



Trucos y consejos al trabajar con GC y GCMSs

**Seminario On-Line
27-Septiembre-2013**

Jose Juan Rivero
Especialista de Producto
jose.rivero@agilent.com
AGILENT TECHNOLOGIES
901.11.68.90

Agenda

- ✓ Por donde empezar
- ✓ Usar la información que proporciona el equipo
- ✓ Prevenir
- ✓ Cuidados del inyector
- ✓ Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases
- ✓ Mantenimientos básicos en Gases masas
- ✓ Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD
- ✓ Problemas comunes del Detector
- ✓ Problemas con las Bombas de vacío

Agenda

- ✓ **Por donde empezar**
- ✓ Usar la información que proporciona el equipo
- ✓ Prevenir
- ✓ Cuidados del inyector
- ✓ Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases
- ✓ Mantenimientos básicos en Gases masas
- ✓ Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD
- ✓ Problemas comunes del Detector
- ✓ Problemas con las Bombas de vacío



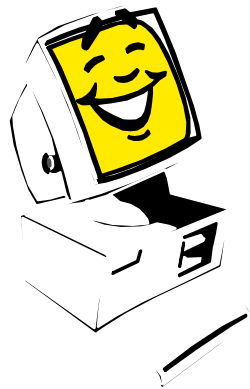
Soporte Telefónico & e-mail & web

Tel: 901 11 68 90

Fax: 901 90 05 59 (digital fax)

E mail: customercare_spain@agilent.com

www.chem.agilent.com



Agenda

- ✓ Por donde empezar
- ✓ **Usar la información que proporciona el equipo**
- ✓ Prevenir
- ✓ Cuidados del inyector
- ✓ Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases
- ✓ Mantenimientos básicos en Gases masas
- ✓ Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD
- ✓ Problemas comunes del Detector
- ✓ Problemas con las Bombas de vacío

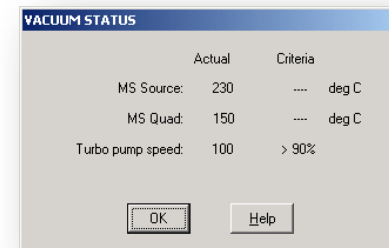
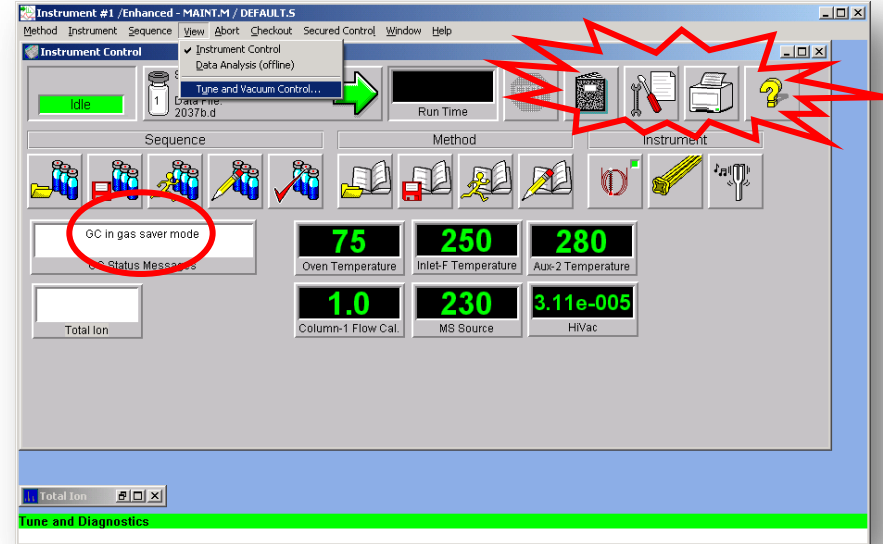
Usar la información que proporciona el equipo

Diagnósticos
Fuente y filamentos
Vent/Pumpdown

Chequeo visual de errores
Run / Stop



Hardware read backs



Software read backs

Agenda

- ✓ Por donde empezar
- ✓ Usar la información que proporciona el equipo
- ✓ **Prevenir**
- ✓ Cuidados del inyector
- ✓ Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases
- ✓ Mantenimientos básicos en Gases masas
- ✓ Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD
- ✓ Problemas comunes del Detector
- ✓ Problemas con las Bombas de vacío

Prevenir

- Revisar de manera rutinaria:

Septum, Liner, Informe de autotune, Jeringa, Estado de la Columna, Aceite Bomba

previa y difusora, Filtros de gases

- Inyectar las muestras lo mas limpias y en la menor cantidad posible**
- Evitar columnas de 320 micras y superiores**
- Evitar grandes espesores de fase**
- Usar patrones para verificar el funcionamiento completo del sistema**
- Hacer mantenimientos preventivos programados**
- Actualizar y usar registros Logbook y Tunes**

Mantenimiento Preventivo – GC

	Frequency	Description	Remarks
Gas Portador	<ul style="list-style-type: none"> • Presión: diaria • Filtros: según necesidad 	Tubo de Cobre limpio: 5180-4196 Filtro de Humedad: 3150-0532 Filtro de Oxígeno: 3150-0414	<ul style="list-style-type: none"> • Usar gases de grado 99.999% o superior. • Usar filtros de metal o con indicador .
Portal de Inyección	<ul style="list-style-type: none"> • Dependiendo del volumen y tipo de muestra 	Septa: 5183-4757 Merlin Microseal: 5181-8833 Liner: 5183-4757 o 5188-6568 Viton O-ring: 5180-4182 Gold plated seal: 5188-5367 Washer: 5160-5869	<ul style="list-style-type: none"> • Usar septum de bajo sangrando o Merlin Microseal. • Usar Liner apropiado. • Limpiar o reemplazar sellos (sello de oro sólo cambiar).
Columnas	<ul style="list-style-type: none"> • Según necesidad 	HP5MS: 19091S-433 Tuerca de Columna (inj): 5181-8830 Tuerca de Columna (MSD): 05988-20066	<ul style="list-style-type: none"> • Usar columnas de cross-linked fused silica. • Acondicionar la columna antes de conectar al MSD.
Férrulas	<ul style="list-style-type: none"> • Portal de Inyección: según necesidad • Interface: cuando se cambie la columna 	Portal de Inyección: 0.20mm: 5062-3516 o 5080-8853 0.25mm: 5181-3323 o 5080-8853 0.32mm: 5062-3514 o 5080-8853 Interface: 0.20mm: 5062-3508 0.25mm: 5062-3508 0.32mm: 5062-3506	<ul style="list-style-type: none"> • NO USAR férrulas de grafito en la interfase del MSD! • NO sobre –apretar las tuercas! • USAR Férrula de GRAFITO en MMI!

Mantenimiento Preventivo - MSD

	Frecuencia	Part #	¿Qué hacer?
Autotune	Semanal		Conservar alguno periódicamente
PFTBA	Semestral	05971-60571	Rellenar si necesario. NO rebosar.
Mechanical Pump Oil	Semanalmente: chequear el nivel y la apariencia. Semestral: Cambiar aceite y filtro.	Litro: 6040-0834 Gallon: 6040-0789 Foreline trap pellets: 9301-1104	Cambio programado
Aceita Bomba Difusora	Anualmente	6040-0809	Cambiar según necesidad
Fuente de Iones	Según necesidad		Limpiar según necesidad
Electromultiplicador	Según necesidad	05971-80103	Emplear voltaje más bajo posible
HED	Según necesidad	G1099-80001	Cambiar según necesidad
Vent plug O-ring	Según necesidad	0905-1217	Cambiar según necesidad
Filamentos	Según necesidad	G3170-60050	Usar "Solvent Delay" para alargar su vida

Agenda

- ✓ Por donde empezar
- ✓ Usar la información que proporciona el equipo
- ✓ Prevenir
- ✓ **Cuidados del inyector**
- ✓ Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases
- ✓ Mantenimientos básicos en Gases masas
- ✓ Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD
- ✓ Problemas comunes del Detector
- ✓ Problemas con las Bombas de vacío

Objetivo del cromatografista:

La Obtención de Resultados Cromatográficos Robustos.

¿Cómo?

Tener un buen método cromatográfico

Realizar un Mantenimiento adecuado

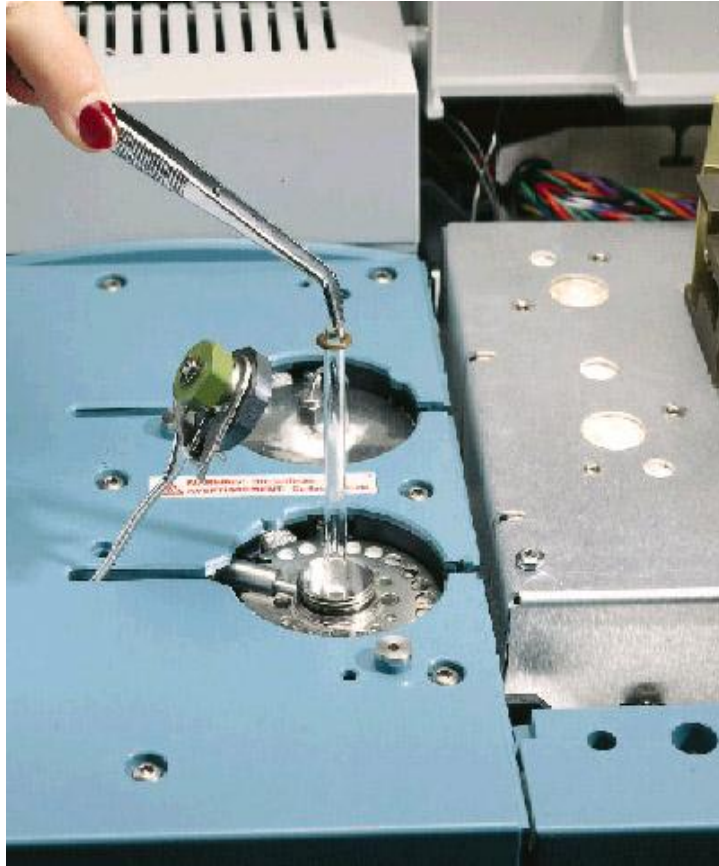
Tener un Excelente cromatógrafo



Cromatografía Robusta



Optimización del inyector

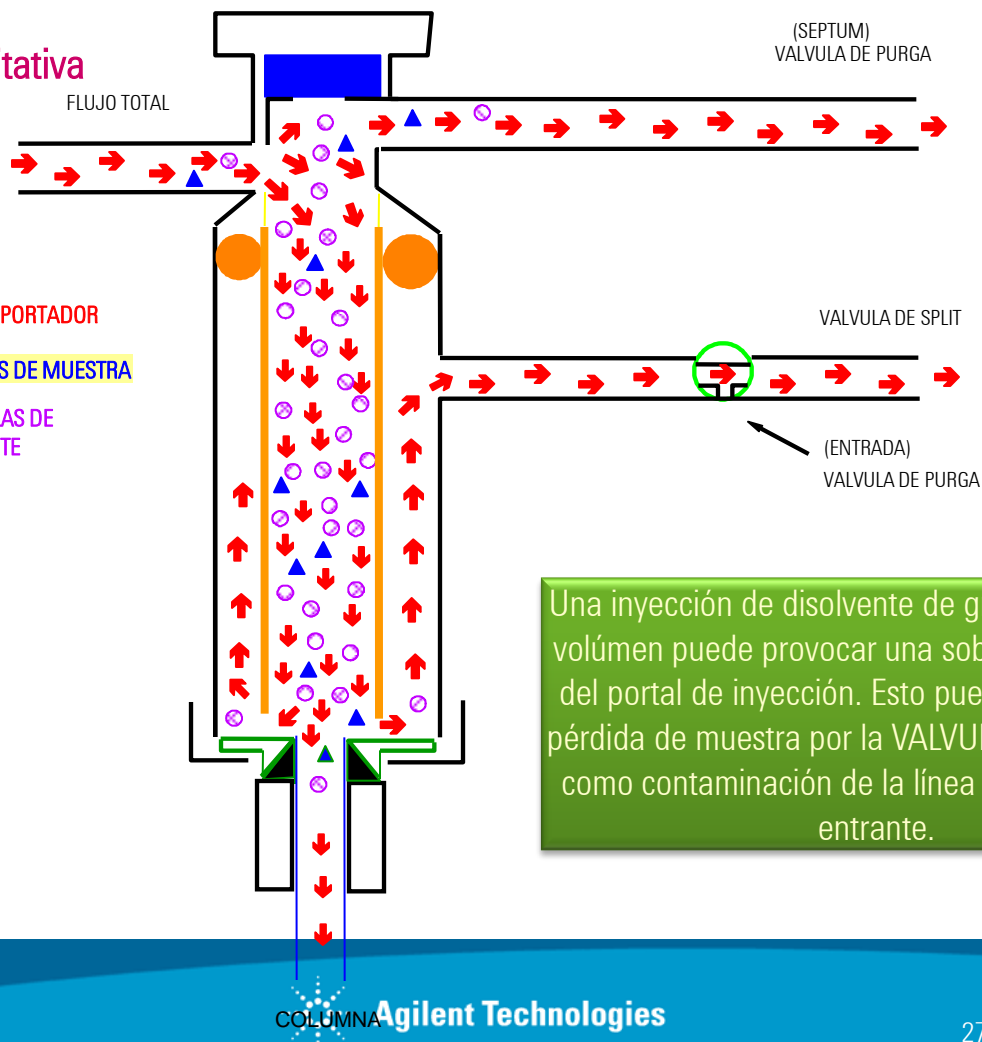


- El inyector es la fuente de muchos problemas de un sistema GC o GC-MS
- Requiere optimización
- Usar programa *FlowCalc*

Diagrama de flujo en modo "split": Problema de Sobrecarga del *liner*

Si la muestra vaporizada no cabe en el "*liner*"

- 1. Pérdida de repetibilidad cuantitativa
- 2. Contaminación (carryover).



- = GAS PORTADOR
- ▼ = MOLECULAS DE MUESTRA
- = MOLECULAS DE DISOLVENTE

Evitar la
sobrecarga del
inyector

Una inyección de disolvente de gran expansión de volumen puede provocar una sobrecarga del *liner* del portal de inyección. Esto puede resultar en la pérdida de muestra por la VALVULA DE PURGA así como contaminación de la línea de gas portador entrante.

Tabla de los Volúmenes de Vaporización de los Disolventes más utilizados

Los volúmenes de vapor son valores aproximados del volumen que ocupa 1 µl del disolvente con el inyector a 1bar de presión y 250°C:

Disolvente (1µl)	Volumen de Vapor (µl)
Isooctano	131
Hexano	165
Ciclohexano	200
Tolueno	203
Acetato de Etilo	221
Cloroformo	268
Isopropanol	284
Acetona	294
Cloruro de Metileno	337
Acetonitrilo	413
Metanol	535
Agua	1198

Cálculo aproximado del volumen de vapor para otras condiciones de Presión y Temperatura:

$$V_{P,T,Y} = Y_{Vol.Iny} V_{(1bar, 250^{\circ}C, 1\mu l)} \left[\frac{2}{(1+P_{bars})} \right] \left[\frac{(273+T_{oC})}{523} \right]$$

 La muestra vaporizada NO debe ocupar más del 80% del volumen del liner

"Inlet Liners"

Utilizar un tipo de "liner" adecuado a las condiciones de trabajo

Diagnósticos Típicos por "Mala Instalación Columna":



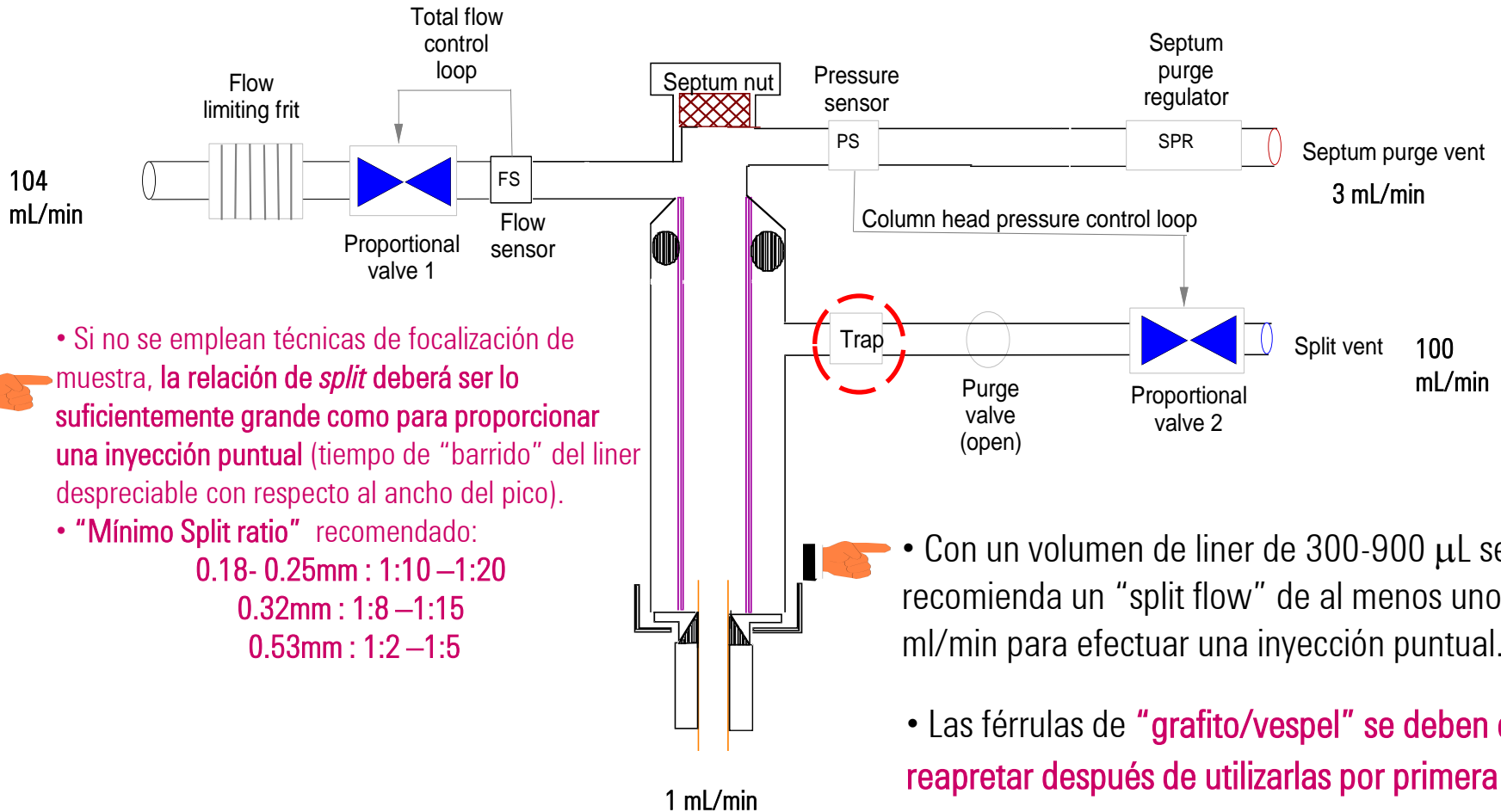
- Columna **mal instalada en inyector**: dará problemas con picos no retenidos o del principio del cromatograma.
- Columna **mal instalada en detector**: suelen dar más bien problemas los picos del final del cromatograma.

Inlet Liners

Description	Liner Volume		Unit	
	(μ L)	1/pk	5/pk	25/pk
Split/Splitless Inlet Liners				
Liner, general purpose split/splitless, glass wool, taper, deactivated	870	5183-4711		
			5183-4712	
				5183-4713
Splitless Inlet Liners				
Liner, splitless, single-taper, no glass wool, deactivated	900	5181-3316		
			5183-4695	5183-4696
Liner, splitless, single-taper, glass wool, deactivated	900	5062-3587		
			5183-4693	5183-4694
Liner, splitless, double-taper, no glass wool, deactivated	800	5181-3315		
			5183-4705	5183-4706
Split Inlet Liners				
Liner, split, low press. drop, glass wool, taper, deactivated	870	5183-4647		
			5183-4701	5183-4702
Split Inlet Liner Liner, split, glass wool, non-deactivated	990	51-60540		
			5183-4691	5183-4692
Split Inlet Liners for Manual Injection				
Liner, split, with cup, no glass wool	800	18740-80190		
			5183-4699	5183-4700
Liner, split, with cup, glass wool, and packing (not recommended for use with electronic pressure control [EPC]), for manual injection	800	18740-80840		
			5183-4697	5183-4698
Direct Inlet Liners				
Liner, direct, 2 mm id, deactivated	250	5181-8818		
			5183-4703	5183-4704
Liner, direct, 2 mm id, non-deactivated, quartz	250	18740-80220		
			5183-4707	5183-4708
Liner, direct, 1.5 mm id, non-deactivated (use for gas samples, headspace, or purge and trap applications)	140	18740-80200		
			5183-4709	5183-4710
Liner, straight, splitless 4.0 mm id	990	210-3003		
			210-3003-5	



Modo de Inyección "SPLIT" (con división)



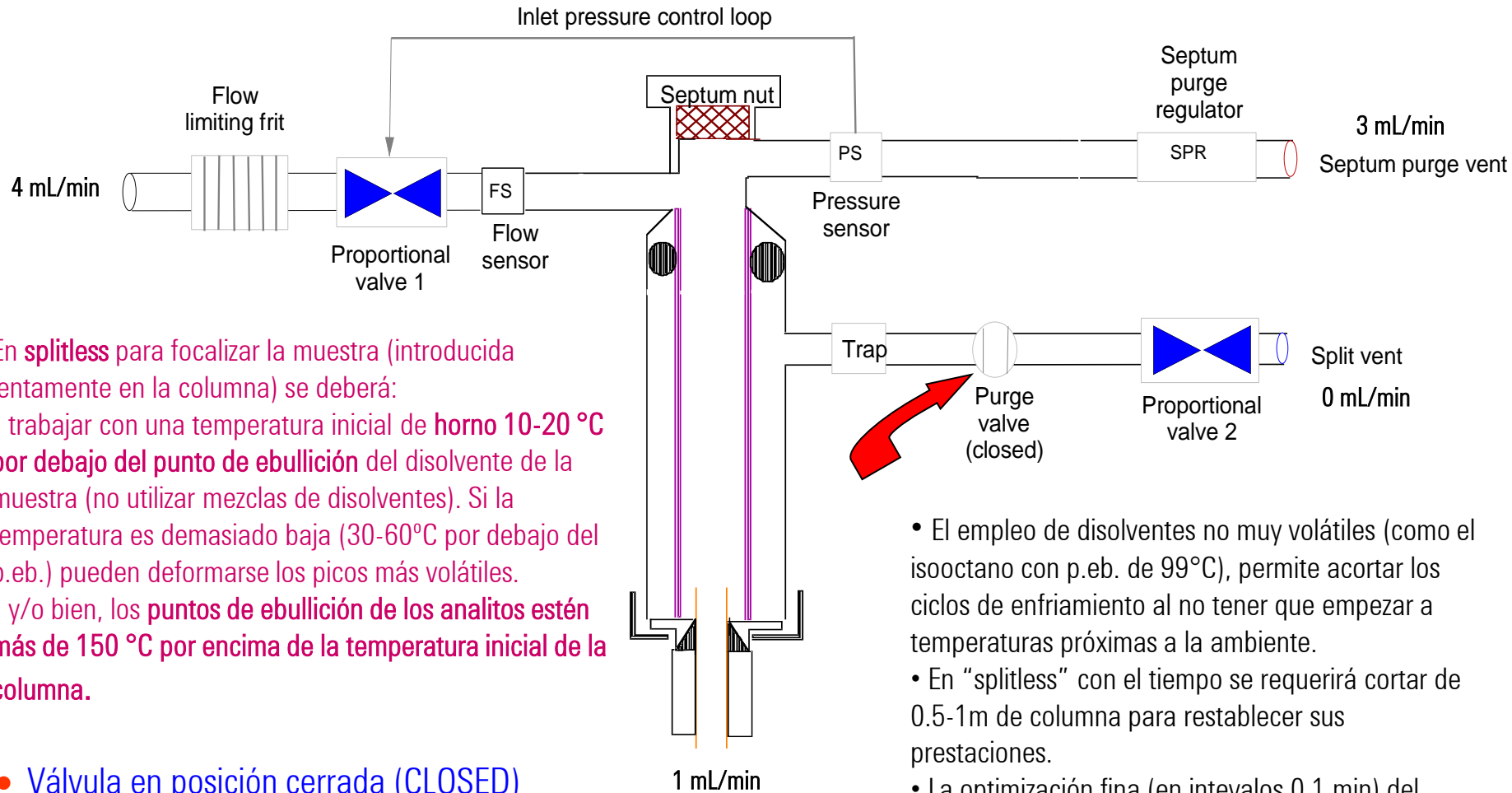
- Si no se emplean técnicas de focalización de muestra, la relación de *split* deberá ser lo suficientemente grande como para proporcionar una inyección puntual (tiempo de "barrido" del liner despreciable con respecto al ancho del pico).

- "Mínimo Split ratio" recomendado:
 - 0.18- 0.25mm : 1:10 –1:20
 - 0.32mm : 1:8 –1:15
 - 0.53mm : 1:2 –1:5

- Con un volumen de liner de 300-900 μ L se recomienda un "split flow" de al menos unos 20 ml/min para efectuar una inyección puntual.

- Las férulas de "grafito/vespel" se deben de reapretar después de utilizarlas por primera vez (las de grafito sólo no lo requieren)

Modo de Inyección "SPLITLESS" (sin división)



En **splitless** para focalizar la muestra (introducida lentamente en la columna) se deberá:

- trabajar con una temperatura inicial de **horno 10-20 °C por debajo del punto de ebullición** del disolvente de la muestra (no utilizar mezclas de disolventes). Si la temperatura es demasiado baja (30-60°C por debajo del p.eb.) pueden deformarse los picos más volátiles.
- y/o bien, los **puntos de ebullición de los analitos estén más de 150 °C por encima de la temperatura inicial de la columna.**

- **Válvula en posición cerrada (CLOSED)**
- **Todo el flujo, excepto el de la purga de septum, va a la columna**

- El empleo de disolventes no muy volátiles (como el isoocetano con p.eb. de 99°C), permite acortar los ciclos de enfriamiento al no tener que empezar a temperaturas próximas a la ambiente.
- En "splitless" con el tiempo se requerirá cortar de 0.5-1m de columna para restablecer sus prestaciones.
- La optimización fina (en intervalos 0.1 min) del tiempo de inicio de la purga puede permitir reducir el tamaño del pico del disolvente

¿Cómo Aumentar el Volumen de Inyección?

Ventajas de la **Programación de Pulsos de Presión** durante la Inyección

Mejorar límites detección (poder inyectar volúmenes mayores)

$$V = nRT / P \quad (1 \text{ ul hexano a } 250^{\circ}\text{C y } 1 \text{ atm ocupa } 329 \mu\text{l})$$

Volumen splitless liner clásico: 250 ul / tapered/split: 800-900 ul.

Volúmenes iny. máx. splitless liner clásico: 1 ul / tapered/split: 2 ul.

1 ul hexano a 250°C y 5 atm ocupa 66 ul=> poder inyectar con EPC p.e. hasta 5ul

Transferencia más rápida de muestra de inyector a columna

Posibilidad de mejorar la resolución cromatográfica.

Disminución de la degradación térmica

Incrementa la vida media del liner

Disminución de la discriminación

Reduce la posibilidad de pérdida de volátiles por la purga de septum.

Facilita la transferencia a la columna de los compuestos más pesados.

Reducir la necesidad de empleo de la técnica splitless

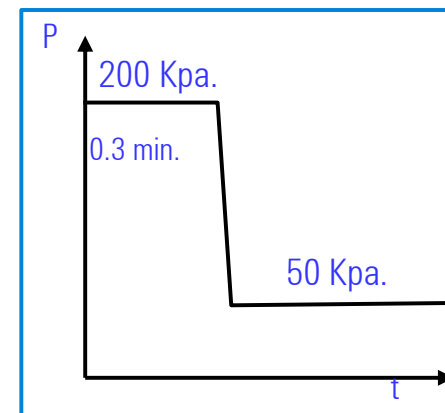
Al poder trabajar con relaciones de split mucho más pequeñas

f. col.= 0.5 split vent = 10 ==> relación split 1:20

f. col.= 2.5 split vent = 8 ==> relación split 1:3

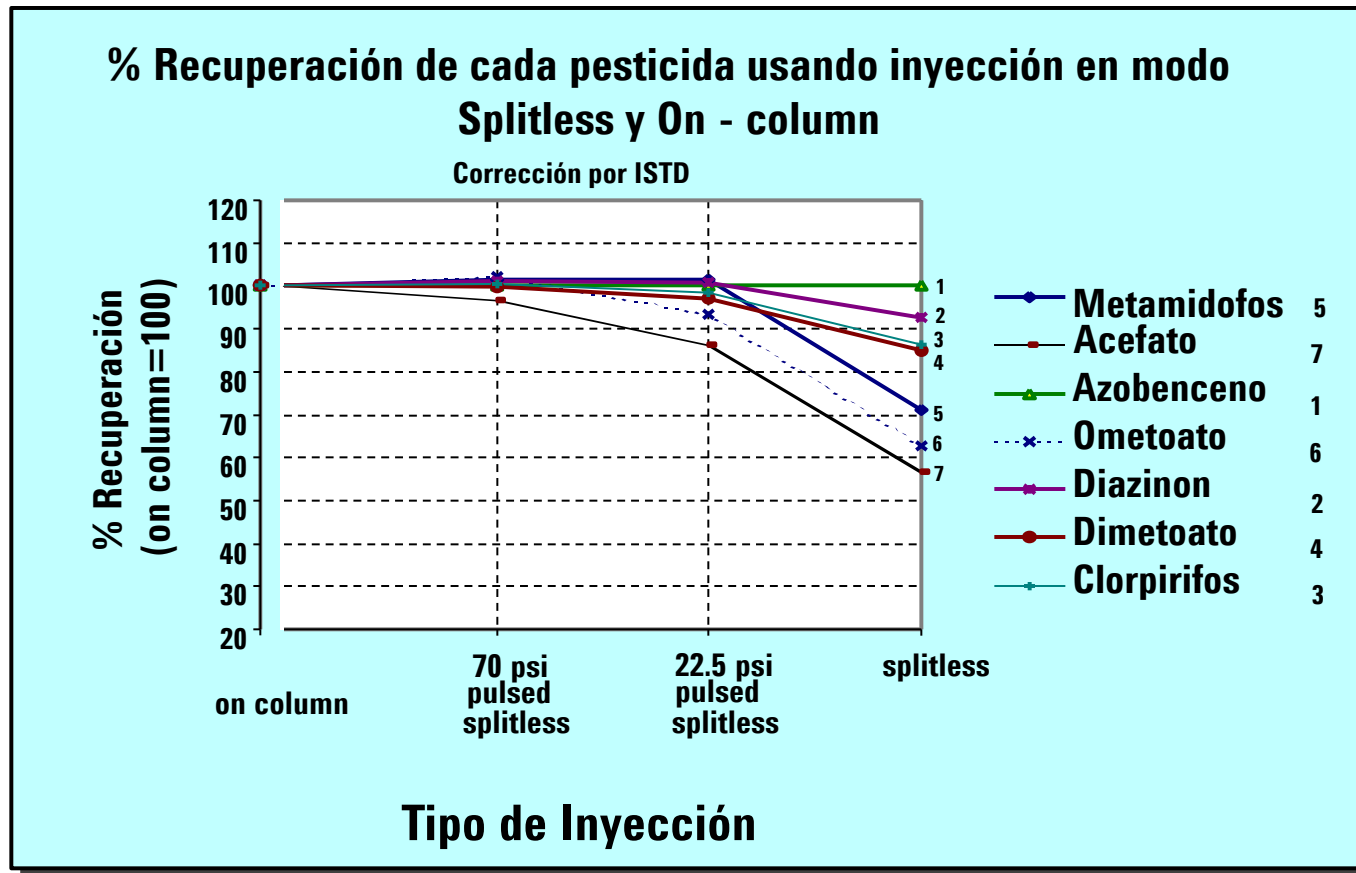
} Se inyecta 6 veces más

Poder "ensuciar" menos el "liner" inyectando volúmenes más pequeños.



Beneficios de la Inyección en modo

Splitless con Pulso de Presión

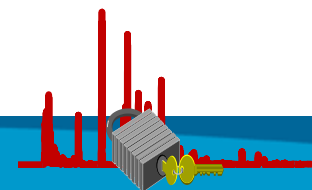


Reproducibilidad en los Tiempos de Retención:

Retention Time Locking, RTL

La posibilidad de **reproducir de manera muy precisa los tiempos** de retención de un sistema Agilent 6850, 6890 o 7890 **a otros cromatografos Agilent 6850, 6890 o 7890 con el mismo tipo y dimensiones de columna** e incluso con distintos detectores o inyectores.

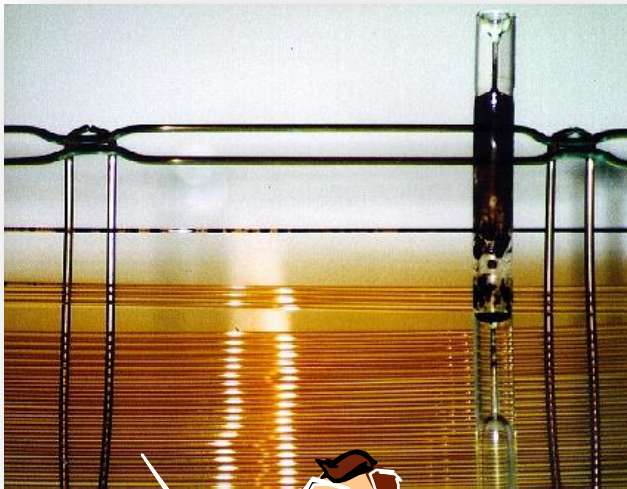
- Con la misma configuración de instrumento las desviaciones entre distintos GC's serán de tan sólo unas pocas centésimas de minuto.
- Permite **utilizar bases de datos de tiempos de retención**: se dispone de bases de pesticidas (567-HP5ms), PCB's (209-HP5ms), organo-estánicos (15--HP5ms), aromas (409-HP5ms), toxicológica (277-DB-17MS.), ácidos grasos (37-DB-Wax y DB-23), VOC's ,....., y propias.
- Facilita muy considerablemente la operación con muestras complejas:
 - Mantenimiento de programaciones en el tiempo (condiciones de Integración / tablas calibración / SIM con MSD)
 - **Envejecimiento / Recortes de columna.**



Agenda

- ✓ Por donde empezar
- ✓ Usar la información que proporciona el equipo
- ✓ Prevenir
- ✓ Cuidados del inyector
- ✓ **Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases**
- ✓ Mantenimientos básicos en Gases masas
- ✓ Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD
- ✓ Problemas comunes del Detector
- ✓ Problemas con las Bombas de vacío

Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases



0...

"No es lo que tu columna pueda hacer por tí, sino lo que **tu puedas hacer por tu columna**"

Mantenimiento Básico de la Columna GC

Acondicionar la columna antes de usarla

Cortar cuando se requiera (p.e. por colas en picos) un trozo de cabeza de columna (p.e. 50cm). Típico en “splitless”. ¡Uso de RTL!

Los cortes en los extremos de la columna deben ser adecuados

Limpiar térmicamente o con disolvente cuando se requiera

Corte de la Columna

Cortar con cuidado el recubrimiento de poliimida.

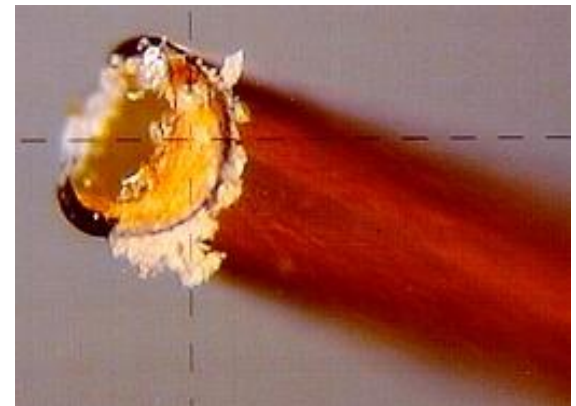
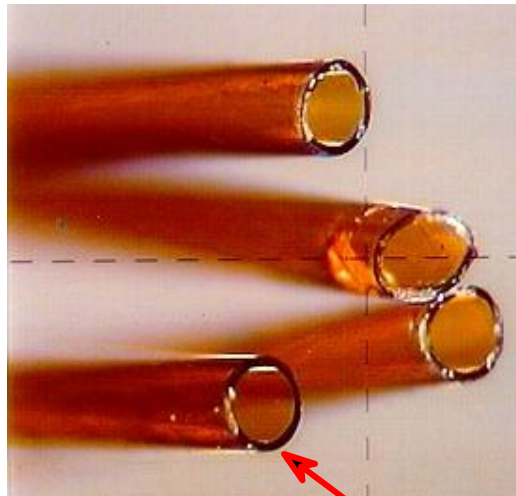
No intentar cortar el vidrio.

Herramientas recomendadas:

- Lápiz con punta de diamante o de carburo, herramienta de zafiro para cortes o cortador cerámico
- Protección ocular

No usar:

Tijeras, lima, etc.



Bien cortada

Instalación columna capilar

Férrulas Interface largas

0.20mm: **5062-3508**

0.25mm: **5062-3508**

0.32mm: **5062-3506**

Férrulas Inyector cortas

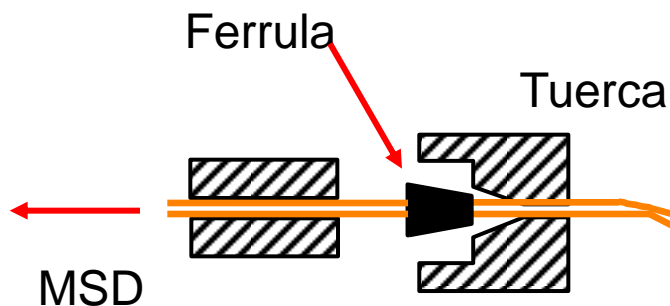
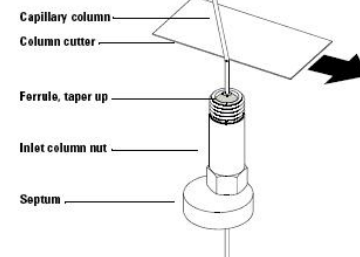
0.20mm: **5062-3516**

0.25mm: **5181-3323**

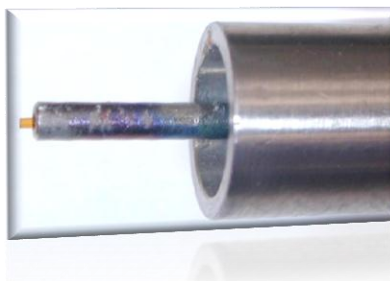
0.32mm: **5062-3514**



Inyector 5 mm



La columna debe sobresalir 1 mm



Comprobación de Fugas y de la Instalación de la Columna:

Detector

Compuesto (para columnas apolares)

FID

Metano o Butano

ECD

CH₂Cl₂ (headspace o disuelto*)

NPD

CH₃CN (headspace o disuelto*)

TCD

Aire

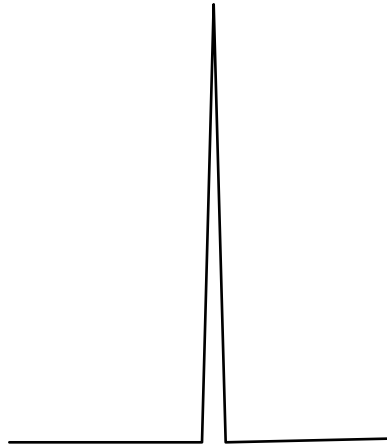
MS

Aire o Butano

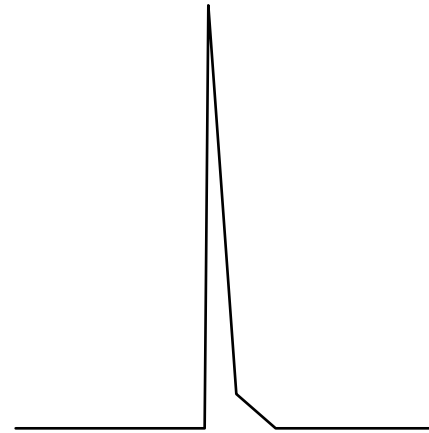
El pico debe ser estrecho y simétrico
(sino se inyecta un exceso)



Formas de Picos No Retenidos



Buena Instalación



Instalación no apropiada
o fuga en el inyector

Comprobar:

Fuga en el inyector o en el septum

Una relación de split demasiado baja

Problemas en el liner (roto, fugas, mal colocado)

Posición de la columna en el inyector y en el detector

Acondicionado Diario de la Columna

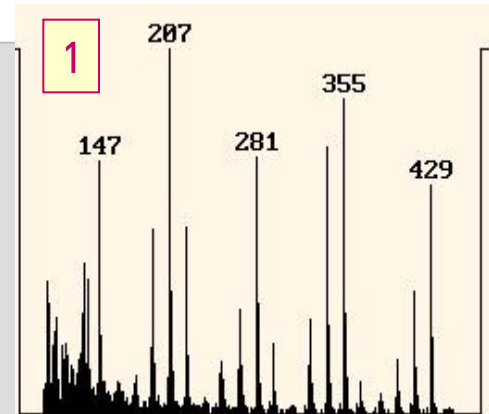
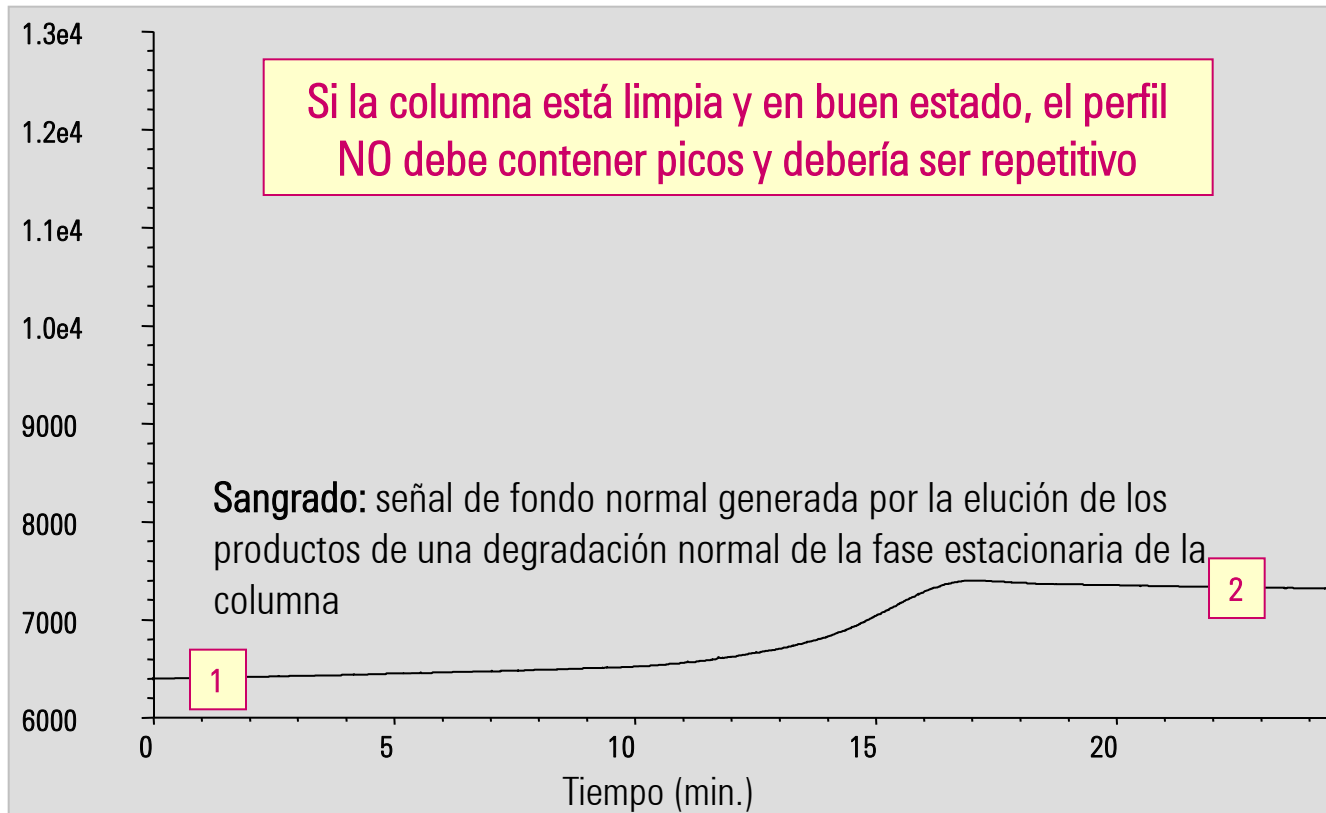
Las impurezas del gas portador se preconcentran en la columna cuando ésta se mantiene a "bajas" temperaturas durante periodos de inactividad

- 1.- Si el cromatógrafo estaba parado: para eliminar el oxígeno de su interior, dejar durante 10-20 minutos la columna a temperatura ambiente con el gas portador abierto y asegurarse que éste fluye a través de la columna.
- 2.- Abrir gases del detector y empezar a calentar inyector y detector.
- 3.- Incrementar la temperatura de la columna hasta 20-25 °C por encima de la temperatura máxima de trabajo (sin llegar a superar la temperatura máxima de la columna) y mantenerla durante 15-30 min.

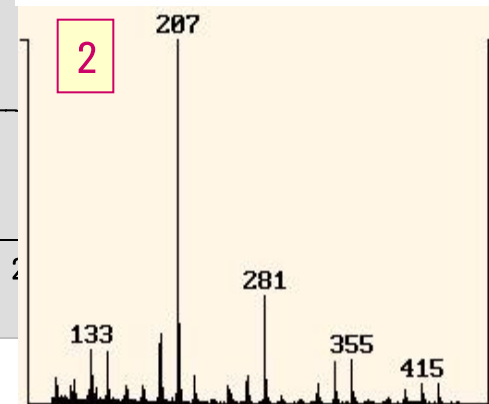
Después de largos períodos de inactividad de la columna o si ésta no está limpia convendrá aumentar considerablemente el tiempo de acondicionado.

Perfil Típico de Sangrado de la Columna

Hacer un programa de temperaturas a la columna sin inyectar*



Típico sangrado GC/MS de columnas apolares



*DB-1 30m x .32mm I.D., .25 μ m

Programa de Temperatura // 40°C, esperar 1 min // 20°/min a 320°C, esperar 10 min.

Causas Comunes de la Degradación del Rendimiento de una Columna

- **Deterioro del recubrimiento de poliamida**
- **Daño térmico**
- **Oxidación (deterioro por O₂)**
- **Daño químico debido a muestras**
- **Contaminación**

Daño Térmico

Daño Térmico: Degradación rápida de la fase estacionaria debido a **temperaturas excesivamente elevadas**

¿Cómo evitarlo?: no superar límites de temperatura

- Límite **isotérmico** = se puede aplicar un **tiempo indefinido**
- Límite para **programación** de temperaturas = **máx. 5-10 min. /mta**

¿Cómo intentar solucionarlo?

- Desconectar la columna del detector
- “Acondicionar” durante toda la noche en el límite isotérmico
- **Cortar 10-15 cm del final** de la columna

Daño debido al Oxígeno

Daño por Oxidación: el **oxígeno** en el gas portador **degrada rápidamente la fase estacionaria**. El daño se acelera a temperaturas elevadas.

¿Se puede solucionar?:

- **Daño rápido** a la columna .
- Normalmente se trata de un **daño irreversible** a la columna.

¿Cómo prevenirlo?:

- Gas portador de elevada calidad (99.999 mínimo).
- Trampas para impurezas de gases adecuadas.
- Inyector, septum y líneas libres de fugas.
- Purgar la línea si ha entrado aire (p.e. durante cambio botellas)
- Mantenimiento de la instalación y de los reguladores de gas.

Daño Químico debido a las muestras

Las columnas ligadas y entrecruzadas tienen una **resistencia química excelente** excepto para ácidos y bases inorgánicas:



Los no volátiles afectarán mayoritariamente al "liner"

El daño químico se hace evidente mediante un **sangrado excesivo**, **pérdida** de su capacidad **inerte** o **pérdida de resolución/retención**

¿Cómo intentar solucionarlo?

- Cortar **1/2 - 1 metro del inicio** de la columna
- Los casos severos es posible que requieran un corte de hasta 5 metros

Contaminación de la Columna

¡Todas las muestras contienen residuos!

Síntomas de Contaminación:

- Colas en los picos
- Pérdida de separación (resolución)
- Cambios en la retención
- Reducción del tamaño y ensanchamiento del pico
- Distorsiones en la línea de base

¿Cómo solucionar la contaminación por Semivolátiles?:

- Efectuar una limpieza del inyector, "liner", ...
- Limpiar térmicamente la columna.



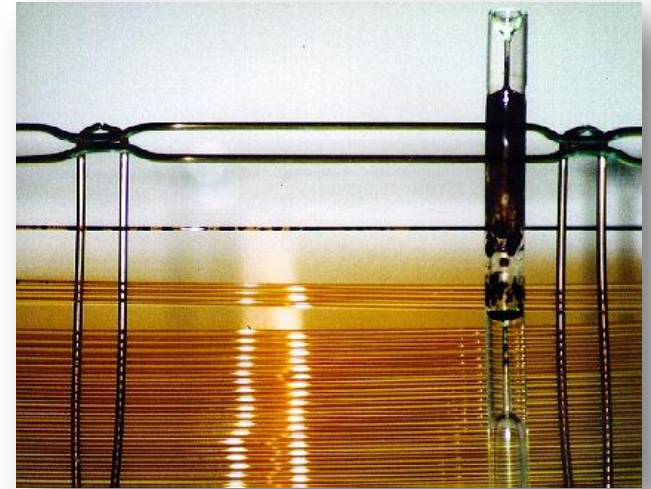
Contaminación por NO-Volátiles

• ¿Cómo intentar evitarla?

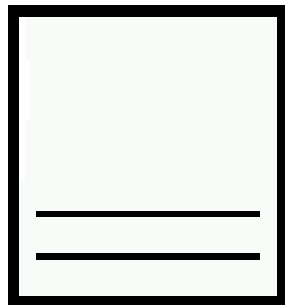
- Utilizar “liners” con lana de vidrio silanizada.
- Cambiar frecuentemente el “liner”

• ¿Cómo intentar solucionarla?

- No acondicionar la columna
- Efectuar mantenimiento:
 - limpiar o cambiar el liner del liner del inyector
 - limpiar el inyector
 - cortar 1/2 -1 metros de cabeza de columna
- Dar la vuelta a la columna
- Lavar la columna con disolvente
- Último recurso: cortar la columna en dos y evaluar la parte final de la columna.



Troubleshooting Chromatograms 1



No hay picos

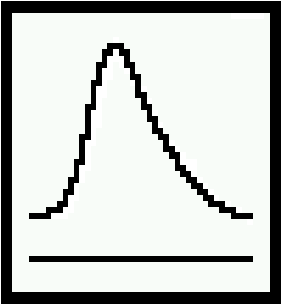
Pasa autotune

- Concentración de muestra inadecuada
- No hay analitos presentes
- Jeringa mal instalada, dañada o no instalada en el inyector automático
- Inyección realizada accidentalmente en split mode en lugar de splitless mode
- Sin muestra o poca muestra en el vial
- Inyector muy sucio
- Inyector con fugas
- Columna desonectada de inyector/rota

No pasa autotune

- No hay muestra de calibración (PFTBA)
- Presión muy alta en el sistema de vacío

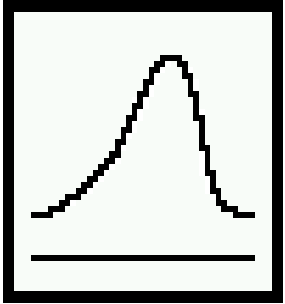
Troubleshooting Chromatograms 2



Picos con colas

- Puntos activos en el camino que recorre la muestra (sample path)
- Volumen de inyección muy grande
- Temperatura del inyector incorrecta
- Flujo de columna inadecuado
- Temperatura de la interfase GC/MSD muy baja
- Temperatura de la fuente iones demasiada baja

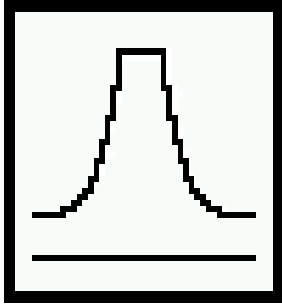
Troubleshooting Chromatograms 3



Picos frontales

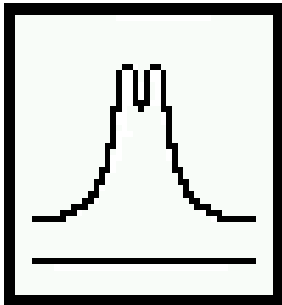
- Espesor de película de la columna inadecuado a la concentración de los analitos (column overload)
- Temperatura inicial de la columna demasiado baja
- Puntos activos (Active sites in the sample path)
- Volumen de inyección muy elevado
- Presión GC inlet demasiado elevada
- Insuficiente flujo de columna

Troubleshooting Chromatograms 4



Picos saturados

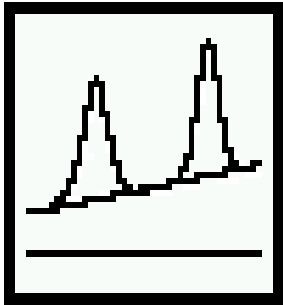
- Insuficiente *solvent delay*
- Incorrecta escala
- Inyección demasiado grande
- Voltaje del multiplicador demasiado elevado



Picos dobles

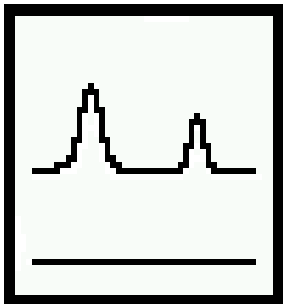
- Mala técnica de inyección
- Inyección demasiado grande
- Inyección lenta

Troubleshooting Chromatograms 5



- Sangrado-Column bleed
- Contaminación diversa

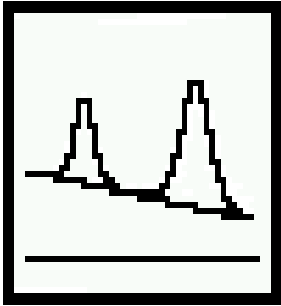
Linea de base con deriva



- Sangrado-Column bleed
- Contaminación diversa
- Voltaje del multiplicador demasiado elevado

Linea de base alta

Troubleshooting Chromatograms 6



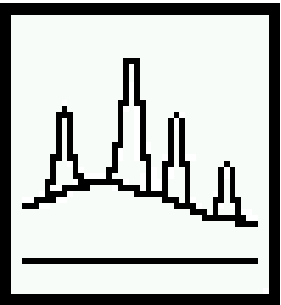
Linea de base con deriva negativa (drift)

Indicativo de que la contaminación está desapareciendo.

Esperar hasta que se estabilice.

Causas:

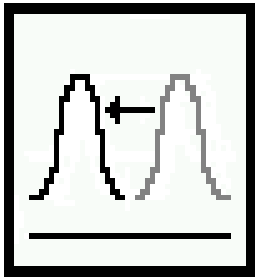
- Agua y aire residual (hace poco que el equipo se ha encendido después de un venting)
- Column bleed
- Septum bleed
- Tiempo de inyección Splitless demasiado largo (el inyector no se ha purgado con gas adecuadamente, transfiriéndose demasiado disolvente a la columna)



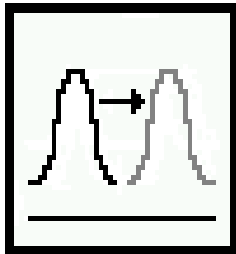
Linea de base oscilante (Baseline wander)

- Presión baja (Insufficient carrier gas supply pressure)
- No funciona el control de presión o flujo adecuadamente
- Fuga intermitente en el inyector

Troubleshooting Chromatograms 7



Los tiempos de retención de todos los picos se adelantan



Los tiempos de retención de todos los picos se atrasan

- La columna se ha cortado
- Cambio en la temperatura inicial del horno (aumento)
- La columna ha envejecido
- Mal funcionamiento del horno
- Mal funcionamiento del control de presión
- Obstrucción en la línea de split/liner sucio

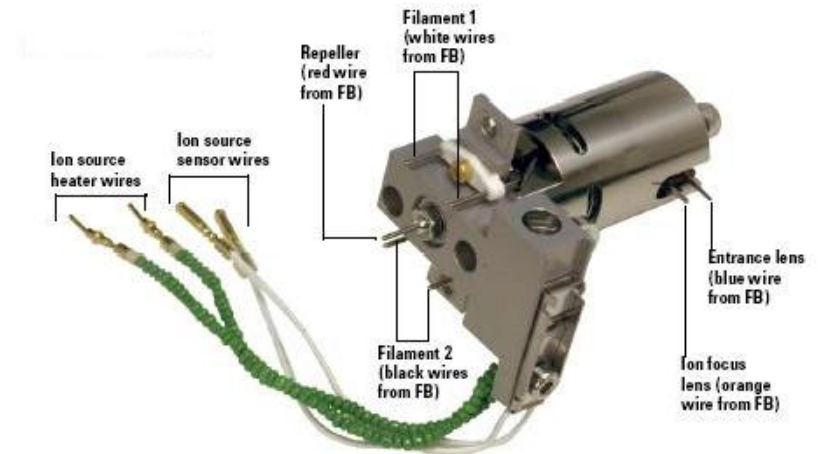
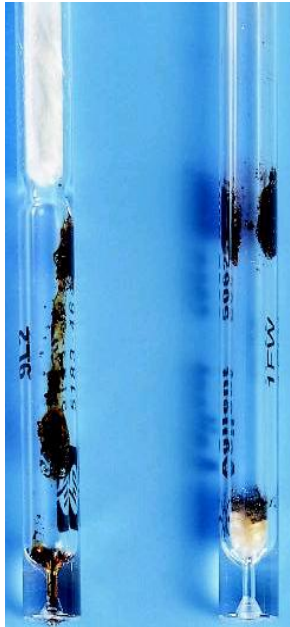
- El flujo ha cambiado (disminución)
- Cambio en la temperatura inicial del horno (disminución)
- Puntos activos en el sistema
- Fugas en el inyector

Agenda

- ✓ Por donde empezar
- ✓ Usar la información que proporciona el equipo
- ✓ Prevenir
- ✓ Cuidados del inyector
- ✓ Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases
- ✓ **Mantenimientos básicos en Gases masas**
- ✓ Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD
- ✓ Problemas comunes del Detector
- ✓ Problemas con las Bombas de vacío

Mantenimiento Básico en GC/MS.

Problemas habituales



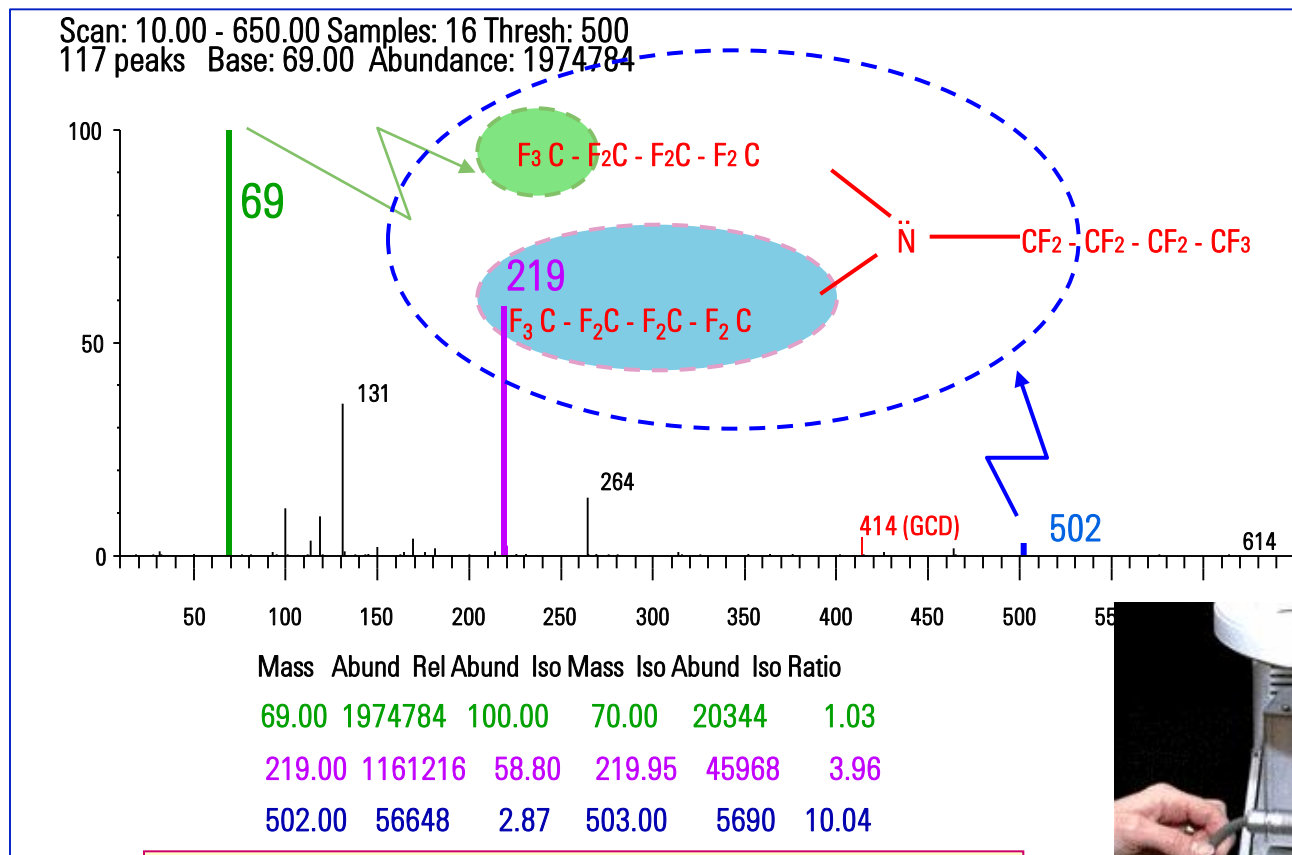
Consejos generales:

- En la medida de lo posible, deberíamos conocer los niveles de concentración de los analitos que queremos analizar y siempre inyectar la menor cantidad posible. Si no es posible y disponemos de un sistema GC-FID, analizarlo previamente en éste.
- Evitar columnas de diámetro ancho
- Evitar columnas de gran espesor de película.
- Usar patrones para evaluar el sistema
- Realizar tareas de mantenimiento preventivo para minimizar los posibles problemas.
- Mantener un registro (logbook)

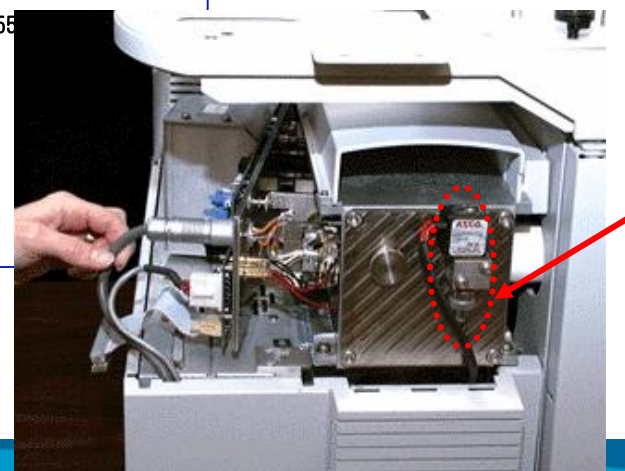


Sintonizado (Tuning) MS con PFTBA

Espectro Perfluorotributilamina (PFTBA: C₁₂F₂₇N PM:671)

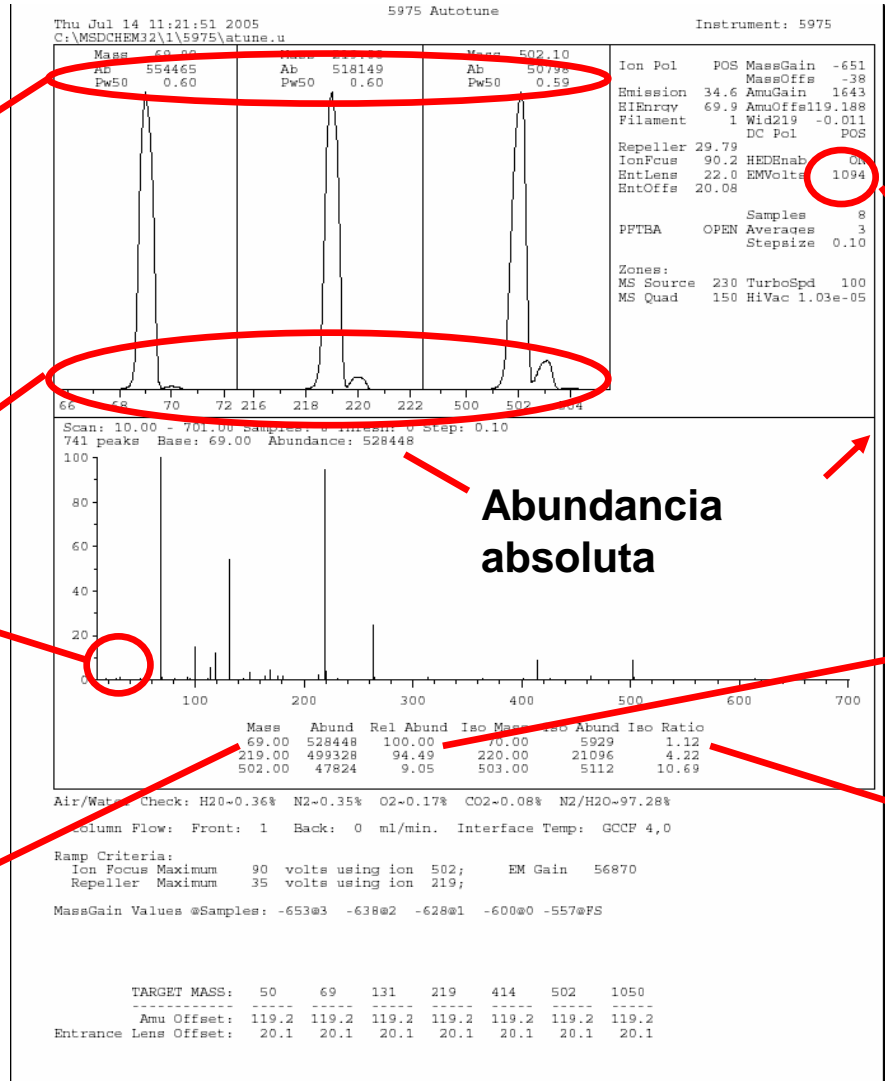


Vial/Electroválvula para introducción vapores de solución de sintonizado: PFBTA



Periódicamente (y al poner en marcha) se deberá efectuar un sintonizado del MSD.

Autotune Report



Anchura de pico 0.6 +/- 0.1

Picos simétricos sin ruido

Aire y contaminante s bajos 10%

Eje de masas correcto +/-0.2

Abundancia absoluta

Tensión de EM 1000-3000 v

Abundancias relativas mayor 30% y 3%

isotope ratios

Tune Evaluation

```
System Verification - Tune (Detector Optimization) Portion

Instrument Name           : Instrument #1
DC Polarity              : Negative
Filament                 : 1
BasePeak should be 69 or 219
Position of mass 69      : 69.00      Ok
Position of mass 219     : 218.90     Ok
Position of mass 502     : 501.99     Ok
Position of isotope mass 70 : 69.97      Ok
Position of isotope mass 220 : 219.96     Ok
Position of isotope mass 503 : 471.69     Low
Ratio of mass 70 to mass 69(0.5 - 1.6%) : 51.07      High
Ratio of mass 220 to mass 219(3.2 - 5.4%) : 54.95      High
Ratio of mass 503 to mass 502(7.9 - 12.3%) : 88.69      High
Possible causes include: Dirty ion source
Ratio of 219 to 69 should be > 40% and is : 93.64      Ok
Ratio of 502 to 69 should be > 2.4% and is : 53.41      Ok

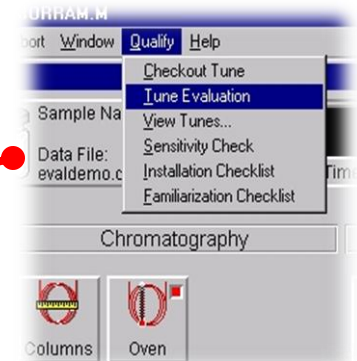
Mass 69 Precursor (<= 3%) : 53.69      High
Mass 219 Precursor (<= 6%) : 55.40      High
Mass 502 Precursor (<= 12%) : 93.75      High
Contact your Agilent Technologies Customer Engineer

Testing for a leak in the system
Ratio of 18 to 69 (<20%) : 47.41      High
Ratio of 28 to 69 (<10%) : 51.30      High
Wait 24 hours and rerun system verification.
If problem persists, check for an air leak
or for a contaminated gas supply.

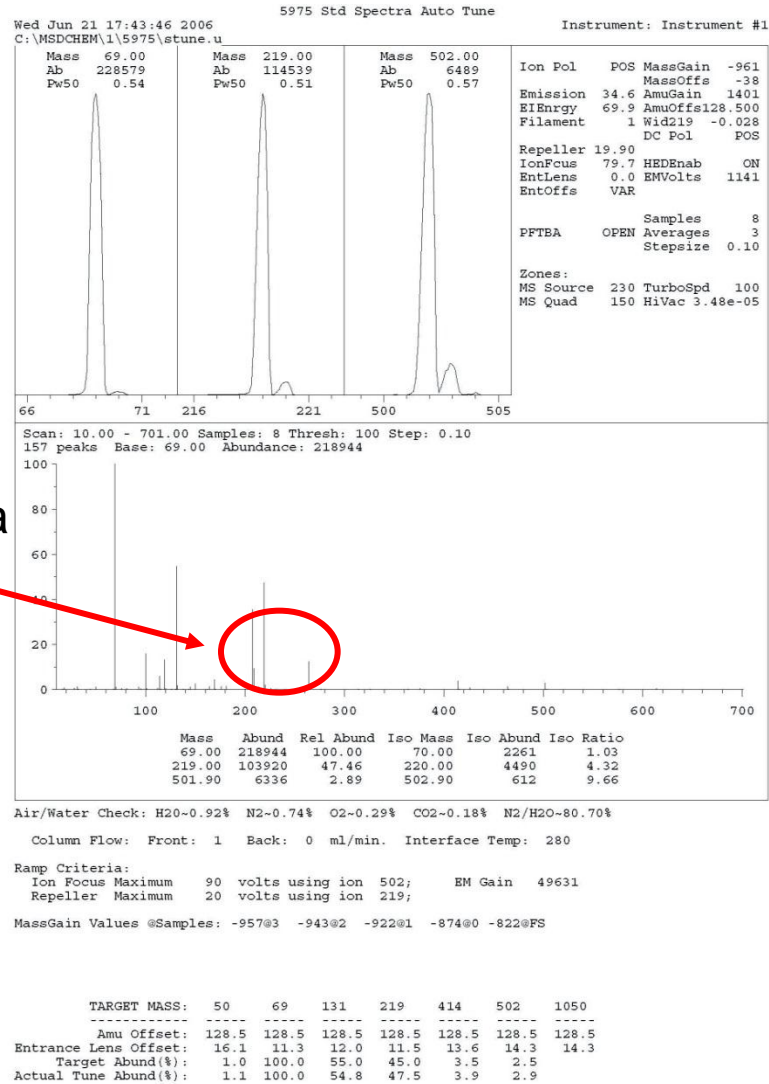
Electron Multiplier Voltage : 1624      Ok

One or more specifications was out of range.
Please correct before continuing.

Failure of one or more tests may be caused by
selecting the wrong DC Polarity.
Please verify that the correct DC Polarity has been set
by removing the detector cover and checking the label
at the top of the RID.
```

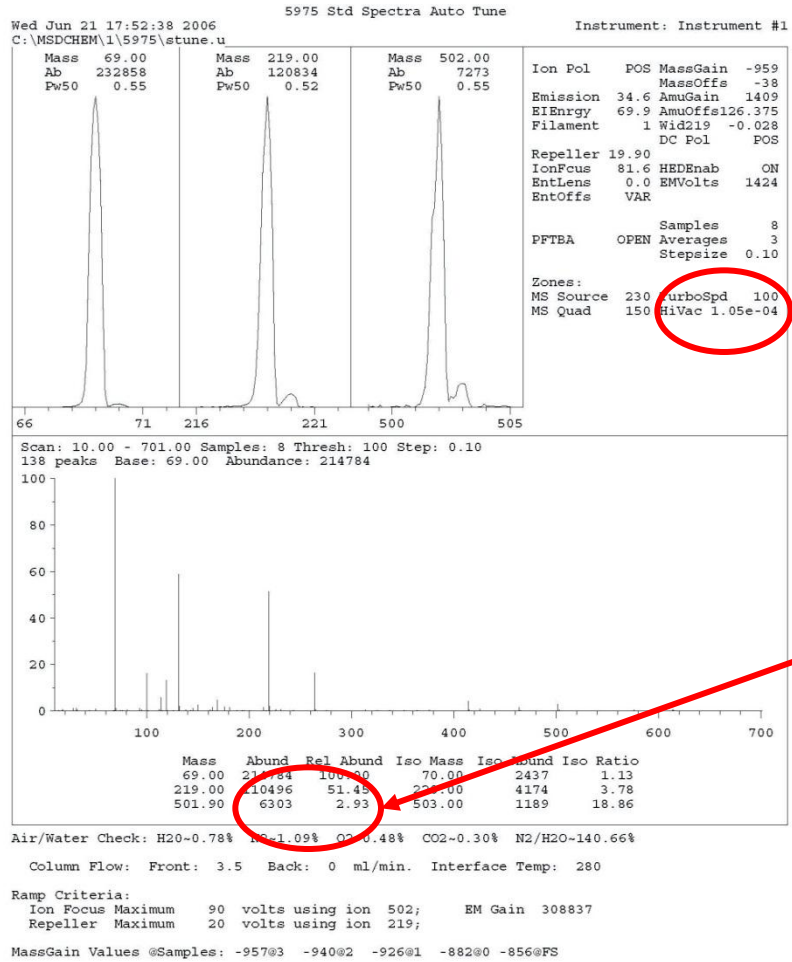


Problema Ejemplo 1



Iones 207, 281
 Sangrado de columna

Problema Ejemplo 2



Mal vacío

Masa 502 Baja

Mucho flujo de columna

Bombas de vacío funcionando mal

TARGET MASS:	50	69	131	219	414	502	1050
Amu Offset:	126.4	126.4	126.4	126.4	126.4	126.4	126.4
Entrance Lens Offset:	19.6	13.3	14.1	14.1	14.3	15.1	15.1
Target Abund(%):	1.0	100.0	55.0	45.0	3.5	2.5	
Actual Tune Abund(%):	0.9	100.0	58.8	51.4	4.3	2.9	

Problemas comunes en GC/MS

<u>Problema</u>	<u>Causa Probable</u>
Baja sensibilidad	GC conditions/problems Nivel de ruido alto Problemas de vacío Tuning
Contaminación	Muestra Carrier gas GC MS
Problemas de vacío	Fugas de aire Flujo de columna Bombas
Usuario	Impaciente No entrenado



Recordar el uso de la sección del manual de resolución de problemas

Troubleshooting: Baja sensibilidad y contaminación

Baja sensibilidad

- *GC: Septum, liner, gold seal*, temperatura de la columna, parámetros de split/splitless, jeringa, etc.
- *MS: Revisar tune reports*, parámetros de *data acquisition* (*tune file, EM voltage*), vacío.

Contaminación

- Conexión y estado de Inyector/columna- *¡puntos activos!*
- *Septum/column bleed*
- Disolventes de limpieza
- Huellas dactilares (¡guantes!)

- Determinar la fuente de contaminación por el espectro
- Verifique el lugar de la contaminación aislando el MS del GC

Troubleshooting: Problemas de Vacío

¿Cómo se mide el vacío? ¿Qué vacío es normal?

- Mediante un tubo de vacío y un medidor. La presión debe estar en el rango bajo de 10^{-5} torr. **Debemos conocer el vacío de nuestro sistema en condiciones standard.**

Con qué eficiencia funciona el sistema de vacío?

- Velocidad de eliminación PFTBA después de un *tune*

Fugas

- Examinar Standard Spectra Tune report (masa $28 < 10\%$, por lo menos...)
- Localizar posibles fugas a través de Manual Tune/Repeat Profile con algún gas como:
 - Argón - masa 40
 - CO_2 - masa 44

Troubleshooting: Pérdida de sensibilidad y/o contaminación. ¿Cómo identificar un fuente sucia?

Mala reproducibilidad

El equipo no sintoniza con Standard Spectra Tune (STUNE.U): **STUNE es el tune de control de calidad de nuestro espectrómetro de masas**

STUNE.U presenta:

- *Low high-mass abundance (502)*
- *Improper isotope ratios ($M + 1$)*
- *High background*
- *High EM voltage*

¿Cuánto tiempo hace que no se ha limpiado la fuente?

¿Cuántas muestras hemos analizado?

Procedimiento de Limpieza de la Fuente de Iones



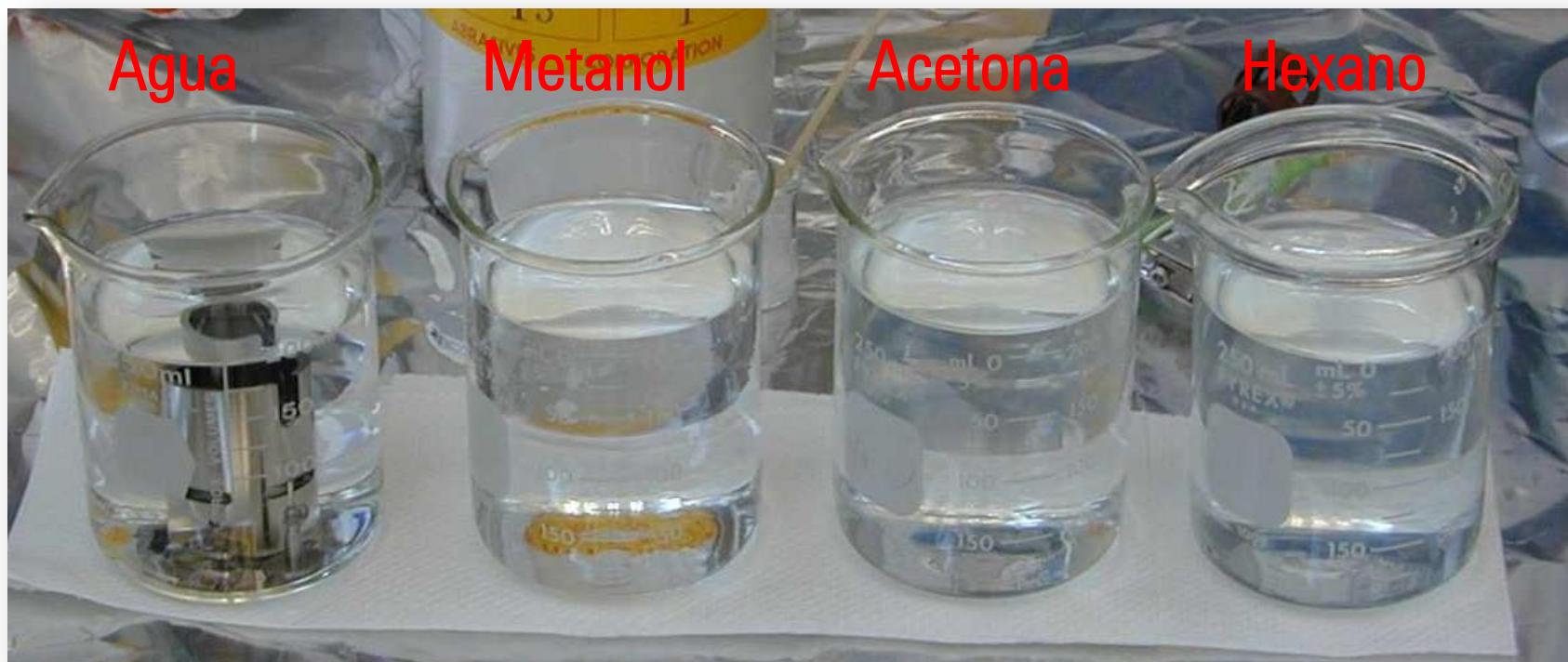
- 1.- Hacer una pasta "*slurry*" de "*MicroGrit*" con agua
- 2.- Usando los bastoncillos suministrados con el MS, aplicar la pasta y pulir cada parte hasta eliminar de su superficie todo resto de material y coloración (este tratamiento no rayará la superficie metálica).
- 3.- Lavar minuciosa!!! y repetidamente!!! con AGUA

¡USAR LOS VIDEOS DE MANTENIMIENTO!

Limpieza de la Fuente de Iones



Limpieza de la Fuente de Iones



Sonicar
5 min



Sonicar
5 min



Sonicar
5 min



Sonicar
5 min

Elimina sales

Elimina compuestos polares

Elimina compuestos apolares

Los disolventes deben estar muy limpios! Especialmente el hexano !!

IONES de ruido/contaminación comunes

Masas	Calsificación General de Compuestos	Potential Compound Source
18,28,32,40,44	Agua, Aire, Argón, Dióxido de Carbono	Fuga del sistema
31	Metanol	Disolventes de lavado
91,92	Tolueno, Xileno	Disolventes de lavado
105,106	Xileno	Disolventes de lavado
43,58	Acetona	Disolventes de lavado
151,153	Tricloroetano	Disolventes de lavado
69	PFTBA o Aceite de la Bomba Previa	Fuga válvula calibrante o sello de la bomba
73,147, 207 ,221, 281,295,355,429	Dimetilpolisiloxano	Septum o Fase estacionaria
77,94,115,141, 168,170,262,354,446	Aceite de la Bomba Difusora	Aceite de la Bomba Difusora
Masses 14 amu apart	Hidrocarburos	Marcas de dedos o aceite de la bomba
149	Phthalates	Plásticos de tubos, viales, capsulas, muestras

Agenda

- ✓ Por donde empezar
- ✓ Usar la información que proporciona el equipo
- ✓ Prevenir
- ✓ Cuidados del inyector
- ✓ Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases
- ✓ Mantenimientos básicos en Gases masas
- ✓ **Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD**
- ✓ Problemas comunes del Detector
- ✓ Problemas con las Bombas de vacío

Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD

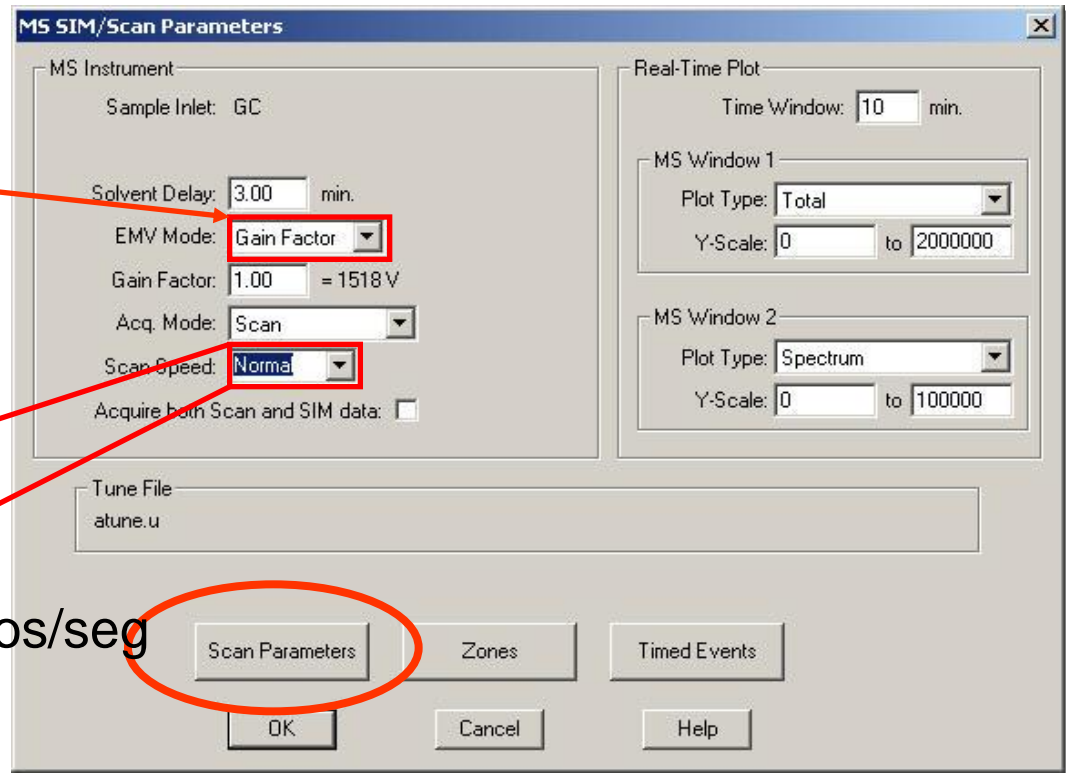
- **Solvent delay** no es correcto (se gasta el EM, se ensucia la fuente y se funden los filamentos).
- El Dwell time(SIM) o Samples(Scan) son muy altos y por lo tanto **Cycles/seg o Scan/seg muy bajos** (menos de 1) y no se muestrea bien el pico que típicamente eluye en 3 segundos.
- El Dwell time (SIM) es muy alto y no se necesita porque el pico es concentrado (ISTD) lo que estropea rápidamente el multiplicador EM. **Activar EM saver**
- El **threshold** es muy bajo. Muchos iones en espectro no significativos. Ficheros de datos muy grandes. Búsqueda en Biblioteca lenta
- La tensión del multiplicador es alta (se gasta antes sin obtener beneficio) y no se obtiene mas sensibilidad porque la señal y el ruido han subido proporcionalmente

MS Scan Mode

Gain Factor es el modo recomendado

Genera resultados mas reproducibles entre máquinas distintas y después de hacer autotune

Ojo a los scan/seg ciclos/seg



MS Scan Parameters (threshold & sampling rates)

The dialog box 'Edit Scan Parameters' has three tabs: 'Scanning Mass Range', 'Threshold and Sampling Rates', and 'Plotting'. The 'Threshold and Sampling Rates' tab is active. It contains three rows for 'Scan Group 1', 'Scan Group 2', and 'Scan Group 3'. Each row has two input fields: 'Threshold (counts)' and 'Sampling Rate (2^n)'. For Scan Group 1, the threshold is 150 and the sampling rate is 2. Below this is a 'Summary of Settings' table.

Group	Start Time	Low Mass	High Mass	Threshold	Samples	Scans/Sec	Plc
1	3.00	50.00	550.00	150	2	2.94	

Below the table, a note states: 'This value, in the 2^n form, represents the number of samples taken at each mass value... valid values are 0 - 7.' At the bottom right are 'Close' and 'Help' buttons.

Atención

MS SIM Mode (parameters)

1

Group 1 Resolution: Low High

Start Time: 3.00 Cycles/Sec = 8.33

Add/Modify Ion

m/z Dwell (msec)

74.10 100 Plot this Ion

m/z	Dwell	Plot
74.10	100	YES

Delete Ion(s)

Group	Start Time	# of Ions
1	3.00	1

Add New Group Delete Group(s)

Directions

To edit a Group, just select it from the above list box. To add a Group, press "Add New Group", then start editing the fields on the left. To delete a Group(s), pick a single or multiple selection from the list above, then press "Delete Group(s)".

Close Help

The dwell represents the amount of time to spend sampling a specific ion... valid range is 1 - 9999 msec.

Atención

Dwell time alto con muestras concentradas estropea multiplicador. (usar EM saver)

Ciclos/seg debe ser adecuado a la anchura de los picos (3 seg) le influye el Dwell time y el número de iones

Dwell time alto 100msec. mas sensibilidad

Agenda

- ✓ Por donde empezar
- ✓ Usar la información que proporciona el equipo
- ✓ Prevenir
- ✓ Cuidados del inyector
- ✓ Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases
- ✓ Mantenimientos básicos en Gases masas
- ✓ Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD
- ✓ **Problemas comunes del Detector**
- ✓ Problemas con las Bombas de vacío

Problemas comunes en el detector EM

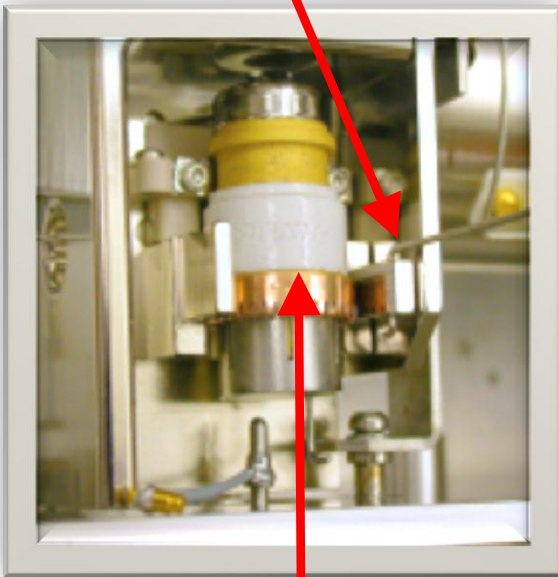
- ✓ EM gastado
- ✓ Mal instalado
- ✓ Backstream
- ✓ HED sucio
- ✓ Ruido en todas la masas



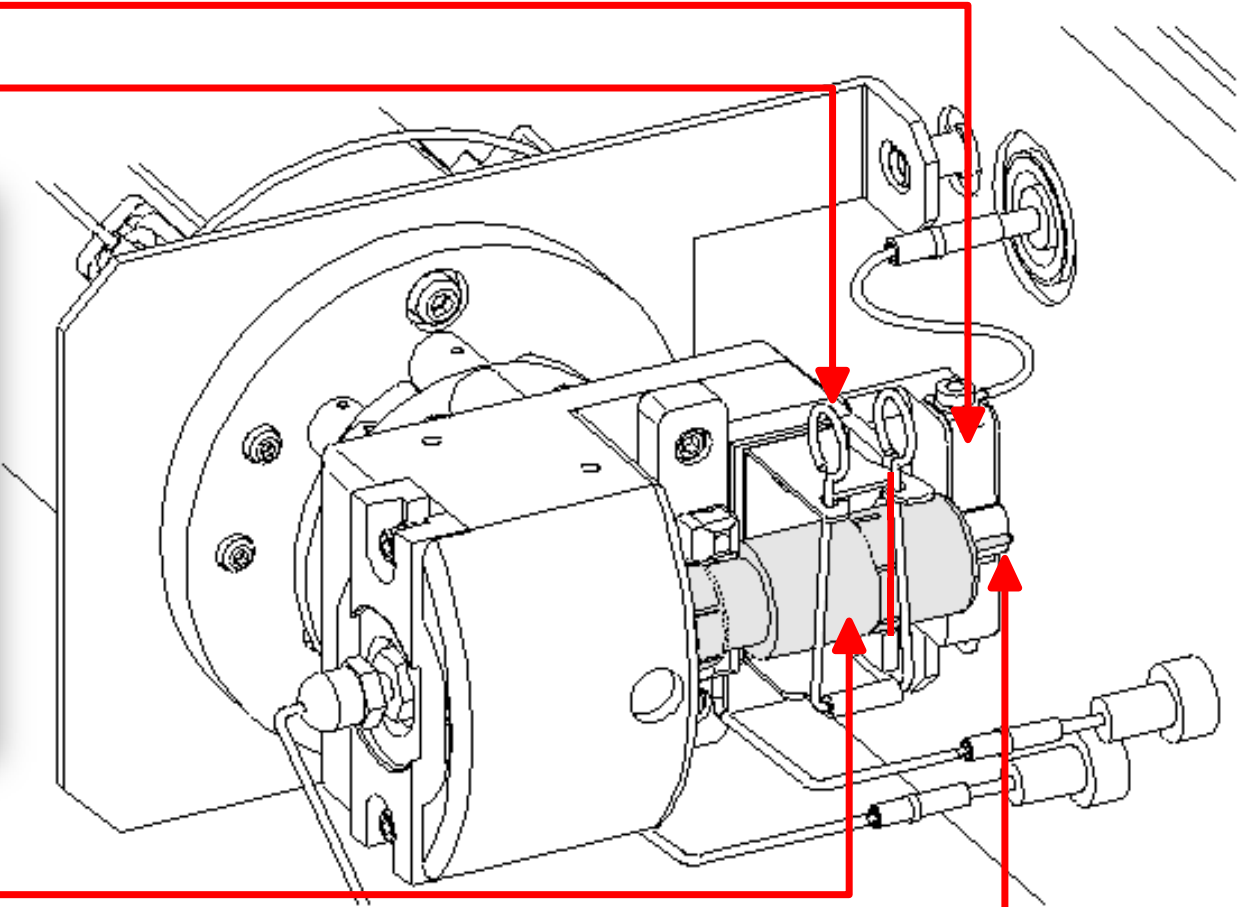
Cambiar el electromultiplicador

Contact strip

Retaining clip

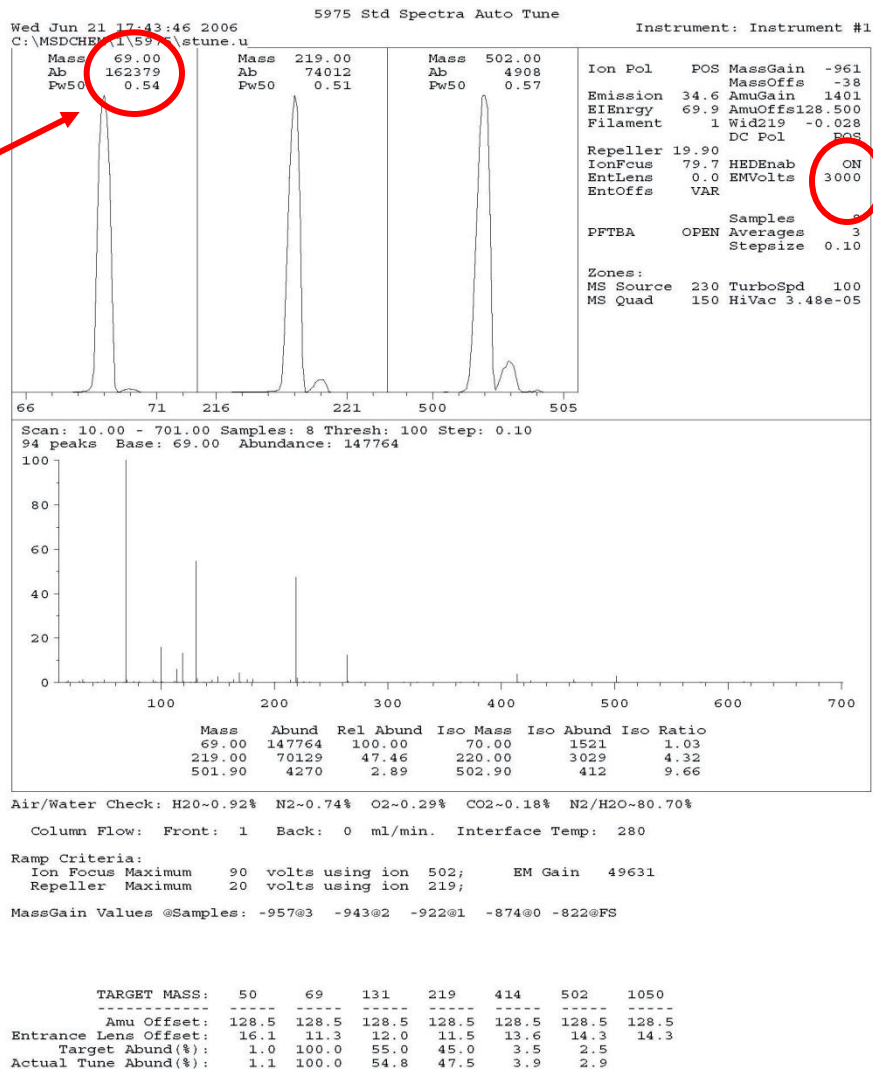


EM



EM signal pin !!!por fuera!!!

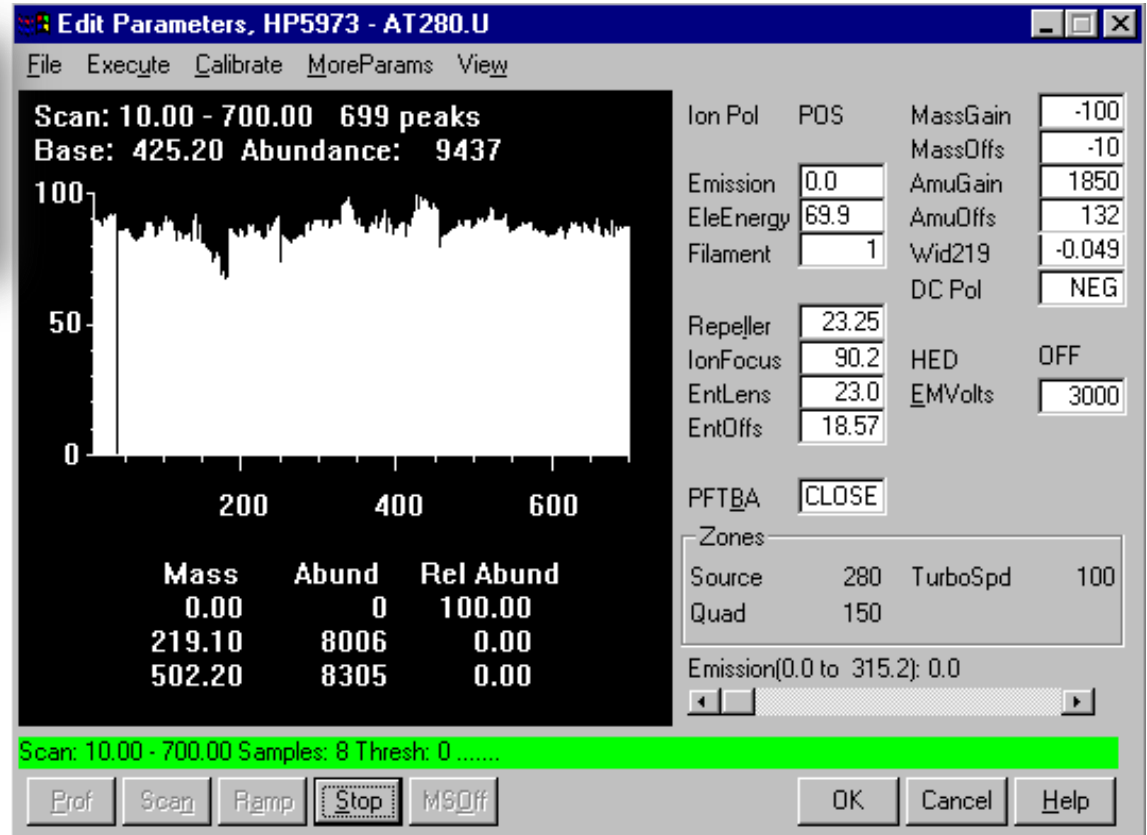
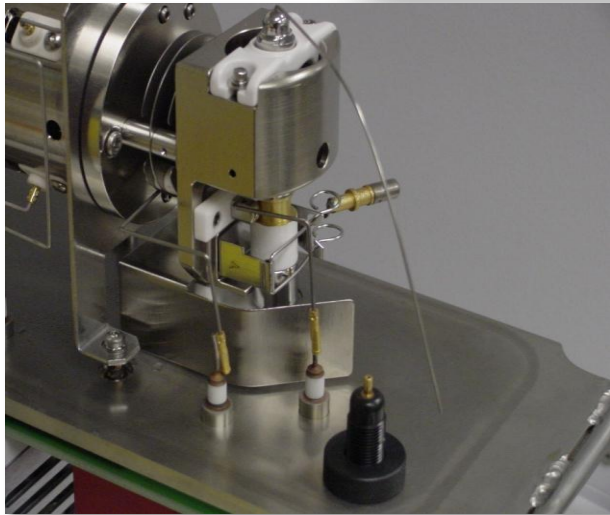
Detector agotado



Abundancia baja después de limpiar fuente y descartar otros problemas

EM Voltage 3000

HED Ruido



- Soplar con gas a presión en la zona del detector
- Limpiar Hed con disolvente y bastoncillos

Agenda

- ✓ Por donde empezar
- ✓ Usar la información que proporciona el equipo
- ✓ Prevenir
- ✓ Cuidados del inyector
- ✓ Instalación, Cuidado y Mantenimiento de Columnas Capilares para Cromatografía de Gases
- ✓ Mantenimientos básicos en Gases masas
- ✓ Errores comunes en los parámetros de adquisición MSD
- ✓ Problemas comunes del Detector
- ✓ **Problemas con las Bombas de vacío**

Bomba Previa

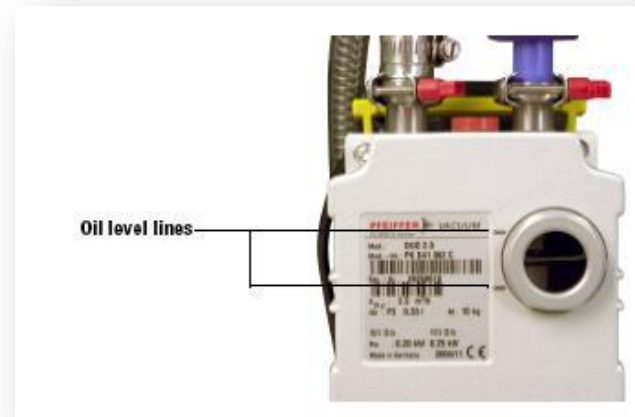
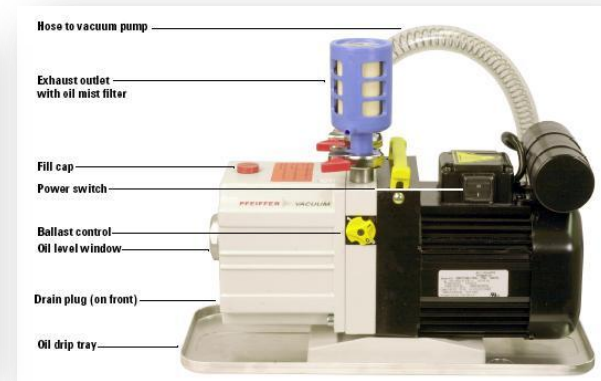
Problemas típicos

- No arranca
- Anti-suck-back no operativo (cámara del cuádruplo con gotitas de aceite)
- Poco/demasiado aceite
- Fuga aceite
- No se hace Gas-Ballast

Bomba seca

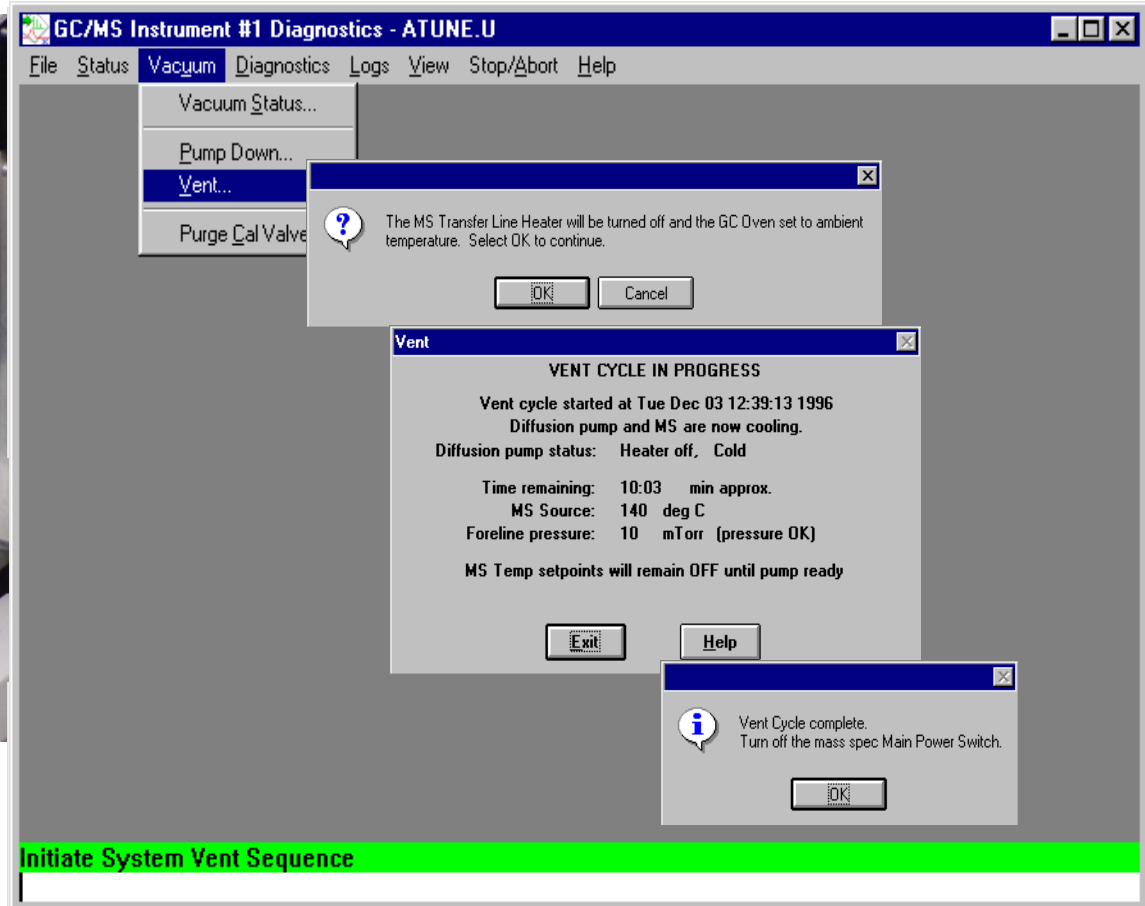
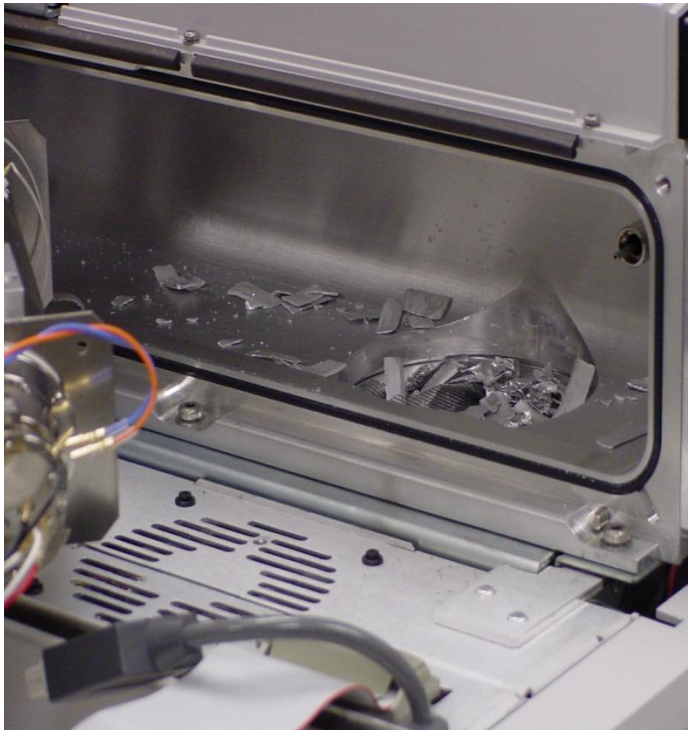


Bomba aceite



Vent

Usar siempre el procedimiento de venteo antes de intentar abrir el MSD!
Asegurarse que : Bomba difusora esta fría / Bomba turbo parada



The screenshot displays the 'GC/MS Instrument #1 Diagnostics - ATUNE.U' software window. The 'Vent...' option is selected in the 'Vacuum' menu. Three dialog boxes are shown:

- A warning dialog: "The MS Transfer Line Heater will be turned off and the GC Oven set to ambient temperature. Select OK to continue." with 'OK' and 'Cancel' buttons.
- A 'Vent' status dialog titled 'VENT CYCLE IN PROGRESS' with the following text:
Vent cycle started at Tue Dec 03 12:39:13 1996
Diffusion pump and MS are now cooling.
Diffusion pump status: Heater off, Cold
Time remaining: 10:03 min approx.
MS Source: 140 deg C
Foreline pressure: 10 mTorr (pressure OK)
MS Temp setpoints will remain OFF until pump ready
Buttons: 'Exit', 'Help'
- A completion dialog: "Vent Cycle complete. Turn off the mass spec Main Power Switch." with an 'OK' button.

Initiate System Vent Sequence

NUEVA GENERACION DE GC y GCMS

¿Como nos hace ahorrar tiempo y dinero?

- Rutinas de Mantenimiento
- Desarrollo de metodos



Respuesta

Integrated Intelligence


Integrated Intelligence ... Un GC inteligente

Integrated Intelligence	Beneficio
Calculadores de GC	Facil desarrollo de metodos
Lector de Código de Barras	Facil configuracion
Sistema de Alerta de mantenimiento temprano	Maneja todo más eficientemente
Comunicación con el Masas bidireccional	<ul style="list-style-type: none">• Ahorro de gas• Protección del masas• Mayores velocidades de venteo del masas
Buscador de Referencias	Para peticion de consumibles y piezas
Modos Sleep-Wake ... coordinado con 5977A MSD	Menos coste para el propietario

7890B Modos Sleep/Wake → Reduce Costes de Luz/Gas

Agilent 7890B Configuration: Instrument 1

Connection Configuration **Resource Conservation**

 Reduce gas and power consumption by setting gas saver and instrument schedule options

Instrument Schedule

Select a schedule that best matches how you use this instrument:

Custom

Schedule

Day	Set Wake Method	Wake Time	Set Sleep Method	Sleep Time
Sunday	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Monday	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Tuesday	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Wednesday	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Thursday	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Friday	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Saturday	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	

Wake Method: Sleep Method:

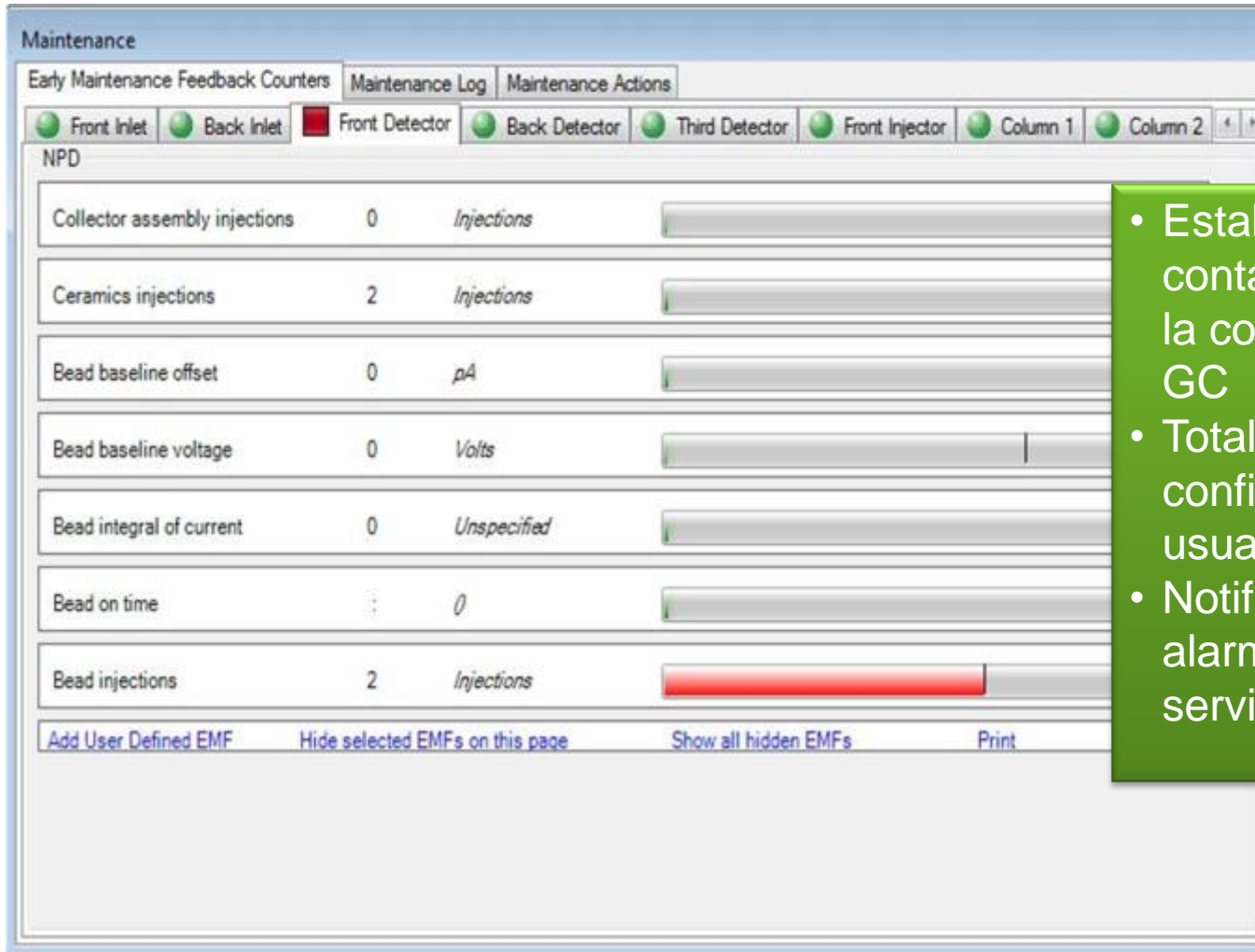
Wake to last active method before sleep

Perform a conditioning run on Wake

- Planifique las horas de arranque y apagado
- Ponga el instrumento en modo sleep de forma manual
- Incluso si el ordenador está apagado por cualquier razón

Alerta de mantenimiento temprana

Mejora la eficiencia operacional



- Establezca los contadores basado en la configuración del GC
- Totalmente configurable por el usuario
- Notificación de la alarma para realizar el servicio

Herramienta para el traslado de metodos

Completamente actualiza el metodo con AutoImport

Method Translator

	Original Method Parameters	Calculated Method Parameters
Length (m)	30.0	30.0
Inner Diameter (µm)	320	320
Film Thickness (µm)	0.25	0.25
Phase Ratio	320.0	320.0
Inlet Pressure (gauge)	101.330	101.330
Outlet Flow (mL/min)	8.33	8.33
Average Velocity (cm/s)	115.06	115.06
Outlet Pressure (abs)	101.33	101.33
Outlet Velocity (cm/s)	176.41	176.41
Holdup Time	0.43457	0.43457

Speed gain: 1.0000

Temperature Settings | Control Settings

Mode: Speed gain, Translate, Best Efficiency

Pressure Units: kPa, psi

	Original Method Parameters	Calculated Method Parameters
Outlet Pressure Setpoint	1 Atm	1 Atm
Carrier Gas	Hydrogen	Hydrogen
Split Vent Flow (mL/min)	0.000	0.000
Split Ratio (vent flow/col flow)	0.000 : 1	0.000 : 1

Major Volume Calculator

Solvent Properties: Iso-Octane
Boiling Point (°C): 99.2
Density (g/cm³): 0.692
Mol Wt. (g/mol): 114.2

Injection volume (µL): 1.00
Inlet Temperature (°C): 250
Inlet Pressure (gauge): 30.900
Injection Line: 18740-80220.2 mm id.
User Volume (µL): 250

Estimated Volume: 85 µL
% Capacity: 34%

Solvents: Add Remove Defaults
Users: Add Remove Defaults

OK Help

Agilent Parts Finder

- Rápida localización de la referencia y añade a la lista de favoritos
- Imprima la lista de partes y salvela en un fichero
- Linkelo directamente con the la tienda de Agilent.com para un rápido pedido del material.
- Actualice las partes y referencias disponibles en la web de Agilent.

The image displays three screenshots of the Agilent Parts Finder software interface. The top screenshot shows the main 'FIND PARTS' screen with categories like ALS, GC, and MS. The middle screenshot shows a detailed view of a 'Split/Splitless Inlet Parts (Top)' with a diagram of the inlet assembly and numbered callouts (1-5). The bottom screenshot shows the 'FAVORITES' section with a table of parts.

Part Number	Part Description
5108-5367	Gold Plated Inlet Seal with Washer
G1531-80620	FID Jet for high temps (0.018in id. tip)

Part Number	Part Description
G4514-07505	Vial rack kit contains: 3 racks and 3 white labels for use in 7693A

Resumen

- ✓ Contactar con Agilent para planificar el mantenimiento
- ✓ Usar la información que proporciona el equipo
- ✓ Realizar los mantenimientos recomendados
- ✓ Controlar los parámetros del GC y del Masas.
- ✓ Controlar diariamente las Fugas
- ✓ Cuidar la columna de forma rutinaria
- ✓ Chequeo de Sintonía

Análisis Químico. Soluciones para todos los mercados.

Petroquímica y
Energía



Forense y
Toxicológico



Medioambiente



Alimentación
y Agricultura

Materiales



Agilent: Soluciones globales



Soluciones Agilent a todos los mercados y a todos los niveles

Soluciones Instrumentales

Cromatografía y espectrometría de masas



Espectroscopía atómica y molecular



Soluciones de Software



Fungibles y piezas



Atención al cliente y soporte post venta



Expertos en Aplicaciones



Chemical & Energy



Food



Forensic



Environmental



Materials

Soporte post-venta y atención al cliente

Más de 70 ingenieros especializados

18 personas Especialistas De Aplicaciones

8 ingenieros para atención telefónica

Cobertura en toda la geografía española





MUCHAS GRACIAS por su atención

José Juan Rivero. Especialista de Producto

jose.rivero@agilent.com

AGILENT TECHNOLOGIES

901.11.68.90

