

MSD serie 5977B de Agilent

Manual de funcionamiento



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2015

No se permite la reproducción de parte alguna de este manual bajo cualquier forma ni por cualquier medio (incluyendo su almacenamiento y recuperación electrónicos y la traducción a idiomas extranjeros) sin el consentimiento previo por escrito de Agilent Technologies, Inc. según lo estipulado por las leyes de derechos de autor estadounidenses e internacionales.

Número de referencia del manual

G7077-95003

Edición

Primera edición, August 2015

Impreso en USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051

Garantía

El material contenido en este documento se proporciona “tal cual” y está sujeto a modificaciones, sin previo aviso, en ediciones futuras. Además, en la medida que permita la ley aplicable, Agilent rechaza cualquier garantía, expresa o implícita, en relación con este manual y con cualquier información contenida en el mismo, incluyendo, entre otras, las garantías implícitas de comercialización y adecuación a un fin determinado. En ningún caso Agilent será responsable de los errores o de los daños incidentales o consecuentes relacionados con el suministro, uso o desempeño de este documento o de cualquier información contenida en el mismo. En el caso de que Agilent y el usuario tengan un acuerdo escrito independiente con condiciones de garantía que cubran el material de este documento y que entren en conflicto con las presentes condiciones, prevalecerán las condiciones de garantía del acuerdo independiente.

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de **PRECAUCIÓN** indica un peligro. Advierte sobre un procedimiento operativo, una práctica o similar que, de no realizarse o seguirse correctamente, podría provocar daños en el producto o la pérdida de datos importantes. No siga adelante tras un aviso de **PRECAUCIÓN** hasta no entenderlo completamente y cumplir las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de **ADVERTENCIA** indica un peligro. Advierte sobre un procedimiento operativo, una práctica o similar que, de no realizarse o seguirse correctamente, podría provocar lesiones personales o, incluso, la muerte. No siga adelante tras un aviso de **ADVERTENCIA** hasta no entenderlo completamente y cumplir las condiciones indicadas.

Acerca de este manual

Este manual contiene información para el funcionamiento y el mantenimiento del Detector selectivo de masas (MSD) serie 5977B de Agilent.

1 “Introducción”

En el capítulo 1 se ofrece información general de los MSD serie 5977B, que incluye la descripción del hardware, advertencias de seguridad general e información de seguridad para el hidrógeno.

2 “Instalación de columnas GC”

En el capítulo 2 se muestra cómo preparar una columna capilar para su uso con el MSD, cómo instalarla en el horno del GC y cómo conectarla al MSD mediante la interfase GC/MSD.

3 “Funcionamiento en modo de ionización por impacto electrónico (EI)”

En el capítulo 3 se describen tareas básicas como el ajuste de temperaturas, la supervisión de presiones, la sintonización, la purga y el bombeo. Gran parte de la información de este capítulo se refiere también al funcionamiento de CI.

4 “Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)”

En el capítulo 4 se describen las tareas adicionales necesarias para el funcionamiento en modo CI.

5 “Mantenimiento general”

En el capítulo 5 se describen los procedimientos de mantenimiento comunes a los instrumentos de EI y CI.

6 “Mantenimiento de CI”

En el capítulo 6 se describen los procedimientos de mantenimiento exclusivos de los MSD CI.

Información de usuario del hardware

Junto con el hardware y el software, hay una colección exhaustiva de manuales, vídeos, aplicaciones para el usuario y herramientas para desarrollo del método. Estos se encuentran en:

- Manuales de usuario de GC y GC/MS de Agilent y conjunto de herramientas DVD (G4600-64006).
- USB con Manuales e información de software de GC/MS de Agilent (G1701-60175).

Consulte el documento de Inicio rápido del MSD 5977B con MassHunter de Agilent (G7077-95105) para obtener información sobre cómo encontrar e instalar la documentación ubicada en este USB y en estos DVD.

Contenido

1 Introducción

| | |
|---|----|
| Versión de MSD serie HES 5977B | 12 |
| Abreviaturas utilizadas | 13 |
| MSD serie HES 5977B | 15 |
| Descripción del hardware del MSD | 17 |
| Advertencias importantes de seguridad | 19 |
| Seguridad para el hidrógeno | 22 |
| Precauciones de GC | 23 |
| Precauciones | 25 |
| Certificaciones reglamentarias y de seguridad | 27 |
| Limpieza/Reciclado del producto | 30 |
| Vertido de líquidos | 30 |
| Transporte o almacenamiento del MSD | 30 |
| Sustituir los fusibles principales | 31 |

2 Instalación de columnas GC

| | |
|--|----|
| Columnas | 34 |
| Instalar una columna capilar en un inyector split/splitless | 37 |
| Acondicionar una columna capilar | 41 |
| Instalar una columna capilar en la interfase de GC/MS mediante la tuerca de columna de autoapriete | 43 |
| Instalar una columna capilar en la interfase de GC/MS mediante una tuerca estándar para columnas | 48 |

3 Funcionamiento en modo de ionización por impacto electrónico (EI)

| | |
|--|----|
| Funcionamiento del MSD desde el sistema de datos | 54 |
| Funcionamiento del MSD desde el panel de control de GC | 55 |
| Configuración del MSD a través de la interfase web del usuario (WUI) | 59 |
| Cambiar los ajustes de red del MSD | 59 |
| Lectura de la minipantalla de eModule | 62 |
| LED de estado del instrumento del panel frontal | 62 |
| Interfase de GC/MSD | 63 |
| Antes de encender el MSD | 65 |
| Bombeo | 67 |
| Control de las temperaturas | 67 |
| Control del flujo de la columna | 68 |
| Purgar el MSD | 68 |
| Ver la temperatura del MSD y el estado de vacío | 70 |
| Configurar monitores de la temperatura del MSD y el estado de vacío | 72 |
| Ajustar las temperaturas del analizador en la ventana Instrument Control | 75 |
| Ajustar la temperatura de la interfase GC/MSD de MassHunter | 77 |
| Supervisar la presión alta de vacío | 78 |
| Calibrar la velocidad lineal del flujo de la columna | 80 |
| Ajustar el MSD en el modo de EI | 83 |
| Configurar el sistema opcional autolimpiante de fuente de iones | 85 |

| | |
|---|-----|
| Acondicionar el sistema opcional autolimpiante de fuente de iones | 86 |
| Editar un método para utilizar el modo de fuente de iones autolimpiante | 88 |
| Editar un método para apagar el modo de fuente de iones autolimpiante | 90 |
| Comprobar el rendimiento del sistema | 91 |
| Realizar pruebas de alta masa (MSD serie 5977B) | 92 |
| Abrir las cubiertas del MSD | 95 |
| Purgar el MSD | 96 |
| Bombear el MSD | 99 |
| Transportar o almacenar el MSD | 102 |

4 Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)

| | |
|--|-----|
| Instrucciones generales | 106 |
| Interfase de GC/MSD de CI | 107 |
| Sintonización automática de CI | 109 |
| Funcionamiento del MSD de CI | 111 |
| Bombear el MSD en el modo de CI | 112 |
| Configurar el software para el funcionamiento de CI | 113 |
| Funcionamiento del módulo de control de flujo del gas reactivo | 115 |
| Establecer el flujo del gas reactivo metano | 118 |
| Utilizar otros gases reactivos | 121 |
| Realizar una sintonización automática de PCI (solamente metano) | 124 |
| Realizar una sintonización automática de NCI (gas reactivo metano) | 126 |

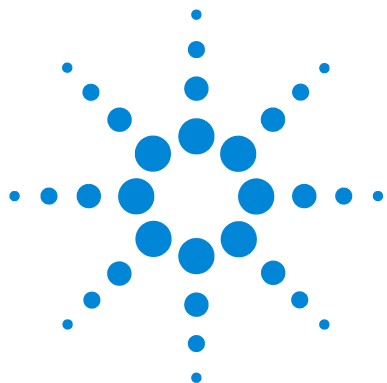
| | |
|--|-----|
| Comprobar el rendimiento de PCI | 128 |
| Comprobar el rendimiento de NCI | 129 |
| Supervisar la presión alta de vacío en modo CI | 130 |

5 Mantenimiento general

| | |
|---|-----|
| Antes de comenzar | 134 |
| Mantenimiento del sistema de vacío | 140 |
| Mantenimiento del analizador | 141 |
| Abrir la cámara del analizador | 144 |
| Quitar la fuente de iones de EI | 147 |
| Quitar el radiador de la fuente de EI | 150 |
| Instalar el radiador de la fuente de EI | 152 |
| Desmontar la fuente de iones de EI | 155 |
| Limpiar la fuente de iones EI | 159 |
| Montar la fuente de iones EI | 162 |
| Quitar el filamento HES | 167 |
| Instalar el filamento HES | 169 |
| Instalar la fuente de iones de EI | 170 |
| Conectar el cableado de la fuente de iones a la placa de alimentación | 172 |
| Sustituir el cuerno multiplicador de electrones | 176 |
| Cerrar la cámara del analizador | 179 |
| Cambiar de fuente de EI a fuente de CI | 181 |
| Cambiar de fuente de CI a fuente de EI | 184 |

6 Mantenimiento de CI

| | |
|---|-----|
| Información general | 188 |
| Configurar el MSD para funcionamiento de CI | 188 |
| Instalar el sello de punta de la interfase de CI/extractora | 190 |
| Quitar la fuente de iones de CI | 192 |
| Quitar el radiador de la fuente de CI | 196 |
| Instalar el radiador de la fuente de CI | 198 |
| Desmontar la fuente de iones de CI | 199 |
| Limpiar la fuente de iones CI | 202 |
| Montar la fuente de iones CI | 205 |
| Instalar la fuente de iones de CI | 208 |
| Quitar el filamento de la fuente de CI | 210 |
| Instalar un filamento de la fuente de CI | 212 |



1

Introducción

| | |
|---|----|
| Versión de MSD serie 5977B | 12 |
| Abreviaturas utilizadas | 13 |
| MSD serie 5977B | 15 |
| Descripción del hardware del MSD | 17 |
| Advertencias importantes de seguridad | 19 |
| Seguridad para el hidrógeno | 22 |
| Certificaciones reglamentarias y de seguridad | 27 |
| Limpieza/Reciclado del producto | 30 |
| Vertido de líquidos | 30 |
| Transporte o almacenamiento del MSD | 30 |
| Sustituir los fusibles principales | 31 |

Este capítulo describe la información general del MSD, que incluye la descripción del hardware, advertencias de seguridad general e información de seguridad para el hidrógeno.



Versión de MSD serie 5977B

Los MSD serie 5977B están equipados con una bomba turbomolecular (turbo) y una variedad de cuatro bombas delanteras o una bomba de difusión combinada con una bomba delantera Pfeiffer DUO 2.5. Hay dos tipos de fuentes de EI, una fuente estándar de EI de acero inoxidable y una fuente de EI de extracción disponible en el modelo de MSD Inerte Plus. En una fuente de iones de CI, se incluye un sistema de control del flujo de reactivos, un sistema de calibración de CI y otras funciones necesarias del hardware. La etiqueta del número de serie muestra un número de producto (Tabla 1) que indica el tipo de MSD del que dispone.

Tabla 1 Bombas de alto vacío disponibles

| Nombre del modelo | Número de producto | Descripción | Modo/Tipo de ionización |
|------------------------------|--------------------|---------------------|--|
| Bomba de dif. de MSD 5977B | G7080B | Bomba de difusión | Ionización por impacto electrónico (EI)/Acero inoxidable |
| Bomba turbo de MSD 5977B | G7081B | Bomba turbo | Ionización por impacto electrónico (EI)/Acero inoxidable |
| MSD Inert+ 5977B EI turbo | G7077B | MSD con bomba turbo | Ionización por impacto electrónico (EI)/Extractor |
| MSD 5977B de EI/CI | G7078B | MSD con bomba turbo | Ionización por impacto electrónico (EI)/Extractor Ionización química/PCI, NCI |

Abreviaturas utilizadas

Las abreviaturas de la [Tabla 1](#) se utilizan en la descripción de este producto. Las recogemos aquí para su comodidad.

Tabla 2 Abreviaturas

| Abreviatura | Definición |
|-----------------------------|---|
| CA | Corriente alterna |
| ALS | Inyector automático de líquidos |
| BFB | Bromofluorobenceno (calibrante) |
| CI | Ionización química |
| CC | Corriente continua |
| DFTPP | Decafluorotifenilfosfina (calibrante) |
| DIP | Sonda de inserción directa |
| DS | Sistema de datos |
| EI | Ionización por impacto electrónico |
| Multiplicador de electrones | Multiplicador de electrones (detector) |
| EMV | Voltaje del multiplicador de electrones |
| EPC | Control electrónico de la neumática |
| eV | Electrovoltio |
| GC | Cromatógrafo de gases |
| HED | Dínodo de alta energía (se refiere al detector y su fuente de alimentación) |
| Inerte | Fuente estándar de EI construida a partir de materiales inertes |
| Inerte+ | Fuente extractora de EI construida a partir de materiales inertes |
| di | Diámetro interno |
| LAN | Red de área local |
| m/z | Relación masa/carga |

Tabla 2 Abreviaturas (continuación)

| Abreviatura | Definición |
|--------------------|--|
| MFC | Controlador del flujo másico |
| MSD | Detector selectivo de masas |
| NCI | CI negativa |
| OFN | Octafluoronaftaleno (calibrante) |
| PCI | CI positiva |
| PFDTD | Perfluoro-5,8-dimetil-3,6,9-trioxidodecano (calibrante) |
| PFHT | 2,4,6-tris(perfluoroheptilo)-1,3,5-triazina (calibrante) |
| PFTBA | Perfluorotributilamina (calibrante) |
| Quad | Filtro de masas del cuadrupolo |
| RF | Radiofrecuencia |
| RFPA | Amplificador de potencia de radiofrecuencia |
| Torr | Unidad de presión, 1 mm Hg |
| Turbo | Turbomolecular (bomba) |

MSD serie 5977B

El MSD serie 5977B es un detector de GC capilar independiente para su uso con un cromatógrafo de gases serie 7890B o 7820 de Agilent (Tabla 3). El MSD incorpora:

- Una interfase web del usuario (WUI) para la supervisión y el funcionamiento local del MSD.
- Una bomba turbo de vacío con una de cuatro bombas delanteras diferentes.
- Una bomba de difusión de vacío con una bomba delantera Pfeiffer DUO 2.5.
- Tres tipos diferentes de fuentes de ionización por impacto electrónico (EI) calentadas de forma independiente disponibles: fuente estándar tanto de acero inoxidable como de material inerte y fuente extractora.
- Modos que pueden actualizarse en el campo para ionización química (PCI/NCI) disponibles, que añaden una fuente de ionización química (CI), un controlador de flujo del gas reactivo y tuberías y calibración de ajustes de CI.
- Filtro de masas del cuadrupolo hiperbólico del MSD calentado de forma independiente.
- Detector del multiplicador de electrones con dínodo de alta energía (HED).
- Interfase GC/MSD del GC calentado de forma independiente.

Descripción física

La carcasa del MSD serie 5977B tiene, aproximadamente, 41 cm de altura, 30 cm de ancho y 54 cm de fondo. El peso es de 39 kg para los modelos con bomba de difusión, de 44 kg para la estructura principal de la bomba turbo estándar de EI y de 46 kg para la estructura principal de la bomba turbo de EI/CI. La bomba delantera (mecánica) pesa 11 kg (bomba estándar) adicionales y, por lo general, se encuentra en el suelo atrás del MSD.

Los componentes básicos del instrumento son los siguientes: bastidor/cubierta, sistema de vacío, interfase de GC, electrónica y analizador.

Medidor de vacío

El MSD puede estar equipado con un medidor de vacío (o este puede solicitarse). El software de adquisición de GC/MS MassHunter puede utilizarse para leer la presión (alto vacío) en el distribuidor de vacío. El funcionamiento del controlador del medidor se describe en este manual. El medidor es **necesario** para el funcionamiento de la ionización química (CI).

Tabla 3 Características del MSD serie 5977B

| Característica | | |
|--|------------------|---|
| Bomba de alto vacío | Difusión | Turbo |
| Flujo óptimo de columna de He mL/min | 1 | De 1 a 2 |
| Flujo máximo recomendado de gas, ml/min* | 1,5 | 4 |
| Flujo máximo de gas, ml/min† | 2 | 6,5 |
| di máximo de columna | 0,25 mm (30 m) | 0,53 mm (30 m) |
| Capacidad de CI‡ | No | Sí |
| Fuentes inertes de iones disponibles | Sí | Sí |
| Compatibilidad con GC | Serie 7890 | Serie 7890 |
| Sello de la punta de la interfase por separado | No | No |
| Bombas delanteras disponibles | Pfeiffer Duo 2.5 | Pfeiffer Duo 2.5, MVP-070-3, MVP-070-3C, IDP3 24V |
| Capacidad de DIP** (otro fabricante) | Sí | Sí |

* Flujo de gas total en el MSD: flujo de columna más flujo de gas reactivo (si procede). En función del uso de gas helio. El flujo máximo variará con otros gases.

† Se espera una degradación del rendimiento y la sensibilidad espectrales.

‡ Los modelos con bomba turbo pueden actualizarse en el campo a CI.

** Sonda de inserción directa.

Descripción del hardware del MSD

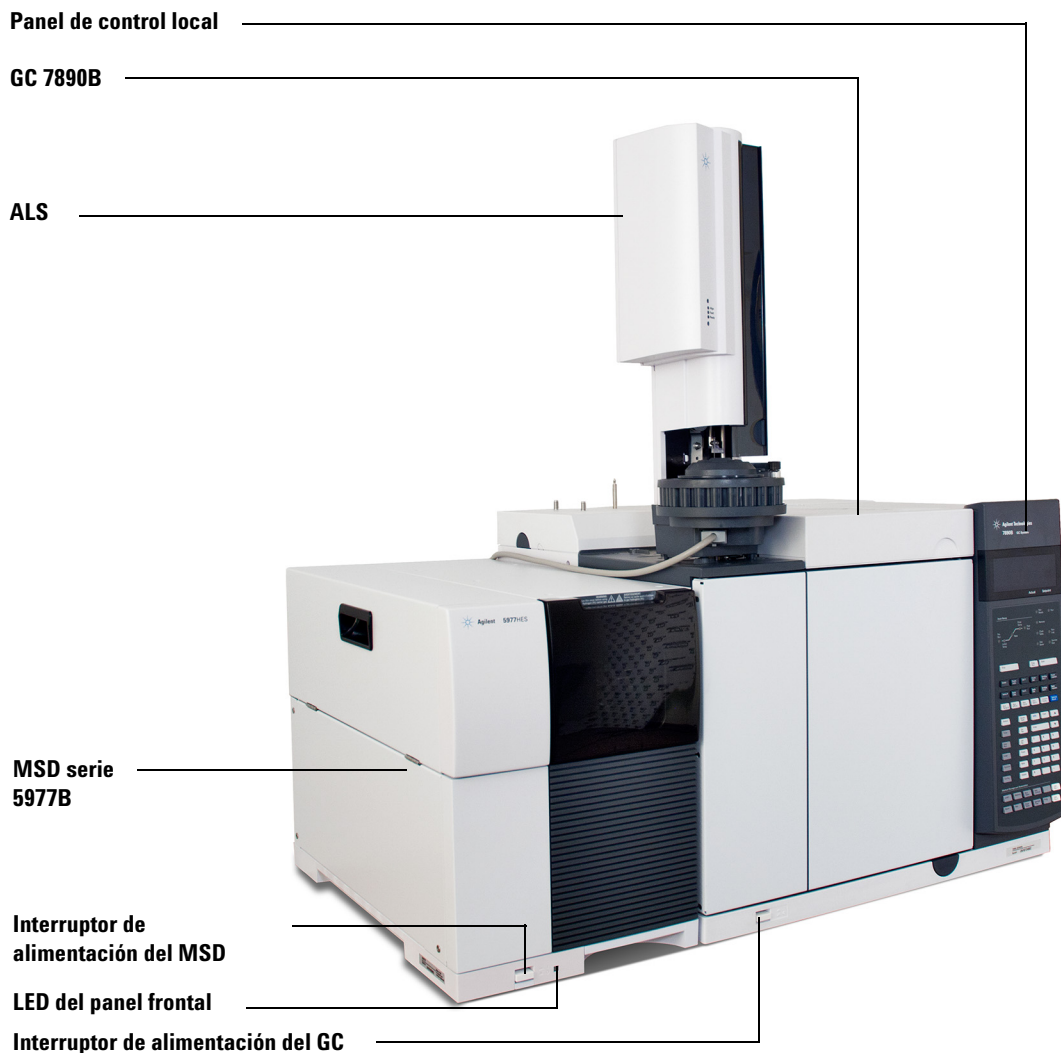


Figura 1 Sistema de GC/MSD serie 5977B, mostrado con el GC 7890B de Agilent

En este manual, el término “MSD de CI” hace referencia a los MSD G7078B y G7077B que fueron actualizados en el campo para el funcionamiento de CI. También se aplica, a menos que se indique lo contrario, a los módulos de flujo de estos instrumentos.

La actualización del hardware de CI permite que el MSD genere espectros de CI clásicos de alta calidad, que incluyen iones aductos moleculares. Es posible utilizar diversos gases reactivos. Para obtener más información, consulte [Capítulo 4](#), “Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)”.

La actualización en el campo del sistema CI serie 5977B aporta al MSD serie 5977B:

- Interfase GC/MSD EI/CI.
- Fuente de iones de CI con el nuevo sello de la punta de la interfase común que también puede ser utilizado con una fuente extractora de EI.
- Módulo de control de flujo del gas reactivo.
- Fuente de alimentación HED bipolar para el funcionamiento de PCI y NCI.

Se suministra y es **necesario** un purificador de gas metano/isobutano. Elimina oxígeno, agua, hidrocarburos y compuestos de sulfuro.

En el sistema, se integra un controlador del medidor de alto vacío (G3397B). Su uso es **necesario** para el MDS de CI y también está recomendado para EI.

Se ha optimizado el sistema de IC del MSD para alcanzar la presión relativamente alta de la fuente de iones de CI, necesaria para la CI y mantener a la vez el alto vacío en el cuadrupolo y el detector. Unos sellos especiales a lo largo del paso del flujo del gas reactivo y unos orificios muy pequeños en la fuente iónica mantienen los gases de la fuente en el volumen de ionización durante el tiempo suficiente para que se produzcan las reacciones apropiadas.

La interfase CI dispone de tuberías especiales para el gas reactivo. Un sello aislante de resorte se ajusta en el extremo de la interfase de GC/MSD.

El cambio entre las fuentes de iones de CI y EI tarda menos de una hora, aunque es necesario esperar de 1 a 2 horas para purgar las líneas de gas reactivo y acondicionar térmicamente el agua y otros contaminantes. El cambio de PCI a NCI precisa, aproximadamente, 2 horas para que se enfríe la fuente de iones.

Advertencias importantes de seguridad

Hay varios puntos importantes sobre seguridad que hay que tener presentes cuando se utiliza el MSD.

Muchas piezas internas del MSD tienen voltajes peligrosos

Si el MSD está conectado a una fuente de alimentación, incluso aunque esté apagado, existen voltajes potencialmente peligrosos en:

- El cableado entre el cable de alimentación del MSD y la fuente de alimentación de CA, la propia fuente de CA y el cableado entre la fuente de CA y el interruptor.

Con la corriente conectada, también existen voltajes peligrosos en:

- Todas las tarjetas electrónicas del instrumento.
- Los hilos y cables internos conectados a estas tarjetas.
- Los hilos de cualquier calentador (horno, detector, inyector o caja de válvulas).

ADVERTENCIA

Todas estas piezas están protegidas con cubiertas. Con las cubiertas colocadas, es difícil entrar en contacto accidentalmente con voltajes peligrosos. A menos que así se indique específicamente, no retire nunca una cubierta a no ser que el detector, el inyector o el horno estén apagados.

ADVERTENCIA

Si el aislante del cable de alimentación está deshilachado o desgastado, debe cambiarlo. Póngase en contacto con su representante de Agilent.

Si se produce un fallo en uno de los fusibles principales, el MSD ya estará apagado, pero debe apagar el MSD y desconectar el cable de alimentación. No es necesario permitir que entre aire en la cámara del analizador.

ADVERTENCIA

No sustituya nunca los fusibles principales mientras el MSD esté conectado a una fuente de alimentación.

Las descargas electrostáticas son una amenaza para la electrónica del MSD

Las tarjetas de circuitos impresos del MSD pueden resultar dañadas por las descargas electrostáticas. No toque ninguna de las tarjetas a no ser que sea absolutamente necesario. Si tiene que manipularlas, utilice una muñequera antiestática y tome otras precauciones contra la electricidad estática.

Muchas piezas tienen temperaturas peligrosas

Muchas piezas del GC/MSD funcionan a temperaturas lo suficientemente altas como para provocar quemaduras graves. Estas piezas incluyen, aunque no se limitan a:

- Los inyectores de GC.
- El horno de GC y sus contenidos, incluidos las tuercas de columna que fijan la columna a un inyector de GC, una interfase de GC/MS o un detector de GC.
- El detector de GC.
- La caja de válvulas de GC.
- La bomba delantera.
- La bomba de difusión.
- La fuente de iones, la interfase y el cuadrupolo de MSD calentados.

Siempre se deben enfriar estas áreas del sistema a temperatura ambiente antes de trabajar en ellas. Se enfriarán más rápidamente si primero fija la temperatura de la zona calentada a la temperatura ambiente. Apague la zona después de haber alcanzado este valor. Si debe realizar mantenimiento en las piezas calientes, utilice una llave y póngase guantes. Siempre que sea posible, enfríe la parte del instrumento en la que vaya a trabajar antes de empezar.

ADVERTENCIA

Tenga cuidado cuando trabaje detrás del instrumento. Durante los ciclos de refrigeración, el GC emite gases de escape calientes que pueden provocar quemaduras.

ADVERTENCIA

El aislamiento alrededor de los inyectores, los detectores, la caja de válvulas y las caperuzas de aislamiento de GC está fabricado a partir de fibras de cerámica refractaria. Para evitar inhalar partículas de fibra, se recomiendan los siguientes procedimientos de seguridad: ventile el área de trabajo; utilice mangas largas, guantes, gafas de seguridad y un respirador desechable para polvo/humos; deseche el material aislante en una bolsa de plástico sellada; después de manipular el aislante, lávese las manos con un jabón suave y agua fría.

La bandeja de recogida de aceite de la bomba delantera estándar puede ser un peligro de incendio

Los trapos con aceite, toallas de papel y absorbentes similares en la bandeja de aceite podrían inflamarse y dañar la bomba y otras piezas del MSD.

ADVERTENCIA

Los materiales combustibles (o lubricantes inflamables y no inflamables) colocados debajo, encima o alrededor de la bomba delantera (mecánica) pueden constituir un peligro de incendio. Mantenga limpia la bandeja y no deje en ella ningún material absorbente, como toallas de papel.

Seguridad para el hidrógeno

ADVERTENCIA

El empleo de hidrógeno como gas portador del GC es potencialmente peligroso.

ADVERTENCIA

Cuando se usa hidrógeno (H_2) como gas portador o gas combustible, hay que tener en cuenta que el gas hidrógeno puede entrar dentro del horno del GC y generar riesgos de explosión. Por ello, hay que asegurarse de que la fuente está desactivada hasta que se hayan hecho todas las conexiones, y de que los adaptadores de columna del detector y del inyector en todo momento están o bien conectados a una columna, o bien tapados, mientras se suministra hidrógeno al instrumento.

El hidrógeno es inflamable. Las fugas, si ocurren en un espacio cerrado, pueden provocar un incendio o una explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno, se debe comprobar si hay fugas en las conexiones, líneas y válvulas antes de usar el instrumento. Hay que cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar con el instrumento.

El hidrógeno suele utilizarse como gas portador del GC. El hidrógeno es potencialmente explosivo y tiene otras características peligrosas:

- El hidrógeno es combustible en una amplia gama de concentraciones. A presión atmosférica, es combustible a concentraciones de entre el 4 % y el 74,2 % por volumen.
- El hidrógeno presenta la velocidad de combustión más elevada de todos los gases.
- El hidrógeno tiene una energía de ignición muy baja.
- El hidrógeno, que se expande rápidamente a alta presión, puede inflamarse por sí solo.
- El hidrógeno se quema con una llama que no es luminosa, la cual puede ser invisible bajo la luz brillante.

Precauciones de GC

Si se utiliza hidrógeno como gas portador, debe retirarse la tapa de plástico redonda de la línea de transferencia de MSD que hay en el panel izquierdo del GC. En el improbable caso de una explosión, esta tapa podría salir disparada.

Peligros exclusivos del funcionamiento del GC/MSD

El hidrógeno presenta múltiples riesgos. Algunos son de tipo general, mientras que otros son exclusivos del funcionamiento del GC o el GC/MSD. Entre ellos se incluyen, aunque sin limitarse a ellos:

- Combustión de hidrógeno que se fuga.
- Combustión debido a una expansión rápida del hidrógeno de un cilindro de alta presión.
- Acumulación de hidrógeno en el horno del GC y combustión posterior (consulte la documentación del GC y la etiqueta que se encuentra en el borde superior de la puerta del horno de GC).
- Acumulación de hidrógeno en el MSD y combustión posterior.

Acumulación de hidrógeno en un MSD

ADVERTENCIA

El MSD no puede detectar fugas en las corrientes de entrada y/o salida de gas del detector. Por esta razón, es vital que los adaptadores de columnas estén siempre conectados a una columna o tengan un tapón instalado.

Todos los usuarios deben ser conscientes de los mecanismos que pueden causar la acumulación de hidrógeno (Tabla 3 en la página 24) y estar al tanto de las precauciones a tomar si saben o sospechan que se ha acumulado hidrógeno. Estos mecanismos se aplican a **todos** los espectrómetros de masas, incluido el MSD.

Tabla 4 Mecanismos de acumulación de hidrógeno

| Mecanismo | Resultados |
|--|--|
| Espectrómetro de masas apagado | Un espectrómetro de masas puede apagarse de forma deliberada. También puede desconectarse accidentalmente por un fallo interno o externo. Hay una característica de seguridad que cortará el flujo del gas portador en caso de que se apague la bomba delantera del MSD. Sin embargo, si se produce un fallo en esta característica, el hidrógeno puede acumularse lentamente en el espectrómetro de masas. |
| Válvulas cerradas de cierre automáticas del espectrómetro de masas | Algunos espectrómetros de masas están equipados con válvulas de cierre automáticas con bombas de difusión. En estos instrumentos, una acción deliberada del operador o varios fallos pueden provocar el cierre de las válvulas. Este cierre no corta el flujo del gas portador. Como resultado, el hidrógeno puede acumularse lentamente en el espectrómetro. |
| Válvulas cerradas de cierre manuales del espectrómetro de masas | Algunos espectrómetros de masas están equipados con válvulas de cierre manuales con bombas de difusión. En estos instrumentos, el operador puede cerrar las válvulas. Este cierre no corta el flujo del gas portador. Como resultado, el hidrógeno puede acumularse lentamente en el espectrómetro. |
| GC apagado | Un GC puede apagarse de forma deliberada. También puede desconectarse accidentalmente por un fallo interno o externo. Cada GC reacciona de forma distinta. Si se apaga un GC serie 7890 equipado con control electrónico de la presión (EPC), el EPC detiene el flujo del gas portador. Si el flujo portador del GC no está controlado con EPC, el flujo aumenta al máximo. Este flujo puede ser superior al que pueden bombear algunos espectrómetros de masas, dando como resultado una acumulación de hidrógeno en el espectrómetro. Si se apaga el espectrómetro de masas a la vez, la acumulación puede ser bastante rápida. |
| Fallo eléctrico | Si falla la alimentación, tanto el GC como el espectrómetro de masas se apagan. El gas portador, sin embargo, no se corta necesariamente. Como ya se ha indicado, en algunos GC un fallo eléctrico puede provocar que el flujo del gas portador aumente al máximo. Como resultado, el hidrógeno puede acumularse en el espectrómetro. |

ADVERTENCIA

Una vez acumulado el hidrógeno en el espectrómetro de masas, es necesario un cuidado extremo para retirarlo. La puesta en marcha de un espectrómetro lleno de hidrógeno puede causar una explosión.

ADVERTENCIA

Tras un fallo eléctrico, el espectrómetro de masas puede ponerse en marcha y comenzar el proceso de bombeo por sí mismo. Esto no garantiza que se haya eliminado todo el hidrógeno del sistema, ni que haya desaparecido el peligro de explosión.

Precauciones

Tome las siguientes precauciones cuando utilice un sistema GC/MSD con gas portador hidrógeno.

Precaución con el equipo

DEBE asegurarse de que el tornillo de la placa frontal está apretado a mano. No lo apriete excesivamente, ya que puede causar fugas de aire.

ADVERTENCIA

Si no se fija el MSD como se ha indicado con anterioridad, aumentará en gran medida el riesgo de sufrir lesiones personales en caso de una explosión.

La tapa de plástico debe retirarse por encima de la ventana de vidrio de la parte frontal del MSD serie 5977B. En el improbable caso de una explosión, esta tapa podría salir disparada.

Precauciones generales en el laboratorio

- Evite fugas en las líneas del gas portador. Utilice con regularidad un equipo de control de fugas de hidrógeno.
- Elimine del laboratorio todas las fuentes de ignición que sea posible (llamas sin protección, dispositivos que puedan generar chispas, fuentes de electricidad estática, etc.).
- No permita la emisión de hidrógeno directamente a la atmósfera desde un cilindro de alta presión (peligro de ignición automática).
- Emplee un generador de hidrógeno en lugar de hidrógeno embotellado.

Precauciones durante el funcionamiento

- Cierre el suministro de hidrógeno siempre que apague el GC o el MSD.
- Cierre el suministro de hidrógeno siempre que purgue el MSD (no caliente la columna capilar sin flujo de gas portador).
- Cierre el suministro de hidrógeno siempre que se cierren las válvulas de cierre de un MSD (no caliente la columna capilar sin flujo de gas portador).
- Cierre el suministro de hidrógeno si se produce un fallo eléctrico.
- Si se produce un fallo eléctrico mientras el sistema GC/MSD funciona sin supervisión, incluso si el sistema ha vuelto a ponerse en marcha por sí mismo:
 - 1 Cierre inmediatamente la fuente de suministro de hidrógeno.
 - 2 Apague el GC.
 - 3 Apague el MSD y déjelo enfriar durante 1 hora.
 - 4 Elimine **todas** las fuentes potenciales de ignición de la habitación.
 - 5 Abra el distribuidor de vacío del MSD a la atmósfera.
 - 6 Espere al menos 10 minutos para que se disipe el hidrógeno.
 - 7 Ponga en marcha el GC y el MSD de la forma habitual.


Cuando use gas hidrógeno compruebe la existencia de fugas en el sistema para evitar posibles riesgos de incendio o explosión de acuerdo con los requisitos de seguridad e higiene medioambientales. Compruebe siempre la existencia de fugas después de cambiar un depósito o reparar las líneas de gas. Asegúrese siempre de que tanto el escape de la bomba delantera como la ventilación del puerto de inyección del GC se ventean a una campana extractora.

Certificaciones reglamentarias y de seguridad

El MSD serie 5977B cumple los siguientes estándares de seguridad:

- Canadian Standards Association (CSA): CAN/CSA-C222 No. 61010-1-04
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): UL 61010-1
- Comisión Electrotécnica Internacional (IEC, International Electrotechnical Commission): 61010-1
- EuroNorm (EN): 61010-1

El MSD 5977B cumple las siguientes normativas sobre compatibilidad electromagnética (EMC) e interferencia de radiofrecuencia (RFI):

- CISPR 11/EN 55011: grupo 1, clase A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ 

Este dispositivo ISM cumple la normativa canadiense ICES-001. Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.



El MSD serie 5977B está diseñado y fabricado con un sistema de calidad registrado en ISO 9001.

El MSD serie 5977B cumple con la normativa RUSP.

Información

El MSD serie 5977B de Agilent Technologies cumple las siguientes normas de la IEC (International Electrotechnical Commission): equipo clase I, equipo de laboratorio, categoría de instalación II, grado de contaminación 2.

Esta unidad ha sido diseñada y probada de conformidad con estándares de seguridad reconocidos para su uso en interiores. Si se utiliza el instrumento de manera diferente a la especificada por el fabricante, puede invalidar la protección que proporciona el instrumento. Cuando se vea comprometida la protección de seguridad del MSD, desconecte la unidad de todas las fuentes de alimentación y asegúrese de que no se va a utilizar el equipo.

Para la realización de tareas de servicio o mantenimiento, diríjase al personal cualificado. La sustitución de piezas o las modificaciones no autorizadas en el instrumento pueden comprometer su seguridad.

Símbolos

Las advertencias expuestas en este manual o en el instrumento deben respetarse durante todas las fases de funcionamiento, servicio y reparación del instrumento. El no seguimiento de estas precauciones invalida los estándares de seguridad del diseño y el uso previsto de este instrumento. Agilent Technologies no se responsabiliza del incumplimiento por parte del cliente de estos requisitos.

Consulte la documentación suministrada para obtener más información.



Indica una superficie caliente.



Indica voltajes peligrosos.



Indica una toma de tierra.



Indica posible peligro de explosión.



o bien,



Indica peligro de radioactividad.



Indica peligro de descarga electrostática.



Indica que no debe tirar este producto eléctrico/electrónico con los residuos domésticos.



Compatibilidad electromagnética

Este dispositivo cumple los requisitos de CISPR 11. El funcionamiento está sujeto a las siguientes dos condiciones:

- No puede provocar interferencias peligrosas.
- Debe aceptar toda interferencia recibida, incluidas aquellas que puedan provocar un funcionamiento no deseado.

Si el equipo provoca interferencias peligrosas frente a la recepción de radio o televisión, lo cual puede determinarse encendiendo y apagando el aparato, se insta al usuario a tomar una o varias de las siguientes medidas:

- 1 Posicionar de nuevo la radio o la antena.
- 2 Alejar el equipo de la radio o televisión.
- 3 Enchufar el equipo a una toma eléctrica diferente, de manera que el equipo y la radio o televisión estén en circuitos eléctricos separados.
- 4 Asegúrese de que todos los dispositivos periféricos estén certificados.
- 5 Asegúrese de utilizar cables apropiados para conectar el dispositivo al equipo periférico.
- 6 Consulte al distribuidor del equipo a Agilent Technologies o a un técnico experimentado si necesita ayuda.
- 7 Los cambios o modificaciones no aprobados expresamente por Agilent Technologies podrían anular la autoridad del usuario para manejar el equipo.

Declaración de emisión de sonido

Presión acústica

Presión de sonido $L_p < 70$ dB de acuerdo con EN 27779:1991.

Presión de sonido $L_p < 70$ dB de acuerdo con ISO 3744:1995.

Limpieza/Reciclado del producto

Para limpiar la unidad, desconecte la alimentación y limpie con un paño humedecido sin pelusa. Para su reciclado, póngase en contacto con la oficina de ventas local de Agilent.

Vertido de líquidos

No vierta líquidos en el MSD.

Transporte o almacenamiento del MSD

La mejor forma de mantener el correcto funcionamiento del MSD es mantenerlo bombeado y caliente, con flujo de gas portador. Si tiene la intención de trasladar o almacenar el MSD, se precisan unas cuantas precauciones adicionales. El MSD debe estar vertical en todo momento, lo que requiere especial cuidado cuando se traslada. El MSD no debe purgarse a la atmósfera durante periodos prolongados.

Sustituir los fusibles principales

Materiales necesarios

- Fusible, T12.5A, 250 V (2110-1398): se necesitan 2.
- Destornillado de filo plano (8730-0002).

El motivo más probable de fallos de los fusibles principales es un problema con la bomba delantera. Si se produce un fallo de los fusibles principales del MSD, compruebe la bomba delantera.

Procedimiento

- 1 Purgue el MSD y desconecte el cable eléctrico de la toma de corriente.

Si se produce un fallo en uno de los fusibles principales, el MSD ya estará apagado, pero debe apagar el MSD y desconectar el cable de alimentación. No es necesario permitir que entre aire en la cámara del analizador.

ADVERTENCIA

No sustituya nunca los fusibles principales mientras el MSD esté conectado a una fuente de alimentación.

ADVERTENCIA

Si se está utilizando hidrógeno como gas portador de GC, es posible un corte de corriente que permita que se acumule en la cámara del analizador. En este caso, se necesitan tomar más precauciones. Consulte la sección “Seguridad para el hidrógeno” en la página 22.

- 2 Gire uno de los portafusibles ([Figura 2](#) en la página 32) en el sentido contrario a las agujas del reloj hasta que se salga. Los portafusibles tienen resortes.
- 3 Extraiga el fusible viejo del portafusible.
- 4 Instale un fusible nuevo en el portafusible.
- 5 Vuelva a instalar el portafusible.

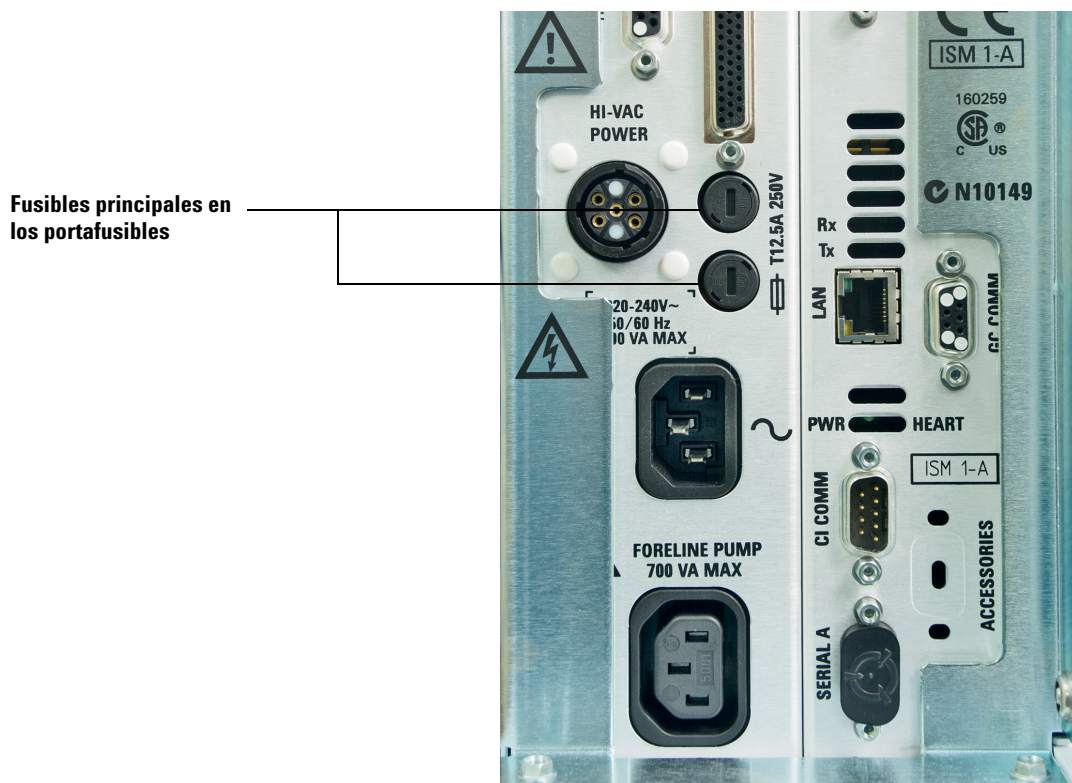
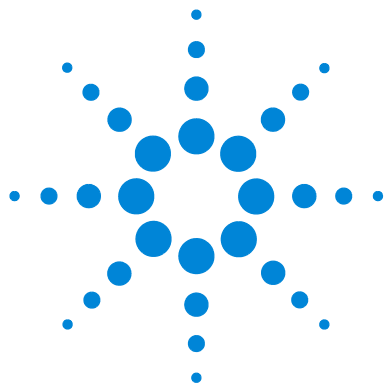


Figura 2 Fusibles principales

- 6 Repita los pasos del 3 al 5 para el otro fusible. Sustituya siempre ambos fusibles.
- 7 Vuelva a conectar el cable de alimentación del MSD a la toma de corriente eléctrica.
- 8 Bombee el MSD.



2 Instalación de columnas GC

Columnas 34

Instalar una columna capilar en un inyector split/splitless 37

Acondicionar una columna capilar 41

Instalar una columna capilar en la interfase de GC/MS mediante la tuerca de columna de autoapriete 43

Instalar una columna capilar en la interfase de GC/MS mediante una tuerca estándar para columnas 48

Antes de hacer funcionar el sistema de GC/MSD, debe seleccionar Instalar y acondicionar una columna de GC. Este capítulo le muestra cómo instalar y acondicionar una columna. Para seleccionar la columna y el flujo correctos, debe saber el tipo de sistema de vacío del que dispone su MSD.



Columnas

Se pueden utilizar muchos tipos de columnas GC con el MSD, pero hay algunas restricciones.

Durante la sintonización o la adquisición de datos, la velocidad de flujo de la columna que entra al MSD no debe superar el flujo máximo recomendado. Por consiguiente, hay límites en cuanto a la longitud, el diámetro y al flujo de la columna. Si se sobrepasa el flujo recomendado, el resultado es la degradación del rendimiento de los espectros de masas y la sensibilidad.

Recuerde que los flujos de la columna varían mucho con la temperatura del horno. Consulte “[Calibrar la velocidad lineal del flujo de la columna](#)” en la página 80, para obtener instrucciones sobre cómo medir el flujo real de la columna. Utilice el software de cálculo de flujo y la [Tabla 4](#) para determinar si una columna específica proporcionará un flujo aceptable con una presión razonable del cabezal.

Tabla 4 Flujos de gas

| Característica | | |
|---|-------------------|-------------------|
| Bomba de alto vacío | Difusión | Turbo |
| Flujo óptimo de columna de He mL/min | 1 | De 1 a 2 |
| Flujo máximo de gas recomendado mL/min* | 1,5 | 4 |
| Flujo máximo de gas, mL/min† | 2 | 6,5 |
| di máximo de columna | 0,53 mm (30 m) | 0,53 mm (30 m) |
| Capacidad de CI | No | Si |

* Flujo de gas total en el MSD: flujo de columna más flujo de gas reactivo (si procede). En función del uso de gas helio. El flujo máximo variará con otros gases.

† Se espera una degradación del rendimiento y la sensibilidad espectrales.

Acondicionamiento de columnas

El acondicionamiento de una columna antes de conectarla al GC/MSD es esencial. Consulte la sección “[Acondicionar una columna capilar](#)” en la página 41.

Con frecuencia, una porción pequeña de la fase estacionaria de la columna capilar es arrastrada por el gas portador. Esto es lo que se denomina sangrado de columna. El sangrado de columna deposita trazas de la fase estacionaria en la fuente de iones del MSD. Esto disminuye la sensibilidad del MSD y hace que resulte necesario la limpieza de la fuente de iones.

El sangrado de columna es más común en las columnas nuevas o mal entrecruzadas. Es mucho peor que haya trazas de oxígeno en el gas portador cuando se calienta la columna. Para reducir al mínimo el sangrado de columna, todas las columnas capilares deberían acondicionarse **antes** de ser instaladas en la interfase de GC/MSD.

Acondicionamiento de férulas

Calentar las férulas unas cuantas veces antes de instalarlas hasta la temperatura máxima que van a alcanzar durante su funcionamiento puede reducir el sangrado químico de las mismas. Someter a las férulas a ciclos térmicos hasta la temperatura máxima de funcionamiento antes de ejecutar la aplicación ayudará a reducir las fugas del conjunto.

Consejos y sugerencias

- Los procedimientos de instalación de la columna para los MSD serie 5977B puede ser diferente del utilizado para la mayoría de los MSD anteriores. Si se sigue el procedimiento de otro instrumento, es posible que **no** funcione y se puede dañar la columna o el MSD.
- Utilice siempre un gas portador con una pureza de al menos el 99,9995 %
- Debido a la expansión térmica, las férulas nuevas se pueden aflojar tras calentarse y enfriarse unas cuantas veces. Compruebe que están apretadas después de dos o tres ciclos de calentamiento. o utilice las tuercas de columna de autoapriete.
- Póngase siempre unos guantes limpios cuando manipule las columnas, especialmente el extremo que se va a insertar en la interfase GC/MSD.

ADVERTENCIA

Si está usando hidrógeno como gas portador, no abra el flujo del mismo hasta que la columna esté instalada en el MSD y el MSD se haya bombeado. Si las bombas de vacío están cerradas, el hidrógeno se acumulará en el MSD y puede producirse una explosión. Consulte la sección “[Seguridad para el hidrógeno](#)” en la página 22.

ADVERTENCIA

Póngase siempre unas gafas de seguridad cuando manipule las columnas capilares. Preste atención para no pincharse con la punta de la columna.

Instalar una columna capilar en un inyector split/splitless



Materiales necesarios

- Guantes, limpios
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Regla métrica
- Llave fija, 1/4 pulgadas y 5/16 pulgadas (8710-0510)
- Columna capilar
- Cortador de columnas, cerámica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Férrulas
 - di de 0,27 mm para columnas con un di de 0,10 mm (5062-3518)
 - di de 0,37 mm para columnas con un di de 0,20 mm (5062-3516)
 - di de 0,40 mm para columnas con un di de 0,25 mm (5181-3323)
 - di de 0,5 mm para columnas con un di de 0,32 mm (5062-3514)
 - di de 0,8 mm para columnas con un di de 0,53 mm (5062-3512)
- Tuerca de la columna del inyector (5181-8830 para la serie 7890 y 7820 de Agilent)
- Lupa
- Septum (puede ser un septum de inyector usado)

Para instalar columnas en otros tipos de inyectores, consulte la Información del usuario del cromatógrafo de gases.

ADVERTENCIA

El GC funciona a altas temperaturas. A fin de evitar quemaduras, no toque las piezas del GC hasta que esté seguro de que se han enfriado.

ADVERTENCIA

Póngase siempre unas gafas de seguridad cuando manipule las columnas capilares. Preste atención para no pincharse con la punta de la columna.

PRECAUCIÓN

Use siempre guantes limpios cuando manipule cualquier pieza que se coloca dentro del GC o de las cámaras del analizador.

Procedimiento

- 1 Enfríe el horno y el inyector a temperatura ambiente.
- 2 Con guantes limpios, presione la columna a través del septum (esto conlleva un poco de presión). Luego, inserte una tuerca de columna y una ferrula acondicionada en el extremo libre de la columna (Figura 3). El extremo cónico de la ferrula debería estar dirigido hacia el lado opuesto de la tuerca de la columna.

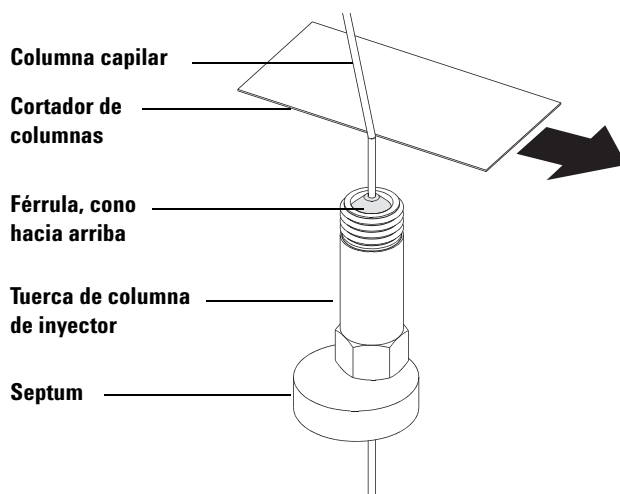


Figura 3 Acondicionamiento de una columna capilar para su instalación

- 3 Utilice el cortador de columnas para hacer unos cortes en la columna a 2 cm o más del extremo.
- 4 Mientras sostiene la columna, quieb্রে el extremo de la columna en el corte.
- 5 Revise el extremo para ver si los bordes están dentados o con rebaba. Si el quieb্রে no es limpio y uniforme, repita los pasos 3 y 4.
- 6 Limpie el exterior del extremo libre de la columna con un paño sin pelusa humedecido con metanol.

- 7 Coloque la columna de forma que sobresalga de 4 a 6 mm del extremo de la férula (Figura 4).

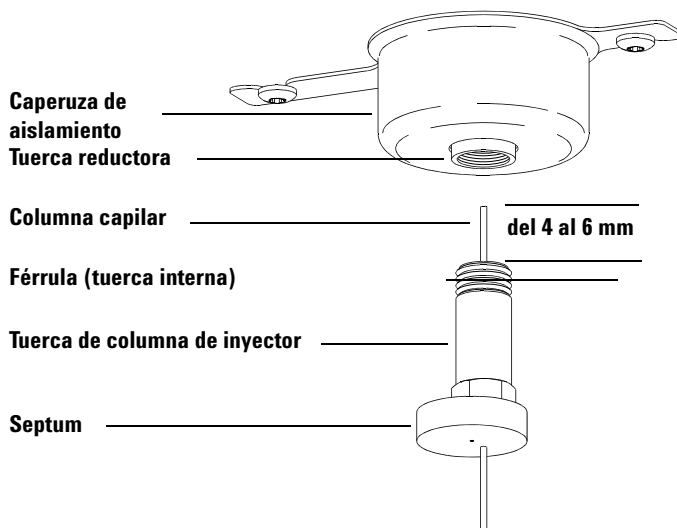


Figura 4 Instalación de una columna capilar en un inyector split/splitless

- 8 Inserte el septum hasta la parte inferior de la tuerca para fijar la longitud correcta de inserción de la columna.
- 9 Inserte la columna en el inyector.
- 10 Deslice la tuerca hacia arriba de la columna hasta la base del inyector y apriétela con la mano.
- 11 Ajuste la posición de la columna de forma que el septum esté nivelado con la parte inferior de la tuerca de la columna.
- 12 Apriete la tuerca de la columna de 1/4 a 1/2 vuelta más. La columna no debería deslizarse con un tirón suave.
- 13 Abra el flujo del gas portador.
- 14 Compruebe el flujo sumergiendo el extremo libre de la columna en isopropanol. Observe si hay burbujas.

Consulte también

Para obtener más información sobre cómo instalar una columna capilar, consulte *Optimizar inyecciones splitless en el GC para análisis de MS de alta eficacia*, número de publicación 5988-9944EN de Agilent Technologies.

Acondicionar una columna capilar



Materiales necesarios

- Gas portador (99,9995 % puro como mínimo)
- Llave fija, 1/4 pulgadas y 5/16 pulgadas (8710-0510)

ADVERTENCIA

No acondicione la columna capilar con hidrógeno. La acumulación de hidrógeno en el horno de GC puede producir una explosión. Si piensa usar hidrógeno como gas portador, acondicione primero la columna con un gas inerte ultrapuro (99,999 % como mínimo), como el helio, el nitrógeno o el argón.

ADVERTENCIA

El CG funciona a temperaturas elevadas. Para evitar quemaduras, no toque ninguna pieza del GC a menos que esté seguro de que se han enfriado.

Procedimiento

- 1 Instale la columna en el inyector de GC. (Consulte la sección “[Instalar una columna capilar en un inyector split/splitless](#)” en la página 37).
- 2 Establezca una velocidad mínima de 30 cm/seg., o lo que recomiende el fabricante de la columna. Deje que el gas portador fluya a través de la columna a temperatura ambiente durante 15 a 30 minutos, a fin de extraer el aire.
- 3 Cambie la programación del horno de la temperatura ambiente al límite máximo de temperatura para la columna.
- 4 Aumente la temperatura a una velocidad de 10 a 15 °C/min.
- 5 Mantenga a temperatura máxima durante 30 minutos.

PRECAUCIÓN

No sobrepase la temperatura máxima de la columna, ya sea en la interfase de GC/MS, el horno del GC o el inyector.

2 Instalación de columnas GC

- 6 Configure la temperatura del horno de GC a 30 °C y espere a que el GC esté listo.
- 7 Acople la columna a la interfase de GC. (Consulte la sección “[Instalar una columna capilar en la interfase de GC/MS mediante la tuerca de columna de autoapriete](#)” en la página 43).

Instalar una columna capilar en la interfase de GC/MS mediante la tuerca de columna de autoapriete



Este procedimiento es para la instalación de una columna capilar directamente en un analizador mediante la tuerca de columna de autoapriete recomendada de Agilent.

GC serie 7890 de Agilent

Materiales necesarios

- Sello de la punta de la interfase común (G3870-20542) para usar con las fuentes de CI e Inerte+ EI cuando se instala una línea de transferencia de CI (consulte [Figura 5](#))
- Resorte del sello de punta (G7005-20024)
- Cortador de columnas, cerámica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Linterna
- Lupa
- Guantes, limpios
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Tuerca de columna de autoapriete para interfase de GC/MS (5190-5233)
- Férrulas, Vespel
 - di de 0,27 mm para columnas con un di de 0,10 mm (5062-3518)
 - di de 0,37 mm para columnas con un di de 0,20 mm (5062-3516)
 - di de 0,40 mm para columnas con un di de 0,25 mm (5181-3323)
 - di de 0,5 mm para columnas con un di de 0,32 mm (5062-3514)
 - di de 0,8 mm para columnas con un di de 0,53 mm (5062-3512)
- Septum (puede ser un septum de inyector usado)
- Gafas de seguridad

PRECAUCIÓN

Use siempre guantes limpios cuando manipule cualquier pieza que se coloca dentro del GC o de las cámaras del analizador.

Procedimiento

- 1 Acondicione la columna (Consulte la sección “[Acondicionar una columna capilar](#)” en la página 41).

ADVERTENCIA

El analizador, la interfase GC/MS y otros componentes de la cámara del analizador alcanzan temperaturas muy altas durante su funcionamiento. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

ADVERTENCIA

Dentro de la cámara del analizador existen voltajes peligrosos, lo que puede producir una lesión mortal. No abra la cámara del analizador por ningún motivo. Si alguna vez es necesario el acceso, el personal de servicio capacitado debe desconectar primero el instrumento de la fuente de alimentación del edificio.

- 2 Si no se utiliza Quick Swap, purgue el MS. Para purgar el MS, consulte “[Purgar el MSD](#)” en la página 96.

ADVERTENCIA

El CG funciona a temperaturas elevadas. Para evitar quemaduras, no toque ninguna pieza del GC hasta que esté seguro de que se han enfriado.

- 3 Inserte una tuerca de interfase y una férrula acondicionada en el extremo libre de la columna GC. El extremo cónico de la férrula debe estar orientado hacia la tuerca.
- 4 Utilice el cortador de columnas para hacer unos cortes en la columna a 2 cm del extremo.
- 5 Mientras sujeta la columna con el dedo pulgar contra el cortador, pártala contra el extremo del cortador.
- 6 Revise el extremo para ver si los bordes están dentados o con rebaba. Si el quiebre no es limpio y uniforme, repita los pasos 4 y 5.

- 7 Limpie el extremo con alcohol.
- 8 Inserte la columna en la interfase de GC/MS. Ajuste la columna para que sobresalga esta distancia especificada del extremo de la línea de transferencia.

Para la instalación de una fuente de EI (Figura 5), la columna sobresale de 1 a 3 mm.

Para la instalación de una fuente de CI, la columna sobresale alrededor de 1 mm.

Utilice la linterna y la lupa, si fuera necesario, para ver el extremo de la columna dentro de la cámara del analizador. No utilice el dedo para encontrar el extremo de la columna.

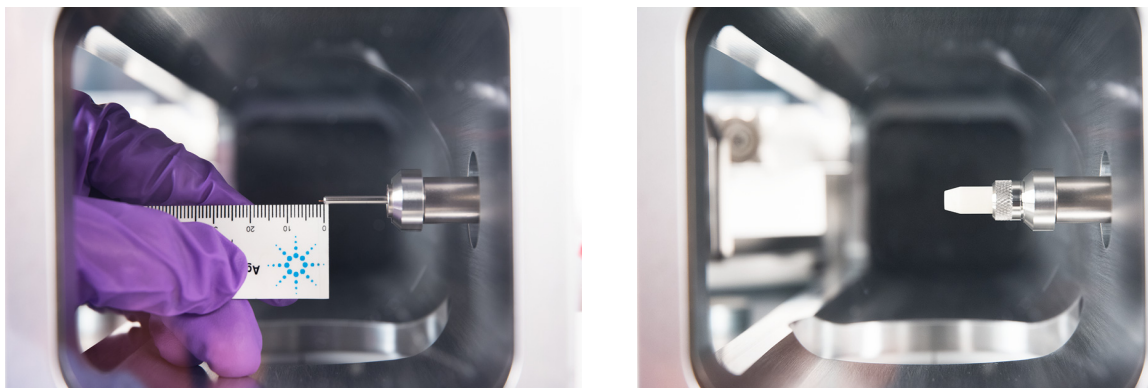


Figura 5 Instalación de una columna capilar en la interfase de GC/MS para una fuente de EI

- 9 Apriete la tuerca con la mano. Asegúrese de que la posición de la columna no cambia al apretar la tuerca.
- 10 Apriete la tuerca en sentido de las agujas del reloj. Continúe apretando hasta que sienta que la férula esté sujeta la columna.
- 11 Revise el horno del GC para asegurarse de que la columna no está tocando las paredes.



Figura 6 Instalación de una columna capilar en la interfase de GC/MS

PRECAUCIÓN

Tenga cuidado cuando coloca la punta del aislamiento en el extremo de la interfase de GC/MS, a fin de no dañar la columna.

- 12 Instale la punta del aislamiento en el extremo de la interfase de GC/MS. Para la interfase de GC/MS de IC y la interfase de GC/MS de EI con una fuente extractora de EI (**Figura 5**), instale el resorte del sello de la punta, luego alinee e inserte con suavidad la punta con tuerca estriada sobre el extremo de la columna y atornille la tuerca estriada al extremo de la interfase. Para la interfase de GC/MS de EI con una fuente de EI estándar o inerte, no es necesario utilizar un sello de punta.

- 13** Compruebe *con suavidad* la alineación de la fuente de iones y el sello de la punta de interfase.

Cuando la fuente de iones esté correctamente alineada, podrá cerrar la cámara frontal del analizador completamente sin resistencia, salvo por la presión del resorte de la punta de la interfase.

PRECAUCIÓN

Forzar la puerta del analizador para que se cierre cuando están mal alineadas estas piezas dañará el sello, la interfase o la fuente iónica, o bien, impedirá el sellado de la placa lateral.

-
- 14** Puede alinear la fuente de iones y el sello de punta de la interfase haciendo un ligero movimiento de vibración en la placa lateral sobre su bisagra. Si la puerta sigue sin cerrarse, póngase en contacto con su representante de Agilent Technologies.
- 15** Cierre la puerta de la cámara del analizador. (Consulte la sección “[Cerrar la cámara del analizador](#)” en la página 179).

Instalar una columna capilar en la interfase de GC/MS mediante una tuerca estándar para columnas



Este procedimiento es para la instalación de una columna capilar directamente en un analizador. Hay dos tipos de tuercas de la columna que pueden utilizarse en la interfase de GC/MS: la tuerca estándar para columnas que se explica aquí y la tuerca de columna de autoapriete que se explica en la sección siguiente.

Materiales necesarios

- Sello de la punta de la interfase común (G3870-20542) para usar con las fuentes de CI e Inerte+ EI cuando se instala una línea de transferencia de CI (consulte [Figura 5](#))
- Resorte del sello de punta (G7005-20024)
- Cortador de columnas, cerámica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Linterna
- Lupa
- Guantes, limpios
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Tuerca de la columna de la interfase (05988-20066)
- Férrulas
 - di de 0,3 mm para columnas con un di de 0,10 mm (5062-3507)
 - di de 0,4 mm para columnas con un di de 0,20 y 0,25 mm (5062-3508)
 - di de 0,5 mm para columnas con un di de 0,32 mm (5062-3506)
 - di de 0,8 mm para columnas con un di de 0,53 mm (5062-3512)
- Septum (puede ser un septum de inyector usado)
- Gafas de seguridad
- Llave fija, 1/4 pulgadas y 5/16 pulgadas (8710-0510)

Procedimiento

PRECAUCIÓN

Use siempre guantes limpios cuando manipule cualquier pieza que se coloca dentro del GC o de las cámaras del analizador.

ADVERTENCIA

El analizador, la interfase GC/MS y otros componentes de la cámara del analizador alcanzan temperaturas muy altas durante su funcionamiento. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

- 1 Acondicione la columna (Consulte la sección “[Acondicionar una columna capilar](#)” en la página 41).
- 2 Purgue el MS (consulte “[Purgar el MSD](#)” en la página 96) y abra la cámara frontal del analizador (consulte “[Abrir la cámara del analizador](#)” en la página 144). Asegúrese de que puede ver el extremo de la interfase de GC/MS.

ADVERTENCIA

El CG funciona a temperaturas elevadas. Para evitar quemaduras, no toque ninguna pieza del GC a menos que esté seguro de que se han enfriado.

- 3 Retire la punta del aislamiento del extremo de la interfase de GC/MS. Para la interfase de GC/MS de CI ([Figura 5](#) en la página 45), quite la punta y su resorte del extremo de la interfase. Para la interfase de GC/MS de EI, destornille el sello de punta del soporte y retírelo ([Figura 5](#) en la página 45).
- 4 Inserte una tuerca de interfase y una férula acondicionada en el extremo libre de la columna GC. El extremo cónico de la férula debe estar orientado hacia la tuerca.
- 5 Utilice el cortador de columnas para hacer unos cortes en la columna a 2 cm del extremo.
- 6 Mientras sujeta la columna con el dedo pulgar contra el cortador, pártala contra el extremo del cortador.
- 7 Revise el extremo para ver si los bordes están dentados o con rebaba. Si el quiebre no es limpio y uniforme, repita los pasos 5 y 6.

- 8 Inserte la columna en la interfase de GC/MS. Ajuste la columna para que sobresalga esta distancia especificada del extremo de la línea de transferencia.

Para la instalación de una fuente de EI (Figura 5), la columna sobresale de 1 a 3 mm

Para la instalación de una fuente de CI, la columna sobresale alrededor de 1 mm

Utilice la linterna y la lupa, si fuera necesario, para ver el extremo de la columna dentro de la cámara del analizador. No utilice el dedo para encontrar el extremo de la columna.

- 9 Apriete la tuerca con la mano. Asegúrese de que la posición de la columna no cambia al apretar la tuerca y de que no la tuerca no está apretada en exceso.
- 10 Revise el horno del GC para asegurarse de que la columna no está tocando las paredes.
- 11 Apriete la tuerca de 1/4 a 1/2 vuelta.
- 12 Compruebe que las tuercas están apretadas después de uno o dos ciclos de calor; apriételas de manera adicional, según sea adecuado.

PRECAUCIÓN

Tenga cuidado cuando coloca la punta del aislamiento en el extremo de la interfase de GC/MS, a fin de no dañar la columna.

-
- 13 Instale la punta del aislamiento en el extremo de la interfase de GC/MS. Para la interfase de GC/MS de IC y la interfase de GC/MS de EI con una fuente extractora de EI (Figura 5), instale el resorte del sello de la punta, luego alinee e inserte con suavidad la punta con tuerca estriada sobre el extremo de la columna y atornille la tuerca estriada al extremo de la interfase. Para la interfase de GC/MS de EI con una fuente de EI estándar o inerte, no es necesario utilizar un sello de punta.
 - 14 Compruebe **con suavidad** la alineación de la fuente de iones y el sello de la punta de interfase.

Cuando la fuente de iones esté correctamente alineada, podrá cerrar la cámara frontal del analizador completamente sin resistencia, salvo por la presión del resorte de la punta de la interfase.

PRECAUCIÓN

Forzar la puerta del analizador para que se cierre cuando están mal alineadas estas piezas dañará el sello, la interfase o la fuente iónica, o bien, impedirá el sellado de la placa lateral.

- 15 Puede alinear la fuente de iones y el sello de punta de la interfase haciendo un ligero movimiento de vibración en la placa lateral sobre su bisagra. Si la puerta sigue sin cerrarse, póngase en contacto con su representante de Agilent Technologies.
- 16 Cierre la puerta de la cámara del analizador. (Consulte la sección “[Cerrar la cámara del analizador](#)” en la página 179).

2 Instalación de columnas GC



3

Funcionamiento en modo de ionización por impacto electrónico (EI)

| | |
|--|----|
| Funcionamiento del MSD desde el sistema de datos | 54 |
| Funcionamiento del MSD desde el panel de control de GC | 55 |
| Configuración del MSD a través de la interfase web del usuario (WUI) | 59 |
| Lectura de la minipantalla de eModule | 62 |
| LED de estado del instrumento del panel frontal | 62 |
| Interfase de GC/MSD | 63 |
| Antes de encender el MSD | 65 |
| Bombeo | 67 |
| Control de las temperaturas | 67 |
| Control del flujo de la columna | 68 |
| Purgar el MSD | 68 |
| Ver la temperatura del MSD y el estado de vacío | 70 |
| Configurar monitores de la temperatura del MSD y el estado de vacío | 72 |
| Ajustar las temperaturas del analizador en la ventana Instrument Control | 75 |
| Ajustar la temperatura de la interfase GC/MSD de MassHunter | 77 |
| Supervisar la presión alta de vacío | 78 |
| Calibrar la velocidad lineal del flujo de la columna | 80 |
| Ajustar el MSD en el modo de EI | 83 |
| Configurar el sistema opcional autolimpiante de fuente de iones | 85 |
| Acondicionar el sistema opcional autolimpiante de fuente de iones | 86 |
| Editar un método para utilizar el modo de fuente de iones autolimpiante | 88 |
| Editar un método para apagar el modo de fuente de iones autolimpiante | 90 |
| Comprobar el rendimiento del sistema | 91 |
| Realizar pruebas de alta masa (MSD serie 5977B) | 92 |



Abrir las cubiertas del MSD 95

Purgar el MSD 96

Bombear el MSD 99

Transportar o almacenar el MSD 102

Este capítulo describe cómo realizar algunos procedimientos básicos de funcionamiento para el GS/MSD serie 5977B de Agilent mediante ionización por impacto electrónico.

Funcionamiento del MSD desde el sistema de datos

El software de adquisición de GC/MS MassHunter de Agilent automatiza algunas tareas, como el bombeo, los valores de supervisión, el ajuste de temperaturas, la sintonización y la purga del MSD. Estas tareas se describen en este capítulo. En los manuales se describe información adicional y, con el software MassHunter se proporciona ayuda en línea.

PRECAUCIÓN

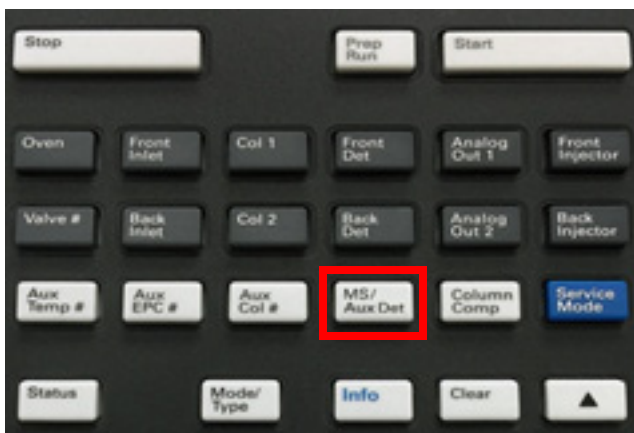
El software y el firmware se revisan periódicamente. Si los pasos de estos procedimientos no concuerdan con el software MassHunter, consulte los manuales y la ayuda en línea que se proporciona con el software para obtener más información.

Funcionamiento del MSD desde el panel de control de GC

El panel de control de GC 7890B puede mostrar la temperatura y la presión actuales del MSD o iniciar una tarea en el MSD sin utilizar el software de adquisición de GC/MS MassHunter de Agilent. Puede acceder a funciones, como purga y configuración de temperaturas, directamente desde el panel de control de GC. A partir del panel de control de GC, hay disponibles características limitadas. El software de adquisición MassHunter es el controlador con todas las prestaciones para la mayoría de las operaciones de control del instrumento.

Tecla designada del MSD en el panel de control de GC

La tecla **MS/Aux Det** del panel de control de GC 7890B permite el acceso a los parámetros de control y configuración del MSD. En el caso de modelos 7890 anteriores con firmware actualizado, esta tecla está indicada como **Aux Det #**, la cual puede sustituirse por la tecla **MS/Aux Det** en los procedimientos que figuran a continuación.



Cambio de temperaturas del MSD desde el panel de control de GC

- 1 Presione **MS/Aux Det** para visualizar el menú del MSD 5977B.
- 2 Presione la flecha hacia abajo para desplazarse hacia **Temp. cuad, Temp fuente o Línea de transferencia.**
- 3 Utilice el teclado del GC para escribir la temperatura deseada.
- 4 Presione **Intro** para aplicar los cambios.

Visualización de la presión de vacío y la Velocidad turbo/Presión delantera del MSD desde el panel de control de GC

- 1 Presione **MS/Aux Det** para visualizar el menú del MSD 5977B.
- 2 Presione la flecha hacia abajo para deslizarse hasta **Presión HiVac o Velocidad Turbo % de total/Presión delantera.**

Purga del MSD desde el panel de control de GC

- 1 Cuando el MSD haya bombeado, presione **MS/Aux Det** para que aparezca el menú del MSD 5977B.
- 2 Presione la flecha hacia abajo para deslizarse hasta **¿Iniciar purga MSD?.** (Presione **Apagar/No** para cancelar el ciclo de purga y bombee el MS).
- 3 Presione **Encender/Sí** para iniciar el ciclo de purga.
- 4 Cuando se indique, abra la válvula de venteo.

Bombeo del MSD desde el panel de control de GC

- 1 Presione **MS/Aux Det** para visualizar el menú del MSD 5977B.
- 2 Presione la flecha hacia abajo para deslizarse hasta **¿Iniciar bombeo del MSD?.**
- 3 Presione **Encender/Sí** para iniciar el ciclo de bombeo.

Visualizar la versión de firmware del MSD desde el panel de control de GC

- 1 Presione **MS/Aux Det** para que aparezca el menú del MSD 5977B.
- 2 Presione la flecha hacia abajo para deslizarse hasta **Firmware.**

Visualizar el número de serie del MSD desde el panel de control de GC

- 1 Presione **MS/Aux Det** para que aparezca el menú del MSD 5977B.
- 2 Presione la flecha hacia abajo para deslizarse hasta **N.º de serie**.

Configurar los ajustes de red del MSD desde el panel de control de GC

- 1 Presione **Config** y, luego, presione **MS/Aux Det** para que aparezca el menú CONFIGURAR DETECTOR DE MS.
- 2 Para configurar el parámetro **IP**: utilice el teclado del GC para escribir la nueva dirección IP del MSD y, luego, presione **Intro** para completar la entrada.
- 3 Espere hasta que el GC muestre la nueva dirección IP. Reinicie el MSD o continúe con la dirección de la puerta de enlace con el botón de la flecha hacia abajo.
- 4 Presione la flecha hacia abajo para deslizarse hasta **GW**: y utilice el teclado del GC para escribir la nueva dirección de la puerta de enlace para la LAN y presione **Intro** para completar la entrada.
- 5 Presione la flecha hacia abajo para deslizarse hasta **SW**: y utilice el teclado del GC para escribir la nueva máscara de subred para la LAN y presione **Intro** para completar la entrada.
- 6 Reinicie el MSD. (Consulte la siguiente información).

Reinicio del MSD desde el panel de control de GC

- 1 Presione **Config** y, luego, presione **MS/Aux Det** para que aparezca el menú CONFIGURAR DETECTOR DE MS.
- 2 Presione la flecha hacia abajo para deslizarse hasta **¿Solicitar reinicio MSD?**.
- 3 Presione **Encender/Sí** para reiniciar el MSD y espere hasta que el MSD complete este ciclo antes de intentar acceder a este.

Activación/desactivación de BOOTP del MSD

Como opción predeterminada, el BOOTP está desactivado. Si la LAN utiliza un servidor BootP, el servidor asigna de manera automática una dirección IP al MSD al Activar BOOTP.

- 1 Presione **Config** y, luego, presione **MS/Aux Det** para que aparezca el menú CONFIGURAR DETECTOR DE MS.
- 2 Presione la flecha hacia abajo para deslizarse hasta **BOOTP del MSD**.
- 3 Para activar BOOTP, presione **Encender/Sí**.
Para desactivar BOOTP, presione **Apagar/No**.
- 4 Espere hasta que el MSD confirme el cambio en el panel de control del GC.
- 5 Reinicie el MSD. Consulte más arriba.

Activación/desactivación de LVDS del MSD

- 1 Presione **Config** y, luego, presione **MS/Aux Det** para que aparezca el menú CONFIGURAR DETECTOR DE MS.
- 2 Presione la flecha hacia abajo para deslizarse hasta **Comunicación LVDS**.
Si desea activar LVDS, presione **Encender/Sí**.
Si desea desactivar LVDS, presione **Apagar/No**.
- 3 Espere hasta que el MSD confirme el cambio en el panel de control del GC.

Configuración del MSD a través de la interfase web del usuario (WUI)

Si el GC no admite comunicaciones LVDS con un GC de Agilent, puede utilizar la WUI para configurar los ajustes de red del MSD. Los motivos por los cuales un GC no admite la configuración de los ajustes de red del MSD 5977B desde el panel de control de GC incluyen cualquiera de los siguientes:

- No hay un cable de comunicación LVDS entre el GC y el MSD.
- La comunicación LVDS está desactivada en la SmartCard.
- El GC no es un modelo 7890 de Agilent con el firmware adecuado.

Cambiar los ajustes de red del MSD

Este procedimiento asume que el operador tiene acceso a un ordenador (PC) ubicado en la misma subred LAN que el MSD.

- 1** Abra la cubierta superior con bisagras del MSD para acceder al analizador, a fin de visualizar el lector de la minipantalla de eModule.
- 2** Presione el botón de inicio/parada del MSD para iniciar el instrumento. Cuando el instrumento haya completado la inicialización de puesta en marcha, en el lector de la minipantalla se visualizará la dirección IP actual y los ciclos durante alrededor de 10 minutos.
- 3** Copie la dirección IP, la puerta de enlace y la máscara de subred del lector de la minipantalla.

3 Funcionamiento en modo de ionización por impacto electrónico (EI)

- 4 Escriba la dirección IP en una URL del explorador del PC para visualizar la página de la interfase web del usuario (WUI) que se muestra a continuación.

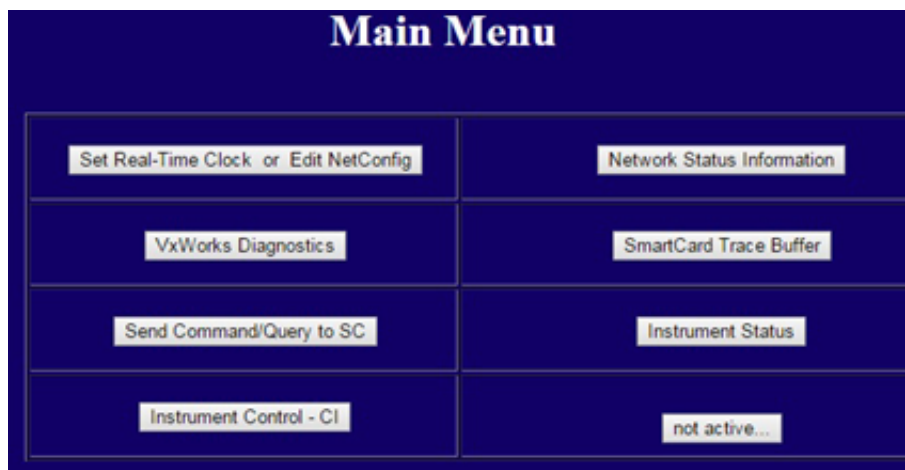


Figura 7 Interfase web del usuario

- 5 Haga clic en **Ajustar reloj en tiempo real o Editar config. red** y diríjase a la sección **Editar config red (Configuración de red de MSD)**.

Figura 8 Editar config. de red WUI

- 6 Confirme que **BootP** está ajustado como **APAGADO**. Si la LAN asigna direcciones IP mediante un servidor BootP, haga clic en **ENCENDIDO** y omita el paso siguiente.
- 7 Para actualizar la **Dirección IP de MSD**, la **Dirección IP de la puerta de enlace** y la **Máscara de subred**, escriba los valores nuevos. Antes de hacer clic en Enviar, puede recuperar los ajustes anteriores al hacer clic en **Volver al menú principal y volver aquí**.
- 8 Haga clic en **Enviar** para cargar esta configuración de red al MSD.

Se abre un cuadro de diálogo para confirmar que el proceso de configuración de red ha comenzado.

- 9 Haga clic en **Aceptar** para cerrar el cuadro de diálogo y espere a que aparezca un mensaje que le solicite **Reiniciar de forma manual el MSD/la SmartCard para activar los ajustes nuevos**.
- 10 Presione el botón de inicio/parada del MSD para reiniciar la SmartCard del MSD.

Lectura de la minipantalla de eModule

La minipantalla de eModule, a la cual puede accederse cuando la cubierta de la puerta del analizador está abierta, le permite al operador visualizar la configuración de LAN del instrumento, lo que incluye la dirección IP, la máscara de subred, la puerta de enlace predeterminada y la dirección MAC. Esta configuración de LAN puede cambiarse mediante el panel de control de GC o la interfase web del usuario (WUI) desde un explorador.

LED de estado del instrumento del panel frontal

A través del LED de estado del instrumento del panel frontal, el operador puede visualizar el estado actual del instrumento mediante códigos de colores y cronometraje de encendido/apagado de LED.

Tabla 5 Códigos de LED de estado del instrumento del panel frontal

| Estado del instrumento | Código de LED |
|--|--|
| Preparado | Verde permanente |
| Adquiriendo datos | Verde intermitente (<2 s) |
| No preparado | Amarillo permanente |
| No conectado al DS | Amarillo intermitente (<2 s) |
| Preparado, pero no conectado al DS | Amarillo permanente durante 3 s, parpadea dos veces rápido |
| Puesta en marcha (antes de la carga de FW) | Rojo intermitente (<2 s) |
| Fallo | Rojo permanente |

Interfase de GC/MSD

La interfase GC/MSD (Figura 9 en la página 64) es un conducto calentado dentro del MSD para la columna capilar. Está unido con un perno al lateral derecho de la cámara del analizador, con un sello de arandela. Tiene una cubierta protectora que debería dejarse en su lugar.

Un extremo de la interfase GC/MSD pasa por el lateral del cromatógrafo de gases y se extiende hasta el horno del GC. Este extremo está enroscado para permitir la conexión de la columna con una tuerca y una férula. El otro extremo de la interfase se ajusta en la fuente de iones. El último 1 mm o los 2 mm últimos de la columna capilar sobresalen del extremo del tubo guía y pasan a la cámara de ionización.

La interfase GC/MSD se calienta mediante un calentador de cartuchos eléctrico. Normalmente, la zona térmica auxiliar n° 2 calentada del GC es la que hace funcionar el calentador. La temperatura de la interfase se puede establecer desde el software de adquisición de GC/MS MassHunter o desde el cromatógrafo de gases. Un sensor termopar de la interfase supervisa la temperatura.

La interfase de GC/MSD debe operarse en el rango de 250 °C a 350 °C. La temperatura de la interfase debe ser levemente más alta que la temperatura máxima del horno de GC, pero **nunca** debe ser mayor que la temperatura máxima de la columna.

La interfase de GC/MSD puede utilizarse con las fuentes de iones de EI y CI. La fuente extractora de iones y la fuente de CI necesitan un sello de punta (G3870-20542). Las fuentes estándar de EI construidas de acero inoxidable o de material inerte no necesitan un sello de punta.

Consulte también

“Instalar una columna capilar en la interfase de GC/MS mediante la tuerca de columna de autoapriete” en la página 43.

ADVERTENCIA

La interfase GC/MSD funciona a altas temperaturas. Si la toca mientras está caliente, podría quemarse.

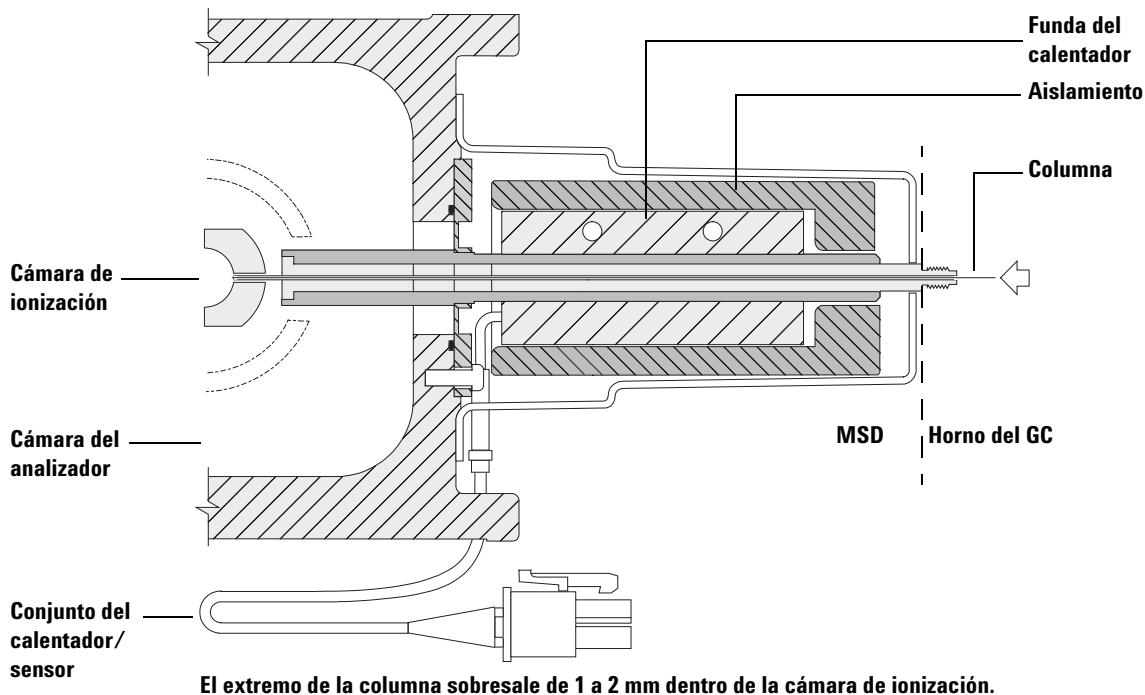


Figura 9 Interfase de GC/MSD de EI

Antes de encender el MSD

Verifique lo siguiente **antes** de encender o de tratar de poner en funcionamiento el MSD.

- La válvula de purga debe estar cerrada (el botón girado totalmente a la derecha).
- Todos los demás sellos de vacío y adaptadores deben estar colocados y apretados correctamente. El tornillo de la placa frontal no debe apretarse, a no ser que se estén usando gases reactivos o portadores peligrosos.
- El MSD está conectado a una fuente de alimentación conectada a tierra.
- La interfase de GC/MSD se extiende hasta el horno del GC.
- Se ha colocado una columna capilar acondicionada en el inyector del GC y la interfase GC/MSD.
- El GC está encendido, pero las zonas calentadas de la interfase GC/MSD, del inyector del GC y del horno están apagadas.
- El gas portador con una pureza de al menos el 99.9995 % está conectado al GC con las trampas recomendadas. El regulador, las tuberías, las trampas, el módulo de EPC, el inyector y la columna han sido purgados de todo gas, a fin de eliminar el oxígeno del sistema.
- Si se utiliza hidrógeno como gas portador, el flujo del gas debe estar interrumpido y el tornillo de la placa frontal debe estar totalmente apretado.
- El escape de la bomba delantera está purgado correctamente.

ADVERTENCIA

El escape de la bomba delantera contiene disolventes y los productos químicos que está analizando. Si utiliza la bomba delantera estándar, también contiene trazas de aceite de bomba. Si está utilizando disolventes tóxicos o analizando productos químicos tóxicos, retire la trampa de aceite (bomba estándar) e instale un manguito (di de 11 mm) para sacar el escape de la bomba delantera al exterior o a una campana extractora (escape). Asegúrese de cumplir con la normativa local. La trampa de aceite suministrada con la bomba estándar sólo detiene el aceite de dicha bomba. No detiene ni filtra ningún otro producto químico.

3 Funcionamiento en modo de ionización por impacto electrónico (EI)

ADVERTENCIA

Si está utilizando hidrógeno como gas portador, no abra el flujo de dicho gas hasta que se haya bombeado el MSD. Si las bombas de vacío están cerradas, el hidrógeno se acumulará en el MSD y puede producirse una explosión. Lea **“Seguridad para el hidrógeno”** en la página 22 antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.

Bombeo

El sistema de datos o el panel de control de GC 7890B le ayudarán a bombear el MSD. Es proceso es automático en su mayor parte. Una vez que se cierra la válvula de purga y se enciende el interruptor de alimentación principal (mientras se presiona la placa lateral), el MSD bombea por sí mismo. El software del sistema de datos supervisa y muestra el estado del sistema durante el bombeo. Cuando la presión es lo suficientemente baja, el programa enciende la fuente de iones y los calentadores del filtro de masas y le pide que encienda el calentador de la interfase GC/MSD. El MSD se apagará si no puede bombear correctamente.

Cuando utiliza los menús de los monitores del MS, el sistema de datos puede mostrar:

- Velocidad del motor para los MSD con bomba turbo (velocidad porcentual centrífuga)
- Presión delantera para los MSD con bomba de difusión
- Presión de la cámara del analizador (vacío) para los MSD con el controlador de medida microiónico G3397B opcional

El panel de control de GC 7890B GC también puede mostrar estos datos.

Control de las temperaturas

Las temperaturas del MSD se controlan mediante el sistema de datos. El MSD cuenta con calentadores y sensores de temperatura independientes para la fuente de iones y el filtro de masas cuadrupolo. Se pueden ajustar los valores y ver estas temperaturas desde el sistema de datos o desde el panel de control local.

Normalmente, la zona térmica auxiliar nº 2 calentada del GC es la que hace funcionar el calentador. La temperatura de la interfase de GC/MSD se puede establecer y supervisar desde el sistema de datos o desde el panel de control de GC 7890B.

Control del flujo de la columna

El flujo del gas portador se controla mediante la presión del inyector del GC. Con una presión de inyector determinada, el flujo de columna disminuirá a medida que aumente la temperatura del horno del GC. Con el control electrónico de presión (EPC) y el modo de columna establecido en **Constant Flow**, se mantiene el mismo flujo de columna independientemente de la temperatura.

Se puede utilizar el MSD para medir el flujo de columna real. Inyecte una **pequeña** cantidad de aire o de otro producto químico no retenido y mida el tiempo que tarda en alcanzar el MSD. Midiendo este tiempo se puede calcular el flujo de la columna. Consulte la sección “[Calibrar la velocidad lineal del flujo de la columna](#)” en la página 80.

Purgar el MSD

Un programa del sistema de datos le guiará en el proceso de purga. Dicho programa apaga los calentadores del GC y el MSD y el calentador de la bomba de difusión o de la bomba turbo en el momento adecuado. Asimismo le permite supervisar las temperaturas del MSD y le indica cuándo purgarlo.

El MSD se **dañará** si se purga de forma incorrecta. La bomba de difusión producirá un retroflujo del fluido de bomba vaporizado en el analizador si el MSD se purga antes de que la bomba se haya enfriado totalmente. La bomba turbo se dañará si se purga mientras gira a más del 50 % de su velocidad de funcionamiento normal.

ADVERTENCIA

Asegúrese de que las zonas de la interfase GC/MSD y del analizador están frías (por debajo de los 100 °C) antes de purgar el MSD. Una temperatura de 100 °C es suficiente para quemar la piel; póngase siempre unos guantes de paño cuando manipule las piezas del analizador.

ADVERTENCIA

Si está usando hidrógeno como gas portador, el flujo de este gas debe cerrarse antes de apagar la alimentación del MSD. Si la bomba delantera está cerrada, el hidrógeno se acumulará en el MSD y puede producirse una explosión. Lea **“Seguridad para el hidrógeno”** en la página 22 antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.

PRECAUCIÓN

No purgue nunca el MSD permitiendo que entre aire a través de los extremos del manguito delantero. Utilice la válvula de purga o retire la tuerca de la columna y la columna.

No realice la purga mientras la bomba turbo esté aún girando a más del 50 %.

No sobrepase el flujo de gas máximo total recomendado. Consulte la sección [Tabla 3](#) en la página 16.

Ver la temperatura del MSD y el estado de vacío

También puede utilizar el panel de control de GC para llevar a cabo esta tarea. Consulte la sección “Funcionamiento del MSD desde el panel de control de GC” en la página 55.

Procedimiento

- 1 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **Edit Tune Parameters** en el menú Instrument para visualizar el cuadro de diálogo **Manual Tune**.
- 2 Haga clic en la pestaña **Values** para ver las temperaturas del MSD y el estado de vacío.

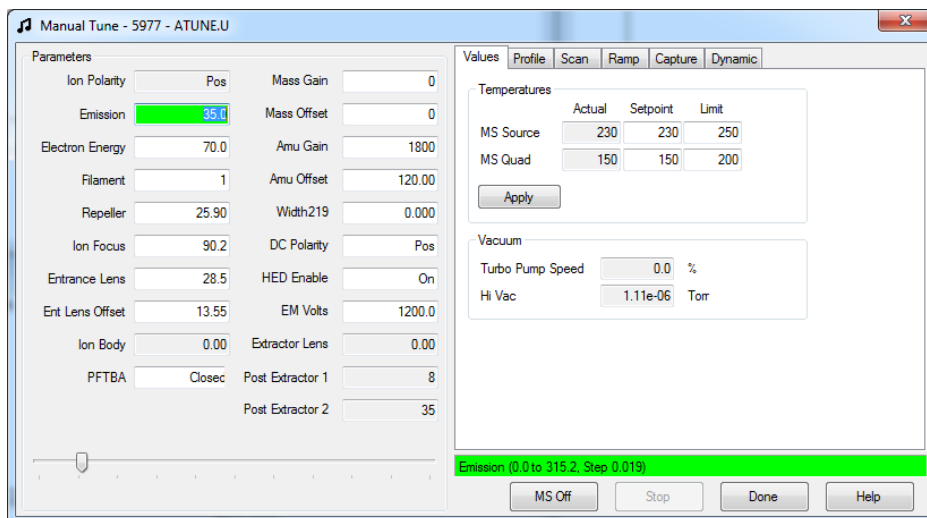


Figura 10 Pestaña de valores de sintonización manual

- 3** Para cambiar un **valor** o **límite** de temperatura, introduzca los nuevos parámetros y haga clic en **Apply**.

Los valores o límites de temperatura no pueden cambiarse hasta que la presión delantera sea menor de 300 mTorr o que la bomba turbo esté funcionando a una velocidad, al menos, del 80 %. Los calentadores del MSD permanecen apagados mientras la bomba de difusión esté fría o la bomba turbo esté funcionando a menos del 80 %. Normalmente, la presión delantera estará por debajo de 100 mTorr o la velocidad de la bomba turbo estará al 100 %.

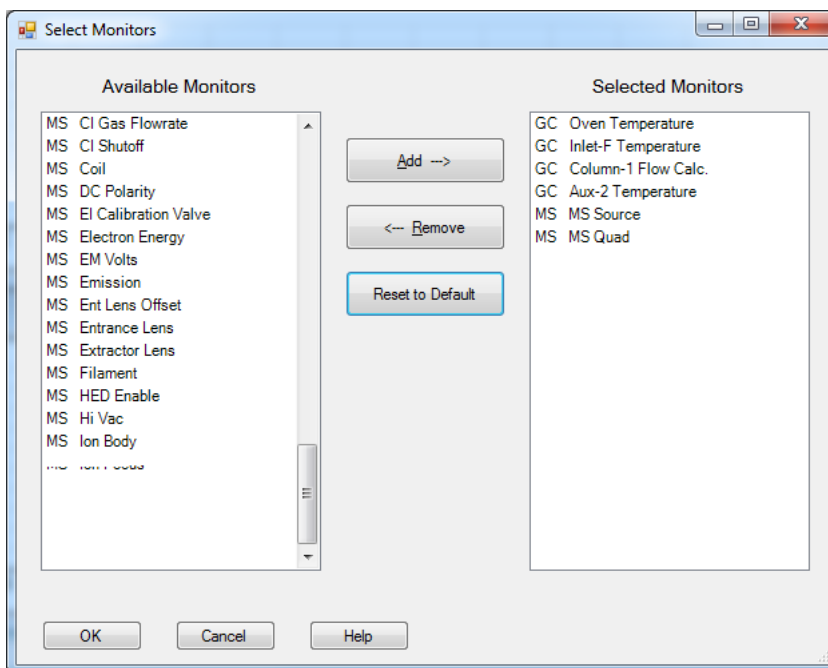
Los calentadores del MSD se encienden al final del ciclo de bombeo y se apagan al principio del ciclo de purga. Los valores indicados no cambian durante la purga o el bombeo, aunque ambas zonas del MSD estén apagadas.

Configurar monitores de la temperatura del MSD y el estado de vacío

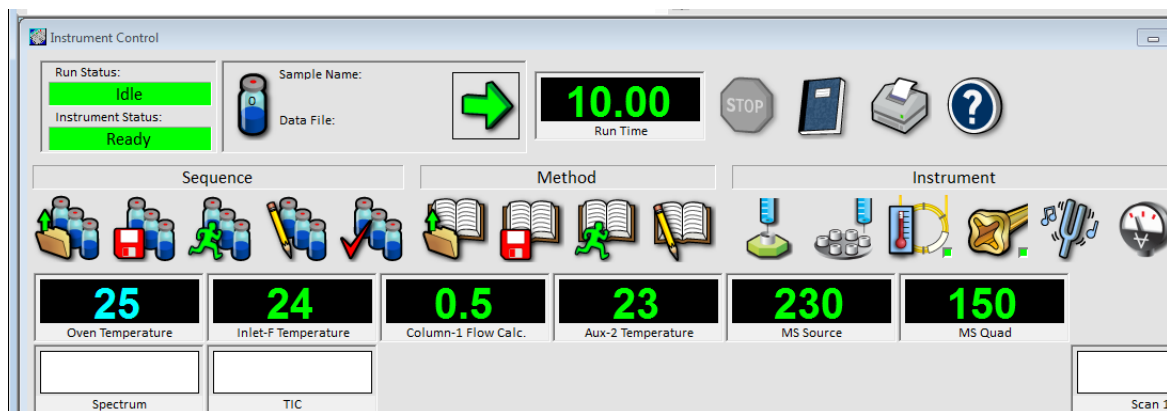
Los monitores muestran el valor actual de un solo parámetro del instrumento. Se pueden añadir a la ventana de control del instrumento estándar. Los monitores se pueden configurar para que cambien de color si el parámetro real varía más allá del límite determinado por el usuario en relación a su valor.

Procedimiento

- 1 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **Edit Monitors** en el menú **Instrument** para visualizar el cuadro de diálogo **Select Monitors**.

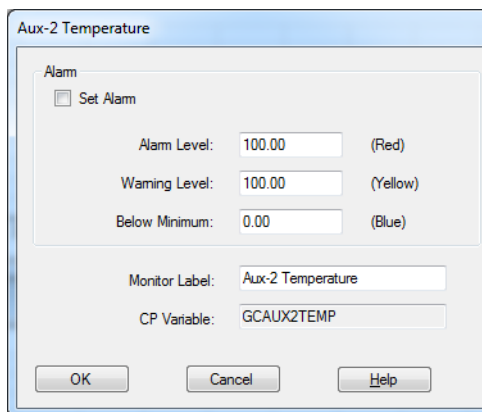


- 2 En la columna **Available Monitors**, seleccione un monitor y haga clic en el botón **Add** para mover la selección a la columna **Selected Monitors**. Repita este paso para agregar más monitores.
- 3 Haga clic en **Aceptar**. Los nuevos monitores se apilarán uno sobre otro en la esquina inferior derecha de la ventana **Instrument Control**.
- 4 Seleccione **Window > Arrange Monitors** o haga clic y arrastre cada monitor a la posición deseada.



3 Funcionamiento en modo de ionización por impacto electrónico (EI)

- 5 Para configurar la alarma de un monitor, haga doble clic en un monitor en la ventana Instrument Control para abrir el cuadro de diálogo del monitor y establecer las alarmas.



The screenshot shows a dialog box titled "Aux-2 Temperature". Inside, there is a section labeled "Alarm" with a checkbox "Set Alarm" which is currently unchecked. Below this, there are three rows of input fields: "Alarm Level" with a value of "100.00" and a color indicator "(Red)"; "Warning Level" with a value of "100.00" and a color indicator "(Yellow)"; and "Below Minimum" with a value of "0.00" and a color indicator "(Blue)". At the bottom of the dialog, there are two more input fields: "Monitor Label" containing "Aux-2 Temperature" and "CP Variable" containing "GCAUX2TEMP". At the very bottom are three buttons: "OK", "Cancel", and "Help".

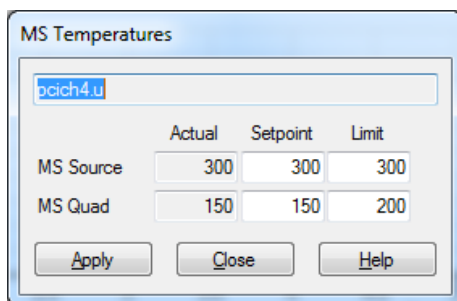
- a Seleccione la casilla **Set Alarm**.
 - b Establezca los valores adecuados en las opciones **Warning Level**, **Alarm Level** y **Below Minimum**.
 - c Introduzca texto descriptivo en el campo **Monitor Label** si la etiqueta predeterminada no es la apropiada.
 - d Haga clic en **OK** para finalizar con la configuración de la alarma del monitor.
- 6 Para incorporar los nuevos valores como parte del método, guarde el método.

Ajustar las temperaturas del analizador en la ventana Instrument Control

Los valores para las temperaturas de la fuente de iones del MSD y el filtro de masas de cuadrupolo están almacenados en el fichero de sintonización (*.u) actual. Cuando se carga un método, los valores del fichero de sintonía asociados con ese método se descargan automáticamente.

Procedimiento

- 1 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **MS Temperatures** en el menú **Instrument**.



- 2 Introduzca las temperaturas de **MS Source** y **MS Quad** (filtro de masas) en los campos **Setpoint** y **Limit**. Consulte la sección [Tabla 6](#).

Tabla 6 Valores de temperatura recomendados

| | Funcionamiento del EI | Funcionamiento de la PCI | Funcionamiento de la NCI |
|-----------|-----------------------|--------------------------|--------------------------|
| Fuente MS | 250 | 250 | 150 |
| Quad MS | 150 | 150 | 150 |

Las zonas calentadas de la interfase GC/MSD, la fuente de iones y el cuadrupolo interactúan. Es posible que los calentadores del analizador no puedan controlar con exactitud las temperaturas si el valor de una zona difiere mucho del de una zona adyacente.

PRECAUCIÓN

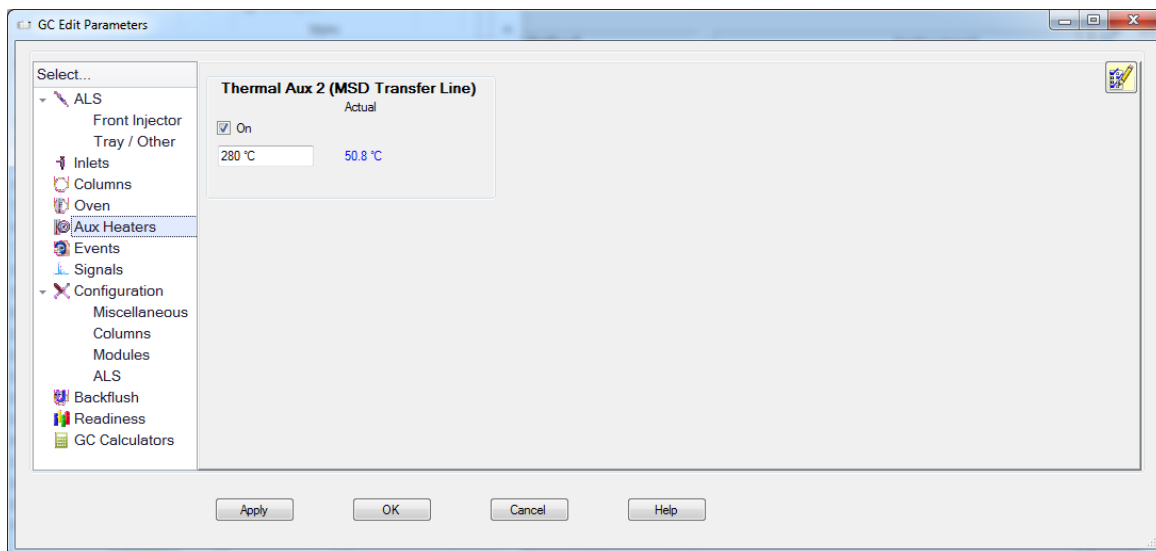
No sobrepase los 200 °C para el cuadrupolo ni los 350 °C para la fuente.

-
- 3 Para enviar los nuevos parámetros de las temperaturas al fichero de sintonía cargado y descargarlos en el MSD, haga clic en **Apply**.
 - 4 Haga clic en **Close** para salir del cuadro de diálogo. Si se han efectuado cambios en los parámetros, se mostrará el cuadro de diálogo **Save MS Tune File**. Haga clic en **OK** para guardar los cambios en el mismo archivo, o bien, escriba un nuevo nombre de archivo y haga clic **OK**. Haga clic en **Cancel** para descartar las modificaciones realizadas en los parámetros.

Ajustar la temperatura de la interfase GC/MSD de MassHunter

Procedimiento

- 1 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **Instrument > GC Edit Parameters**.
- 2 Haga clic en el icono **Aux Heater** para modificar la temperatura de la interfase.



- 3 Seleccione **On** para encender el calentador e introduzca el valor correspondiente en la columna **Value °C**.

El valor típico es 280 °C.

PRECAUCIÓN

Asegúrese de que el gas portador está encendido y de que se ha purgado el aire de la columna antes de calentar la interfase de GC/MS o el horno de GC.

Cuando ajuste la temperatura de la interfase de GC/MS, no supere nunca el máximo de la columna.

- 4 Haga clic en **Apply** para descargar los valores o haga clic en **OK** para descargar los valores y cerrar la ventana.
- 5 Para incorporar los nuevos valores como parte del método, seleccione **Save** en el menú Method.

Supervisar la presión alta de vacío

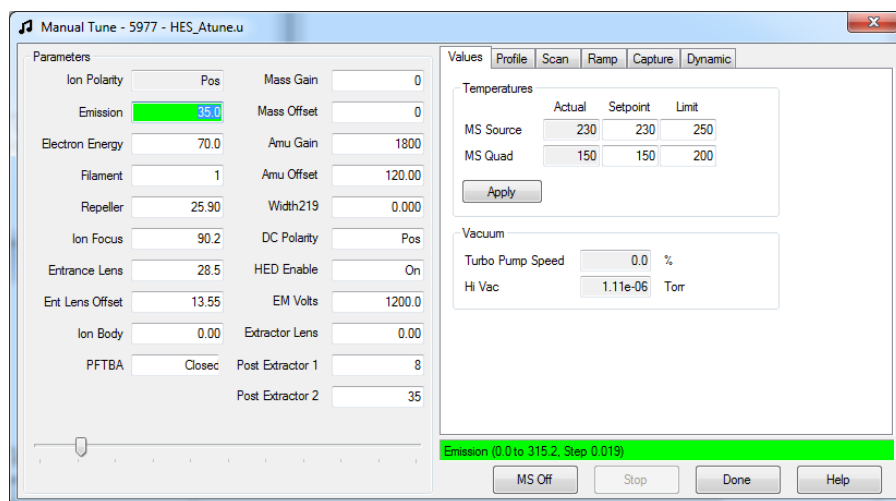
Para supervisar la presión es necesario un medidor opcional de vacío microiónico G3397B.

ADVERTENCIA

En el caso de que utilice hidrógeno como gas portador, no encienda el medidor de vacío microiónico si existe alguna posibilidad de que se haya acumulado hidrógeno en la cámara del analizador. Lea **“Seguridad para el hidrógeno”** en la página 22 antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.

Procedimiento

- 1 Ponga en marcha el aparato y bombee el MSD (**“Bombear el MSD”** en la página 99).
- 2 En la ventana Tune and Vacuum Control, seleccione **Turn Vacuum Gauge on/off** en el menú **Vacuum**.
- 3 Seleccione **Manual Tune** desde el menú **Parameters** para visualizar el cuadro de diálogo Manual Tune.
- 4 Seleccione la pestaña **Values** para ver la lectura HiVac.



La mayor influencia de la presión de funcionamiento en el modo de EI es el flujo (de columna) del gas portador. En la [Tabla 7](#) en la página 79, se enumeran las presiones típicas de diversos flujos de gas portador helio. Estos valores de presión son aproximados y pueden variar de un instrumento a otro un 30 % como máximo.

Tabla 7 Lectura del medidor de vacío de iones

| Velocidad de flujo en columna, mL/min | Lectura del medidor opcional, Torr Bomba <i>turbo</i> | Lectura del medidor, Torr Bomba de <i>difusión</i> | Lectura delantera, mTorr Bomba de <i>difusión</i> |
|---------------------------------------|---|--|---|
| 0,5 | 3,18E-06 | 2,18E-05 | 34,7 |
| 0,7 | 4,42E-06 | 2,59E-05 | 39,4 |
| 1 | 6,26E-06 | 3,66E-05 | 52,86 |
| 1,2 | 7,33E-06 | 4,46E-05 | 60,866 |
| 2 | 1,24E-05 | 7,33E-05 | 91,784 |
| 3 | 1,86E-05 | 1,13E-04 | 125,76 |
| 4 | 2,48E-05 | | |
| 6 | 3,75E-05 | | |

Si la presión se mantiene más alta que las presiones de la lista de manera continua, consulte la ayuda en línea del software de adquisición de GC/MS MassHunter para obtener más información sobre resolución de problemas de fugas de aire y otros problemas de vacío.

En la ventana **Instrument Control** puede configurar un monitor de MS para ver las lecturas de vacío. También puede ver las lecturas de vacío en el panel de control de GC serie 7890B o en la pantalla de sintonización manual.

Calibrar la velocidad lineal del flujo de la columna

Las columnas capilares deben estar calibradas antes de utilizarlas con el MS.

Procedimiento

- 1 Ajuste la adquisición de datos para inyección manual splitless y configure un gráfico en tiempo real para supervisar m/z 28.
- 2 Presione **[Prep Run]** en el teclado del GC.
- 3 Inyecte 1 μ L de aire en el inyector del GC y presione **[Start Run]**.
- 4 Espere hasta que el pico se eluya a m/z 28. Tome nota del tiempo de retención.
- 5 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **GC Parameters** en el menú **Instrument**.
- 6 Seleccione la pestaña **Configuration** y luego seleccione la pestaña **Columns**.
- 7 Seleccione la columna instalada a partir de la tabla.
- 8 Haga clic en el botón **Calibrate** para visualizar el cuadro de diálogo **Calibrate Column**.

- 9 Haga clic en el botón **Calc Length** de la sección **If unretained peak holdup time is known** (Si se desconoce el tiempo de mantenimiento del pico no retenido) para visualizar el cuadro de diálogo **Calculate Column Length**.

Calculate Column Length

GC Conditions

If measurement was made under conditions different from loaded method, please enter them below.

Temperature: 75 °C

Pressure into column: 14.443 psi

Pressure out of column: 0 psi

☒ Vacuum

Gas type: He

Holdup Time of an Unretained Peak: 1.1069 min

| | Current | Calculated |
|----------|------------|------------|
| ► Length | 30 m | 30 m |
| Diameter | 250 µm | 250 µm |
| Holdup | 1.1069 min | 1.1069 min |

OK Cancel

- 10 Compruebe que los parámetros enumerados (temperatura, presiones de entrada y salida y tipo de gas) sean las utilizadas en el método para determinar el tiempo de mantenimiento. Modifique todos los parámetros que sean diferentes que los utilizados en el método.
- 11 Escriba el tiempo de retención registrado en el campo **Holdup Time**. Mueva el cursor a otro campo y aparece la longitud de la columna calibrada.
- 12 Haga clic en **OK** para guardar los cambios y salga del cuadro de diálogo.
- 13 Haga clic en **OK** en el cuadro de diálogo **Calibrate Columns** para guardar la calibración.

En el caso de las columnas capilares, como las que se utilizan en el MSD, se suele medir la velocidad lineal en lugar del flujo volumétrico.

Cálculo de la velocidad lineal media

$$\text{Velocidad lineal media (cm/s)} = \frac{100 L}{t}$$

donde:

L = Longitud de la columna en metros

t = Tiempo de retención en segundos

Cálculo de la velocidad de flujo volumétrico

$$\text{Velocidad de flujo volumétrico (mL/min)} = \frac{0.785 D^2 L}{t}$$

donde:

D = Diámetro interno de la columna en milímetros

L = Longitud de la columna en metros

t = Tiempo de retención en minutos

Ajustar el MSD en el modo de EI

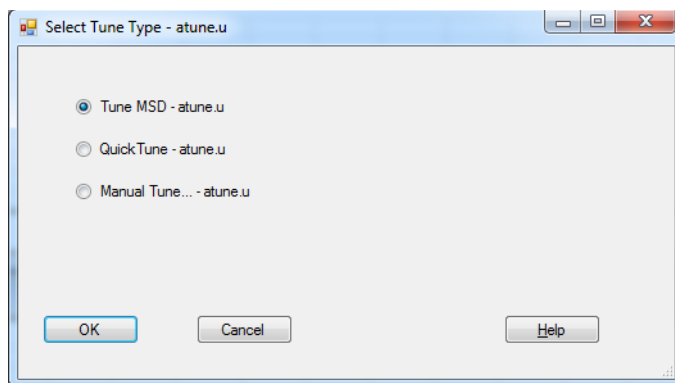
También puede utilizar el panel de control de GC 7890B GC para ejecutar la sintonización automática que está actualmente cargada en MassHunter. Consulte la sección “[Funcionamiento del MSD desde el panel de control de GC](#)” en la página 55.

Procedimiento

- 1 Cargue el método que utilizará para la adquisición de datos.
- 2 En la ventana **Instrument Control**, compruebe que se visualiza el fichero de sintonización correcto en la barra de título. En la mayoría de las aplicaciones, ATUNE.U (**Autotune**) produce buenos resultados. Consulte la Guía de selección de fuente de EI serie 5977 de Agilent (PN: 5991-2106EN)
- 3 Para seleccionar un fichero de sintonización diferente, elija **MS Tune File** del menú **Instrument** a fin de visualizar el cuadro de diálogo **Select Tune File**. El área **Settings** muestra los parámetros importantes de un fichero de sintonización seleccionado.

El fichero de sintonización debe concordar con el tipo de fuente de iones que está en el analizador. Si está utilizando una fuente de iones de EI, seleccione un fichero de sintonización creado para una fuente de iones de EI. Consulte la Guía de selección de fuente de EI serie 5977 de Agilent (PN: 5991-2106EN)

- 4 Haga clic en el ícono **MS Tune** para visualizar el cuadro de diálogo **Select Tune Type**.



3 Funcionamiento en modo de ionización por impacto electrónico (EI)

- 5 Seleccione **Tune MSD** para realizar una sintonización automática completa, o bien seleccione **Quick Tune** para ajustar el ancho del pico, la asignación de masa y la abundancia sin cambiar la relación de iones.
- 6 Haga clic en **OK** para cerrar el cuadro de diálogo e iniciar la sintonización. Si las temperaturas del MSD no son estables, se le indica que espere o que anule la espera al hacer clic en **Override**.
- 7 Espere a que la sintonización se complete y genere el informe.
- 8 Para evaluar los resultados de sintonización, seleccione **Evaluate Tune** del menú **Checkout** en la vista Instrument Control.

Para ver el historial de los resultados de sintonización, en la vista **Instrument Control** seleccione **Checkout > View Previous Tunes...**

Para sintonizar de manera manual el MSD o para realizar sintonizaciones automáticas especiales, en el menú **View**, seleccione la vista **Tune and Vacuum Control**. Consulte los manuales y la ayuda en línea proporcionada con el software de adquisición de GC/MS MassHunter para obtener información adicional sobre la sintonización.

Configurar el sistema opcional autolimpiante de fuente de iones

- 1 Seleccione **Instrument > GC Parameters** del panel **Instrument Control**.
- 2 Haga clic en el ícono **Configuration** y luego seleccione la pestaña **Modules** para visualizar la pantalla.

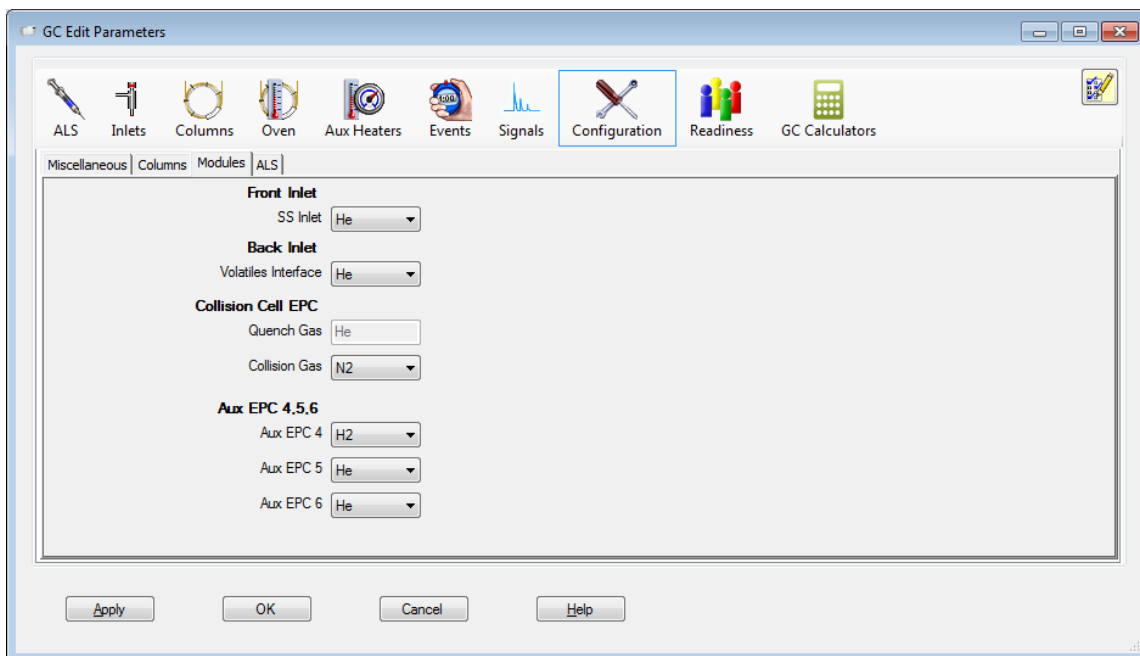


Figura 11 Configurar los gases EPC Aux 4, 5, 6 del sistema autolimpiante de fuente de iones

- 3 Seleccione **H2** para **Aux EPC 4**, seleccione **He** para **Aux EPC 5** y seleccione **He** para **Aux EPC 6**.
- 4 Haga clic en **OK** para guardar la configuración.

Acondicionar el sistema opcional autolimpiante de fuente de iones

Después de la instalación, o después de un período extenso de desuso, acondicione el sistema autolimpiante de fuente de iones con el sistema de GC/MS a la temperatura y el vacío según como se describe aquí.

- 1 Del panel de adquisición de GC/MS MassHunter **Instrument Control**, seleccione **Instrument > GC Parameters**.
- 2 Haga clic en el icono **Columns** para visualizar la pantalla de entrada de parámetros de control para la columna y los módulos de flujo Aux.

Este ejemplo utiliza un EPC Aux de módulo de flujo con los puertos 4, 5, 6 conectados por tuberías para el control de la fuente de iones autolimpiante. El puerto con el número bajo está conectado a **H2**, el puerto medio está conectado a **He** y el puerto con el número alto es una ventilación de purga. El sistema también puede utilizar los EPC Aux 1, 2, 3 o EPC Aux 7, 8, 9 como la unidad de EPC Aux conectada por tuberías para el servicio de fuente de iones autolimpiante.

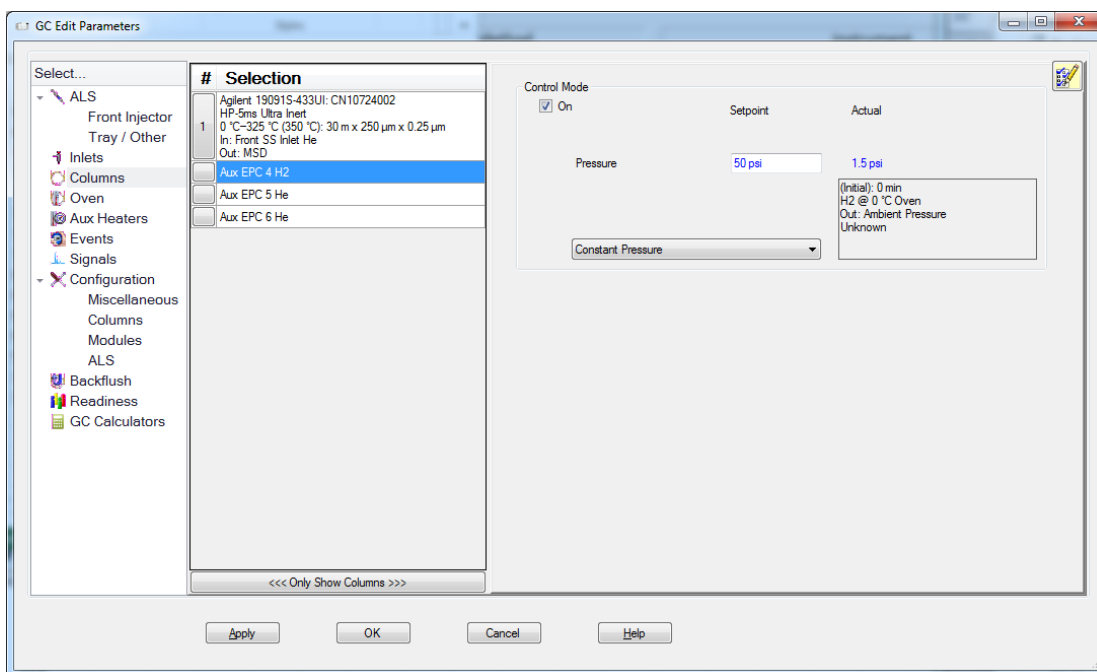


Figura 12 Ajustar la velocidad de flujo del gas de la fuente de iones autolimpiante

- 3 En el área **Selection**, a la izquierda, seleccione **Aux EPC 4 H2**. Consulte la sección [Figura 12](#). Encienda la presión y ajuste a 345 kPa (50 psi) en el modo **Constant Pressure**.
- 4 Seleccione **Aux EPC 5 He** y apague la presión.
- 5 Seleccione **Aux EPC 6 He**. Encienda la presión y ajuste a 21 kPa (3 psi) en el modo **Constant Pressure**.
- 6 Seleccione el ícono **Aux Heaters**, encienda el calentador de la línea de transferencia del MS y ajuste el valor a 250 °C.
- 7 Ajuste la temperatura de funcionamiento de la fuente del MS al valor analítico normal.
- 8 Profile tres masas objetivo.
 - a Desde Instrument Control, diríjase a **Instrument > MS Tune**.
 - b Seleccione la pestaña **Manual Tune**.
 - c Seleccione la pestaña **Profile**.
 - d Escriba tres (3) masas para perfilar cualquiera de los tres iones. (No importa que ion elija. El propósito es utilizar la función Profile para que el filamento esté encendido durante esta limpieza inicial de la fuente).
 - e Haga clic en **MS On**.
 - f Haga clic en **Start** para comenzar a limpiar la fuente.
- 9 Continúe el perfil de los iones objetivo durante, aproximadamente, 3 horas.
- 10 Después de 3 horas, haga clic en **Stop** para detener el perfilado.
- 11 Antes de ejecutar cualquier muestra, realice una sintonización automática.

Editar un método para utilizar el modo de fuente de iones autolimpiante

Edite todos los métodos que necesiten funcionar en el modo de fuente de iones autolimpiante con estos ajustes de GC.

- 1 Del panel de adquisición de GC/MS MassHunter **Instrument Control**, seleccione **Instrument > GC Parameters**.
- 2 Haga clic en el icono **Columns** para visualizar la pantalla de entrada de parámetros de control para la columna y los módulos de flujo Aux.

Este ejemplo utiliza un EPC Aux de módulo de flujo con los puertos 4, 5, 6 conectados por tuberías para el control de la fuente de iones autolimpiante. El puerto con el número bajo está conectado a **H2**, el puerto medio está conectado a **He** y el puerto con el número alto es una ventilación de purga. El sistema también podría utilizar los EPC Aux 1, 2, 3 o EPC Aux 7, 8, 9 como la unidad de EPC Aux configurada para el servicio de fuente de iones autolimpiante.

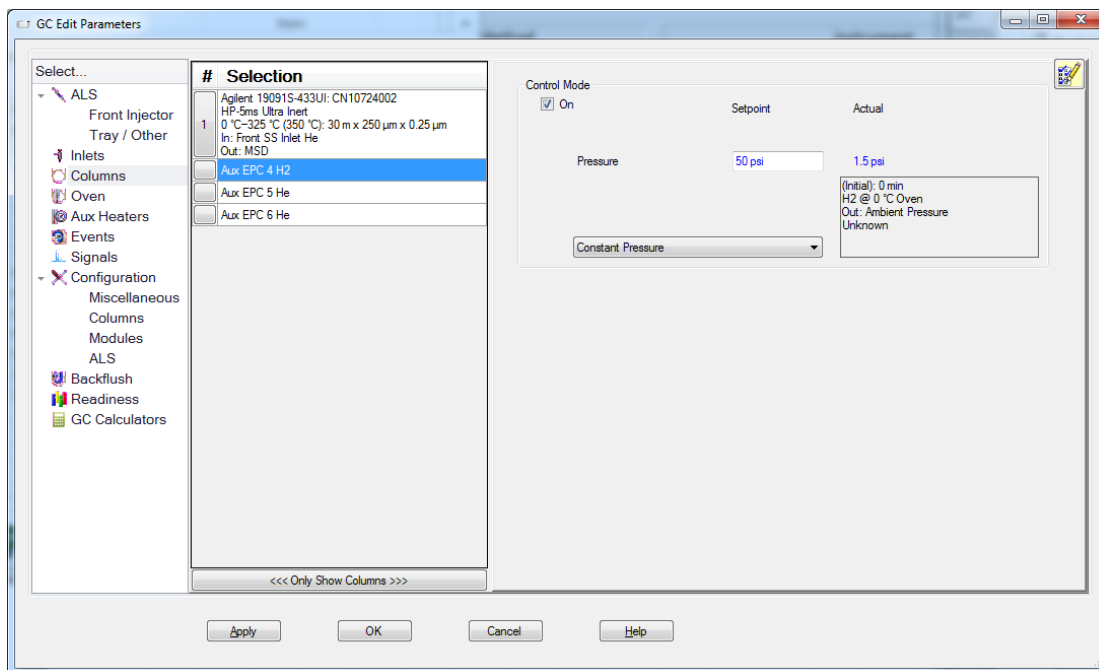


Figura 13 Ajustar la velocidad de flujo del gas de la fuente de iones autolimpiante

- 3 En el área **Selection**, a la izquierda, seleccione **Aux EPC 4 H2**. Consulte la sección [Figura 13](#). Encienda la presión y ajuste a 345 kPa (50 psi) en el modo **Constant Pressure**.

Es posible que necesite ajustar la presión del hidrógeno para lograr la mejor mezcla de limpieza y el mejor rendimiento para su aplicación.

- 4 Seleccione **Aux EPC 5 He** y apague la presión.
- 5 Seleccione **Aux EPC 6 He**. Encienda la presión y ajuste a 21 kPa (3 psi) en el modo **Constant Pressure**.
- 6 Guarde el método.

Editar un método para apagar el modo de fuente de iones autolimpiante

Edite todos los métodos que necesite que el modo de fuente de iones autolimpiante se apague con estos ajustes de GC.

- 1 Con el método cargado, del panel de adquisición de GC/MS MassHunter **Instrument Control**, seleccione **Instrument > GC Parameters**.
- 2 Haga clic en el icono **Columns** para visualizar la pantalla de entrada de parámetros de control para la columna y los módulos de flujo Aux.

Este ejemplo utiliza un EPC Aux de módulo de flujo con los puertos 4, 5, 6 conectados por tuberías para el control de la fuente de iones autolimpiante. El puerto con el número bajo está conectado a **H2**, el puerto medio está conectado a **He** y el puerto con el número alto es una ventilación de purga. El sistema también podría utilizar los EPC Aux 1, 2, 3 o EPC Aux 7, 8, 9 como la unidad de EPC Aux configurada para el servicio de fuente de iones autolimpiante.

- 3 En el área **Selection**, a la izquierda, seleccione **Aux EPC 4 H2** y apague la presión. (Consulte la sección [Figura 13](#) en la página 88).
- 4 Seleccione **Aux EPC 5 He**. Encienda la presión y ajuste a 35 kPa (5 psig) en el modo **Constant Pressure**.
- 5 Seleccione **Aux EPC 6 He**. Encienda la presión y ajuste a 21 kPa (3 psig) en el modo **Constant Pressure**.
- 6 Guarde el método.

Comprobar el rendimiento del sistema

Materiales necesarios

- Estándar de verificación de NCI de OFN 100 fg/ μ L para verificación del IDL (5188-5347)
- Estándar de verificación de EI de OFN 1 pg/ μ L para verificación de S/N (5188-5348)

Compruebe el rendimiento de la sintonización

- 1 Verifique que el sistema ha estado bombeando durante al menos 60 minutos.
- 2 Establezca la temperatura del horno del GC en 150 °C y el flujo de la columna en 1,0 mL/min.
- 3 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **Checkout Tune** en el menú **Checkout**. El software llevará a cabo una sintonización e imprimirá un informe sobre la misma.
- 4 Cuando se haya completado la sintonización automática, guarde el método y luego seleccione **Evaluate Tune** del menú **Checkout**.

El software evaluará la última sintonización automática e imprimirá un informe de Verificación del sistema - Sintonización.

Compruebe el nivel de sensibilidad

- 1 Configúrelo para inyectar 1 μ L de OFN, bien mediante el ALS o manualmente.
- 2 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **Sensitivity Check** en el menú **Checkout**. El sistema muestra un cuadro de diálogo de **Alert** que le recuerda que debe resolver el método OFN_SN y colocar la muestra de OFN en el vial 1 cuando se configura un ALS.
- 3 Si fuera necesario, resuelva el hardware con este método y coloque la muestra en la posición 1 del vial.
- 4 Haga clic en **OK** para ejecutar el método.

Cuando se complete el método, se imprimirá un informe de evaluación.

Compruebe que la relación señal-ruido rms cumple las especificaciones indicadas. Puede consultar las especificaciones en la página Web de Agilent, en la dirección www.agilent.com/chem.

Realizar pruebas de alta masa (MSD serie 5977B)

Materiales necesarios

- Muestra de calibración PFHT (5188-5357)

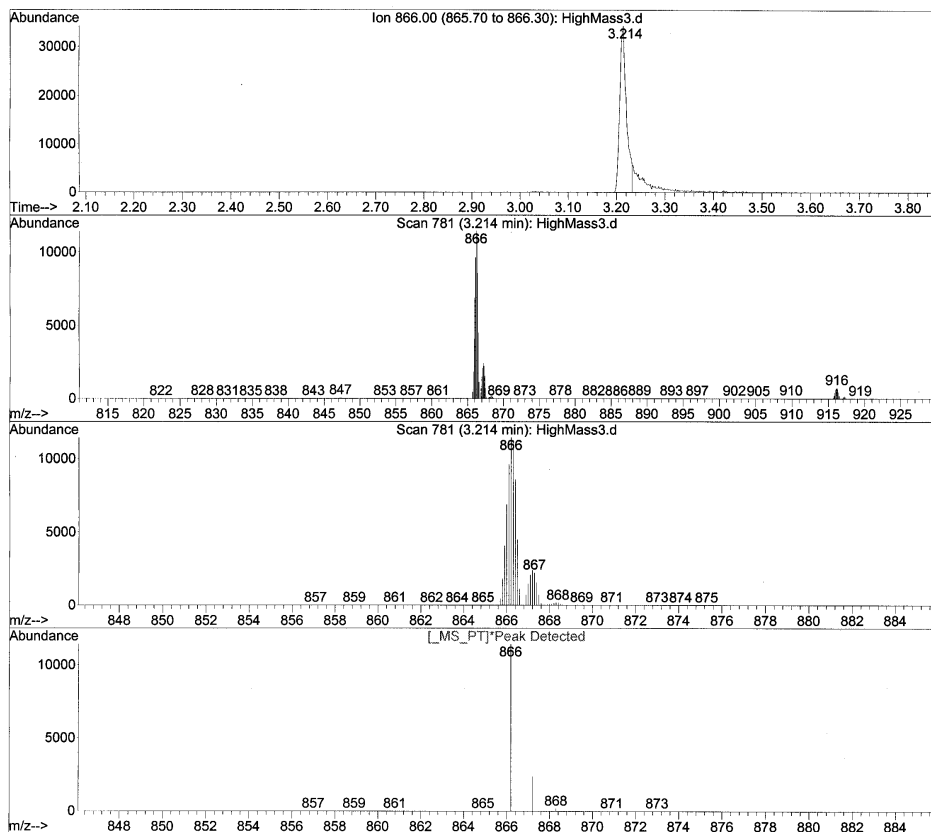
Procedimiento

- 1 Cargue el archivo de sintonización ATUNE.U y sintonice automáticamente el MSD. Consulte la sección “[Ajustar el MSD en el modo de EI](#)” en la página 83.
- 2 Resuelva el método PFHT.M que se encuentra en MassHunter\MSD\x\methods\checkout\PFHT.M donde x es el número de instrumento utilizado.
- 3 Actualice y guarde el método.
- 4 Cargue la muestra de calibración PFHT en un vial y colóquelo en la posición 2.
- 5 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **High Mass Check** en el menú **Checkout**.
- 6 Siga las instrucciones que aparecen en la pantalla.
- 7 La ejecución se completará y los resultados se imprimirán en 5 minutos. Consulte la sección [Figura 14](#) en la página 93.

Resultados

*PFHT HIGH MASS REPORT

Data File : C:\msdchem\1\5975\HighMass3.d Vial: 2
 Acq On : 28 Apr 2005 15:07 Operator:
 Sample : *HIGH MASS TEST Inst : Instrument #1
 Misc : _[] Multiplr: 1.00
 Barcode : *EXPECTED=* <NONE> ACTUAL=* <NONE> Sample Amount:0.00
 MS Integration Params: NA



| * MASS | ACTUAL | ISOTOPE | ABUND | ISOTOPE | RATIO | RELATIVE | WIDTH |
|--------|--------|---------|-------|---------|-------|----------|-------|
| 866.00 | 866.20 | 867.20 | 11439 | 2402 | 21.00 | 100.00 | 0.512 |
| 867.00 | 867.20 | 868.30 | 2402 | 171 | 7.12 | 21.00 | 0.512 |
| 916.00 | 916.20 | 917.20 | 742 | 155 | 20.89 | 6.49 | 0.553 |

Figura 14 Informe PFHT de alta masa

Los resultados indicarán la cantidad recomendada que debe ajustarse **AMU offset** para alta masa. Si los resultados están dentro de las 5 unidades de la cantidad objetivo, no es necesario realizar ajustes.

Ajustes

- 1 Compruebe que ATUNE.U se ha cargado.
- 2 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **Edit Tune Parameters** en el menú **Instrument** para visualizar el cuadro de diálogo **Manual Tune**.
- 3 Haga clic en la pestaña **Dynamic** y luego haga clic en la subpestaña **Amu Offset**.
- 4 Seleccione la casilla de verificación **Enable This Lens**.
- 5 Introduzca la desviación dinámica recomendada de **Voltage (V)** y haga clic en **OK**.
- 6 Haga clic en **Save** para guardar esta **Amu Offset** dinámica para alta masa.

Puede sobrescribir el archivo ATUNE.U existente para incluir los ajustes de alta masa o guardar el archivo de ajustes con otro nombre, por ejemplo, ATUNEHIGH.U.

Toda vez que se ejecuta un ATUNE.U, sobrescribirá esta **Amu Offset** dinámica que se introdujo. Es por eso que le interesa renombrar la sintonización.

- 7 Haga clic en **Done** para cerrar el cuadro de diálogo Manual Tune.
- 8 Cargue el PFHT.M, luego cargue el fichero de sintonización guardado y guarde el método.
- 9 Vuelva a ejecutar la mezcla de test (repita la comprobación de alta masa). Si la corrección es inferior a 5 unidades, no es necesario realizar ajustes.

Abrir las cubiertas del MSD

Si necesita abrir las cubiertas del MSD, siga los siguientes procedimientos.

Para extraer la cubierta de la ventana de vista del analizador



Presione el área redondeada que está en la parte superior de la ventana, incline la ventana levemente hacia adelante y levante del MSD.

PRECAUCIÓN

No emplee una fuerza excesiva, ya que podría romper las piezas de plástico que unen la cubierta a la estructura principal.

Cubierta de la
ventana del

Asa

Cubierta del
analizador



Abrir las cubiertas del analizador



Tire del asa del lado del MSD hacia la izquierda y abajo para soltar la sujeción magnética y abra la cubierta. La cubierta se sostiene mediante sus bisagras.

ADVERTENCIA

No extraiga ninguna otra cubierta. Bajo las demás cubiertas hay cables de alta tensión.

Purgar el MSD



Procedimiento

Agilent recomienda que cree y guarde un método de purga, a fin de asegurarse que se aplican temperaturas seguras en la línea de transferencia del GC/MS y el MS.

- 1 Si no tiene comunicación LVDS o DCOMM entre el GC y el MS, en la vista **Instrument Control** seleccione **GC Parameters** del menú **Instrument** para visualizar el cuadro de diálogo **GC Edit Parameters**. Seleccione **Oven** y establezca la temperatura del horno a temperatura ambiente. También seleccione **Aux Heaters (MSD Transfer line) and Inlets** y establezca esas temperaturas a temperatura ambiente. Haga clic en **OK** para cerrar el cuadro de diálogo y envíe esta temperatura al GC.

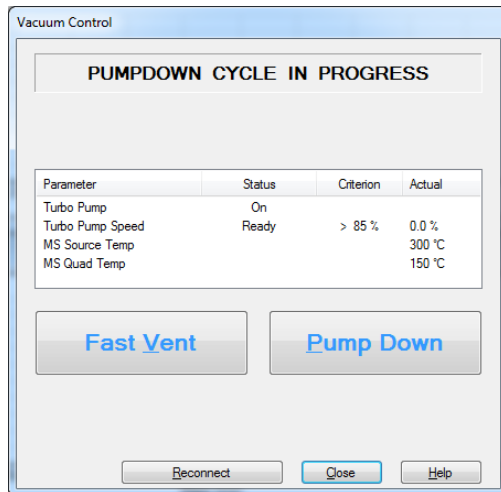
ADVERTENCIA

Si está usando hidrógeno como gas portador, el flujo de este gas debe cerrarse antes de apagar la alimentación del MSD. Si la bomba delantera está cerrada, el hidrógeno se acumulará en el MSD y puede producirse una explosión. Lea **“Seguridad para el hidrógeno”** en la página 22 antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.

PRECAUCIÓN

Asegúrese de que el horno del GC y la interfase del GC/MSD estén frías antes de apagar el flujo del gas portador, a fin de no dañar la columna.

- 2 En la vista **Instrument Control**, en el menú **Instrument**, seleccione **MS Vacuum Control** para visualizar el cuadro de diálogo **Vacuum Control**.



- 3 Extraiga la cubierta de la ventana del analizador (consulte [“Abrir las cubiertas del MSD”](#) en la página 95).
- 4 Haga clic en **Vent** para comenzar el apagado automatizado del MSD. Si ha guardado un método de purga, las temperaturas y los flujos del MSD y el GC se controlan mediante el método.
- 5 Siga las instrucciones indicadas. Si no tiene comunicación LVDS o DCOMM entre el GC y el MS, se le indicará que apague la línea de transferencia y los calentadores del horno.

3 Funcionamiento en modo de ionización por impacto electrónico (EI)

- 6 Cuando se lo indique, gire el botón de la válvula de purga en sentido contrario a las agujas del reloj **solamente** 3/4 de vuelta o hasta que escuche el sonido sibilante del aire que fluye hacia la cámara del analizador.

Botón de la válvula de purga



No gire demasiado el botón dado que la arandela puede salirse de la ranura. Asegúrese de cerrar la válvula de purga antes del bombeo.

Bompear el MSD

También puede utilizar el panel de control de GC 7890B para llevar a cabo esta tarea. Consulte la sección “[Funcionamiento del MSD desde el panel de control de GC](#)” en la página 55.

ADVERTENCIA

Antes de comenzar el bombeo, compruebe que el MSD cumple todas las condiciones enumeradas en la introducción de este capítulo ([página 63](#)). En caso contrario, puede sufrir lesiones personales.

ADVERTENCIA

Si está utilizando hidrógeno como gas portador, no abra el flujo de dicho gas hasta que se haya bombeado el MSD. Si las bombas de vacío están cerradas, el hidrógeno se acumulará en el MSD y puede producirse una explosión. Lea “[Seguridad para el hidrógeno](#)” en la página 22 antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.

PRECAUCIÓN

Agilent recomienda no utilizar hidrógeno como gas portador en sistemas equipados con una bomba mecánica IDP3.

Procedimiento

- 1 Extraiga la cubierta de la ventana del analizador (consulte “[Abrir las cubiertas del MSD](#)” en la página 95).
- 2 Cierre la válvula de purga girando el botón en sentido de las agujas del reloj.



Botón de la válvula de purga

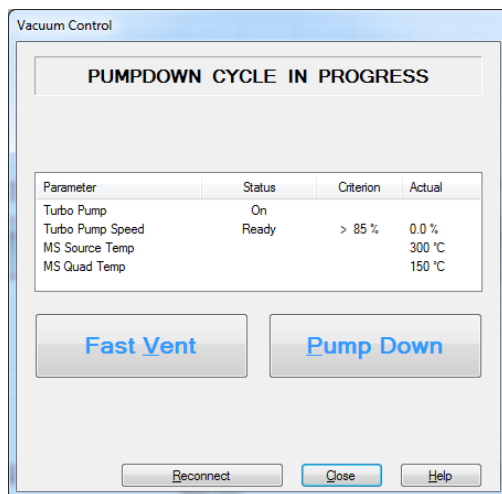


3 Funcionamiento en modo de ionización por impacto electrónico (EI)

- 3 Conecte el cable de alimentación al MSD.
- 4 Presione el botón **Power on** que se encuentra en el frente del MSD.
- 5 Presione ligeramente el panel lateral para asegurar un sellado correcto. Presione la caja metálica de la placa lateral.

La bomba delantera emitirá un sonido de borboteo. Este sonido debería detenerse en el plazo de un minuto. Si continúa el sonido, significa que existe una *gran* fuga de aire en el sistema, probablemente en el sellado de la placa lateral, la tuerca de la columna de la interfase o en la válvula de purga.

- 6 Inicie el programa de adquisición de GC/MS MassHunter.
- 7 En la vista **Instrument Control**, en el menú **Instrument**, seleccione **MS Vacuum Control** para visualizar el cuadro de diálogo **Vacuum Control**.
- 8 En la vista **Instrument Control**, en el menú **Instrument**, seleccione **MS Vacuum Control** para visualizar el cuadro de diálogo **Vacuum Control**.
- 9 Haga clic en **Pump Down**, en el cuadro de diálogo **Vacuum Control** y siga las indicaciones del sistema.



PRECAUCIÓN

No encienda ninguna de las zonas calentadas del GC hasta que se active el flujo del gas portador. La columna se dañará si se calienta sin flujo de gas portador.

- 10 Cuando se le indique, encienda el calentador de la interfase GC/MSD y el horno del GC. Haga clic en **OK** cuando lo haya hecho.

El software encenderá los calentadores de la fuente iónica y del filtro de masas (cuad). Los valores de temperatura se almacenan en el fichero de sintonización automática (*.u) actual.

- 11 Después de que aparece el mensaje **Okay to run**, espere 2 horas hasta que el MSD alcance el equilibrio térmico. Los datos adquiridos antes de que el MSD haya alcanzado el equilibrio térmico podrían no ser reproducibles.

Transportar o almacenar el MSD

Materiales necesarios

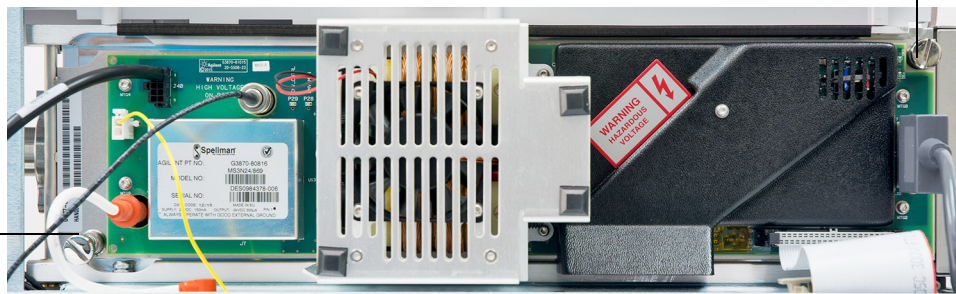
- Férrula ciega (5181-3308)
- Tuerca de la columna de la interfase (05988-20066)
- Llave fija, 1/4 pulgadas × 5/16 pulgadas (8710-0510)

Procedimiento

- 1 Purgue el MSD (consulte [“Purgar el MSD”](#) en la página 96).
- 2 Extraiga la columna e instale una férrula ciega y la tuerca de la interfase.
- 3 Cierre la válvula de purga.
- 4 Separe el MSD del GC (consulte el Manual de resolución de problemas y mantenimiento del MSD serie 5977B).
- 5 Desconecte el cable del calentador de la interfase del GC/MSD del GC.
- 6 Abra la cubierta del analizador ([“Abrir las cubiertas del MSD”](#) en la página 95).
- 7 Apriete con los dedos los tornillos de la placa lateral.

Tornillo delantero

Tornillo trasero



PRECAUCIÓN

No apriete los tornillos demasiado. Si lo hace, desmontará las tuercas de la cámara del analizador. Además, puede deformar la placa lateral y producir fugas.

- 8 Conecte el cable de alimentación del MSD.
- 9 Encienda el MSD para crear un vacío aproximado. Compruebe que la velocidad de la bomba turbo es mayor del 50 % o que la presión delantera está ~1 Torr.
- 10 Apague el MSD.
- 11 Cierre la tapa del analizador.
- 12 Desconecte los cables LAN, remoto y de alimentación.

Ya puede guardar o trasladar el MSD. La bomba delantera no se puede desinstalar, debe trasladarse junto con el MSD. Asegúrese de que el MSD permanece vertical y de que en ningún momento se inclina ni se le da la vuelta.

PRECAUCIÓN

El MSD debe permanecer vertical en todo momento. Si necesita enviarlo a otra ciudad, contacte con el representante de Agilent Technologies para que le de instrucciones sobre cómo debe empaquetar y enviar el MSD.

3 Funcionamiento en modo de ionización por impacto electrónico (EI)



4

Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)

| | |
|--|-----|
| Instrucciones generales | 106 |
| Interfase de GC/MSD de CI | 107 |
| Sintonización automática de CI | 109 |
| Funcionamiento del MSD de CI | 111 |
| Bombear el MSD en el modo de CI | 112 |
| Configurar el software para el funcionamiento de CI | 113 |
| Funcionamiento del módulo de control de flujo del gas reactivo | 115 |
| Establecer el flujo del gas reactivo metano | 118 |
| Utilizar otros gases reactivos | 121 |
| Realizar una sintonización automática de PCI (solamente metano) | 124 |
| Realizar una sintonización automática de NCI (gas reactivo metano) | 126 |
| Comprobar el rendimiento de PCI | 128 |
| Comprobar el rendimiento de NCI | 129 |
| Supervisar la presión alta de vacío en modo CI | 130 |

En este capítulo se ofrece información e instrucciones de funcionamiento de los MSD CI serie 5977B en modo de ionización química (CI). La mayor parte de la información incluida en el capítulo anterior también es pertinente.

Prácticamente toda la información se refiere a la ionización química con metano, pero en una sección se aborda el uso de otros gases reactivos.

El software contiene instrucciones para configurar el flujo de gas reactivo y realizar sintonizaciones de CI. Las sintonizaciones se proporcionan para la CI positiva (PCI) con gas metano reactivo y para la CI negativa (NCI) con cualquier gas reactivo.



Instrucciones generales

- Siempre se debe utilizar metano (o cualquier otro gas reactivo, si corresponde) de la mayor pureza. El metano debe tener una pureza del 99,9995 % como mínimo.
- Compruebe siempre que el MSD funciona correctamente en modo EI antes de cambiar a CI. Consulte la sección “[Comprobar el rendimiento del sistema](#)” en la página 91.
- Asegúrese de que la fuente iónica de CI y el sello de la punta de la interfase GC/MSD están instalados.
- Asegúrese de que las tuberías de gas reactivo no presentan fugas de aire. Esto se comprueba en el modo PCI, buscando m/z 32 después de la presintonización de metano.
- Asegúrese de que la línea de entrada de gas reactivo está equipada con purificadores de gas (esto no corresponde al amoníaco).

Interfase de GC/MSD de CI

La interfase de GC/MSD de CI (Figura 15 en la página 108) es un conducto calentado dentro del MSD para la columna capilar. Está unida con pernos al lado derecho de la cámara del analizador con un sello de arandela y tiene una cubierta protectora, que debe dejarse en su lugar.

Un extremo de la interfase pasa por el lateral del GC y llega hasta el horno. Está enroscado para permitir la conexión de la columna con una tuerca y una férula. El otro extremo de la interfase se ajusta en la fuente de iones. El último o los 2 mm últimos de la columna capilar sobresalen del extremo del tubo guía y pasan a la cámara de ionización.

El gas reactivo está conectado por tuberías a la interfase. La punta del conjunto de la interfase se extiende hasta la cámara de ionización. Un sello de resorte evita que los gases reactivos se fuguen de la fuente de iones de CI en la punta. El gas reactivo entra en el cuerpo de la interfase y se mezcla con el gas portador y la muestra en la fuente de iones.

La interfase GC/MSD se calienta mediante un calentador de cartuchos eléctrico. Normalmente, la zona térmica auxiliar n° 2 calentada del GC es la que hace funcionar el calentador. La temperatura de la interfase se puede establecer desde el software de adquisición de GC/MS MassHunter o desde el cromatógrafo de gases. La interfase cuenta con un sensor (termoeléctrico) que supervisa la temperatura.

Esta interfase también se utiliza en el funcionamiento EI los MSD CI. El sello de la punta de CI, necesario para el funcionamiento de la CI, puede quedarse en su lugar cuando la fuente extractora de iones de EI está en uso. Se sustituye con facilidad por la fuente estándar o inerte de iones de EI.

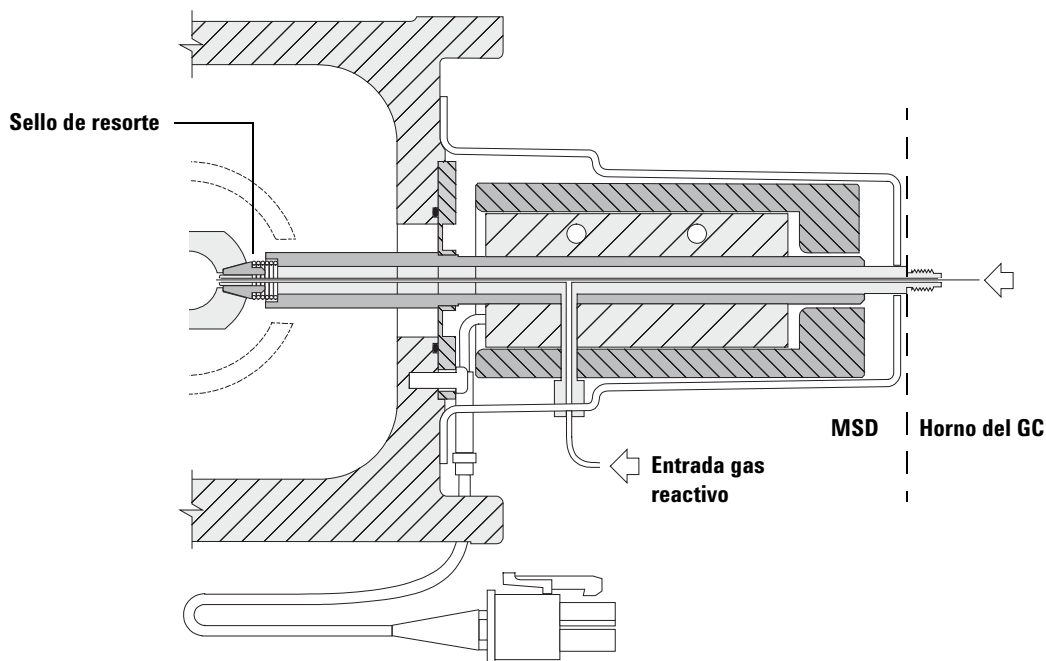
La interfase debe funcionar en el rango de 250 a 350 °C. Al estar sujeta a esa restricción, la temperatura de la interfase debería ser ligeramente superior a la temperatura máxima del horno del GC, pero no ser **nunca** más alta que la temperatura máxima de la columna.

PRECAUCIÓN

No sobrepase la temperatura máxima de la columna, ya sea en la interfase GC/MSD, el horno del GC o el inyector.

ADVERTENCIA

La interfase GC/MSD funciona a altas temperaturas. Si la toca mientras está caliente, podría quemarse.



El extremo de la columna sobresale de 1 a 2 mm dentro de la cámara de ionización.

Figura 15 Interfase de GC/MSD de CI

Consulte también

“Instalar una columna capilar en un inyector split/splitless” en la página 37

“Instalar una columna capilar en la interfase de GC/MS mediante la tuerca de columna de autoapriete” en la página 43

“Instalar una columna capilar en la interfase de GC/MS mediante una tuerca estándar para columnas” en la página 48

Sintonización automática de CI

Después de que se ajusta el flujo del gas reactivo, las lentes y la electrónica del MSD debe sintonizarse. Consulte la sección “[Ajustes de gas reactivo](#)” en la página 110. Se utiliza como calibrante perfluoro-5,8-dimetil-3,6,9-trioxidodecano (PFDTD). En lugar de desbordar la cámara de vacío completamente, el PDFTF se introduce directamente en la cámara de ionización a través de la interfase GS/MSD mediante el módulo de control del flujo de gas.

PRECAUCIÓN

Después de cambiar la fuente de EI a CI o de purgarla por alguna otra razón, el MSD debe purgarse y acondicionarse térmicamente al menos durante 2 horas antes de la sintonización. Se recomienda un tiempo de acondicionamiento térmico mayor antes de realizar pruebas que requieran una sensibilidad óptima.

Hay una sintonización automática de PCI sólo para metano, ya que ningún otro gas produce iones PFDTD en modo positivo. Los iones PFDTD son visibles para cualquier gas reactivo en NCI. Realice la sintonización para PCI de metano primero, independientemente del modo o del gas reactivo que vaya a utilizar en sus análisis.

No hay ningún criterio para el rendimiento de sintonización. Si la sintonización automática de CI finaliza, se aprueba.

Sin embargo, un EMVolts (voltaje multiplicador de electrones) de 2600 V o superior indica que hay un problema. Si su método precisa establecer el EMVolts en +400, es posible que no tenga la sensibilidad adecuada en los datos que obtenga.

PRECAUCIÓN

Compruebe siempre el rendimiento del MSD en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI. Consulte la sección “[Comprobar el rendimiento del sistema](#)” en la página 91. Configure siempre el MSD CI en modo PCI primero, incluso cuando vaya a utilizar el modo NCI.

4 Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)

Tabla 8 Ajustes de gas reactivo

| Gas reactivo | | Metano | | Isobutano | | Amoníaco | | El |
|---|-------------|------------|-------------|------------|-------------|------------|------------|----|
| Polaridad iónica | Positiva | Negativa | Positiva | Negativa | Positiva | Negativa | No | |
| Emisión | 150 μ A | 50 μ A | 150 μ A | 50 μ A | 150 μ A | 50 μ A | 35 μ A | |
| Energía de electrones | 150 eV | 150 eV | 150 eV | 150 eV | 150 eV | 150 eV | 70 eV | |
| Filamento | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 o 2 | |
| Repulsor | 3 V | 3 V | 3 V | 3 V | 3 V | 3 V | 30 V | |
| Enfoque iónico | 130 V | 130 V | 130 V | 130 V | 130 V | 130 V | 90 V | |
| Desplazamiento de las lentes de entrada | 20 V | 20 V | 20 V | 20 V | 20 V | 20 V | 25 V | |
| Voltios EM | 1200 | 1400 | 1200 | 1400 | 1200 | 1400 | 1300 | |
| Válvula de cierre | Abierta | Abierta | Abierta | Abierta | Abierta | Abierta | Cerrada | |
| Selección de gas | A | A | B | B | B | B | Ninguno | |
| Flujo aconsejado | 20 % | 40 % | 20 % | 40 % | 20 % | 40 % | No | |
| Temperatura de la fuente | 250 °C | 150 °C | 250 °C | 150 °C | 250 °C | 150 °C | 230 °C | |
| Temperatura del cuad | 150 °C | 150 °C | 150 °C | 150 °C | 150 °C | 150 °C | 150 °C | |
| Temp. de la interfase | 280 °C | 280 °C | 280 °C | 280 °C | 280 °C | 280 °C | 280 °C | |
| Sintonización automática | Sí | Sí | No | Sí | No | Sí | Sí | |

No No disponible.

Funcionamiento del MSD de CI

El funcionamiento del MSD en el modo CI es algo más complicado que en el modo EI. Después de la sintonización, el flujo de gas, la temperatura de la fuente (Tabla 9) y la energía de electrones deben optimizarse para el analito concreto.

Tabla 9 Temperatura para el funcionamiento de CI

| | Fuente de iones | Cuadrupolo | Interfase GC/MSD |
|-----|-----------------|------------|---------------------|
| PCI | 250 °C | 150 °C | 280 °C |
| NCI | 150 °C | 150 °C | 280 °C |

Inicio del sistema en modo PCI

Si primero se pone en marcha el sistema en modo PCI, se puede hacer lo siguiente:

- Configure el MSD con metano primero, incluso aunque se vaya a utilizar otro gas reactivo.
- Compruebe el sello de la punta de la interfase observando la relación m/z 28 a 27 (en el panel de ajuste del flujo de metano).
- Observe si hay una fuga significativa de aire al supervisar los iones a m/z 19 (agua protonada) y 32.
- Confirme que el MSD está generando iones “reales” y no sólo ruido de fondo.

Es prácticamente imposible realizar ningún diagnóstico en el sistema en NCI. En NCI, no hay iones de gas reactivo que supervisar. Es difícil diagnosticar una fuga de aire y es difícil asegurar si se está creando un buen sello entre la interfase y el volumen de iones.

Según la aplicación, utilice las siguientes velocidades de gas reactivo durante la puesta en marcha del sistema:

- Para el modo PCI, establezca el flujo de gas a 20 (1 mL/min).
- Para el modo NCI, establezca el flujo de gas a 40 (2 mL/min).

Bompear el MSD en el modo de CI

Este procedimiento asume que el instrumento estará finalmente sintonizado para PCI con metano después de que el sistema sea estable.

Procedimiento

- 1 Siga las instrucciones para el MSD EI. Consulte la sección “[Bompear el MSD](#)” en la página 99.

Después de que el software solicite encender el calentador de la interfase y el horno del GC, siga los pasos que se describen a continuación.

- 2 En el cuadro de diálogo **Manual Tune**, haga clic en la pestaña **Values** para controlar que la presión esté disminuyendo (opción de medidor Hi-Vac instalada).
- 3 En el cuadro de diálogo **Manual Tune**, haga clic en la pestaña **CI Gas**, luego en el área **Valve Settings** cierre **Gas Valve A**, **Gas Valve B** y **ShutOff Valve**.
- 4 Compruebe que **PCICH4.U** esté cargado (esquina superior izquierda del cuadro de diálogo **Manual Tune**) y haga clic en la pestaña **Values** para aceptar los valores de temperatura.

Ponga en marcha y verifique siempre el rendimiento del sistema en modo PCI antes de cambiar a NCI.

- 5 Establezca la interfase de GC/MSD en 280 °C.
- 6 Establezca **Gas A (methane)** al 20 %.
- 7 Deje que el sistema se acondicione térmicamente y se purgue durante 2 horas como mínimo. Si ejecutará NCI, a fin de obtener la mejor sensibilidad, acondicione térmicamente el MSD durante toda la noche.

Configurar el software para el funcionamiento de CI

PRECAUCIÓN

Compruebe siempre el rendimiento del GC/MS en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI.

Procedimiento

- 1 Desde la vista **Tune and Vacuum Control**, seleccione **Load Tune Parameters** del menú **File** y cargue el fichero de sintonización **PCICH4.U**.
- 2 Si no se ha realizado nunca la sintonización automática en este fichero, el software mostrará una serie de cuadros de diálogo. **Acepte los valores predeterminados salvo que tenga una buena razón para cambiar alguno.**

Los valores de sintonización tienen un efecto determinante en el rendimiento del MSD. Comience siempre con los valores predeterminados cuando configure por primera vez la CI y haga posteriormente los ajustes para su aplicación concreta. Consulte la [Tabla 10](#) para ver los valores predeterminados para el cuadro Tune Control Limits. Estos límites sólo los utiliza la sintonización automática. **No** deben confundirse con los parámetros establecidos en Edit MS Parameters o con los que aparecen en el informe de sintonización.

Tabla 10 Límites de control de sintonización predeterminados, utilizados únicamente por la sintonización automática de CI.

| Gas reactivo | Metano | | Isobutano | | Amoníaco | |
|--|-----------------|-----------------|-----------|-----------------|----------|-----------------|
| Polaridad iónica | Positiva | Negativa | Positiva | Negativa | Positiva | Negativa |
| Objetivo de abundancia | 1×10^6 | 1×10^6 | No | 1×10^6 | No | 1×10^6 |
| Objetivo de anchura de pico | 0,6 | 0,6 | No | 0,6 | No | 0,6 |
| Repulsor máximo | 4 | 4 | No | 4 | No | 4 |
| Corriente de emisión máxima, μA | 240 | 50 | No | 50 | No | 50 |
| Energía máxima de electrones, eV | 240 | 240 | No | 240 | No | 240 |

Notas para la Tabla 10:

- **No** No disponible. No se forman iones PFDTD en PCI con ningún gas reactivo salvo metano, por eso la sintonización automática de CI no está disponible con estas configuraciones.
- **Polaridad iónica** Configure siempre en PCI con metano primero, después cambie a la polaridad iónica y al gas reactivo de su preferencia.
- **Objetivo de abundancia** Ajuste más o menos para alcanzar la abundancia de señal deseada. Una abundancia de señal mayor arroja también una abundancia de ruido mayor. Se ajusta para la adquisición de datos estableciendo el EMV en el método.
- **Objetivo de ancho de pico** Unos valores de ancho de pico elevados arrojan mejor sensibilidad; unos valores inferiores dan mejor resolución.
- **Corriente de emisión máxima** La máxima corriente de emisión óptima para NCI es muy específica del componente y debe seleccionarse empíricamente. La emisión óptima actual para pesticidas, por ejemplo, puede ser de 200 μA , aproximadamente.

Funcionamiento del módulo de control de flujo del gas reactivo

PRECAUCIÓN

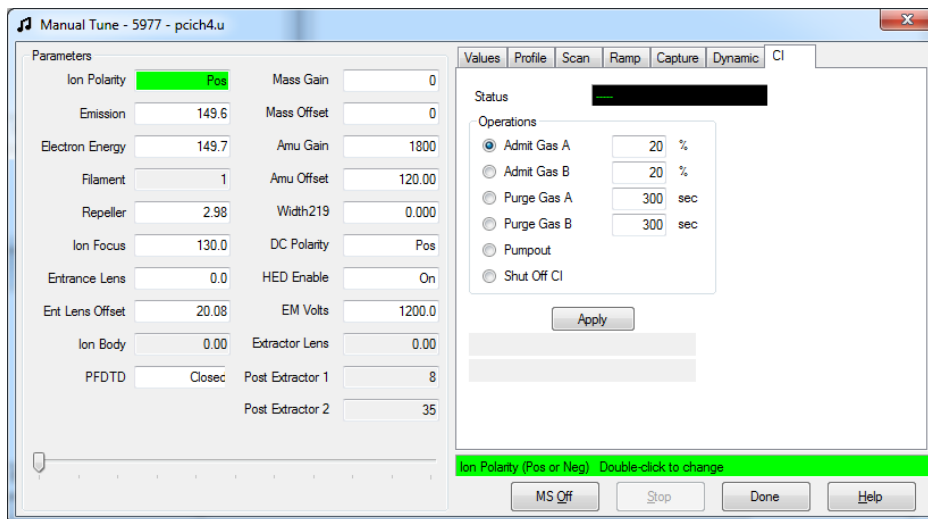
Después de que el sistema haya cambiado del modo EI al modo CI, o de que se haya purgado por alguna otra razón, el MS debe acondicionarse térmicamente durante 2 horas como mínimo antes de sintonizarlo.

PRECAUCIÓN

Si se continúa con la sintonización automática de CI cuando el MS tiene una fuga de aire o grandes cantidades de agua producirá contaminación **grave** de la fuente de iones. Si llega a suceder, deberá **purgar el MS y limpiar la fuente de iones**.

Procedimiento

- 1 En el cuadro de diálogo **Manual Tune**, haga clic en la pestaña **CI Gas** para acceder a los ajustes de parámetros y controlar el flujo de gas de CI.



- 2 En el área **Operations**, seleccione admitir un gas reactivo para el fichero de sintonización actual.

El sistema evacua las líneas de gas durante 6 minutos, después enciende el gas seleccionado (A o B). De esta forma se reduce la mezcla cruzada de gases en las líneas.

- 3 Introduzca el valor de flujo del gas reactivo en el campo **Flow**. Este valor se introduce como un porcentaje de la velocidad máxima de flujo. El flujo recomendado es del 20 % para una fuente de PCI y del 40 % para una fuente de NCI.

El hardware de control de flujo recuerda los parámetros de flujo de cada gas. Cuando hay algún gas seleccionado, la placa de control establece automáticamente el mismo flujo que se utilizó la última vez para ese gas.

- 4 A fin de comenzar con el flujo del gas reactivo, seleccione **Shutoff Valve**.

El sistema apaga el flujo de gas presente mientras que deja la válvula de cierre ([Figura 16](#) en la página 117) abierta. De esta forma se eliminan todos los residuos de gas de las líneas. El tiempo normal de evacuación es de 6 minutos; después la válvula de cierre se cierra.

Módulo de control de flujo

El módulo de control de flujo del gas reactivo de CI regula el flujo del gas reactivo que entra en la interfase de GC/MSD de CI. El módulo de flujo consta de un controlador de flujo de masa (MFC), válvulas de selección de gas, una válvula de calibración de CI, una válvula de cierre, un sistema de control electrónico y tuberías. Consulte la [Figura 16](#) y la [Tabla 11](#) en la [página 117](#).

El panel posterior proporciona conexiones de entrada Swagelok para metano (**CH₄**) y una entrada **OTHER** para otro gas reactivo. En el software se denominan **Gas A** y **Gas B**, respectivamente. Si no utiliza un segundo gas reactivo, cubra la conexión **OTHER** para evitar la entrada de aire accidental en el analizador. Suministre los gases reactivos a una presión de 25 a 30 psi (170 a 205 kPa).

La válvula de cierre evita la contaminación del módulo de control de flujo por la atmósfera cuando se purga el MSD o bien con PFTBA durante el funcionamiento de EI.

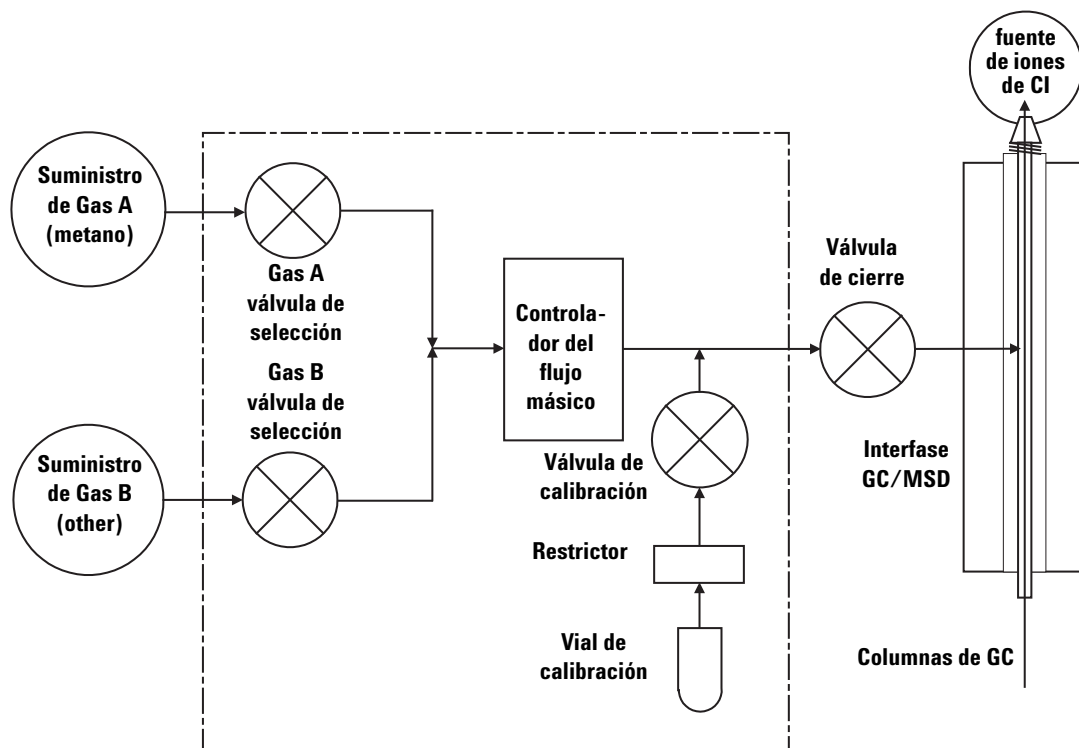


Figura 16 Esquema del módulo de control de flujo del gas reactivo

Tabla 11 Diagrama de estado del módulo de control del flujo

| Resultado | Flujo de Gas A | Flujo de Gas B | Purgar con Gas A | Purgar con Gas B | Bombear módulo de flujo | En espera, purgado o modo EI |
|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------------|------------------------------|
| Gas A | Abierta | Cerrada | Abierta | Cerrada | Cerrada | Cerrada |
| Gas B | Cerrada | Abierta | Cerrada | Abierta | Cerrada | Cerrada |
| MFC | Encendido → valor | Encendido → valor | Encendido → 100 % | Encendido → 100 % | Encendido → 100 % | Apagado → 0 % |
| Válvula de cierre | Abierta | Abierta | Abierta | Abierta | Abierta | Cerrada |

Los estados **Abierto** y **Cerrado** se muestran en los monitores como **1** y **0** respectivamente.

Establecer el flujo del gas reactivo metano

El flujo de gas reactivo debe ajustarse para obtener la estabilidad máxima antes de sintonizar el sistema de CI. Lleve a cabo la configuración **inicial** con metano en el modo de ionización química positiva (PCI). No existe un procedimiento de ajuste de flujo para la NCI, ya que no se forman iones reactivos negativos.

El ajuste del gas reactivo metano es un proceso que consta de tres pasos: configurar el control de flujo, presintonizar los iones del gas reactivo y ajustar el flujo para la relación estable de iones reactivos, para metano, m/z 28/27.

El sistema de datos le solicitará información durante el procedimiento de ajuste de flujo.

Procedimiento

- 1 Con una fuente de iones de EI, realice la sintonización automática estándar, guarde el informe y anote la presión informada. Consulte la sección “[Ajustar el MSD en el modo de EI](#)” en la página 83.
- 2 Purgue el sistema. Consulte la sección “[Purgar el MSD](#)” en la página 68.
- 3 Instale la fuente de iones de CI. Consulte la sección “[Instalar la fuente de iones de CI](#)” en la página 208.
- 4 Bombear el sistema. Consulte la sección “[Bombear el MSD en el modo de CI](#)” en la página 112.
- 5 Espere hasta que la presión esté cerca de la presión registrada anteriormente para la sintonización automática de EI. Consulte la sección “[Supervisar la presión alta de vacío en modo CI](#)” en la página 130.
- 6 Seleccione **Bake out MSD** desde el menú **Execute** de la vista **Manual Tune** para visualizar el cuadro de diálogo **Specify Bake Out parameters**. Configure un tiempo mínimo de 2 horas, ajuste los otros parámetros y haga clic **OK** para comenzar con el acondicionamiento térmico.

PRECAUCIÓN

Después de que el sistema haya cambiado del modo EI al modo CI, o de que se haya purgado por alguna otra razón, el MSD debe acondicionarse térmicamente durante 2 horas como mínimo antes de sintonizarlo.

Si se continúa con la sintonización automática de CI cuando el MSD tiene una fuga de aire o grandes cantidades de agua producirá contaminación **grave** de la fuente de iones. Si llega a suceder, deberá **purgar el MSD y limpiar la fuente de iones**.

- 7 Seleccione **Methane Pretune** desde el menú Setup y siga las indicaciones del sistema. Consulte la ayuda en línea de MassHunter para obtener información adicional.

La presintonización de metano afina el instrumento para la supervisión óptima de la relación de los iones reactivos de metano m/z 28/27.

- 8 Examine el análisis del perfil visualizado de los iones reactivos.
 - No debe haber ningún pico visible a m/z 32. La presencia de un pico allí indica una fuga de aire. Solucione la fuga antes de continuar. Si se hace funcionar en el modo CI con una fuga de aire, la fuente de iones se contaminará inmediatamente.
 - El pico a m/z 19 (agua protonada) es menor del 50% que el pico a m/z 17.
- 9 Cuando se lo indique, haga clic en **OK** para realizar el ajuste de flujo de metano.

4 Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)

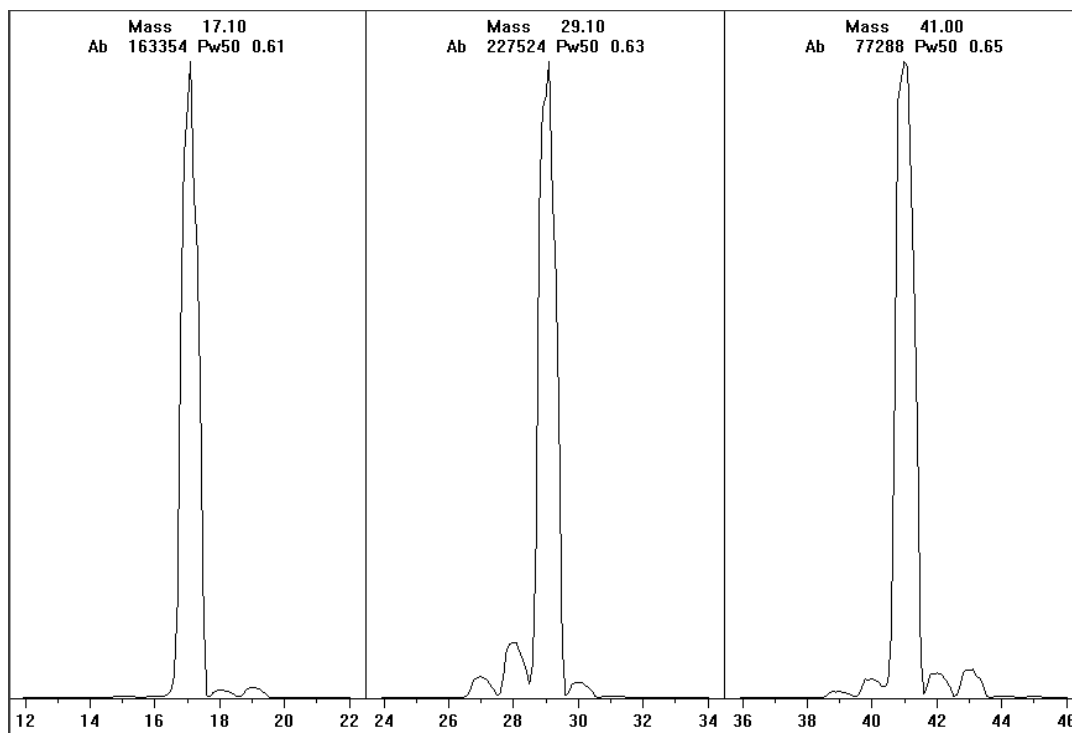


Figura 17 Análisis de iones reactivos después de un acondicionamiento térmico muy extenso

Presintonización para metano después de más de un día de acondicionamiento térmico

Observe la poca abundancia de m/z 19 y la ausencia de algún pico visible a m/z 32. El MSD probablemente mostrará más agua al principio, pero la abundancia de m/z 19 aún debe ser menor del 50 % de m/z 17.

Utilizar otros gases reactivos

En esta sección se describe el uso del isobutano o del amoníaco como gas reactivo. Antes de utilizar otros gases reactivos, conviene que esté familiarizado con el funcionamiento del MSD serie 5977B equipado con CI.

PRECAUCIÓN

No utilice óxido nitroso como gas reactivo, porque acortará radicalmente la duración del filamento.

Cambiar de metano a isobutano o amoníaco como gas reactivo altera la química del proceso de ionización y produce iones diferentes. En la Guía de conceptos de la serie 5977B, se describen en general las reacciones principales de ionización química que pueden encontrarse. Si no posee experiencia en ionización química, es conveniente que lea dicha documentación antes de continuar.

PRECAUCIÓN

No todas las operaciones de configuración se pueden realizar en todos los modos con todos los gases reactivos. Consulte la sección [Tabla 12](#) para obtener detalles al respecto.

Tabla 12 Gases reactivos

| Gas reactivo/modo | Masas de iones reactivos | PFDTD iones de calibración | Iones de ajuste de flujo: Relación Bomba turbo del MSD de EI/PCI/NCI Flujo recomendado: 20 % para PCI, 40 % para NCI |
|-------------------|--------------------------|-------------------------------|--|
| Metano/PCI | 17, 29, 41 [*] | 41, 267, 599 | 28/27: 1,5–5,0 |
| Metano/NCI | 17, 35, 235 [†] | 185, 351, 449 | No |
| Isobutano/PCI | 39, 43, 57 | No | 57/43: 5,0–30,0 |
| Isobutano/NCI | 17, 35, 235 | 185, 351, 449 | No |
| Amoníaco/PCI | 18, 35, 52 | No | 35/18: 0,1–1,0 |
| Amoníaco/NCI | 17, 35, 235 | 185, 351, 517 | No |

^{*} No se forman iones PFDTD con ningún gas reactivo que no sea metano. Haga la sintonización con metano y utilice idénticos parámetros para el otro gas.

[†] No se forman iones **negativos** de gas reactivo. Para presintonizar en modo negativo, utilice iones de fondo: 17 (OH⁻), 35 (Cl⁻) y 235 (ReO₃⁻). No se pueden utilizar estos iones para el ajuste de flujo del gas reactivo. Establezca el flujo al 40 % para NCI y ajuste según sea necesario para obtener resultados aceptables para su aplicación.

CI con isobutano

El isobutano (C_4H_{10}) se utiliza normalmente para la ionización química cuando se desea menor fragmentación en el espectro de ionización química. Esto es debido a que la afinidad protónica del isobutano es superior a la del metano; por eso se traspasa menos energía a la reacción de ionización.

La adición y traspaso de protones son los mecanismos de ionización que se asocian con más frecuencia al isobutano. La propia muestra influye en qué mecanismo domina.

CI con amoníaco

El amoníaco (NH_3) se emplea habitualmente en la ionización química cuando se desea menor fragmentación en el espectro de ionización química. Esto es debido a que la afinidad protónica del amoníaco es superior a la del metano; por eso se traspasa menos energía a la reacción de ionización.

Dado que muchos compuestos de interés tienen afinidades de protones insuficientes, los espectros de ionización química del amoníaco resultan de la adición de NH_4^+ y después, en algunos casos, de la subsiguiente pérdida de agua. Los espectros de iones reactivos de amonio tienen los iones principales a m/z 18, 35 y 52, que corresponden a NH_4^+ , $NH_4(NH_3)^+$ y $NH_4(NH_3)_2^+$.

Para ajustar el MSD para la ionización química con isobutano o amoníaco, siga el procedimiento siguiente:

Procedimiento

- 1 Realice una sintonización automática estándar de CI positiva con metano y PFDTD. Consulte la sección [“Realizar una sintonización automática de PCI \(solamente metano\)”](#) en la página 124.
- 2 En la vista Tune and Vacuum Control del menú **Tune**, haga clic en **Tune Wizard** y, cuando se lo indique, seleccione **Isobutane** (isobutano) o **Ammonia** (amoníaco). De este modo se cambiarán los menús para usar el gas seleccionado y para seleccionar los parámetros de sintonización predeterminados correctos.
- 3 Cuando se lo indique, seleccione **Gas B** (el puerto en donde se conecta el isobutano o el amoníaco). Siga las indicaciones de Tune Wizard y establezca el flujo de gas al 20 %.

Si utiliza un fichero de sintonización que ya existe, asegúrese de guardarlo con un nuevo nombre si no quiere sobrescribir los valores que contiene. Acepte la temperatura y demás valores de configuración predeterminados.

4 Haga clic en *Isobutane* (o *Ammonia*) *Flow Adjust* en el menú *Execute*.

No hay sintonización automática para el isobutano o el amoníaco en PCI.

Si quiere realizar la NCI con isobutano o amoníaco, cargue **NCICH4.U** o un fichero existente de NCI para ese gas concreto. Para obtener más información sobre el funcionamiento de CI con amoníaco, consulte la nota de aplicación de Agilent [“Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the 5975 Series MSDs”](#) (5989-5170EN).

PRECAUCIÓN

El uso de amoníaco afecta a los requisitos de mantenimiento del MSD. Consulte [“Mantenimiento de CI”](#) en la página 187 para obtener más información.

PRECAUCIÓN

La presión del suministro de amoníaco debe ser inferior a 5 psig. Una presión elevada puede provocar que el amoníaco se condense de gas a líquido.

Mantenga siempre el tanque de amoníaco en posición vertical, bajo el nivel del módulo de flujo. Enrolle el tubo de suministro de amoníaco en varios bucles utilizando una botella o un bote. Así se contribuye a mantener el amoníaco líquido fuera del módulo de flujo.

El amoníaco tiende a romper los sellos y fluidos de la bomba de vacío. La CI con amoníaco obliga a realizar las tareas de mantenimiento del sistema de vacío con mayor frecuencia (Consulte el *Manual de mantenimiento y resolución de problemas del MSD serie 5977B*.)

Es frecuente que se utilice una mezcla de 5 % de amoníaco y 95 % de helio, o 5 % de amoníaco y 95 % de metano como gas reactivo para la CI. Esta cantidad de amoníaco es suficiente para obtener una buena ionización química al tiempo que se reducen sus efectos negativos.

CI con dióxido de carbono

El dióxido de carbono se utiliza con frecuencia como gas reactivo de CI. Tiene ventajas obvias de disponibilidad y seguridad.

Realizar una sintonización automática de PCI (solamente metano)

PRECAUCIÓN

Compruebe siempre el rendimiento del MSD en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI. Configure siempre el MSD CI en modo PCI primero, incluso cuando vaya a utilizar el modo NCI.

Evite la sintonización más de lo que sea absolutamente necesario; así se minimiza el ruido de fondo de PFDTD y ayuda a evitar la contaminación de la fuente de iones.

Procedimiento

- 1 Compruebe que el MSD funciona correctamente en modo EI primero. Consulte la sección “[Comprobar el rendimiento del sistema](#)” en la página 91.
- 2 Cargue el fichero de sintonización **PCICH4.U** o un fichero de sintonización existente para el gas reactivo que esté utilizando.

Si utiliza un fichero de sintonización que ya existe, asegúrese de guardarlo con un nuevo nombre si no quiere sobrescribir los valores que contiene.

- 3 Acepte los valores predeterminados.
- 4 Establezca la configuración para el metano. Consulte la sección “[Establecer el flujo del gas reactivo metano](#)” en la página 118.
- 5 En el menú **Tune**, haga clic en **CI Autotune**.

No hay ningún criterio para el rendimiento de sintonización. Si la sintonización automática finaliza, se aprueba (consulte [Figura 18](#) en la página 125). Sin embargo, si la sintonización establece el voltaje multiplicador de electrones (EMVolts) en 2600 V o más, es posible que no pueda obtener datos fiables si su método establece el EMVolts en “+400” o superior.

El informe de sintonización automática contiene información sobre el aire y el agua del sistema. Consulte la sección “[Informe de sintonización automática de PCI](#)” en la página 125.

Una relación 19/29 muestra la abundancia de agua.

Una relación 32/29 muestra la abundancia de oxígeno.

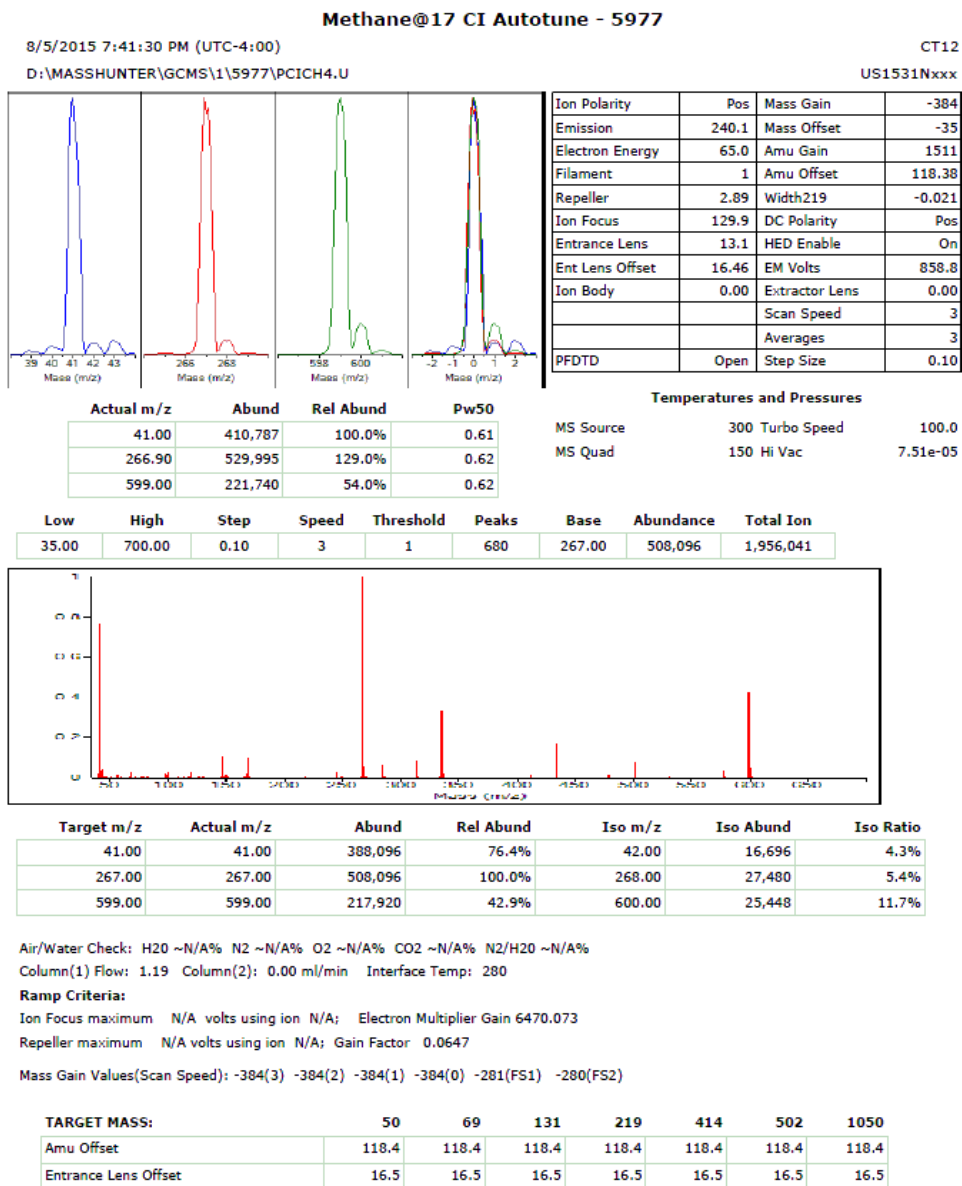


Figura 18 Informe de sintonización automática de PCI

Realizar una sintonización automática de NCI (gas reactivo metano)

PRECAUCIÓN

Compruebe siempre el rendimiento del MSD en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI. Consulte la sección “[Comprobar el rendimiento del sistema](#)” en la página 91. Configure siempre el CI MSD en PCI con metano como gas reactivo primero, incluso cuando vaya a utilizar otro gas reactivo o a realizar NCI.

Procedimiento

- 1 En la ventana Tune and Vacuum Control, cargue **NCICH4.U** (o un fichero de sintonización existente para el gas reactivo que esté utilizando).
- 2 En el menú Setup, seleccione **CI Tune Wizard** y siga las indicaciones del sistema.

Acepte la temperatura y demás valores de configuración predeterminados.

Si utiliza un fichero de sintonización que ya existe, asegúrese de guardarlo con un nuevo nombre si no quiere sobrescribir los valores que contiene.

- 3 En el menú Tune, haga clic en **CI Autotune**.

PRECAUCIÓN

Evite la sintonización salvo que sea absolutamente necesario; así se minimiza el ruido de fondo de PFDTD y se evita la contaminación de la fuente de iones.

No hay ningún criterio para el rendimiento de sintonización. Si la sintonización automática finaliza, se aprueba (consulte [Figura 19](#) en la página 127). Sin embargo, si la sintonización establece el voltaje multiplicador de electrones (EMVolts) en 2600 V o más, es posible que no pueda obtener datos fiables si su método establece el EMVolts en “+400” o superior.

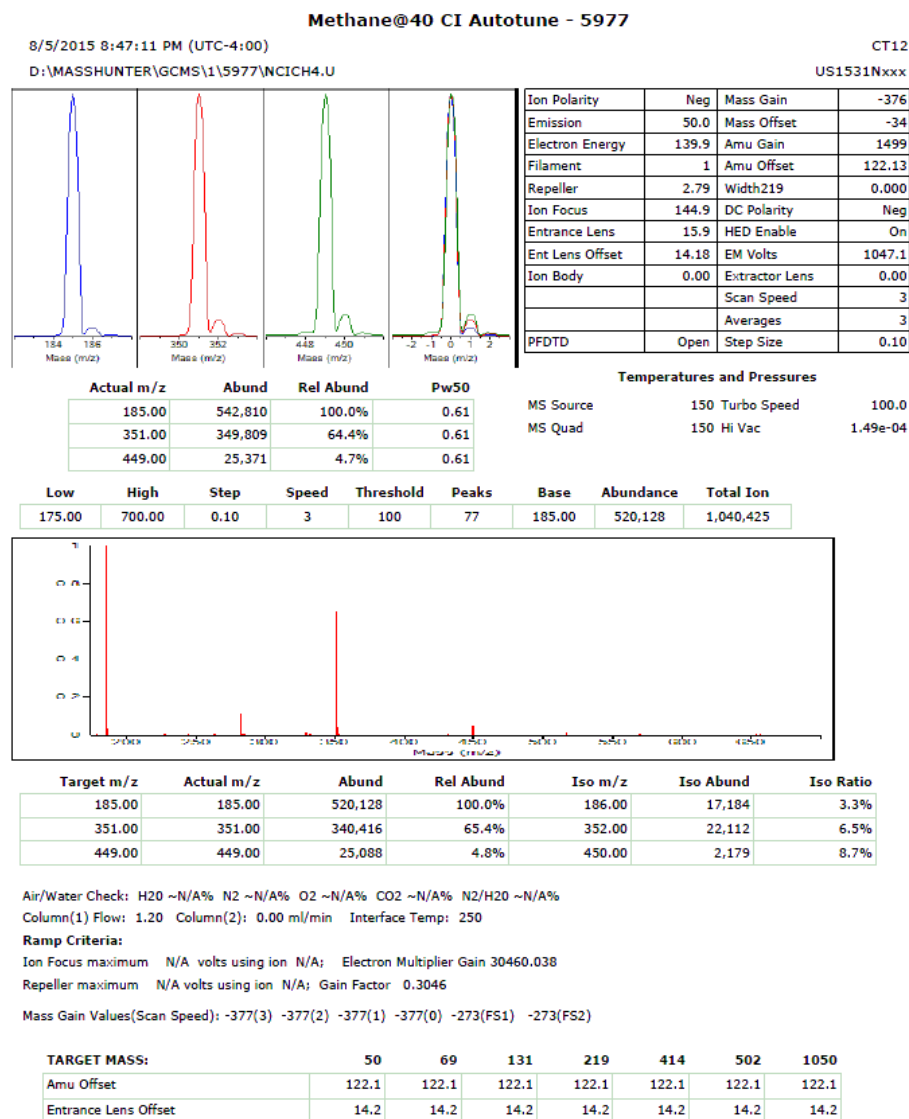


Figura 19 Sintonización automática de NCI

Comprobar el rendimiento de PCI

Materiales necesarios

- Benzofenona, 100 pg/μL (8500-5440)

PRECAUCIÓN

Compruebe siempre el rendimiento del MSD en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI. Consulte la sección “[Comprobar el rendimiento del sistema](#)” en la página 91. Configure siempre el MSD CI en modo PCI primero, incluso cuando vaya a utilizar el modo NCI.

Procedimiento

- 1 Compruebe que el MSD funciona correctamente en modo EI.
- 2 Verifique que el fichero de sintonización **PCICH4.U** está cargado.
- 3 Seleccione **Gas A** y establezca el flujo en 20 %.
- 4 En la ventana **Tune and Vacuum Control**, realice la configuración de CI. Consulte la sección “[Realizar una sintonización automática de PCI \(solamente metano\)](#)” en la página 124.
- 5 Ejecute la sintonización automática de CI. Consulte la sección “[Sintonización automática de CI](#)” en la página 109.
- 6 Ejecute el método de sensibilidad de PCI **BENZ_PCI.M** usando benzofenona 1 μL de 100 pg/μL.
- 7 Compruebe que el sistema cumple la especificación de sensibilidad publicada. Puede consultar las especificaciones en la página Web de Agilent, en la dirección www.agilent.com/chem.

Comprobar el rendimiento de NCI

Este procedimiento es para los MSD de EI/PCI/NCI **sólo**.

Materiales necesarios

- Octafluoronaftaleno (OFN), 100 fg/μL (5188-5347)

PRECAUCIÓN

Compruebe siempre el rendimiento del MSD en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI. Consulte la sección “[Comprobar el rendimiento del sistema](#)” en la página 91. Configure siempre el MSD CI en modo PCI primero, incluso cuando vaya a utilizar el modo NCI.

Procedimiento

- 1 Compruebe que el MSD funciona correctamente en modo EI.
- 2 Cargue el archivo de sintonización **NCICH4.U** y acepte los valores de temperatura.
- 3 Seleccione **Gas A** y establezca el flujo en 40 %.
- 4 En la ventana Tune and Vacuum Control, ejecute la sintonización automática de CI. Consulte la sección “[Realizar una sintonización automática de NCI \(gas reactivo metano\)](#)” en la página 126.

Observe que no hay criterios para “aprobar” la sintonización automática en CI. Si la sintonización automática de CI finaliza, se aprueba.

- 5 Ejecute el método de sensibilidad NCI: OFN_NCI.M utilizando 2 μL de 100 fg/μL OFN.
- 6 Compruebe que el sistema cumple la especificación de sensibilidad publicada. Puede consultar las especificaciones en la página Web de Agilent, en la dirección www.agilent.com/chem.

Supervisar la presión alta de vacío en modo CI

ADVERTENCIA

En el caso de que utilice hidrógeno como gas portador, no encienda el medidor de vacío microiónico si existe alguna posibilidad de que se haya acumulado hidrógeno en la cámara del distribuidor. Lea “[Seguridad para el hidrógeno](#)” en la página 22 antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.

Procedimiento

- 1 Ponga en marcha y bombee el MSD. Consulte la sección “[Bombear el MSD en el modo de CI](#)” en la página 112.
- 2 En la ventana **Tune and Vacuum Control**, seleccione **Turn Vacuum Gauge on/off** en el menú **Vacuum**.
- 3 En la ventana **Instrument Control** puede configurar un monitor MS para las lecturas. También puede ver las lecturas de vacío en el LCP o en la pantalla de sintonización manual.

El controlador del medidor no se encenderá si la presión del MSD es superior a, aproximadamente, 8×10^{-3} Torr. El controlador del medidor se calibra para nitrógeno, pero todas las presiones enumeradas en este manual son para helio.

La mayor influencia de la presión de funcionamiento es el flujo (de columna) del gas portador. En la [Tabla 13](#) en la página 131, se enumeran las presiones típicas de diversos flujos de gas portador helio. Estos valores de presión son aproximados y varían de un instrumento a otro.

Lecturas típicas de presión

Use el medidor de vacío microiónico G3397B. Observe que el controlador de flujo de masas se calibra para metano y que el medidor de vacío se calibra para nitrógeno, por tanto, las medidas nos son precisas sino que pretenden servir como referencia de las medidas características observadas (consulte [Tabla 13](#) en la página 131). Las medidas se tomaron bajo el siguiente grupo de condiciones. Observe que son temperaturas características de PCI:

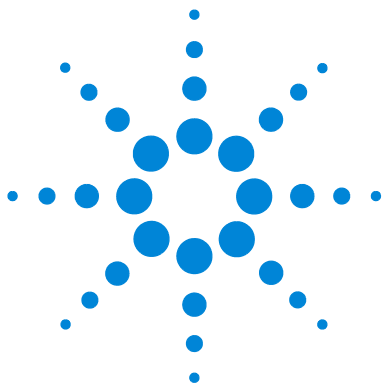
Temperatura de la fuente 250 °C
Temperatura del cuad 150 °C
Temperatura de la interfase 280 °C
Flujo del gas portador helio 1 mL/min

Tabla 13 Ajustes del controlador de flujo de masa y lecturas típicas de presión

| MFC | | Presión (Torr) |
|-----|------------------------------------|---------------------------------------|
| (%) | Metano | Amoníaco |
| | MSD de EI/PCI/NCI (Bomba turbo) | MSD de EI/PCI/NCI (Bomba turbo) |
| 10 | $5,5 \times 10^{-5}$ | $5,0 \times 10^{-5}$ |
| 15 | $8,0 \times 10^{-5}$ | $7,0 \times 10^{-5}$ |
| 20 | $1,0 \times 10^{-4}$ | $8,5 \times 10^{-5}$ |
| 25 | $1,2 \times 10^{-4}$ | $1,0 \times 10^{-4}$ |
| 30 | $1,5 \times 10^{-4}$ | $1,2 \times 10^{-4}$ |
| 35 | $2,0 \times 10^{-4}$ | $1,5 \times 10^{-4}$ |
| 40 | $2,5 \times 10^{-4}$ | $2,0 \times 10^{-4}$ |

Familiarícese con las medidas en **su** sistema en condiciones operativas y observe si se producen **cambios** que indiquen un problema de vacío o de flujo de gas. Las medidas variarán hasta un 30 % de un MSD y controlador de medidor a otro.

4 Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)



5 Mantenimiento general

- Antes de comenzar 134
- Mantenimiento del sistema de vacío 140
- Mantenimiento del analizador 141
- Abrir la cámara del analizador 144
- Quitar la fuente de iones de EI 147
- Desmontar la fuente estándar o inerte de iones de EI 150
- Desmontar la fuente extractora de iones de EI 153
- Limpiar la fuente de iones EI 156
- Montar una fuente estándar o inerte de iones de EI 161
- Montar la fuente extractora de iones de EI 164
- Sustituir un filamento en una fuente de iones de EI 167
- Instalar la fuente de iones de EI 169
- Conectar el cableado de la fuente de iones a la placa de alimentación 170
- Sustituir el cuerno multiplicador de electrones 173
- Cerrar la cámara del analizador 176
- Cambiar de la fuente estándar/inerte/extractora de iones de EI a la fuente de iones de CI 178
- Cambiar de una fuente de iones de CI a una fuente estándar/inerte/extractora de iones de EI 179



Antes de comenzar

Puede realizar usted mismo la mayor parte del mantenimiento que requiere el MSD. Para su seguridad, lea toda la información que se incluye en esta introducción antes de llevar a cabo tareas de mantenimiento.

Tabla 15 Programa de mantenimiento

| Tarea | Semanal | Cada 6 meses | Anual | Según sea necesario |
|--|---------|--------------|-------|---------------------|
| Sintonizar el MSD | | | | X |
| Comprobar el nivel de aceite de la bomba delantera | X | | | |
| Comprobar el/los viales de calibración | | X | | |
| Cambiar el aceite de la bomba delantera * | | X | | |
| Cambiar el fluido de la bomba de difusión | | | X | |
| Comprobar la bomba delantera seca. | | | | X |
| Cambiar el sello de punta de la bomba delantera seca. | | | X | |
| Cambiar el filtro de escape de la bomba delantera. | | | | X |
| Limpiar la fuente iónica | | | | X |
| Comprobar la(s) trampa(s) del gas portador en el GC y el MSD | | | | X |
| Sustituir las piezas desgastadas | | | | X |
| Lubricar la arandela de la placa lateral o de la válvula de purga† | | | | X |
| Sustituir el suministro de gas reactivo Cl | | | | X |
| Sustituir el suministro de gases para el GC | | | | X |

* Cada 3 meses para los MSD Cl que utilizan amoníaco como gas reactivo.

† No es necesario lubricar los sellos de vacío salvo la arandela de la placa lateral o de la válvula de purga. Si se lubrican otros sellos es posible que se interfiera en su correcto funcionamiento.

Mantenimiento programado

Las tareas de mantenimiento habituales se enumeran en la [Tabla 15](#). Si se efectúan estas tareas cuando están programadas, se evitarán problemas de funcionamiento y se prolongará la vida del sistema al tiempo que se reducirán los costes.

Mantenga un registro del rendimiento del sistema (informes de sintonización) y de las operaciones de mantenimiento llevadas a cabo. De esta forma se facilitará la identificación de posibles desviaciones del rendimiento normal y la aplicación de medidas correctoras.

Herramientas, piezas de repuesto y suministros

Algunas de las herramientas, piezas de repuesto y suministros necesarios se incluyen en el kit de envío del GC, en el kit de envío del MSD o en el kit de herramientas del MSD. El resto correrá de su cuenta. Cada procedimiento de mantenimiento incluye una lista de los materiales que se precisan para llevarlo a cabo.

Precauciones contra alto voltaje

Si el MSD está conectado a la corriente, incluso aunque esté apagado, existen voltajes potencialmente peligrosos (120 Vca o 200/240 Vca) en:

- Los cables y fusibles existentes entre el lugar donde el cable de alimentación entra en el instrumento y el interruptor

Cuando la corriente está conectada, existen voltajes peligrosos en:

- Las tarjetas de circuitos electrónicos
- El transformador toroidal
- El cableado entre estas tarjetas
- El cableado entre estas tarjetas y los conectores del panel trasero del MSD
- Algunos conectores del panel trasero (por ejemplo, el receptáculo de energía delantero)

Normalmente todas estas piezas están protegidas con cubiertas de seguridad. Siempre que las cubiertas estén colocadas, es difícil el contacto accidental con voltajes peligrosos.

ADVERTENCIA

No realice tareas de mantenimiento con el MSD encendido o conectado a la fuente de alimentación a menos que así se indique en los procedimientos descritos en este capítulo.

Algunos de los procedimientos descritos en este capítulo requieren el acceso al interior del MSD con la corriente conectada. No extraiga ninguna cubierta de seguridad de la electrónica durante ninguno de estos procedimientos. Para reducir el riesgo de sacudida eléctrica, siga los procedimientos atentamente.

Temperaturas peligrosas

Muchas piezas del MSD funcionan o alcanzan temperaturas lo suficientemente altas como para provocar quemaduras graves. Estas piezas incluyen, aunque no se limitan a:

- Inyector de GC.
- Horno de GC y sus contenidos.
- Detector de GC.
- Caja de válvulas de GC.
- Bomba delantera.
- La fuente de iones, la interfase y el cuadrupolo de MSD calentados.

ADVERTENCIA

No toque nunca estas piezas cuando el MSD esté encendido. Una vez apagado el MSD, espere el tiempo suficiente para que las piezas se enfríen antes de manipularlas.

ADVERTENCIA

El calentador de la interfase GC/MSD se alimenta de la zona térmica del GC. El calentador de la interfase puede estar encendido, y a una temperatura peligrosamente alta, aunque el MSD esté apagado. La interfase GC/MSD está bien aislada. Incluso una vez apagada, tarda mucho en enfriarse.

ADVERTENCIA

La bomba delantera puede causar quemaduras si se toca cuando está en funcionamiento. Tiene un escudo protector para impedir que se toque.

Los inyectores y el horno del GC también funcionan a temperaturas muy elevadas. Adopte idénticas precauciones con estos componentes. Consulte la documentación proporcionada con el GC para obtener más información.

Residuos químicos

Sólo una pequeña parte de su muestra está ionizada por la fuente iónica. La mayoría de las muestras pasan a través de la fuente iónica sin ser ionizadas. El sistema de vacío las elimina por bombeo. Como resultado, el escape de la bomba delantera contendrá trazas del gas portador y de las muestras. El escape de la bomba delantera estándar también contiene gotitas de aceite de la bomba delantera.

Se proporciona un trampa de aceite con la bomba delantera estándar. Dicha trampa detiene **sólo** las gotitas de aceite de la bomba. **No** detiene ningún otro producto químico. Si está utilizando disolventes tóxicos o analizando productos químicos tóxicos, no utilice esta trampa de aceite. Con todas las bombas delanteras, instale un manguito para sacar el escape de la bomba delantera al exterior o a una campana extractora al exterior. Con la bomba delantera estándar, esto requiere que se retire la trampa de aceite. Asegúrese de cumplir con la normativa local sobre calidad del aire.

ADVERTENCIA

La trampa de aceite suministrada con la bomba delantera estándar sólo detiene el aceite de dicha bomba. No detiene ni filtra ningún otro producto químico. Si está utilizando disolventes tóxicos o analizando productos químicos tóxicos, retire la trampa de aceite. No utilice la trampa si tiene un MSD CI. Instale un manguito para sacar el escape de la bomba delantera al exterior o a una campana extractora.

En los fluidos de la bomba de difusión y de la bomba delantera estándar también quedan trazas de las muestras que se analizan. Todos los fluidos utilizados en las bombas deben considerarse peligrosos y manipularse como tal. Deseche correctamente los fluidos ya usados, respetando lo especificado en la normativa de su país.

ADVERTENCIA

Utilice guantes resistentes a los productos químicos y gafas de seguridad cuando sustituya el fluido de la bomba. Evite todo contacto con el fluido.

Limpieza de la fuente iónica

El principal efecto de utilizar el MS en modo CI es que se necesita limpiar la fuente iónica con mayor frecuencia. En el funcionamiento con CI, la cámara de la fuente iónica está expuesta a una contaminación más rápida que en el funcionamiento EI, debido a las mayores presiones de la fuente necesarias para CI.

ADVERTENCIA

Realice siempre los procedimientos de mantenimiento utilizando disolventes peligrosos bajo la campana extractora. Utilice el MS en una sala correctamente ventilada.

Descarga electrostática

Todas las tarjetas de circuitos impresos del MSD contienen componentes que pueden dañarse por descargas electrostáticas (ESD). No toque ni manipule ninguna de las tarjetas salvo que sea absolutamente necesario. Además, los contactos y el cableado pueden dirigir las descargas electrostáticas a las tarjetas electrónicas a las que están conectados. Esto es especialmente cierto en el caso de los cables de contacto de filtros de masas (cuadripolo) que pueden llevar las descargas electrostáticas a los componentes sensibles de la tarjeta lateral. El daño producido por estas descargas podría no causar un fallo inmediato, pero poco a poco degradará el rendimiento y la estabilidad del MSD.

Cuando trabaje con tarjetas de circuitos impresos o cerca de ellas, o cuando trabaje en componentes con contactos o cables conectados a tarjetas de circuitos impresos, use siempre una muñequera antiestática con toma de tierra y adopte otras precauciones antiestáticas. La muñequera debe estar conectada a una buena toma de tierra. Si no fuera posible, debería estar conectada a un componente conductor (metal) del conjunto en el que se está trabajando, pero **no** a componentes electrónicos, cables expuestos o trazas, o pines de conectores.

Tome precauciones adicionales, como una estera antiestática, si tiene que trabajar con componentes o conjuntos que se han extraído del MSD. En esto se incluye el analizador.

PRECAUCIÓN

Para ser eficaz, una muñequera antiestática debe ajustarse perfectamente (sin estar apretada). Si está floja, no cumple su función protectora.

Las precauciones antiestáticas no son 100 % eficaces. Manipule las tarjetas de circuitos electrónicos lo menos posible y si es necesario, hágalo sólo por los bordes. Nunca toque componentes, trazas expuestas o pines de conectores y cables.

Mantenimiento del sistema de vacío

Mantenimiento periódico

Como se enumera anteriormente en la [Tabla 15](#) en la página 134, algunas tareas de mantenimiento del sistema de vacío deben realizarse periódicamente. Entre éstas se incluye:

- Comprobar el fluido de la bomba delantera (todas las semanas)
- Comprobar el vial o los viales de calibración (cada 6 meses)
- Cambiar el aceite de la bomba delantera (cada 6 meses; cada 3 meses para los MSD CI que usen amoníaco como gas reactivo)
- Apretar los tornillos de la caja de aceite de la bomba delantera (primer cambio de aceite después de la instalación)
- Cambiar el fluido de la bomba difusora (una vez al año)
- Cambiar los sellos de la bomba delantera seca (una vez al año)

Si no se realizan estas tareas de mantenimiento según están programadas, el rendimiento del instrumento puede acabar disminuyendo. También se puede dañar el instrumento.

Otros procedimientos

Tareas como sustituir el medidor de vacío delantero o el medido de vacío microiónico sólo se deben realizar cuando sea necesario. Consulte el manual de *Mantenimiento y resolución de problemas del MSD serie 5977B* y la ayuda en línea del software de adquisición de GC/MS MassHunter para conocer los síntomas que indican que se necesita este tipo de mantenimiento.

Más información disponible

Si necesita más información sobre las ubicaciones o funciones de los componentes del sistema de vacío, consulte el manual de *Mantenimiento y resolución de problemas del MSD serie 5977B*.

La mayoría de los procedimientos que se mencionan en este capítulo están ilustrados con pequeños vídeos del conjunto de DVD los Manuales de usuario de GC y GC/MS de Agilent y el conjunto de herramientas de DVD y el USB con manuales e información de software de GC/MS de Agilent.

Mantenimiento del analizador

Programa

Ninguno de los componentes del analizador necesitan mantenimiento periódico. Sin embargo, algunas tareas deben realizarse cuando el comportamiento del MSD indica que es necesario. Entre estas tareas se incluye:

- Limpiar la fuente de iones.
- Sustituir los filamentos.
- Sustituir el cuerno multiplicador de electrones.

El *Manual de resolución de problemas y mantenimiento del MSD serie 5977B de Agilent* proporciona información sobre los síntomas que indican la necesidad de mantenimiento del analizador. El material sobre resolución de problemas de la ayuda en línea del software MassHunter brinda información más extensa.

Precauciones

Limpieza

Mantenga limpios los componentes durante el mantenimiento del analizador. El mantenimiento del analizador implica abrir la cámara del analizador y retirar piezas de éste. Durante los procedimientos de mantenimiento del analizador, tenga el cuidado necesario para evitar la contaminación del analizador o del interior de la cámara. Utilice guantes limpios durante los procedimientos de mantenimiento del analizador. Después de la limpieza, las piezas deben acondicionarse térmicamente de forma rigurosa antes de volver a instalarlas. Después de la limpieza, debe colocar las piezas del analizador solo en paños limpios sin pelusa.

PRECAUCIÓN

Si esto no se realiza de forma correcta, el mantenimiento del analizador puede introducir contaminantes al MSD.

ADVERTENCIA

El analizador funciona a altas temperaturas. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

Algunas piezas pueden dañarse por la descarga electrostática.

Los contactos y el cableado conectados a los componentes del analizador pueden dirigir las descargas electrostáticas (ESD) a las tarjetas electrónicas a las que están conectados. Esto es especialmente cierto en el caso de los cables de contacto de filtros de masas (cuadripolo) que pueden llevar las ESD a los componentes sensibles de la tarjeta lateral. El daño producido por estas descargas podría no causar un fallo inmediato, pero poco a poco degradará el rendimiento y la estabilidad. Consulte [página 138](#) para obtener más información.

PRECAUCIÓN

Si los componentes del analizador reciben descargas electrostáticas, estas llegarán a la placa lateral y pueden dañar piezas importantes. Utilice una muñequera antiestática (consulte [página 138](#)) y tome otras medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.

Algunas piezas del analizador no deben tocarse.

El filtro de masa (cuadripolo) no necesita mantenimiento periódico. En general, el filtro de masas nunca debe tocarse. Puede limpiarse en caso de contaminación extrema, pero dicha limpieza solo debe ser realizada por un representante capacitado de Agilent Technologies. Nunca debe tocarse el aislante cerámico del HED.

PRECAUCIÓN

La manipulación o limpieza incorrectas del filtro de masa puede dañarlo y producir un efecto negativo grave en el rendimiento del instrumento. No toque el aislante cerámico del HED.

Más información disponible

Si necesita más información sobre las ubicaciones o funciones de los componentes del analizador, consulte el manual de *Mantenimiento y resolución de problemas del MSD serie 5977B de Agilent*.

Muchos de los procedimientos de este capítulo se ilustran con vídeos cortos.

Abrir la cámara del analizador



La cámara del analizador sólo debe abrirse para limpiar o sustituir la fuente de iones, para cambiar el EM del detector o para cambiar un filamento.

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Muñequera antiestática
 - Pequeña (9300-0969)
 - Mediana (9300-1257)
 - Grande (9300-0970)

PRECAUCIÓN

Si los componentes del analizador reciben descargas electroestáticas, estas llegarán a la placa controlador del cuad y pueden dañar piezas importantes. Utilice una muñequera antiestática con toma de tierra y tome precauciones antiestáticas adicionales (consulte “[Descarga electrostática](#)” en la página 138) antes de abrir la cámara del analizador.

Procedimiento

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección “[Bombeo](#)” en la página 67).
- 2 Abra el panel del lado izquierdo. (Consulte la sección “[Abrir la cámara del analizador](#)” en la página 144).

ADVERTENCIA

El analizador, la interfase GC/MS y otros componentes de la cámara del analizador alcanzan temperaturas muy altas durante su funcionamiento. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

PRECAUCIÓN

Utilice siempre guantes limpios para evitar contaminar la cámara del analizador cuando trabaje en ella.

- 3 Afloje los tornillos de ajuste manual de la placa lateral del analizador frontal (Figura 20) si están ajustados.

El tornillo inferior de la placa lateral del analizador frontal debe estar desajustado durante el uso normal. Sólo se debe apretar para el traslado del aparato. El tornillo superior de la placa lateral frontal sólo debe ajustarse si se utiliza hidrógeno u otras sustancias inflamables o tóxicas como gas portador o durante el funcionamiento de CI.

PRECAUCIÓN

En el siguiente paso, si nota resistencia, *pare*. No intente forzar la apertura de la placa lateral. Compruebe que se ha purgado el MS. Compruebe que los tornillos de las placas delantera y trasera estén completamente sueltos.

- 4 Balancee *suavemente* la placa hasta que esta se desprenda.

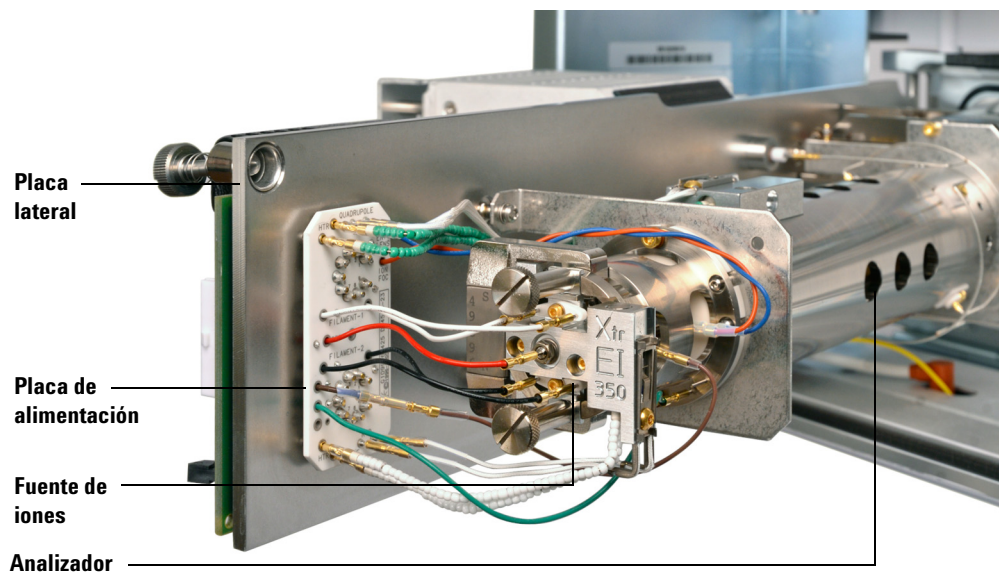


Figura 20 La cámara del analizador

Quitar la fuente de iones de El



Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Alicates de boca larga (8710-1094)

Procedimiento

- 1 Purgue el MSD. Consulte la sección “[Purgar el MSD](#)” en la página 96.

ADVERTENCIA

Los analizadores, la interfase de GC/MS y otros componentes de la cámara del analizador alcanzan temperaturas muy altas durante su funcionamiento. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

PRECAUCIÓN

Utilice siempre guantes limpios para evitar contaminar la cámara del analizador cuando trabaje en ella.

- 2 Abra la cámara del analizador. Consulte la sección “[Bombear el MSD](#)” en la página 99.

PRECAUCIÓN

Asegúrese de utilizar una muñequera antiestática y tome otras precauciones antiestáticas antes de tocar los componentes del analizador.

PRECAUCIÓN

Tire de los conectores y no de los cables cuando los desconecte.

- 3 Si está utilizando una fuente estándar o inerte de iones de EI, desconecte los siete cables de la fuente de iones. No doble los cables más de lo necesario (consulte [Figura 21](#) en la página 149 y [Tabla 16](#)).

Tabla 16 Cables de fuente estándar e inerte de iones de EI

| Color del cable | Conecta con | Número de cables |
|-----------------|----------------------------------|------------------|
| Azul | Lente de entrada | 1 |
| Naranja | Enfoque iónico | 1 |
| Blanco | Filamento 1 (filamento superior) | 2 |
| Rojo | Repulsor | 1 |
| Negro | Filamento 2 (filamento inferior) | 2 |

- 4 Si está utilizando una fuente extractora de iones de EI, desconecte los ocho cables de la fuente de iones. No doble los cables más de lo necesario (consulte [Figura 21](#) en la página 149 y [Tabla 17](#)).

Tabla 17 Cables de la fuente extractora (inerte+) de iones de EI

| Color del cable | Conecta con | Número de cables |
|-----------------|----------------------------------|------------------|
| Azul | Lente de entrada | 1 |
| Naranja | Enfoque iónico | 1 |
| Blanco | Filamento 1 (filamento superior) | 2 |
| Rojo | Repulsor | 1 |
| Negro | Filamento 2 (filamento inferior) | 2 |
| Marrón | Lente de extracción | 1 |

- 5** Siga los cables del calentador de la fuente iónica y el sensor de temperatura hasta la placa de alimentación. Desconéctelos ahí.
- 6** Retire los tornillos de ajuste manual que sujetan la fuente iónica.
- 7** Saque la fuente iónica del radiador de la fuente.

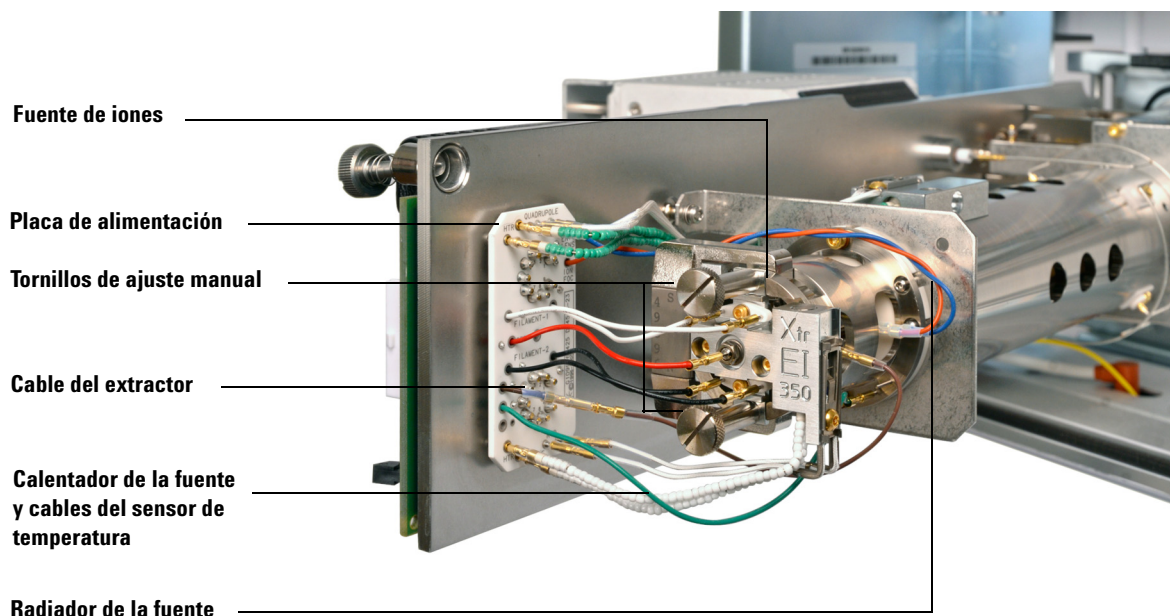


Figura 21 Quitar la fuente de iones EI

Desmontar la fuente estándar o inerte de iones de EI



Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 1,5 mm (8710-1570)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 2,0 mm (8710-1804)
- Llave fija de 10 mm (8710-2353)

Procedimiento

- 1 Retire la fuente de iones. Consulte la sección “Quitar la fuente de iones de EI” en la página 147.
- 2 Retire los dos tornillos chapados en oro de los filamentos y quite los filamentos de la fuente. Consulte la sección [Figura 22](#) en la página 151.
- 3 Afloje los dos tornillos chapados en oro del conjunto del bloque del calentador de la fuente y separe el conjunto del repulsor del cuerpo de la fuente. El conjunto del repulsor incluye el montaje del bloque calentador de la fuente, el repulsor y piezas relacionadas.
- 4 Retire la tuerca y las arandelas del repulsor, luego quite el repulsor del conjunto del bloque del calentador de la fuente.
- 5 Retire los aislantes del repulsor y la pieza del bloque del repulsor del conjunto del bloque del calentador de la fuente.
- 6 Quite el tornillo de fijación chapado en oro del costado del cuerpo de la fuente.
- 7 Presione en la placa de descarga para quitar la lente de entrada, las lentes de enfoque iónico, el cilindro de descarga y la placa de descarga del otro extremo del cuerpo de la fuente.
- 8 Destornille el enchufe de la interfase. Una llave fija de 10 mm se corresponde con las caras planas del enchufe de la interfase.
- 9 Quite la lente de entrada y las lentes de enfoque iónico del aislante de las lentes.

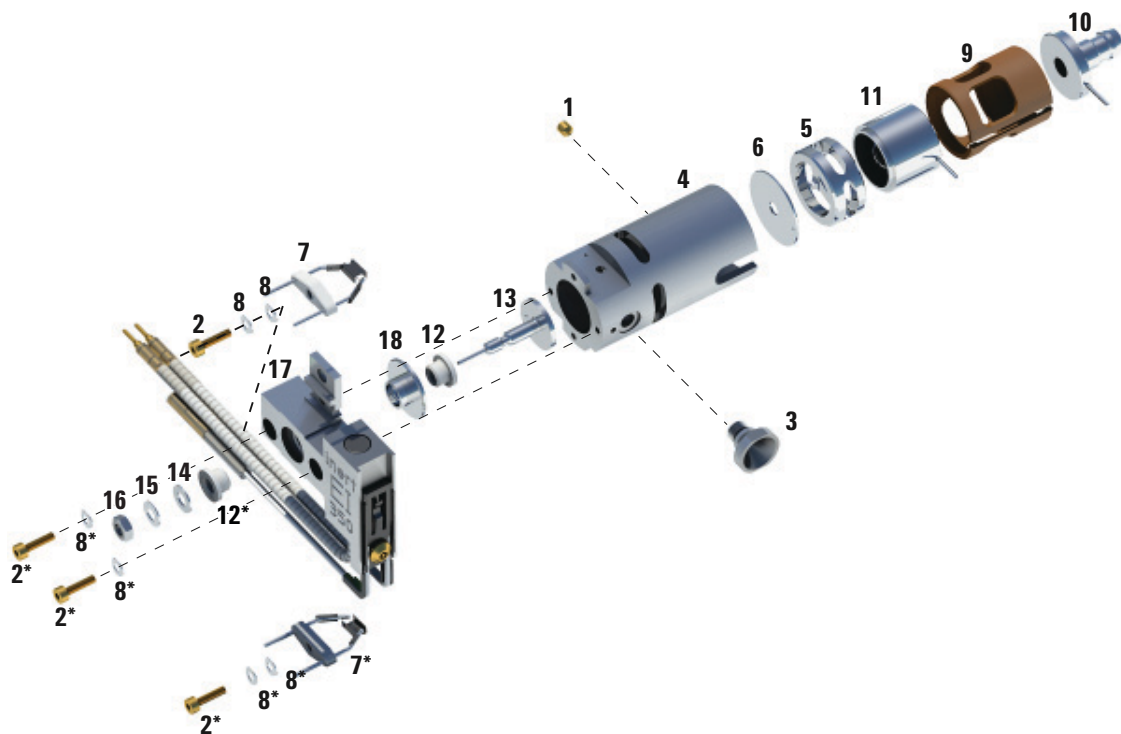


Figura 22 Desmontar la fuente estándar o inerte de iones de EI

Tabla 18 Lista de piezas de la fuente estándar o inerte de iones de EI (Figura 22)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Número de pieza (SSL) | Número de pieza (Inerte) |
|-----------------|-------------------------------------|-----------------------|--------------------------|
| 1 | Tornillo de fijación chapado en oro | G1999-20022 | G1999-20022 |
| 2 | Tornillo chapado en oro | G3870-20021 | G3870-20021 |
| 3 | Enchufe de interfase | G1099-20136 | G1099-20136 |
| 4 | Cuerpo de la fuente | G1099-20130 | G2589-20043 |
| 5 | Cilindro de descarga | G1072-20008 | G1072-20008 |
| 6 | Placa de descarga | 05971-20134 | G2589-20100 |

Tabla 18 Lista de piezas de la fuente estándar o inerte de iones de El (Figura 22) (continuación)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Número de pieza (SSL) | Número de pieza (Inerte) |
|-----------------|--|-----------------------|--------------------------|
| 7 | Filamento de 4 vueltas | G7005-60061 | G7005-60061 |
| 8 | Arandela resorte | 3050-1374 | 3050-1374 |
| 8 | Arandela plana | 3050-0982 | 3050-0982 |
| 9 | Aislante de la lente | G3170-20530 | G3170-20530 |
| 10 | Lente de entrada | G3170-20126 | G3170-20126 |
| 11 | Lente de enfoque iónico | 05971-20143 | 05971-20143 |
| 12 | Aislante del repulsor | G1099-20133 | G1099-20133 |
| 13 | Repulsor | G3870-60172 | G3870-60173 |
| 14 | Arandela plana | 3050-0627 | 3050-0627 |
| 15 | Arandela resorte Belleville | 3050-1301 | 3050-1301 |
| 16 | Tuerca del repulsor | 0535-0071 | 0535-0071 |
| 17 | Montaje del bloque calentador de la fuente | G3870-60180 | G3870-60179 |
| 18 | Pieza del bloque del repulsor | G3870-20135 | G3870-20135 |

Desmontar la fuente extractora de iones de EI



Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 1,5 mm (8710-1570)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 2,0 mm (8710-1804)
- Llave fija de 10 mm (8710-2353)

Procedimiento

- 1 Retire la fuente de iones. Consulte la sección “Quitar la fuente de iones de EI” en la página 147.
- 2 Retire los filamentos al quitar los dos tornillos chapados en oro y separar los filamentos de la fuente. Consulte la sección [Figura 23](#) en la página 154.
- 3 Afloje los dos tornillos chapados en oro del conjunto del bloque del calentador de la fuente y separe el conjunto del repulsor del cuerpo de la fuente. El conjunto del repulsor incluye el montaje del bloque calentador de la fuente, el repulsor y piezas relacionadas.
- 4 Quite el tornillo de fijación chapado en oro del costado del cuerpo de la fuente.
- 5 Tire de la lente de entrada y de las lentes de enfoque iónico para retirarlas del cuerpo de la fuente.
- 6 Quite la lente extractora y el aislante.
- 7 Separe la lente de entrada y las lentes de enfoque iónico del aislante de las lentes.
- 8 Quite la tuerca del repulsor, las arandelas y los aislantes del conjunto del bloque del calentador de la fuente y luego retire el repulsor.

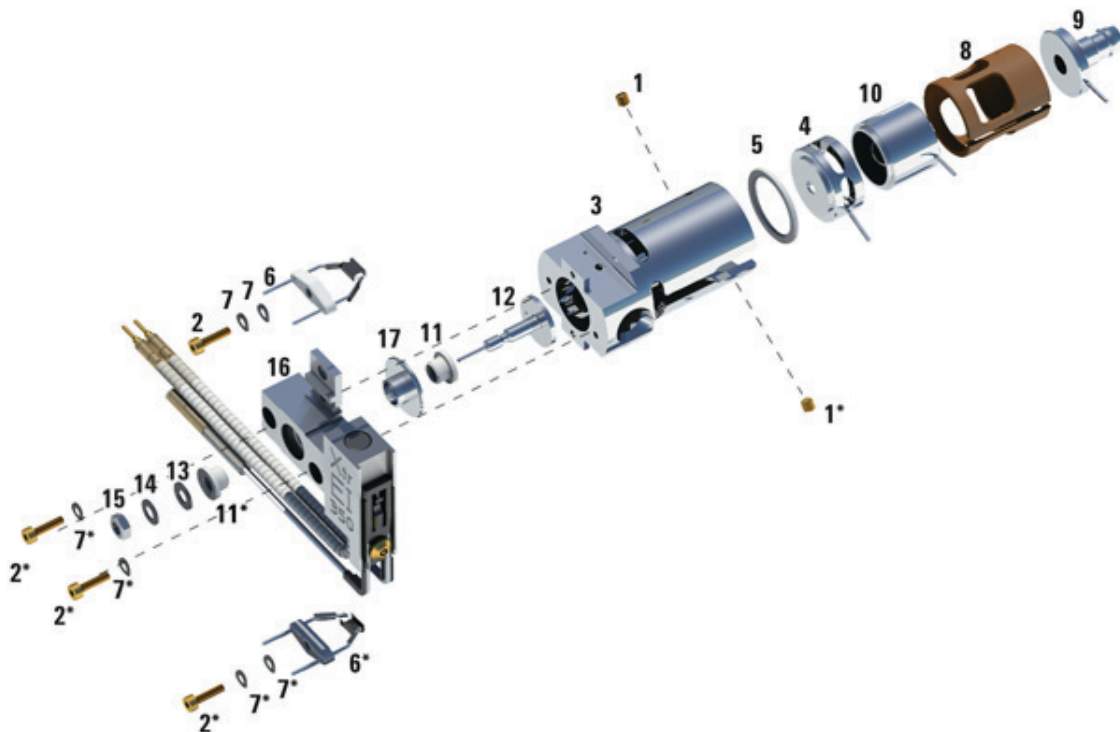


Figura 23 Desmontar la fuente extractora de iones de EI

Tabla 19 Lista de piezas de la fuente extractora de iones (Figura 23)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Referencia |
|-----------------|------------------------------------|-------------|
| 1 | Tornillos de fijación | G3870-20446 |
| 2 | Tornillos | G3870-20021 |
| 3 | Cuerpo de la fuente | G3870-20440 |
| 4 | Lente de extracción | G3870-20444 |
| 5 | Aislante de la lente de extracción | G3870-20445 |
| 6 | Filamentos | G7005-60061 |

Tabla 19 Lista de piezas de la fuente extractora de iones (Figura 23) (continuación)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Referencia |
|-----------------|--|-------------|
| 7 | Arandela resorte | 3050-1301 |
| 7 | Arandela plana | 3050-0982 |
| 8 | Aislante de la lente | G3870-20530 |
| 9 | Lente de entrada | G3170-20126 |
| 10 | Lente de enfoque iónico | 05971-20143 |
| 11 | Aislante del repulsor | G3870-20133 |
| 12 | Repulsor | G3870-60171 |
| 13 | Arandela plana | 3050-0891 |
| 14 | Arandela resorte Belleville | 3050-1301 |
| 15 | Tuerca del repulsor | 0535-0071 |
| 16 | Montaje del bloque calentador de la fuente | G3870-60177 |
| 17 | Aislante | G1099-20133 |

Limpiar la fuente de iones EI



Materiales necesarios

- Papel abrasivo (5061-5896)
- Alúmina en polvo abrasiva (8660-0791)
- Papel de aluminio limpio
- Paños limpios (05980-60051)
- Bastoncillos de algodón (5080-5400)
- Vasos de precipitado de vidrio de 500 mL
- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Disolventes
 - Acetona grado reactivo
 - Metanol grado reactivo
 - Cloruro de metileno grado reactivo
- Baño de ultrasonidos

Preparación

- 1 Desmonte la fuente de iones. Consulte “Desmontar la fuente estándar o inerte de iones de EI” en la página 150 o “Desmontar la fuente extractora de iones de EI” en la página 153.
- 2 Reúna las siguientes piezas que deben limpiarse de una fuente estándar o inerte de iones de EI: (Consulte la sección [Figura 24](#) en la página 158).
 - Repulsor
 - Enchufe de interfase
 - Cuerpo de la fuente
 - Placa de descarga
 - Cilindro de descarga
 - Lente de enfoque iónico
 - Lente de entrada

3 Reúna las siguientes piezas que deben limpiarse de una fuente extractora de iones de EI: (Consulte la sección [Figura 24](#) en la página 158).

- Repulsor
- Aislante
- Cuerpo de la fuente
- Lente de extracción
- Lente de enfoque iónico
- Lente de entrada

Estas son las piezas que están en contacto con la muestra o el haz de iones. Por lo general, las demás piezas no requieren limpieza.

PRECAUCIÓN

Si los aislantes están sucios, límpielos con un bastoncillo de algodón humedecido en metanol grado reactivo. Si no logra limpiar los aislantes, sustitúyalos. Los aislantes no deben limpiarse por abrasión ni ultrasonido.



Figura 24 Piezas de la fuente que deben limpiarse

Procedimiento

PRECAUCIÓN

Los filamentos, el conjunto del calentador de la filamento y los aislantes no pueden limpiarse por ultrasonido. Sustituya estos componentes si se produce una contaminación importante.

- 1 Si la contaminación es grave, como retroflujo de aceite al analizador, considere seriamente sustituir las piezas contaminadas.
- 2 Limpie por abrasión las superficies que están en contacto con la muestra o el haz de iones.

Utilice un líquido abrasivo de alúmina en polvo y metanol de grado reactivo en un bastoncillo de algodón. Utilice la fuerza suficiente para quitar todas las decoloraciones. No es necesario pulir las piezas; los arañazos pequeños no dañarán el rendimiento. Además, limpie por abrasión las decoloraciones en donde los electrones de los filamentos ingresan al cuerpo de la fuente.

- 3 Enjuague todos los residuos abrasivos con metanol de grado reactivo.

Asegúrese de que **todos** los residuos abrasivos se enjuaguen **antes** de la limpieza por ultrasonido. Si el metanol se torna turbio o contiene partículas visibles, enjuague de nuevo tres veces.

- 4 Separe las piezas que se limpiaron por abrasión de aquellas que no.
- 5 Limpie por ultrasonido las piezas (cada grupo por separado) durante 15 minutos. Para las piezas sucias, utilice los tres solventes en el orden en que se muestra y limpie durante 15 minutos con cada uno de los siguientes solventes:
 - Cloruro de metileno (de grado reactivo)
 - Acetona (de grado reactivo)
 - Metanol (de grado reactivo)

Para la limpieza de rutina, limpiar con metanol es suficiente.

ADVERTENCIA

Todos estos solventes son peligrosos. Trabaje bajo una campana extractora y tome todas las precauciones adecuadas.

- 6 Coloque las piezas en un vaso de precipitados limpio. Cubra ***ligeramente*** el vaso de precipitados con papel de aluminio limpio (el lado opaco hacia abajo).
- 7 Seque las piezas limpiadas en un horno a 100 °C durante 5 a 6 minutos.

ADVERTENCIA

Deje que las piezas se enfríen antes de manipularlas.

NOTA

Preste atención para evitar contaminar de nuevo las piezas limpiadas y secadas. Colóquese guantes limpios y nuevos antes de manipular las piezas. No ubique las piezas limpiadas en una superficie sucia. Colóquelas sólo en paños limpios sin pelusa.

Montar una fuente estándar o inerte de iones de El

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 1,5 mm (8710-1570)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 2,0 mm (8710-1804)
- Llave fija de 10 mm (8710-2353)

Procedimiento



- 1 Monte el conjunto del repulsor.
 - a Instale la inserción del bloque repulsor en el montaje del bloque calentador de la fuente. (Consulte la sección [Figura 25](#) en la página 162).
 - b Instale los aislantes del repulsor en el montaje del bloque calentador de la fuente y la inserción del bloque repulsor.
 - c Instale el repulsor a través de los aislantes del repulsor y, a continuación, coloque la arandela plana seguida de la arandela resorte Belleville en el extremo del eje del repulsor y ajuste con la mano la tuerca del repulsor.
- 2 Inserte la placa de descarga y el cilindro de descarga en el cuerpo de la fuente. (Consulte la sección [Figura 25](#) en la página 162).
- 3 Monte la lente de enfoque iónico, la lente de entrada y los aislantes de las lentes.
- 4 Inserte estas piezas montadas en el cuerpo de la fuente.
- 5 Coloque el tornillo de fijación que sujeta las lentes en su lugar.

PRECAUCIÓN

No apriete demasiado la tuerca del repulsor o los aislantes del aislante de cerámica del repulsor se resquebrajarán al calentarse la fuente. La tuerca debe ajustarse únicamente con la mano.

- 6 Instale el enchufe de la interfase.
- 7 Acople el conjunto del repulsor a la fuente del cuerpo con los dos tornillos chapados en oro y las arandelas resorte.
- 8 Instale los filamentos con los tornillos de chapados en oro y las arandelas resorte.

PRECAUCIÓN

No apriete en exceso el enchufe de la interfase. Si se aprieta en exceso, podría desmontar las tuercas.

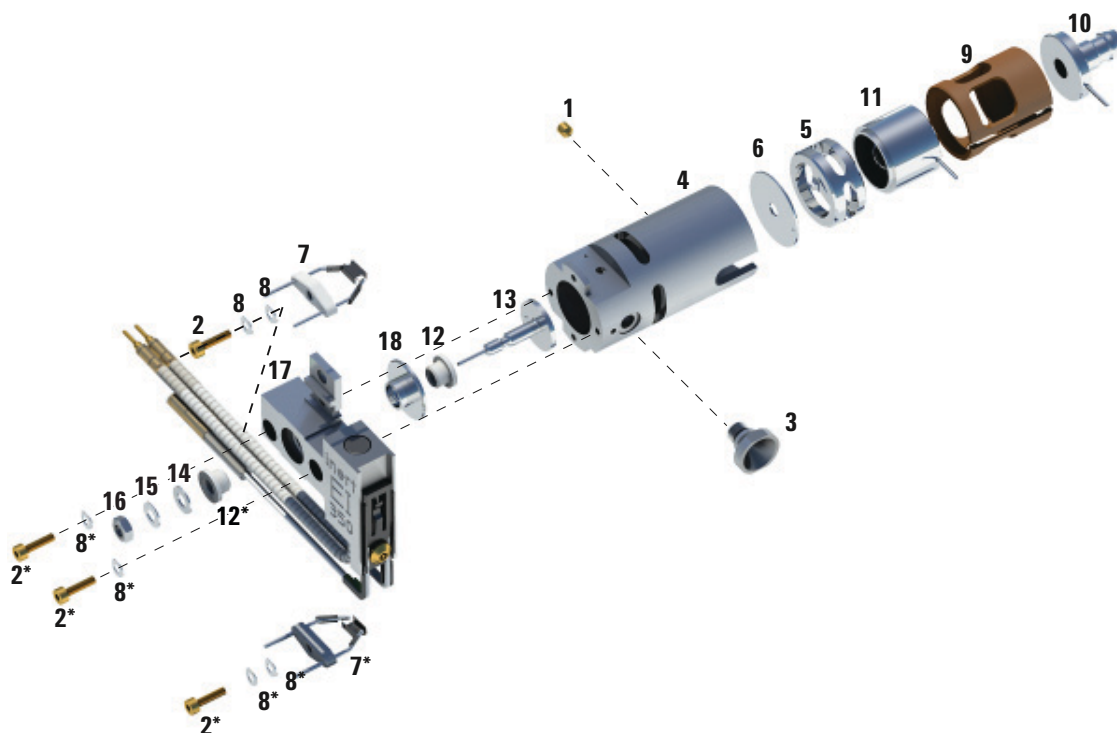


Figura 25 Montar la fuente estándar o inerte de iones de El

Tabla 20 Lista de piezas de la fuente estándar o inerte de iones de El (Figura 25)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Número de pieza (SSL) | Número de pieza (Inerte) |
|-----------------|--|-----------------------|--------------------------|
| 1 | Tornillo de fijación chapado en oro | G1999-20022 | G1999-20022 |
| 2 | Tornillo chapado en oro | G3870-20021 | G3870-20021 |
| 3 | Enchufe de interfase | G1099-20136 | G1099-20136 |
| 4 | Cuerpo de la fuente | G1099-20130 | G2589-20043 |
| 5 | Cilindro de descarga | G1072-20008 | G1072-20008 |
| 6 | Placa de descarga | 05971-20134 | G2589-20100 |
| 7 | Filamento de 4 vueltas | G7005-60061 | G7005-60061 |
| 8 | Arandela resorte | 3050-1374 | 3050-1374 |
| 8 | Arandela plana | 3050-0982 | 3050-0982 |
| 9 | Aislante de la lente | G3170-20530 | G3170-20530 |
| 10 | Lente de entrada | G3170-20126 | G3170-20126 |
| 11 | Lente de enfoque iónico | 05971-20143 | 05971-20143 |
| 12 | Aislante del repulsor | G1099-20133 | G1099-20133 |
| 13 | Repulsor | G3870-60172 | G3870-60173 |
| 14 | Arandela plana | 3050-0627 | 3050-0627 |
| 15 | Arandela resorte Belleville | 3050-1301 | 3050-1301 |
| 16 | Tuerca del repulsor | 0535-0071 | 0535-0071 |
| 17 | Montaje del bloque calentador de la fuente | G3870-60180 | G3870-60179 |
| 18 | Pieza del bloque del repulsor | G3870-20135 | G3870-20135 |

Montar la fuente extractora de iones de El



Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 1,5 mm (8710-1570)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 2,0 mm (8710-1804)
- Llave fija de 10 mm (8710-2353)

Procedimiento

- 1 Inserte la arandela cerámica en el cuerpo de la fuente.
- 2 Introduzca la lente extractora en el cuerpo de la fuente, con el lado plano primero (consulte [Figura 26](#) en la página 165).
- 3 Introduzca la lente de entrada y las lentes de enfoque iónico en el aislante, en el orden en que se muestra ([Figura 26](#) en la página 165).
- 4 Inserte el aislante que contiene las lentes de entrada y de enfoque iónico en el cuerpo de la fuente, con la lentes de enfoque iónico contra la lente extractora (consulte [Figura 26](#) en la página 165).
- 5 Coloque los dos tornillos de fijación que sujetan las lentes en su lugar.
- 6 Monte el conjunto del repulsor.
 - a Instale la inserción del bloque repulsor en el montaje del bloque calentador de la fuente. (Consulte la sección [Figura 25](#) en la página 162).
 - b Instale los aislantes del repulsor en el montaje del bloque calentador de la fuente y la inserción del bloque repulsor.
 - c Instale el repulsor a través de los aislantes del repulsor y, a continuación, coloque la arandela plana seguida de la arandela resorte Belleville en el extremo del eje del repulsor y ajuste con la mano la tuerca del repulsor.

PRECAUCIÓN

No apriete demasiado la tuerca del repulsor o los aislantes del aislante de cerámica del repulsor se resquebrajarán al calentarse la fuente. La tuerca debe ajustarse únicamente con los dedos.

- 7 Acople el conjunto del repulsor a la fuente del cuerpo con los dos tornillos chapados en oro y las arandelas resorte.
- 8 Instale los filamentos con los tornillos de chapados en oro y las arandelas resorte.

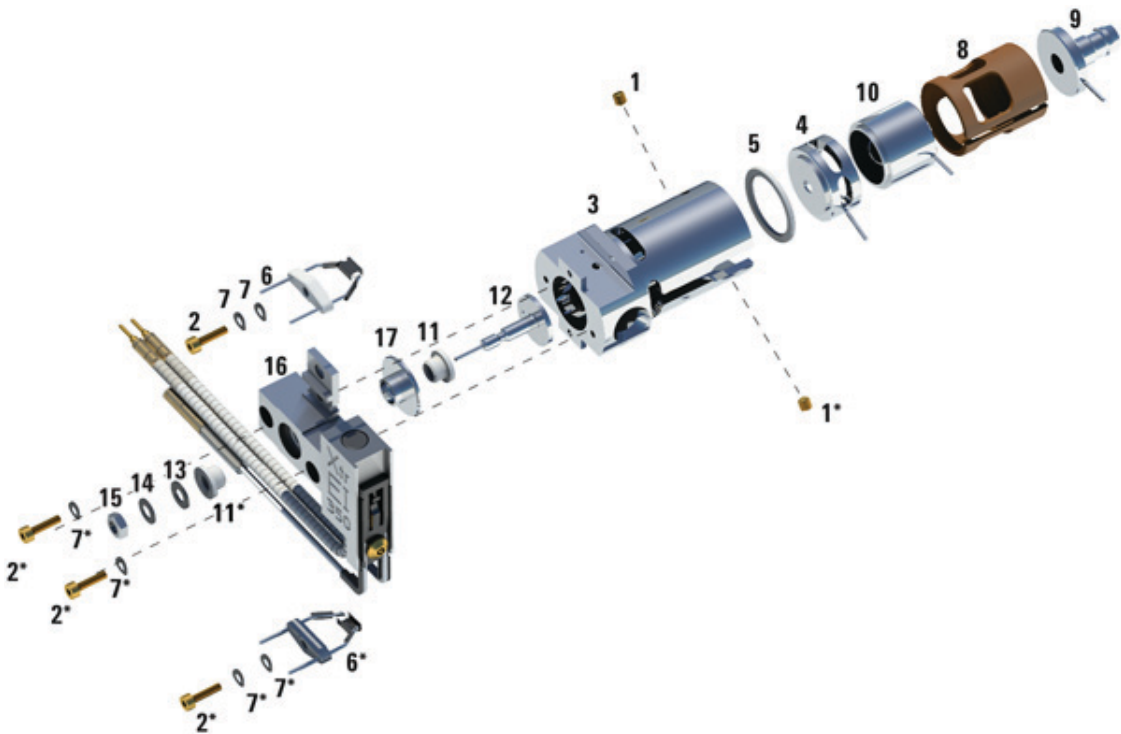


Figura 26 Montaje de la fuente extractora de iones de EI

Tabla 21 Lista de piezas de la fuente extractora de iones de EI (Figura 26)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Referencia |
|-----------------|--------------------------|-------------|
| 1 | Tornillos de fijación | G3870-20446 |
| 2 | Tornillos | G3870-20021 |

Tabla 21 Lista de piezas de la fuente extractora de iones de El (Figura 26) (continuación)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Referencia |
|-----------------|--|-------------|
| 3 | Cuerpo de la fuente | G3870-20440 |
| 4 | Lente de extracción | G3870-20444 |
| 5 | Aislante de la lente de extracción | G3870-20445 |
| 6 | Filamentos | G7005-60061 |
| 7 | Arandela resorte | 3050-1301 |
| 7 | Arandela plana | 3050-0982 |
| 8 | Aislante de la lente | G3870-20530 |
| 9 | Lente de entrada | G3170-20126 |
| 10 | Lente de enfoque iónico | 05971-20143 |
| 11 | Aislante del repulsor | G3870-20133 |
| 12 | Repulsor | G3870-60171 |
| 13 | Arandela plana | 3050-0891 |
| 14 | Arandela resorte Belleville | 3050-1301 |
| 15 | Tuerca del repulsor | 0535-0071 |
| 16 | Montaje del bloque calentador de la fuente | G3870-60177 |
| 17 | Aislante | G1099-20133 |

Sustituir un filamento en una fuente de iones de EI

Materiales necesarios

- Conjunto de filamentos (G7005-60061)
- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 1,5 mm (8710-1570)

Procedimiento

- 1 Purgue el MSD. Consulte la sección “[Purgar el MSD](#)” en la página 68.

ADVERTENCIA

El analizador funciona a altas temperaturas. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

- 2 Abra la cámara del analizador. Consulte la sección “[Bombear el MSD](#)” en la página 99.
- 3 Retire la fuente de iones. Consulte la sección “[Quitar la fuente de iones de EI](#)” en la página 147.
- 4 Retire el tornillo y la arandela chapados en oro del (de los) filamento(s).



Figura 27 Cambiar el filamento

- 5 Sujete los nuevos filamentos con una arandela y un tornillo chapados en oro.
- 6 Una vez instalado el filamento, compruebe que no esté conectado a tierra al cuerpo de la fuente.
- 7 Instale la fuente de iones. Consulte la sección [“Instalar la fuente de iones de EI”](#) en la página 169.
- 8 Cierre la cámara del analizador. Consulte la sección [“Bombear el MSD”](#) en la página 99.
- 9 Bombee el MSD. Consulte la sección [“Bombear el MSD”](#) en la página 99.
- 10 Sintonice de manera automática el MSD. Consulte la sección [“Ajustar el MSD en el modo de EI”](#) en la página 83.
- 11 En el cuadro de diálogo Manual Tune, el parámetro **Filament** le permite introducir **1** o **2** para la cantidad de filamentos. Independientemente del número que estuvo presente durante la sintonización automática anterior, introduzca el número del otro filamento.
- 12 Sintonice de manera automática el MSD de nuevo.
- 13 Introduzca el número del filamento que produjo los mejores resultados.

Si decide utilizar el primer filamento, sintonice de manera automática de nuevo para asegurarse de que los parámetros de la sintonización sean compatibles con el filamento.
- 14 Seleccione **Save Tune Parameters** en el menú **File**.

Instalar la fuente de iones de EI



Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Alicates de boca larga (8710-1094)

Procedimiento

- 1 Deslice la fuente iónica en el radiador de la fuente.

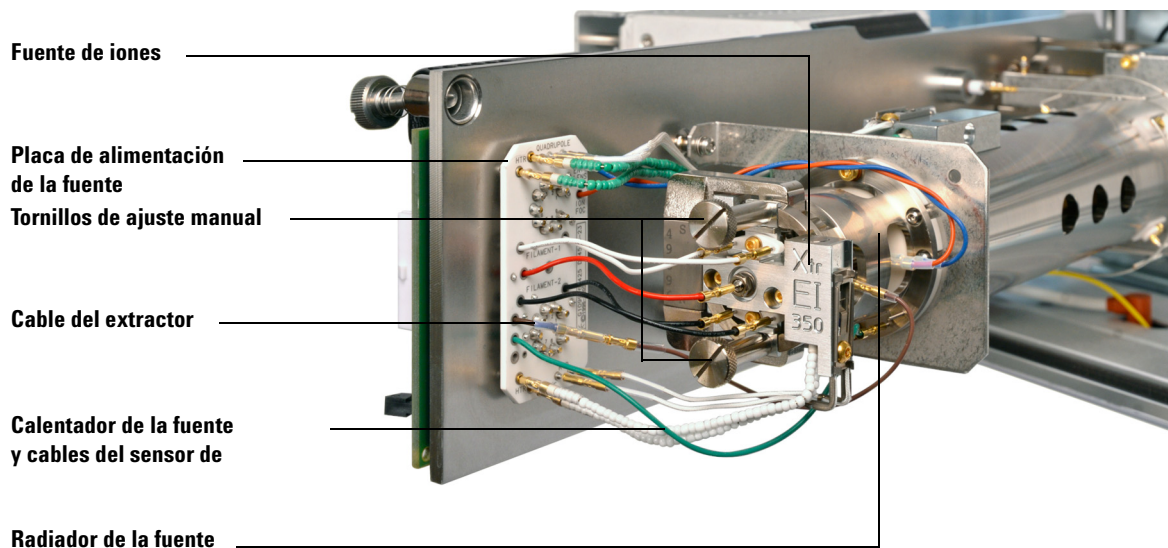


Figura 28 Instalar la fuente de iones de EI

- 2 Coloque y apriete manualmente los tornillos de ajuste manual de la fuente. No apriete los tornillos demasiado.
- 3 Conecte los cables de la fuente iónica como se muestra en [Figura 30](#) en la página 172.
- 4 Cierre la cámara del analizador. Consulte la sección “Bombear el MSD” en la página 99.

Conectar el cableado de la fuente de iones a la placa de alimentación



Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Alicates de boca larga (8710-1094)

Procedimiento

Conecte los cables eléctricos internos del analizador frontal con los pines especificados en la [Tabla 22](#) en la página 170.

Consulte la [Tabla 22](#) para leer una descripción del cableado y la [Figura 29](#) en la página 171 y la [Figura 30](#) en la página 172 para ver ilustraciones del mismo. El término "Placa" de la tabla hace referencia a la placa de alimentación situada junto a la fuente de iones.

Tabla 22 Cableado de la placa de fuente de EI

| Descripción del cable | Etiqueta de la placa de alimentación | Conecta con la fuente/ el cuad |
|----------------------------------|--------------------------------------|---|
| Verde perlado (2) | Placa, superior izquierda (HTR) | Calentador del cuad |
| Blanco con cubierta trenzada (2) | Placa, superior (RTD) | Sensor del cuad |
| Blanco (2) | Placa central (FILAMENT-1) | Filamento 1 (superior) |
| Rojo (1) | Placa, central izquierda (REP) | Repulsor |
| Negro (2) | Placa central (FILAMENT-2) | Filamento 2 (inferior) |
| Naranja (1) | Placa, superior derecha (ION FOC) | Lente de enfoque iónico |
| Azul (1) | Placa, superior derecha (ENTR LENS) | Lente de entrada |
| Blanco perlado (2) | Placa, inferior izquierda (HTR) | Calentador de fuente de iones |
| Blanco (2) | Placa, inferior (RTD) | Sensor de la fuente de iones |
| Marrón (1) | Placa, medio izquierda | Lente de extracción (sólo para fuente extractora de iones de EI) |

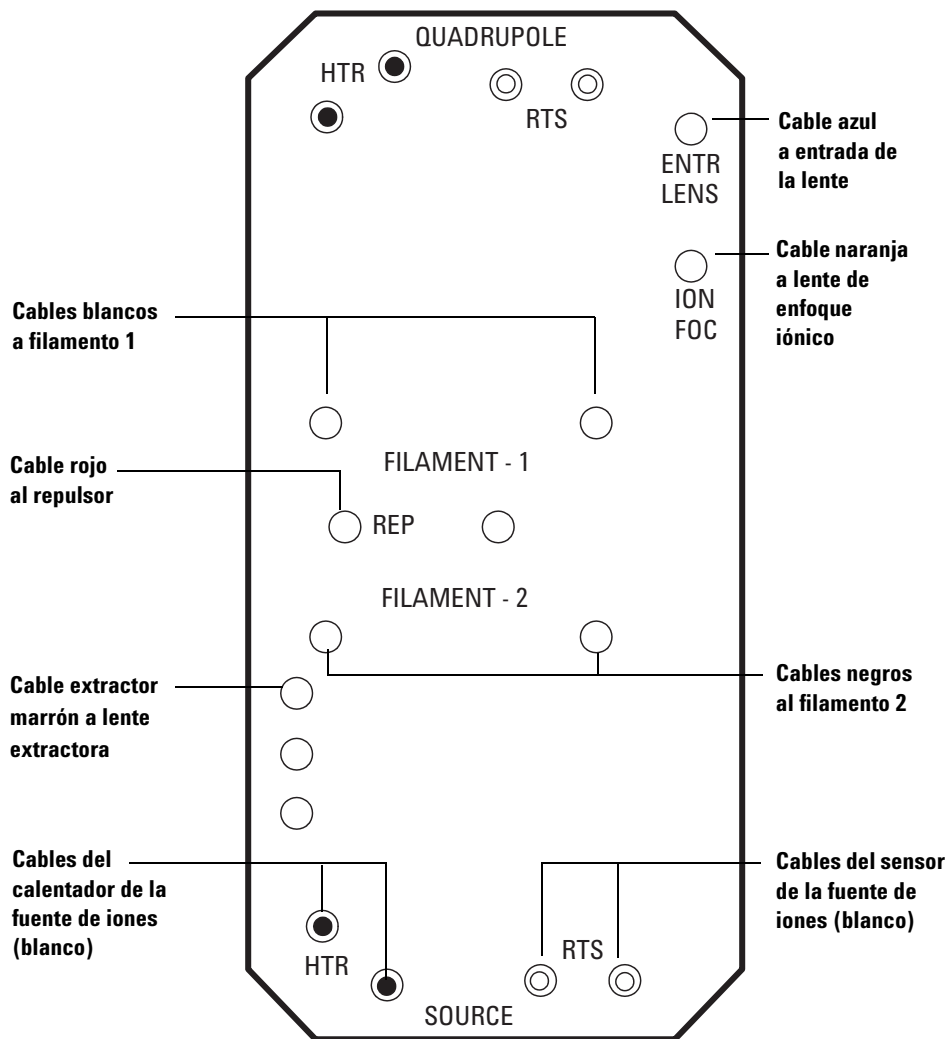


Figura 29 Cableado de la placa de alimentación

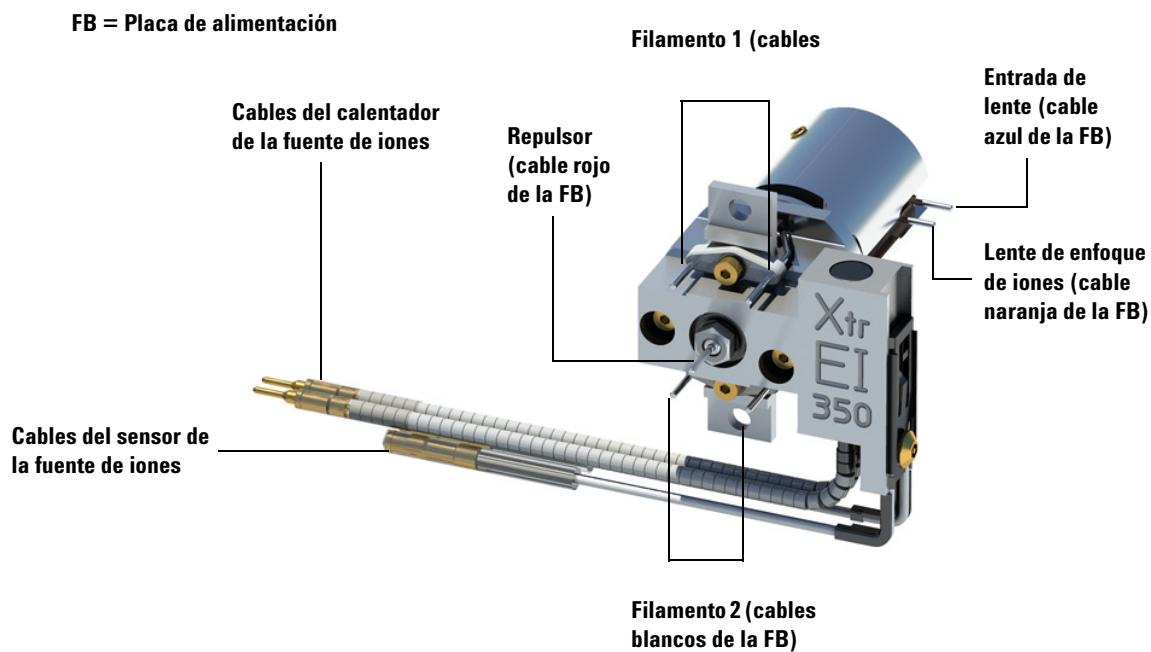


Figura 30 Cableado de la fuente de iones

Sustituir el cuerno multiplicador de electrones



La sustitución del número de pieza del cuerno multiplicador de electrones (EM) para este detector serie 2 está marcada en la cara frontal del detector. Mediante MassHunter, puede determinar qué serie de detector tiene sin tener que comprobarlo directamente con el detector. La serie del detector se muestra como “Triple Axis Series 2” en la pestaña del detector de sintonización manual, en la sección del detector de la segunda página del informe de sintonización y en la ventana de bombeo.

Materiales necesarios

- Cuerno multiplicador de electrones (Detector serie 2 G7002-80103)
- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Alicates de boca larga (8710-1094)

Procedimiento

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección “[Purgar el MSD](#)” en la página 96).

ADVERTENCIA

El analizador, la interfase GC/MS y otros componentes de la cámara del analizador alcanzan temperaturas muy altas durante su funcionamiento. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

PRECAUCIÓN

Utilice siempre guantes limpios para evitar contaminar la cámara del analizador cuando trabaje en ella.

- 2 Abra la cámara del analizador. (Consulte la sección “[Abrir la cámara del analizador](#)” en la página 144).
- 3 Abra el clip de retención ([Figura 31](#)). Levante el brazo del clip y aleje el clip del cuerno multiplicador de electrones.
- 4 Quite el cuerno multiplicador de electrones.

- 5** Retire el cable azul de señal del conector de la placa lateral.
- 6** Sostenga el cuerno nuevo con el extremo del cable azul de señal hacia abajo y acople el cable de señal al conector de la placa lateral.
- 7** Inserte el cuerno multiplicador de electrones en la posición correspondiente.
- 8** Cierre el clip de retención.
- 9** Cierre la cámara del analizador posterior. (Consulte la sección “[Cerrar la cámara del analizador](#)” en la página 176).

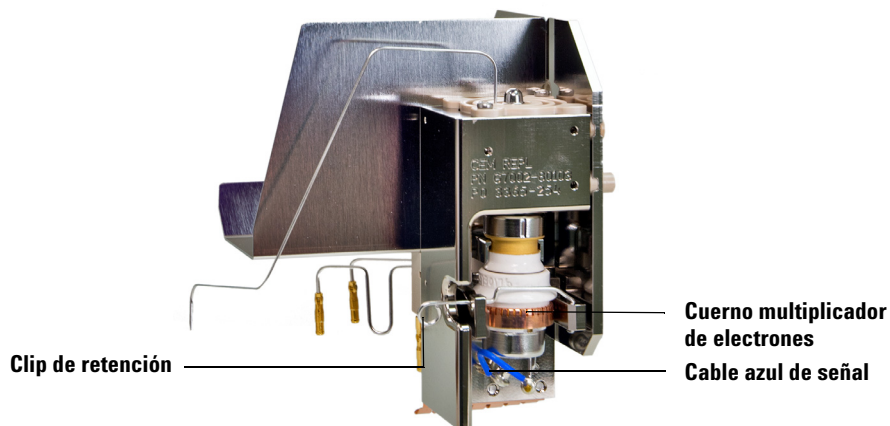


Figura 31 Sustituir el cuerno EM (serie 2)



Figura 32 Cuerno multiplicador de electrones serie 2

Cerrar la cámara del analizador

Procedimiento



- 1 Asegúrese de que todos los cables eléctricos internos del analizador estén ajustados correctamente. El cableado no es igual para las fuente de iones de EI y CI. El cableado se describe en “[Conectar el cableado de la fuente de iones a la placa de alimentación](#)” en la página 170.

Inspeccione la arandela de la placa lateral.

Asegúrese de que la arandela cuenta con una capa *muy* fina de grasa de alto vacío Apiezon L. Si la arandela está muy seca no realizara la función de sellado correctamente. Si la arandela brilla, es que tiene demasiada grasa. (Consulte el [Manual de mantenimiento y resolución de problemas del MS serie 5977](#) para obtener instrucciones sobre lubricación).

PRECAUCIÓN

No fuerce la puerta del analizador cuando la cierra o podría dañar la celda de colisión o el cuadrupolo.

- 2 Cierre la placa lateral del analizador.

El filtro posterior del lado de salida del cuadrupolo ayuda a colocar la celda de colisión cuando la puerta del analizador está cerrada. Cuando se cierra, la puerta debe producir una resistencia mínima mientras que el cuadrupolo está reposicionando la celda de colisión. El analizador debe insertarse utilizando una presión mínima.

- 3 Asegúrese de que la válvula de purga está cerrada.
- 4 Si se utiliza hidrógeno u otra sustancia inflamable o tóxica como gas portador, apriete *suavemente* y a mano el tornillo superior de la placa lateral del analizador frontal.
- 5 Bombee el MS. (Consulte la sección “[Bombear el MSD](#)” en la página 99).

ADVERTENCIA

El tornillo de ajuste manual delantero debe apretarse si se va a utilizar hidrógeno (u otro gas peligroso) como gas portador del GC. En el caso improbable de que se produzca una explosión, evitará que se abra la placa lateral.

PRECAUCIÓN

No lo apriete excesivamente, ya que puede causar fugas de aire o interferir en el bombeo. No utilice un destornillador para apretar el tornillo de ajuste manual.

- 6 Una vez que se haya bombeado el MS, cierre la cubierta izquierda del analizador y vuelva a colocar la cubierta de la ventana.
- 7 Sintone el MS.

Cambiar de la fuente estándar/inerte/extractora de iones de EI a la fuente de iones de CI

PRECAUCIÓN

Compruebe siempre el rendimiento del MSD en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI.

Configure siempre el MSD CI en modo PCI primero, incluso cuando vaya a utilizar el modo NCI.

Procedimiento

- 1 Purgue el MSD. Consulte la sección “[Purgar el MSD](#)” en la página 96.
- 2 Abra el analizador. Consulte la sección “[Bombear el MSD](#)” en la página 99.
- 3 Quite la fuente de iones EI. Consulte la sección “[Quitar la fuente de iones de EI](#)” en la página 147.
- 4 Si está retirando una fuente extractora, quite el cable extractor marrón de la placa de alimentación y almacénelo con la fuente extractora de iones de EI. Consulte la sección [Figura 30](#) en la página 172.

PRECAUCIÓN

Si los componentes del analizador reciben descargas electrostáticas, estas llegarán a la placa lateral y pueden dañar piezas importantes. Utilice una muñequera antiestática. Consulte la sección “[Descarga electrostática](#)” en la página 138. Tome medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.

- 5 Instale la fuente de iones de CI. Consulte la sección “[Instalar la fuente de iones de CI](#)” en la página 208.
- 6 Instale el sello de la punta de la interfase de CI/extractor si aún no está instalado (p/n G3870-20542). Consulte la sección “[Instalar el sello de punta de la interfase de CI/extractora](#)” en la página 190.
- 7 Cierre el analizador. Consulte la sección “[Bombear el MSD](#)” en la página 99.
- 8 Bombee el MSD. Consulte la sección “[Bombear el MSD en el modo de CI](#)” en la página 112.

Cambiar de una fuente de iones de CI a una fuente estándar/inerte/extractora de iones de EI

Procedimiento

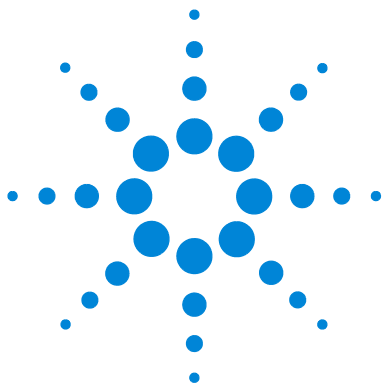
PRECAUCIÓN

Utilice siempre unos guantes limpios cuando manipule el analizador o cualquier pieza del interior de la cámara del analizador.

PRECAUCIÓN

Si los componentes del analizador reciben descargas electrostáticas, estas llegarán a la placa lateral y pueden dañar piezas importantes. Utilice una muñequera antiestática con toma de tierra y tome precauciones antiestáticas adicionales **antes** de abrir la cámara del analizador. Consulte la sección “[Descarga electrostática](#)” en la página 138.

- 1 En la ventana Tune and Vacuum Control, purgue el MSD. Consulte la sección “[Purgar el MSD](#)” en la página 96. El software le solicitará que realice los pasos oportunos.
- 2 Abra el analizador. Consulte la sección “[Bombear el MSD](#)” en la página 99.
- 3 Retire el sello de la punta de la interfase si cambia a una fuente estándar o inerte de iones. Consulte la sección “[Instalar el sello de punta de la interfase de CI/extractora](#)” en la página 190.
- 4 Instale la fuente iónica de EI. Consulte la sección “[Instalar la fuente de iones de EI](#)” en la página 169.
- 5 Cuando instala una fuente extractora de iones, encuentre el cable extractor marrón del almacenamiento y conéctelo a la lente extractora y a la placa de la fuente.
- 6 Coloque la fuente iónica de CI y el sello de la punta de la interfase en la caja de almacenamiento de la fuente de iones.
- 7 Bombear el MSD. Consulte la sección “[Bombear el MSD](#)” en la página 99.
- 8 Cargue el fichero de sintonización EI.



6 Mantenimiento de CI

| | |
|---|-----|
| Información general | 188 |
| Instalar el sello de punta de la interfase de CI/extractora | 190 |
| Quitar la fuente de iones de CI | 192 |
| Desmontar la fuente de iones de CI | 199 |
| Limpiar la fuente de iones CI | 202 |
| Montar la fuente de iones CI | 205 |
| Instalar la fuente de iones de CI | 208 |
| Quitar el filamento de la fuente de CI | 210 |
| Instalar un filamento de la fuente de CI | 212 |

Este capítulo describe los procedimientos y los requisitos de mantenimiento que son únicos del MSD serie 5977B equipado con el hardware de ionización química.



Información general

Limpieza de la fuente iónica

El principal efecto de utilizar el MSD en modo CI es que se necesita limpiar la fuente iónica con mayor frecuencia. En el funcionamiento con CI, la cámara de la fuente iónica está expuesta a una contaminación más rápida que en el funcionamiento EI, debido a las mayores presiones de la fuente necesarias para CI.

ADVERTENCIA

Realice siempre los procedimientos de mantenimiento utilizando disolventes peligrosos bajo la campana extractora. Utilice el MSD en una sala correctamente ventilada.

Amoníaco

El amoníaco, usado como gas reactivo, aumenta la necesidad del mantenimiento de la bomba delantera. El amoníaco provoca que el aceite de la bomba delantera se descomponga con mayor rapidez. En consecuencia, el aceite de la bomba de vacío delantera de serie debe comprobarse y sustituirse con mayor frecuencia.

Purgue siempre el MSD con metano después de usar amoníaco.

Asegúrese de instalar el amoníaco con el tanque en posición vertical. De esta forma evitará que pase amoníaco líquido al módulo de flujo.

Configurar el MSD para funcionamiento de CI

La configuración del MSD para funcionar en modo CI exige un cuidado especial para evitar la contaminación y las fugas de aire.

Instrucciones

- Antes de la purga en modo EI para instalar la fuente de iones de CI, compruebe que el sistema de GC/MSD está funcionando de manera correcta. Consulte la sección “[Comprobar el rendimiento del sistema](#)” en la página 91.
- Asegúrese de que las líneas de entrada de gas reactivo están equipadas con purificadores de aire (esto no corresponde al amoníaco).
- Utilice gases reactivos de pureza extremadamente alta, 99,99 % o superior para el metano y tan puros como sea posible para otros gases reactivos.

Instalar el sello de punta de la interfase de CI/extractora

Materiales necesarios



- Sello de la punta de la interfase (G3870-20542)

El sello de la punta de la interfase debe colocarse en la fuente de iones de CI y en la fuente de extracción.

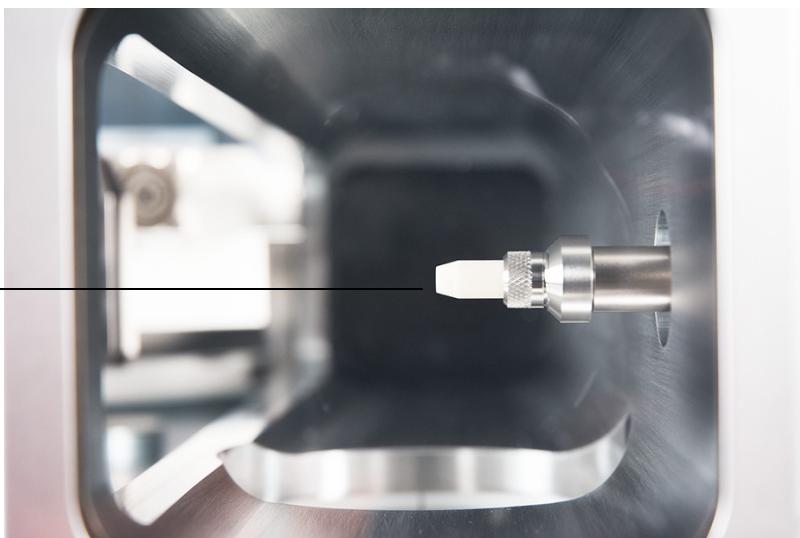
PRECAUCIÓN

Si los componentes del analizador reciben descargas electroestáticas, estas llegarán a la placa lateral y pueden dañar piezas importantes. Utilice una muñequera antiestática y tome otras medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.

Procedimiento

- 1 Compruebe que la fuente extractora de iones de EI o la fuente de iones de CI esté instalada. Este sello de la punta no debe instalarse cuando está colocada una fuente SST de EI o una fuente inerte de EI.
- 2 Retire el sello de la punta de CI/extractora de la caja de almacenamiento de la fuente de iones y colóquelo sobre el extremo de la interfase.

Sello de la punta de
CI/extractora



- 3 Compruebe **con suavidad** la alineación del analizador y la interfase.

Cuando el analizador esté correctamente alineado, podrá cerrarlo completamente sin resistencia, salvo por la presión del resorte de la punta de la interfase.

PRECAUCIÓN

Forzar que el analizador se cierre cuando están mal alineadas estas piezas dañará el sello, la interfase o la fuente iónica, o bien, impedirá el sellado de la placa lateral.

- 4 Puede alinear el analizador y la interfase haciendo un ligero movimiento de vibración en la placa lateral sobre su bisagra. Si el analizador sigue sin cerrarse, póngase en contacto con su representante de Agilent Technologies.

Quitar la fuente de iones de CI



Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)

Procedimiento

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección “[Purgar el MSD](#)” en la página 96).

ADVERTENCIA

Los analizadores, la interfase de GC/MS y otros componentes de la cámara del analizador alcanzan temperaturas muy altas durante su funcionamiento. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

PRECAUCIÓN

Utilice siempre guantes limpios para evitar contaminar la cámara del analizador cuando trabaje en ella.

- 2 Abra la cámara del analizador. (Consulte la sección “[Abrir la cámara del analizador](#)” en la página 144).

PRECAUCIÓN

Asegúrese de utilizar una muñequera antiestática y tome otras precauciones antiestáticas antes de tocar los componentes del analizador.

PRECAUCIÓN

Tire de los conectores y no de los cables cuando los desconecte.

- 3 Desconecte la lente de entrada, el enfoque iónico, el repulsor y los cables de filamentos de la fuente de iones. No doble los cables más de lo necesario (Tabla 21 en la página 193).

Siga los cables del calentador de la fuente de iones y el sensor de temperatura hasta la placa de alimentación y desconéctelos (Tabla 21 en la página 193).

Tabla 21 Cableado de la placa de fuente de CI

| Descripción del cable | Etiqueta de la placa de alimentación | Conecta con la fuente/ el cuad |
|----------------------------------|--|-----------------------------------|
| Verde perlado (2) | Placa, superior izquierda (HTR) | Calentador del cuad |
| Blanco con cubierta trenzada (2) | Placa, superior (RTD) | Sensor del cuad |
| Blanco (2) | Placa central (FILAMENT-1) | Filamento 1 (superior) |
| Rojo (1) | Placa, central izquierda (REP) | Repulsor |
| Negro (2) | Placa central (FILAMENT-2) | Filamento 'dummy' 2 (inferior) |
| Naranja (1) | Placa, superior derecha (ION FOC) | Lente de enfoque iónico |
| Azul (1) | Placa, superior derecha (ENTR LENS) | Lente de entrada |
| Blanco perlado (2) | Placa, inferior izquierda (HTR) | Calentador de fuente de iones |
| Blanco (2) | Placa, inferior (RTD) | Sensor de la fuente de iones |

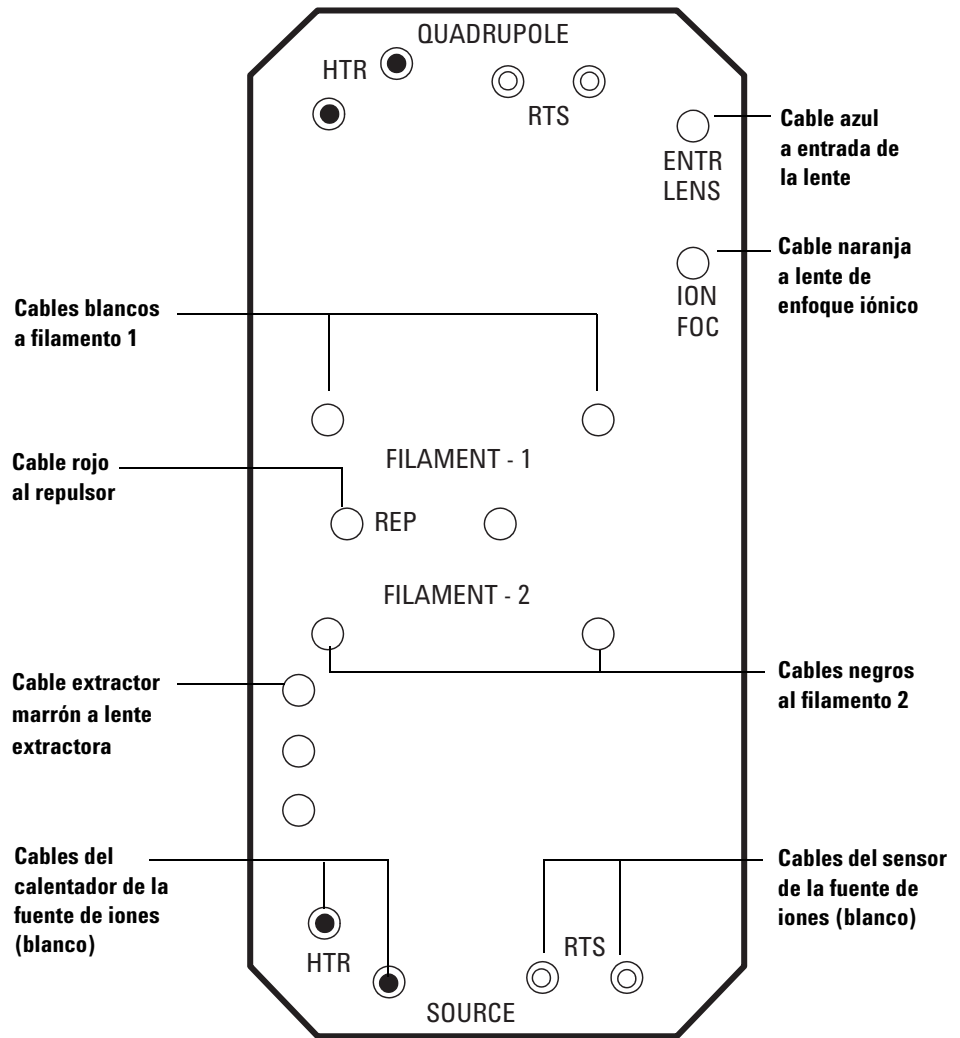


Figura 36 Cableado de la placa de alimentación

Consulte la [Figura 37](#) en la página 195 para obtener una imagen del cableado correcto.

- 4 Retire los dos tornillos de ajuste manual grandes que sujetan la fuente iónica.
- 5 Quite la fuente de iones del radiador de la fuente y colóquela en el recipiente de almacenamiento.

FB = Placa de alimentación

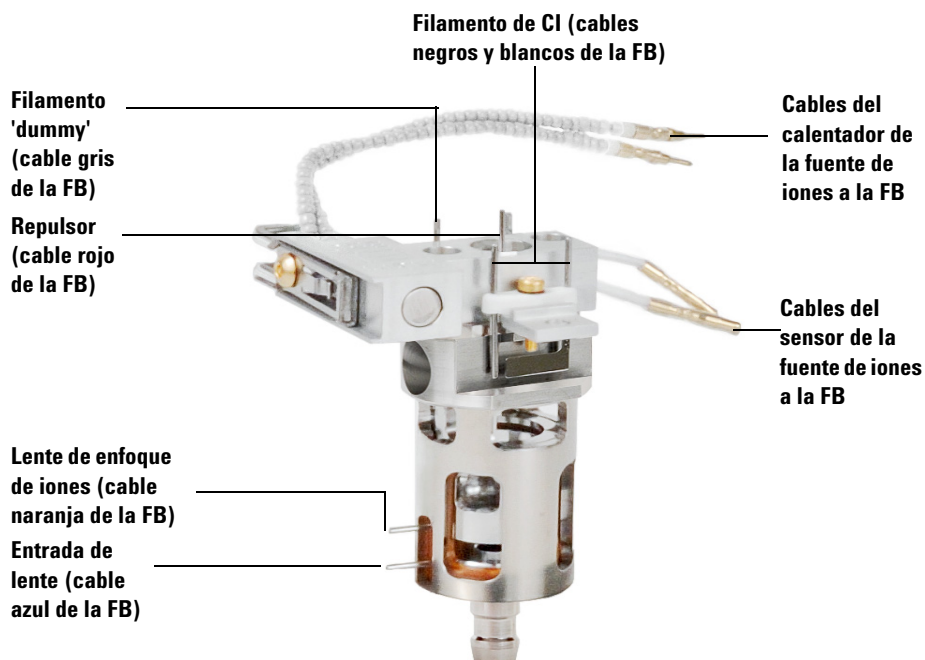


Figura 37 Cableado de la fuente de iones de CI

Desmontar la fuente de iones de CI



Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 1,5 mm (8710-1570)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 2,0 mm (8710-1804)
- Llave fija de 10 mm (8710-2353)
- Llave para tuercas de 5,5 mm (8710-1220)
- Pinzas (8710-2460)

Procedimiento

- 1 Retire la fuente iónica de CI. (Consulte la sección “[Quitar la fuente de iones de CI](#)” en la página 192).
- 2 Quite los filamentos. (Consulte la sección “[Quitar el filamento de la fuente de CI](#)” en la página 210).
- 3 Separe el conjunto del calentador de la fuente del cuerpo de la fuente. El conjunto del calentador de la fuente incluye el calentador de la fuente, el repulsor y las piezas relacionadas. (Consulte la sección [Figura 39](#)).
- 4 Desmonte el conjunto del repulsor al quitar el aislante cerámico del repulsor. (Consulte la sección [Figura 39](#)).
- 5 Quite el tornillo de fijación que sujeta las lentes al cuerpo de la fuente.
- 6 Retire las lentes del cuerpo de la fuente y separe el aislante de las lentes, las lentes de enfoque iónico, el cilindro de descarga, la lente de descarga y la lente de entrada. (Consulte la sección [Figura 39](#)).

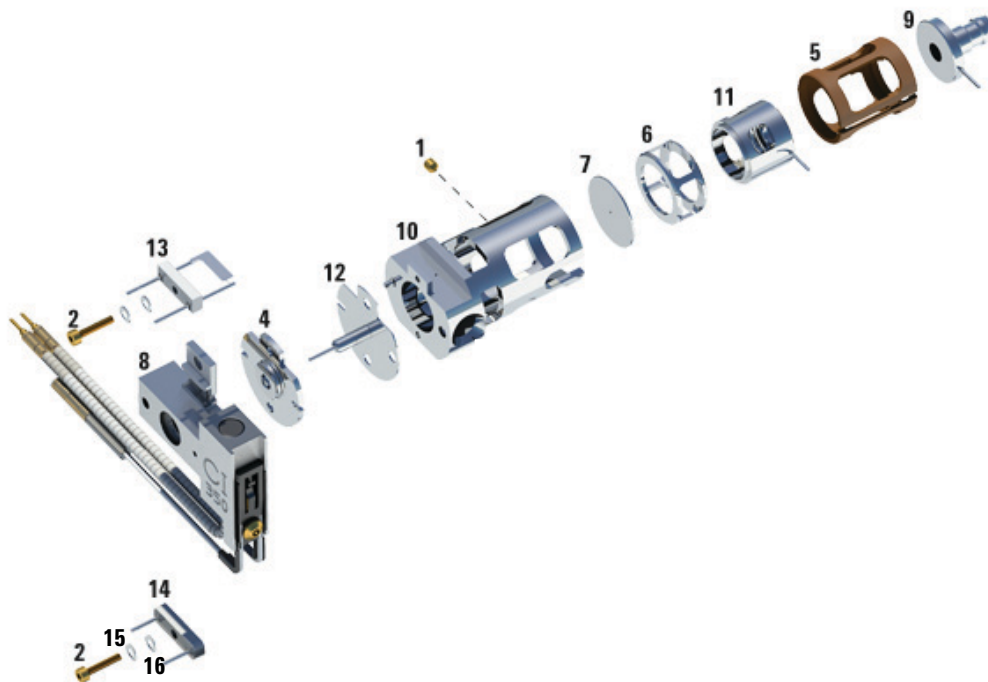


Figura 38 Desmontar la fuente de iones de CI

Tabla 22 Lista de piezas de la fuente de iones de CI (Figura 39)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Referencia |
|-----------------|--------------------------------------|-------------|
| 1 | Tornillo de fijación | G1999-20022 |
| 2 | Tornillo del filamento | G1999-20021 |
| 3 | Sello de la punta de la interfase CI | G3870-20542 |
| 4 | Aislante del repulsor CI | G1999-20433 |
| 5 | Aislante de la lente CI | G3170-20540 |
| 6 | Cilindro de descarga CI | G1999-20444 |
| 7 | Placa de descarga CI | G1999-20446 |

Tabla 22 Lista de piezas de la fuente de iones de CI (Figura 39) (continuación)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Referencia |
|------------------------|--|-------------------|
| 8 | Conjunto del bloque del calentador de la fuente de iones de IC | G3870-60415 |
| 9 | Lente de entrada | G3170-20126 |
| 10 | Cuerpo de la fuente de iones de CI | G3170-20430 |
| 11 | Lente de enfoque iónico CI | G1999-20443 |
| 12 | Repulsor CI | G1999-20432 |
| 13 | Filamento CI | G7005-60072 |
| 14 | Filamento 'dummy' | G1999-60454 |
| 15 | Arandela curvada | 3050-9082 |
| 16 | Arandela plana | 3050-1374 |

Limpiar la fuente de iones CI



Materiales necesarios

- Papel abrasivo (5061-5896)
- Alúmina en polvo abrasiva (8660-0791)
- Papel de aluminio limpio
- Paños limpios (05980-60051)
- Bastoncillos de algodón (5080-5400)
- Vasos de precipitado de vidrio de 500 mL
- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Disolventes
 - Acetona grado reactivo
 - Metanol grado reactivo
 - Cloruro de metileno grado reactivo
- Baño de ultrasonidos

Preparación

- 1 Desmonte la fuente de iones. Consulte la sección “[Desmontar la fuente de iones de CI](#)” en la página 199.
- 2 Reúna las siguientes piezas que deben limpiarse de una fuente de iones de CI: ([Figura 40](#) en la página 203)
 - Repulsor
 - Cuerpo de la fuente
 - Placa de descarga
 - Cilindro de descarga
 - Lente de enfoque iónico
 - Lente de entrada

Estas son las piezas que están en contacto con la muestra o el haz de iones. Por lo general, las demás piezas no requieren limpieza.

PRECAUCIÓN

Si los aislantes están sucios, límpielos con un bastoncillo de algodón humedecido en metanol grado reactivo. Si no logra limpiar los aislantes, sustitúyalos. Los aislantes no deben limpiarse por abrasión ni ultrasonido.



Figura 39 Piezas de la fuente de iones de CI que deben limpiarse

Procedimiento

- 1 Si la contaminación es grave, como retroflujo de aceite al analizador, considere seriamente sustituir las piezas contaminadas.
- 2 Limpie por abrasión las superficies que están en contacto con la muestra o el haz de iones.

Utilice un líquido abrasivo de alúmina en polvo y metanol de grado reactivo en un bastoncillo de algodón. Utilice la fuerza suficiente para quitar todas las decoloraciones. No es necesario pulir las piezas; los arañazos pequeños no dañarán el rendimiento. Además, limpie por abrasión las decoloraciones en donde los electrones de los filamentos ingresan al cuerpo de la fuente.

- 3 Enjuague todos los residuos abrasivos con metanol de grado reactivo.

Asegúrese de que **todos** los residuos abrasivos se enjuaguen **antes** de la limpieza por ultrasonido. Si el metanol se torna turbio o contiene partículas visibles, enjuague de nuevo tres veces.

- 4 Separe las piezas que se limpiaron por abrasión de aquellas que no.
- 5 Limpie por ultrasonido las piezas (cada grupo por separado) durante 15 minutos. Para las piezas sucias, utilice los tres solventes en el orden en que se muestra y limpie durante 15 minutos con cada uno de los siguientes solventes:
 - Cloruro de metileno (de grado reactivo)
 - Acetona (de grado reactivo)
 - Metanol (de grado reactivo)

Para la limpieza de rutina, limpiar con metanol es suficiente.

ADVERTENCIA

Todos estos solventes son peligrosos. Trabaje bajo una campana extractora y tome todas las precauciones adecuadas.

- 6 Coloque las piezas en un vaso de precipitados limpio. Cubra **ligeramente** el vaso de precipitados con papel de aluminio limpio (el lado opaco hacia abajo).
- 7 Seque las piezas limpiadas en un horno a 100 °C durante cinco a seis minutos.

ADVERTENCIA

Deje que las piezas se enfrien antes de manipularlas.

NOTA

Preste atención para evitar contaminar las piezas limpiadas y secadas. Colóquese guantes limpios y nuevos antes de manipular las piezas. No ubique las piezas limpiadas en una superficie sucia. Colóquelas sólo en paños limpios sin pelusa.

Montar la fuente de iones CI



Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 1,5 mm (8710-1570)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 2,0 mm (8710-1804)
- Llave fija de 10 mm (8710-2353)

Procedimiento

PRECAUCIÓN

Utilice siempre guantes limpios cuando trabaje en la cámara del analizador, a fin de evitar la contaminación.

- 1 Monte la lente de enfoque iónico, la lente de entrada y el aislante de las lentes (Figura 41).
- 2 Inserte la placa de descarga y el cilindro de descarga en el cuerpo de la fuente (Figura 41).
- 3 Inserte las piezas montadas en el paso 1 en el cuerpo de la fuente.
- 4 Coloque el tornillo de fijación que sujeta las lentes en su lugar.
- 5 Acople el disco cerámico al repulsor y colóquelo en la parte superior del cuerpo de la fuente.

PRECAUCIÓN

Cuando lo instale, no apriete demasiado la tuerca del repulsor o el aislante cerámico del repulsor se resquebrajará al calentarse la fuente. La tuerca debe ajustarse únicamente con la mano.

- 6 Coloque el conjunto del bloque del calentador en la parte superior del cuerpo de la fuente.
- 7 Instale de nuevo el filamento 'dummy' y el filamento y acople con los tornillos de fijación.

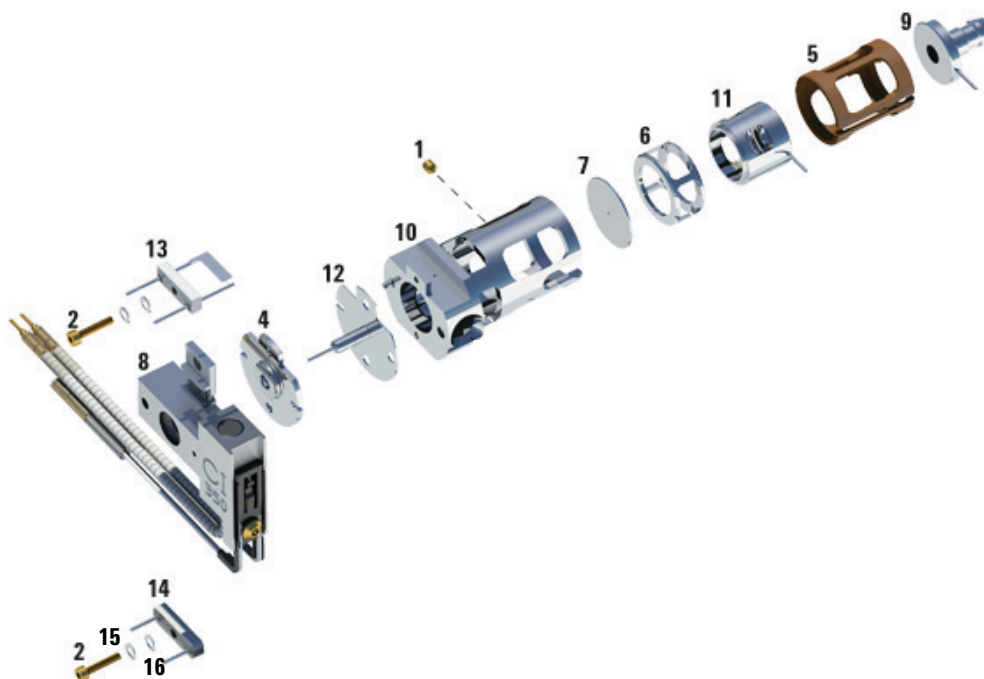


Figura 40 Montaje de la fuente de iones de CI

Tabla 23 Lista de piezas de la fuente de iones de CI (Figura 41)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Referencia |
|-----------------|--------------------------------------|-------------|
| 1 | Tornillo de fijación | G1999-20022 |
| 2 | Tornillo del filamento | G1999-20021 |
| 3 | Sello de la punta de la interfase CI | G3870-20542 |
| 4 | Aislante del repulsor CI | G1999-20433 |
| 5 | Aislante de la lente CI | G3170-20540 |
| 6 | Cilindro de descarga CI | G1999-20444 |
| 7 | Placa de descarga CI | G1999-20446 |

Tabla 23 Lista de piezas de la fuente de iones de CI (Figura 41) (continuación)

| N.º de artículo | Descripción del artículo | Referencia |
|------------------------|--|-------------------|
| 8 | Conjunto del bloque del calentador de la fuente de iones de IC | G3870-60415 |
| 9 | Lente de entrada | G3170-20126 |
| 10 | Cuerpo de la fuente de iones de CI | G3170-20430 |
| 11 | Lente de enfoque iónico CI | G1999-20443 |
| 12 | Repulsor CI | G1999-20432 |
| 13 | Filamento CI | G7005-60072 |
| 14 | Filamento 'dummy' | G1999-60454 |
| 15 | Arandela curvada | 3050-9082 |
| 16 | Arandela plana | 3050-1374 |

Instalar la fuente de iones de CI

PRECAUCIÓN

Si los componentes del analizador reciben descargas electrostáticas, estas llegarán a la placa lateral y pueden dañar piezas importantes. Utilice una muñequera antiestática y tome otras medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.

Procedimiento



- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección “Purgar el MSD” en la página 96).
- 2 Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección “Abrir la cámara del analizador” en la página 144).
- 3 Inserte la fuente de iones de CI en el radiador.
- 4 Instale los tornillos de ajuste manual (Figura 42).
- 5 Conecte el cableado según se describe en “Bombear el MSD” en la página 99.

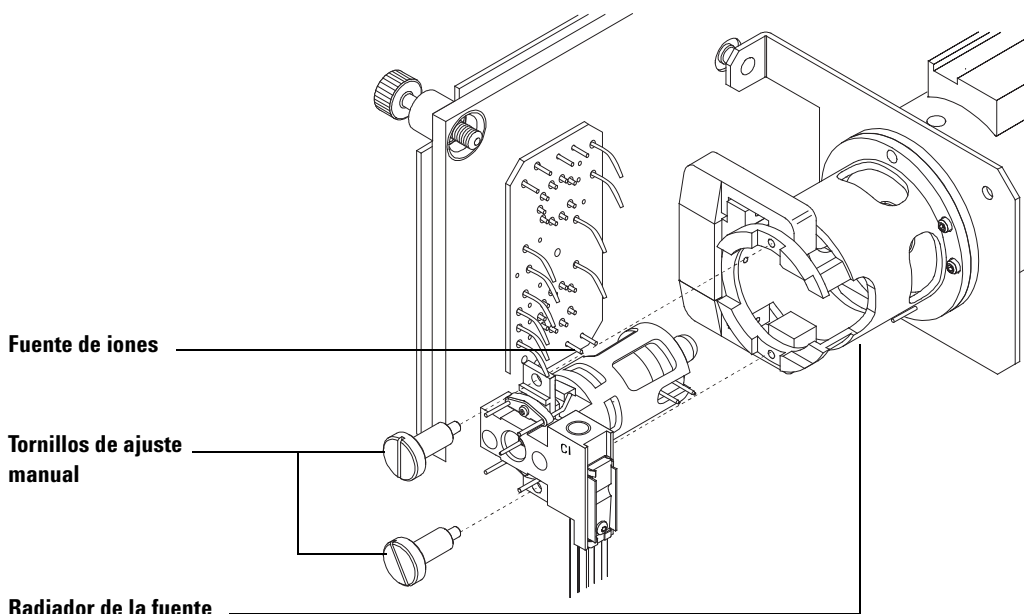


Figura 41 Instalar la fuente de iones de CI

- 6 Cierre la puerta del analizador. (Consulte la sección “Bombear el MSD en el modo de CI” en la página 112).
- 7 Bombee el MS. (Consulte la sección “Bombear el MSD en el modo de CI” en la página 112).
- 8 Sintonicice el MS. (Consulte la sección “Sintonización automática de CI” en la página 109).

Quitar el filamento de la fuente de CI



Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 1,5 mm (8710-1570)
- Pinzas (8710-2460)

Procedimiento

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección “Purgar el MSD” en la página 96).

PRECAUCIÓN

Utilice siempre guantes limpios para evitar contaminar la cámara del analizador cuando trabaje en ella.

- 2 Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección “Bombear el MSD” en la página 99).
- 3 Retire la fuente de iones. (Consulte la sección “Quitar la fuente de iones de CI” en la página 192).
- 4 Quite el tornillo que sujeta el filamento al cuerpo de la fuente de iones. (Consulte la sección [Figura 43](#)).
- 5 Retire el filamento del conjunto de la fuente de iones. (Consulte la sección [Figura 43](#)).

ADVERTENCIA

El analizador, la interfase GC/MS y otros componentes de la cámara del analizador alcanzan temperaturas muy altas durante su funcionamiento. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

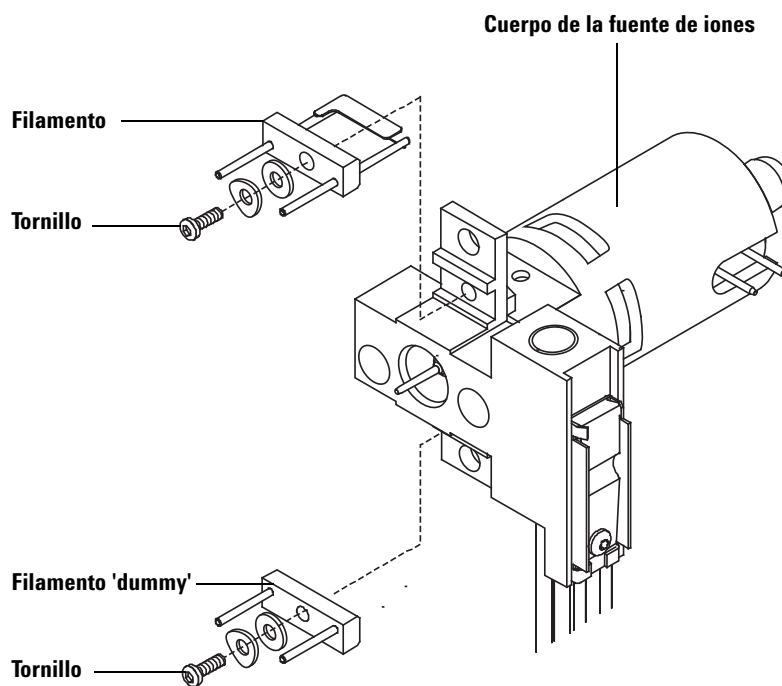


Figura 42 **Cambiar el filamento de CI**

Instalar un filamento de la fuente de CI



Materiales necesarios

- Conjunto de filamentos, 2 pk, CI (G7005-60072)
- Guantes limpios y sin pelusas
 - Grandes (8650-0030)
 - Pequeños (8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)

Procedimiento

- 1 Quite el filamento anterior. (Consulte la sección “[Quitar el filamento de la fuente de CI](#)” en la página 210).
- 2 Coloque el filamento nuevo en su posición en el cuerpo de la fuente de iones. (Consulte la sección [Figura 43](#)).
- 3 Sujete el filamento al cuerpo de la fuente de iones con el tornillo.
- 4 Una vez instalado el filamento, compruebe que no esté conectado a tierra al cuerpo de la fuente.
- 5 Instale de nuevo la fuente de iones. (Consulte “[Instalar la fuente de iones de CI](#)” en la página 208 o “[Información general](#)” en la página 188).
- 6 Cámara serie 5977B. (Consulte la sección “[Bombear el MSD](#)” en la página 99).
- 7 Bombear el MS. (Consulte la sección “[Bombear el MSD](#)” en la página 99).
- 8 Sintonice de manera automática el MS.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Impreso en Estados Unidos, agosto de 2015



G7077-95003