican los tipos de muestra que se van a analizar. Los viales de Standard son aquellos que van a generar una curva de calibración. Para más información sobre la curva de calibración ver el apartado creación de una curva de calibrado.
- Data processing es una opción que permite tomar únicamente parámetros para realizar análisis cualitativos o análisis cuantitativos.

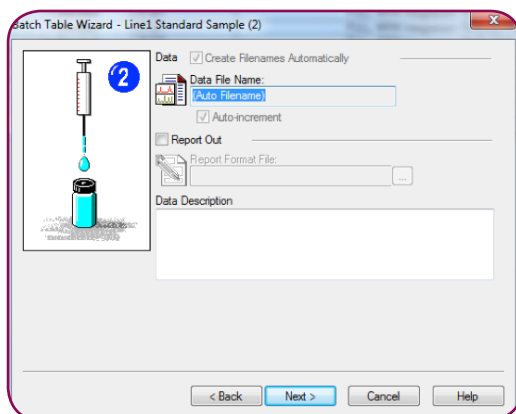
F. Se da clic en Next y aparece otro cuadro de diálogo, dependiendo del tipo de muestras seleccionadas. Si la muestra seleccionada es Standard, el cuadro de diálogo será el siguiente.

**Figura 111.** Ambiente de muestras seleccionadas.

**Fuente.** Elaboración propia.

G. Se especifica los #Vial con los que se va a realizar el análisis. Así como el volumen de inyección Injection Volume. Estas condiciones se pueden modificar una vez esté especificada la tabla. Se especifica también Sample Name y Sample ID, la opción de Auto-increment se refiere a un consecutivo ascendente en las muestras que el equipo realiza por defecto.

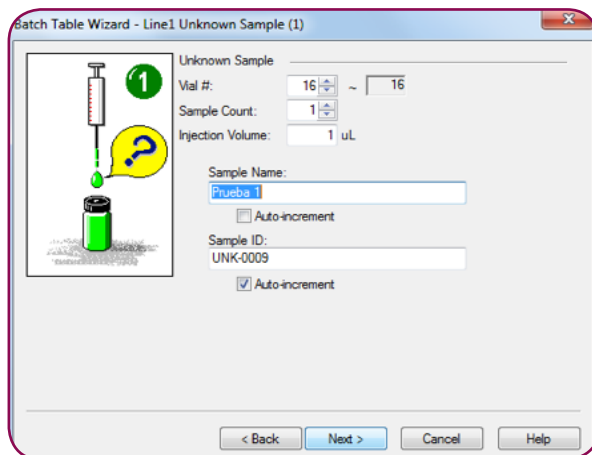
H. Si las condiciones están especificadas, se da clic en Next.

**Figura 112.** Selección de parámetros.

**Fuente.** Elaboración propia.

- I. Nombre el archivo y guarde los datos en la carpeta correspondiente al análisis. Clic en Next.

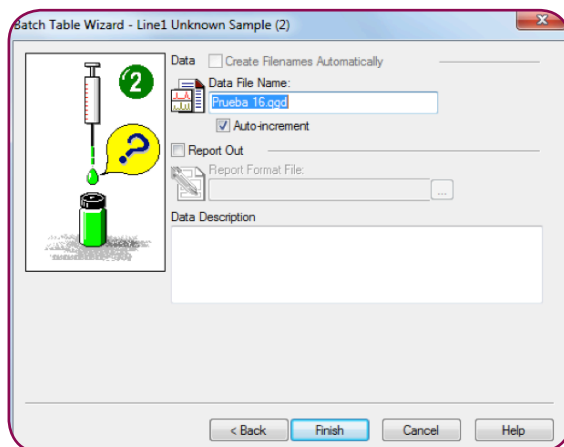
Figura 113. Opción nombre del archivo.



Fuente. Elaboración propia.

- J. Nombre la muestra, clic en Next.

Figura 114. Opción nombre de las muestras.



Fuente. Elaboración propia.

- K. Data File Name es el nombre como se guarda el archivo en la carpeta correspondiente a su análisis. Clic en Finish.

**Figura 115.** Secuencia de análisis programado.

Folder: C:\GCMSolution\Data\2017\CURVA DE CALIBRACION											
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume	ISTD Amt.	Report Output
1	1	Standard Sample	STD-0001	1-Standard (I)	IT QT	-05-2017.qgm	eba 1.qgd	1	1	(Level1 Con	Print
2	2	Standard Sample	STD-0002	1-Standard	IT QT	-05-2017.qgm	eba 2.qgd	2	1	(Level1 Con	Print
3	3	Standard Sample	STD-0003	1-Standard	IT QT	-05-2017.qgm	eba 3.qgd	3	1	(Level1 Con	Print
4	4	Standard Sample	STD-0004	1-Standard	IT QT	-05-2017.qgm	eba 4.qgd	4	1	(Level1 Con	Print
5	5	Standard Sample	STD-0005	1-Standard	IT QT	-05-2017.qgm	eba 5.qgd	5	1	(Level1 Con	Print
6	6	Standard Sample	STD-0006	1-Standard	IT QT	-05-2017.qgm	eba 6.qgd	6	1	(Level1 Con	Print
7	7	Standard Sample	STD-0007	1-Standard	IT QT	-05-2017.qgm	eba 7.qgd	7	1	(Level1 Con	Print
8	8	Prueba 1	UNK-0001	0-Unknown	IT QT	-05-2017.qgm	eba 8.qgd	1	1	(Level1 Con	Print

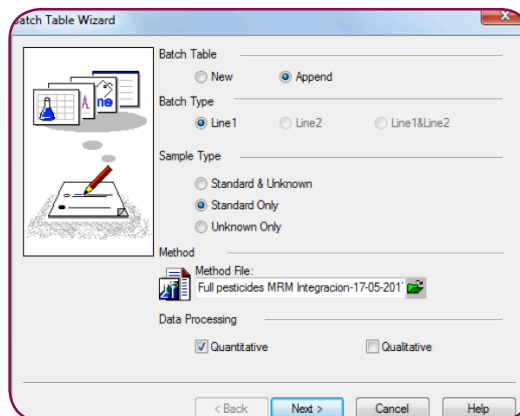
**Fuente.** Elaboración propia.

L. Se despliega la secuencia de análisis que programó, tenga en cuenta:

- La primera línea corresponde al vial que va a ser el primer nivel de la curva de calibración, por tanto la primera línea está especificada como Sample Type: 1: Standard(I) y debe corresponder al Level #1.
- Los demás niveles de calibración deben tener Sample Type: 1: Standard y deben corresponder a los demás niveles que se habían especificado en el método.
- Verificar que los viales de la torta correspondan a las líneas que se reportan en el análisis del equipo.

M. Si la opción es Standard Only, aparece el siguiente cuadro de diálogo.

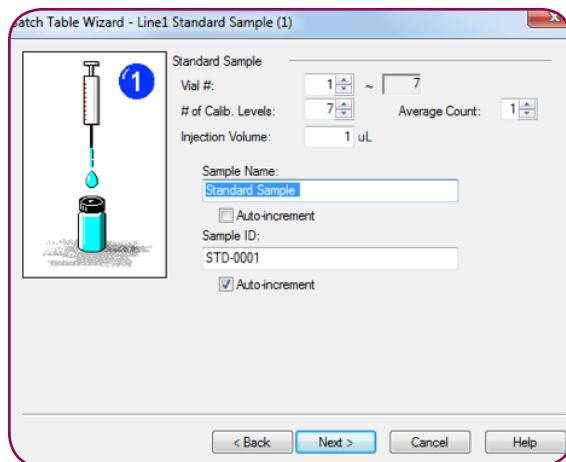
**Figura 116.** Selección del estándar.



**Fuente.** Elaboración propia.

Tenga en cuenta las recomendaciones realizadas en la explicación de Standard Unknown. Clic en Next.

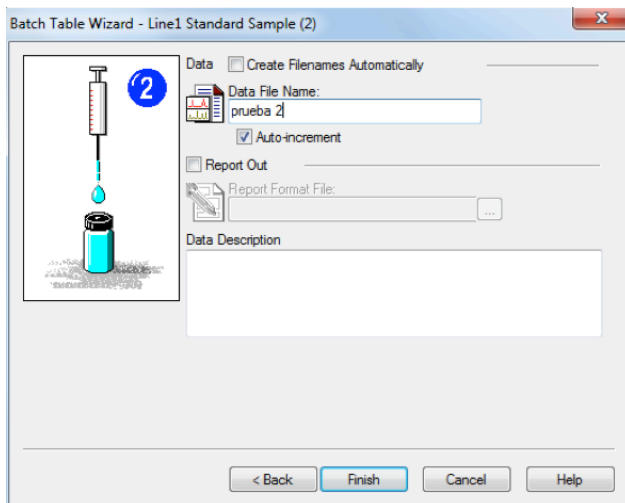
**Figura 117.** Opción estándar simple.



**Fuente.** Elaboración propia.

N. Nombre la muestra. Clic en Next.

**Figura 118.** Finalización de los parámetros.



**Fuente.** Elaboración propia.

O. Nombre el archivo. Clic en Finish.

**Figura 119.** Secuencia de análisis programado.

older: C:\GCMSolution\Data\2017\CURVA DE CALIBRACION											
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume	ISTD Amt.	Report Output
1	1	prueba 2	STD-0001	1:Standard (I)	IT QT	-05-2017.qgd	eba 2.qgd	1	1	(Level1 Con	Print
2	2	prueba 2	STD-0002	1:Standard	IT QT	-05-2017.qgd	eba 3.qgd	2	1	(Level1 Con	Print
3	3	prueba 2	STD-0003	1:Standard	IT QT	-05-2017.qgd	eba 4.qgd	3	1	(Level1 Con	Print
4	4	prueba 2	STD-0004	1:Standard	IT QT	-05-2017.qgd	eba 5.qgd	4	1	(Level1 Con	Print
5	5	prueba 2	STD-0005	1:Standard	IT QT	-05-2017.qgd	eba 6.qgd	5	1	(Level1 Con	Print
6	6	prueba 2	STD-0006	1:Standard	IT QT	-05-2017.qgd	eba 7.qgd	6	1	(Level1 Con	Print
7	7	prueba 2	STD-0007	1:Standard	IT QT	-05-2017.qgd	eba 8.qgd	7	1	(Level1 Con	Print

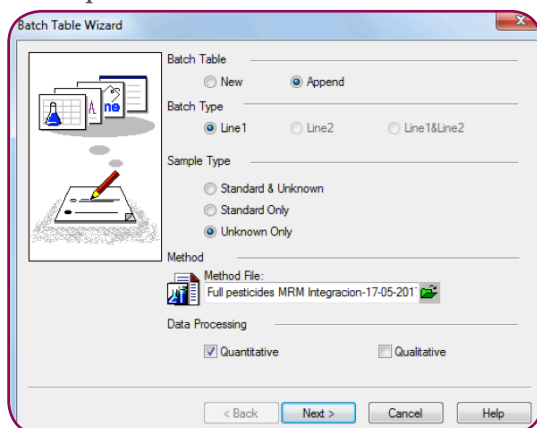
**Fuente.** Elaboración propia.

P. Se despliega la secuencia de análisis que programó, tenga en cuenta:

- La primera línea corresponde al vial que va a ser el primer nivel de la curva de calibración, por tanto la primera línea está especificada como Standard(I) y debe corresponder al Level #1.
- Los demás niveles de calibración deben tener Sample Type: 1: Standard y deben corresponder a los demás niveles que se habían especificado en el método.
- Verificar que los viales de la torta correspondan a las líneas que se reportan en el análisis del equipo.

Q. Si la opción es Unknown, aparece el siguiente cuadro de diálogo.

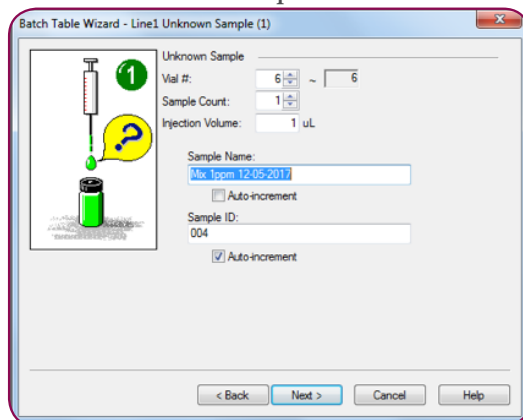
**Figura 120.** Opción de parámetros desconocidos.



**Fuente.** Elaboración propia.

Tenga en cuenta las recomendaciones realizadas en la explicación de Standard Unknown. Clic en Next.

**Figura 121.** Recomendaciones de los parámetros.

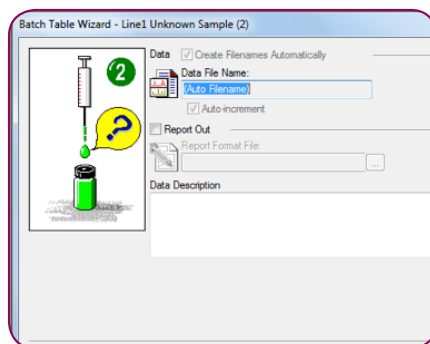


**Fuente.** Elaboración propia.

R. Se especifica el #Vial y el Tray con los que se va a realizar el análisis. Así como el volumen de inyección Injection Volume.

Estas condiciones se pueden modificar una vez esté especificada la tabla. Se especifica también Sample count o el número de repeticiones de la inyección. Si las condiciones están especificadas se da clic en Next.

**Figura 122.** Opción de nombrar el archivo y creación de reportes.



**Fuente.** Elaboración propia.

- S. En la opción Data File Name, especificar el nombre de los archivos que se van a generar.
- T. En la opción Report Out, especificar el archivo de reporte que se quiere generar para que se genere automáticamente al terminar la secuencia. Dar clic en el botón Finish.
- U. Al terminar, se va a generar la tabla de secuencia con la información que se suministró. Es posible editar las columnas si no se tienen los valores correctos: #Vial, Tray Name, Sample Name, Sample ID, etc.

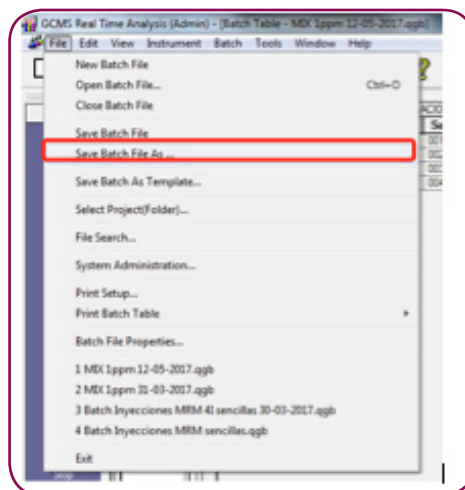
**Figura 123.** Edición de columnas.

Vial#	Sample Name	Sample I	Sample Type	Analysis	Method File	Data File	Level#	Inj. Volum	ISTD Ant.	Report Output	Report File	Tuning File
1	5   Mr ppm 12-05-2017	001	0 Unknown	IT Q	cson-12-05-2017-002.agb	Mr ppm 12-05-2017_001_1.agb	1	1	Level1 Co	Print		Sens Tune.agb
2	5   Mr ppm 12-05-2017	002	0 Unknown	IT Q	cson-12-05-2017-002.agb	Mr ppm 12-05-2017_002_2.agb	1	1	Level1 Co	Print		Sens Tune.agb
3	5   Mr ppm 12-05-2017	003	0 Unknown	IT Q	cson-12-05-2017-002.agb	Mr ppm 12-05-2017_003_3.agb	1	1	Level1 Co	Print		Sens Tune.agb

**Fuente.** Elaboración propia.

- V. Una vez la información de la tabla de secuencias es la deseada, se puede guardar la secuencia con un nombre nuevo y ejecutar con la opción Batch Start.

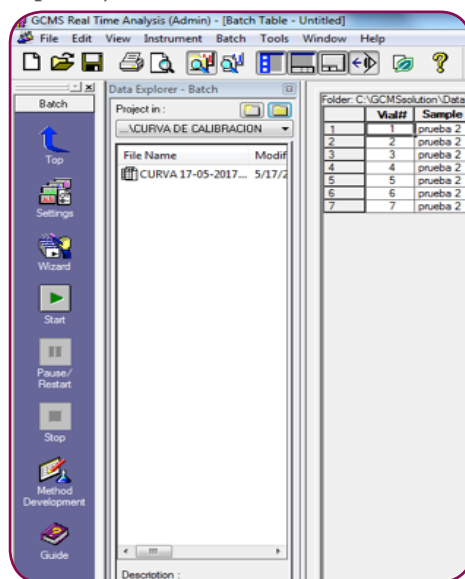
**Figura 124.** Opción para guardar la secuencia.



**Fuente.** Elaboración propia.

- W. El archivo de secuencia ha sido generado en la ubicación correspondiente (es un archivo con extensión .gcb).
- X. Si se desea ejecutar el archivo, puede dar clic en la opción Start, opciones de la barra de asistente. Ejecute la secuencia.

**Figura 125.** Opción para ejecutar la secuencia.



**Fuente.** Elaboración propia.



# Desarrollo del método instrumental en modo MRM



**P**ara desarrollar este método es necesario haber realizado las inyecciones de los analitos en modo SCAN previamente de manera individual, tenga en cuenta los tiempos de retención de los analitos (el más bajo y el más alto) para poder realizar la creación del método.

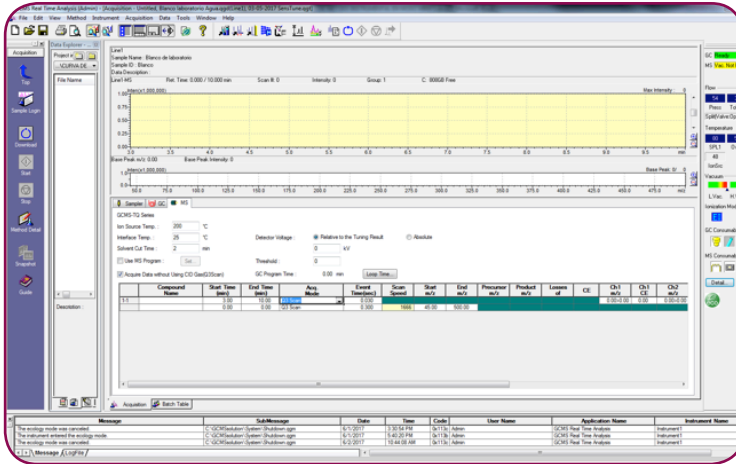
Las condiciones de operación del cromatógrafo se definen de acuerdo a la naturaleza de los analitos (temperaturas para definir las rampas de calentamiento).

## 9.1 Inyección sencilla modo MRM

Para desarrollar el método MRM se debe tener en cuenta:

- A. Cuando se va a programar el análisis se hace en el ambiente GCMS-Real Time. Se recomienda que la concentración del analito que se va a inyectar sea máximo 1 ppm para evitar que el detector se sature y se apague.

Figura 126. Ambiente para desarrollar un método

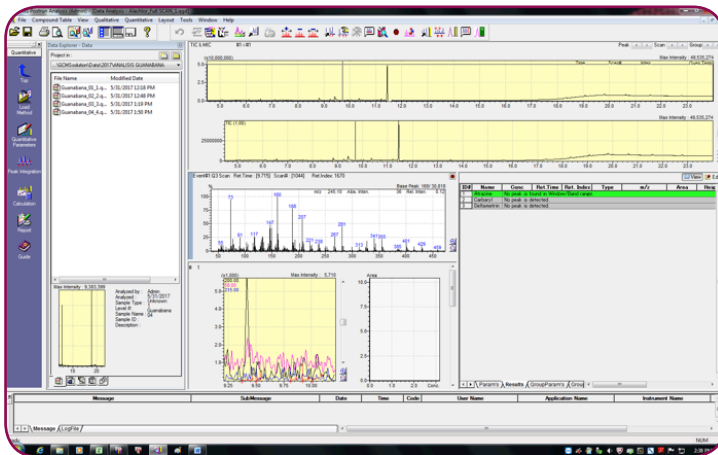


Fuente. Elaboración propia.

B. Seleccione el modo de análisis Q3 SCAN y programe el tiempo de análisis y el intervalo de masas que va a monitorear.

C. Abra los resultados obtenidos en el ambiente Postrun analysis, en el cual se observa un pico principal que debe corresponder al analito de interés.

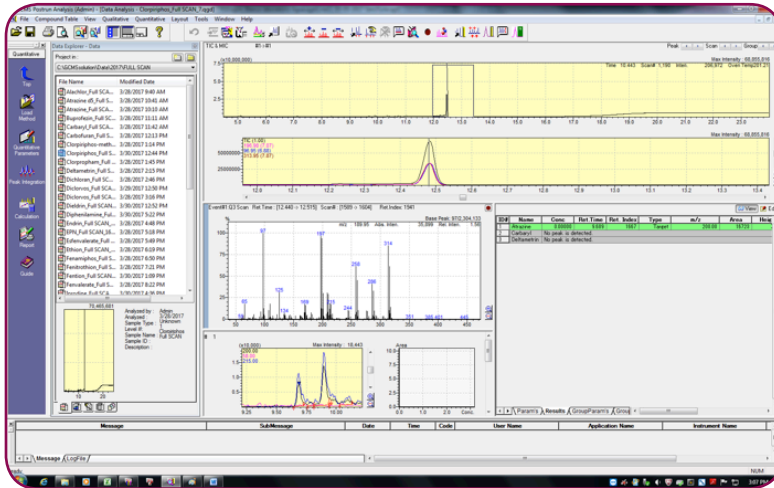
Figura 127. Picos y cromatogramas.



Fuente. Elaboración propia.

D. Para verificar el analito con la base de datos NIST.

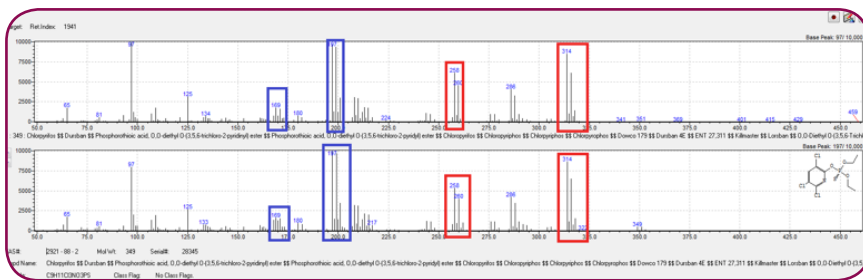
Figura 128. Verificación de los analitos.



Fuente. Elaboración propia.

E. Se analizan las coincidencias de los analitos. En el espectro obtenido, se seleccionan los iones predominantes o de interés para el análisis.

Figura 129. Selección de iones.



Fuente. Elaboración propia.

F. Con los resultados obtenidos, se define el ion precursor y los productos que se van a emplear en el método MRM. En este caso los iones seleccionados fueron 314-258 y 199-171.

G. Se realiza una inyección con el ion precursor, los iones productos obtenidos y variando la energía de colisión. En el ejemplo se varía entre 5.00 hasta 40.00.

Figura 130. Información de iones y energía de colisión.

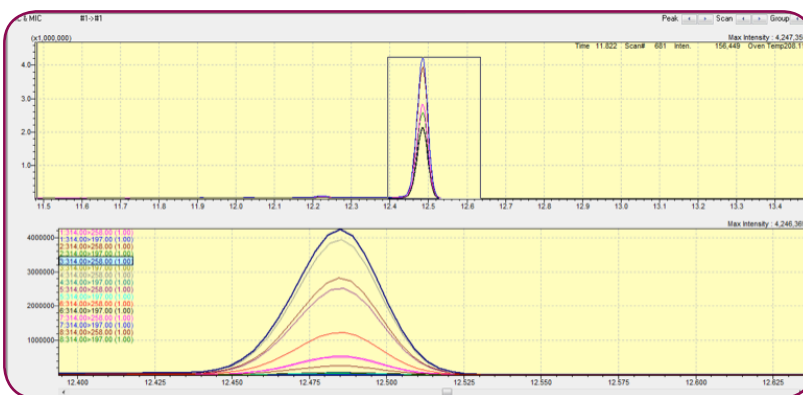
Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z	Precursor m/z	Product m/z	Losses of CE	Q1 m/z	Q1 CE	Q2 m/z	Q2 CE	G m.
	0.030							314.00-258	5.00	14.00-197	5.00	99.00
	0.030							314.00-258	10.00	14.00-197	10.00	99.00
	0.030							314.00-258	15.00	14.00-197	15.00	99.00
	0.030							314.00-258	20.00	14.00-197	20.00	99.00
	0.030							314.00-258	25.00	14.00-197	25.00	99.00
	0.030							314.00-258	30.00	14.00-197	30.00	99.00
	0.030							314.00-258	35.00	14.00-197	35.00	99.00
	0.030							314.00-258	40.00	14.00-197	40.00	99.00

Fuente. Elaboración propia.

H. Se comparan las intensidades de los picos en los resultados obtenidos para definir las transiciones de los analitos.

I. Con los resultados de las transiciones mostradas en el cromatograma, se seleccionan las dos transiciones más intensas.

Figura 131. Vista de las transiciones.



Fuente. Elaboración propia.

Para el ejemplo, las transiciones más intensas corresponden a 314>258 y 199>171. Las energías de colisión para las dos transiciones seleccionadas son 15.0V.

- J. Las transiciones definidas se guardan para que hagan parte del método que se usará en los análisis.

**Figura 132.** Verificación de las transiciones y energías de colisión.

Component Name	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event (Samples)	Scan Speed	Start (m/z)	End (m/z)	Processor (m/z)	Product (m/z)	Losses (eV)	Ch1 (m/z)	Ch1 (CE)	Ch2 (m/z)	Ch2 (CE)
1.1	0.00	0.00	scan	1.00		314.00	258.00	15.00	199.00	171.00	15.00	15.00	15.00	

Losses of	CE	Ch1 m/z	Ch1 CE	Ch2 m/z	Ch2 CE
		314.00>258.00	15.00	199.00>171.00	15.00
		0.00>0.00	0.00	0.00>0.00	0.00

**Fuente.** Elaboración propia.

- K. Se puede programar la curva de calibración siguiendo el procedimiento descrito en los capítulos anteriores.
- L. Se preparan soluciones con las concentraciones conocidas y se construye la curva de calibración. Una vez la curva se ejecuta, esta queda almacenada en el método y todas las muestras que se analicen con este método van a ser cuantificadas con la curva de calibración obtenida.



# Aplicaciones generales a la técnica de cromatografía de gases

# 10.

**L**a GC tiene campos de aplicación importantes debido a su capacidad para separar mezclas orgánicas complejas, organometálicos y sistemas bioquímicos que sean especies volátiles o especies que puedan dividirse para dar sustancias volátiles (Skoog, Holler & Nieman, 1998).

Es una técnica para determinar los componentes de una muestra cualitativa y cuantitativamente. Para el análisis cualitativo generalmente se realiza empleando los tiempos de retención de cada analito, ya que este es único de cada uno con algunas condiciones establecidas (fase móvil, rampa de temperatura, volúmenes de inyección, flujo). En aplicaciones cuantitativas, la cromatografía de gases a menudo se combina con otras técnicas selectivas como la espectroscopía y la electroquímica. Los métodos que resultan se llaman métodos acoplados y proporcionan una herramienta robusta para la identificación de los componentes de mezclas complejas.

Los analitos para analizar por esta técnica deben ser volátiles, que no se encuentren en forma iónica, como por ejemplo pesticidas (insecticidas, herbicidas, funguicidas), micotoxinas, compuestos orgánicos volátiles, ftalatos, etc. En cambio, cuando los compuestos a analizar son poco volátiles o termolábiles, generalmente presentan un peso molecular mayor a 300 u.m.a, la técnica separativa adecuada suele ser la cromatografía líquida de alta resolución (HPLC). Ejemplos de estos analitos son los aminoácidos, proteínas, estrógenos, antibióticos, etc. Las matrices en las que esta técnica tiene mayor aplicación son:

- Medio ambientales: analitos como Ibuprofeno, Paracetamol, Diclofenaco, Naproxeno son analizados en matrices de aguas residuales, aguas superficiales, y muestras de suelos (Sadkowska, Caban, Chmielewski, Stepnowski & Kumirska, 2017). También se aplica en el reconocimiento de microplásticos para determinar la naturaleza plástica, determinar el tipo de polímeros y obtener datos relacionados con el conteo de partículas (Fisher, 2017).
- Derivados del petróleo: la caracterización de residuos de petróleo en aguas profundas, para ver el grado de contaminación (Adhikari, Wong & Overton, 2017), otra aplicación es en el análisis de muestras fraccionadas derivadas del petróleo para la determinación de n-alcenos y ver las correlaciones entre la composición y materiales geológicos relacionados (Marotta, Neto & Azevedo, 2014).
- Industria farmacéutica: el análisis de analgésicos cardiacos como Meperidina, Normeperidina, Tramadol, Propoxifeno, y Norpropoxifeno, estos para la determinación de concentraciones en plasma (Olivera, 2017). Cuantificación de Anfetamina, Metanfetamina, Fentermina, 3, 4-Metilendioxi-anfetamina (MDA), 3, 4-Metilendioxi-metanfetamina (MDMA) y 3, 4-Metilendioxi-N-Etilamfetamina (MDEA), que son los estimulantes de tipo anfetamínico más populares, el uso de estas sustancias corresponden a un problema social en el mundo, por eso la importancia en la determinación y cuantificación de estos analitos (Fernández et al., 2017).
- Perfumes y aromas: actualmente, la industria promete el uso de feromonas en los perfumes, unos analitos considerables son las feromonas humanas para ser identificadas, cuantificadas y así evaluar su naturaleza (Gavris, Bodoki, Oprean, 2016), el análisis de ftalatos en perfumes personales (Orecchio, Indelicato & Barreca, 2015).


- Aceites esenciales: la determinación de analitos con actividades antibacteriales, antimicóticas y antifúngicas, es una de las aplicaciones más usadas en esta técnica, Un ejemplo de esto es la determinación y cuantificación del Cimaldehído, Transcinnamaldehído 1,8-Cineol, Alfa-pineno y Terpeneol, aceites esenciales extraídos de la canela (Chairunnisa & Nugraha, 2017).
- Agrícolas: pesticidas con diferentes clasificaciones arsenicales, carbamatos, derivados de cumarina, derivados de urea, dinitrocompuestos, organoclorados, organofosforados, organometálicos, piretroides, tiocarbamatos, triazinas, son ampliamente analizados por esta técnica. En matrices como vegetales, té y actualmente en alimentos destinados para exportación como son frutas tropicales y café (Machado, Gerez, Piston, Heinzen & Cesio, 2017).

En general, y para uso netamente investigativos, también es muy usada esta técnica para la optimización y estandarización de diferentes métodos, aplicados en matrices para la identificación y cuantificación de diferentes analitos.

## Referencias

- Adhikari, P., Wong, R., & Overton, E. (2017). Application of enhanced gas chromatography/triple quadrupole mass spectrometry for monitoring petroleum weathering and forensic source fingerprinting in samples impacted by the Deepwater Horizon oil spill. *Chemosphere*, 184, 939-950. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2017.06.077>.
- Chairunnisa, T. H., & Nugraha, A. (2017). Gas chromatography - mass spectrometry analysis and antibacterial activity of cinnamomum burmanii essential oil to *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli* by gaseous contact. *AIP Conference Proceedings*, 1823. (UNSP 020073-1). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.4978146>.
- Fernández, N., Olivera, N., Keller, G., Diez, R., Di Girolamo, G., & Quiroga, P. (2017). Simultaneous quantitation of meperidine, normeperidine, tramadol, propoxyphene and norpropoxyphene in human plasma using solid-phase extraction and gaschromatography/mass spectrometry: Method validation and application to cardiovascular safety of therapeutic doses. *Rapid communications in mass spectrometry*, 31(18), 1519-1533.
- Gavris, I., Bodoki, E., & Oprean, R. (2016). Analysis of perfumes with synthetic human pheromones by gaschromatography-mass spectrometry. *Farmacia*, 64(5), 793-796.
- Sadkowska, J., Caban, M., Chmielewski, M., Stepnowski, P., Kumirska, J. (2017). Environmental aspects of using gas chromatography for determination of pharmaceutical residues in samples characterized by different composition of the matrix. *Archives of Environmental Protection*, 43(3), 3-9. DOI: <https://doi.org/10.1515/aep-2017-0028>.

- Shimadzu. (2014). Gas chromatograph mass spectrometer GCMS-TQ8040. Instruction manual, (p. 132).
- Shimadzu. (2012). GCMSsolution Instruction manual, (p. 198).
- Skoog, D., Holler, F., & Nieman, T. (1998). Principles of instrumental analysis. New York, USA: Harcourt Brace & Company.
- Machado, I., Gerez, N., Piston, M., Heinzen, H., Cesio, M. (2017). Determination of pesticide residues in globe artichoke leaves and fruits by GC-MS and LC-MS/MS using the same QuEChERS procedure. Food Chemistry, 227, 227-236. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.01.025>.
- Marotta, E, Neto, F., Azevedo, D. (2014). Separation and quantitative determination of linear and cyclic/branched alkanes in brazilian petroleum using urea adduction and gaschromatography: a case study revisited. Quimica Nova, 37(10), 1692. DOI: <http://dx.doi.org/10.5935/0100-4042.20140265>.
- Orecchio, S., Indelicato, R., Barreca, S. (2015). Determination of selected phthalates by gas chromatography-mass spectrometry in personal perfumes. Journal of toxicology and environmental health-part a-current issues, 78(15), 1008-1018. DOI: <https://doi.org/10.1080/15287394.2015.1021433>.



## Aplicaciones y generalidades de un espectrofotómetro de absorción atómica AA-700 de Shimadzu

La cromatografía es una técnica analítica que permite realizar la separación de mezclas complejas basadas en interacciones fisicoquímicas de los analitos, arrastradas por una fase móvil. En el caso de la GC se utiliza un gas inerte con una fase estacionaria contenida en una columna capilar que es donde ocurre la separación. Los analitos se separan de manera diferencial y eluyen a diferentes tiempos, lo que se conoce como tiempo de retención. De ahí continúan hacia el detector para ser analizados.

Por su parte, la espectrometría de masas es una técnica de análisis que permite determinar la distribución de las moléculas de una sustancia de acuerdo a su masa. El espectrómetro de masas es un dispositivo que permite analizar con gran precisión la composición de diferentes elementos químicos e isótopos atómicos, separando los iones de las sustancias en función de su relación masa/carga ( $m/z$ ).