

MSD Agilent serie 5975

Manual de funcionamiento para MassHunter

Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2013

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

G3170-95056

Edición

Primera edición, febrero 2013

Impreso en USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95052

Garantía

El material contenido en este documento se proporciona "tal como es", y está sujeto a modificaciones, sin previo aviso, en ediciones futuras. Además, hasta el máximo permitido por la ley aplicable, Agilent rechaza cualquier garantía, expresa o implícita, en relación con este manual y con cualquier información contenida en el mismo, incluyendo, pero no limitado a, 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 estén en conflicto con estas condiciones, prevalecerán las condiciones de garantía del acuerdo independiente.

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de PRECAUCIÓN indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento operativo, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se cumplen, pueden provocar daños en el producto o la pérdida de datos importantes. No avance más allá de un aviso de PRECAUCIÓN hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de ADVERTENCIA indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento operativo, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se cumplen, pueden provocar daños personales o, incluso, la muerte. No avance más allá de un aviso de ADVERTENCIA hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

Acerca de este manual

Este manual contiene información para el funcionamiento y mantenimiento del sistema Cromatógrafo de gases/Detector selectivo de masas (GC/MSD) Agilent serie 5975.

1 "Introducción"

En el capítulo 1 se ofrece información general de los MSD serie 5975, como la descripción del hardware, advertencias de seguridad general y datos 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 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.

A "Teoría de la ionización química"

El apéndice A es una descripción general de la teoría de ionización química.

Información en línea para el usuario

Toda la documentación sobre el instrumento Agilent está ubicada en un mismo sitio, a su alcance.



El DVD Instrument Utilities que se entrega con su instrumento contiene una amplia recopilación de ayuda en línea, vídeos y libros para los GC 7890A, GC 7820A, GC 6890N, GC 6850, LTM GC/MS 5975T, ALS 7693A y ALS 7683B de Agilent.

Ofrece versiones traducidas de la información más importante, como:

- Documentación para familiarizarse con el equipo
- Guías con información reglamentaria y de seguridad
- Lista de verificación de preparación de la instalación
- Información de la instalación
- Guías de funcionamiento
- Información de mantenimiento
- Información para la resolución de problemas

Contenido

1 Introducción

Versión 5975 MSD 12

Abreviaturas utilizadas 13

El MSD serie 5975 15

Descripción del hardware del MSD CI 17

Importantes advertencias de seguridad 19

Medidas de seguridad para el hidrógeno 21

Precauciones con el GC 22

Información reglamentaria y de seguridad 26

Limpieza/Reciclado del producto 29

Vertido de líquidos 29

Transporte o almacenamiento del MSD 29

2 Instalación de columnas GC

Columnas 32

Volver a configurar una columna 6850 GC en su cesta 34

Acondicionar una columna capilar para su instalación 39

Instalar una columna capilar en un inyector split/splitless 41

Acondicionar una columna capilar 43

Instalar una columna capilar en la interfase GC/MSD 44

Agilent 7890A y 7820A, y GC 6890 44

GC 6850 46

3 Funcionamiento en modo de Impacto electrónico (EI)

Hacer funcionar el MSD desde el sistema de datos 50

Hacer funcionar el MSD desde el LCP 50
Modos de funcionamiento 50
Mensajes de estado del LCP 52
ChemStation Loading <marca de tiempo> 52
Executing <tipo>tune 52
Instrument Available <marca de tiempo> 52
Loading Method <nombre del método> 52
Loading MSD Firmware 52
Loading OS 53
<método> Terminado <marca de tiempo> 53
Method Loaded <nombre del método> 53
MS locked by <nombre del ordenador> 53
Press Sideplate 53
Run: <método> Acquiring <fichero de datos> 53
Ver el estado del sistema durante la puesta en marcha 53
Menús del LCP 54
Interfase GC/MSD EI 57
Antes de encender el MSD 59
Bombear 60
Control de las temperaturas 60
Control del flujo de columna 61
Purgar el MSD 62
Ver la temperatura del MSD y el estado de vacío 63
Configurar monitores de la temperatura del MSD y el estado de vacío 65
Ajustar las temperaturas del analizador en la ventana Instrument Control 67
Ajustar la temperatura de la interfase GC/MSD de MassHunter 69

Supervisar la presión de alto vacío 70

Calibrar la velocidad lineal del flujo de columna 72

Sintonizar el MSD en modo EI 74

Comprobar el rendimiento del sistema 76

Comprobación de alta masa (MSD de la serie 5975) 77

Extraer las cubiertas del MSD 80

Para purgar el MSD 82

Para abrir la cámara del analizador 85

Para cerrar la cámara del analizador 88

Bombear el MSD en modo EI 92

Trasladar o guardar el MSD 94

Para fijar la temperatura de la interfase del GC. 96

4 Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)

Instrucciones generales 98

Interfase GC/MSD CI 99

Funcionamiento del MSD CI 101

Cambiar de la fuente EI a la fuente CI 102

Bombear el MSD en modo CI 103

Configurar el software para el funcionamiento de CI 104

Funcionamiento del módulo de control del flujo de gas reactivo 106

Configurar el flujo de gas reactivo metano 110

Uso de otros gases reactivos 113

Cambiar de la fuente de CI a la fuente de EI 117

Sintonización automática de CI 118

Realizar una sintonización automática de PCI (sólo metano) 120

Realizar una sintonización automática de NCI (gas reactivo metano) 122

Comprobar el rendimiento de PCI 124

Comprobar el rendimiento de NCI 125

Supervisar la presión de alto vacío 126

5 Mantenimiento general

Antes de comenzar 130

Mantenimiento del sistema de vacío 135

Para sustituir los fusibles principales 136

Retirar la fuente iónica EI 138

Desmontar la fuente de iones EI estándar o inerte 140

Limpiar la fuente de iones EI 142

Montar una fuente de iones EI estándar o inerte 145

Sustituir un filamento en una fuente EI 148

Reinstalar la fuente iónica EI 150

Reemplazar el cuerno del multiplicador de electrones 151

6 Mantenimiento de CI

Información general 154

Para configurar el MSD en funcionamiento CI 155

Extraer la fuente iónica de CI 158

Desmontar la fuente iónica de CI 160

Limpiar la fuente de iones CI 162

Montar la fuente de iones CI 164

Sustituir un filamento en una fuente CI 166

A Teoría de la ionización química

Descripción general de la ionización química 168

Teoría de la CI positiva 170

Teoría de CI negativa 176

1 Introducción

Versión 5975 MSD 12
Abreviaturas utilizadas 13
El MSD serie 5975 15
Descripción del hardware del MSD CI 17
Importantes advertencias de seguridad 19
- Muchas piezas internas del MSD tienen voltajes peligrosos 19
- Las descargas electrostáticas son una amenaza para la electrónica del MSD 19
- Muchas piezas están peligrosamente calientes 20
- La bandeja de recogida de aceite de la bomba delantera estándar puede ser un peligro de incendio 21

Medidas de seguridad para el hidrógeno 21
- Peligros exclusivos del funcionamiento del GC/MSD 22
- Acumulación de hidrógeno en un MSD 22
- Precauciones 24

Información reglamentaria y de seguridad 26
- Información 26
- Símbolos 27
- Compatibilidad electromagnética 28
- Declaración de emisión de sonido 28

Limpieza/Reciclado del producto 29
Vertido de líquidos 29
Transporte o almacenamiento del MSD 29

Este manual describe el funcionamiento y el mantenimiento rutinario del detector selectivo de masas (MSD) serie 5975 de Agilent Technologies.

Versión 5975 MSD

Los MSD serie 5975 llevan una bomba de difusión o una de dos bombas turbomolecurares (turbo). 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	Modos de ionización
5975C TAD VL MSD	G3170A	MSD bomba de difusión	Impacto electrónico (EI)
MSD inerte 5975C TAD	G3171A	MSD turbo estándar	Impacto electrónico (EI)
MSD XL inerte 5975C TAD	G3172A	MSD turbo de alto rendimiento	Impacto electrónico (EI)
MSD XL inerte 5975C TAD	G3174A	Bomba turbo de alto rendimiento Bomba turbo	Impacto electrónico (EI) Ionización química negativa (NCI) Ionización química positiva (PCI)
7820 MSD VL	G3175A	MSD bomba de difusión	Impacto electrónico (EI)
7820 MSD	G3176A	MSD turbo estándar	Impacto electrónico (EI)

Abreviaturas utilizadas

Las abreviaturas de la Tabla 2 se utilizan en la descripción de este producto. Las recogemos aquí para su comodidad.

Tabla 2 Abreviatura

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
DP	Bomba de difusión
EI	Ionización por impacto electrónico
EM	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)
di	Diámetro interno
LAN	Red de área local
LCP	Panel de control local (en el MSD)
LTM	Masa térmica baja
m/z	Relación masa/carga
MFC	Controlador del flujo másico

Tabla 2 Abreviatura (continuación)

Abreviatura	Definición
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 cuádruplo
RF	Radiofrecuencia
RFPA	Amplificador de potencia de radiofrecuencia
Torr	Unidad de presión, 1 mm Hg
Turbo	Turbomolecular (bomba)

El MSD serie 5975

El MSD serie 5975 es un detector de GC capilar independiente para su uso con un cromatógrafo de gases serie de Agilent (Tabla 3). El MSD incorpora:

- Panel de control local (LCP) para supervisión y funcionamiento local del MSD
- Una de tres bombas distintas de alto vacío
- Bomba delantera de paletas
- Fuente de iones de ionización electrónica del MSD calentada de forma independiente
- Filtro de masas cuádruplo 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
- Modos de ionización química (EI/PCI/NCI) disponibles

Descripción física

El MSD serie 5975 es una caja rectangular, de aproximadamente 42 cm de altura, 26 cm de ancho y 65 cm de fondo. Su peso es de 25 kg para la unidad con bomba de difusión, 26 kg para la unidad estándar con bomba turbo y 29 kg para la unidad con bomba turbo de alto rendimiento. La bomba delantera (mecánica) conectada pesa 11 kg adicionales (bomba de serie).

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

Panel de control local

El panel de control local permite monitorizar y utilizar localmente el MSD. Puede sintonizar el MSD, ejecutar un método o secuencia y monitorizar el estado del instrumento.

Medidor de vacío

El MSD serie 5977 puede estar equipado con un medidor de vacío iónico. El software MassHunter Data Acquisition puede emplearse 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 Modelos y características del MSD serie 5975

	Modelo			
Modelo	**G3170A G3175A**	**G3171A G3176A**	**G3172A**	**G3174A**
Bomba de alto vacío	Difusión	Turbo estándar	Turbo de alto rendimiento	Turbo de alto rendimiento
Flujo óptimo de columna de He mL/min	1	1	De 1 a 2	De 1 a 2
Flujo máximo de gas recomendado mL/min*	1.5	2.0	4.0	4
Flujo máximo de gas, ml/min†	2	2,4	6,5	6,5
Diámetro interior máximo de columna	0,25 mm (30 m)	0,32 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Capacidad de CI	No	No	No	Sí
Capacidad de DIP‡ (otro fabricante)	Sí	Sí	Sí	Sí

* Flujo de gas total de entrada en el MSD: flujo de columna más flujo de gas reactivo (si corresponde).

† Se espera degradación del rendimiento y la sensibilidad espectrales.

‡ Sonda de inserción directa.

Descripción del hardware del MSD CI

La Figura 1 muestra un sistema característico GC/MSD 5975.

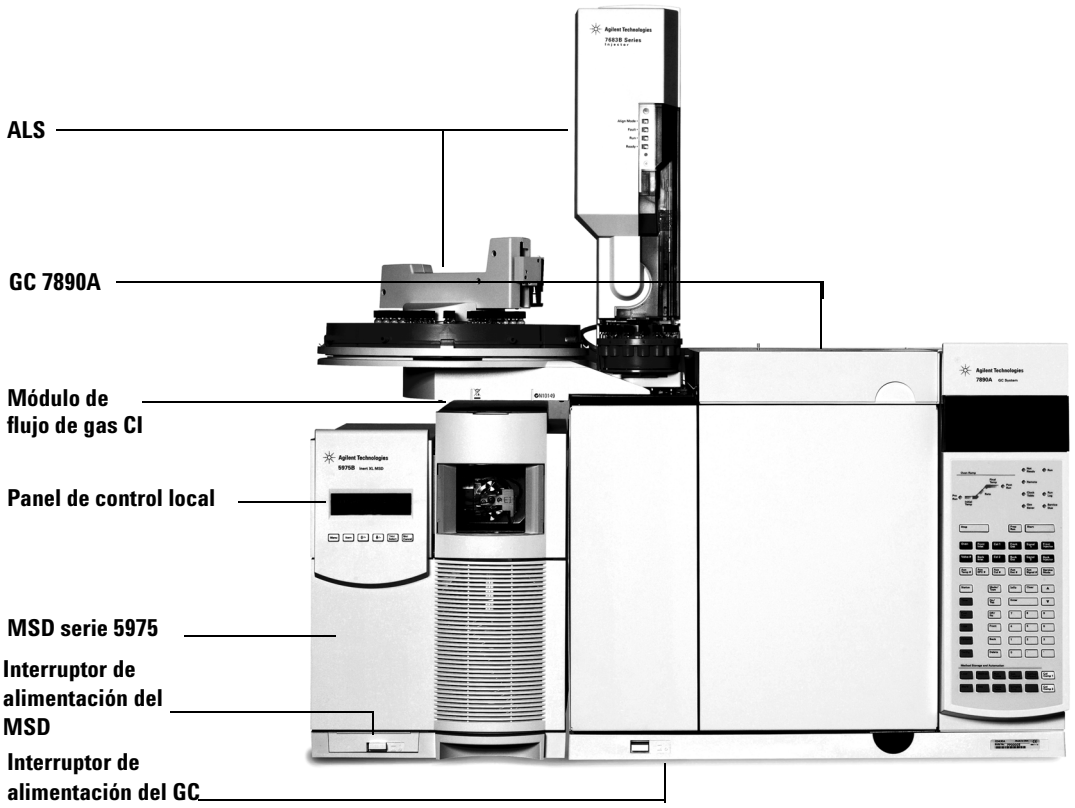


Figura 1 Sistema GC/MSD serie 5975

El hardware CI permite que el MSD serie 5975 genere espectros CI clásicos de alta calidad, que incluyen iones aductos moleculares. Es posible utilizar diversos gases reactivos.

En este manual, el término “MSD CI” hace referencia al MSD G3174A y a los MSDs G3171A actualizados. También se aplica, a menos que se indique lo contrario, a los módulos de flujo de estos instrumentos.

El sistema CI serie 5975 aporta al MSD serie 5975:

- Interfase GC/MSD EI/CI
- Sello de la punta de la interfase y fuente iónica de CI
- 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.

Un controlador del medidor de alto vacío (G3397A) es ***necesario*** para el MSD CI y también se recomienda para EI.

El sistema MSD CI se ha optimizado para conseguir la presión de fuente relativamente alta necesaria para el CI, al tiempo que se mantiene alto vacío en el cuádruplo 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 con resorte encaja en la punta de la interfase.

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

Importantes advertencias 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.**

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. Utilice una muñequera antiestática siempre que tenga que retirar la cubierta derecha del MSD.

Muchas piezas están peligrosamente calientes

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

- Los inyectores
- El horno y su contenido
- El detector
- Las tuercas que conectan la columna a un puerto de inyección o detector
- La caja de válvulas
- La bomba delantera

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 al trabajar detrás del instrumento. Durante la refrigeración, el GC emite gases de escape calientes que pueden provocar quemaduras.**

ADVERTENCIA **El material aislante de los inyectores, detectores, caja de válvulas y las caperuzas de aislamiento son de fibras cerámicas refractarias. 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; tras manipularlo, lávese las manos con 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 pero no deje en ella ningún material absorbente, como toallas de papel.**

Medidas de 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 recordar que el gas hidrógeno puede entrar dentro del horno del GC y generar riesgo 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 tiene un carácter potencialmente explosivo, además de 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 tiene la velocidad de combustión más alta 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 arde con una llama no luminosa, que puede resultar invisible si la luz es brillante.

Precauciones con el 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 diversos peligros. 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 las fugas de hidrógeno.
- Combustión causada por la rápida expansión de hidrógeno desde un cilindro de alta presión.
- Acumulación de hidrógeno en el horno del GC y subsiguiente combustión (consulte la documentación de su GC y la etiqueta situada en la parte superior de la puerta del horno del GC).
- Acumulación de hidrógeno en el MSD y subsiguiente combustión.

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 4) 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. La desconexión del espectrómetro no cierra el flujo del gas portador. Como resultado, el hidrógeno puede acumularse lentamente en el espectrómetro.
Válvulas de cierre automáticas del espectrómetro de masas cerradas	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 de cierre manuales del espectrómetro de masas cerradas	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 6890 equipado con control electrónico de la presión (EPC), el EPC detiene el flujo del gas portador. Si el flujo del gas portador no está bajo el control del EPC, aumentará hasta alcanzar el 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 al mismo tiempo, 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 con la 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 de la MSD 5975. 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 la línea de ventilación descargue en una campana extractora.

Información reglamentaria y de seguridad

El MSD serie 5975 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 5975 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 5975 está diseñado y fabricado con un sistema de calidad registrado en ISO 9001.

Información

El MSD serie 5975 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.



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 instrumento cumple los requisitos de CISPR 11. Su manejo está sujeto a las dos condiciones siguientes:

- No puede provocar interferencias peligrosas.
- Debe aceptar toda interferencia recibida, incluidas aquéllas 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 apagando y encendiendo 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 las 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 Lp <70 dB de acuerdo con EN 27779:1991.

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP <70 dB am nach EN 27779:1991.

Limpieza/Reciclado del producto

Para limpiar la unidad, desconecte la alimentación y limpie con un paño sin pelusa humedecido. 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.

1 Introducción

2
Instalación de columnas GC

Columnas 32
- Acondicionamiento de columnas 32
- Acondicionamiento de férrulas 33
- Consejos y sugerencias 33

Volver a configurar una columna 6850 GC en su cesta 34
Acondicionar una columna capilar para su instalación 39
Instalar una columna capilar en un inyector split/splitless 41
Acondicionar una columna capilar 43
Instalar una columna capilar en la interfase GC/MSD 44

Antes de poner en funcionamiento el sistema GC/MSD, debe seleccionar, instalar y acondicionar una columna GC. Este capítulo le mostrará 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. La etiqueta del número de serie situada en la parte delantera inferior del panel lateral izquierdo muestra el número de modelo.

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 del flujo de columna al MSD no debería sobrepasar el flujo máximo recomendado. Por consiguiente, hay límites en cuanto a la longitud de la columna y al flujo. Si se sobrepasa el flujo recomendado, el resultado será la degradación del rendimiento de los espectros de masas y la sensibilidad.

Tenga en cuenta que los flujos de columna varían mucho en función de la temperatura del horno. Consulte "Calibrar la velocidad lineal del flujo de columna" para ver las instrucciones sobre cómo medir el flujo real de la columna. Utilice el software de cálculo de flujo Tabla 5 para determinar si una columna específica proporcionará un flujo aceptable con una presión razonable del cabezal.

Tabla 5 Flujos de gas

Modelo	G3170A G3175A	G3171A G3176A	G3172A	G3174A
Bomba de alto vacío	Difusión	Turbo estándar	Turbo de alto rendimiento	Turbo de alto rendimiento
Flujo óptimo de gas, mL/min*	1	1	De 1 a 2	De 1 a 2
Flujo máximo de gas recomendado, ml/min	1.5	2	4	4
Flujo máximo de gas, ml/min†	2	2.4	6.5	6.5
Diámetro interno máximo de columna	0.25 mm (30 m)	0.32 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)

* Flujo total de gas al MSD = flujo de columna + flujo de gas reactivo (si es aplicable)

† Se espera degradación del rendimiento y la sensibilidad espectrales.

Acondicionamiento de columnas



El acondicionamiento de una columna antes de conectarla al GC/MSD es esencial.

Con frecuencia, el gas portador se lleva una pequeña porción de la fase estacionaria de la columna capilar. Esto se denomina sangrado de columna. El sangrado de columna deposita trazas de la fase estacionaria en la fuente de iones del MSD, disminuyendo su sensibilidad y haciendo necesario limpiar la fuente de iones.

El sangrado de columna es más habitual 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 GC/MSD.

Acondicionamiento de férrulas

Calentar las férrulas 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.

Consejos y sugerencias

- La instalación de la columna en los MSD serie 5975 es diferente a la 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.
- Las antiguas férrulas de las tuercas de la columna pueden quitarse con un pasador normal.
- Utilice siempre un gas portador con una pureza de al menos el 99.9995%
- Debido a la expansión térmica, las férrulas nuevas se pueden aflojar tras calentarse y enfriarse unas cuantas veces. Compruebe que están apretadas después de dos o tres ciclos de calentamiento.
- 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. Véase "Medidas de seguridad para el hidrógeno" .**

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

Volver a configurar una columna 6850 GC en su cesta

Antes de instalar el 6850, vuelva a configurarlo para colocar mejor los extremos de la columna para su instalación en la interfase GC MSD.

1 Coloque la columna (la 19091S-433E que se encuentra en el kit del GC) sobre una superficie limpia, con la etiqueta mirando hacia usted, en la posición de las 12 horas. Fíjese en que los extremos de entrada y salida de la columna estén orientados de la misma forma que cuando se utiliza un detector GC y que la salida de la columna esté situada en la parte posterior del soporte de la columna (más cerca del ventilador). Véase Figura 2.

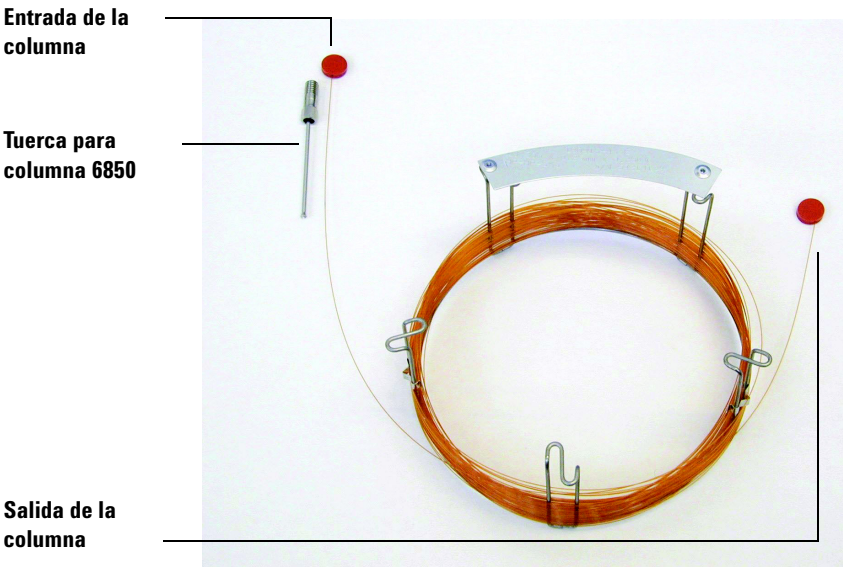


Figura 2 Columna

2 Quite el tapón del septum del lado de SALIDA y desenrolle dos bucles de columna. Véase Figura 3.

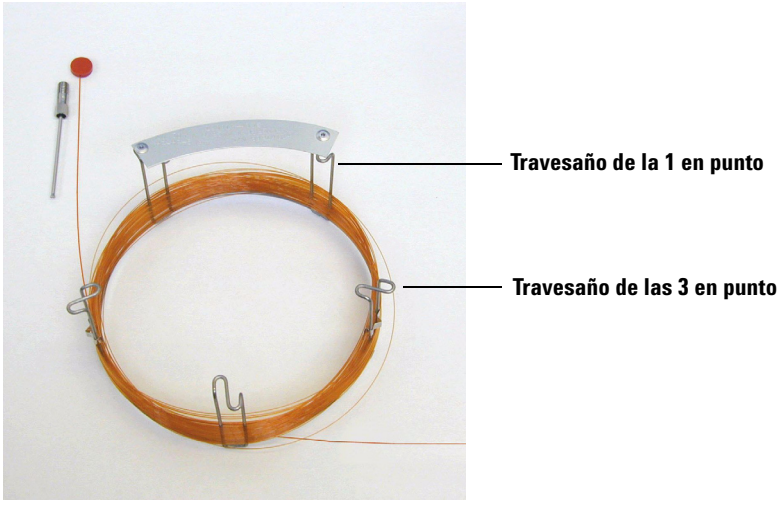


Figura 3 Columna con dos bucles desenrollados

3 Acople tres clips de columna (número de referencia G2630-20890) al soporte de la columna de la siguiente forma:

- Acople un clip en la parte posterior del travesaño de la 1 en punto del soporte de la columna.
- Acople dos clips en la parte posterior del travesaño de las 3 en punto del soporte de la columna.

Estos clips ayudarán a proporcionar la orientación correcta de los extremos de la columna para su inserción en el inyector GC y la interfase MSD.

Véase Figura 4.

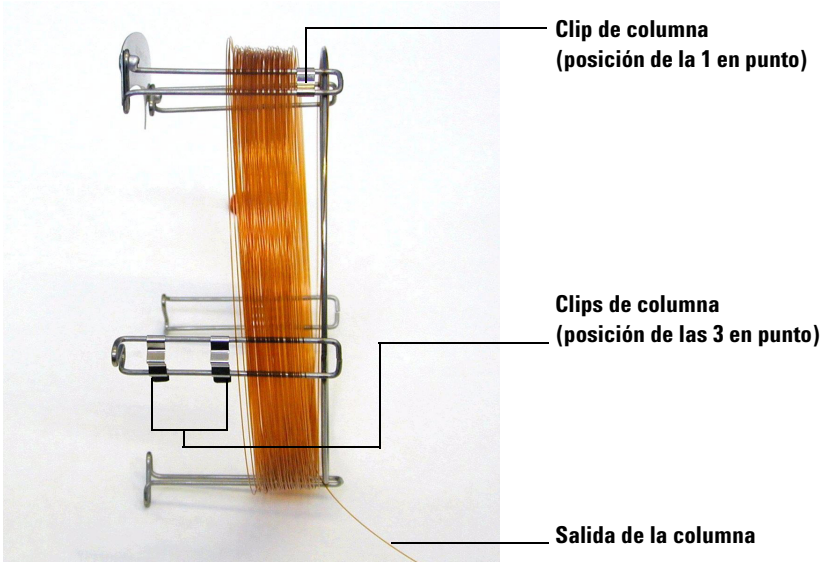


Figura 4 Columna con los clips acoplados

4 Pase el lado de salida de la columna a través del clip colocado en la 1 en punto, de forma que la salida de la columna esté dirigida hacia la parte delantera del soporte. Véase Figura 5.

PRECAUCIÓN Tenga cuidado de no rayar el recubrimiento de la columna.

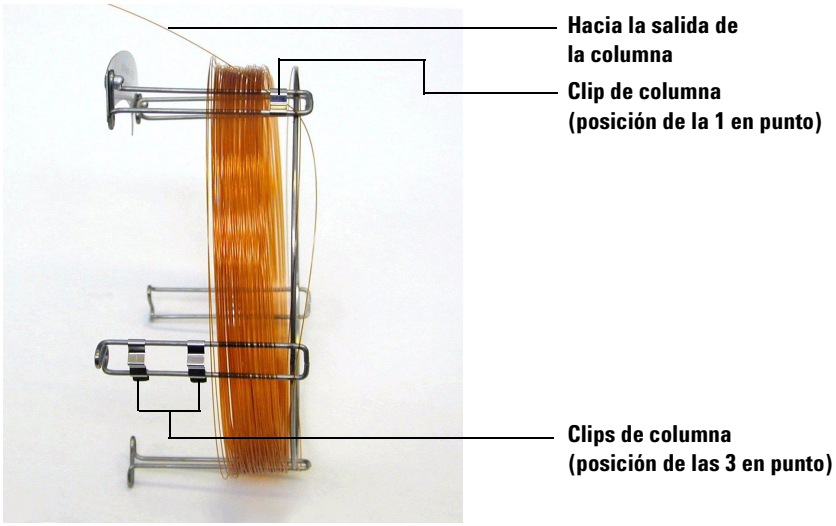


Figura 5 Columna pasada a través de la posición de la 1 en punto

5 A continuación, pase el lado de salida de la columna a través del clip colocado en las 3 en punto, de forma que la salida de la columna esté dirigida hacia la parte trasera del soporte. Asegúrese de que la parte de la columna que está entre los dos clips NO se sobresale por encima de la etiqueta de la columna. Véase la Figura 6.

PRECAUCIÓN Tenga cuidado de no rayar el recubrimiento de la columna.

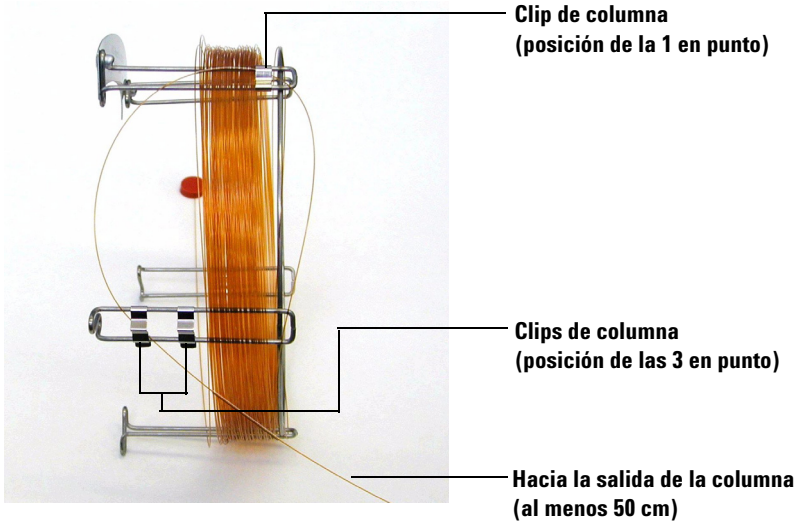


Figura 6 Columna pasada a través de la posición de la 3 en punto

Debería haber aproximadamente 50 cm de columna que sobresalgan del clip colocado en las 3 en punto.

6 Vuelva a enrollar cuidadosamente el resto del extremo de salida de la columna alrededor del soporte.

Acondicionar una columna capilar para su instalación

Materiales necesarios

- 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)
- Guantes, limpios
  - Grandes (8650-0030)
  - Pequeños (8650-0029)
- Tuerca de columna de inyector (5181-8830 para Agilent 7890A, 7820A y 6890, o bien, 5183-4732 para 6850)
- Lupa
- Septum (puede ser un septum de inyector usado)

Procedimiento

1 Inserte un septum, una tuerca de columna y una férrula acondicionada en el extremo libre de la columna (Figura 7). El extremo cónico de la férrula debería estar dirigido hacia el lado opuesto de la tuerca de la columna.

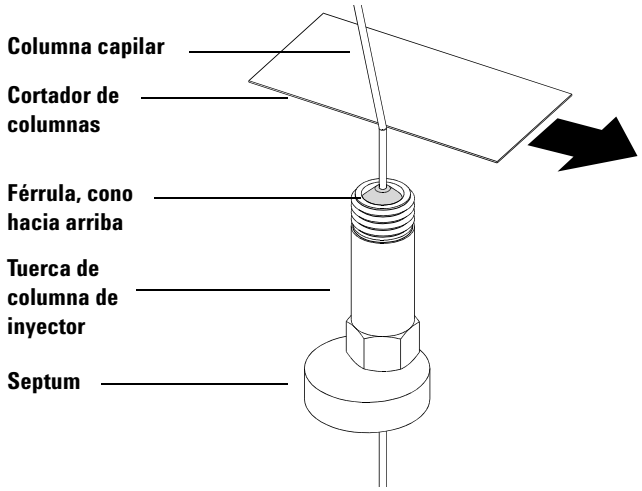


Figura 7 Acondicionamiento de una columna capilar para su instalación

2 Utilice el cortador de columnas para hacer unos cortes en la columna a 2 cm del extremo.

3 Parta el extremo de la columna. Sujete la columna contra el cortador con el dedo pulgar. Parta la columna contra el extremo del cortador.

4 Revise el extremo para ver si los bordes están dentados o con rebaba Si el corte no es limpio y uniforme, repita los pasos 2 y 3.

5 Limpie el exterior del extremo libre de la columna con un paño sin pelusa humedecido con metanol.

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)

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

Procedimiento

1 Acondicione la columna para su instalación (página 39).

2 Coloque la columna de forma que sobresalga de 4 a 6 mm del extremo de la férrula (Figura 8).

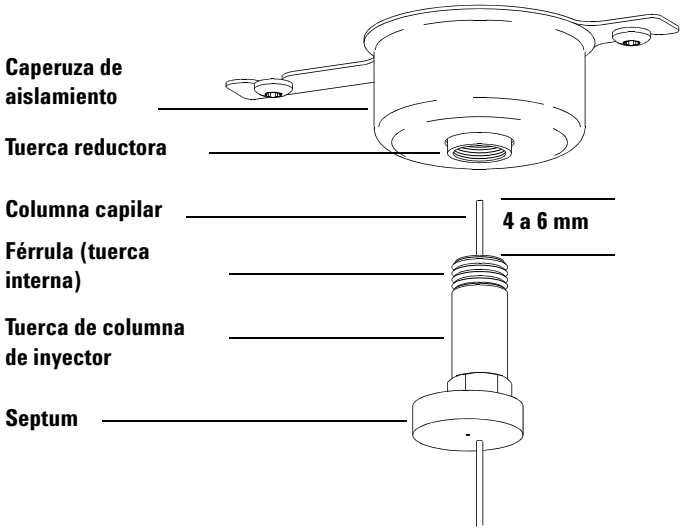


Figura 8 Instalación de una columna capilar en un inyector split/splitless

3 Inserte el septum para colocar la tuerca y la férrula en la posición correcta.

4 Inserte la columna en el inyector.

5 Deslice la tuerca hacia arriba de la columna hasta la base del inyector y apriétela con los dedos.

6 Ajuste la posición de la columna de forma que el septum esté nivelado con la parte inferior de la tuerca de la columna.

7 Apriete la tuerca de la columna de 1/4 a 1/2 vuelta más. La columna no debería deslizarse con un tirón suave.

8 Abra el flujo del gas portador.

9 Compruebe el flujo sumergiendo el extremo libre de la columna en isopropanol para ver si hay burbujas.

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, ya que la acumulación de hidrógeno en el horno del GC puede provocar 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.**

Procedimiento



1 Instale la columna en el inyector GC (página 41).

2 Deje circular el gas portador por la columna durante 5 minutos sin calentar el horno del GC.

3 Suba la temperatura del horno de 5 °C a 10 °C/minuto por encima de la temperatura analítica.

4 Cuando la temperatura del horno exceda los 80 °C, inyecte 5 µL de metanol en el GC. Repita dos veces más con intervalos de 5 minutos. Así se ayuda a eliminar toda contaminación de la columna antes de instalarla en la interfase GC/MSD.

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

5 Mantenga esta temperatura. Deje fluir el gas portador durante varias horas.

6 Devuelva el horno del GC a una temperatura en espera baja.

Consulte también

Para obtener más datos sobre cómo instalar una columna capilar, consulte la nota de aplicación *Optimización de las inyecciones splitless del GC para obtener un análisis MS de alto rendimiento*, publicación número 5988-9944EN.

Instalar una columna capilar en la interfase GC/MSD

Agilent 7890A y 7820A, y GC 6890

Materiales necesarios

- Cortador de columnas, cerámica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Férrulas
  - di de 0,3 mm para columnas con un di de 0,1 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)
- Linterna
- Lente manual (lupa)
- Guantes, limpios
  - Grandes (8650-0030)
  - Pequeños (8650-0029)
- Tuerca de la columna de la interfase (05988-20066)
- Gafas de seguridad
- Llave fija, 1/4 pulgadas y 5/16 pulgadas (8710-0510)

PRECAUCIÓN Tenga en cuenta que el procedimiento de instalación de la columna en los MSD serie 5975 es diferente al de la mayoría de los MSD anteriores. Si se sigue el procedimiento de otro instrumento, el resultado puede ser una mala sensibilidad, así como posibles daños en el MSD

Procedimiento

1 Acondicione la columna (página 43).

2 Purgue el MSD (página 82) y abra la cámara del analizador (página 85). Asegúrese de que se puede ver el extremo de la interfase GC/MSD.

3 Si la interfase CI está instalada, quite el sello de la punta con resorte del extremo del MSD de la interfase.

4 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.

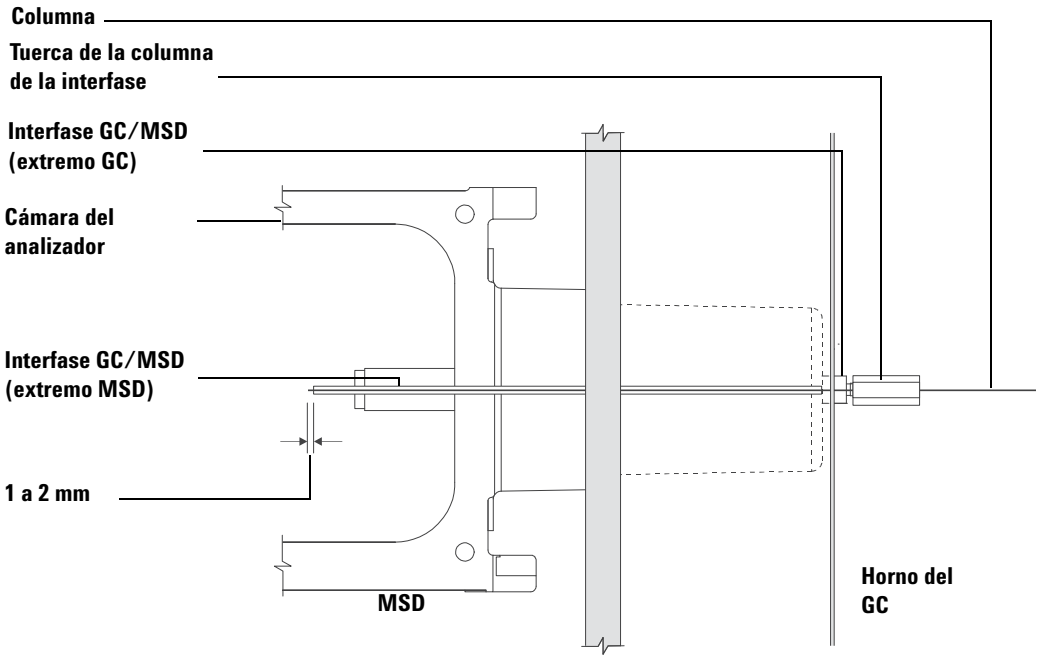


Figura 9 Instalación de una columna capilar en la interfase GC/MSD

5 Inserte la columna en la interfase GC/MSD (Figura 9) hasta que pueda tirar de ella a través de la cámara del analizador.

6 Parta 1 cm del extremo de la columna (página 34). No deje caer fragmentos de la columna dentro de la cámara del analizador, pues podrían dañar la bomba de alto vacío.

7 Limpie el exterior del extremo libre de la columna con un paño sin pelusa humedecido con metanol.

8 Ajuste la columna de forma que sobresalga de 1 a 2 mm del extremo de la interfase.

Si es necesario, utilice la linterna y la lupa para ver el extremo de la columna en el interior de la cámara del analizador. ***No*** toque el extremo de la columna con los dedos.

9 Apriete la tuerca con la mano. Asegúrese de que la posición de la columna no cambia al apretar la tuerca. Vuelva a instalar el sello de la punta con resorte que quitó previamente.

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. Compruebe que está apretada después de dos o tres ciclos de calentamiento.

GC 6850

1 Desenrolle con cuidado el extremo de salida de la columna GC hasta que llegue al clip de las 3 en punto.

2 Inserte una tuerca de columna de interfase (referencia 05988-20066) y una férrula (referencia 5062-3508) en el extremo de salida de la columna GC.

El extremo cónico de la férrula debe estar orientado hacia la tuerca.

3 Inserte la columna en la interfase GC/MSD hasta que sobresalga en la cámara del analizador al menos 5 cm.

4 Ajuste la longitud de la columna desde el clip de las 3 en punto hasta la parte posterior de la tuerca de columna de la interfase de modo que tenga entre 22 y 28 cm. Consulte la Figura 10.

5 Apriete la tuerca de la interfase con la mano.

6 Cierre con cuidado la puerta del horno fijándose en que la columna no adopte formas curvas ni toque las paredes o el suelo del horno. Pruebe este procedimiento varias veces.

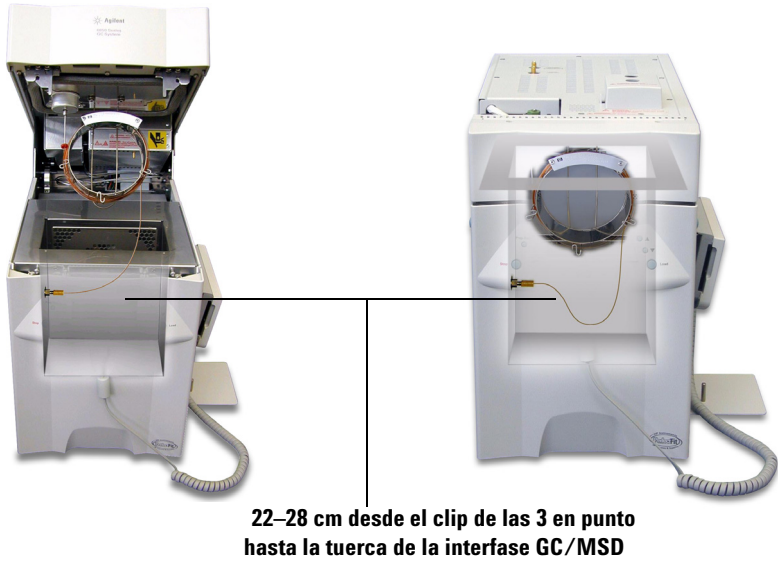


Figura 10 Puerta del horno abierta y cerrada.

7 Afloje la tuerca de la interfase e introduzca la columna de 3 a 5 cm más en la cámara del analizador.

8 Haga un corte limpio en la columna para que sólo sobresalga de 3 a 5 cm en la cámara del analizador.

9 Limpie el exterior del extremo libre de la columna con un paño sin pelusa humedecido con metanol.

10 Ajuste la columna de forma que sobresalga de 1 a 2 mm del extremo de la interfase GC/MSD en la cámara del analizador y apriete la tuerca con la mano. Véase Figura 11.

Asegúrese de que la posición de la columna no cambia al volver a apretar la tuerca.

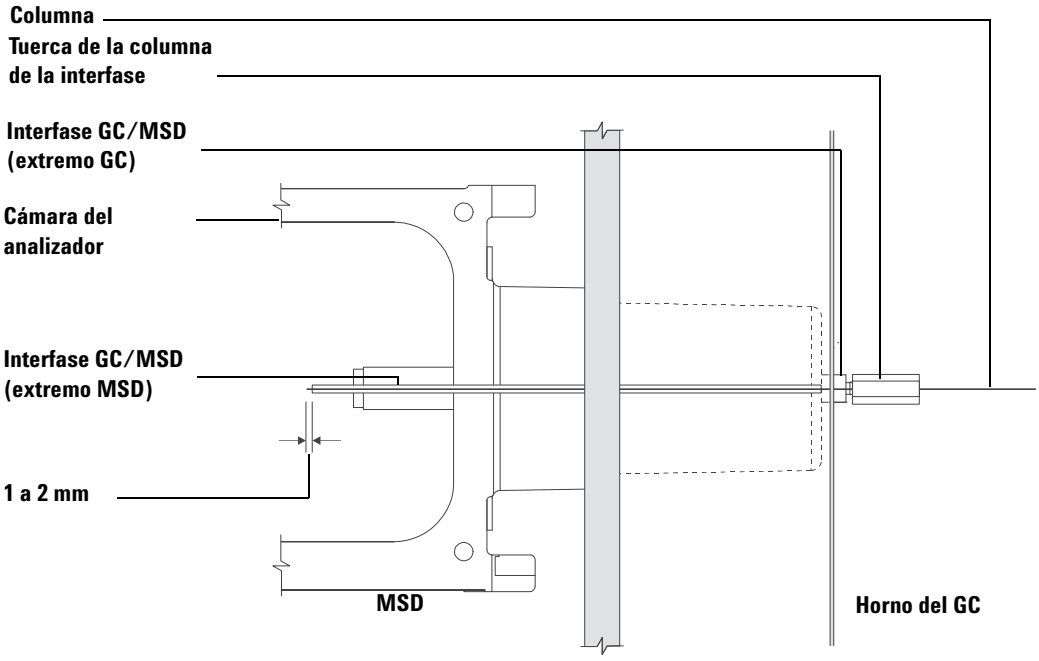


Figura 11 Conexión de la columna del MSD - GC

11 Repita el step 6 para asegurar la integridad de la columna.

12 Apriete la tuerca de la interfase 1/4-1/2 vuelta más con una llave fija de 1/4"

Compruebe que está apretada tras dos o tres ciclos de calentamiento.

13 Encienda el GC.

14 Compruebe que la temperatura del inyector está establecida en 25 °C.

15 Cierre la placa lateral del analizador y, a continuación, vuelva a conectar la fuente de alimentación y los cables de control del panel lateral.

16 Encienda el MSD para iniciar el bombeo del mismo.

Presione en la placa lateral del MSD para lograr un buen sello. Compruebe que la bomba delantera y el ventilador frontal se encienden y que la bomba delantera deja de borbotear en 60 segundos.

17 Vuelva a colocar la cubierta del analizador del MSD.

3 Funcionamiento en modo de Impacto electrónico (EI)

Hacer funcionar el MSD desde el sistema de datos 50
Hacer funcionar el MSD desde el LCP 50
Mensajes de estado del LCP 52
Menús del LCP 54
Interfase GC/MSD EI 57
Antes de encender el MSD 59
Bombear 60
Control de las temperaturas 60
Control del flujo de columna 61
Purgar el MSD 62
Ver la temperatura del MSD y el estado de vacío 63
Configurar monitores de la temperatura del MSD y el estado de vacío 65
Ajustar las temperaturas del analizador en la ventana Instrument Control 67
Ajustar la temperatura de la interfase GC/MSD de MassHunter 69
Supervisar la presión de alto vacío 70
Calibrar la velocidad lineal del flujo de columna 72
Sintonizar el MSD en modo EI 74
Comprobar el rendimiento del sistema 76
Comprobación de alta masa (MSD de la serie 5975) 77
Extraer las cubiertas del MSD 80
Para purgar el MSD 82
Para abrir la cámara del analizador 85
Para cerrar la cámara del analizador 88
Bombear el MSD en modo EI 92
Trasladar o guardar el MSD 94
Para fijar la temperatura de la interfase del GC. 96

Cómo llevar a cabo algunos procedimientos del funcionamiento básico del MSD.

PRECAUCIÓN El software y el firmware se revisan periódicamente. Si los pasos de estos procedimientos no coinciden con el software de la ChemStation MSD, consulte los manuales y la ayuda en línea que se proporcionan con el software para obtener más información.

Hacer funcionar el MSD desde el sistema de datos

MassHunter Data Acquisition Workstation de Agilent automatiza ciertas tareas como el bombeo, la extracción de la fuente de iones, la supervisión de los parámetros, el ajuste de las temperaturas, y la sintonización y purga del MSD. Estas tareas se tratan en este capítulo. Puede encontrar información adicional en los manuales y la ayuda en línea proporcionada junto con el software MassHunter Workstation.

Hacer funcionar el MSD desde el LCP

El panel de control local (LCP) muestra el estado del MSD o inicia una tarea del mismo sin utilizar el software MassHunter Data Acquisition de Agilent.

El software MassHunter Data Acquisition de Agilent puede estar situado en cualquier lugar de la LAN (red de área local), por lo tanto, puede que no se encuentre cerca del instrumento en sí. Pero debido a que el LCP se comunica con el software Data Acquisition a través de la red LAN, es posible acceder a las funciones del software, como sintonizar y comenzar un análisis, directamente desde el MSD. En el LCP solo se encuentran disponibles ciertas funciones. El software Data Acquisition es el controlador que cuenta con todas las características para la mayoría de las operaciones de control del instrumento.

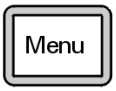
Modos de funcionamiento

El LCP tiene dos modos de funcionamiento: Estado y Menú.

El modo *Estado* no requiere interacción, sino que muestra sencillamente el estado del instrumento MSD o de sus diversas conexiones de comunicación. Si selecciona [**Menu**], y a continuación [**No/Cancel**], volverá al modo de estado.

El modo *Menú* le permite consultar varios aspectos del GC/MSD e iniciar algunas acciones como ejecutar un método o una secuencia o llevar a cabo la preparación para purgar el sistema.

Para acceder a una opción de menú determinada:

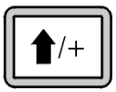


Pulse [**Menu**] hasta que aparezca el menú deseado.

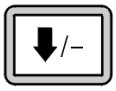


Pulse [**Item**] hasta que aparezca el elemento deseado.

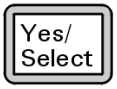
Utilice una o varias de las teclas siguientes según sea apropiado para responder a las indicaciones o para seleccionar opciones:



Utilice [**Arriba**] para aumentar el valor que se muestra o para desplazarse hacia arriba (por ejemplo, en una lista de mensajes).



Utilice [**Abajo**] para disminuir el valor que se muestra o para desplazarse hacia abajo (por ejemplo, en una lista de mensajes).



Utilice [**Yes/Select**] para aceptar el valor actual.



Utilice [**No/Cancel**] para volver al modo de estado.

Después de hacer la selección, o si ha pasado por todos los menús disponibles, la pantalla vuelve automáticamente al modo de estado.

Si pulsa [**Menu**] y después pulsa [**No/Cancel**], se mostrará siempre el estado de modo.

Si pulsa [**No/Cancel**] dos veces se volverá siempre al modo de estado.

Mensajes de estado del LCP

Los mensajes siguientes pueden mostrarse en el LCP para informarle del estado del sistema MSD. Si el LCP está actualmente en el modo de menú, pase por los menús para volver al estado de modo. No se mostrarán mensajes si no se está ejecutando en línea una sesión del instrumento en MassHunter Data Acquisition.

ChemStation Loading <marca de tiempo>

El software MassHunter Data Acquisition de Agilent se está iniciando.

Executing <tipo>tune

El procedimiento de sintonización está en curso (tipo = QuickTune o sintonía automática).

Instrument Available <marca de tiempo>

El software MassHunter Data Acquisition de Agilent no está en ejecución.

Loading Method <nombre del método>

Los parámetros del método se están enviando al MSD.

Loading MSD Firmware

El firmware del MSD se está inicializando.

De forma alternativa, los siguientes mensajes aparecen en el LCP si el MSD *NO* completa la secuencia de arranque correctamente:

Server not Found
Check LAN Connection

Seeking Server
Bootp Query xxx

Estos mensajes indican que el MSD no ha recibido su dirección IP exclusiva del servicio de Windows. Si persisten los mensajes después de haber iniciado sesión en su cuenta del programa MassHunter Data Acquisition, consulte la sección de resolución de problemas del manual de instalación del software.

Loading OS

El sistema operativo del controlador de instrumentos se está inicializando.

<método> Terminado <marca de tiempo>

El análisis y subsiguiente procesamiento de datos han finalizado. El mismo mensaje aparece aunque el análisis haya terminado prematuramente.

Method Loaded <nombre del método>

Los parámetros del método se han enviado al MSD.

MS locked by <nombre del ordenador>

Los parámetros del MS sólo se pueden cambiar desde MassHunter Data Acquisition.

Press Sideplate

Recordatorio que se muestra durante la puesta en marcha para pulsar la placa lateral del MSD y asegurar así el sello de vacío adecuado.

Run: <método> Acquiring <fichero de datos>

Hay un análisis en curso; se están adquiriendo los datos en el fichero de datos designado.

Ver el estado del sistema durante la puesta en marcha

1. Los siguientes mensajes se muestran en la pantalla del LCP durante la puesta en marcha:
   - **Press sideplate**
   - **Loading OS**
   - **Press sideplate**
   - **Loading MSD Firmware**
2. Siga pulsando la placa lateral del MSD hasta que aparezca el mensaje **MSD Ready**. De este modo se ayuda al instrumento a bombear más rápidamente.

Menús del LCP

Para acceder a una determinada opción de menú, pulse [**Menu**] hasta que aparezca el menú deseado y, a continuación, pulse [**Item**] hasta que aparezca el elemento deseado del menú. De la Tabla 6 a la Tabla 11 se enumeran los menús y las selecciones.

NOTAS

Muchos elementos de menú, especialmente en la ChemStation, los parámetros del MS y los menús de mantenimiento no tienen ningún efecto cuando el instrumento está adquiriendo los datos.

Tabla 6 Menú de la ChemStation

Acción	Descripción
Run Method	Muestra el nombre del método actual e inicia un análisis.
Run Sequence	Muestra la secuencia actual e inicia una secuencia.
Run Current Tune	Muestra el fichero de sintonía actual e inicia la sintonización automática (sólo en modo EI; la sintonía CI debe iniciarse desde MassHunter Data Acquisition).
# of Messages	Muestra el número de mensajes y el texto del mensaje más reciente. Utilice las teclas de las flechas para desplazarse por los mensajes anteriores (hasta 20).
Release ChemStation	Desvincula MassHunter Data Acquisition del MSD.
Connection Status	Muestra el estado de la conexión LAN para el MSD. Remote = conectado a la sesión en línea de MassHunter Data Acquisition Local = no conectado a la sesión en línea de MassHunter Data Acquisition
Name of Instrument	Muestra el nombre del instrumento si está conectado a una sesión en línea de MassHunter Data Acquisition. El nombre del instrumento es el nombre asignado al MSD mediante el cuadro de diálogo de configuración de MassHunter Data Acquisition.

Tabla 7 Menú de mantenimiento

Acción	Descripción
Prepare to vent	Le recuerda que apague el GC y después prepara el instrumento para purgar cuando se pulsa **[Yes/Select]**.
Bombeo	Inicia una secuencia de bombeo.

Tabla 8 Menú de parámetros del MS

Acción	Descripción
High Vacuum Pressure	Sólo con un medidor de vacío microiónico instalado.
Turbo Pump Speed	Muestra la velocidad de la bomba turbo.
Foreline Pressure	Muestra la presión delantera.
MSD Fault Status	Presenta un resumen con el código (número) del estado de error en formato 'dec' (decimal) y 'hex' (hexadecimal) que cubre todas las posibles combinaciones de errores.
Ion Source Temp, °C	Muestra y establece la temperatura de la fuente de iones.
Mass Filter Temp, °C	Muestra y establece la temperatura del filtro de masas.
CI Reagent	Muestra el gas reactivo CI y la velocidad de flujo (si está instalado).

NOTAS

Los parámetros del MS no se pueden establecer desde el LCP mientras haya una sesión de MassHunter Data Acquisition en línea conectada al MSD.

Tabla 9 Menú de la red

Acción	Descripción
MSD IP via BootP	Muestra la dirección IP para el MSD.
Gateway IP Address	Muestra la dirección IP de la pasarela para el MSD.
máscara de subred	Muestra la máscara de subred para el MSD.
ChemStation IP	Muestra la dirección IP para MassHunter Data Acquisition.
GC IP Address	Muestra la dirección IP para el GC.
Ping gateway	Comprueba la comunicación con la pasarela.

Tabla 9 Menú de la red (continuación)

Acción	Descripción
Ping ChemStation	Comprueba la comunicación con MassHunter Data Acquisition.
Ping GC	Comprueba la comunicación con el GC.
MS Controller MAC	Muestra la dirección MAC de la tarjeta SmartCard del MSD.

Tabla 10 Menú de la versión

Acción	Descripción
Control firmware	Muestra la versión del firmware del MSD.
Operating system	Muestra la versión del sistema operativo de MassHunter Data Acquisition.
Front panel	Muestra la versión del LCP.
Log amplifier	Muestra información de la versión.
Sideboard	Muestra el tipo de panel lateral.
Mainboard	Muestra el tipo de placa base.
Serial number	Se le asigna al MSD por medio del cuadro de diálogo de configuración de MassHunter Data Acquisition.

Tabla 11 Menú del controlador

Acción	Descripción
Reboot controller	Inicia la tarjeta de control de la LAN/MS.
Test LCP?	Inicia una prueba de diagnóstico de la pantalla de dos líneas.
Test HTTP link to GC/MSD ChemStation?	Comprueba el estado del servidor HTTP.

Interfase GC/MSD EI

La interfase GC/MSD (Figura 12) 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 roscado para permitir la conexión de la columna con una tuerca y una férrula. El otro extremo de la interfase se ajusta en la fuente de iones. El último o los 2 últimos milímetros 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 auxilar nº 2 calentada del GC es la que hace funcionar el calentador. En GC de la serie 6850, el calentador está conectado a la zona térmica auxiliar. Para los GC de la serie 7820A, el calefactor está conectado a la zona térmica del inyector posterior, en los modelos de inyector único, o bien, conectado a la zona térmical de la válvula manual, para los modelos de doble inyector. La temperatura de la interfase se puede establecer desde MassHunter Data Acquisition o desde el cromatógrafo de gases. La interfase cuenta con un sensor (termoeléctrico) que supervisa la temperatura.

La interfase GC/MSD debería 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.

La interfase GC/MSD EI sólo puede utilizarse con la fuente de iones EI. Sin embargo, la interfase GC/MSD CI puede utilizarse con otra fuente.

Consulte también

"Instalar una columna capilar en la interfase GC/MSD" .

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

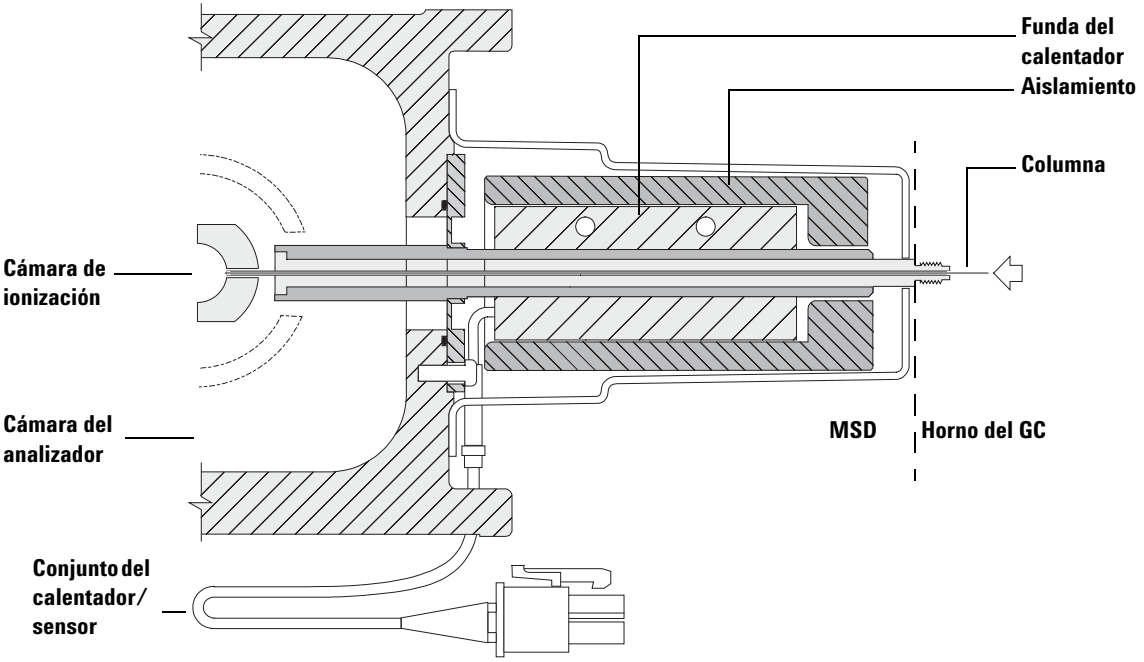


Figura 12 Interfase GC/MSD EI

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 (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 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.
- Si se utiliza hidrógeno como gas portador, el flujo del gas debe estar interrumpido y el tornillo de la placa frontal 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 (11-mm di) 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.

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 "Medidas de seguridad para el hidrógeno" antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.**

Bombear

El sistema de datos o el panel de control local 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 G3397A opcional

El LCP también puede mostrar estos datos.

Control de las temperaturas

Las temperaturas del MSD se controlan mediante el sitema de datos. El MSD cuenta con calentadores y sensores de temperatura independientes para la fuente de iones y el filtro de masas cuádruplo. 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 auxilar nº 2 calentada del GC es la que hace funcionar el calentador. En GC de la serie 6850, el calentador está conectado a la zona térmica auxiliar. Para los GC de la serie 7820, el calefactor está conectado a la zona térmica del inyector posterior, en los modelos de inyector único, o bien, conectado a la zona térmical de la válvula manual, para los modelos de doble inyector. La temperatura de la interfase GC/MSD se puede establecer y supervisar desde el sistema de datos o desde el GC.

Control del flujo de columna

El flujo del gas portador se controla mediante la presión del cabezal del GC. Con una presión de cabezal 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. Véase página 72.

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 MDS 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 "Medidas de seguridad para el hidrógeno" antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.**

PRECAUCIÓN No purguenunca 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. Véase "Modelos y características del MSD serie 5975" .

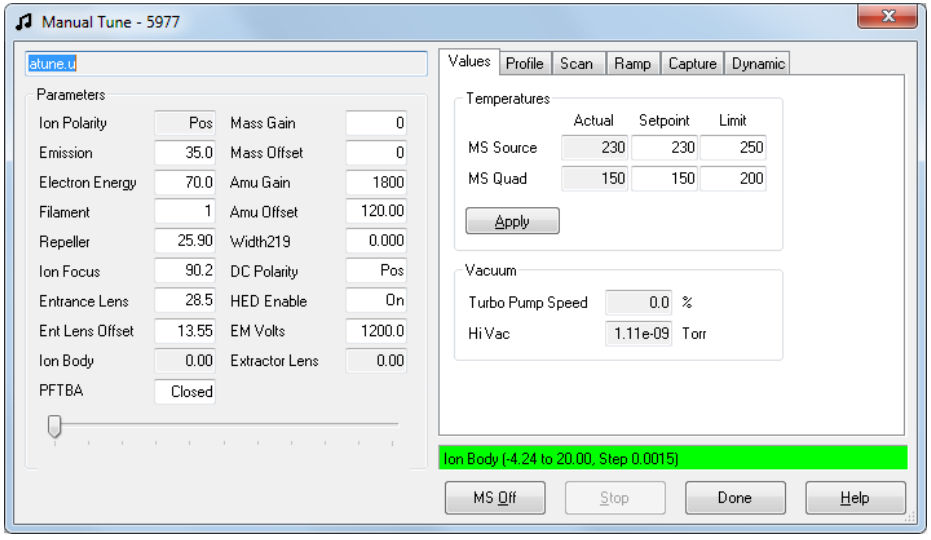
Ver la temperatura del MSD y el estado de vacío

También puede utilizar el Panel de control local para llevar a cabo esta tarea. Consulte la sección "Hacer funcionar el MSD desde el LCP" en la pagina 50.

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 ficha **Values** para ver las temperaturas del MSD y el estado de vacío.



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

A no ser que acabe de empezar el proceso de bombeo, la presión delantera debe ser menor de 300 mTorr, o bien la bomba turbo debe estar funcionando como mínimo al 80% de la velocidad. 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%.

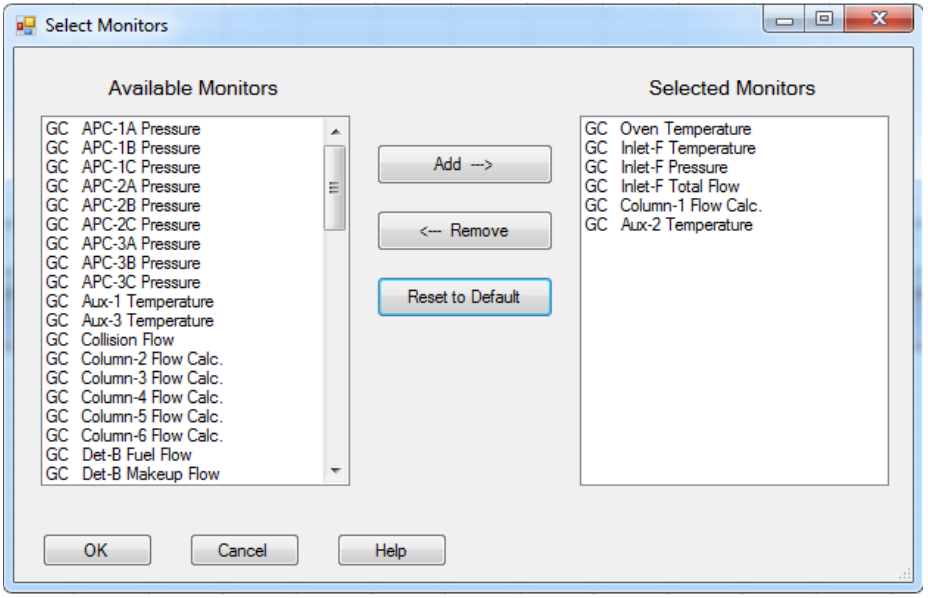
Los calentadores del MSD se encienden al final del ciclo de bombeo y se apagan al principio del ciclo de purga. Los valores indicados no cambian durante la purga o el bombeo, aunque ambas zonas del MSD estén apagadas.

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

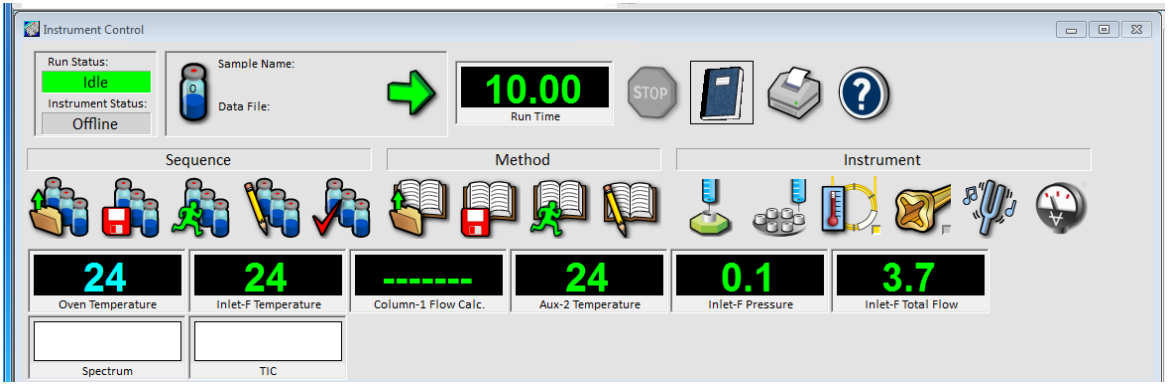
1 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **Edit Monitors** en el menú **Instrument** para visualizar el cuadro de diálogo **Select Monitors**.



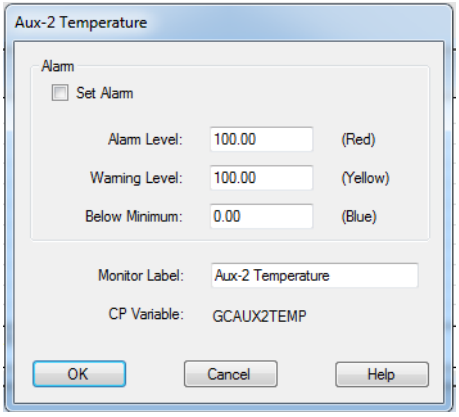
2 En la columna **Available Monitors**, seleccione un monitor y haga clic en el botón **Add** para mover la selección a la columna **Selected Monitors**. Repita este paso para agregar más monitores.

3 Haga clic en **OK**. Los nuevos monitores se apilarán uno sobre otro en la esquina inferior derecha de la ventana **Instrument Control**.

4 Seleccione **Window > Arrange Monitors**, o bien, haga clic y arrastre cada monitor a la posición deseada.



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.



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.

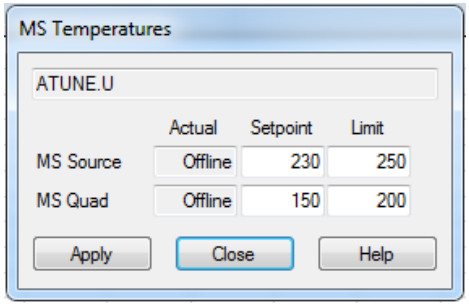
6 Para incorporar los nuevos valores como parte del método, guarde el método.

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 (quad) están almacenados en el fichero de autosintonía (*.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**.

Tabla 12 Valores de temperatura recomendados

	Funcionamiento del EI	Funcionamiento de la PCI	Funcionamiento de la NCI
Fuente MS	230	250	150
Quad MS	150	150	150

Las zonas calentadas de la interfase GC/MSD, la fuente de iones y el cuádruplo 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 cuádruplo 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.**

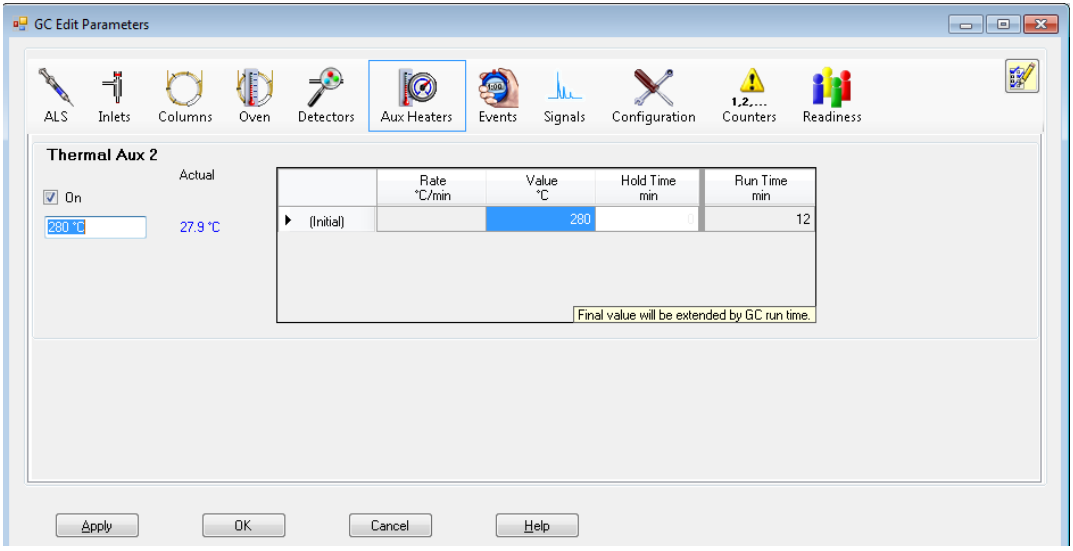
4 Haga clic en **Close** para salir del cuadro de diálogo. Si se han efectuado cambios en los parámetros, se mostrará el cuadro de diálogo **Save MS Tune File**. Haga clic en **OK** para guardar los cambios en el mismo archivo, o bien, escriba un nuevo nombre de archivo y haga clic **OK**. Haga clic 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 estándar es 280 °C y los límites son 0 °C and 350 °C. Si el valor es inferior a la temperatura ambiente, el calentador de la interfase se apagará.

PRECAUCIÓN

Asegúrese de que el gas portador está abierto y de purgar de aire la columna antes de calentar la interfase GC/MS o el horno del GC.

Al establecer la temperatura de la interfase GC/MSD, no exceda nunca la temperatura máxima 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.

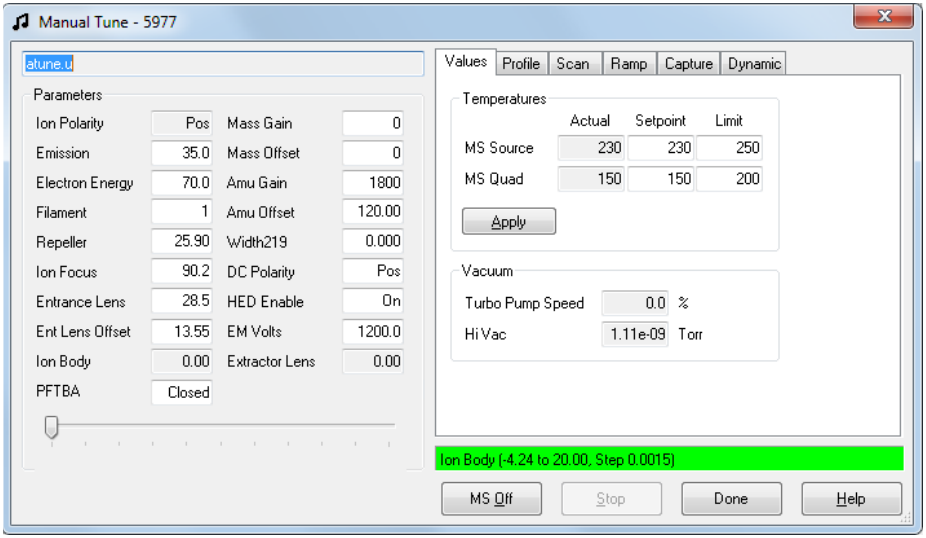
Supervisar la presión de alto vacío

Para supervisar la presión es necesario un medidor opcional de vacío microiónico G3397A.

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 "Medidas de seguridad para el hidrógeno" 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 modo EI" en la pagina 92).
2. En la ventana Tune and Vacuum Control, seleccione **Turn Vacuum Gauge on/off** en el menú **Vacuum**.
3. Seleccione **Manual Tune** en el menú **Parameters** para visualizar el cuadro de diálogo Manual Tune.
4. Seleccione la ficha **Values** para visualizar la lectura del alto vacío.



El elemento que mayor influencia puede ejercer en el ajuste de la presión en el modo EI es el flujo del gas portador (columna). La Tabla 13 contiene una lista de valores de presión estándar para varios flujos de gas portador helio. Estos valores de presión son aproximados y pueden variar de un instrumento a otro un 30% como máximo.

Tabla 13 Lectura del medidor de vacío microiónico

Velocidad de flujo en columna, mL/min	Lectura del medidor, Torr Bomba turbo de *alto rendimiento*	Lectura del medidor, Torr Bomba turbo *estándar*	Lectura del medidor, Torr Bomba *de difusión*	Lectura delantera, Torr Bomba *de difusión*
0.5	3,18E–06	1,3E–05	2,18E–05	34.7
0.7	4,42E–06	1.83E–05	2.59E–05	39.4
1	6.26E–06	2.61E–05	3.66E–05	52.86
1.2	7.33E–06	3.11E–05	4.46E–05	60.866
2	1.24E–05	5.25E–05	7.33E–06	91.784
3	1.86E–05	8.01E–05	1.13E–04	125.76
4	2.48E–05			
6	3.75E–05			

Si los valores de presión son considerablemente más altos que los que aparecen en la lista, consulte la ayuda en línea del software de MassHunter Data Acquisition para obtener más información sobre cómo solucionar fugas de aire y otros problemas de vacío.

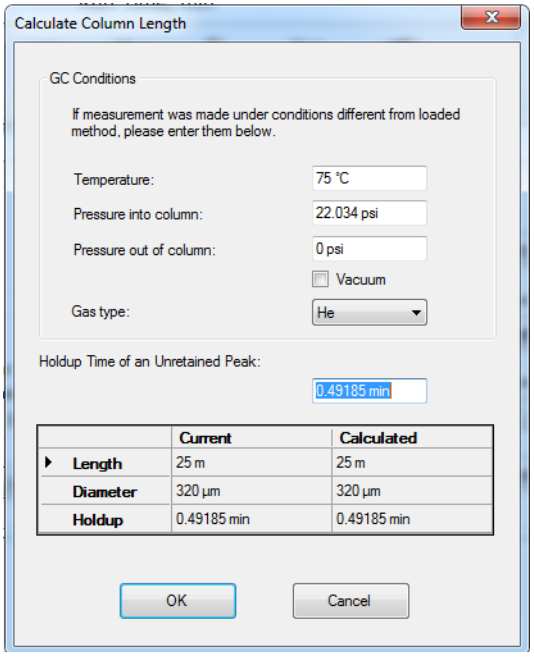
En la ventana Instrument Control puede configurar un monitor MS para visualizar las lecturas de vacío. También puede ver las lecturas de vacío en el LCP o en la pantalla de sintonización manual.

Calibrar la velocidad lineal del flujo de columna

Las columnas capilares deben calibrarse antes de ser utilizadas con el MS.

Procedimiento

1. Establezca la adquisición de datos para la inyección manual sin fraccionamiento y configure una representación en tiempo real para supervisar *m/z* 28.
2. Pulse **[Prep Run]** en el teclado del CG.
3. Inyecte 1 µL de aire en la entrada del GC y pulse **[Start Run]**.
4. Espere hasta que un pico eluya a *m/z* 28. Anote el tiempo de retención.
5. En la ventana **Instrument Control**, seleccione **GC Parameters** en el menú **Instrument**.
6. Seleccione la ficha **Configuration** y, a continuación, seleccione **Columns**.
7. Seleccione la columna instalada en 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** en la sección **If unretained peak holdup time is known** para visualizar el cuadro de diálogo **Calculate Column Length**.



10 Compruebe que los parámetros enumerados (temperatura, presión de entrada y salida, y tipo de gas) sean lo que se utilizan en el método para determinar el tiempo de retención. Cambie los parámetros que sean distintos a los que se utilizan en el método.

11 Introduzca el tiempo de retención grabado en el campo **Holdup Time**. Mueva el cursor a otro campo de parámetro y aparecerá la longitud de la columna calibrada.

12 Haga clic en **OK** para guardar los cambios y cerrar el cuadro de diálogo.

13 Haga clic en **OK** 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

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

donde:

L = Longitud de la columna en metros

t = Tiempo de retención en segundos

Cálculo del flujo volumétrico

$$\textit{Flujo volumétrico (mL/min)} = \frac{0.785\ D^2\ L}{t}$$

donde:

D = Diámetro interno de la columna en milímetros

L = Longitud de la columna en metros

t = Tiempo de retención en minutos.

Sintonizar el MSD en modo EI

También puede utilizar el Panel de control local para ejecutar la sintonización automática cargada actualmente en MassHunter. Consulte la sección "Hacer funcionar el MSD desde el LCP" en la pagina 50.

Procedimiento

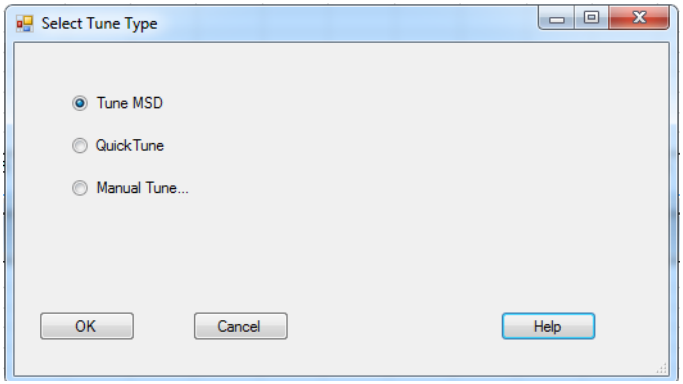
1 Cargue el método que usará para la adquisición de los datos.

2 En la ventana Instrument Control, verifique que el archivo de sintonización correcto aparezca en la barra de título. En la mayoría de las aplicaciones, ATUNE.U (**Autotune**) produce buenos resultados. STUNE.U (**Standard Tune**) no se recomienda ya que puede reducir la sensibilidad.

3 Para seleccionar otro archivo de sintonización, seleccione **MS Tune File** en el menú **Instrument** para visualizar el cuadro de diálogo **Select Tune File**. En el área **Settings** se mostrarán los parámetros correspondientes al archivo de sintonización seleccionado.

   El archivo de sintonización debe coincidir con el tipo de fuente de iones del analizador. Si utiliza una fuente de iones EI, seleccione un archivo de sintonización creado para una fuente iónica EI.

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



5 Seleccione **Tune MSD** para realizar una sintonización automática completa, o bien, **Quick Tune** para ajustar la anchura de pico, la asignación de masa y la abundancia sin cambiar los índices iónicos.

6 Haga clic en **OK** para cerrar este cuadro de diálogo y comenzar con la sintonización. Si las temperaturas del MSD no son estables, se le solicitará que espere o que cancele la espera haciendo clic en **Override**.

7 Espere a que la sintonización termine y a que se genere el informe.

8 Para evaluar los resultados de la sintonización, seleccione **Evaluate Tune** en el menú **Checkout**.

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

Para sintonizar manualmente el MSD o para realizar sintonizaciones automáticas especiales, seleccione la ventana **Tune and Vacuum Control** en el menú **View**. Para obtener información adicional sobre la sintonización, consulte los manuales y la ayuda en línea que se proporciona con el software de MassHunter Data Acquisition.

Comprobar el rendimiento del sistema

Materiales necesarios

- Muestra de 1 pg/µL (0,001 ppm) de OFN (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 a continuación seleccione **Evaluate Tune** en el 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 µL de OFN, bien mediante el ALS o manualmente.
2. En la ventana Instrument Control, seleccione **Sensitivity Check** en el menú **Checkout**. El sistema le mostrará un recordatorio de **alerta** sobre la resolución del método OFN_SN y la colocación de la muestra OFN en un vial en la posición 1 al configurar un ALS.
3. Si es necesario, resuelva el hardware con este método y coloque la muestra en el vial en la posición 1.
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.

Comprobación de alta masa (MSD de la serie 5975)

Materiales necesarios

- Muestra de calibración FHT (5188-5357)

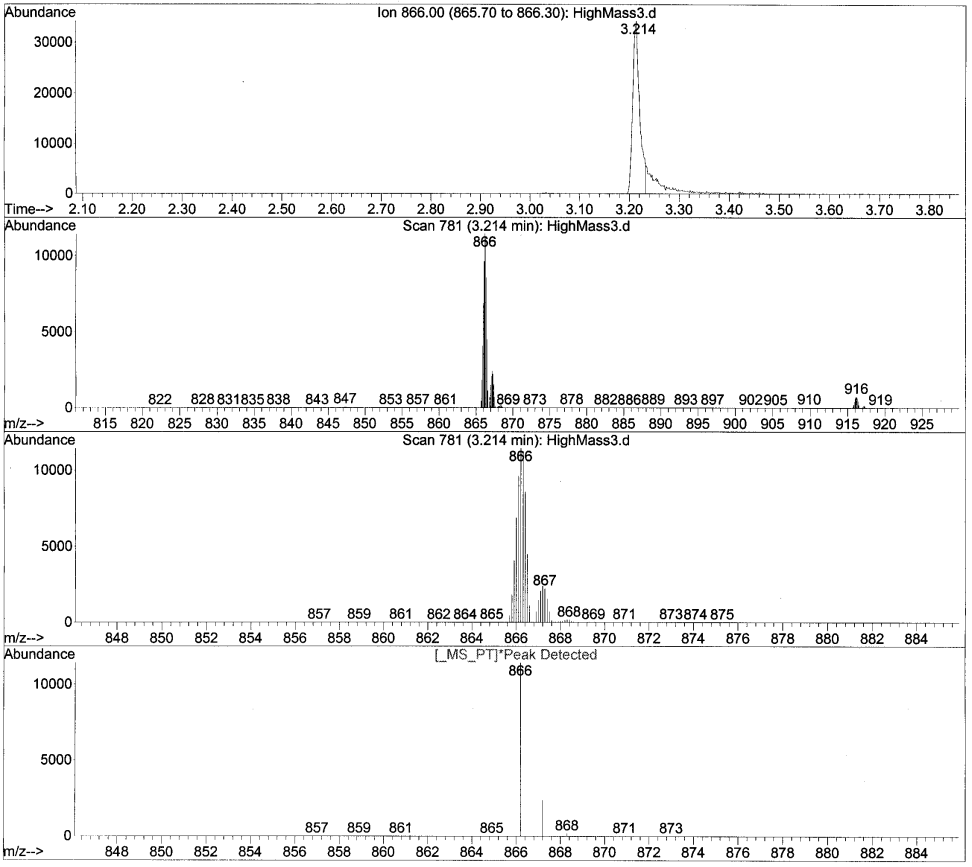
Procedimiento

1. Cargue el archivo de sintonización ATUNE.U y sintonice automáticamente el MSD. Consulte la sección "Sintonizar el MSD en modo EI" en la pagina 74.
2. Resuelva el método PFHT.M en x\5975\PFHT.M donde x es el número de instrumento utilizado.
3. Actualice y guarde el método.
4. Cargue la muestra de calibración FHT 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 13.

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 13 Informe PFHT de alta masa

Los resultados indicarán la cantidad recomendada para ajustar la desviación de la UMA para alta masa. Si los resultados sólo difieren en 5 unidades de la cantidad deseada, no será 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 ficha **Dynamic** y, a continuación, haga clic en la subficha **Amu Offset**.
4. Seleccione la casilla **Enable This Lens**.
5. Introduzca el **voltaje (V)**de la desviación dinámica recomendada y haga clic en **OK.**
6. Haga clic en **Save** para guardar la **desviación de UMA** dinámica para la 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.

   Cada vez que se ejecute ATUNE.U se sobrescribirá la **desviación de UMA** dinámica introducida. Por este motivo, se recomienda cambiar el nombre de la sintonización.
7. Haga clic en **Done** para cerrar el cuadro de diálogo Manual Tune.
8. Cargue el archivo PFHT.M, luego el archivo de sintonización guardado y después 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.

Extraer las cubiertas del MSD

Materiales necesarios

- Destornillador, Torx T-15 (8710-1622)

Si necesita extraer alguna de las cubiertas del MSD, siga el procedimiento indicado a continuación (Figura 14):

Para extraer la cubierta superior del analizador



Extraiga los 5 tornillos y levante la cubierta.

Para extraer la cubierta de la ventana de vista del analizador



1 Presione la parte redondeada situada en la parte superior de la cubierta de la ventana.

2 Separe la ventana del MSD, tirando de ella hacia adelante.

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

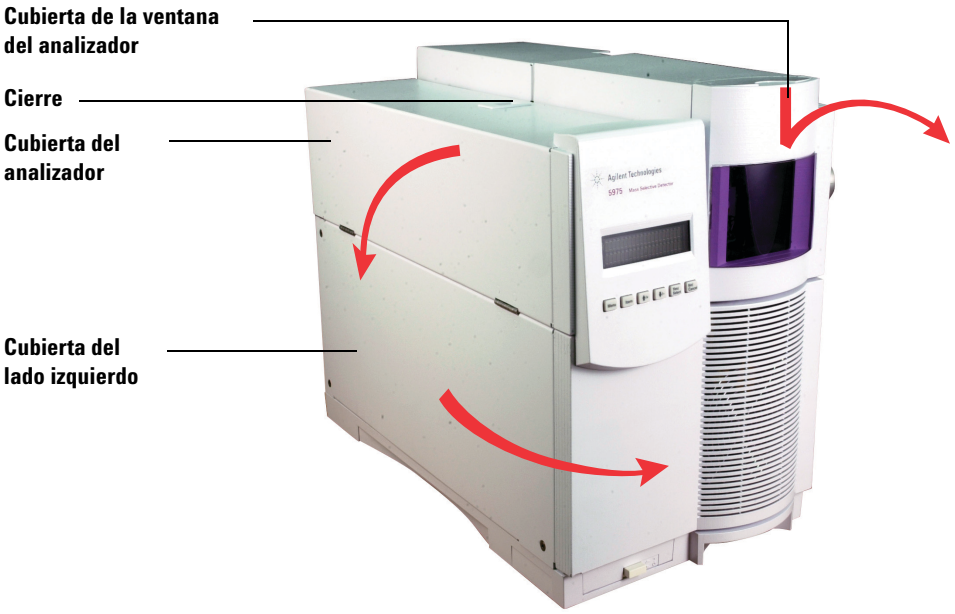


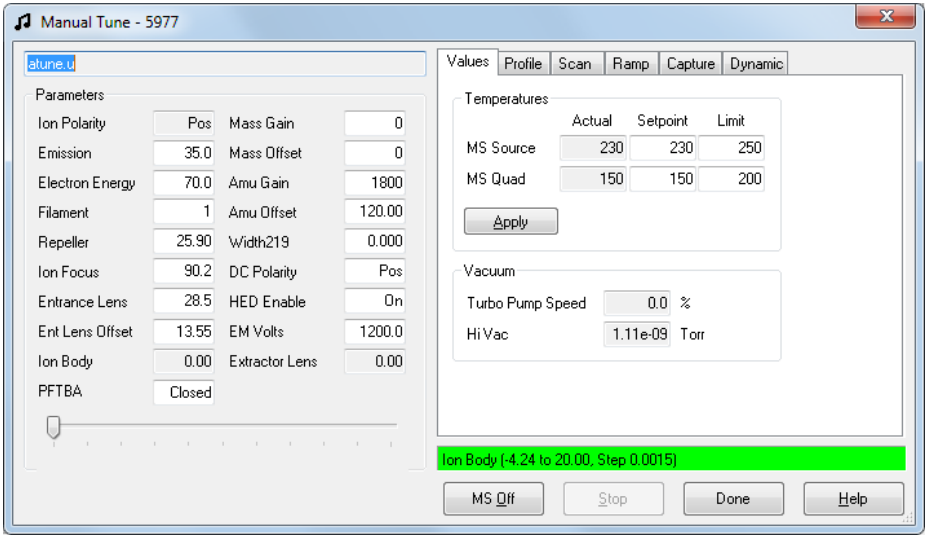
Figura 14 Extracción de cubiertas

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

Para purgar el MSD

Procedimiento

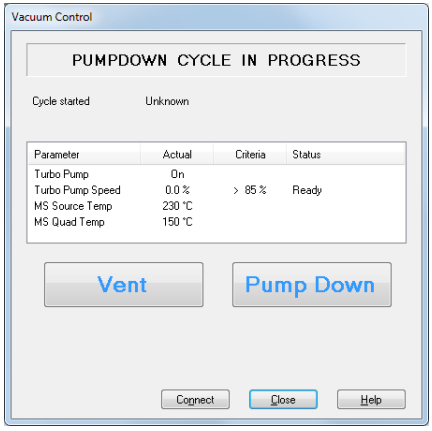
1. En la ventana Instrument Control, seleccione **GC Parameters** en el menú **Instrument** para visualizar el cuadro de diálogo **Manual Tune**. Seleccione **Oven** y ajuste la temperatura del horno a temperatura ambiente. También seleccione **Oven, Thermal Aux (MSD Transfer line and Inlet)** y establezca dichas temperaturas a temperatura ambiente. Haga clic en **OK** para cerrar el cuadro de diálogo y enviar esta temperatura al GC.
2. En la ventana Instrument Control, seleccione **Edit Tune Parameters** en el menú **Instrument** para visualizar el cuadro de diálogo **Manual Tune**.
3. Seleccione la ficha **Values**, establezca las temperaturas de MS Source y MS Quad a temperatura ambiente y haga clic en **Apply** para descargar esta configuración en el MSD.



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 "Medidas de seguridad para el hidrógeno" antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.**

PRECAUCIÓN Asegúrese de que el horno del GC y la interfase GC/MSD están fríos antes de cerrar el flujo del gas portador para evitar daños a la columna.

4 En el cuadro de diálogo **Manual Tune**, seleccione la ficha **Vacuum Control**.



5 Extraiga la cubierta de la ventana del analizador (consulte "Extraer las cubiertas del MSD" en la pagina 80).

6 Haga clic en **Vent** para iniciar el corte automático del MSD. Siga las instrucciones indicadas.

7 Cuando se le indique, gire el botón de la válvula de purga en sentido contrario a las agujas del reloj *sólo* 3/4 del recorrido o hasta que oiga el sonido silbante del aire fluyendo en el interior de la cámara del analizador.

8 Extraiga la cubierta de la ventana del analizador (página 80)

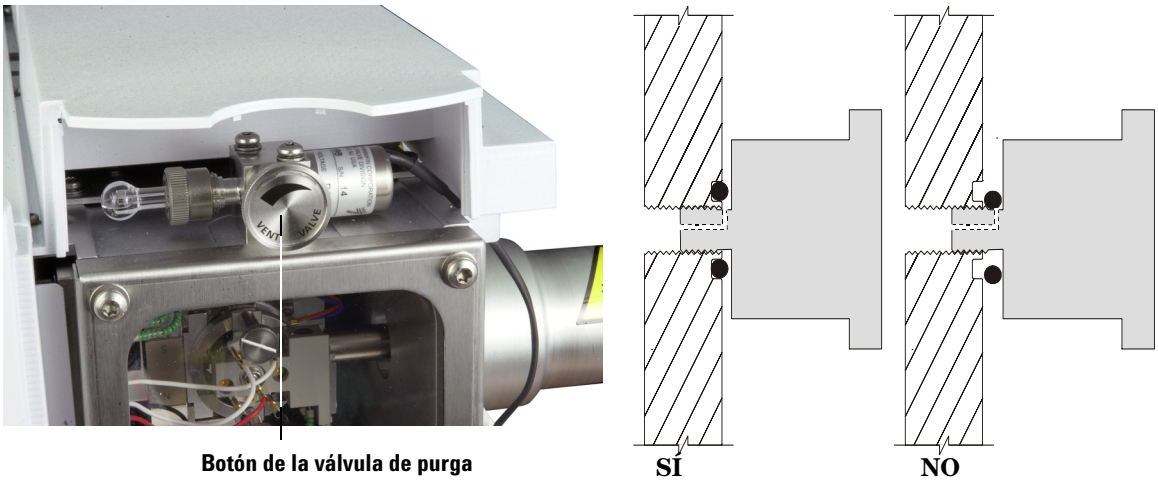


Figura 15 Purgar el MSD

No gire demasiado el botón dado que la arandela puede salirse de la ranura. Asegúrese de volver a apretar el botón antes del bombeo.

Para abrir la cámara del analizador

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 lateral y pueden dañar piezas importantes. Utilice una muñequera antiestática con toma de tierra y tome precauciones antiestáticas adicionales (consulte la página 133) antes de abrir la cámara del analizador.

Procedimiento



1 Purgue el MSD (página 82).

2 Desconecte el cable de control de la placa lateral y el cable de alimentación de la placa lateral.

3 Afloje los tornillos de la placa lateral (Figura 16) si están apretados.

El tornillo de la placa trasera debe estar flojo durante el uso normal. Sólo se debe apretar para el traslado del aparato. El tornillo de la placa delantera sólo debe apretarse para la ionización química (CI) o en caso de que se utilice hidrógeno u otras sustancias inflamables o tóxicas como gas portador.

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

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

ADVERTENCIA **El analizador, la interfase GC/MSD 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.

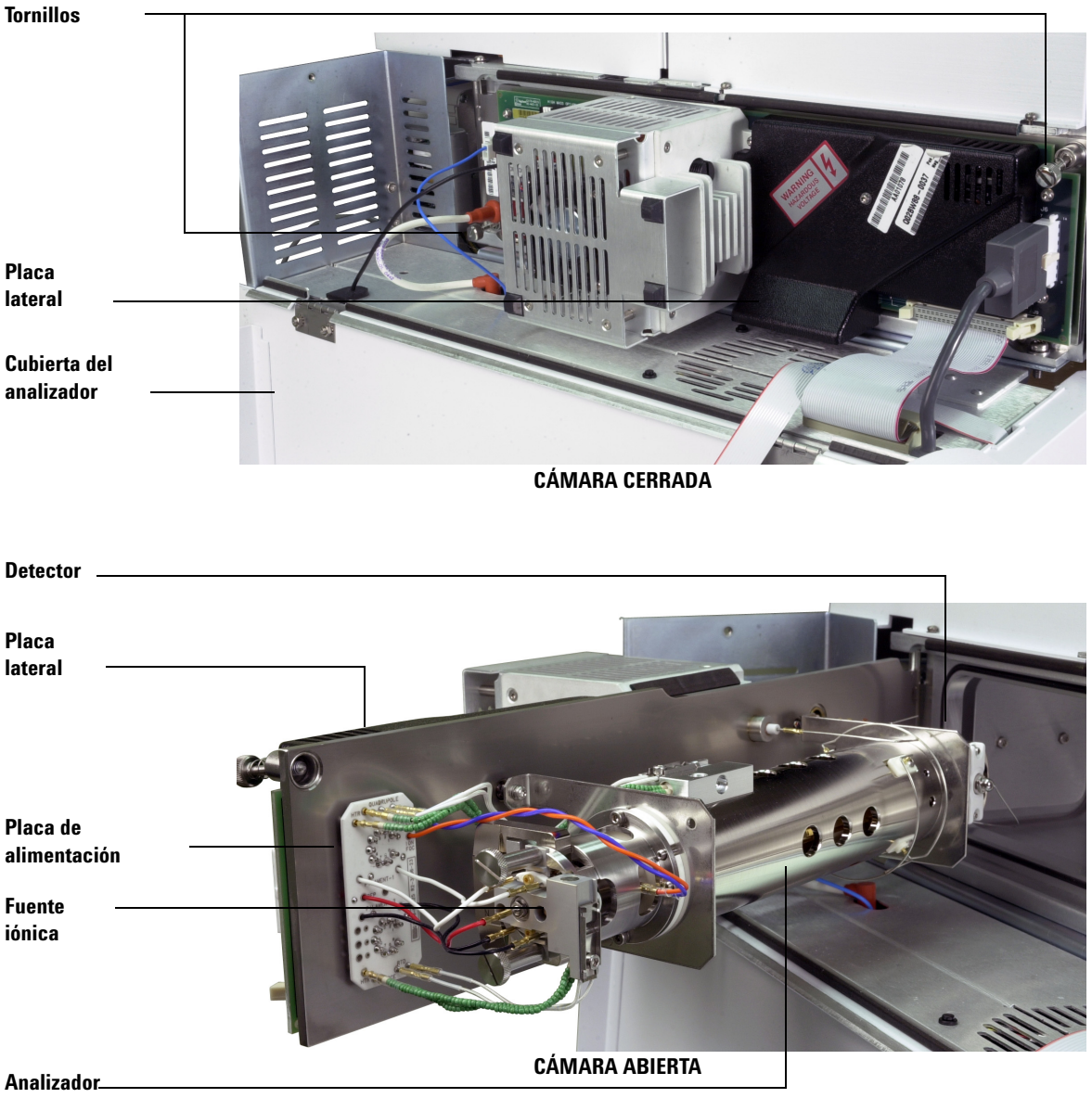


Figura 16 Cámara del analizador

Para cerrar la cámara del analizador

Materiales necesarios

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

Procedimiento

1 Asegúrese de que todos los cables eléctricos del analizador interno están ajustados correctamente. Las fuentes de CI y EI llevan el mismo cableado.

Consulte la Tabla 14 para leer una descripción del cableado y la Figura 17 y la Figura 18 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 14 Cableado del analizador

Descripción del cable	Fijado a	Conecta con
Verde perlado (2)	Calentador del quad	Placa superior izquierda (HTR)
Blanco con cubierta trenzada (2)	Sensor del quad	Placa superior (RTD)
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 (ENT LENS)	Lente de entrada
Verde perlado (2)	Calentador de fuente de iones	Placa inferior izquierda (HTR)
Blanco (2)	Sensor de la fuente de iones	Placa inferior (RTD)

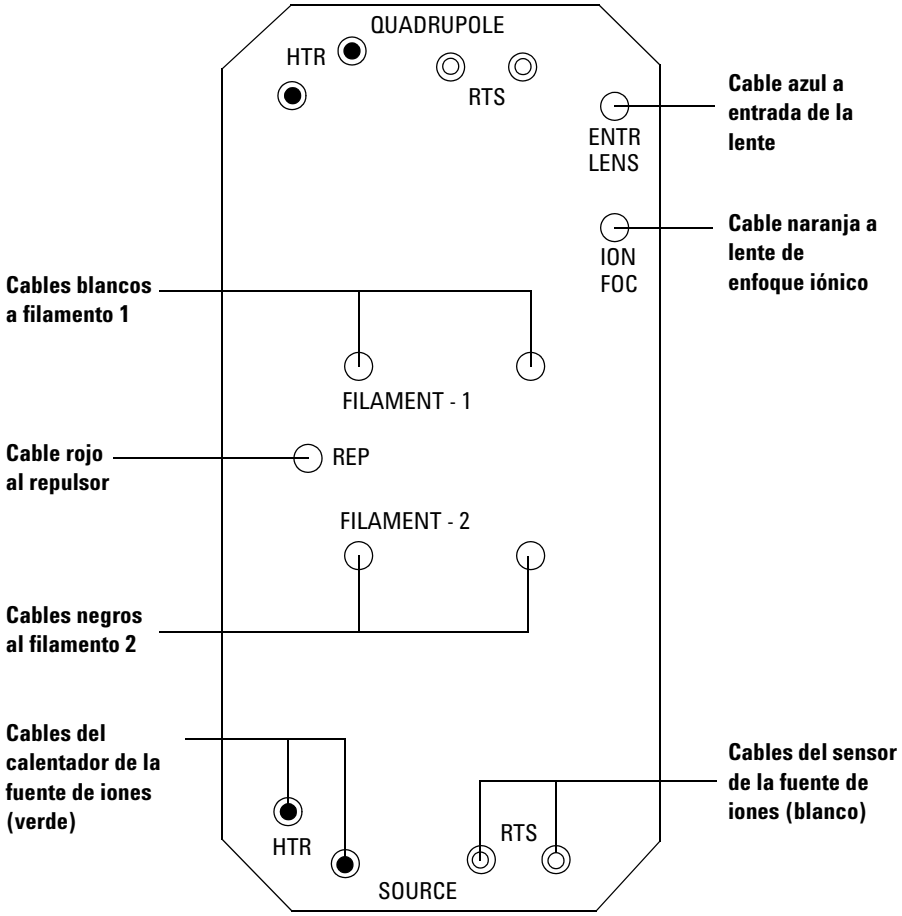


Figura 17 Cableado de la placa de alimentación

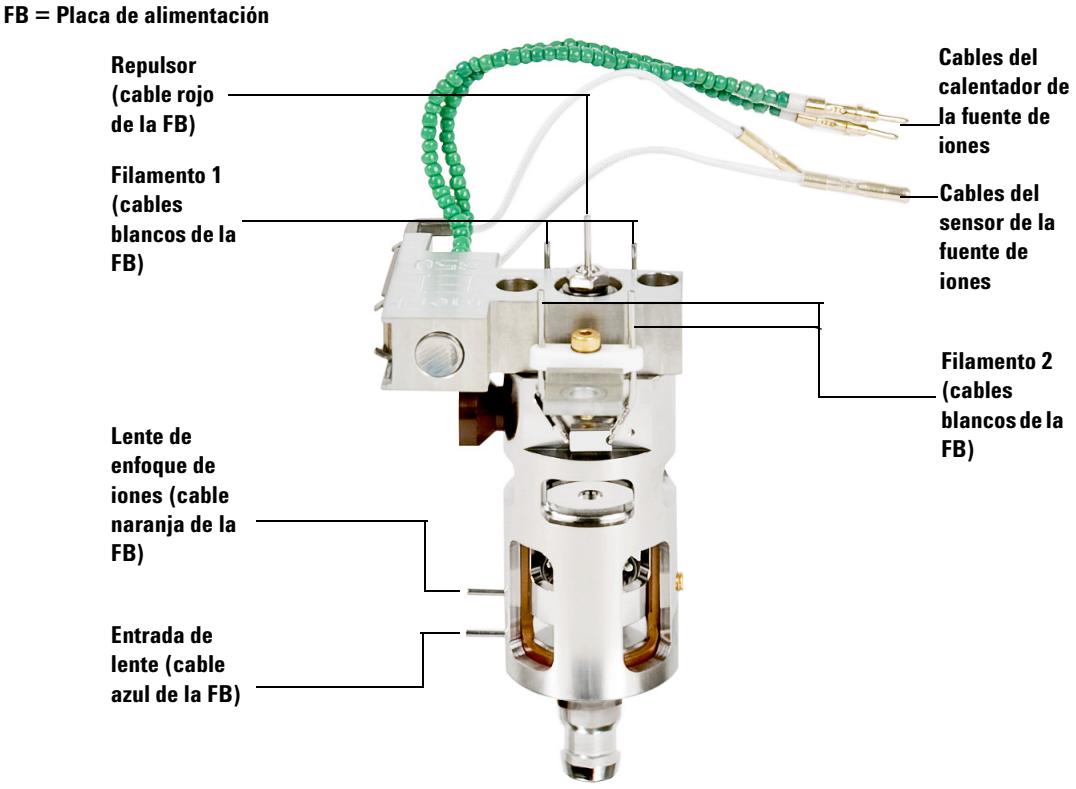


Figura 18 Cableado de la fuente de iones

2 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 resolución de problemas y mantenimiento del MSD serie 5975 para ver las instrucciones sobre lubricación).

3 Cierre la placa lateral.

4 Conecte de nuevo el cable de control de la placa lateral y el cable de alimentación a la placa lateral.

5 Compruebe que la válvula de purga está cerrada.

6 Bombee el MSD (página 92).

7 Si está en modo CI o está utilizando hidrógeno u otra sustancia inflamable o tóxica como gas portador, apriete *con cuidado* el tornillo de la placa delantera con la mano.

ADVERTENCIA **El tornillo delantero debe estar apretado si se va a utilizar el modo CI o 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.

8 Cuando el MSD haya bombeado, cierre la tapa del analizador.

Bombear el MSD en modo EI

También puede utilizar el Panel de control local para llevar a cabo esta tarea. Consulte la sección "Hacer funcionar el MSD desde el LCP" en la pagina 50.

ADVERTENCIA **Antes de comenzar el bombeo, compruebe que el MSD cumple todas las condiciones enumeradas en la introducción de este capítulo (página 57). 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 "Medidas de seguridad para el hidrógeno" antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.**

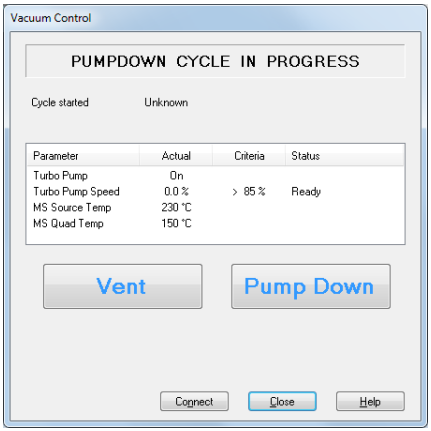
Procedimiento



1. Extraiga la cubierta de la ventana del analizador (consulte "Extraer las cubiertas del MSD" en la pagina 80).
2. Cierra la válvula de purga girando el botón hacia la derecha.
3. Conecte el cable de alimentación al MSD.
4. Pulse el botón de encendido situado en la parte delantera 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 1 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 MassHunter Data Analysis.
7. En la ventana Instrument Control, seleccione **Edit Tune Parameters** en el menú **Instrument** para visualizar el cuadro de diálogo **Manual Tune**.

8 En el cuadro de diálogo **Manual Tune**, seleccione la ficha **Vacuum Control**.



9 Seleccione **Pump Down** en la ficha **Vacuum** 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 (quad). Los valores de temperatura se almacenan en el fichero de autosintonía (*.u) actual.

11 Tras mostrarse el mensaje **Okay to run**, espere 2 horas para que el MSD alcance un equilibrio térmico. Los datos adquiridos antes de que el MSD haya alcanzado el equilibrio térmico podrían no ser reproducibles.

Trasladar o guardar 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 (página 82).
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 5975).
5. Desconecte el cable del calentador de la interfase del GC/MSD del GC.
6. Instale la tuerca de la interfase con la férrula ciega.
7. Abra la tapa del analizador (página 80).
8. Apriete con la mano los tornillos de la placa lateral (Figura 19).

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.

9. Conecte el cable de alimentación del MSD.
10. 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 alrededor de ~1 Torr.
11. Apague el MSD.
12. Cierre la tapa del analizador.
13. Desconecte los cables LAN, remoto y de alimentación.

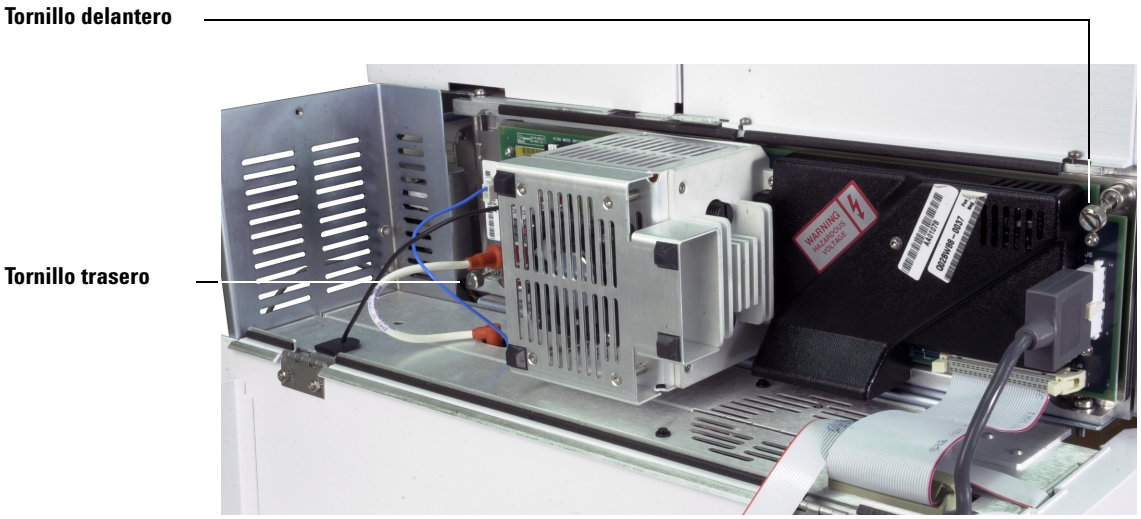


Figura 19 Tornillos de la placa lateral

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 dé instrucciones sobre cómo debe empaquetar y enviar el MSD.

Para fijar la temperatura de la interfase del GC.

Si lo desea, puede fijar la temperatura de la interfase directamente en el GC. En los modelos Agilent 7890A y 6890, fije la temperatura del Aux #2. En el 6850, utilice el controlador manual opcional para fijar la temperatura térmica auxiliar. Para obtener más detalles, consulte la documentación del usuario del GC.

PRECAUCIÓN No exceda nunca la temperatura máxima de la columna.

PRECAUCIÓN Asegúrese de que el gas portador está abierto y de purgar de aire la columna antes de calentar la interfase GC/MSD o el horno del GC.

Si desea que el nuevo valor forme parte del método actual, haga clic en **Save** en el menú Method. De lo contrario, cuando cargue un método, todos los valores de dicho método sustituirán a los establecidos mediante el teclado del GC.

4 Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)

Instrucciones generales 98
Interfase GC/MSD CI 99
Funcionamiento del MSD CI 101
Cambiar de la fuente EI a la fuente CI 102
Bombear el MSD en modo CI 103
Configurar el software para el funcionamiento de CI 104
Funcionamiento del módulo de control del flujo de gas reactivo 106
Configurar el flujo de gas reactivo metano 110
Uso de otros gases reactivos 113
Cambiar de la fuente de CI a la fuente de EI 117
Sintonización automática de CI 118
Realizar una sintonización automática de PCI (sólo metano) 120
Realizar una sintonización automática de NCI (gas reactivo metano) 122
Comprobar el rendimiento de PCI 124
Comprobar el rendimiento de NCI 125
Supervisar la presión de alto vacío 126

En este capítulo se ofrece información e instrucciones de funcionamiento de los MSD CI serie 5975 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 que se utilice) 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. Véase "Comprobar el rendimiento del sistema" .
- 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.

Interfase GC/MSD CI

La interfase GC/MSD CI (Figura 20) 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, y tiene una cubierta protectora que debe mantenerse en su lugar.

Un extremo de la interfase pasa por el lateral del GC y llega hasta el horno. Está roscado para permitir la conexión de la columna con una tuerca y una férrula. El otro extremo de la interfase se ajusta en la fuente de iones. Los últimos 1 o 2 milímetros 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 con resorte impide la fuga de los gases reactivos alrededor de 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 nº 2 calentada del GC es la que hace funcionar el calentador. La temperatura de la interfase se puede establecer desde MassHunter Data Acquisition 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.

La interfase debería 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.

Consulte también

"Instalar una columna capilar en la interfase GC/MSD" .

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.**

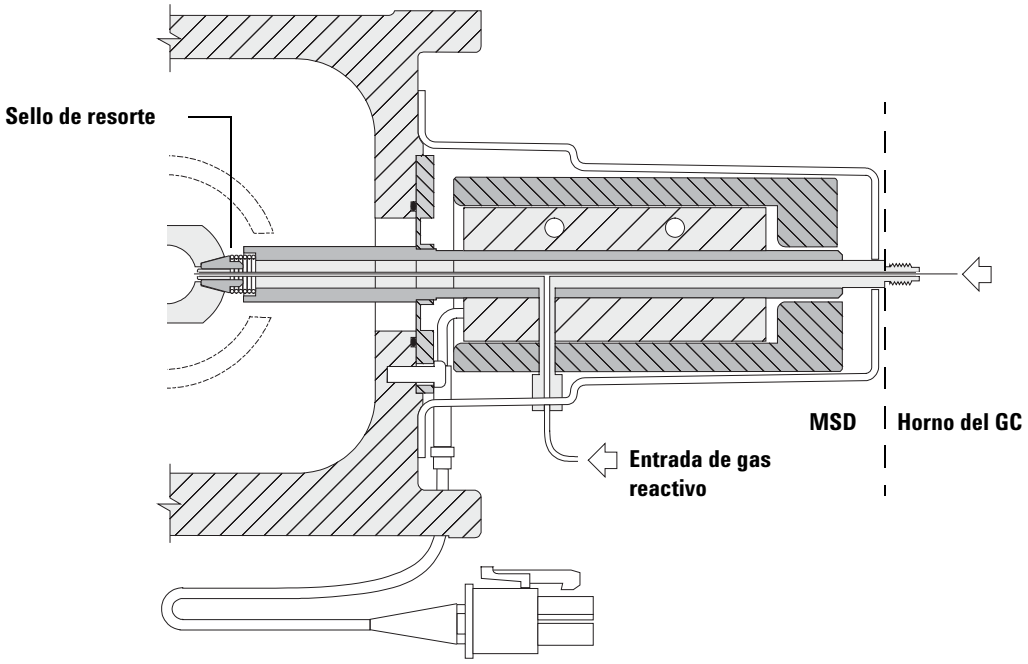


Figura 20 Interfase GC/MSD CI

Funcionamiento del MSD 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 15) y la energía de electrones deben optimizarse para el analito concreto.

Tabla 15 Temperatura para el funcionamiento de CI

	Fuente iónica	Cuadrupolo	Interfase GC/MSD
PCI	250 ° C	150 ° C	280 ° C
NCI	150 ° C	150 ° C	280 ° C

Poner en marcha el sistema en modo PCI

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

- Configurar el MSD con metano primero, incluso aunque se vaya a utilizar otro gas reactivo.
- Comprobar 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).
- Saber si se produce un fuga de aire masiva supervisando los iones en *m/z* 19 (agua protonada) y 32.
- Confirmar 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.

Cambiar de la fuente EI a la fuente 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. Véase página 82.
2. Abra el analizador.
3. Quite la fuente de iones EI. Véase página 142.

PRECAUCIÓN

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

4. Instale la fuente de iones de CI. Véase página 156.
5. Instale el sello de la punta de la interfase. Véase página 157.
6. Cierre el analizador.
7. Bombee el MSD. Véase página 103.

Bombear el MSD en modo CI

En este procedimiento se da por sentado que el instrumento en algún momento se sintonizará en PCI con metano una vez que el sistema presente estabilidad.

Procedimiento

1 Siga las instrucciones para el MSD EI. Véase "Bombear el MSD en modo EI" on page 88.

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 ficha **Values** para supervisar que la presión esté disminuyendo (debe estar instalada la opción de medición de alto vacío).

3 En el cuadro de diálogo **Manual Tune**, haga clic en la ficha **CI Gas** ; luego en el área **Valve Settings**, cierre **Gas Valve A**, **Gas Valve B** y **ShutOff Valve**.

4 Compruebe que **PCICH4.U**está cargada (en la esquina superior izquierda en el cuadro de diálogo **Manual Tune**) y haga clic en la ficha **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 GC/MSD en 280 °C.

6 Establezca **Gas A (methane)** en 20%.

7 Deje que el sistema se acondicione térmicamente y se purgue durante dos horas como mínimo. Si va a utilizar NCI para obtener una sensibilidad óptima, deje el MSD acondicionándose 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. En la ventana **Tune and Vacuum Control**, seleccione **Load Tune Parameters** en el menú **File** y cargue el archivo 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 16 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 definidos en Edit MS Parameters o con los que aparecen en el informe de sintonización.

Tabla 16 Límites de control de sintonización predeterminados, utilizados por la sintonización de CI únicamente.

Gas reactivo	Metano		Isobutano		Amoníaco	
Polaridad iónica	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa
Objetivo de abundancia	$1x10^6$	$1x10^6$	No	$1x10^6$	No	$1x10^6$
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 16:

- **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 anchura de pico** Unos valores de anchura 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.

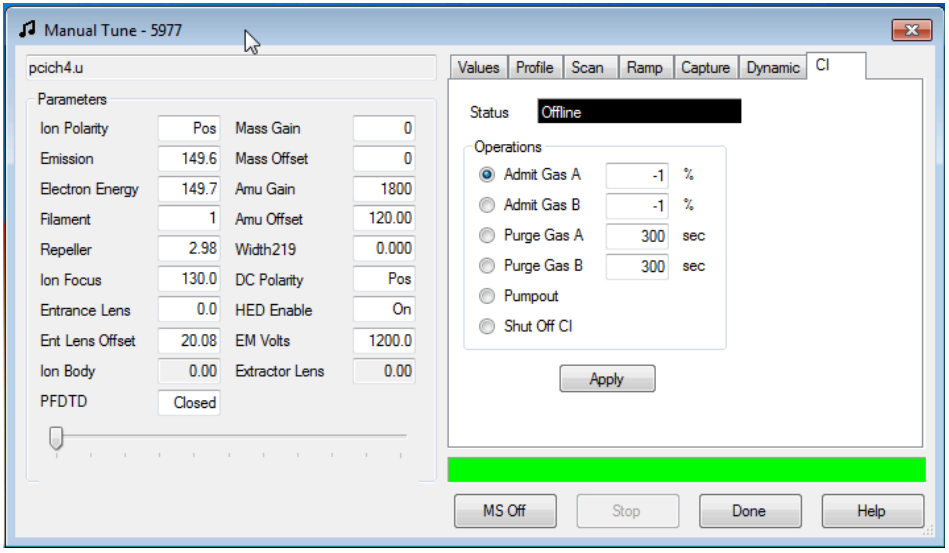
Funcionamiento del módulo de control del flujo de gas reactivo

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 continúa con la sintonización automática de CI y el MS presenta una fuga de aire o una gran cantidad de agua, se producirá una ***fuerte*** contaminación 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 ficha **CI Gas** para acceder a la configuración de los parámetros que controlan el flujo de gas CI.



2 En el área **Valve Settings**, seleccione un gas reactivo para el archivo de sintonización actual. Si selecciona **Gas A Valve** o **Gas B Valve**, se mostrará la válvula de gas **A** o **B** en el campo **Gas** y el nombre del gas en el campo **Gas Name**.

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 del flujo de gas reactivo en el campo **Flow**. Este valor se introduce como porcentaje del flujo máximo. El flujo recomendado es de 20% para una fuente PCI y de 40% para una fuente 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 para ese gas la última vez.

4 Para darle inicio al flujo de gas reactivo, seleccione **Shutoff Valve**.

El sistema apagará el flujo de gas existente y dejará la válvula de cierre (Figura 21) 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 del flujo de gas reactivo CI Figura 21 y Tabla 17) regula el flujo de gas reactivo para la interfase GC/MSD 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.

El panel posterior proporciona conexiones de entrada Swagelok para metano (**CH4**) y una entrada **OTHER** para 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. Suministro de gases reactivos de 25 to 30 psi (170 a 205 kPa).

La válvula de cierre evita la contaminación atmosférica del módulo de control de flujo mientras el MSD se purga o por PFTBA durante el funcionamiento EI. Los monitores del MSD reflejarán **Encendido** como **1** y **Apagado** como **0** (véase Tabla 17).

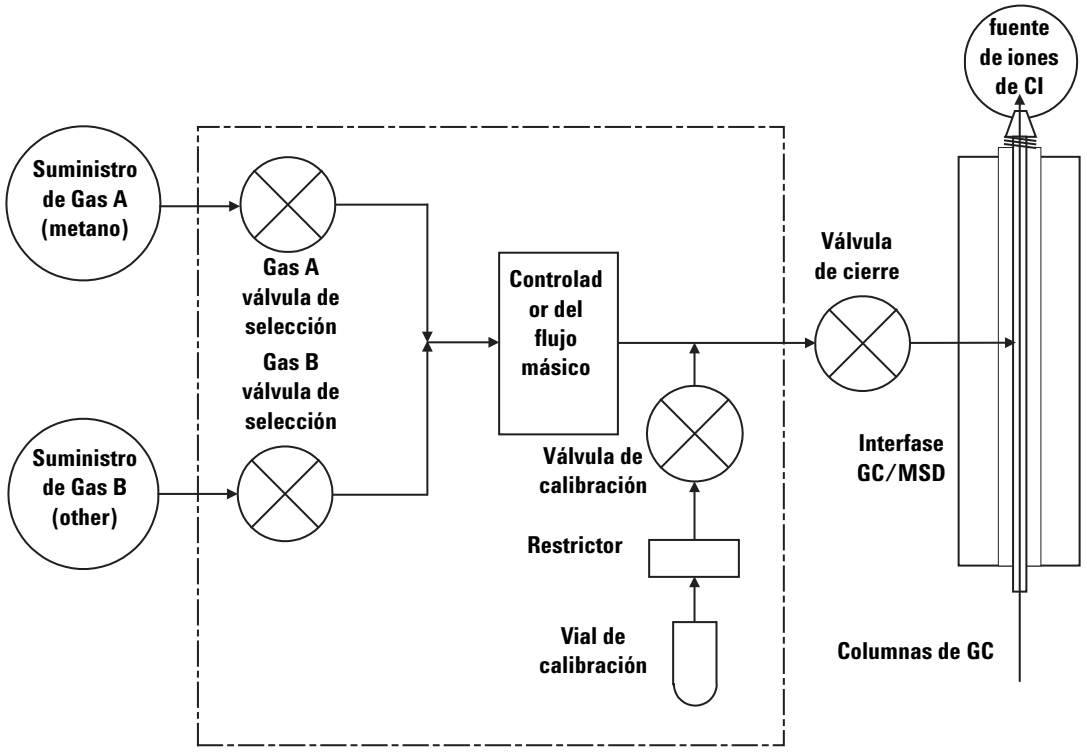


Figura 21 Esquema del módulo de control de flujo del gas reactivo

Tabla 17 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	Act. →valor	Act. →valor	Act. →100%	Act. → 100%	Act. → 100%	Desact. (→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.

Configurar el flujo de 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 EI, realice la sintonización automática estándar, guarde el informe y tome nota de la presión que aparece en el informe. Consulte la sección "Sintonizar el MSD en modo EI" on page 72.
2. Purgue el sistema. Consulte la sección "Purgar el MSD" on page 60.
3. Instale la fuente de CI. "Instalar la fuente iónica de CI" on page 173.
4. Bombee el sistema. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo CI" on page 103.
5. Espere a que la presión se acerque a la presión registrada previamente en la sintonización automática de EI. Consulte la sección "Supervisar la presión de alto vacío" on page 126.
6. Seleccione **Bake out MSD** en el menú **Execute** de la ventana Manual Tune para mostrar el cuadro de diálogo **Specify Bake Out parameters**. Establezca un tiempo mínimo de 2 horas, ajuste los demás parámetros y haga clic en **OK** para iniciar 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 continúa con la sintonización automática de CI y el MSD presenta una fuga de aire o una gran cantidad de agua, se producirá una ***fuerte*** contaminación de la fuente de iones. Si llega a suceder, deberá ***purgar el MSD*** y ***limpiar la fuente de iones***.

7 Seleccione **Methane Pretune** en el menú Setup y siga las indicaciones del sistema. Para obtener más información, consulte la ayuda en línea de MassHunter.

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 barrido de perfil de los iones reactivos.

- No debe haber ningún pico visible a *m/z* 32. Si lo hubiera, indicaría una fuga de aire. Antes de continuar, repare la fuga. 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 inferior al 50% del pico a *m/z* 17.

9 Cuando se le indique, haga clic en **OK** para realizar el ajuste del flujo de metano.

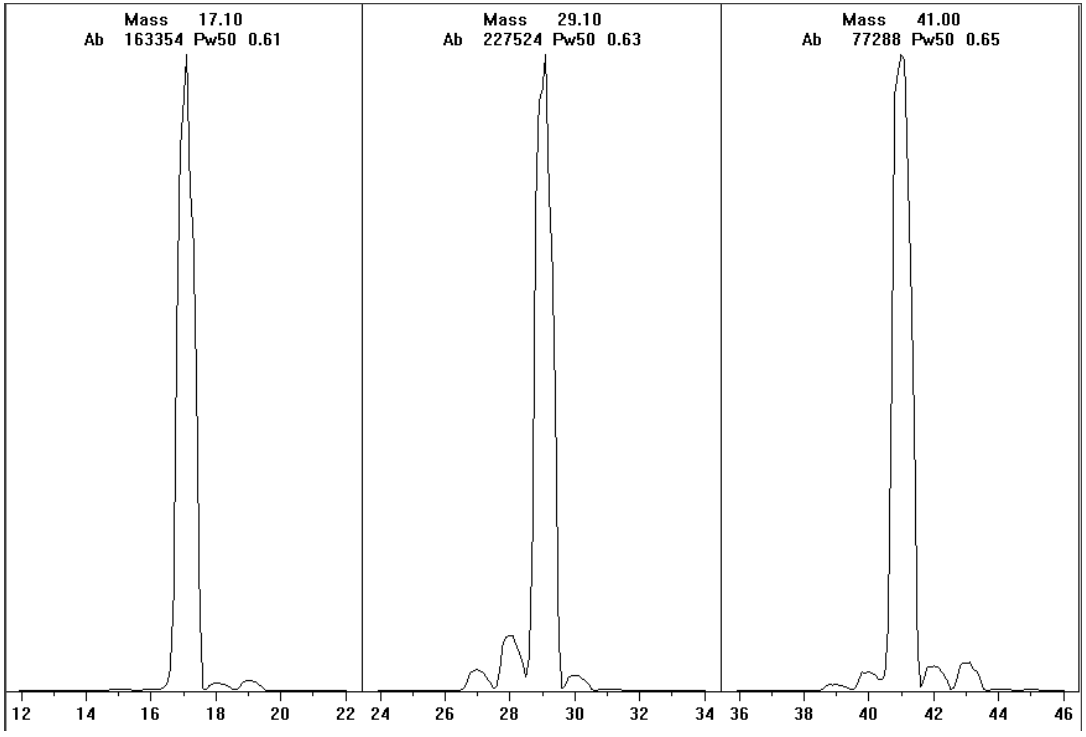


Figura 22 Barridos de iones reactivos

Presintonización de metano tras un día de acondicionamiento térmico

Observe la baja abundancia de *m/z* 19 y la ausencia de picos visibles a *m/z* 32. El MSD mostrará probablemente más agua al comienzo, pero la abundancia de *m/z* 19 debe ser inferior al 50% de *m/z* 17.

Uso de 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 5975 equipado con CI.

PRECAUCIÓN No utilizar 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. Las principales reacciones de ionización química que pueden producirse se describen en *Appendix A*, "Teoría de la ionización química". 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 18 para obtener detalles al respecto.

Tabla 18 Gases reactivos

Gas reactivo/modo	Masas de iones reactivos	PFDTD Iones de calibración	Iones de ajuste de flujo: Relación EI/PCI/NCI MSD Bomba turbo de alto rendimiento Flujo recomendado: 20% PCI 40% 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 de gas reactivo **negativo**. 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 en 40% para NCI y ajuste como sea preciso 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. Lleve a cabo una sintonización automática de CI Positiva estándar con metano y PFDTD. Consulte la sección "Realizar una sintonización automática de PCI (sólo metano)" on page 120.
2. En el menú **Tune** de la ventana Tune and Vacuum Control, haga clic en **Tune Wizard** y, cuando se le solicite, seleccione **Isobutane** o **Ammonia**. De este modo se cambiarán los menús para usar el gas seleccionado y para seleccionar los parámetros de sintonización predeterminados correctos.
3. Cuando se le indique, seleccione **Gas B** (puerto al que está conectado el isobutano o el amoníaco). Proceda según las indicaciones del Tune Wizard y establezca el flujo de gas en 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.

NOTAS

No olvide leer la siguiente nota de la aplicación: *Implementación del gas reactivo amoníaco para la ionización química en los MSD Agilent serie 5975 (5989-5170EN).*

PRECAUCIÓN El uso de amoníaco afecta a los requisitos de mantenimiento del MSD. Consulte "Mantenimiento de CI" 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 resolución de problemas y mantenimiento del MSD serie 5975).

PRECAUCIÓN Cuando se utiliza amoníaco durante 5 horas o más al día, la bomba delantera debe limpiarse con aire al menos durante 1 hora diaria, para reducir el daño en los sellos de la bomba. Purgue siempre el MSD con metano después de usar amoníaco.

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 frecuentemente como gas reactivo en la CI, pues presenta ventajas evidentes en cuanto a disponibilidad y seguridad.

Cambiar de la fuente de CI a la fuente de EI

Procedimiento

1. En la ventana Tune and Vacuum Control, purgue el MSD. Véase página 82. El software le solicitará que realice los pasos oportunos.
2. Abra el analizador.
3. Retire el sello de la punta de la interfase CI. Véase página 157.
4. Retire la fuente iónica de CI. Véase página 156.
5. Instale la fuente iónica de EI Véase página 150.
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. Bombee el MSD. Véase página 92.
8. Cargue el fichero de sintonización EI.

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 electroestáticas, 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. Véase página 133.

Sintonización automática de CI

Una vez ajustado el flujo del gas reactivo, deben sintonizarse las lentes y la electrónica del MSD (Tabla 19). Se utiliza como calibrante perfluoro-5,8-dimetil-3,6,9-trioxidodecano (PFDTD). En lugar de desbordar la cámara de vacío completamente, el PFDTD 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. Véase página 76. Configure siempre el MSD CI en modo PCI primero, incluso cuando vaya a utilizar el modo NCI.

Tabla 19 Configuración del gas reactivo

Gas reactivo	Metano		Isobutano		Amoníaco		EI
Polaridad iónica	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	No
Emisión	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	35 µA
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 ó 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 quad	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

Realizar una sintonización automática de PCI (sólo metano)

PRECAUCIÓN Compruebe siempre el rendimiento del MSD en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI. Véase página 76. 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 primero. Véase página 76.
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. Véase página 110.
5. En el menú Tune, haga clic en **CI Autotune**.

PRECAUCIÓN 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.

No hay ningún criterio para el rendimiento de sintonización. Si la sintonización automática finaliza, se aprueba (Figura 23). 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.

Una relación 19/29 muestra la abundancia de agua.

Una relación 32/29 muestra la abundancia de oxígeno.

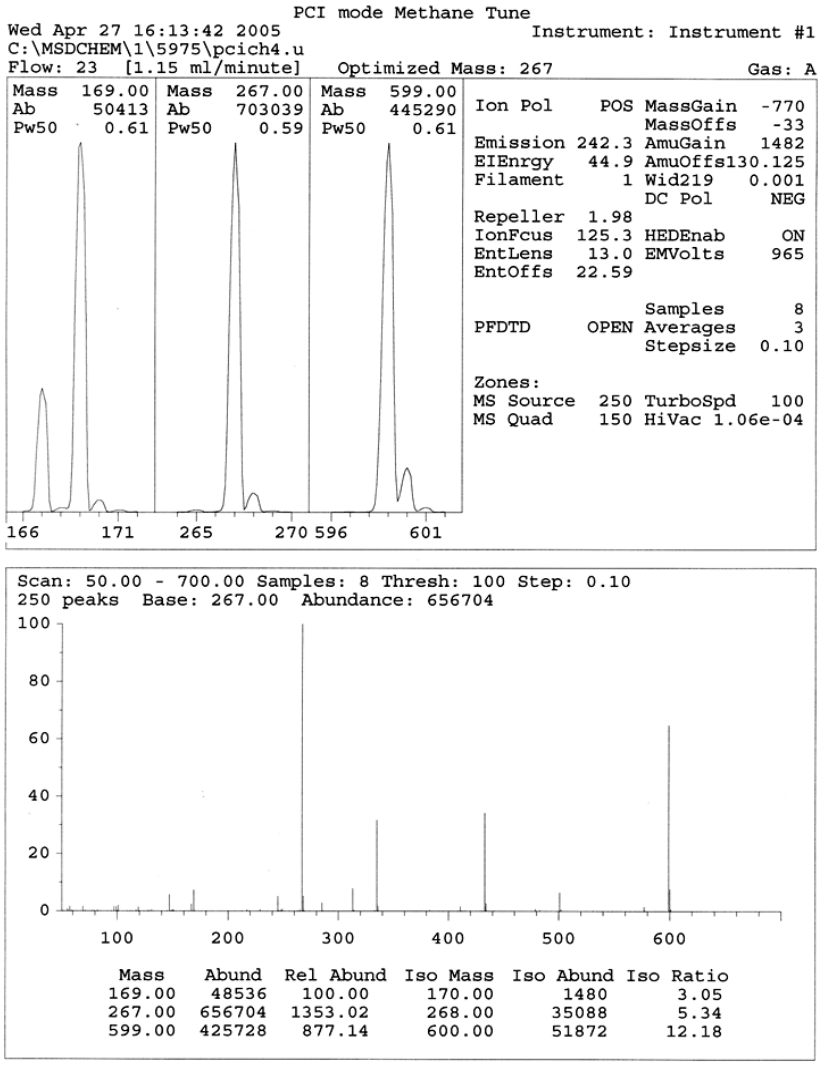


Figura 23 Sintonización automática de PCI

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. Véase página 76. 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 **PCICH4.U** (o un fichero de sintonización existente para el gas reactivo que esté utilizando).
2. En el menú Setup, haga clic en **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 la sintonización. Si la sintonización automática finaliza, se aprueba (Figura 24). 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.

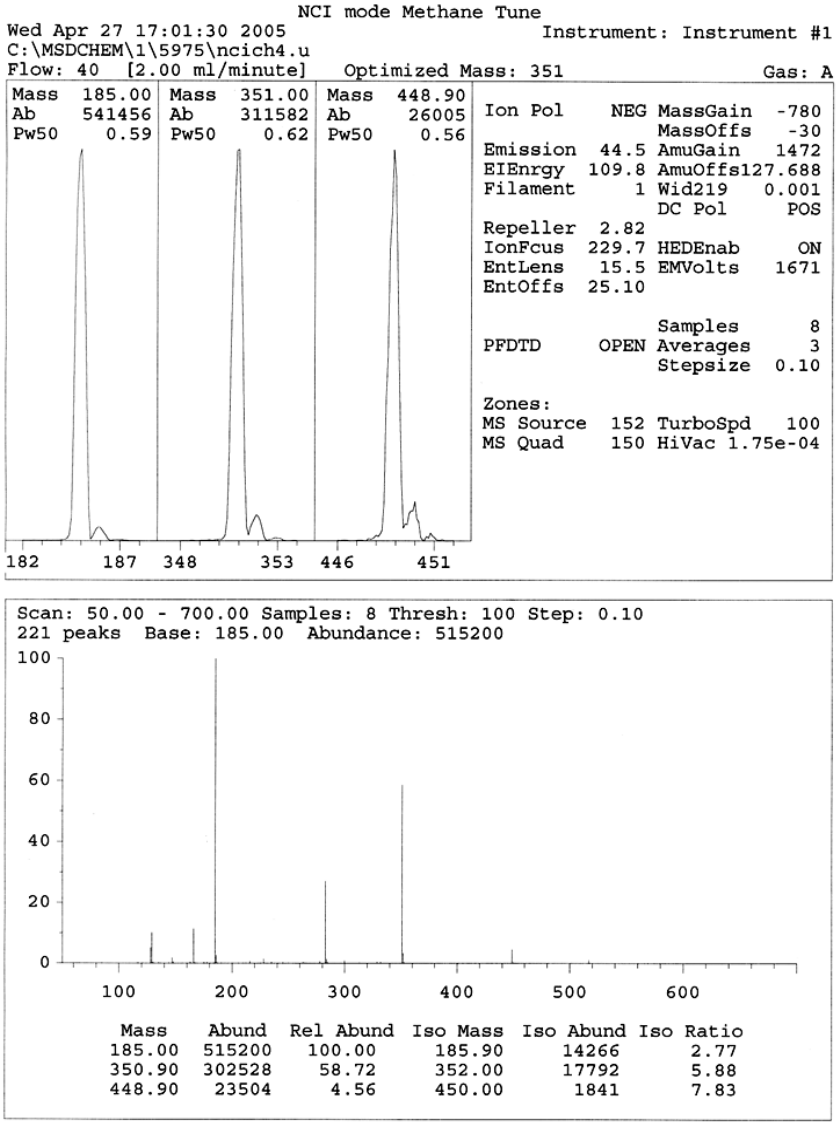


Figura 24 Sintonización automática de NCI

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. Véase página 76. 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 archivo 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. Véase página 118.
5. Ejecute la sintonización automática de CI. Véase página 118.
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 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. Véase página 76. 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. Véase página 122.

   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 usando 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 de alto vacío

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 "Medidas de seguridad para el hidrógeno" antes de hacer funcionar el MSD con gas portador hidrógeno.**

Procedimiento

1. Ponga en marcha y bombee el MSD. Véase página 103.
2. En las ventanas Tune y 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 en el MSD es superior a unos 8×10^{-3} Torr. El controlador del medidor se calibra para nitrógeno, pero todas las presiones enumeradas en este manual son para helio.

El elemento que más influencia ejerce en el ajuste de la presión es el flujo del gas portador (columna). La Tabla 20 contiene una lista de valores de presión estándar para varios flujos de gas portador helio. Estos valores de presión son aproximados y pueden variar de un instrumento a otro.

Lecturas de presión características

Use el medidor de vacío microiónico G3397A. 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 (Tabla 20). 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 quad	150 ° C
Temperatura de la interfase	280 ° C
Flujo del gas portador Helio	1 mL/min

Tabla 20 Lecturas de presión y de flujo

	Presión (Torr)	
	Metano	**Amoníaco**
MFC (%)	EI/PCI/NCI del MSD (bomba turbo de alto rendimiento)	EI/PCI/NCI del MSD (bomba turbo de alto rendimiento)
10	5.5×10^{-5}	5.0×10^{-5}
15	8.0×10^{-5}	7.0×10^{-5}
20	1.0×10^{-4}	8.5×10^{-5}
25	1.2×10^{-4}	1.0×10^{-4}
30	1.5×10^{-4}	1.2×10^{-4}
35	2.0×10^{-4}	1.5×10^{-4}
40	2.5×10^{-4}	2.0×10^{-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.

5 Mantenimiento general

Antes de comenzar 130
Mantenimiento del sistema de vacío 135
Para sustituir los fusibles principales 136
Retirar la fuente iónica EI 138
Desmontar la fuente de iones EI estándar o inerte 140
Limpiar la fuente de iones EI 142
Montar una fuente de iones EI estándar o inerte 145
Sustituir un filamento en una fuente EI 148
Reinstalar la fuente iónica EI 150
Reemplazar el cuerno del multiplicador de electrones 151

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.

Mantenimiento programado

Las tareas de mantenimiento habituales se enumeran en la Tabla 21. 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.

Tabla 21 Programa de mantenimiento

Tarea	Semanal	Cada 6 meses	Anual	Según necesidad
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
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 CI				X
Sustituir el suministro de gases para el GC				X

* Cada 3 meses para los MSD CI 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.

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:

- Interfase GC/MSD
- Piezas del analizador
- Bombas de vacío

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 un 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.**

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 (cuádruplo) que pueden llevar las descargas electrostáticas a los componentes sensibles de la tarjeta lateral. El daño producido por estas descargas no causará 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 cien por cien 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 21, 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)
- Limpiar con aire la bomba delantera (diariamente en un MSD que use amoníaco como gas reactivo)
- 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)
- Sustituir la bomba delantera seca (normalmente, cada 3 años)

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 en el manual *Resolución de problemas y mantenimiento del MSD serie 5975* y en la ayuda en línea incluida en el software de la ChemStation MSD los síntomas que indican que se precisa 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 *Resolución de problemas y mantenimiento del MSD serie 5975*.

La mayor parte de los procedimientos de este capítulo vienen ilustrados con pequeños vídeos en los discos de información y utilidades del instrumento para el usuario de equipos Agilent GC/GCMSD y 5975 Series MSD.

Para sustituir los fusibles principales

Materiales necesarios

- Fusible, T 12,5 A, 250 V (2110-1398) – 2 necesarios
- Destornillador, de hoja plana (8730-0002)

La causa más probable de fallo de los fusibles principales es un problema con la bomba delantera. Si los fusibles principales de su MSD fallan, compruebe la bomba delantera.

Procedimiento

1 Purgue el MSD y desconecte el cable de alimentación de la toma eléctrica.

Si uno de los fusibles principales ha fallado, el MSD ya estará apagado, pero por seguridad debería apagar el MSD y desconectar el cable de alimentación. No es necesario dejar que entre aire en la cámara del analizador.

ADVERTENCIA **Nunca sustituya los fusibles principales mientras el MSD está conectado a una fuente de alimentación.**

ADVERTENCIA **Si utiliza hidrógeno como gas portador del GC, un fallo de alimentación puede permitir que se acumule en la cámara del analizador. En ese caso, son necesarias más precauciones. Consulte "Medidas de seguridad para el hidrógeno" .**

2 Gire uno de los soportes del fusible (Figure 25 on page 137) en sentido contrario a las agujas del reloj hasta que se salga. Los soportes del fusible tienen resorte.

3 Extraiga el fusible antiguo del soporte del fusible.

4 Instale un fusible nuevo en el soporte del fusible.

5 Vuelva a instalar el soporte del fusible.

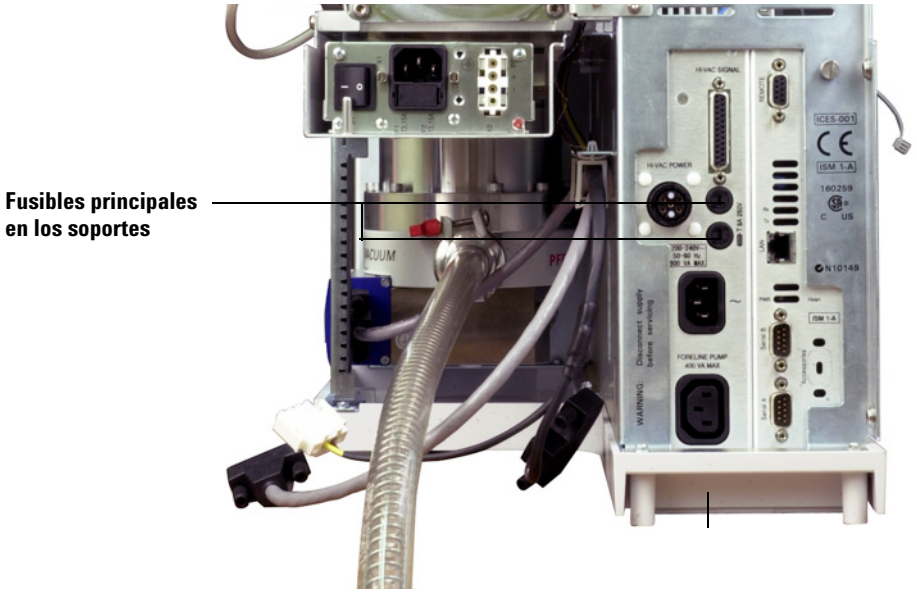


Figura 25 Fusibles principales

6 Repita los pasos 3 a 5 para el otro fusible. Sustituya siempre los dos fusibles.

7 Vuelva a conectar el cable de alimentación del MSD a la toma eléctrica.

8 Bombee el MSD.

Retirar la fuente iónica EI

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 "Para purgar el MSD" on page 79.

2 Abra la cámara del analizador. Consulte la sección "Para abrir la cámara del analizador" on page 81.

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

3 Si utiliza una fuente EI estándar, desconecte los siete cables de la fuente iónica. No doble los cables más de lo necesario (Figura 26 y Tabla 22).

Tabla 22 Cables de la fuente de iones EI estándar

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

PRECAUCIÓN Tire de los conectores, no de los cables.

4 Si utiliza una fuente de iones EI extractora, desconecte los ochos cables de la fuente iónica. No doble los cables más de lo necesario (Figure 26 on page 139 y Tabla 22).

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 que sujetan la fuente iónica.

7 Saque la fuente iónica del radiador de la fuente.

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

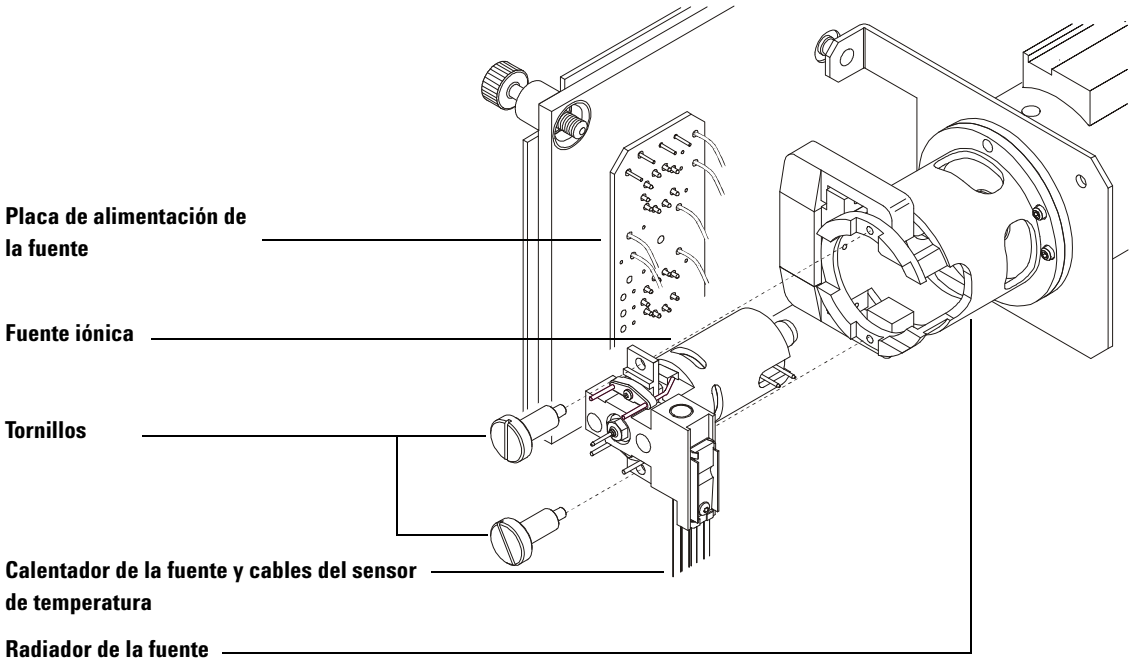


Figura 26 Retirar la fuente iónica

Desmontar la fuente de iones EI estándar o inerte

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 "Limpiar la fuente de iones EI" on page 142.
2. Quite los dos tornillos chapados en oro de los filamentos y retire los filamentos de la fuente. Consulte la sección Figura 27.



3. Afloje los dos tornillos chapados en oro del montaje del bloque 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. Extraiga la tuerca del repulsor y las arandelas y, a continuación, retire el repulsor del montaje correspondiente al bloque calentador de la fuente.
5. Quite los aislantes del repulsor y la inserción del bloque repulsor del montaje correspondiente al bloque calentador de la fuente.
6. Quite el tornillo de fijación chapado en oro del costado del cuerpo de la fuente.
7. Empuje la placa de descarga para extraer la lente de entrada, la lente de enfoque iónico, el cilindro de descarga y la placa de descarga desde el otro extremo del cuerpo de la fuente.
8. La llave fija de 10 mm encaja en la parte plana del enchufe de la interfase.
9. Quite la lente de entrada y la lente de enfoque iónico del aislante de la lente.

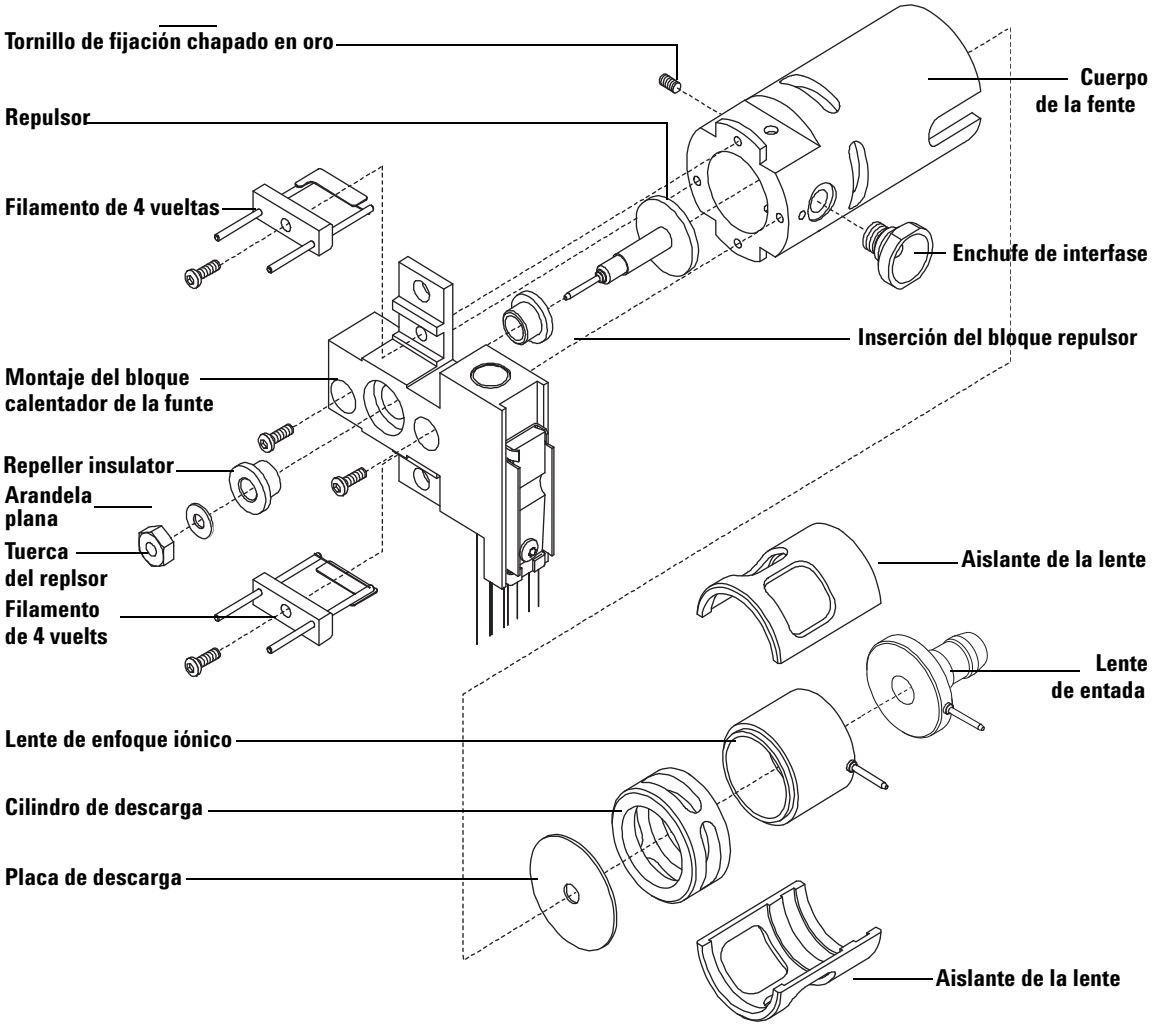


Figura 27 Desmontar la fuente de iones El estándar o inerte

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 "Reinstalar la fuente iónica EI" on page 150.



2 En una fuente EI estándar o inerte, se deben juntar las siguientes piezas para limpiarlas:
   - Repulsor
   - Enchufe de interfase
   - 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.

Procedimiento

PRECAUCIÓN Los filamentos, el calentador de la fuente y los aislantes no pueden limpiarse por ultrasonido. Si se produce una contaminación importante, sustituya estos componentes.

1. Si la contaminación es grave (por ejemplo, un reflujo de aceite en el analizador), considere seriamente reemplazar las piezas contaminadas.
2. Limpie por abrasión las superficies que estén en contacto con la muestra o el haz de iones.

   Utilice una mezcla abrasiva de alúmina en polvo y metanol grado reactivo en un bastoncillo de algodón. Aplique con fuerza para quitar todas las decoloraciones. No es necesario pulir las piezas; los rayones pequeños no dañan el rendimiento. También limpie por abrasión las decoloraciones donde los electrones de los filamentos ingresan al cuerpo de la fuente.
3. Enjuague todos los residuos abrasivos con el metanol grado reactivo.

   Asegúrese de enjuagar ***todos*** los residuos abrasivos ***antes*** de llevar a cabo una limpieza por ultrasonido. Si el metanol se vuelve turbio o contiene partículas visibles, enjuáguelos nuevamente tres veces.
4. Separe las piezas que ha limpiado por abrasión de aquellas que no recibieron este tratamiento.
5. Limpie las piezas por ultrasonido (cada grupo por separado) durante 15 minutos. En el caso de las piezas sucias, límpielas durante 15 minutos con cada uno de los tres disolventes en el siguiente orden:
   - Cloruro de metileno (grado reactivo)
   - Acetona (grado reactivo)
   - Metanol (grado reactivo)

Para las limpiezas de rutina basta utilizar metanol.

ADVERTENCIA **Todos estos disolventes peligrosos. Trabaje en una campana extractora y tome todas las precauciones adecuadas.**

6 Coloque las piezas en un vaso de precipitado limpio. Tape el vaso ***sin apretar*** con el papel de aluminio limpio (el lado opaco debe estar hacia abajo).

7 Seque las piezas limpias en un horno a 100 °C durante 5 o 6 minutos.

ADVERTENCIA **Deje que las piezas se enfríen antes de manipularlas.**

NOTAS Tenga cuidado de no volver a contaminar las piezas que ha limpiado y secado. Póngase guantes nuevos y limpios antes de manipular las piezas. No apoye las piezas limpias en una superficie sucia. Colóquelas sobre paños sin pelusa limpios.

Montar una fuente de iones El estándar o inerte

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 28.

   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 Coloque la placa de descarga y el cilindro de descarga en el cuerpo de la fuente.
Consulte la sección Figura 28.

3 Monte la lente de enfoque iónico, la lente de entrada y los aislantes de las lentes.

4 Deslice las piezas ensambladas por el cuerpo de la fuente.

5 Install the setscrew that holds the lenses in place.

PRECAUCIÓN No apriete demasiado la tuerca del repulsor o los aislantes del aislantes 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 demasiado en enchufe de la interfase. Apretar en exceso podría dañar las roscas.

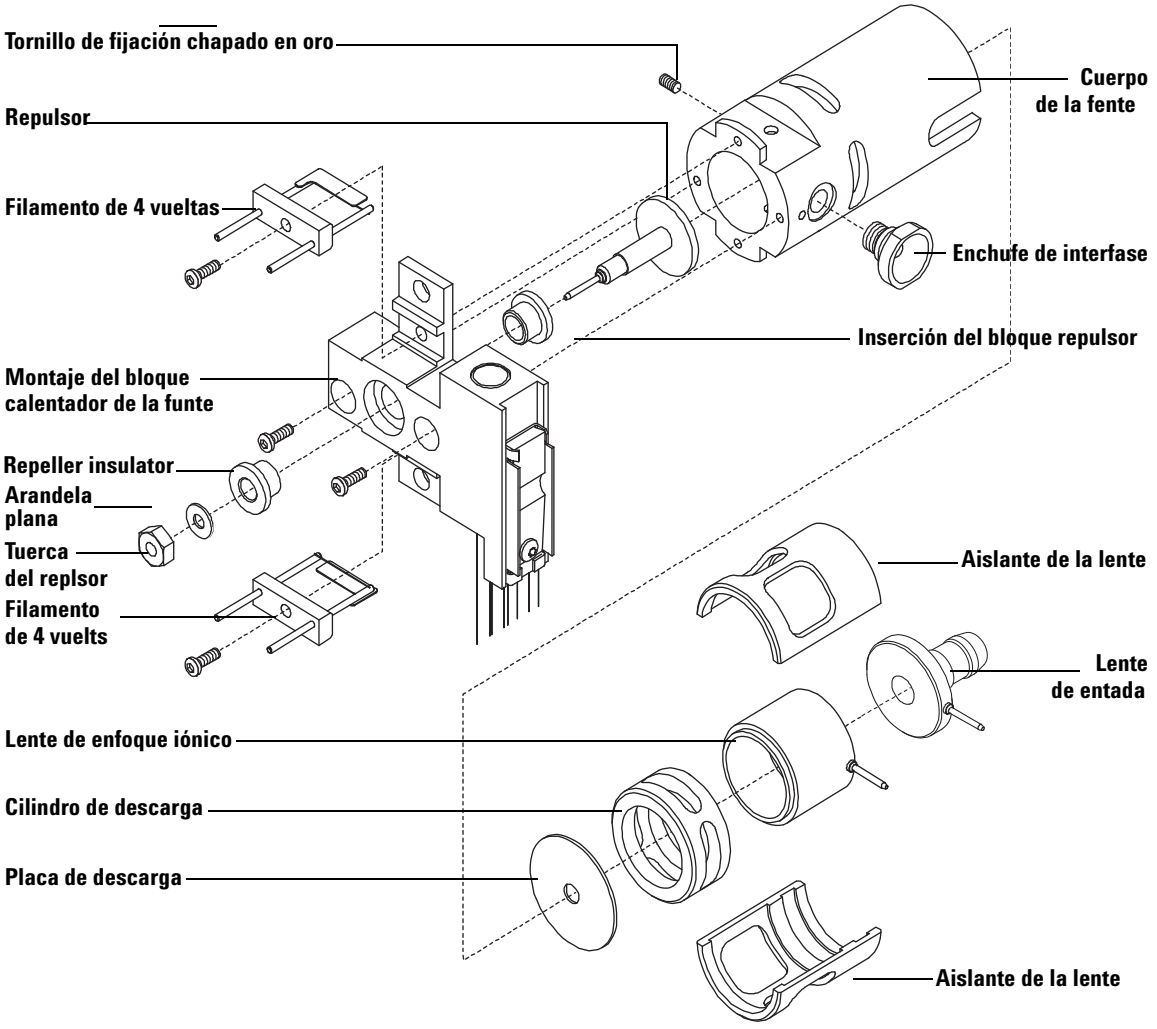


Figura 28 Montar una fuente de iones EI estándar o inerte

Sustituir un filamento en una fuente EI

Materiales necesarios

- Filamento (G2590-60053)
- 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. See “Purgar el MSD” on page 60.

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. See “Para abrir la cámara del analizador” on page 81.

3 Retire la fuente de iones. See “Limpiar la fuente de iones EI” on page 142.

4 Extraiga el tornillo y la arandela chapados en oro de los filamentos.



Figura 29 Cambio del filamento

5 Fije los nuevos filamentos con el tornillo y la arandela 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 "Reinstalar la fuente iónica EI" on page 150.

8 Cierre la cámara del analizador. Consulte la sección "Para cerrar la cámara del analizador" on page 84.

9 Bombee el MSD. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo EI" on page 88.

10 Sintonice automáticamente el MSD. Consulte la sección "Sintonizar el MSD en modo EI" on page 72.

11 En el cuadro de diálogo Manual Tune, el parámetro **Filament** permite introducir **1** o **2** como número de filamento. Cualquiera haya sido el número presente durante la sintonización automática anterior, introduzca el otro número de filamento.

12 Sintonice automáticamente el MSD otra vez.

13 Introduzca el número de filamento que haya dado los mejores resultados.

Si decide usar el primer número de filamento, ejecute nuevamente la sintonización automática para asegurarse de que los parámetros de la sintonización sean compatibles con el filamento.

14 Seleccione Save Tune Parametersen el menú **File**.

Reinstalar la fuente iónica 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 30).

2 Coloque y apriete manualmente los tornillos de la fuente. No apriete los tornillos demasiado.

3 Conecte los cables de la fuente iónica como se muestra en "Para cerrar la cámara del analizador" . Cierre la cámara del analizador.

4 Bombee el MSD. Véase la página 92.

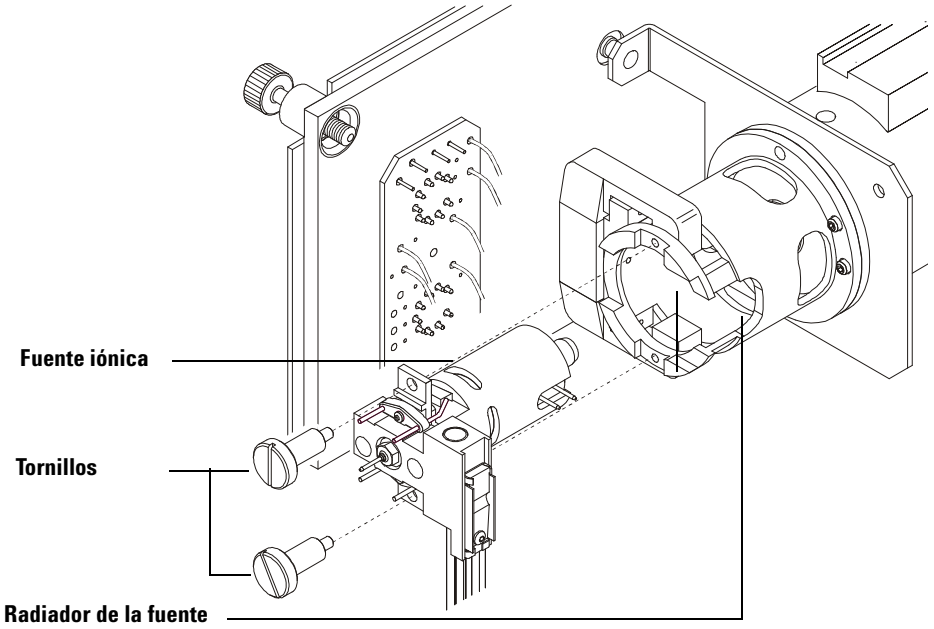


Figura 30 Instalar la fuente iónica de EI

Reemplazar el cuerno del multiplicador de electrones

Materiales necesarios

- Cuerno del multiplicador de electrones (G3170-80103)
- Guantes limpios y sin pelusas
  - Grandes (8650-0030)
  - Pequeños (8650-0029)

Procedimiento

1 Purgue el MSD. See “Para purgar el MSD” on page 79.

2 Abra la cámara del analizador. Consulte la sección “Para abrir la cámara del analizador” on page 81.

3 Abra el clip de retención. Levante el brazo del clip y, a continuación, gire el clip alejándolo del cuerno del multiplicador de electrones.

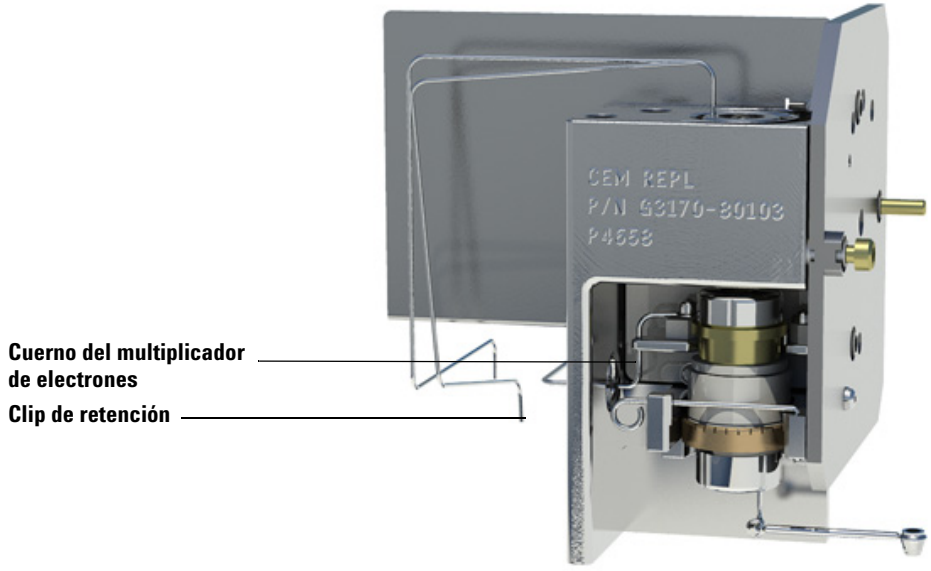


Figura 31 Cuerno del multiplicador de electrones

4 Extraer el cuerno del multiplicador de electrones

5 Instale el nuevo cuerno del multiplicador de electrones.

6 Cierre el clip de retención.

El pin de señal del cuerno debe quedar ***en la parte exterior*** del loop en la banda de contacto. ***No*** coloque el pin de señal en la parte interior del loop en la banda de contacto. Una instalación incorrecta generará escasa sensibilidad o provocará la falta de señal.

7 Cierre la cámara del analizador. Consulte la sección "Para cerrar la cámara del analizador" on page 84.

8 Bombee el MSD. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo EI" on page 88.

6
Mantenimiento de CI

Información general 154
Para configurar el MSD en funcionamiento CI 155
Extraer la fuente iónica de CI 158
Desmontar la fuente iónica de CI 160
Limpiar la fuente de iones CI 162
Montar la fuente de iones CI 164
Sustituir un filamento en una fuente CI 166

En este capítulo se recogen los procedimientos y requisitos de mantenimiento exclusivos del MSD serie 5975 equipado con el hardware de 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 de amoníaco con el tanque en posición vertical. De esta forma evitará que pase amoníaco líquido al módulo de flujo.

Para configurar el MSD en funcionamiento 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 purgar en modo EI, confirme que el sistema GC/MSD está funcionando perfectamente. Véase "Comprobar el rendimiento del sistema" .
- 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.

Para instalar la fuente iónica de CI

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 Purgue el MSD y abra el analizador. Véase página 85.

2 Quite la fuente de iones EI. Véase página 142.

3 Saque la fuente de iones de CI de su caja e introdúzcala en el radiador.

4 Reinstalación de los tornillos (Figura 32).

5 Conecte el cableado según se describe en "Para cerrar la cámara del analizador" .

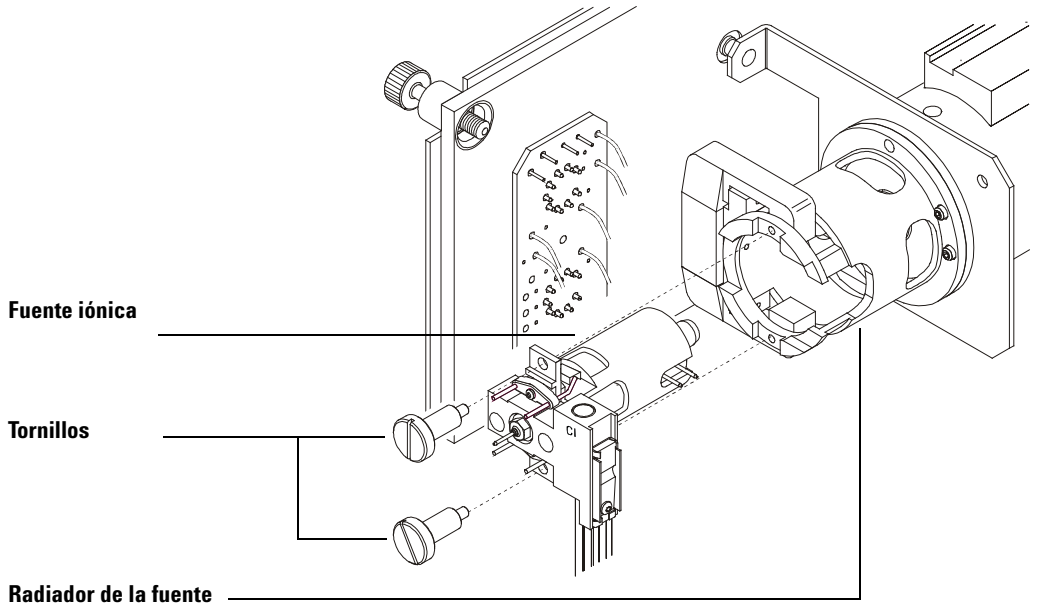


Figura 32 Instalar la fuente de iones de CI.

Para instalar el sello de la punta de la interfase CI.

Materiales necesarios

- Sello de la punta de la interfase (G1099-60412)

  El sello de la punta de la interfase debe estar en su posición para el funcionamiento CI. Es necesario conseguir la presión adecuada de la fuente de iones para CI.

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 Saque el sello de la caja de la fuente iónica.

2 Verifique que está instalada la fuente iónica de CI.

3 Coloque el sello sobre el extremo de la interfase. Para quitar el sello, invierta los pasos anteriores.

4 ***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 el analizador cerrado cuando están mal alineadas estas piezas dañará el sello, la interfase o la fuente iónica, o bien, impedirá el sellado de la placa lateral.

5 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.

Extraer la fuente iónica de CI

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 "Para purgar el MSD" en la página 79.

2 Abra la cámara del analizador. Consulte la sección "Para abrir la cámara del analizador" en la página 81.

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

3 Desconecte los siete cables de la fuente iónica. Utilice los alicates para tirar de los conectores de metal de la fuente. No doble los cables más de lo necesario. Consulte Tabla 23 para ver la codificación por colores del cableado.

Tabla 23 Cables de la fuente de iones CI estándar

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 Siga los cables del calentador de la fuente iónica y el sensor de temperatura hasta la placa de alimentación. Utilice los alicates para tirar

de los conectores de metal y extraer estos cuatro cables de las conexiones de la placa de alimentación.

PRECAUCIÓN Tire de los conectores, no de los cables.

5 Retire los tornillos que sujetan la fuente iónica.

6 Saque la fuente iónica del radiador de la fuente.

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

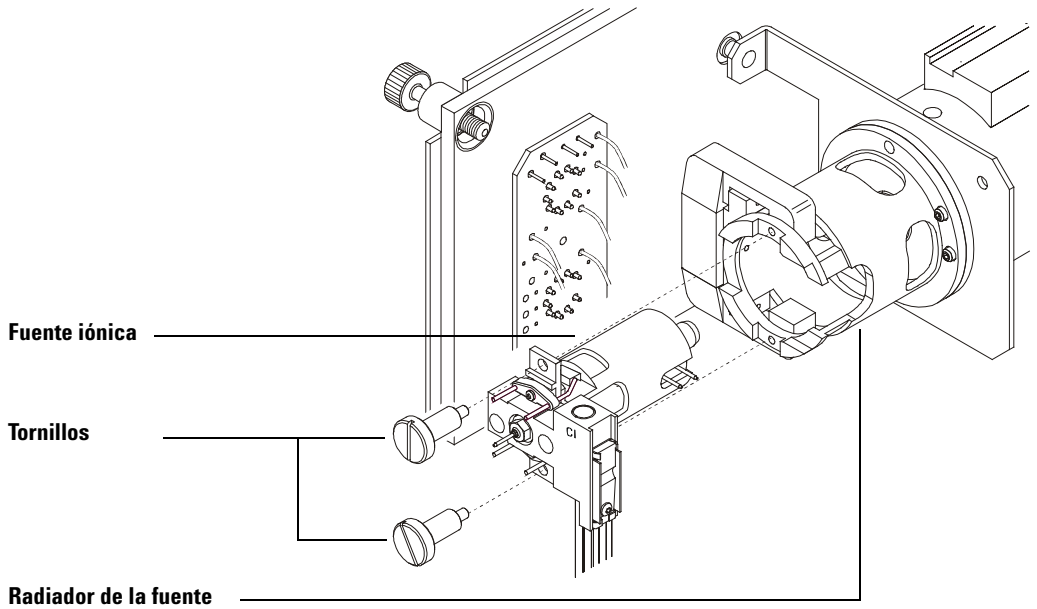


Figura 33 Extraer la fuente iónica de CI

Desmontar la fuente iónica 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)

Procedimiento



1. Retire la fuente de iones. Consulte la sección "Extraer la fuente iónica de CI" en la página 158.
2. Extraiga los filamentos. Consulte la Figura 34.
3. 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 repulsor y el aislante de cerámica y sepárelos.
5. Quite los tornillos de fijación de las lentes.
6. Saque la lente del cuerpo de la fuente.
7. Quite el cilindro de descarga y la placa de descarga del cuerpo de la fuente.
8. Separe la lente de enfoque iónico, la lente de entrada y el aislante.

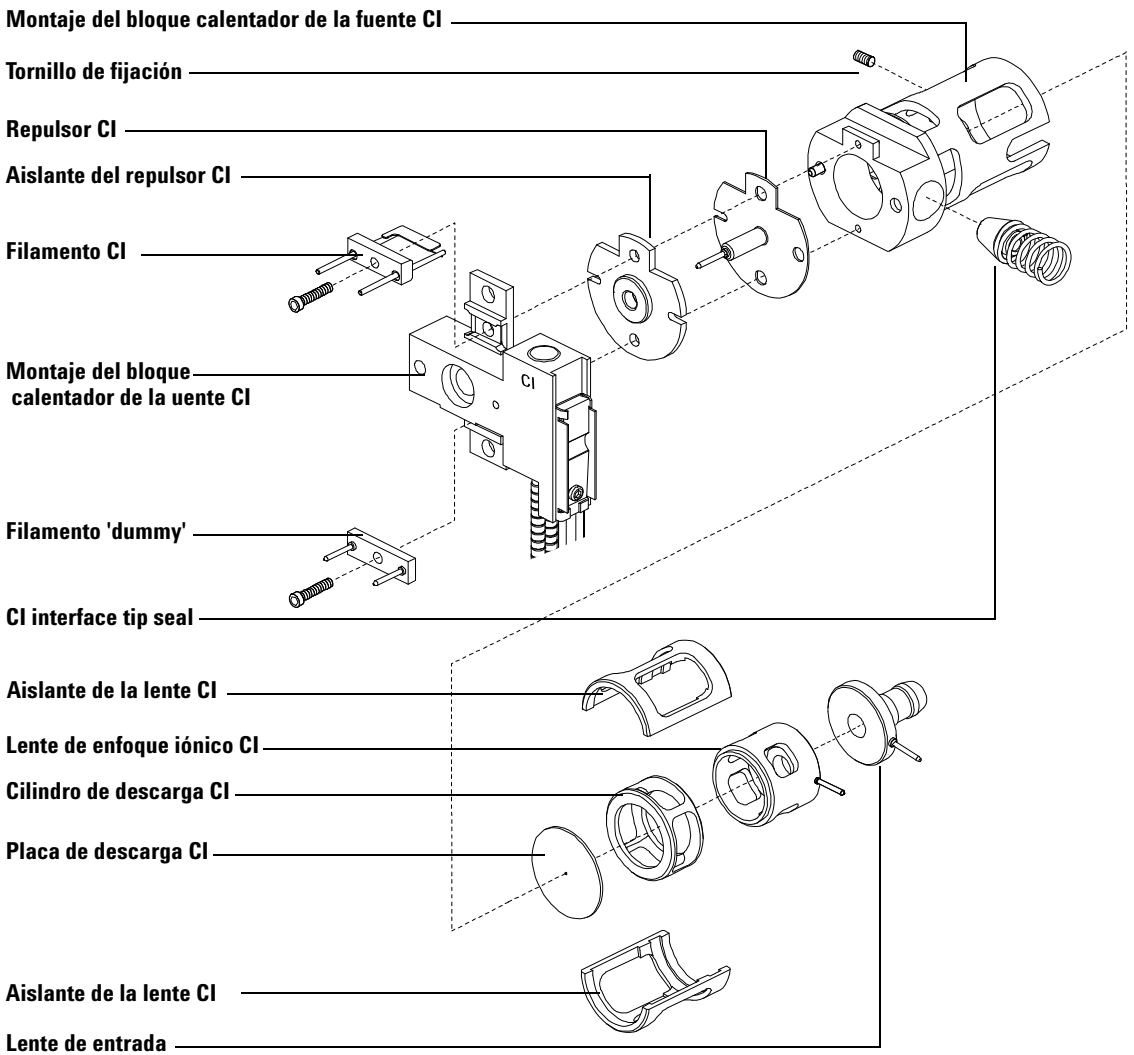


Figura 34 Desmontar la fuente iónica de CI

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 iónica de CI" en la página 160.



2 En una fuente CI, se deben juntar las siguientes piezas para limpiarlas: (Figure 35 la página 165)
   - 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.

3 Limpie las piezas según se describe en "Limpiar la fuente de iones EI" en la página 143.

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.

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



1. Monte la lente de enfoque iónico, la lente de entrada y el aislante de las lentes.
2. Deslice la placa de descarga y el cilindro de descarga por el cuerpo de la fuente (Figure 35 la página 165).
3. Deslice las piezas de las lentes ensambladas por el cuerpo de la fuente.
4. Coloque el tornillo de fijación que sujeta las lentes en su lugar.
5. Instale el repulsor, los aislantes del repulsor, la arandela, la tuerca del repulsor y el bloque calentador de la fuente en el cuerpo de la fuente.

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

6. Vuelva a colocar los filamentos con el tornillo de chapado en oro y la arandela resorte.

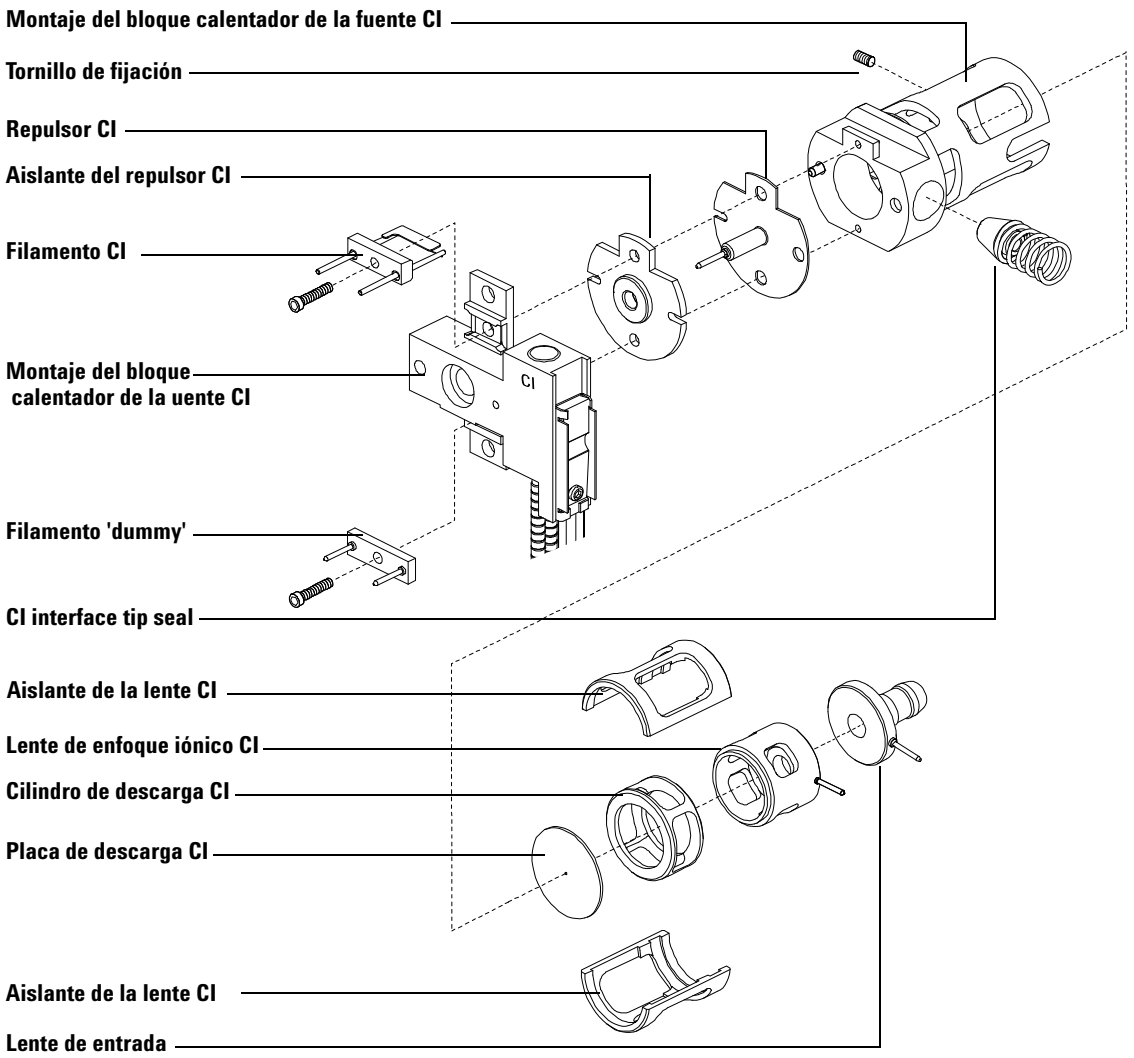


Figura 35 Montar la fuente iónica de CI

Sustituir un filamento en una fuente CI

Materiales necesarios

- Filamento (G2590-60053)
- 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. véase “Purgar el MSD” la página 60.

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. véase “Para abrir la cámara del analizador” la página 81.

3 Retire la fuente de iones.

4 Extraiga el tornillo y la arandela chapados en oro del filamento.

5 Fije el nuevo filamento con el tornillo y la arandela 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 “Extraer la fuente iónica de CI” en la página 158.

8 Cierre la cámara del analizador. Consulte la sección “Para cerrar la cámara del analizador” en la página 84.

9 Bombee el MSD. Consulte la sección “Bombear el MSD en modo CI” en la página 102.

10 Realice una sintonización automática de PCI con metano. Consulte la sección “Realizar una sintonización automática de PCI (sólo metano)” en la página 116.

11 Seleccione **Save Tune Parameters** en el menú **File**.

A
Teoría de la ionización química

Descripción general de la ionización química 168
Teoría de la CI positiva 170
Teoría de CI negativa 176

Descripción general de la ionización química

La ionización química (CI) es una técnica para la creación de iones que se utiliza en el análisis espectrométrico. Hay diferencias significativas entre la CI y la ionización electrónica (EI). En esta sección se describen los mecanismos más comunes de la ionización química.

En la EI, los electrones con una energía relativamente alta (70 eV) chocan con las moléculas de la muestra que se va a analizar, y en estas colisiones se producen (principalmente) iones positivos. Con la ionización, las moléculas de una determinada sustancia se fragmentan en patrones bastante predecibles. La EI es un proceso directo; la energía se transfiere por choque desde los electrones a las moléculas de la muestra.

En la CI, además de la muestra y el gas portador, se introducen grandes cantidades de gas reactivo en la cámara de ionización. Al haber mucho más gas reactivo que muestra, la mayoría de los electrones que se emiten chocan con las moléculas del gas reactivo, formando así iones reactivos. Estos iones de gas reactivo reaccionan entre ellos en procesos de reacción primarios y secundarios que establecen un equilibrio. También reaccionan de varios modos con las moléculas de la muestra para formar iones muestra. La formación de iones en la CI implica una energía mucho más baja y es mucho más “suave” que la ionización electrónica. Como la CI ocasiona mucha menos fragmentación, los espectros CI muestran normalmente una gran abundancia de iones moleculares. Por esa razón, la CI se utiliza con frecuencia para determinar el peso molecular de las muestras de compuestos.

El metano es el gas reactivo de CI más común. Proporciona ciertos patrones de ionización característicos. Otros gases reactivos proporcionan patrones diferentes, lo que puede dar como resultado una sensibilidad mejor para algunas muestras. El isobutano y el amoníaco son gases reactivos alternativos comunes. El dióxidodo de carbono se utiliza con frecuencia en la CI negativa. Otros gases reactivos menos comunes son el dióxido de carbono, hidrógeno, freón, trimetilsilano, óxido nítrico y metilamina. Cada uno de los gases reactivos produce diferentes reacciones de ionización.

ADVERTENCIA **El amoníaco es tóxico y corrosivo. Su uso requiere precauciones de seguridad y mantenimiento especiales.**

La contaminación del agua en los gases reactivos hará disminuir drásticamente la sensibilidad de la CI. Un gran pico a *m/z* 19 (H_30^+) en la CI positiva es un síntoma de diagnóstico de contaminación del agua. En concentraciones suficientemente altas, en especial cuando se combina con calibrante, la contaminación del agua dará como resultado una fuerte contaminación de la fuente de iones. La contaminación del agua es más común inmediatamente después de conectar nuevos sistemas de tuberías o cilindros de gases reactivos. Esta contaminación normalmente disminuirá si se deja que el gas reactivo circule durante unas cuantas horas, purgando así el sistema.

Referencias sobre ionización química

A. G. Harrison, *Chemical Ionization Mass Spectrometry*, 2ª edición, CRC Press, INC. Boca Raton, FL (1992) ISBN 0-8493-4254-6.

W. B. Knighton, L. J. Sears, E. P. Grimsrud, “High Pressure Electron Capture Mass Spectrometry”, *Mass Spectrometry Reviews* (1996), **14**, 327-343.

E. A. Stemmler, R. A. Hites, *Electron Capture Negative Ion Mass Spectra of Environmental Contaminants and Related Compounds*, VCH Publishers, New York, NY (1988) ISBN 0-89573-708-6.

Teoría de la CI positiva

La CI positiva (PCI) se produce con las mismas polaridades de voltaje del analizador que la EI. En la PCI, el gas reactivo se ioniza por colisión con los electrones emitidos. Los iones del gas reactivo reaccionan químicamente con las moléculas de la muestra (como donantes de protones) para formar iones muestra. La formación de iones en la PCI es más “suave” que la ionización electrónica, produciendo menos fragmentación. Esta reacción proporciona normalmente gran abundancia de iones moleculares y por consiguiente, se utiliza con frecuencia para determinar el peso molecular de las muestras.

El gas reactivo más común es el metano. Las PCI con metano producen iones con casi todas las moléculas de la muestra. Otros gases reactivos, como el isobutano o el amoníaco, son más selectivos y producen todavía menos fragmentación. Debido al alto fondo procedente de los iones del gas reactivo, la PCI no es particularmente sensible y los límites de detección son por lo general altos.

Hay cuatro procesos de ionización básicos que tienen lugar durante la ionización química positiva y que se producen con presiones de la fuente de iones en el rango de 0,8 a 2,0 Torr. Estos procesos son:

- Transferencia de protones
- Abstracción de hidruros
- Adición
- Intercambio de carga

Dependiendo del gas reactivo que se utilice, se puede utilizar alguno o algunos de estos cuatro procesos para explicar los productos de la ionización observados en los espectros de masa resultantes.

En la Figura 36 se muestran los espectros de la EI, la PCI con metano y la PCI con amoníaco del estearato de metilo. El patrón de fragmentación simple, la gran abundancia del ión $[MH]^+$ y la presencia de los dos iones aductos son característicos de la ionización química positiva que utiliza el metano como gas reactivo.

La presencia de aire o agua en el sistema, en especial en presencia del calibrante PFDTD, contamina rápidamente la fuente de iones.

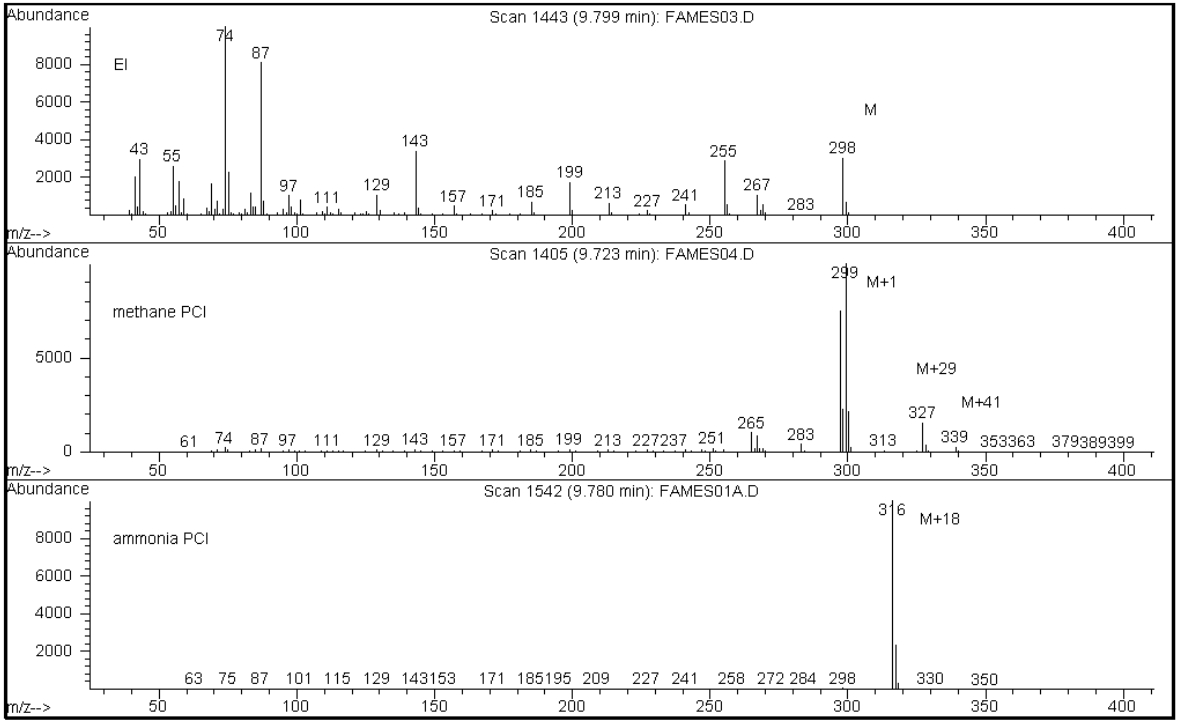


Figura 36 Estearato de metilo (MW = 298): EI, PCI con metano y PCI con amoníaco

Transferencia de protones

La transferencia de protones puede expresarse como

$$BH^+ + M \rightarrow MH^+ + B$$

donde el gas reactivo B ha sido sometido a una ionización que ha dado como resultado una protonación. Si la afinidad protónica del analito (muestra) M es mayor que la del gas reactivo, el gas reactivo protonado transferirá su protón al analito, formando un ión analito con carga positiva.

El ejemplo que se usa con más frecuencia es la transferencia de protones de CH_5^+ al analito molecular, lo que da como resultado el ión molecular protonado MH^+.

Las afinidades protónicas relativas del gas reactivo y el analito gobiernan la reacción de la transferencia de protones. Si el analito tiene mayor afinidad protónica que el gas reactivo, se producirá la transferencia de protones. El metano (CH_4) es el gas reactivo más común porque su afinidad protónica es muy baja.

Las afinidades protónicas pueden definirse según la reacción:

$$B + H^+ \rightarrow BH^+$$

donde las afinidades protónicas están expresadas en kcal/mol. La afinidad protónica del metano es 127 kcal/mol. Las tablas 24 y 25 enumeran las afinidades protónicas de varios gases reactivos posibles y de varios compuestos orgánicos pequeños con diversos grupos funcionales.

El espectro de masa generado por una reacción de transferencia de protones depende de varios criterios. Si la diferencia de afinidades protónicas es grande (como con el metano), puede haber un exceso de energía considerable en el ión molecular protonado, lo que puede resultar en una fragmentación posterior. Por esta razón, en algunos análisis se prefiere el isobutano, con una afinidad protónica de 195 kcal/mol, antes que el metano. El amoníaco tiene una afinidad protónica de 207 kcal/mol, por lo que es menos probable que protone la mayoría de los analitos. La ionización química de transferencia de protones se considera habitualmente una ionización “blanda”, pero el grado de blandura depende de las afinidades protónicas tanto del analito como del gas reactivo, así como de otros factores entre los que se incluye la temperatura de la fuente de iones.

Tabla 24 afinidades protónicas del gas reactivo

Especie	Afinidad protónica kcal/mol	Ión reactivo formado
H_2	100	H_3^+ (*m/z* 3)
CH_4	127	CH_5^+ (*m/z* 17)
C_2H_4	160	$C_2H_5^+$ (*m/z* 29)
H_2O	165	H_3O^+ (*m/z* 19)
H_2S	170	H_3S^+ (*m/z* 35)
CH_3OH	182	$CH_3OH_2^+$ (*m/z* 33)
t-C_4H_{10}	195	t-$C_4H_9^+$ (*m/z* 57)
NH_3	207	NH_4^+ (*m/z* 18)

Tabla 25 Afinidades protónicas de compuestos orgánicos seleccionados para la PCI

Molécula	Af. prot. (kcal/mol)	Molécula	Af. prot. (kcal/mol)
Acetaldehído	185	Metilamina	211
Ácido acético	188	Cloruro de metilo	165
Acetona	202	Cianuro de metilo	186
Benceno	178	Sulfuro de metilo	185
2-butanol	197	Ciclopropano de metilo	l80
Ciclopropano	179	Nitroetano	185
Éter de dimetilo	190	Nitrometano	180
Etano	121	Acetato de propilo	207
Formato de etilo	198	Propileno	179
Ácido fórmico	175	Tolueno	187
Ácido hidrobrómico	140	*trans*-2-Buteno	180
Ácido clorhídrico	141	Ácido trifluoroacético	167
Alcohol isopropílico	190	Xileno	187
Metanol	182		

Abstracción de hidruros

En la formación de iones reactivos, se pueden formar varios iones reactivos con afinidades de ión hidruro (H^-) altas. Si la afinidad de ión hidruro de un ión reactivo es más alta que la del ión formado por la pérdida de H^- del analito, la termodinámica es favorable para este proceso de ionización química. Los ejemplos incluyen la abstracción de hidruros de los alcanos en la ionización química con metano. En la CI con metano, tanto CH_5^+ como $C_2H_5^+$ tienen capacidad para la abstracción de hidruros. Estas especies tienen grandes afinidades de ión hidruros, lo que da como resultado la pérdida de H^- en los alcanos de cadena larga, según la reacción general.

$$R^+ + M \rightarrow [M-H]^+ + RH$$

Para el metano, R^+ es CH_5^+ y $C_2H_5^+$ y M es un alcano de cadena larga. En el caso de CH_5^+, la reacción procede a formar $[M-H]^+ + CH_4 + H_2$. Los espectros resultantes de la abstracción de hidruros mostrará un pico M–1 *m/z* peak resultante de la pérdida de H^-. Esta reacción es exotérmica, por lo tanto, se observa a menudo la fragmentación de $[M-H]^+$.

Con frecuencia, tanto la ionización con abstracción de hidruros como la ionización con transferencia de protones pueden ser evidentes en el espectro de la muestra. Un ejemplo de ellos es el espectro de la CI con metano de los ésteres de metileno de cadena larga, donde se produce en la función del éster tanto la abstracción de hidruros desde la cadena de hidrocarburos como la transferencia de protones. En el espectro de la PCI del estearato de metilo, por ejemplo, el pico MH^+ a *m/z* 299 se crea por transferencia de protones y el pico $[M-1]^+$ a *m/z* 297 se crea por abstracción de hidruros.

Adición

En muchos analitos, las reacciones de ionización química con transferencia de protones y abstracción de hidruros no son termodinámicamente favorables. En estos casos, los iones del gas reactivo son con frecuencia lo suficientemente reactivos para combinar con las moléculas del analito por condensación o asociación (reacciones de adición). Los iones resultantes se denominan iones aductos. Los iones aductos se observan en la ionización química con metano por la presencia de iones $[M+C_2H_5]^+$ y $[M+C_3H_5]^+$, que dan como resultado picos de masa M+29 and M+41 *m/z*.

Las reacciones de adición son especialmente importantes en la CI con amoníaco. Debido a que el NH_3 tiene una alta afinidad protónica, pocos compuestos orgánicos sufrirán la transferencia de protones con gas reactivo

amoníaco. En la CI con amoníaco, tienen lugar una serie de reacciones ion-moleculares, que dan como resultado la formación de NH_4^+, $[NH_4NH_3]^+$ y $[NH_4(NH_3)_2]^+$. En particular, ión amonio, NH_4^+, que dará lugar a un intenso ión $[M+NH_4]^+$ observado a M+18 *m/z*, bien mediante condensación o bien mediante asociación. Si este ión resultante es inestable, es posible que se observe la fragmentación subsiguiente. También es común la pérdida neutra de H_2O o NH_3, que se observan como pérdidas subsiguientes de 18 ó 17 *m/z* respectivamente.

Intercambio de carga

La ionización con intercambio de carga puede describirse mediante la reacción:

$$X^{+\bullet} + M \rightarrow M^{+\bullet} + X$$

donde X^+ es el gas reactivo ionizado y M es el analito de interés. Los ejemplos de gases reactivos utilizados para la ionización con intercambio de carga incluyen los gases nobles (helio, neón, argón, criptón, xenón y radón), nitrógeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, hidrógeno y otros gases que no reaccionan “químicamente” con el analito. Cada uno de estos gases reactivos, una vez ionizados, presentan una energía de recombinación expresada como:

$$X^{+\bullet} + e^- \rightarrow X$$

o simplemente la recombinación del reactivo ionizado con un electrón para formar una especie neutra. Si esta energía es mayor que la energía requerida para eliminar un electrón del analito, la primera reacción expresada anteriormente es exotérmica y está termodinámicamente permitida.

La ionización química con intercambio de carga no tiene un uso muy amplio en las aplicaciones analíticas generales. Sin embargo, puede utilizarse en algunos casos, cuando otros procesos de ionización química no son termodinámicamente favorables.

Teoría de CI negativa

La ionización química negativa (NCI) se lleva a cabo con las polaridades del voltaje del analizador invertidas para seleccionar iones negativos. Hay varios mecanismos químicos para las NCI. No todos los mecanismos proporcionan los espectaculares aumentos de sensibilidad que se asocian frecuentemente con la NCI. Los cuatro mecanismos (reacciones) más comunes son:

- Captura de electrones
- Captura de electrones disociativa
- Formación de pares de iones
- Reacciones ion-moleculares

En todos los casos, excepto en las reacciones ion-moleculares, el gas reactivo tiene una función diferente de la función que tiene en la PCI. En la NCI, con frecuencia se hace referencia al gas reactivo como gas tampón. Cuando el gas reactivo es bombardeado con electrones de alta energía desde el filamento, se produce la siguiente reacción:

$$\text{Gas reactivo} + e^-_{(230eV)} \rightarrow \text{Iones reactivos} + e^-_{(térmico)}$$

Si el gas reactivo es metano (Figura 37), la reacción es:

$$CH_4 + e^-_{(230eV)} \rightarrow CH_4^+ + 2e^-_{(térmico)}$$

Los electrones térmicos tienen niveles de energía más bajos que los electrones del filamento. Son estos electrones térmicos los que reaccionan con las moléculas de la muestra.

No se forman iones de gas reactivo negativo, lo que impide la clase de fondo que se ve en el modo PCI, y ésa es la razón de que la NCI tenga unos límites de detección mucho más bajos. Los productos de NCI solo pueden ser detectados cuando el MSD está funcionando en modo de ión negativo. Este modo de funcionamiento invierte la polaridad de todos los voltajes del analizador.

El dióxido de carbono se utiliza frecuentemente como gas tampón en la NCI, pues presenta ventajas evidentes sobre otros gases en cuanto a coste, disponibilidad y seguridad.

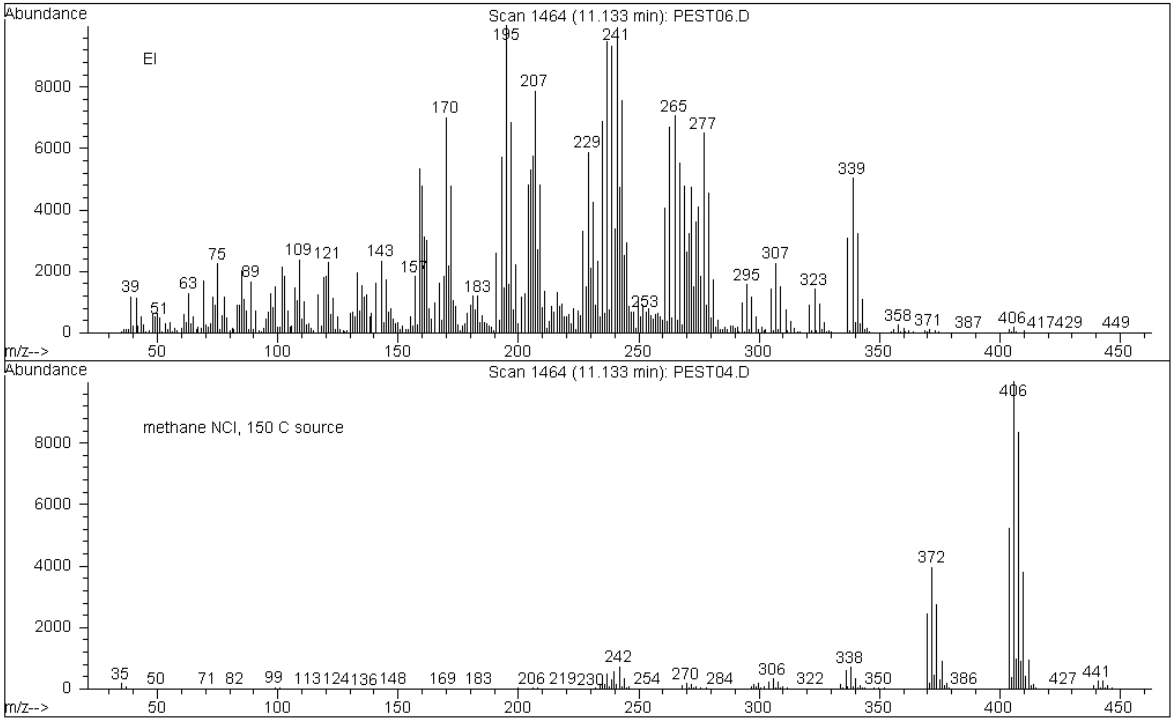


Figura 37 Endosulfano I (MW = 404): EI y NCI con metano

Captura de electrones

La captura de electrones es el principal mecanismo de interés en la NCI. La captura de electrones (a la que se hace referencia a menudo como espectrometría de masas de captura de electrones de alta presión o HPECMS) proporciona la alta sensibilidad por la que es conocida la NCI. Para algunas muestras bajo condiciones idóneas, la captura de electrones puede proporcionar una sensibilidad de hasta 10 a 1000 veces superior que la ionización positiva.

Observe que todas las reacciones asociadas con la CI positiva pueden producirse también en el modo NCI, normalmente con contaminantes. Los iones positivos formados no dejan la fuente de iones debido a los voltajes de las lentes invertidos y su presencia puede atenuar la reacción de captura de electrones.

La reacción de captura de electrones se describe mediante:

$$MX + e^{-}_{\text{(térmico)}} \rightarrow MX^{-\bullet}$$

donde MX es la molécula de muestra y el electrón es un electrón térmico (lento) generado por la interacción entre los electrones de alta energía y el gas reactivo.

En algunos casos, el anión radical $MX^{-\bullet}$ no es estable. En esos casos, puede producirse la reacción inversa:

$$MX^{-\bullet} \rightarrow MX + e^{-}$$

A veces la reacción inversa se denomina autoseparación. Esta reacción inversa se produce por lo general de forma muy rápida. Por consiguiente, hay poco tiempo para que el anión se estabilice mediante colisiones u otras reacciones.

La captura de electrones es más favorable para las moléculas que tienen heteroátomos, como por ejemplo el nitrógeno, oxígeno, fósforo, azufre, silicona y en especial los halógenos: flúor, cloro, bromo y yodo.

La presencia de oxígeno, de agua o de prácticamente cualquier otro contaminante interfiere con la reacción de adhesión del electrón. Los contaminantes hacen que el ión negativo se forme por la reacción ion-molecular más lenta, dando generalmente como resultado una menor sensibilidad. Todas las fuentes potenciales de contaminación, en especial las fuentes de oxígeno (aire) y agua, deben reducirse al mínimo.

Captura de electrones disociativa

La captura de electrones disociativa se conoce también como captura de resonancia disociativa. Este proceso es similar al de captura de electrones. La diferencia es que durante la reacción, la molécula de la muestra se fragmenta o se disocia. El resultado es normalmente un anión y un radical neutro. La captura de electrones disociativa se ilustra por la ecuación de reacción siguiente:

$$MX + e^-_{(térmico)} \rightarrow M^\bullet + X^-$$

Esta reacción no proporciona la misma sensibilidad que la captura de electrones, y los espectros de masa generados tienen normalmente menor abundancia de iones moleculares.

Como ocurre con la captura de electrones, los productos de la captura de electrones disociativa no son siempre estables. A veces se produce la reacción inversa. Esta reacción reversa se denomina algunas veces reacción de separación asociativa. La ecuación para la reacción inversa es:

$$M^\bullet + X^- \rightarrow MX + e^-$$

Formación de pares de iones

La formación de pares de iones es superficialmente similar a la captura de electrones disociativa. La reacción de formación de pares de iones se representa por la ecuación:

$$MX + e^-_{(térmico)} \rightarrow M^+ + X^- + e^-$$

Como sucede con la captura de electrones disociativa, la molécula de la muestra se fragmenta. Sin embargo, a diferencia de la captura de electrones disociativa, el electrón no es capturado por los fragmentos, sino que en su lugar, la molécula de la muestra se fragmenta de tal manera que los electrones se distribuyen de forma desigual y se generan iones positivos y negativos.

Reacciones ion-moleculares

Las reacciones ion-moleculares se producen cuando el oxígeno, el agua y otros contaminantes están presentes en la fuente iónica de CI. Las reacciones ion-moleculares son de dos a cuatro veces más lentas que las reacciones de adhesión del electrón y no proporcionan la alta sensibilidad asociada con las reacciones de captura de electrones. Las reacciones ion-moleculares pueden describirse mediante la ecuación general:

$$M + X^- \rightarrow MX^-$$

donde X^- es la mayoría de las veces un halógeno o un grupo de hidróxilos que ha sido creado por ionización de contaminantes mediante los electrones del filamento. Las reacciones ion-moleculares compiten con las reacciones de captura de electrones. Cuantas más reacciones ion-moleculares se produzcan, menos reacciones de captura de electrones se producirán.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Impreso en EE.UU, febrero de 2013



G3170-95056