

Serie Agilent 5977 MSD

Manual de funcionamiento



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2012

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

G3870-95003

Edición

Segunda edición, mayo 2013

Primera edición, febrero 2013

Impreso en EE. UU.

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

Garantía

El material contenido en este documento se proporciona "tal cual", y está sujeto a modificaciones, sin previo aviso, en ediciones futuras. Además, en la medida que permita la ley aplicable, Agilent rechaza cualquier garantía, expresa o implícita, en relación con este manual y con cualquier información contenida en el mismo, incluyendo, 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 de los sistemas del Detector selectivo de masas serie 5977 de Agilent.

1 "Introducción"

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

2 "Instalación de columnas GC"

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

3 "Funcionamiento en modo de Ionización electrónica (EI)"

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

4 "Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)"

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

5 "Mantenimiento general"

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

6 "Mantenimiento de CI"

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

Información del usuario en línea

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



El DVD de software que se entrega con el instrumento contiene una amplia recopilación de ayuda en línea, vídeos y libros para los productos Agilent **7890B GC**, **7820 GC**,**Serie 5977 MSD** y **7693B ALS**. Ofrece versiones traducidas de la información más importante, como:

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

Contenidos

1 Introducción

Versión del MSD serie 5977 10

Abreviaturas utilizadas 11

El MSD serie 5977 13

Descripción del hardware del MSD 15

Importantes advertencias de seguridad 17

Medidas de seguridad para el hidrógeno 19

Precauciones con el GC 20

Información reglamentaria y de seguridad 25

Limpieza/Reciclado del producto 28

Vertido de líquidos 28

Transporte o almacenamiento del MSD 28

Para sustituir los fusibles principales 29

2 Instalación de columnas GC

Columnas 32

Acondicionamiento de columnas capilares en un inyector split/splitless 34

Acondicionamiento de columnas capilares 37

Acondicionamiento de columnas capilares en la interfase GC/MSD 38

42

3 Funcionamiento en modo de Ionización electrónica (EI)

Hacer funcionar el MSD desde el sistema de datos 44

Hacer funcionar el MSD desde el LCP 44

Modos de funcionamiento 44
Mensajes de estado del LCP 46
Ver el estado del sistema durante la puesta en marcha 47
Menús del LCP 48
Interfase GC/MSD EI 51
Antes de encender el MSD 53
Bombear 54
Control de las temperaturas 55
Control del flujo de columna 55
Purgar el MSD 56
Ver la temperatura del MSD y el estado de vacío 57
Configurar monitores de la temperatura del MSD y el estado de vacío 59
Ajustar las temperaturas del analizador en la ventana Instrument Control 61
Ajustar la temperatura de la interfase GC/MSD de MassHunter 63
Supervisar la presión de alto vacío 64
Calibrar la velocidad lineal del flujo de columna 66
Sintonizar el MSD en modo EI 68
Comprobar el rendimiento del sistema 70
Comprobación de alta masa (MSD de la serie 5977) 71
Abrir las cubiertas del MSD 74
Para purgar el MSD 75
Para abrir la cámara del analizador 77
Para cerrar la cámara del analizador 80
Bombear el MSD en modo EI 84

Trasladar o guardar el MSD 86

4 Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)

Instrucciones generales 90

Interfase GC/MSD CI 91

Sintonización automática de CI 93

Funcionamiento del MSD CI 95

Cambiar de la fuente EI estándar o inerte a la fuente CI 96

Cambiar de la fuente EI extractora a la fuente CI 97

Bombear el MSD en modo CI 98

Configurar el software para el funcionamiento de CI 99

Funcionamiento del módulo de control del flujo de gas reactivo 101

Configurar el flujo de gas reactivo metano 104

Uso de otros gases reactivos 107

Cambiar de la fuente CI a la fuente EI estándar o inerte 110

Cambiar de la fuente CI a la fuente EI extractora 111

Realizar una sintonización automática de PCI (sólo metano) 112

Realizar una sintonización automática de NCI (gas reactivo metano) 114

Comprobar el rendimiento de PCI 116

Comprobar el rendimiento de NCI 117

Supervisar la presión de alto vacío en modo CI 118

5 Mantenimiento general

Antes de comenzar 122

Mantenimiento del sistema de vacío 127

Mantenimiento del analizador 128
Retirar la fuente iónica EI 130
Desmontar la fuente de iones EI estándar o inerte 133
Desmontar la fuente de iones EI extractora 136
Limpiar la fuente de iones EI 139
Montar una fuente de iones EI estándar o inerte 144
Montar la fuente de iones EI extractora 147
Sustituir un filamento en una fuente EI 150
Instalar la fuente iónica EI 152
Reemplazar el cuerno del multiplicador de electrones 153

6 Mantenimiento de CI

Información general 156
Para configurar el MSD en funcionamiento CI 156
Instalar el sello de la punta de la interfase CI/Xtr 157
Extraer la fuente iónica de CI 159
Desmontar la fuente iónica de CI 161
Limpiar la fuente de iones CI 164
Montar la fuente de iones CI 166
Instalar la fuente iónica de CI 169
Sustituir un filamento en una fuente CI 170

1 Introducción

Versión del MSD serie 5977 10
Abreviaturas utilizadas 11
El MSD serie 5977 13
Descripción del hardware del MSD 15
Importantes advertencias de seguridad 17
Medidas de seguridad para el hidrógeno 19
Información reglamentaria y de seguridad 25
Limpieza/Reciclado del producto 28
Vertido de líquidos 28
Transporte o almacenamiento del MSD 28

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

Versión del MSD serie 5977

Los MSD de la serie 5977 están equipados con una bomba turbomolecular (turbo) de alto rendimiento o una bomba de difusión y la opción de tres bombas delanteras. Además, cuentan con dos tipos de analizadores (inertes o de acero inoxidable) y de cuatro tipos de fuentes de iones. La etiqueta del número de serie muestra un número de producto (Tabla 1) que indica el tipo de MSD del que dispone.

Tabla 1 Bombas de alto vacío disponibles

Nombre del modelo	Número de producto	Descripción	Modo de ionización
MSD 5977E con bomba dif. para GC 7820	G7035A	Bomba de difusión	Ionización electrónica (EI) - acero inoxidable
MSD 5977E con bomba turbo para GC 7820	G7036A	Bomba turbo de alto rendimiento	Ionización electrónica (EI) - acero inoxidable
MSD 5977A VL inerte con bomba de difusión EI para GC 7890	G7037A	MSD con bomba de difusión	Ionización electrónica (EI) - inerte
MSD 5977A inerte con bomba turbo EI para GC 7890	G7038A	MSD con bomba turbo de alto rendimiento	Ionización electrónica (EI) - inerte
MSD 5977A extractor con bomba turbo de alto rendimiento EI para GC 7890	G7039A	MSD con bomba turbo de alto rendimiento	Ionización electrónica (EI) - extractor
MSD 5977A EI/CI para GC 7890	G7040A	MSD con bomba turbo de alto rendimiento	Ionización electrónica (EI) - extractor Ionización química - PCI, NCI

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
ALS	Inyector automático de líquidos
BFB	Bromofluorobenceno (calibrante)
CA	Corriente alterna
CC	Corriente continua
CI	Ionización química
DFTPP	Decafluorotifenilfosfina (calibrante)
di	Diámetro interno
DIP	Sonda de inserción directa
DP	Bomba de difusión
EI	Ionización electrónica
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)
LAN	Red de área local
LCP	Panel de control local (en el MSD)
m/z	Relación masa/carga
MFC	Controlador del flujo másico
MSD	Detector selectivo de masas

Tabla 2 Abreviatura (continuación)

Abreviatura	Definición
Multiplicador de electrones	Multiplicador de electrones (detector)
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 5977

El MSD serie 5977 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 dos bombas distintas de alto vacío
- Una de cuatro bombas delanteras distintas
- Los tres tipos distintos de fuentes de ionización (EI) disponibles del MSD calentado de forma independiente: estándar (acero inoxidable), inerte y extracción
- 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 opcionales (PCI/NCI) disponibles que agregan una fuente de ionización electrónica (CI), un controlador de flujo del gas reactivo y tuberías, y calibración de la sintonización CI

Descripción física

La carcasa del MSD serie 5977 tiene aproximadamente 41 cm de altura, 30 cm de ancho y 54 cm de profundidad. Su peso es de 39 kg en los modelos con bombas difusoras, 44 kg en la unidad con bomba turbo de alto rendimiento y ionización electrónica estándar y 49 kg en la unidad con bomba turbo de alto rendimiento para EI/CI. La bomba delantera (mecánica) pesa 11 kg adicionales (bomba estándar) y normalmente está situada en el suelo detrás del MSD.

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 5977

	Modelo					
Modelo	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Bomba de alto vacío	Difusión	Turbo de alto rendimiento	Difusión	Turbo de alto rendimiento	Turbo de alto rendimiento	Turbo de alto rendimiento
Flujo óptimo de columna de He mL/min	1	De 1 a 2	1	De 1 a 2	De 1 a 2	De 1 a 2
Máximo recomendado de flujo de gas, ml/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
Flujo máximo de gas, ml/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
di máximo de columna	0.25 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.25 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)
Capacidad de CI	No	No	No	No	No	Sí
Material inerte	No	No	Sí	Sí	No	No
Compatibilidad con GC	7820	7820	7890	7890	7890	7890
Sello de la punta de la interfase independiente	No	No	No	No	Sí	Sí
Bombas delanteras disponibles	DS42 MVP55	DS42, MVP55	DS42, MVP55	DS42, DS42i, MVP55 IDP3-C	DS42i, MVP55, IDP3-C	DS42i, MVP55, IDP3-C
Capacidad de DIP‡ (otro fabricante)	Sí	Sí	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

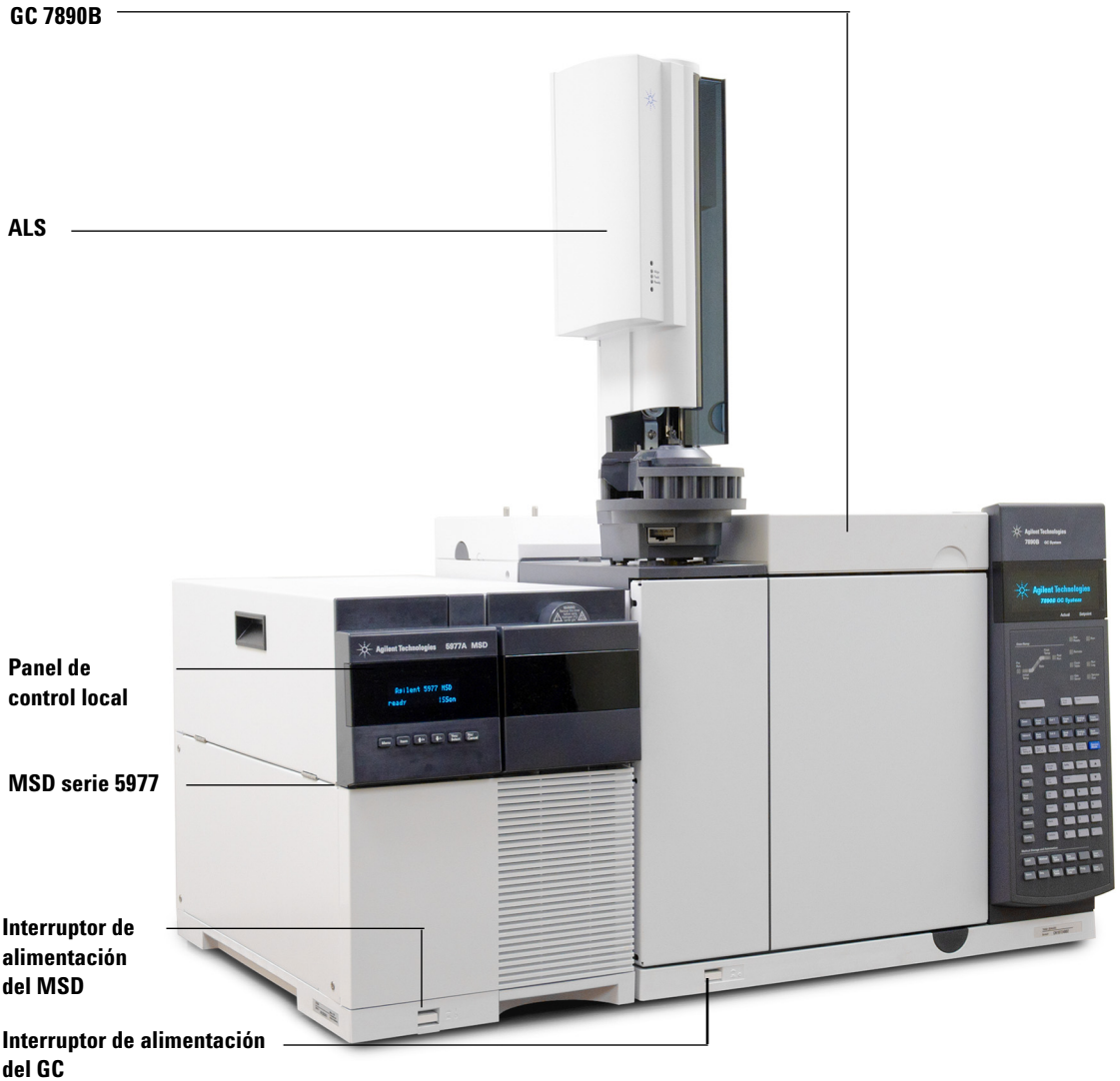


Figura 1 Sistema GC/MSD Serie 5977, mostrado con el GC Agilent 7890B

El hardware CI permite que el MSD serie 5977 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 G7040A y a los MSD G7038A y G7039A actualizados. También se aplica, a menos que se indique lo contrario, a los módulos de flujo de estos instrumentos.

El sistema CI serie 5977 aporta al MSD serie 5977:

- Interfase GC/MSD EI/CI
- Fuente de iones de CI con un sello de la punta de la interfase que también puede utilizarse y fuente EI con extractor
- 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 (G3397B) 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 la fuente de 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 el extremo de la interfase GC/MSD.

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.

Muchas piezas están peligrosamente calientes

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

- Los inyectores del GC
- El horno y su contenido, incluidas las tuercas que conectan la columna a un inyector del GC, la interfase GC/MS o el detector GC
- El detector GC
- La caja de válvulas del GC
- La bomba delantera
- La fuente de iones del MSD calentado, la interfase y el cuadrupolo

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

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

ADVERTENCIA **El material aislante de los inyectores, detectores, caja de válvulas del GC 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; después de manipular el aislante, lávese las manos con un jabón suave y agua fría.**

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

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

ADVERTENCIA **Los materiales combustibles (o lubricantes inflamables y no inflamables) colocados debajo, encima o alrededor de la bomba delantera (mecánica) pueden constituir un peligro de incendio. Mantenga limpia la bandeja 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 tener en cuenta que el gas hidrógeno puede entrar dentro del horno del GC y generar riesgos de explosión. Por ello, hay que asegurarse de que la fuente está desactivada hasta que se hayan hecho todas las conexiones, y de que los adaptadores de columna del detector y del inyector en todo momento están, o bien conectados a una columna, o bien tapados, mientras se suministra hidrógeno al instrumento.**

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

El hidrógeno suele utilizarse como gas portador del GC. El hidrógeno 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 presenta la velocidad de combustión más elevada de todos los gases.
- El hidrógeno tiene una energía de ignición muy baja.
- El hidrógeno que se expande rápidamente a alta presión puede inflamarse por sí solo.
- El hidrógeno 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. Dispone de un sistema de seguridad que corta el flujo del gas portador en el caso de que se desconecte la bomba delantera del MSD. No obstante, si el sistema falla, es posible que el hidrógeno se acumule 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.

Tabla 4 Mecanismos de acumulación de hidrógeno (continuación)

Mecanismo	Resultados
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 7890 equipado con control electrónico de la presión (EPC), el EPC detiene el flujo del gas portador. Si el flujo del gas portador del GC **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 5977. 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 5977 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 5977 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 5977 está diseñado y fabricado con un sistema de calidad registrado en ISO 9001.

Información

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

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

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

Símbolos

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

Consulte la documentación suministrada para obtener más información.



Indica una superficie caliente.



Indica voltajes peligrosos.



Indica una toma de tierra.



Indica posible peligro de explosión.



o bien



Indica peligro de radioactividad.



Indica peligro de descarga electrostática.



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



Compatibilidad electromagnética

Este 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 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.

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" en la página 19.**

2 Gire uno de los soportes del fusible (Figura 2 en la página 30) 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.

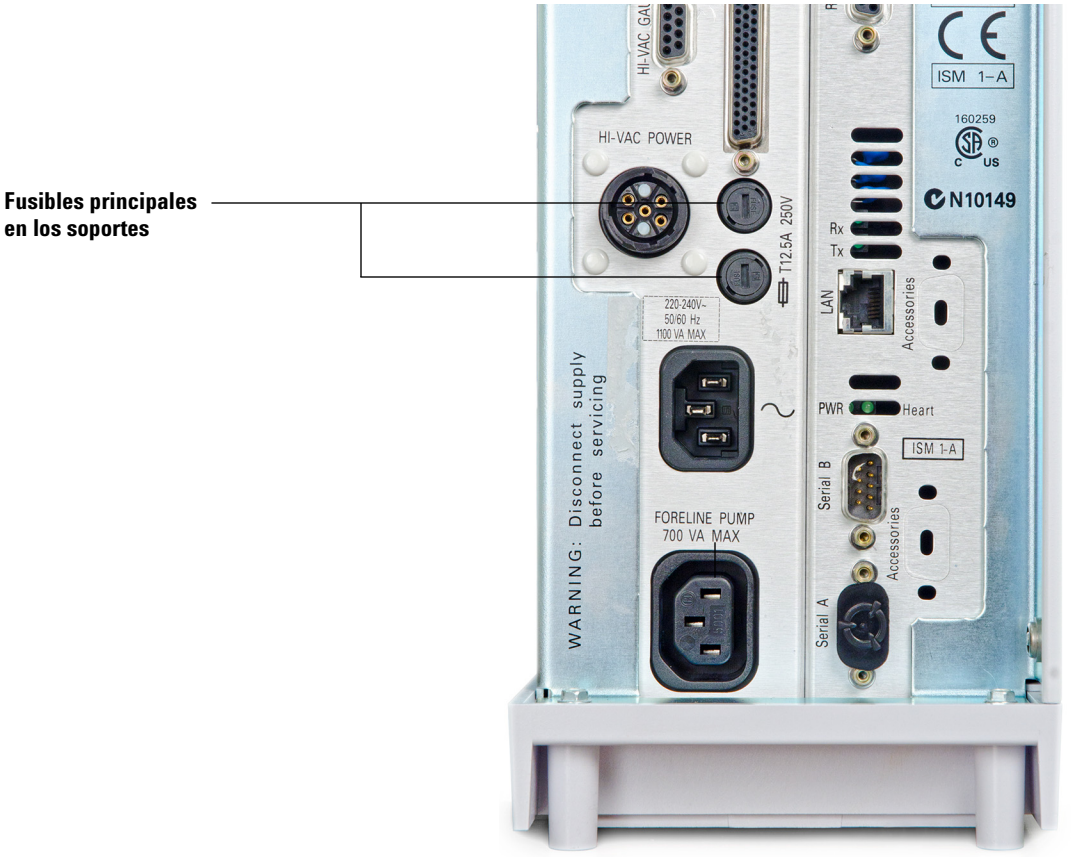


Figura 2 Fusibles principales

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.

2
Instalación de columnas GC

Columnas 32
Acondicionamiento de columnas capilares en un inyector split/splitless 34
Acondicionamiento de columnas capilares 37
Acondicionamiento de columnas capilares en la interfase GC/MSD 38

Antes de poder 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" en la página 66 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					
Modelo	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Bomba de alto vacío	Difusión	Turbo de alto rendimiento	Difusión	Turbo de alto rendimiento	Turbo de alto rendimiento	Turbo de alto rendimiento
Flujo óptimo de columna de He mL/min	1	De 1 a 2	1	De 1 a 2	De 1 a 2	De 1 a 2
Flujo máximo de gas recomendado mL/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
Flujo máximo de gas, ml/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
di máximo de columna	0.25 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.25 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)
Capacidad de CI	No	No	No	No	No	Sí
Compatibilidad con GC	7820	7820	7890	7890	7890	7890

* 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.

Acondicionamiento de columnas

El acondicionamiento de una columna antes de conectarla al GC/MSD es esencial. Consulte la sección "Acondicionamiento de columnas capilares" en la página 37.

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

- Puede que el procedimiento de instalación de la columna en los MSD serie 5977 sea diferente al 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. Consulte la sección "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.**

Acondicionamiento de columnas capilares en un inyector split/splitless

Materiales necesarios

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

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

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

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

PRECAUCIÓN Utilice siempre guantes cuando manipule cualquier pieza del interior del GC o las cámaras del analizador.

Procedimiento

1 Enfríe el horno a la temperatura ambiente.

2 Utilice guantes limpios e inserte un septum, una tuerca de columna y una férrula acondicionada en el extremo libre de la columna (Figura 3). El extremo cónico de la férrula debería estar dirigido hacia el lado opuesto de la tuerca de la columna.

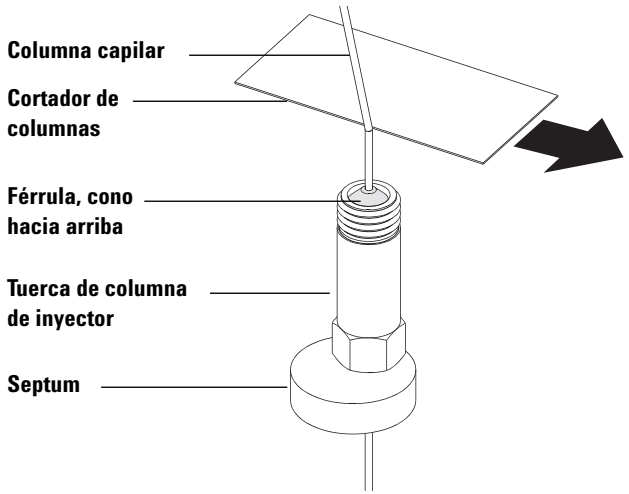


Figura 3 Acondicionamiento de una columna capilar para su instalación

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

4 Mientras sujeta la columna con el dedo pulgar contra el cortador, pártala contra el extremo del cortador.

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

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

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

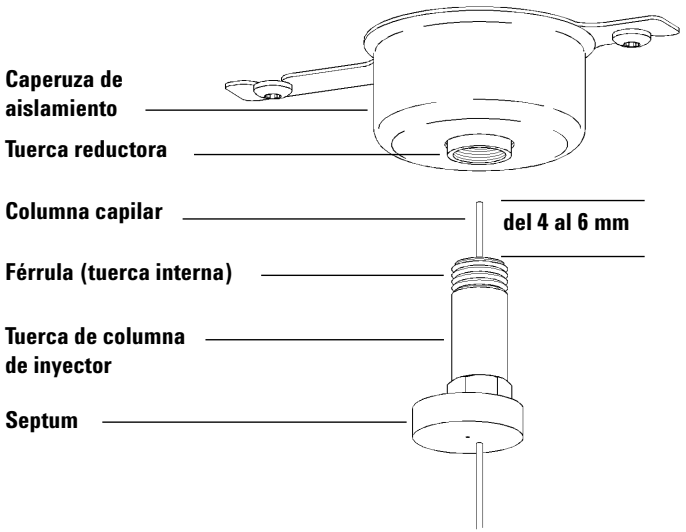


Figura 4 Instalación de una columna capilar en un inyector split/splitless

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

9 Inserte la columna en el inyector.

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

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

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

13 Abra el flujo del gas portador.

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

Consulte también

Para obtener más información sobre la instalación de una columna capilar, consulte *Optimización de las inyecciones splitless del GC para obtener un análisis MS de alto rendimiento*, publicación número 5988-9944EN de Agilent Technologies.

Acondicionamiento de columnas capilares

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.**

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

Procedimiento

1. Instale la columna en el inyector del GC (consulte la sección "Acondicionamiento de columnas capilares en un inyector split/splitless" en la página 34).
2. Establezca una velocidad mínima de 30 cm/seg. o lo que recomiende el fabricante de la columna. Deje que fluya el gas por la columna a temperatura ambiente de 15 a 30minutos para extraer el aire.
3. Cambie la programación del horno de la temperatura ambiente al límite máximo de temperatura para la columna.
4. Aumente la temperatura a un ritmo de 10 a 15 °C/min.
5. Mantenga a temperatura máxima durante 30 minutos.

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

6. Establezca la temperatura del horno del GC a 30 °C y espere a que el GC esté listo.
7. Acople la columna al interfase GC (consulte la sección "Acondicionamiento de columnas capilares en la interfase GC/MSD" en la página 38).

Acondicionamiento de columnas capilares en la interfase GC/MSD



Este procedimiento es para instalar una columna capilar directamente en la línea de transferencia con una tuerca de la columna.

GC Agilent Serie 7890

Materiales necesarios

- Cortador de columnas, cerámica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Férrulas
  - di de 0,3 mm para columnas con un di de 0,10 mm (5062-3507)

  - di de 0,4 mm para columnas con un di de 0,20 y 0,25 mm (5062-3508)
  - di de 0.5 mm para columnas con un di de 0.32 mm (5062-3506)
  - di de 0.8 mm para columnas con un di de 0.53 mm (5062-3512)
- Linterna
- 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)
- Medidor de columnas

PRECAUCIÓN Utilice siempre guantes cuando manipule cualquier pieza del interior del GC o las cámaras del analizador.

Procedimiento

1 Acondicione la columna (consulte la sección “Acondicionamiento de columnas capilares” en la página 37).

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

ADVERTENCIA **Dentro de la cámara del analizador hay voltajes peligrosos que pueden causar lesiones mortales. No abra la puerta de la cámara del analizador por ningún motivo. Si alguna vez es necesario acceder a esta, como primera medida el personal de servicio cualificado debe desconectar el instrumento del suministro eléctrico del edificio.**

2 Si no está utilizando el accesorio Quick Swap, purgue el MS. Para purgar el MS, consulte “Para purgar el MSD” en la página 75.

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

3 Inserte una tuerca de interfase y una férrula acondicionada en el extremo libre de la columna GC. El extremo cónico de la férrula debe estar orientado hacia la tuerca.

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

5 Mientras sujeta la columna con el dedo pulgar contra el cortador, pártala contra el extremo del cortador.

6 Revise el extremo para ver si los bordes están dentados o con rebaba. Si el corte no es limpio y uniforme, repita los pasos 4 y 5.

7 Limpie el extremo con alcohol.

8 Inserte la columna en el medidor de columnas

9 Deslice la columna de forma que sobresalga de 1 a 2 mm del extremo de la herramienta.

10 Apriete la conexión con la mano.

11 Apriete la tuerca de un 1/4 a 1/2 de vuelta más para ajustar la férrula a la columna.

12 Inserte la columna en la interfase GC/MS.

13 Apriete la tuerca con la mano. Asegúrese de que la posición de la columna no cambia al apretar la tuerca.

14 Revise el horno del GC para asegurarse de que la columna no está tocando las paredes.

15 Apriete la tuerca de 1/4 a 1/2 vuelta.

16 Compruebe que la tuerca esté apretada después de uno o dos ciclos de calentamiento y vuelva a ajustarla según sea necesario.

3
Funcionamiento en modo de Ionización electrónica (EI)

Hacer funcionar el MSD desde el sistema de datos 44
Hacer funcionar el MSD desde el LCP 44
Interfase GC/MSD EI 51
Antes de encender el MSD 53
Bombear 54
Control de las temperaturas 55
Control del flujo de columna 55
Purgar el MSD 56
Ver la temperatura del MSD y el estado de vacío 57
Configurar monitores de la temperatura del MSD y el estado de vacío 59
Ajustar las temperaturas del analizador en la ventana Instrument Control 61
Ajustar la temperatura de la interfase GC/MSD de MassHunter 63
Supervisar la presión de alto vacío 64
Calibrar la velocidad lineal del flujo de columna 66
Sintonizar el MSD en modo EI 68
Comprobar el rendimiento del sistema 70
Comprobación de alta masa (MSD de la serie 5977) 71
Abrir las cubiertas del MSD 74
Para purgar el MSD 75
Para abrir la cámara del analizador 77
Para cerrar la cámara del analizador 80
Bombear el MSD en modo EI 84
Trasladar o guardar el MSD 86

En este capítulo se describe cómo llevar a cabo algunos procedimientos básicos del funcionamiento del GC/MSD Agilent 5977 mediante la ionización por impacto de electrones.

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.

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

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.

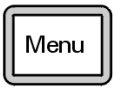
Modos de funcionamiento

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:

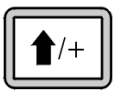


Pulse [**Menu**] hasta que aparezca el menú deseado.

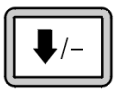


Pulse [**Item**] hasta que aparezca el elemento deseado.

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.
Hi Vac Soft Start	

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.
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.
Quadrupole Temp, °C	Muestra y establece la temperatura del cuadrupolo.
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 keyboard	Muestra la dirección IP para el MSD y se programa mediante MassHunter Data Acquisition.
Gateway IP Address	Muestra la dirección IP de la pasarela para el MSD.
Máscara de subred	Muestra la máscara de subred para el MSD.
GC Comm IP Address	Muestra la dirección IP.
ChemStation IP	Muestra la dirección IP para MassHunter Data Acquisition.

Tabla 9 Menú de la red (continuación)

Acción	Descripción
GC IP Address	Muestra la dirección IP para el GC.
Ping gateway	Comprueba la comunicación con la pasarela.
Ping ChemStation	Comprueba la comunicación con MassHunter Data Acquisition.
Ping GC	Comprueba la comunicación con el GC.
MAC Address	Muestra la dirección MAC de la tarjeta SmartCard del MSD.
Reboot with new network settings	Reinicia el sistema y guarda la nueva configuración de la red.

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 5 en la página 52) 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 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.

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 una fuente de iones EI. Existen dos tipos de sellos de la punta que pueden utilizarse con fuentes EI. Las fuentes EI estándares/inertes no necesitan un sello de la punta. La fuente extractora en un único sistema EI utiliza un sello de la punta (G3870-20542). La fuente extractora y la fuente CI en un único sistema EI/CI utiliza el sello de la punta CI (G1999-60412).

Consulte también

"Acondicionamiento de columnas capilares en la interfase GC/MSD" en la página 38.

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

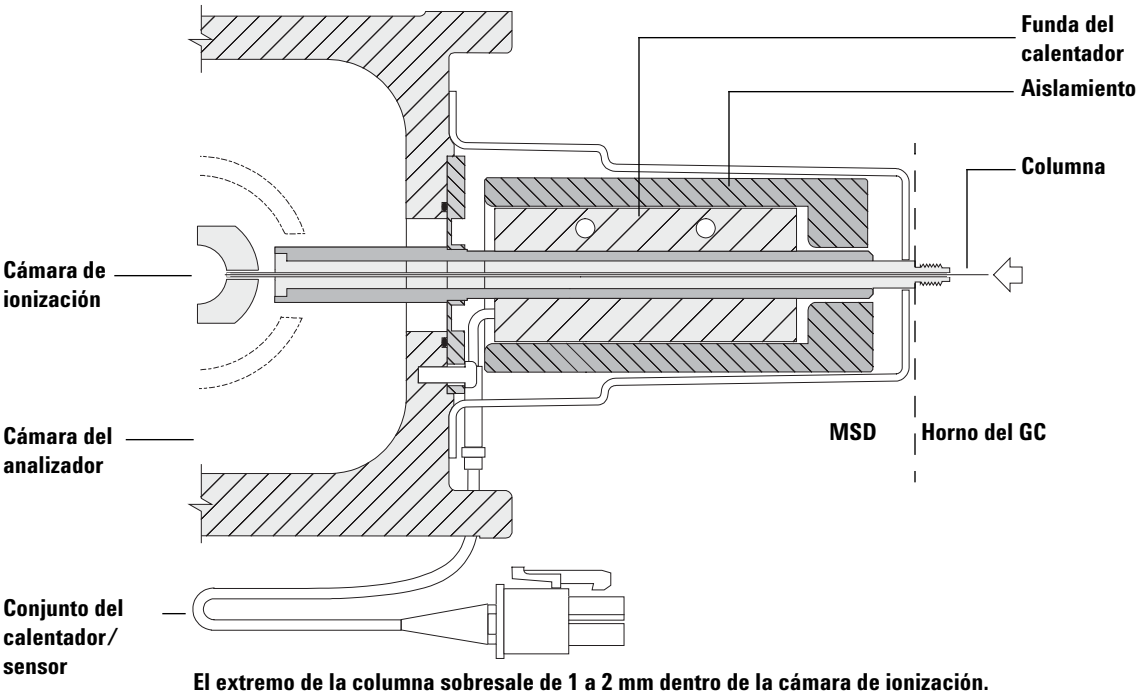


Figura 5 Interfase GC/MSD EI

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 (el botón girado totalmente a la derecha).
- Todos los demás sellos de vacío y adaptadores deben estar colocados y apretados correctamente. (El tornillo de la placa frontal no debe apretarse, a no ser que se estén usando gases reactivos o portadores peligrosos.)
- El MSD está conectado a una fuente de alimentación conectada a tierra.
- La interfase 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 debe estar totalmente apretado.
- El escape de la bomba delantera está purgado correctamente.

ADVERTENCIA **El escape de la bomba delantera contiene disolventes y los productos químicos que está analizando. Si utiliza la bomba delantera estándar, también contiene trazas de aceite de bomba. Si está utilizando disolventes tóxicos o analizando productos químicos tóxicos, retire la trampa de aceite (bomba estándar) e instale un manguito (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 G3397B opcional

El LCP también puede mostrar estos datos.

Control de las temperaturas

Las temperaturas del MSD se controlan mediante el sistema de datos. El MSD cuenta con calentadores y sensores de temperatura independientes para la fuente de iones y el filtro de masas 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 auxiliar nº 2 calentada del GC es la que hace funcionar el calentador. 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 térmica 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 inyector del GC. Con una presión de inyector determinada, el flujo de columna disminuirá a medida que aumente la temperatura del horno del GC. Con el control electrónico de presión (EPC) y el modo de columna establecido en **Constant Flow**, se mantiene el mismo flujo de columna independientemente de la temperatura.

Se puede utilizar el MSD para medir el flujo de columna real. Inyecte una ***pequeña*** cantidad de aire o de otro producto químico no retenido y mida el tiempo que tarda en alcanzar el MSD. Midiendo este tiempo se puede calcular el flujo de la columna. Consulte la sección “Calibrar la velocidad lineal del flujo de columna” en la página 66.

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. Consulte la sección "Modelos y características del MSD serie 5977".

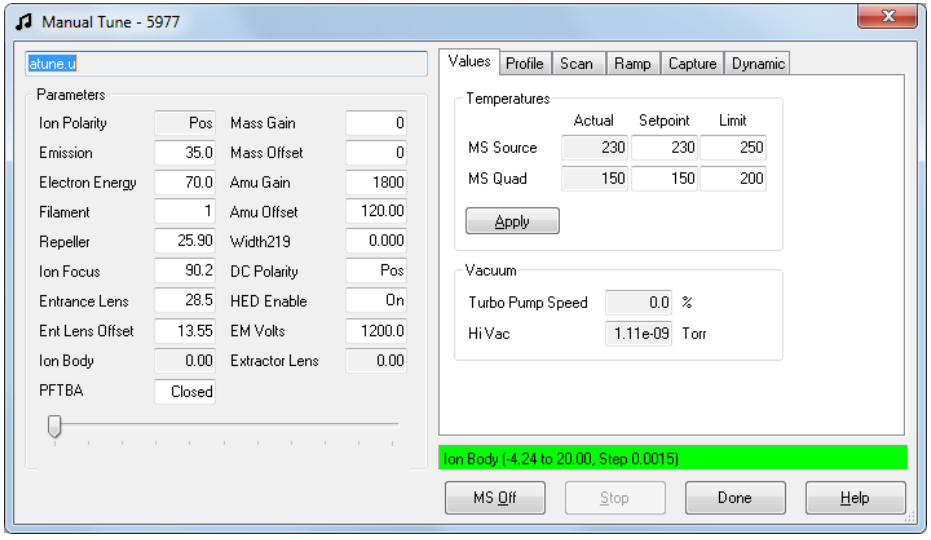
Ver la temperatura del MSD y el estado de vacío

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 página 44.

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%.

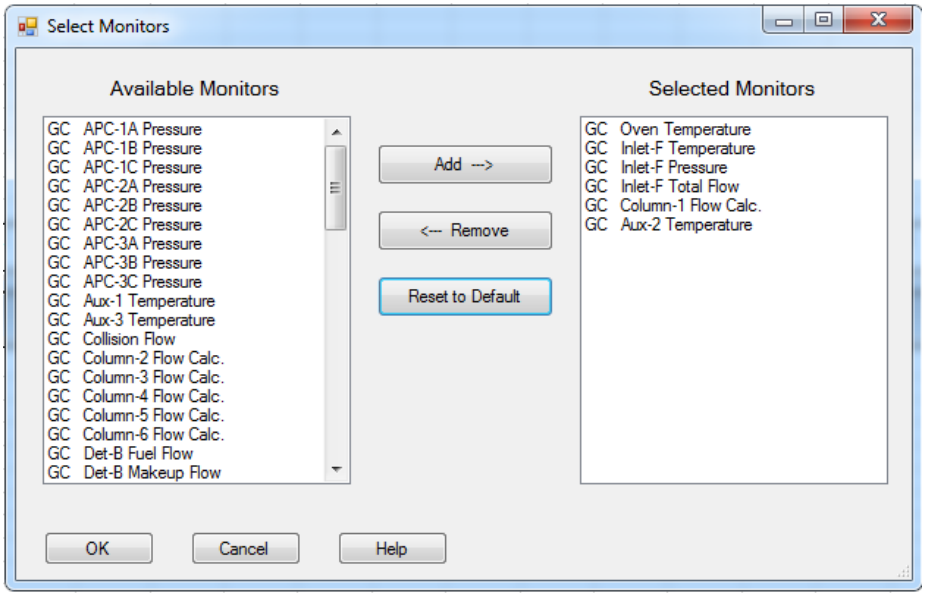
Los calentadores del MSD se encienden al final del ciclo de bombeo y se apagan al principio del ciclo de purga. Los valores indicados no cambian durante la purga o el bombeo, aunque ambas zonas del MSD estén apagadas.

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

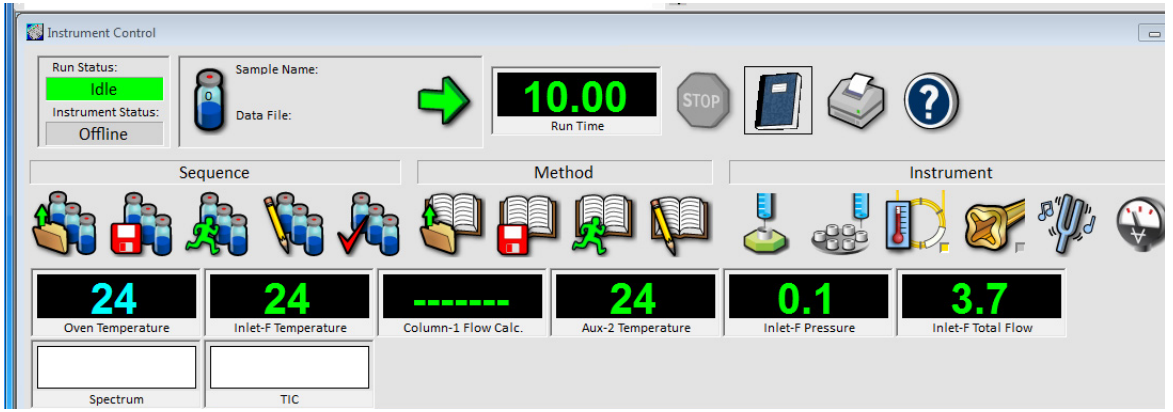
4 En la ventana **Instrument Control**, seleccione **Edit Monitors** en el menú **Instrument** para visualizar el cuadro de diálogo **Select Monitors**.



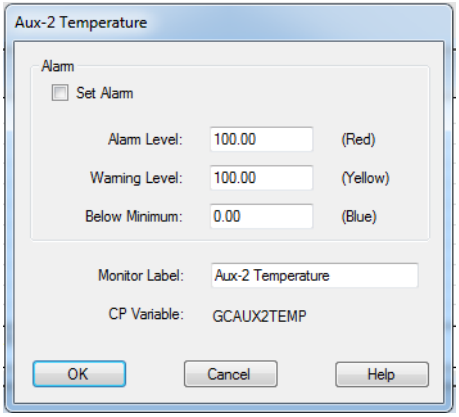
5 En la columna **Available Monitors**, seleccione un monitor y haga clic en el botón **Add** para mover la selección a la columna **Selected Monitors**. Repita este paso para agregar más monitores.

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

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



8 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.

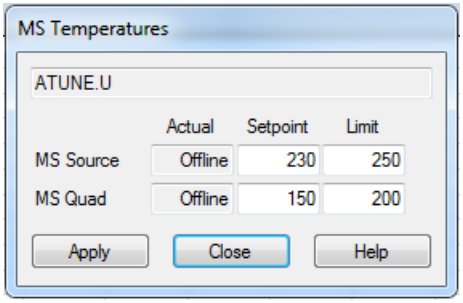
9 Para incorporar los nuevos valores como parte del método, guarde el método.

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.**

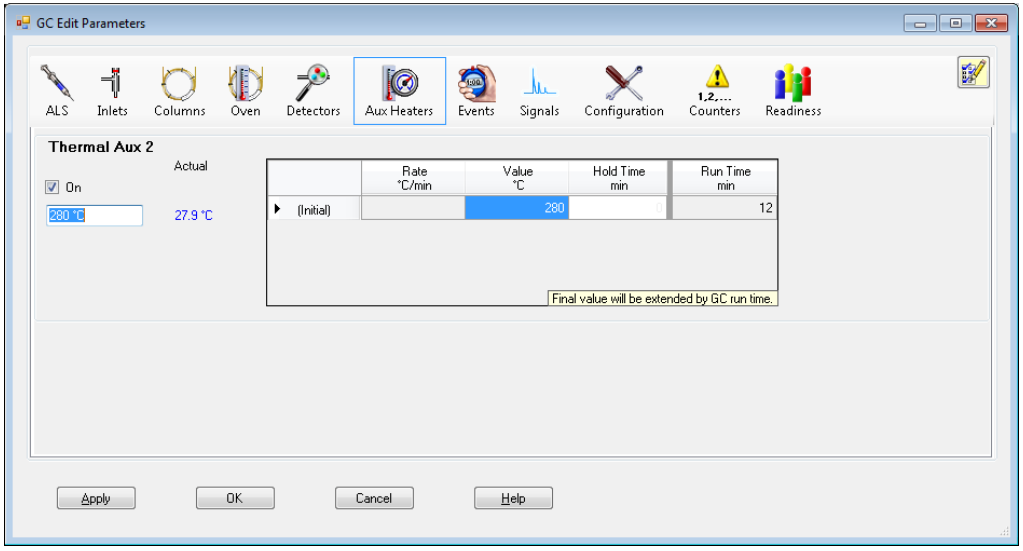
4 Haga clic en **Close** para salir del cuadro de diálogo. Si se han efectuado cambios en los parámetros, se mostrará el cuadro de diálogo **Save MS Tune File**. Haga clic en **OK** para guardar los cambios en el mismo archivo, o bien, escriba un nuevo nombre de archivo y haga clic **OK**. Haga clic 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 °. 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.

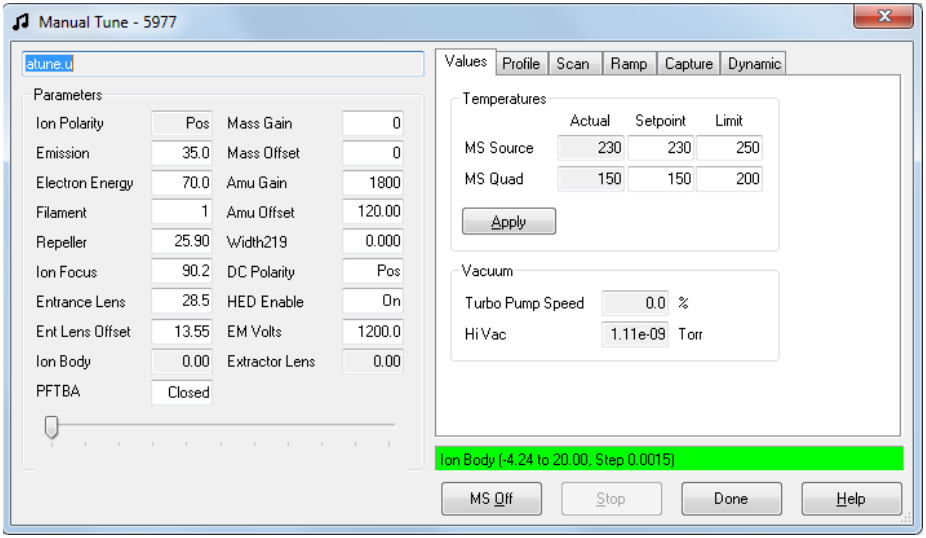
Supervisar la presión de alto vacío

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

ADVERTENCIA **En el caso de que utilice hidrógeno como gas portador, no encienda el medidor de vacío microiónico si existe alguna posibilidad de que se haya acumulado hidrógeno en la cámara del analizador. Lea "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 página 84).
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 iónico

Velocidad de flujo en columna, mL/min	Lectura de medidor opcional, TorrBomba turbo de *alto rendimiento*	Lectura del medidor, TorrBomba *de difusión*	Lectura delantera, TorrBomba *de difusión*
0.5	3,18E–06	2,18E–05	34.7
0.7	4,42E–06	2.61E–05	39.4
1	6.26E–06	3.11E–05	52.86
1.2	7.33E–06	4.46E–05	60.866
2	1.24E–05	7.33E–06	91.784
3	1.86E–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.

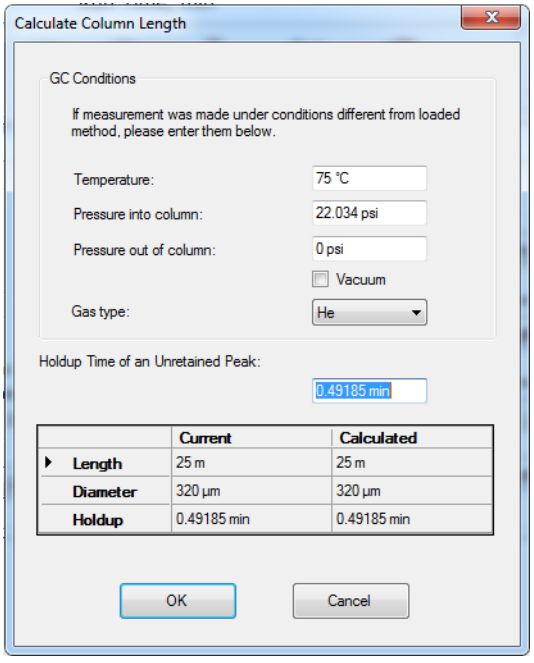
En la ventana Instrument Control puede configurar un monitor MS para visualizar las lecturas de vacío. También puede ver las lecturas de vacío en el LCP o en la pantalla de sintonización manual.

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

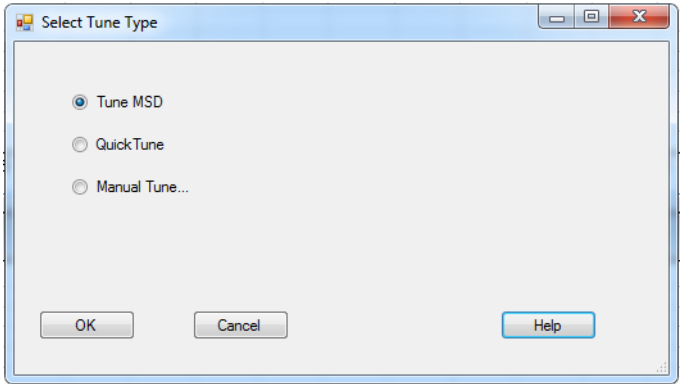
Sintonizar el MSD en modo EI

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 página 44.

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 5977)

Materiales necesarios

- Muestra de calibración FHT (5188-5357)

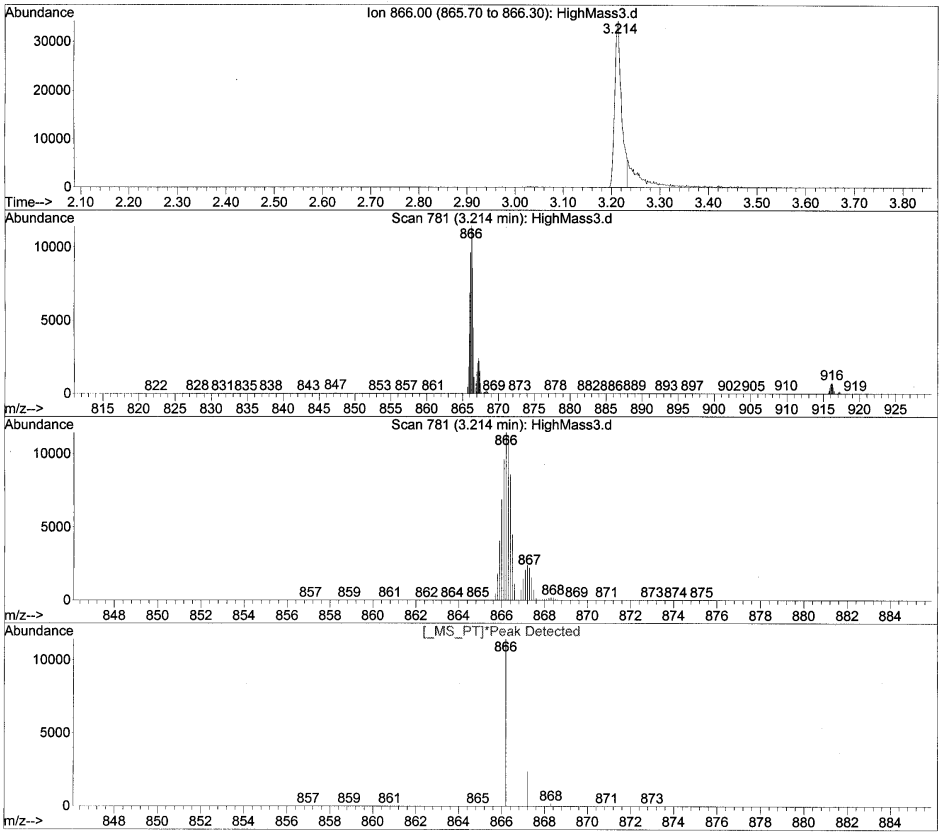
Procedimiento

1. Cargue el archivo de sintonización ATUNE.U y sintonice automáticamente el MSD. Consulte la sección "Sintonizar el MSD en modo EI" en la página 68.
2. Resuelva el método PFHT.M en x\5977\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 "Informe PFHT de alta masa" en la página 72.

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 6 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.

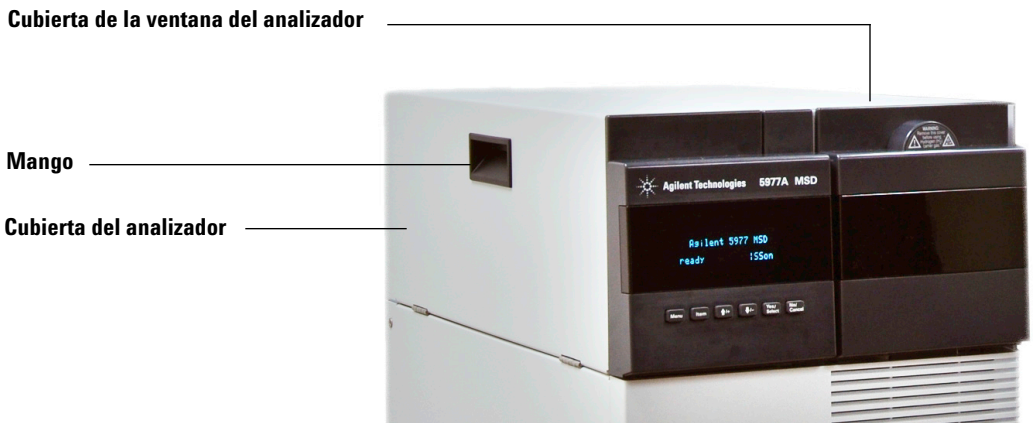
Abrir las cubiertas del MSD

Si necesita abrir alguna de las cubiertas del MSD, siga el procedimiento indicado a continuación:

Para extraer la cubierta de la ventana de vista del analizador

Presione la parte redondeada situada en la parte superior de la cubierta de la ventana, incline ligeramente la ventana hacia adelante y levante el MSD.

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



Para abrir la cubierta del analizador

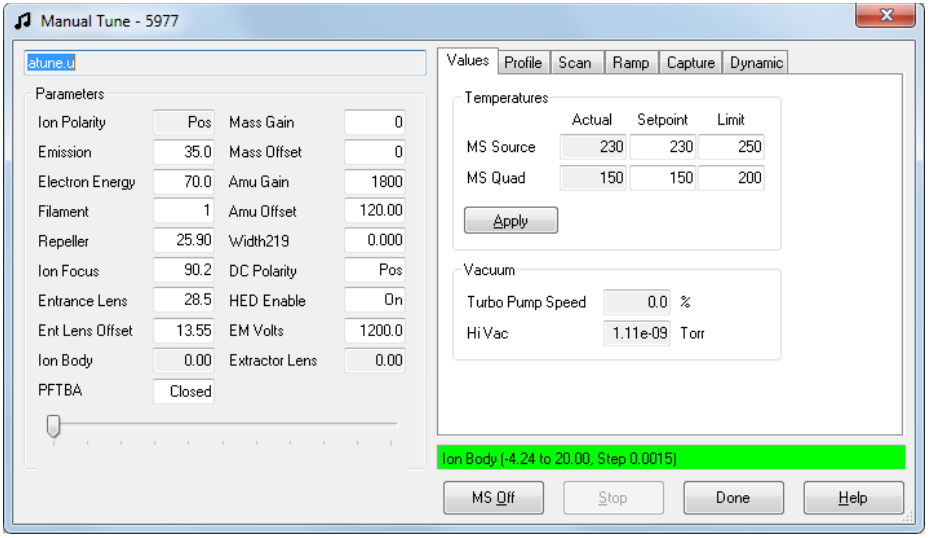
Tire del mango ubicado en el costado del MSD hacia la izquierda y abajo para liberar el cierre magnético y abrir la cubierta. La cubierta se mantiene en su sitio gracias a las bisagras.

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

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.

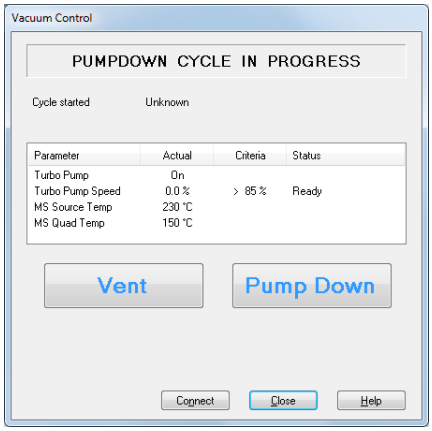


ADVERTENCIA

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.

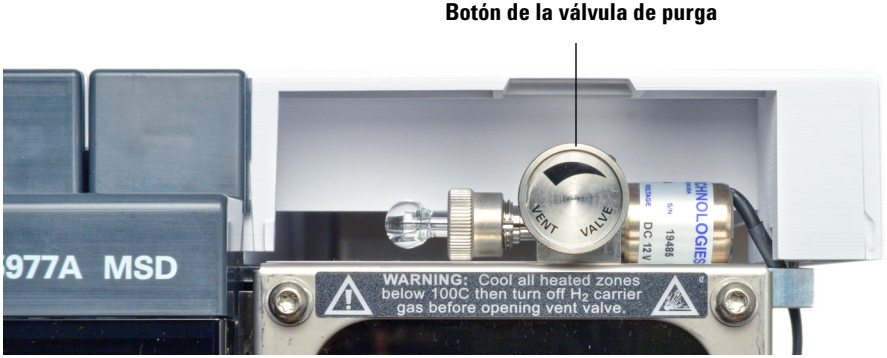
4 En el cuadro de diálogo **Manual Tune**, seleccione la ficha **Vacuum Control**.



5 Extraiga la cubierta de la ventana del analizador (consulte “Abrir las cubiertas del MSD” en la página 74).

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.



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

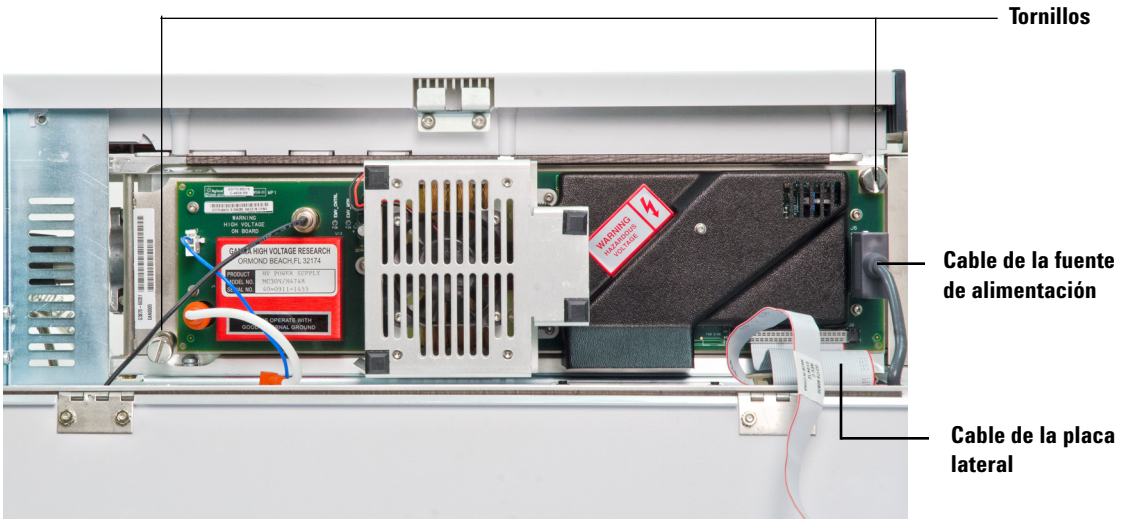
- Guantes limpios y sin pelusas
  - Grandes (8650-0030)
  - Pequeños (8650-0029)
- Muñequera antiestática
  - Pequeña (9300-0969)
  - Mediana (9300-1257)
  - Grande (9300-0970)

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 (página 126) antes de abrir la cámara del analizador.

Procedimiento

1 Purgue el MSD (consulte "Para purgar el MSD" en la página 75).

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 si están apretados.

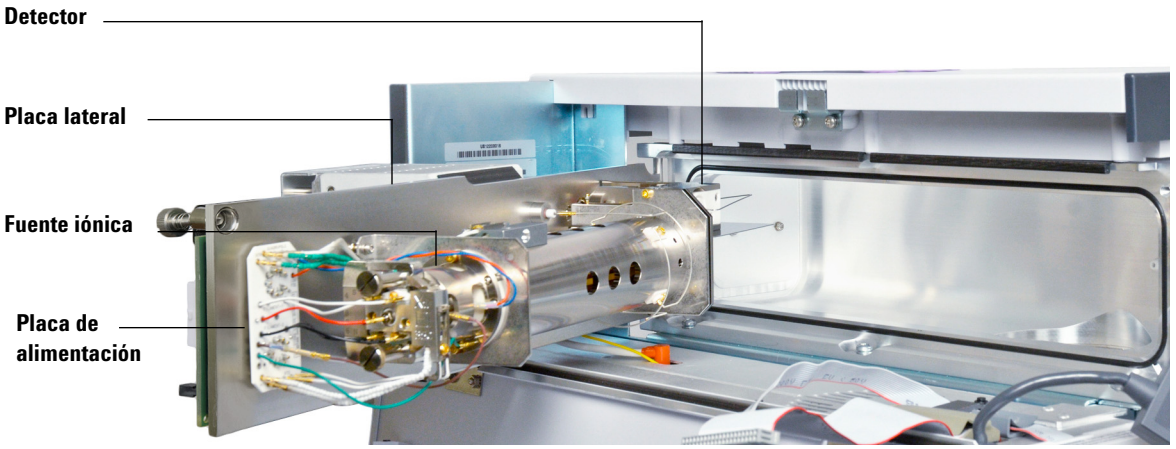
El tornillo de la placa trasera debe estar flojo durante el uso normal. Sólo debe apretar para el traslado del aparato. El tornillo de la placa delantera sólo debe apretarse para la ionización química (CI) o en caso de que se utilice hidrógeno u otras sustancias inflamables o tóxicas como gas portador.

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.

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.

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



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 estándares llevan el mismo cableado. La fuente EI extractora cuenta con un cableado adicional que conduce a la lente de extracción.

Consulte la Tabla 14 para leer una descripción del cableado y la Figura 7 en la página 81 y la Figura 8 en la página 82 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)
Marrón (1)	Lente de extracción (solo en la fuente EI extractora)	Placa inferior del centro

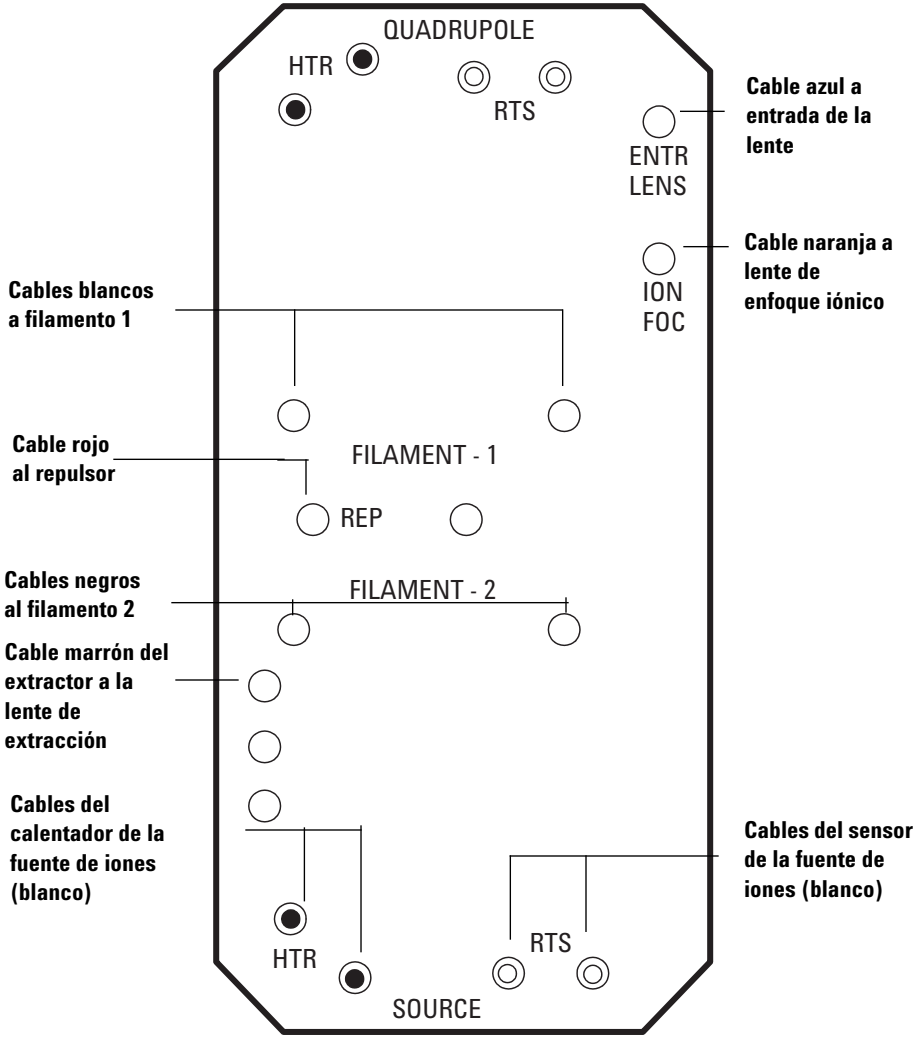


Figura 7 Cableado de la placa de alimentación

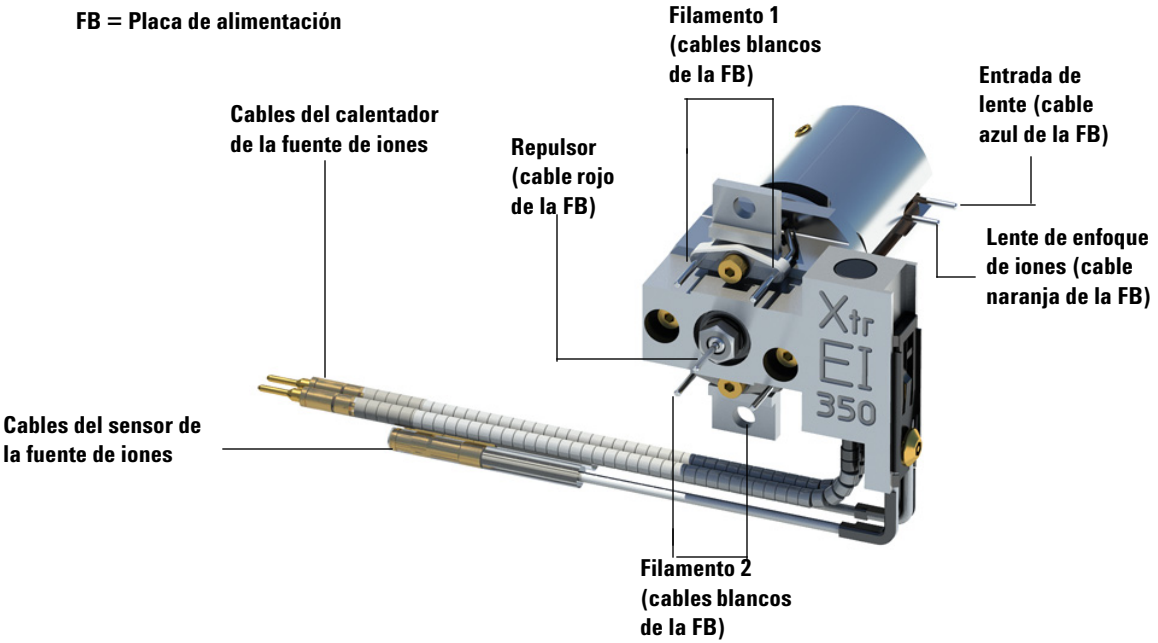


Figura 8 Cableado de la fuente de iones

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 5977 para ver las instrucciones sobre lubricación.

2. Cierre la placa lateral.
3. Vuelva a conectar los cables de control del panel lateral.
4. Compruebe que la válvula de purga está cerrada.
5. Bombee el MSD. Consulte la sección “Bombear el MSD en modo EI” en la página 84.

6 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.

7 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 página 44.

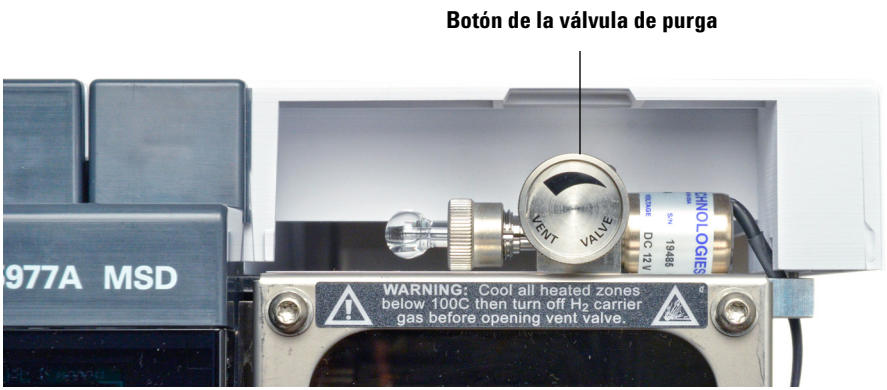
ADVERTENCIA **Antes de comenzar el bombeo, compruebe que el MSD cumple todas las condiciones enumeradas en la introducción de este capítulo (página 51). En caso contrario, puede sufrir lesiones personales.**

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 "Abrir las cubiertas del MSD" en la página 74).

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.

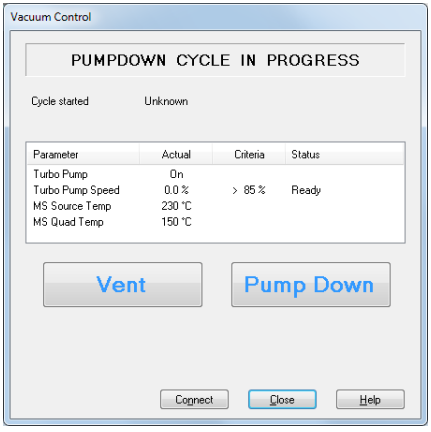
5 Presione ligeramente el panel lateral para asegurar un sellado correcto. Presione la caja metálica de la placa lateral.

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 ("Para purgar el MSD" en la página 75).

2 Extraiga la columna e instale una férrula ciega y la tuerca de la interfase.

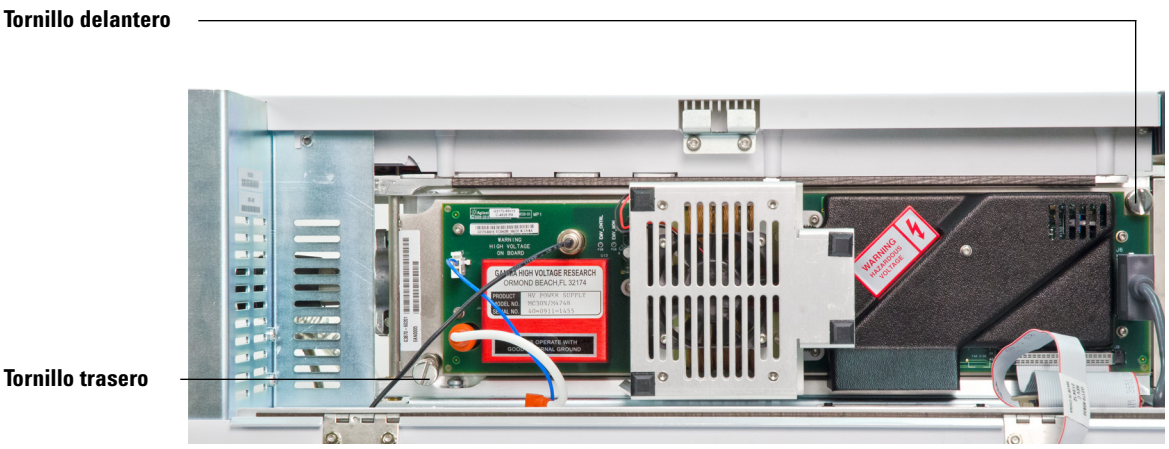
3 Cierre la válvula de purga.

4 Separe el MSD del GC (consulte el Manual de resolución de problemas y mantenimiento del MSD serie 5977).

5 Desconecte el cable del calentador de la interfase del GC/MSD del GC.

6 Abra la tapa del analizador ("Abrir las cubiertas del MSD" en la página 74).

7 Apriete con la mano los tornillos de la placa lateral.



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

8 Conecte el cable de alimentación del MSD.

9 Encienda el MSD para crear un vacío aproximado. Compruebe que la velocidad de la bomba turbo es mayor del 50% o que la presión delantera está alrededor de ~1 Torr.

10 Apague el MSD.

11 Cierre la tapa del analizador.

12 Desconecte los cables LAN, remoto y de alimentación.

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

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

4
Funcionamiento en modo de Ionización química (CI)

Instrucciones generales 90
Interfase GC/MSD CI 91
Sintonización automática de CI 93
Funcionamiento del MSD CI 95
Cambiar de la fuente EI estándar o inerte a la fuente CI 96
Cambiar de la fuente EI extractora a la fuente CI 97
Bombear el MSD en modo CI 98
Configurar el software para el funcionamiento de CI 99
Funcionamiento del módulo de control del flujo de gas reactivo 101
Configurar el flujo de gas reactivo metano 104
Uso de otros gases reactivos 107
Cambiar de la fuente CI a la fuente EI estándar o inerte 110
Cambiar de la fuente CI a la fuente EI extractora 111
Realizar una sintonización automática de PCI (sólo metano) 112
Realizar una sintonización automática de NCI (gas reactivo metano) 114
Comprobar el rendimiento de PCI 116
Comprobar el rendimiento de NCI 117
Supervisar la presión de alto vacío en modo CI 118

En este capítulo se ofrece información e instrucciones de funcionamiento de los MSD CI serie 5977 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. Consulte la sección "Comprobar el rendimiento del sistema" en la página 70.
- Asegúrese de que la fuente iónica de CI y el sello de la punta de la interfase GC/MSD están instalados.
- Asegúrese de que las tuberías de gas reactivo no presentan fugas de aire. Esto se comprueba en el modo PCI, buscando *m/z* 32 después de la presintonización de metano.
- Asegúrese de que la línea de entrada de gas reactivo está equipada con purificadores de aire (esto no corresponde al amoníaco).

Interfase GC/MSD CI

La interfase GC/MSD CI (Figura 9) 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 de la fuente de CI a través 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. El sello de la punta del CI, que es necesario para el funcionamiento del CI, puede permanecer en su lugar cuando la fuente EI extractora está en uso. En el caso de las fuentes EI estándares o inertes, se reemplaza con mucha facilidad.

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.

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.**

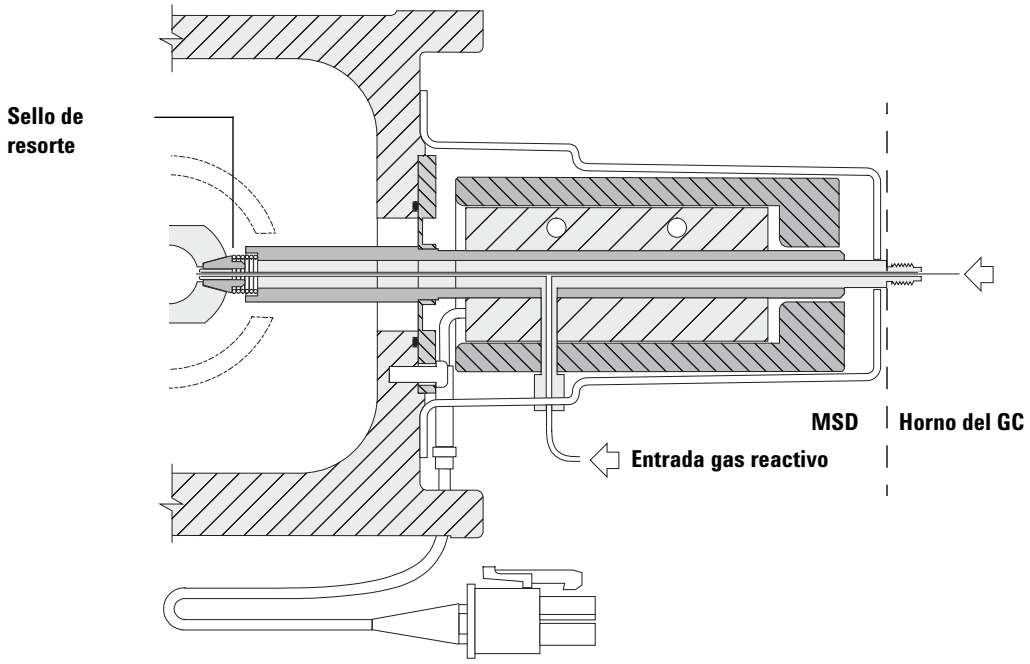


Figura 9 Interfase GC/MSD CI

Consulte también

"Acondicionamiento de columnas capilares en la interfase GC/MSD" en la página 38.

Sintonización automática de CI

Una vez ajustado el flujo del gas reactivo, deben sintonizarse las lentes y la electrónica del MSD. Consulte la sección "Configuración del gas reactivo" en la página 94. Se utiliza como calibrante perfluoro-5,8-dimetil-3,6,9-trioxidodecano (PFDTD). En lugar de desbordar la cámara de vacío completamente, el PDFTF se introduce directamente en la cámara de ionización a través de la interfase GS/MSD mediante el módulo de control del flujo de gas.

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

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

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

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

PRECAUCIÓN Compruebe siempre el rendimiento del MSD en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI. Consulte la sección "Comprobar el rendimiento del sistema" en la página 70. Configure siempre el MSD CI en modo PCI primero, incluso cuando vaya a utilizar el modo NCI.

Tabla 15 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

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 16) y la energía de electrones deben optimizarse para el analito concreto.

Tabla 16 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.

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

- Flujo de gas en modo PCI establecido en 20 (1 mL/min)
- Flujo de gas en modo NCI establecido en 40 (2 mL/min)

Cambiar de la fuente EI estándar o inerte 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. Consulte la sección "Para purgar el MSD" en la página 75.
2. Abra el analizador. Consulte la sección "Para abrir la cámara del analizador" en la página 77.
3. Quite la fuente de iones EI. Consulte la sección "Retirar la fuente iónica EI" en la página 130.

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

4. Instale la fuente de iones de CI. Consulte la sección "Instalar la fuente iónica de CI" en la página 169.
5. Instale la punta del sello de la interfase CI/Xtr (ref. G1999-60412). Consulte la sección "Instalar el sello de la punta de la interfase CI/Xtr" en la página 157.
6. Cierre el analizador. Consulte la sección "Para cerrar la cámara del analizador" en la página 80.
7. Bombee el MSD. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo CI" en la página 98.

Cambiar de la fuente EI extractora 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.

PRECAUCIÓN Si los componentes del analizador reciben descargas electroestáticas, estas llegarán a la placa lateral y pueden dañar piezas importantes. Utilice una muñequera antiestática. Consulte la sección "Descarga electrostática" en la página 126. Tome medidas antiestáticas ***antes*** de abrir la cámara del analizador.

Procedimiento

1. Purgue el MSD. Consulte la sección "Para purgar el MSD" en la página 75.
2. Abra el analizador. Consulte la sección "Para abrir la cámara del analizador" en la página 77.
3. Quite la fuente de iones EI extractora. Consulte la sección "Retirar la fuente iónica EI" en la página 130.
4. Saque el cable marrón del extractor de la placa de alimentación y almacénelo junto con la fuente EI extractora. Consulte la sección Figura 7 en la página 81.
5. Instale la fuente de iones de CI. Consulte la sección "Instalar la fuente iónica de CI" en la página 169.
6. Cierre el analizador. Consulte la sección "Para cerrar la cámara del analizador" en la página 80.
7. Bombee el MSD. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo CI" en la página 98.

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" en la página 84.

   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 17 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 17 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 17:

- **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.

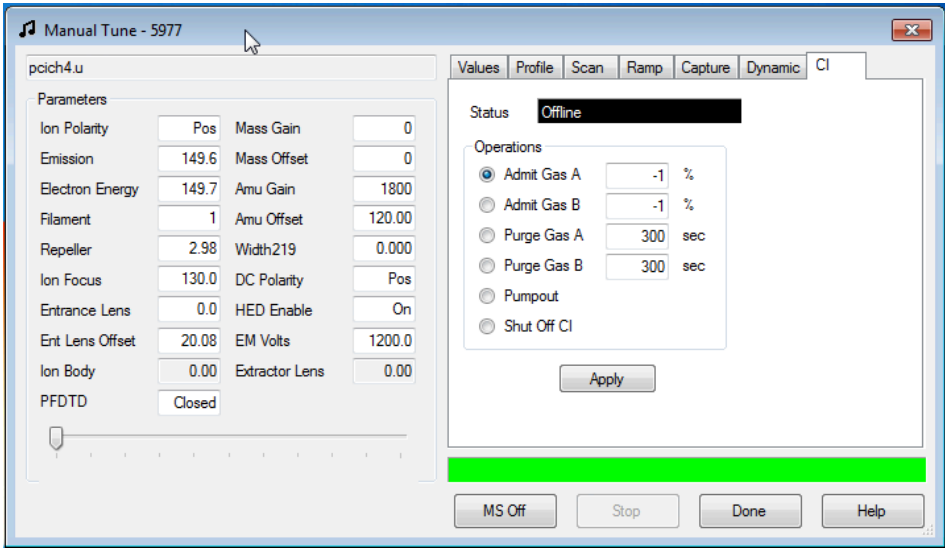
Funcionamiento del módulo de control del flujo de gas reactivo

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 10) 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 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. Consulte la Figura 10 y la Tabla 18 en la página 105.

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.

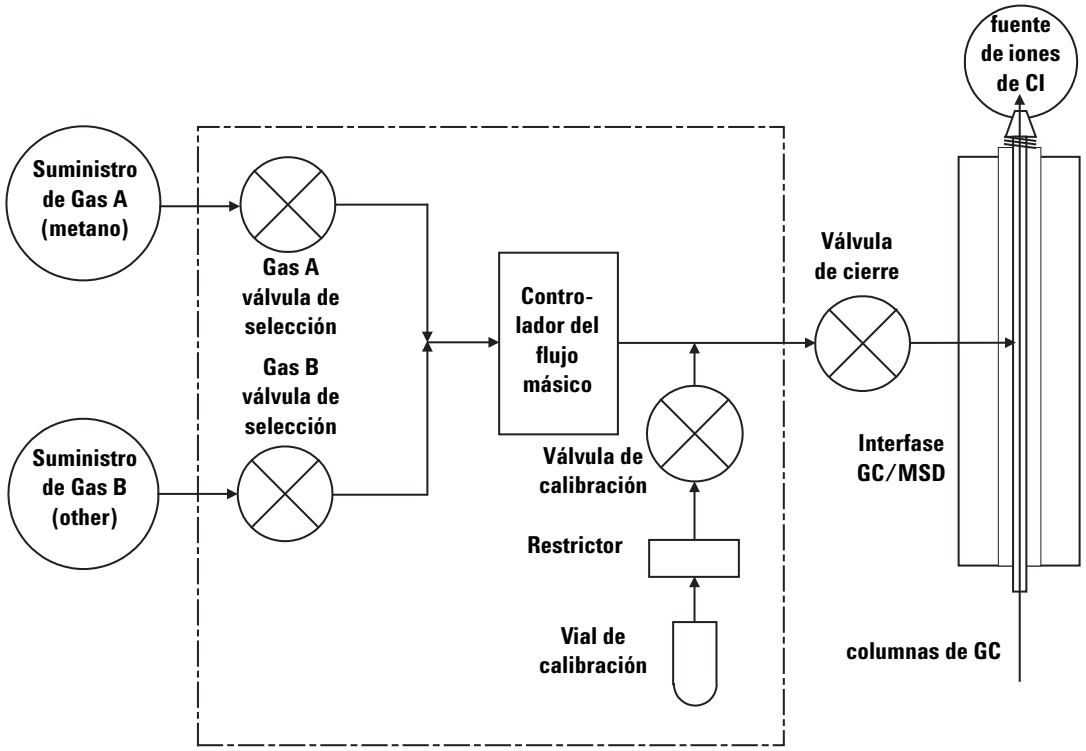


Figura 10 Esquema del módulo de control de flujo del gas reactivo

Tabla 18 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	Activado valor →	Activado valor →	Activado → 100%	Activado → 100%	Activado → 100%	Desactivado (→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" en la página 68.
2. Purgue el sistema. Consulte la sección "Purgar el MSD" en la página 56.
3. Instale la fuente de CI. "Instalar la fuente iónica de CI" en la página 169.
4. Bombee el sistema. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo CI" en la página 98.
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 en modo CI" en la página 118.
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.

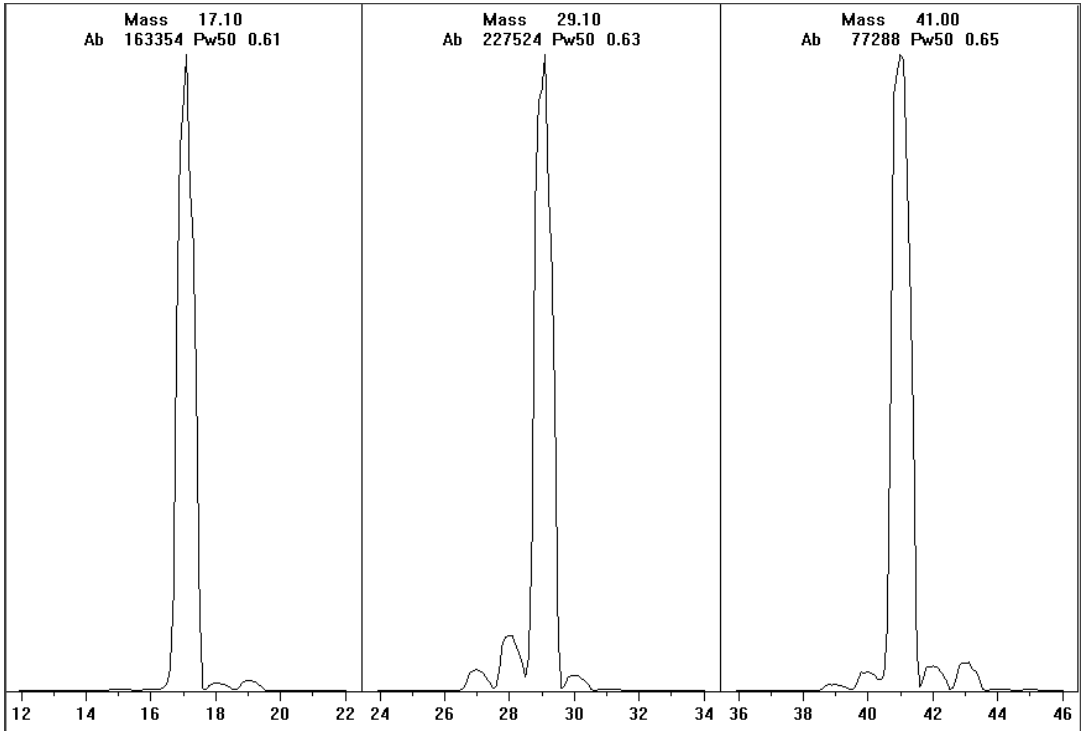


Figura 11 Barridos de iones reactivos tras un prolongado acondicionamiento térmico

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 5977 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 la Guía de conceptos 5977. 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 19 para obtener detalles al respecto.

Tabla 19 Gases reactivos

Gas reactivo/modo	**Masas de iones reactivos**	**PFDTD Iones de calibración**	**Iones de ajuste de flujo: Relación** EI/PCI/NCI del 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)" en la página 112.
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. Para obtener más información sobre el funcionamiento de CI con amoníaco, consulte la nota de aplicación de Agilent "Implementación del gas reactivo amoníaco para la ionización química en los MSD Agilent serie 5977 (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 5977*).

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 CI a la fuente EI estándar o inerte

Procedimiento

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

PRECAUCIÓN Si los componentes del analizador reciben descargas 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 "Descarga electrostática" en la página 126.

1. En la ventana Tune and Vacuum Control, purgue el MSD. Consulte la sección "Para purgar el MSD" en la página 75. El software le solicitará que realice los pasos oportunos.
2. Abra el analizador. Consulte la sección "Para abrir la cámara del analizador" en la página 77.
3. Retire el sello de la punta de la interfase CI/Xtr. Consulte la sección "Instalar el sello de la punta de la interfase CI/Xtr" en la página 157.
4. Instale la fuente iónica de EI Consulte la sección "Instalar la fuente iónica EI" en la página 152.
5. 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.
6. Bombee el MSD. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo EI" en la página 84.
7. Cargue el fichero de sintonización EI.

Cambiar de la fuente CI a la fuente EI extractora

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"Descarga electrostática".

Procedimiento

1. En la ventana Tune and Vacuum Control, purgue el MSD. Consulte la sección "Para purgar el MSD" en la página 75. El software le solicitará que realice los pasos oportunos.
2. Abra el analizador. Consulte la sección "Para abrir la cámara del analizador" en la página 77.
3. Retire la fuente iónica de CI. Consulte la sección "Extraer la fuente iónica de CI" en la página 159. No es necesario retirar el sello de la punta como en la fuente EI estándar o inerte. El sello de la punta de la interfase CI encajará en la fuente EI extractora.
4. Instale la fuente EI extractora. Consulte "Instalar la fuente iónica EI" en la página 152..
5. Localice el cable marrón del extractor en el almacenamiento y conéctelo a la lente de extracción y la placa de la fuente de alimentación.
6. Coloque la fuente de iones de CI en la caja de almacenamiento de la fuente de iones.
7. Bombee el MSD. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo EI" en la página 84.
8. Cargue el fichero de sintonización EI.

Realizar una sintonización automática de PCI (sólo metano)

PRECAUCIÓN

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

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

Procedimiento

1. Compruebe que el MSD funciona correctamente en modo EI primero. Consulte la sección "Comprobar el rendimiento del sistema" en la página 70.
2. Cargue el fichero de sintonización **PCICH4.U** o un fichero de sintonización existente para el gas reactivo que esté utilizando.

   Si utiliza un fichero de sintonización que ya existe, asegúrese de guardarlo con un nuevo nombre si no quiere sobrescribir los valores que contiene.
3. Acepte los valores predeterminados.
4. Establezca la configuración para el metano. Consulte la sección "Configurar el flujo de gas reactivo metano" en la página 104.
5. En el menú **Tune**, haga clic en **CI Autotune**.

No hay ningún criterio para el rendimiento de sintonización. Si la sintonización automática finaliza, se aprueba (Figura 12). Sin embargo, si la sintonización establece el voltaje multiplicador de electrones (EMVolts) en 2600 V o más, es posible que no pueda obtener datos fiables si su método establece el EMVolts en "+400" o superior.

El informe de sintonización automática contiene información sobre el aire y el agua del sistema. Consulte "Informe de una sintonización automática de PCI" en la página 113.

Una relación 19/29 muestra la abundancia de agua.

Una relación 32/29 muestra la abundancia de oxígeno.

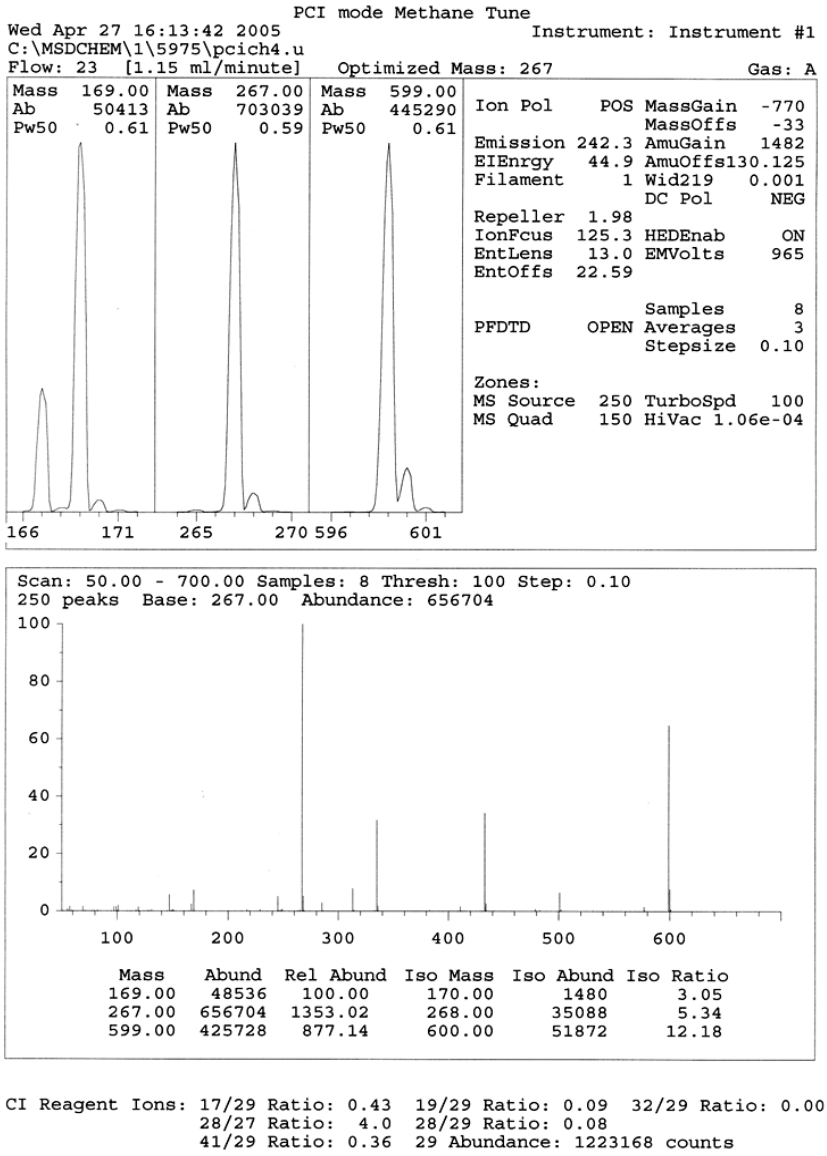


Figura 12 Informe de una sintonización automática de PCI

Realizar una sintonización automática de NCI (gas reactivo metano)

PRECAUCIÓN Compruebe siempre el rendimiento del MSD en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI. Consulte la sección "Comprobar el rendimiento del sistema" en la página 70. 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 sintonización. Si la sintonización automática finaliza, se aprueba (Figura 13). 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.

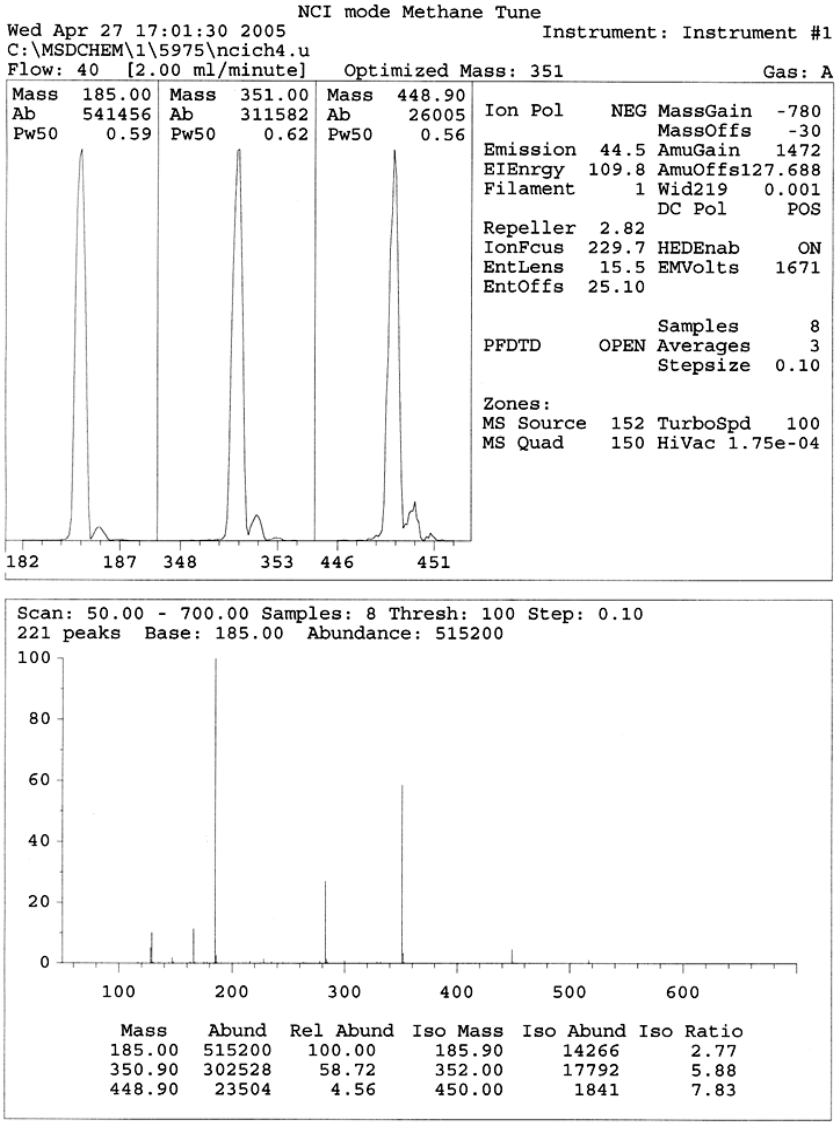


Figura 13 Sintonización automática de NCI

Comprobar el rendimiento de PCI

Materiales necesarios

- Benzofenona, 100 pg/µL (8500-5440)

PRECAUCIÓN Compruebe siempre el rendimiento del MSD en EI antes de cambiar al funcionamiento de CI. Consulte la sección página 70. 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. Consulte la sección "Cambiar de la fuente CI a la fuente EI extractora" en la página 111.
5. Ejecute la sintonización automática de CI. Consulte la sección "Sintonización automática de CI" en la página 93.
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. Consulte la sección "Comprobar el rendimiento del sistema". Configure siempre el MSD CI en modo PCI primero, incluso cuando vaya a utilizar el modo NCI.

Procedimiento

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

   Observe que no hay criterios para "aprobar" la sintonización automática en CI. Si la sintonización automática de CI finaliza, se aprueba.
5. Ejecute el método de sensibilidad NCI: OFN_NCI.M utilizando 2 µL de 100 fg/µL OFN.
6. Compruebe que el sistema cumple la especificación de sensibilidad publicada. Puede consultar las especificaciones en la página Web de Agilent, en la dirección www.agilent.com/chem.

Supervisar la presión de alto vacío en modo CI

ADVERTENCIA **En el caso de que utilice hidrógeno como gas portador, no encienda el medidor de vacío microiónico si existe alguna posibilidad de que se haya acumulado hidrógeno en la cámara del distribuidor. Lea "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. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo CI" en la página 98.
2. En la ventana Tune and Vacuum Control, seleccione **Turn Vacuum Gauge on/off** en el menú **Vacuum**.
3. En la ventana Instrument Control puede configurar un monitor MS para las lecturas. También puede ver las lecturas de vacío en el LCP o en la pantalla de sintonización manual.

El controlador del medidor no se encenderá si la presión 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 en la página 119 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 G3397B. Observe que el controlador de flujo de masas se calibra para metano y que el medidor de vacío se calibra para nitrógeno, por tanto, las medidas nos son precisas sino que pretenden servir como referencia de las medidas características observadas (Tabla 20 en la página 119). 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 Configuración para controlador de flujo de masa y lecturas de presión características

MFC	Presión (Torr)	
(%)	**Metano**	**Amoníaco**
	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 122
Mantenimiento del sistema de vacío 127
Mantenimiento del analizador 128
Retirar la fuente iónica EI 130
Desmontar la fuente de iones EI estándar o inerte 133
Desmontar la fuente de iones EI extractora 136
Limpiar la fuente de iones EI 139
Montar una fuente de iones EI estándar o inerte 144
Montar la fuente de iones EI extractora 147
Sustituir un filamento en una fuente EI 150
Instalar la fuente iónica EI 152
Reemplazar el cuerno del multiplicador de electrones 153

Antes de comenzar

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

Tabla 21 Programa de mantenimiento

Tarea	Semanal	Cada 6 meses	Anual	Según sea necesario
Sintonizar el MSD				X
Comprobar el nivel de aceite de la bomba delantera	X			
Comprobar el/los viales de calibración		X		
Cambiar el aceite de la bomba delantera*		X		
Cambiar el fluido de la bomba de difusión			X	
Comprobar la bomba delantera seca.				X
Cambiar el sello de la punta de la bomba delantera seca			X	
Cambiar el filtro de escape de la bomba delantera				X
Cambiar el filtro de aceite Blue Mist de la bomba delantera DS42				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.

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.

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 una campana extractora al exterior. Con la bomba delantera estándar, esto requiere que se retire la trampa de aceite. Asegúrese de cumplir con la normativa local sobre calidad del aire.

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

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

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

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 (una vez al año)

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

Otros procedimientos

Tareas como sustituir el medidor de vacío delantero o el medido de vacío microiónico sólo se deben realizar cuando sea necesario. Consulte en el manual *Resolución de problemas y mantenimiento del MSD serie 5977* y en la ayuda en línea incluida en el software de MassHunter Data Acquisition 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 5977*.

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 5977 Series MSD.

Mantenimiento del analizador

Programación

Ninguno de los componentes del analizador requiere un mantenimiento periódico. No obstante, deben llevarse a cabo ciertas tareas cuando el comportamiento del MSD indica que son necesarias. Entre estas tareas se incluye:

- Limpiar la fuente iónica
- Sustituir los filamentos
- Reemplazar el cuerno del multiplicador de electrones

El manual Resolución de problemas y mantenimiento proporciona información sobre los síntomas que indican la necesidad del mantenimiento del analizador. La documentación sobre la solución de problemas que se incluye en la ayuda en línea del software MassHunter ofrece información más completa.

Precauciones

Higiene

Mantenga los componentes limpios durante el mantenimiento del analizador. El mantenimiento del analizador consiste en abrir la cámara del analizador y sacar piezas de este. Al llevar a cabo los procedimientos de mantenimiento del analizador, tenga cuidado de no contaminar el analizador o el interior de la cámara. Utilice guantes limpios durante todos los procedimientos de mantenimiento del analizador. Tras las limpieza, las piezas deben acondicionarse térmicamente con mucho cuidado antes de volver a instalarlas. Tras la limpieza, las piezas del analizarse deben colocarse sobre paños sin pelusa que estén limpios.

PRECAUCIÓN Si el mantenimiento del analizador no se lleva a cabo correctamente, pueden introducirse contaminantes en el MSD.

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

La descarga electrostática puede dañar ciertas piezas

Los contactos y el cableado de los componentes del analizador pueden generar descargas electroestáticas (ESD) en 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 producir las descargas electrostáticas en los componentes sensibles de la tarjeta lateral. El daño producido por estas descargas puede no causar un fallo inmediato, pero poco a poco degrada el rendimiento y la estabilidad. Consulte página 126 para obtener más información.

PRECAUCIÓN Si los componentes del analizador reciben descargas electroestáticas, estas llegarán a la placa lateral y pueden dañar piezas importantes. Utilice una muñequera antiestática (consulte la página 126) y tome otras medidas antiestáticas ***antes*** de abrir la cámara del analizador.

Ciertas partes del analizador no deben ser tocarse

El filtro de masas (cuadrupolo) no requiere mantenimiento periódico. En general, no se debe tocar nunca el filtro de masas. En caso de contaminación extrema, puede realizarse una limpieza, pero dicha tarea debe ser efectuada únicamente por un técnico de mantenimiento cualificado de Agilent. El aislante de cerámica HED no debe tocarse nunca.

PRECAUCIÓN La manipulación o limpieza incorrectas del filtro de masas pueden causarle daños o tener un efecto grave y negativo en el rendimiento del instrumento. No toque el aislante de cerámica HED.

Más información disponible

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

Muchos de los procedimientos de este capítulo vienen ilustrados con pequeños vídeos.

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" en la página 75.

2 Abra la cámara del analizador. Consulte la sección "Para abrir la cámara del analizador" en la página 77.

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 14 en la página 132 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 ocho cables de la fuente iónica. No doble los cables más de lo necesario (Figura 14 en la página 132 y Tabla 23).

Tabla 23 Cables de la fuente de iones EI extractora

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

5 Siga los cables del calentador de la fuente iónica y el sensor de temperatura hasta la placa de alimentación. Desconéctelos ahí.

6 Retire los tornillos 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.**

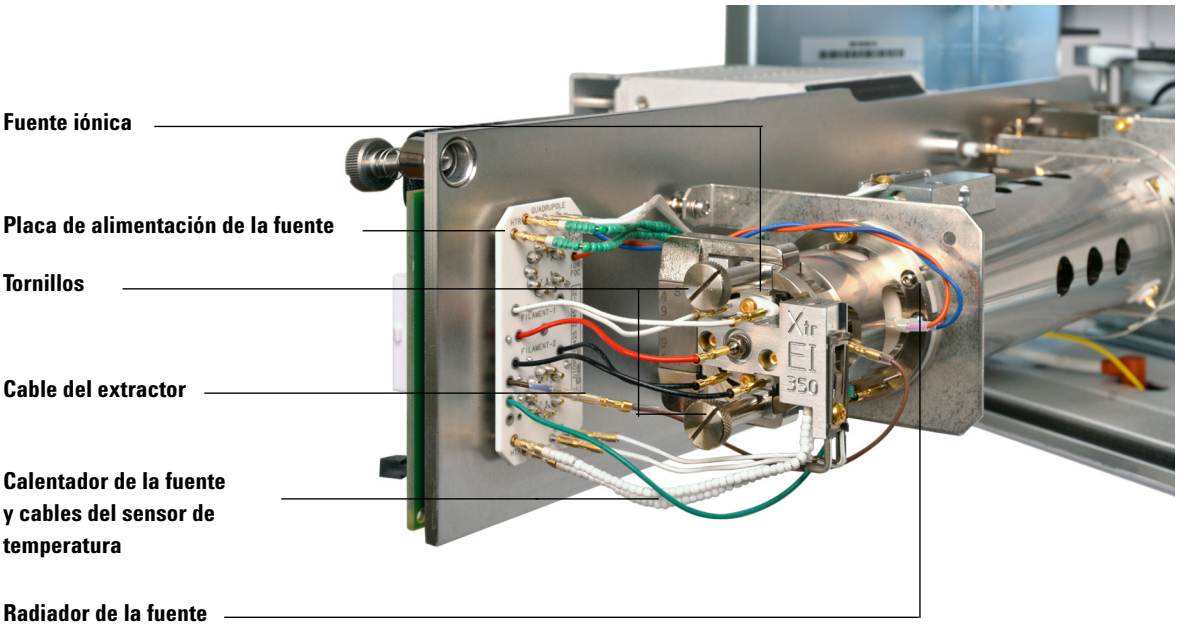


Figura 14 Retirar la fuente de iones EI

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 “Retirar la fuente iónica EI” en la página 130.
2. Quite los dos tornillos chapados en oro de los filamentos y retire los filamentos de la fuente. Consulte la sección Figura 15 en la página 134.



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.

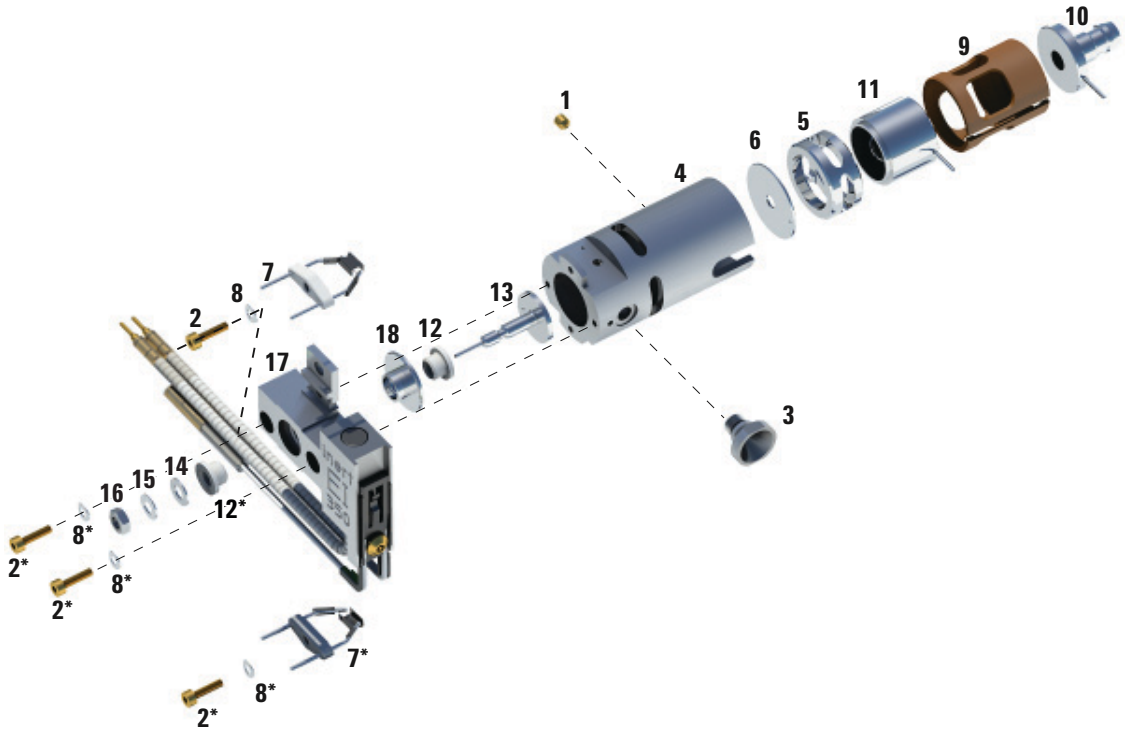


Figura 15 Desmontaje de la fuente de iones EI estándar o inerte

Tabla 24 Lista de piezas de la fuente de iones EI estándar o inerte (Figura 15)

N.ºde artículo	Descripción del artículo
1	Tornillo de fijación chapado en oro
2	Tornillo chapado en oro
3	Enchufe de interfase
4	Cuerpo de la fuente
5	Cilindro de descarga
6	Placa de descarga

Tabla 24 Lista de piezas de la fuente de iones El estándar o inerte (Figura 15)

N.ºde artículo	Descripción del artículo
7	Filamento de 4 vueltas
8	Arandela resorte
9	Aislante de la lente
10	Lente de entrada
11	Lente de enfoque iónico
12	Aislante del repulsor
13	Repulsor
14	Arandela plana
15	Arandela resorte Belleville
16	Tuerca del repulsor
17	Montaje del bloque calentador de la fuente
18	Inserción del bloque repulsor

Desmontar la fuente de iones EI extractora

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 Consulte “Retirar la fuente iónica EI” en la página 130..
2. Retire los dos tornillos chapados en oro y separe los filamentos de la fuente; a continuación, quite los filamentos. Consulte la sección Figura 16 en la página 137.



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. Quite los tornillos de fijación chapados en oro del costado del cuerpo de la fuente.
5. Extraiga la lente de entrada y la lente de enfoque iónico para quitarlos del cuerpo de la fuente.
6. Quite la lente de extracción y el aislante.
7. Separe la lente de entrada y la lente de enfoque iónico del aislante de la lente.
8. Extraiga la tuerca del repulsor y las arandelas del montaje correspondiente al bloque calentador de la fuente y, a continuación, retire el repulsor.

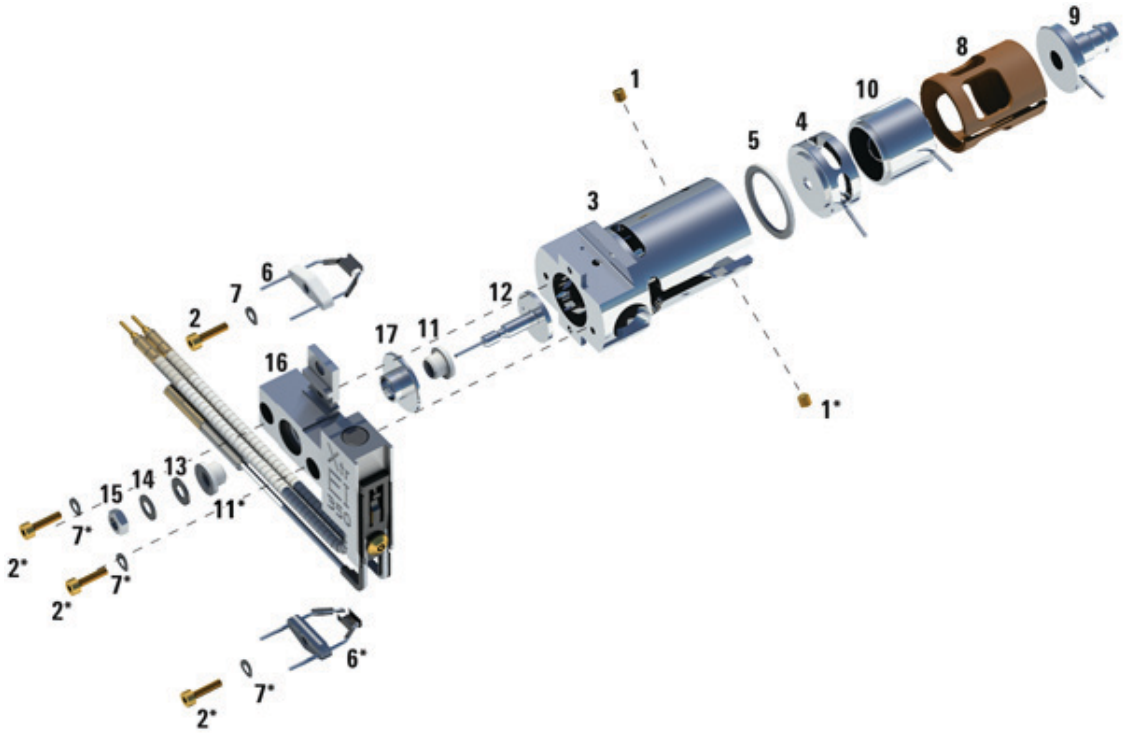


Figura 16 Desmontaje de la fuente EI extractora

Tabla 25 Lista de piezas de la fuente de iones extractora Figura 16

N.ºde artículo	Descripción del artículo
1	Tornillos de fijación
2	Tornillos
3	Cuerpo de la fuente
4	Lente de extracción
5	Aislante de la lente de extracción
6	Filamentos

Tabla 25 Lista de piezas de la fuente de iones extractora Figura 16 (continuación)

N.ºde artículo	Descripción del artículo
7	Arandela resorte
8	Aislante de la lente
9	Lente de entrada
10	Lente de enfoque iónico
11	Aislante del repulsor
12	Repulsor
13	Arandela plana
14	Arandela resorte Belleville
15	Tuerca del repulsor
16	Montaje del bloque calentador de la fuente
17	Aislante

Limpiar la fuente de iones EI

Materiales necesarios

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

Preparación

1 Desmonte la fuente de iones. Consulte “Desmontar la fuente de iones EI estándar o inerte” en la página 133 o “Desmontar la fuente de iones EI extractora” en la página 136.



2 En una fuente EI estándar o inerte, se deben juntar las siguientes piezas para limpiarlas: (Figura 17 en la página 141)

- Repulsor
- Enchufe de interfase
- Cuerpo de la fuente
- Placa de descarga
- Cilindro de descarga
- Lente de enfoque iónico
- Lente de entrada

3 En una fuente EI estándar extractora, se deben juntar las siguientes piezas para limpiarlas: (Figura 17 en la página 141)

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

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

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



Figura 17 Piezas de la fuente que deben limpiarse

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 18 en la página 145.
   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 18 en la página 145.
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.

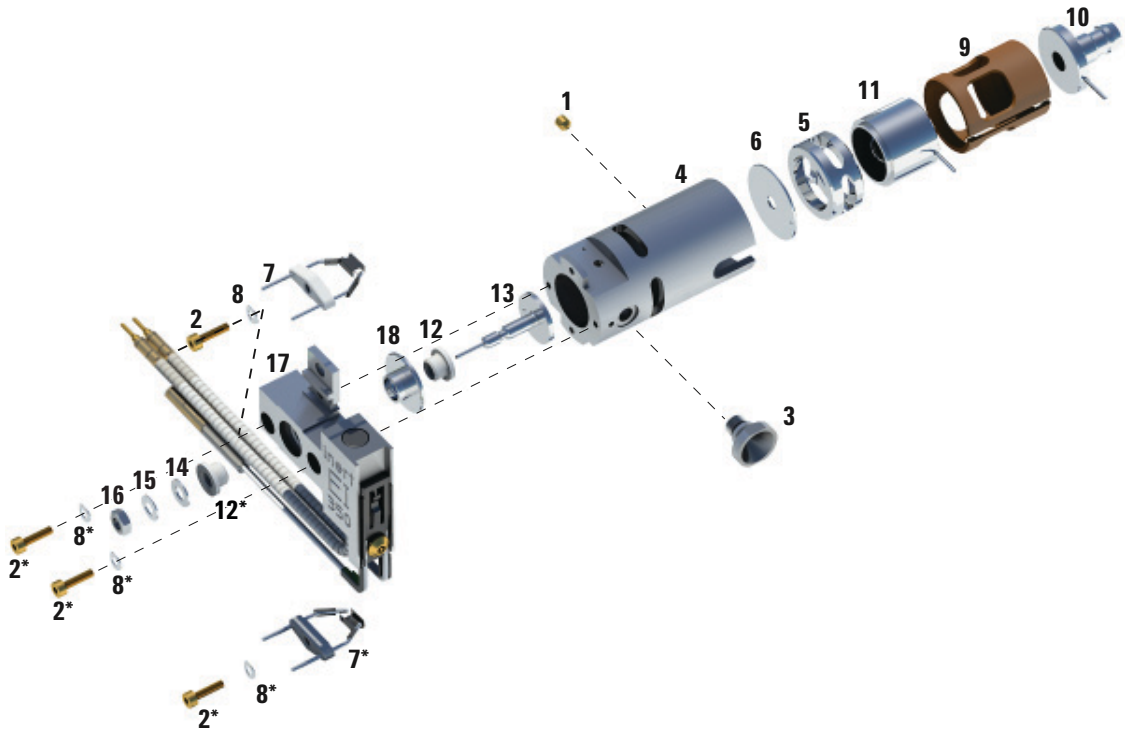


Figura 18 Montaje de la fuente de iones El estándar o inerte

Tabla 26 Lista de piezas de la fuente de iones EI estándar o inerte (Figura 18)

N.ºde artículo	Descripción del artículo
1	Tornillo de fijación
2	Tornillo de fijación
3	Enchufe de interfase
4	Cuerpo de la fuente
5	Cilindro de descarga
6	Placa de descarga
7	Filamento de 4 vueltas
8	Arandela resorte
9	Aislante de la lente
10	Lente de entrada
11	Lente de enfoque iónico
12	Aislante del repulsor
13	Repulsor
14	Arandela resorte Belleville
15	Arandela plana
16	Tuerca del repulsor
17	Bloque calentador de la fuente
18	Inserción del bloque repulsor

Montar la fuente de iones EI extractora

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. Deslice la arandela de cerámica por el cuerpo de la fuente.
2. Inserte la lente de extracción en el cuerpo de la fuente, con el lado plano primero (Figura 19).
3. Inserte la lente de entrada y la lente de enfoque iónico en el aislante en el orden indicado (Figura 19).
4. Deslice el aislante que contiene la lente de enfoque iónico y la lente de entrada por el cuerpo de la fuente, con la lente de enfoque iónico contra la lente de extracción (Figura 19).
5. Coloque los tornillos de fijación que sujetan las lentes en su lugar.
6. Monte el conjunto del repulsor.
   a. Instale la inserción del bloque repulsor en el montaje del bloque calentador de la fuente.
   Consulte la sección Figura 18 en la página 145.
   b. Instale los aislantes del repulsor en el montaje del bloque calentador de la fuente y la inserción del bloque repulsor.
   c. Instale el repulsor a través de los aislantes del repulsor y, a continuación, coloque la arandela plana seguida de la arandela resorte Belleville en el extremo del eje del repulsor y ajuste con la mano la tuerca del repulsor.

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

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

8 Instale los filamentos con los tornillos de chapados en oro y las arandelas resorte.

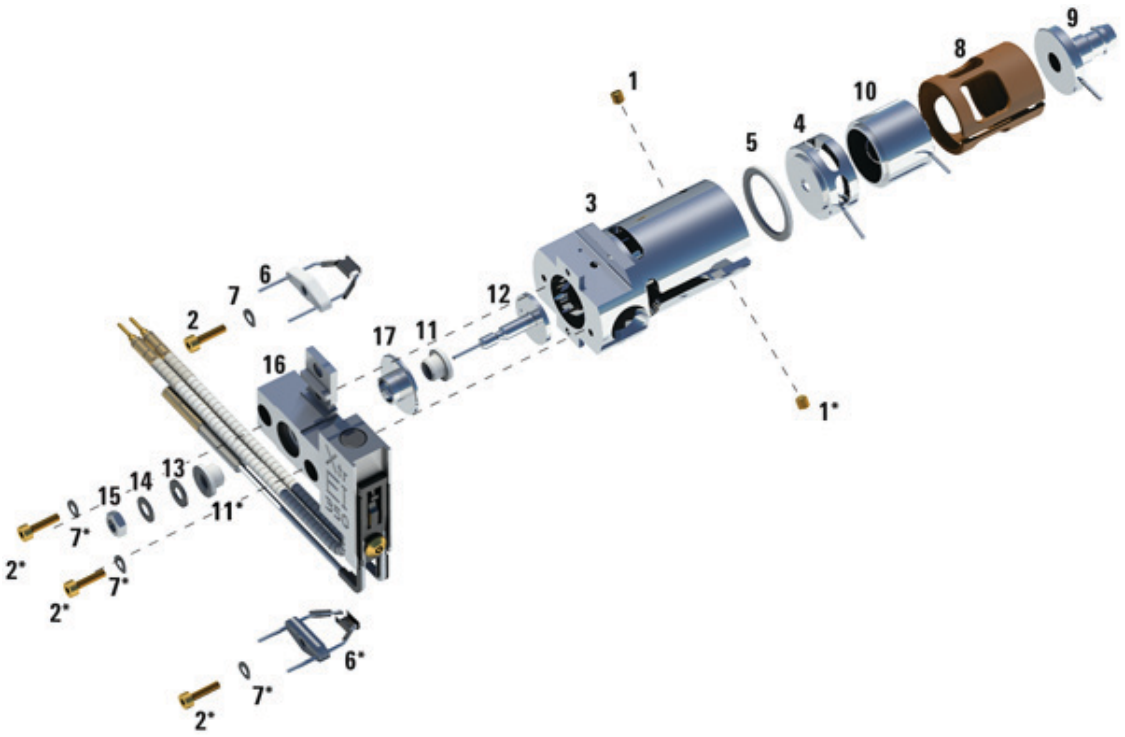


Figura 19 Montaje de la fuente El extractora

Tabla 27 Lista de piezas de la fuente de iones (Figura 19)

N.ºde artículo	Descripción del artículo
1	Tornillos de fijación
2	Tornillos
3	Cuerpo de la fuente
4	Lente de extracción
5	Aislante de la lente de extracción
6	Filamentos
7	Arandela resorte
8	Aislante de la lente
9	Lente de entrada
10	Lente de enfoque iónico
11	Aislante del repulsor
12	Repulsor
13	Arandela plana
14	Arandela resorte Belleville
15	Tuerca del repulsor
16	Montaje del bloque calentador de la fuente
17	Inserción del bloque repulsor

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. Consulte “Purgar el MSD” en la página 56.

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

2 Abra la cámara del analizador. Consulte “Para abrir la cámara del analizador” en la página 77.

3 Retire la fuente de iones. Consulte “Retirar la fuente iónica EI” en la página 130.

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

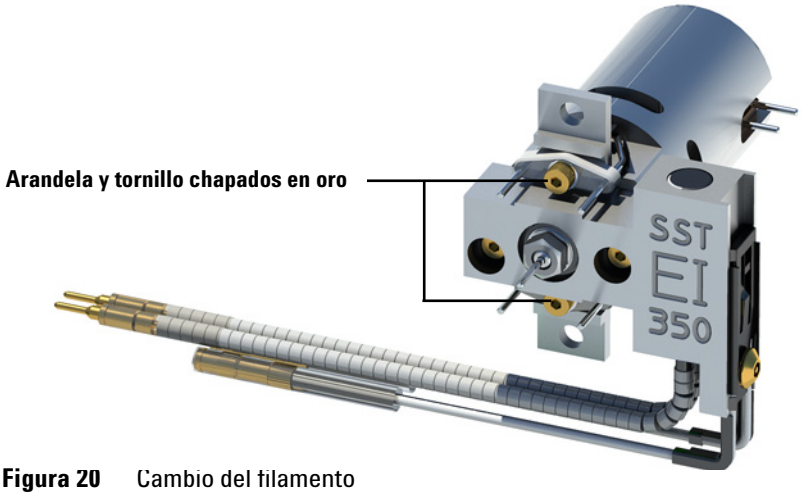


Figura 20 Cambio del filamento

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 "Instalar la fuente iónica EI" en la página 152.

8 Cierre la cámara del analizador. Consulte la sección "Para cerrar la cámara del analizador" en la página 80.

9 Bombee el MSD. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo EI" en la página 84.

10 Sintonice automáticamente el MSD. Consulte la sección "Sintonizar el MSD en modo EI" en la página 68.

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 Parameters**en el menú **File**.

Instalar 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.

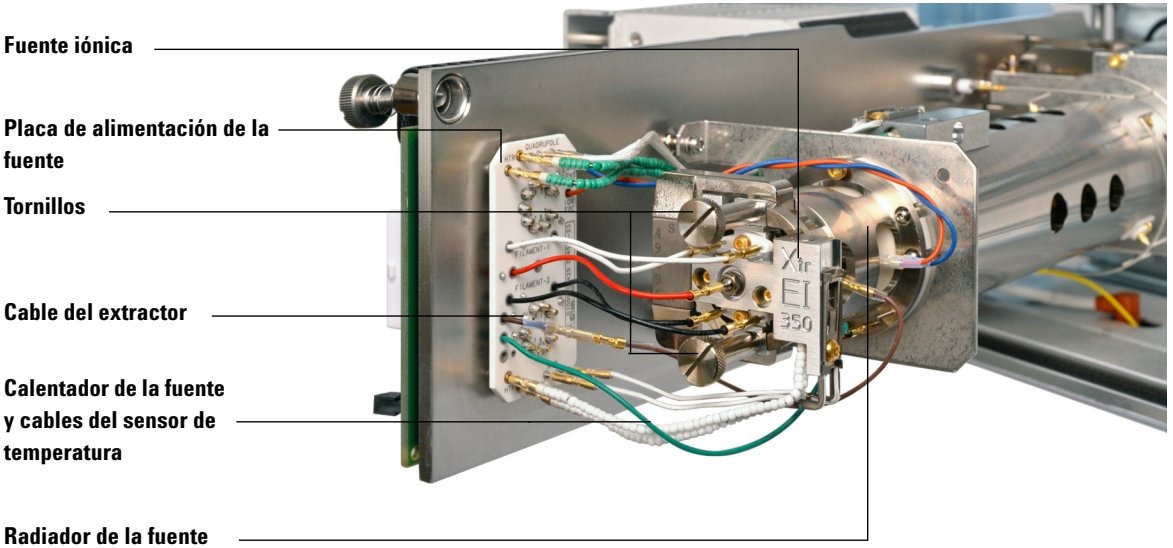


Figura 21 Instalación de la fuente iónica EI

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 Figura 8 en la página 82.

4 Cierre la cámara del analizador. Consulte la sección "Para cerrar la cámara del analizador" en la página 80.

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. Consulte “Para purgar el MSD” en la página 75.

2 Abra la cámara del analizador. Consulte la sección “Para abrir la cámara del analizador” en la página 77.

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

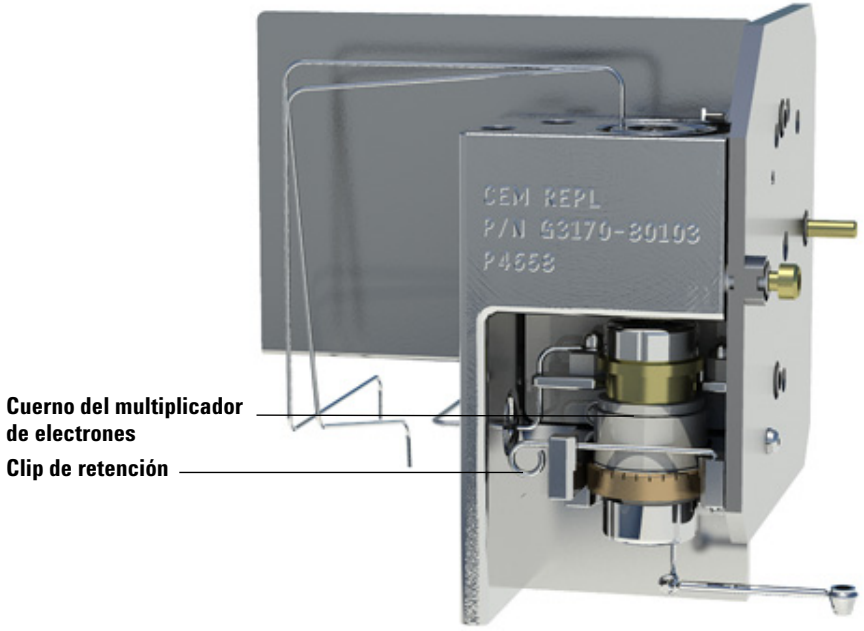


Figura 22 Cuerno del multiplicador de electrones

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" en la página 80.

8 Bombee el MSD. Consulte la sección "Bombear el MSD en modo EI" en la página 84.

6
Mantenimiento de CI

Información general 156
Para configurar el MSD en funcionamiento CI 156
Instalar el sello de la punta de la interfase CI/Xtr 157
Extraer la fuente iónica de CI 159
Desmontar la fuente iónica de CI 161
Limpiar la fuente de iones CI 164
Montar la fuente de iones CI 166
Instalar la fuente iónica de CI 169
Sustituir un filamento en una fuente CI 170

En este capítulo se recogen los procedimientos y requisitos de mantenimiento exclusivos del MSD serie 5977 equipado con el hardware de ionización química.

Información general

Limpieza de la fuente iónica

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

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

Amoníaco

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

Purgue siempre el MSD con metano después de usar amoníaco.

Asegúrese de instalar 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 en la instalación de la fuente CI, confirme que el sistema GC/MSD está funcionando perfectamente. Consulte la sección “Comprobar el rendimiento del sistema” en la página 70.
- Asegúrese de que las líneas de entrada de gas reactivo están equipadas con purificadores de aire (esto no corresponde al amoníaco).
- Utilice gases reactivos de pureza extremadamente alta, 99,99 % o superior para el metano y tan puros como sea posible para otros gases reactivos.

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

Materiales necesarios

- Sello de la punta de la interfase (G1999-60412)

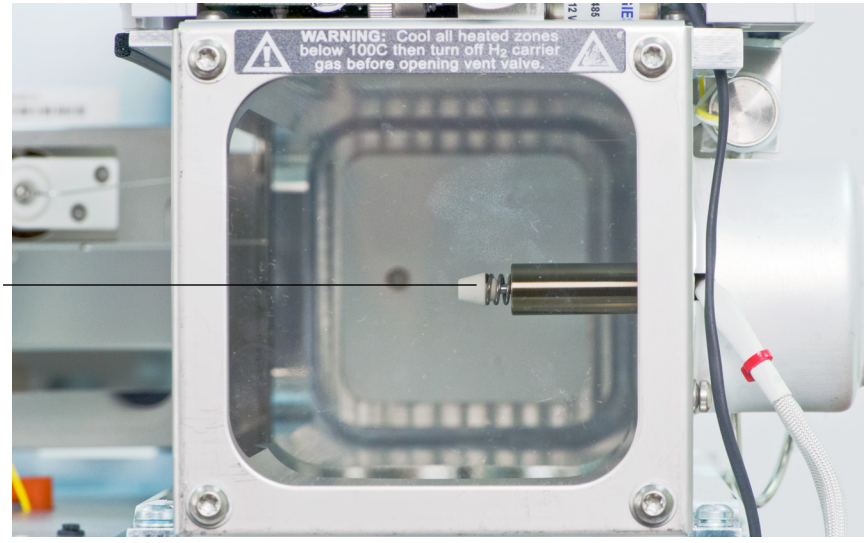
  El sello de la punta de la interfase debe estar en su lugar en la fuente de CI y la fuente de extracción.

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

Procedimiento

1 Compruebe que la fuente EI extractora o la fuente CI esté instalada. El sello de la punta no debe instalarse cuando se monta una fuente EI STT o una fuente EI inerte.

2 Saque el sello de la punta de CI/Xtr de la caja de almacenamiento de la fuente de iones y colóquelo sobre el extremo de la interfase.



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

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

PRECAUCIÓN Forzar 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.

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

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 75.

2 Abra la cámara del analizador. Consulte la sección “Para abrir la cámara del analizador” en la página 77.

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 28 para ver la codificación por colores del cableado.

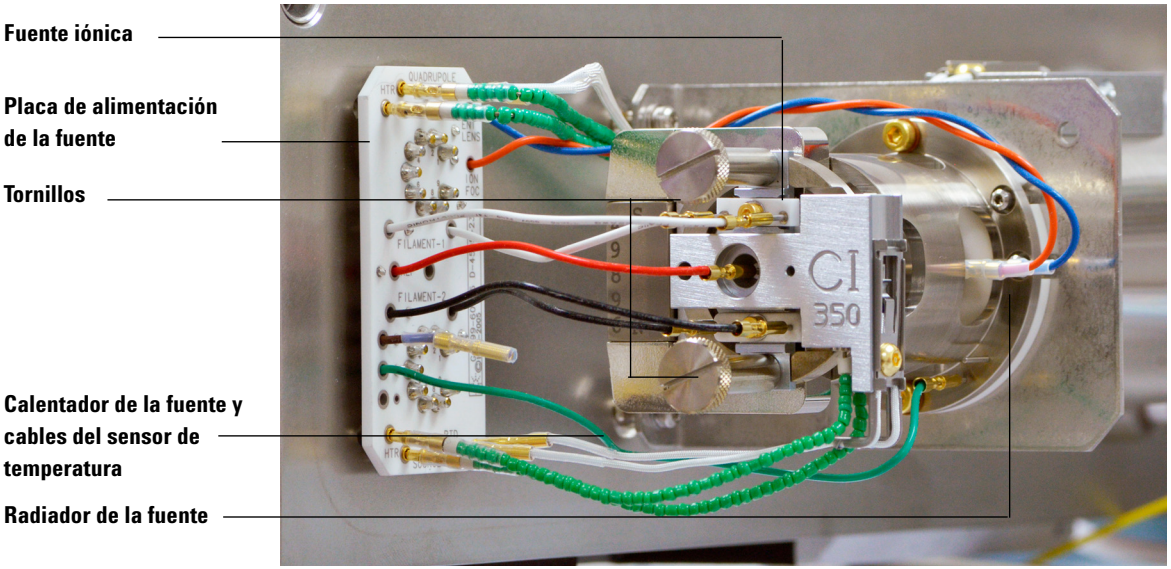


Tabla 28 Cables de la fuente de iones CI estándar

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.**

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 159.
2. Extraiga los filamentos. Consulte la Figura 23 en la página 162.
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.

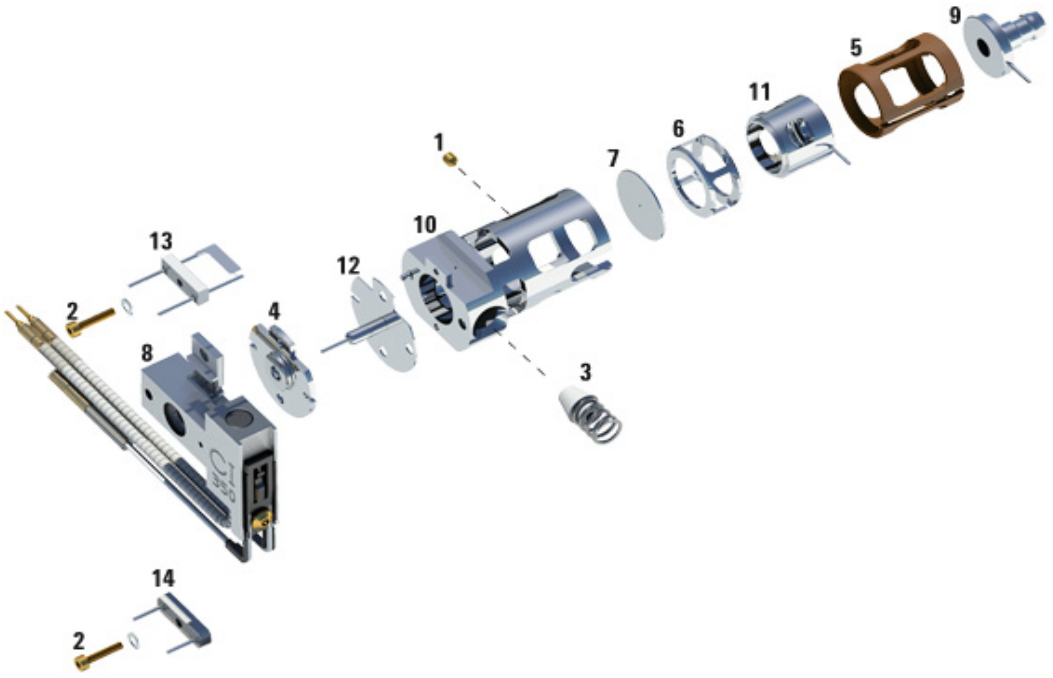


Figura 23 Desmontar la fuente de iones de CI

Tabla 29 Lista de piezas de la fuente de iones de CI (Figura 23)

N.ºde artículo	Descripción del artículo
1	Tornillo de fijación
2	Tornillo del filamento
3	Sello de la punta de la interfase CI
4	Aislante del repulsor CI
5	Aislante de la lente CI

Tabla 29 Lista de piezas de la fuente de iones de CI (Figura 23) (continuación)

N.ºde artículo	Descripción del artículo
6	Cilindro de descarga CI
7	Placa de descarga CI
8	Montaje del bloque calentador de la fuente CI
9	Lente de entrada
10	Cuerpo de la fuente CI
11	Lente de enfoque iónico CI
12	Repulsor CI
13	Filamento CI
14	Filamento 'dummy'

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 161.



2 En una fuente CI, se deben juntar las siguientes piezas para limpiarlas: (Figura 24 en 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 139.

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.



Lente de entrada | **Lente de enfoque iónico** | **Cilindro de descarga** | **Lente de descarga** | **Cuerpo de la fuente** | **Repulsor**

Figura 24 Piezas de la fuente CI que deben limpiarse

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 (Figura 25 en la página 167).
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.

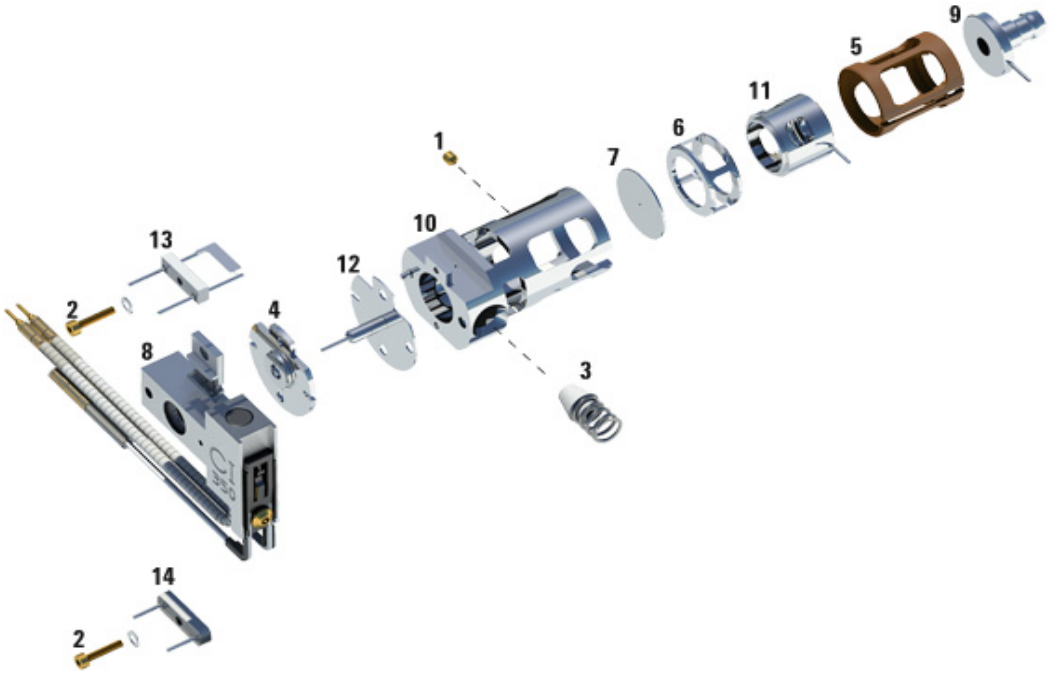


Figura 25 Montar la fuente de iones de CI

Tabla 30 Lista de piezas de la fuente de iones de CI (Figura 25)

N.ºde artículo	Descripción del artículo
1	Tornillo de fijación
2	Tornillo del filamento
3	Sello de la punta de la interfase CI
4	Aislante del repulsor CI

Tabla 30 Lista de piezas de la fuente de iones de CI (Figura 25) (continuación)

N.ºde artículo	Descripción del artículo
5	Aislante de la lente CI
6	Cilindro de descarga CI
7	Placa de descarga CI
8	Montaje del bloque calentador de la fuente CI
9	Lente de entrada
10	Cuerpo de la fuente CI
11	Lente de enfoque iónico CI
12	Repulsor CI
13	Filamento CI
14	Filamento 'dummy'

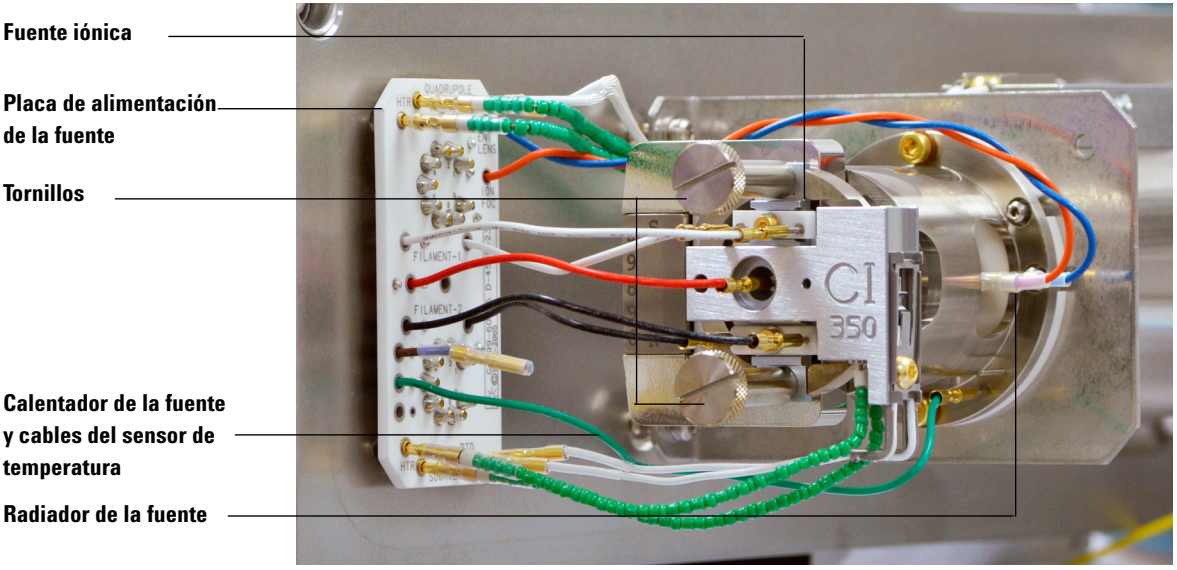
Instalar la fuente iónica de CI

Materiales necesarios

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

Procedimiento

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



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” en la página 80.

4 Cierre la cámara del analizador. Consulte la sección “Para cerrar la cámara del analizador” en la página 80.

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

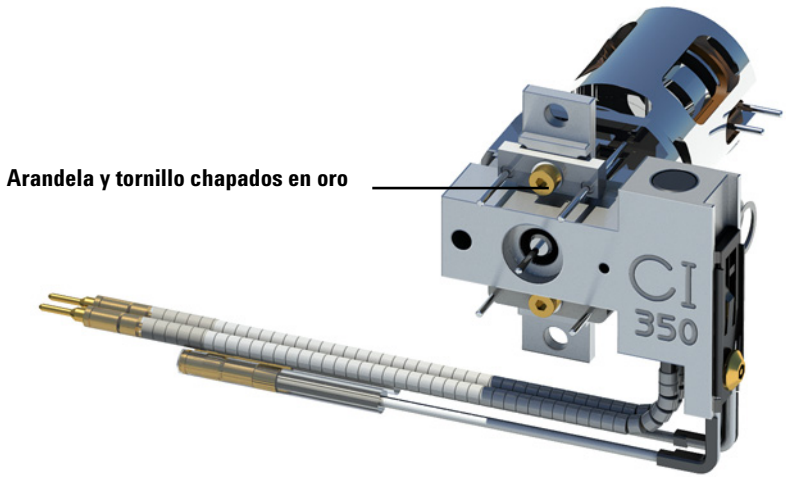
1 Purgue el MSD. Consulte “Purgar el MSD” en la página 56.

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

2 Abra la cámara del analizador. Consulte “Para abrir la cámara del analizador” en la página 77.

3 Retire la fuente de iones. Consulte “Extraer la fuente iónica de CI” en la página 159.

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 “Instalar la fuente iónica de CI” en la página 169.

8 Cierre la cámara del analizador. Consulte la sección “Para cerrar la cámara del analizador” en la página 80.

9 Bombee el MSD. Consulte la sección “Bombear el MSD en modo CI” en la página 98.

10 Realice una sintonización automática de PCI con metano. Consulte la sección “Realizar una sintonización automática de PCI (sólo metano)” en la página 112.

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



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Impreso en EE.UU., mayo 2013

G3870-95003