

GC/MS de triple cuadrupolo Agilent 7000/7010

Manual de funcionamiento



Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2017

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

G7003-95046

Edición

Segunda edición, julio de 2017 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 v con cualquier información contenida en el mismo, incluvendo, entre otras, las garantías implícitas de comercialización y adecuación a un fin determinado. En ningún caso Agilent será responsable de los errores o de los daños incidentales o consecuentes relacionados con el suministro, uso o desempeño de este documento o de cualquier información contenida en el mismo. En el caso de que Agilent y el usuario tengan un acuerdo escrito independiente con condiciones de garantía que cubran el material de este documento v que entren en conflicto con las presentes condiciones, prevalecerán las condiciones de garantía del acuerdo independiente.

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

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

ADVERTENCIA

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

Contenido

1 Introducción

Abreviaturas utilizadas 12 GC/MS TO serie 7000/7010 14 Sistema MS CI 7000/7010 15 Descripción del hardware del Agilent 7000/7010 16 Advertencias importantes de seguridad 17 Seguridad para el hidrógeno 20 Certificaciones reglamentarias y de seguridad 25 Uso previsto 28 Limpieza/Reciclado del producto 28 Derrame accidental de líquidos 28 Transporte o almacenamiento del MS 28

2 Instalación de columnas para GC 7890

Columnas 30

Instalar una columna capilar en un invector split/splitless 33 Acondicionar una columna capilar 37 Instalación de una columna capilar en la interfaz GC/MS con la tuerca de columna de autoapriete 38 Instalar una columna capilar en la interfaz de GC/MS mediante una tuerca estándar para columnas 44 Instalación del sello de la punta de la interfaz 48 Interfaz GC/MS para un GC serie 7890 50 Calibración de la columna 52

3 Mantenimiento de la columna GC Intuvo 9000

Columnas 56

Acondicionamiento de columnas 57 Consejos y sugerencias 57 Manejo de los componentes del bus y la columna del GC 9000 58

Para cambiar una columna del GC Intuvo 59

Para cambiar una junta del GC Intuvo 9000 63

Para instalar un Guard o Jumper Chip de columna 64

Para cambiar la cola del GC/MS 9000 68

Acondicionar una columna capilar Intuvo 73

Instalación del sello de la punta de la interfaz 75

Interfaz GC/MS para un GC serie 9000 76

4 Funcionamiento en el modo El

Funcionamiento del MS desde el sistema de datos 80 Configuración de la dirección IP y visualización de los parámetros del TQ con la WUI 81 Cambio de los ajustes de red del TQ 81 LED de estado del instrumento del panel frontal 87 Antes de encender el MS 88 89 Bombeo Control de las temperaturas 90 Control del flujo de la columna 90 Control del flujo de la CC 91 Control del flujo de hidrógeno del sistema JetClean 91 Purga del MS 92

Presión de alto vacío en el modo El 93 Configuración de los monitores para la temperatura del MS y el estado del vacío 94 Ajuste de las temperaturas del analizador del MS 97 Ajuste de la temperatura de la interfaz GC/MS con el software MassHunter 99 Configuración del gas de CC 101 Configuración del modo del sistema JetClean opcional 102 Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo de solo limpieza 103 Ajuste de los caudales de gas de CC 104 Sintonización automática del MS para el modo El 106 Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores 108 Bombeo del MS 109 Purga el MS 114 Ajuste de la temperatura de la interfaz desde el GC 7890 116 Cómo guardar un método en el GC 7890 117 Funcionamiento en el modo CI Configuración del MS para funcionar en el modo CI 120 Funcionamiento del MS en el modo CI 121

Presión de alto vacío en el modo Cl 122

Otros gases reactivos 123

Sintonización automática en el modo Cl 125

Módulo de control de flujo de Cl 127

5

Funcionamiento del módulo de control de flujo del gas reactivo 130
Configuración del flujo de gas reactivo 132
Realización de una sintonización automática en el modo CI 133
Bombeo y cambio del modo El al modo CI 135

6 Mantenimiento general

Antes de comenzar 140 Mantenimiento del sistema de vacío 145 Mantenimiento del analizador 147 Apertura de la cámara del analizador frontal 149 Separación de la fuente El HES 152 Conexión o desconexión de los cables de la fuente El HES 154 Separación de la fuente El XTR 155 Conexión o desconexión de los cables de la fuente El XTR 157 Desmontaje de la fuente El HES 159 Desmontaje de la fuente El XTR 162 Limpieza de la fuente El HES 165 Limpieza de la fuente El XTR 168 Montaje de la fuente El HES 171 Montaje de la fuente El XTR 176 Instalación de la fuente El HES 179 Instalación de la fuente El XTR 181 Separación de un filamento de la fuente El XTR 183 Instalación de un filamento en la fuente El XTR 185 Separación de los filamentos de la fuente El HES 186

Instalación de los filamentos de la fuente El HES188Cierre de la cámara del analizador frontal189Separación de la cubierta trasera izquierda190Apertura de la cámara del analizador trasero192Sustitución del cuerno multiplicador de electrones195Cierre de la cámara del analizador trasero198

7 Mantenimiento de CI

Información general 202 Configuración del MS para el funcionamiento en el modo CI 203 Cambio de una fuente El XTR por una fuente Cl 204 Separación del radiador de la fuente El HES 205 Conexión o desconexión de los cables del radiador de la fuente ELHES 207 Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7010 209 Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7000 210 Cambio de la fuente CI a la fuente EI HES 211 Instalación del radiador de la fuente El HES 212 Cambio de la fuente CI a la fuente EI XTR 214 Conexión o desconexión de los cables de la fuente CI del sistema serie 7010 215 Conexión o desconexión de los cables de la fuente CI del sistema serie 7000 217 Cambio de la fuente CI a una fuente EI XTR 219 Separación de la fuente CI en un sistema serie 7000 220 Separación de la fuente CI en un sistema serie 7010 221

Cambio de la fuente El HES a la fuente Cl 222 Instalación del radiador de la fuente CI/EI XTR 223 Cambio de la fuente CI a la fuente EI HES 225 Instalar un filamento de la fuente de Cl 227 Separación del radiador de la fuente CI del TQ serie 7010 228 Desmontaje de la fuente Cl 230 Limpieza de la fuente CI 233 Montaje de la fuente Cl 236 Quitar el filamento de la fuente de Cl 239 Instalar un filamento de la fuente de Cl 241

Acerca de este manual

Este manual contiene información para el funcionamiento y el mantenimiento del sistema de espectrómetro de masas (MS) de triple cuadrupolo (TQ) Agilent serie 7000/7010.

1 "Introducción"

En el capítulo 1 se ofrece información general acerca de los GC/MS TQ serie 7000/7010, como una descripción del hardware, advertencias generales de seguridad e información de seguridad sobre el hidrógeno.

2 "Instalación de columnas para GC 7890"

En el capítulo 2 se muestra cómo preparar columnas capilares del GC Agilent 7890 para utilizarlas con el MS, instalarlas en el horno de GC y conectarlas al MS mediante la interfaz GC/MS.

3 "Mantenimiento de la columna GC Intuvo 9000"

En el capítulo 3 se muestra cómo instalar una columna Agilent Intuvo, conectar una ruta de flujo desde la columna a través de la línea de transferencia del MS y hacia el interior de la fuente de iones, y cómo mantener el Guard Chip de la columna.

4 "Funcionamiento en el modo El"

En el capítulo 4 se describen operaciones rutinarias en el modo EI, como el ajuste de temperaturas, la monitorización de presiones, la sintonización, la purga y el bombeo.

5 "Funcionamiento en el modo CI"

En el capítulo 5 se describen las tareas adicionales necesarias para el funcionamiento en modo CI.

6 "Mantenimiento general"

En el capítulo 6 se describen los procedimientos generales de mantenimiento de los GC/MS TQ serie 7000/7010.

7 "Mantenimiento de CI"

En el capítulo 7 se describen los procedimientos de mantenimiento específicos de los MS con fuente CI.

Información de usuario del hardware

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

- Manuales de usuario de GC y GC/MS de Agilent y conjunto de herramientas de DVD.
- USB con Manuales e información de software de GC/MS de Agilent.



Consulte la guía de inicio rápido del GC/MS TQ Agilent serie 7000/7010 para obtener información sobre cómo encontrar e instalar la documentación que contienen este USB y estos DVD.



GC/MS TO Agilent 7000/7010 Manual de funcionamiento

Introducción

Abreviaturas utilizadas 12 GC/MS TO serie 7000/7010 14 Descripción del hardware del Agilent 7000/7010 16 Advertencias importantes de seguridad 17 Seguridad para el hidrógeno 20 Certificaciones reglamentarias y de seguridad 25 Uso previsto 28 Limpieza/Reciclado del producto 28 Derrame accidental de líquidos 28 Transporte o almacenamiento del MS 28

Esta sección incluye información general acerca del cromatógrafo de gas (GC)/espectrómetro de masas (MS) de triple cuadrupolo (TQ) serie 7000/7010, como una descripción del hardware, advertencias generales de seguridad e información de seguridad sobre el hidrógeno.

Si utiliza el *cromatógrafo de gases Agilent Intuvo 9000* con su MS, en la actualidad no se admite la Ionización Química ni el sistema JetClean.



Abreviaturas utilizadas

Las abreviaturas de la Tabla 1 se utilizan en la descripción de este producto. Las recogemos aquí para su comodidad.

Abreviatura	Definición	
ALS	Inyector automático de líquidos	
BFB	Bromofluorobenceno (calibrante)	
CA	Corriente alterna	
CC	Celda de colisión	
CC	Corriente continua	
CI	Ionización química	
CID	Disociación inducida por colisión	
CSB	Placa cerámica de la fuente	
DFTPP	Decafluorotifenilfosfina (calibrante)	
di	Diámetro interno	
DIP	Sonda de inserción directa	
EI	Impacto electrónico	
EMV	Voltaje del multiplicador de electrones	
EPC	Control electrónico de la neumática	
eV	Electronvoltio	
GC	Cromatógrafo de gases	
HED	Dínodo de alta energía (se refiere al detector y su fuente de alimentación)	
HES	Fuente de alta eficiencia	
Inerte	Fuente El estándar construida con materiales inertes	
Inerte+	Modelo de MS equipado con una fuente El XTR	
LAN	Red de área local	
LCP	Panel de control local	

Tabla 1Abreviaturas

Tabla 1Abreviaturas (continuación)

Abreviatura	Definición		
m/z	Relación masa/carga		
MFC	Controlador del flujo másico		
MRM	Monitorización múltiple de la reacción		
MS	Espectrómetro de masas		
MS1	Cuadrupolo frontal		
MS2	Cuadrupolo trasero		
Multiplicador de electrones	Multiplicador de electrones (detector)		
NCI	Ionización química negativa		
OFN	Octofluoronaftaleno (muestra)		
PCI	lonización química positiva		
PFDTD	Perfluoro-5,8-dimetil-3,6,9-trioxidodecano (calibrante)		
PFTBA	Perfluorotributilamina (calibrante)		
Quad	Filtro de masas del cuadrupolo		
RF	Radiofrecuencia		
RFPA	Amplificador de potencia de radiofrecuencia		
Torr	Unidad de presión, 1 mm Hg		
το	Triple cuadrupolo		
Turbo	Bomba turbomolecular de vacío con flujo de split		
XTR	Fuente El extractora		

GC/MS TQ serie 7000/7010

El GC/MS TQ serie 7000/7010 es un detector independiente para GC capilar diseñado para su uso con el GC Agilent serie 7890. (Consulte la Figura 1 en la página 16.) El GC/MS TQ incluye los elementos siguientes:

- Una bomba turbomolecular de vacío con flujo de split.
- Bomba delantera de paletas.
- Dos versiones de fuentes EI de alta sensibilidad con calefacción independiente a través del MS.
- Un sistema JetClean opcional para limpiar mediante vacío la fuente de iones instalada.
- Modos CI y EI disponibles (PCI/NCI/EI).
- Dos cuadrupolos hiperbólicos con calefacción independiente a través del MS.
- CC de hexapolo simple.
- EM con HED.
- Interfaz GC/MS con calefacción independiente a través del GC y con sello de punta de la interfaz.
- Flujos de gas de la CC con control independiente a través del GC.

Descripción física

El GC/MS TQ serie 7000/7010 es una caja rectangular de aproximadamente 47 cm de altura, 35 cm de anchura y 86 cm de fondo. La estructura principal de la bomba turbo tiene un peso de 59 kg. La bomba delantera (mecánica) conectada pesa 21,5 kg adicionales.

Los componentes básicos del instrumento son:

- Conjuntos de estructura y cubierta
- Sistema de vacío
- Interfaz GC/MS
- Fuente de iones
- Sistemas electrónicos
- GC
- Detector
- Analizadores frontal y trasero

Medidor de vacío

El GC/MS TQ serie 7000/7010 está equipado con dos medidores de vacío iónicos. El software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS puede utilizarse para leer la presión (alto vacío) en el colector de vacío y en la descarga de la bomba turbomolecular de vacío.

Sistema MS CI 7000/7010

En este manual, el término "MS CI" hace referencia al sistema GC/MS TQ serie 7000/7010 con una fuente CI. También se aplica, salvo que se indique lo contrario, al controlador de flujo másico (MFC) de estos instrumentos.

El kit de actualización de fuente CI para el sistema GC/MS TQ serie 7000/7010 añade al MS TQ 7000/7010 los elementos siguientes:

- Interfaz de GC/MS de CI/EI
- Fuente CI
- Sistema MFC de gas reactivo
- Sistema JetClean opcional que comparte el mismo sistema MFC
- HED con sistemas electrónicos de alta sensibilidad
- Fuente de alimentación HED bipolar para el funcionamiento de PCI y NCI

Se incluye un purificador de gas metano/isobutano que es necesario utilizar. Elimina oxígeno, agua, hidrocarburos y compuestos de sulfuro.

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

La interfaz CI dispone de tuberías especiales para el gas reactivo. Un sello aislante con resorte encaja en la punta de la interfaz.

El cambio entre las fuentes CI y El requiere alrededor de una hora, aunque es necesario esperar entre 1 y 2 horas para purgar las líneas de gas reactivo y acondicionar térmicamente el agua y otros contaminantes. El cambio del modo PCI al modo NCI requiere unas 2 horas, para que la fuente de iones pueda enfriarse.

1 Introducción

Descripción del hardware del Agilent 7000/7010



Figura 1 GC/MS TQ serie 7000/7010

Advertencias importantes de seguridad

Hay varios aspectos importantes de seguridad que hay que tener siempre presentes a la hora de utilizar el MS.

Muchas piezas internas del MS tienen tensiones peligrosas

Si el MS está conectado a una fuente de alimentación, incluso aunque el interruptor principal esté apagado, existirán tensiones potencialmente peligrosas en:

- el cableado entre el cable de alimentación del MS y la fuente de alimentación de CA;
- la propia fuente de alimentación de CA; y,
- el cableado entre la fuente de alimentación de CA y el interruptor principal.

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 se indique específicamente, no quite jamás ninguna cubierta salvo que el detector, el inyector y 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 servicios técnicos de Agilent.

Las descargas electrostáticas son una amenaza para los sistemas electrónicos del MS

Las descargas electrostáticas (ESD) pueden dañar las tarjetas de circuitos impresos del MS. 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.

1 Introducción

Muchas piezas tienen temperaturas peligrosas

Muchas piezas del GC/MS funcionan a temperaturas lo suficientemente altas como para provocar quemaduras graves. Entre estas piezas se incluyen las siguientes:

- Inyector
- Horno (y su contenido)
- Caja de válvulas
- Detectores
- Tuercas de columna que fijan la columna a un inyector o un detector
- Bomba delantera
- Línea de transferencia del GC/MS
- Cuadrupolo
- Fuente de iones

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 situado alrededor de los inyectores, los detectores, la caja de válvulas y las tapas de aislamiento está fabricado con fibras cerámicas refractarias. Para evitar inhalar partículas de fibra, le recomendamos que aplique los siguientes procedimientos de seguridad: ventile el área de trabajo; utilice prendas con mangas largas, guantes, gafas de seguridad y una mascarilla desechable para evitar respirar partículas de polvo o líquidas; deseche el material aislante en una bolsa de plástico sellada conforme a la normativa local vigente; y lávese las manos con jabón suave y agua fría después de manejar el material aislante.

La bandeja de recogida de aceite de la bomba delantera puede generar peligro de incendio

Los trapos con aceite, el papel absorbente y otros materiales absorbentes similares de la bandeja de aceite pueden inflamarse y dañar la bomba y otras piezas del MS.

ADVERTENCIA

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

Seguridad para el hidrógeno

ADVERTENCIA

El uso de hidrógeno como gas portador para GC, gas combustible para el detector o gas para el sistema JetClean opcional, es potencialmente peligroso.

ADVERTENCIA

Cuando se usa hidrógeno (H_2) como gas portador o gas combustible, hay que tener en cuenta que el hidrógeno puede entrar en el horno de GC y generar peligro de explosión. Por ello, hay que asegurarse de cortar el suministro de hidrógeno hasta que se hayan hecho todas las conexiones y de que las conexiones del detector y del inyector estén acopladas a una columna o tapadas en todo momento mientras el instrumento reciba suministro de hidrógeno.

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 se utiliza habitualmente como gas portador para el GC, gas combustible para el detector y gas reactivo de limpieza para el sistema JetClean opcional. El hidrógeno es potencialmente explosivo y tiene otras características peligrosas.

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

Peligros específicos del funcionamiento del GC/MS

El hidrógeno presenta múltiples riesgos. Algunos son generales, y otros son específicos del funcionamiento del GC o el GC/MS. Entre ellos se incluyen, aunque sin limitarse a ellos:

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

Acumulación de hidrógeno en un MS

ADVERTENCIA

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

ADVERTENCIA

El MS no puede detectar fugas en las válvulas del sistema JetClean opcional. Podrían producirse fugas de hidrógeno desde este sistema de limpieza hacia el MS. Por tanto, desconecte siempre el sistema JetClean, cierre la válvula de cierre manual de suministro de hidrógeno del MFC del sistema JetClean y asegúrese de que exista un vacío adecuado antes de purgar el MS.

Todos los usuarios deben ser conscientes de los mecanismos que pueden causar la acumulación de hidrógeno y estar al tanto de las precauciones que deben tomar si saben o sospechan que se ha acumulado hidrógeno. (Consulte la Tabla 2.) Tenga en cuenta que estos mecanismos se aplican a *todos* los MS.

1 Introducción

Mecanismo	Resultados	
MS apagado	Un MS puede desconectarse de forma deliberada. También puede desconectarse accidentalmente por un fallo interno o externo. La desconexión del MS no corta el flujo de gas portador. Como resultado, el hidrógeno puede acumularse lentamente en el MS.	
Válvulas de cierre auton del MS cerradas	náticas Los MS están equipados con válvulas de cierre automáticas para el vial de calibración, el sistema JetClean opcional y los gases reactivos. Una acción deliberada del usuario o diversos tipos de fallos pueden provocar el cierre de dichas válvulas. Este cierre no corta el flujo del gas portador. Como resultado, el hidrógeno puede acumularse lentamente en el MS.	
GC apagado	Un GC puede apagarse de forma deliberada. También puede desconectarse accidentalmente por un fallo interno o externo. Cada GC reacciona de forma distinta. Si se apaga un GC serie 7890 equipado con control electrónico de la presión (EPC), el EPC detiene el flujo del gas portador. Si el flujo de gas portador <i>no</i> está bajo el control del EPC, aumentará hasta alcanzar el máximo. Este flujo puede ser superior al que pueden bombear algunos MS, lo que dará como resultado una acumulación de hidrógeno en el MS. Si se desconecta el MS a la vez, la acumulación puede ser bastante rápida.	
Fallo eléctrico	Si falla la alimentación eléctrica, tanto el GC como el MS se apagarán. Sin embargo, esto no conlleva el corte del flujo de gas portador. Como ya se ha indicado, en algunos GC un fallo eléctrico puede provocar que el flujo de gas portador aumente al máximo. Como resultado, el hidrógeno puede acumularse en el MS.	
ADVERTENCIA	Si se ha acumulado hidrógeno en un MS, habrá que extremar las precauciones a la hora de extraerlo. La puesta en marcha incorrecta de un MS lleno de hidrógeno puede causar una explosión.	
ADVERTENCIA	Tras un fallo eléctrico, el MS puede ponerse en marcha e iniciar 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.	

Tabla 2 Mecanismos de acumulación de hidrógeno

Precauciones

Tome las precauciones siguientes a la hora de manejar un sistema GC/MS con hidrógeno como gas portador o de manejar un MS con sistema JetClean opcional que suministre hidrógeno al MS desde un MFC ubicado en el analizador.

Precauciones relacionadas con el equipo

ADVERTENCIA

ASEGÚRESE de apretar manualmente el tornillo de ajuste superior de la placa lateral del analizador frontal y el tornillo de ajuste superior de la placa lateral del analizador trasero. No los apriete excesivamente, ya que puede causar fugas de aire.

DEJE sujetos los soportes de transporte de la placa superior de la cámara de la CC. No quite los soportes de transporte de la placa superior durante el funcionamiento normal del sistema, ya que mantendrán sujeta la placa superior si se produce una explosión.

QUITE la cubierta de plástico situada sobre la ventana de vidrio de la parte frontal del analizador. En el improbable caso de una explosión, esta cubierta podría salir disparada.

ADVERTENCIA ino se configura el MS como se ha indicado con anterioridad, aumentará notablemente el riesgo de lesiones personales en caso de explosión.

Precauciones generales en el laboratorio

- Evite las fugas en las líneas de gas portador, gas combustible y gas del sistema JetClean opcional. Utilice con regularidad un equipo de control de fugas de hidrógeno.
- Elimine del laboratorio todas las fuentes de ignición que sea posible (por ejemplo, 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

- Corte el suministro de hidrógeno de todas las fuentes siempre que apague el GC o el MS.
- No utilice hidrógeno como gas para la CC.
- Corte el suministro de hidrógeno en la fuente siempre que purgue el MS (no caliente la columna capilar si no existe flujo de gas portador).
- Corte el suministro de hidrógeno en la fuente siempre que las válvulas de cierre del MS estén cerradas (no caliente la columna capilar si no existe 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/MS 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 MS y déjelo enfriar durante 1 hora.
 - 4 Elimine todas las fuentes potenciales de ignición de la habitación.
 - 5 Abra el colector de vacío del MS a la atmósfera.
 - 6 Espere al menos 10 minutos para que se disipe el hidrógeno.
 - 7 Ponga en marcha el GC y el MS de la forma habitual.

Cuando use hidrógeno,, compruebe la existencia de fugas en el sistema para evitar posibles riesgos de incendio y explosión, de acuerdo con los requisitos de seguridad, higiene y medio ambiente vigentes a nivel local. Compruebe siempre la existencia de fugas después de cambiar un depósito o reparar las líneas de gas. Asegúrese siempre de que la línea de venteo descargue en una campana extractora.

Certificaciones reglamentarias y de seguridad

El GC/MS TQ serie 7000/7010 cumple las siguientes normas 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 MS TQ 7000/7010 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.

CE

El GC/MS TQ serie 7000/7010 está diseñado y fabricado en el marco de un sistema de calidad certificado según la norma ISO 9001.

Información

El GC/MS TQ serie 7000/7010 de Agilent Technologies está clasificado de la manera siguiente según las normas de la IEC: equipo de clase I, equipo de laboratorio, categoría de instalación II y 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. Si las protecciones de seguridad del MS se ven puestas en riesgo, desconecte la unidad de todas las fuentes de alimentación y bloquéela para garantizar que nadie pueda ponerla accidentalmente en funcionamiento.

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

1 Introducción

Símbolos

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

Consulte la documentación suministrada para obtener más información.

Indica una superficie caliente.

Indica voltajes peligrosos.

Indica una toma de tierra.

Indica posible peligro de explosión.

Indica peligro de radioactividad.

Indica peligro de descarga electrostática.

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



Compatibilidad electromagnética

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

- No puede provocar interferencias peligrosas.
- Debe aceptar toda interferencia recibida, incluidas 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 encendiendo y apagando el aparato, se insta al usuario a tomar una o varias de las siguientes medidas:

- Posicionar de nuevo la radio o la antena.
- Alejar el equipo de la radio o televisión.
- Enchufar el equipo a una toma eléctrica diferente, de manera que el equipo y la radio o televisión estén en circuitos eléctricos separados.
- Asegúrese de que todos los dispositivos periféricos estén certificados.
- Asegúrese de utilizar cables apropiados para conectar el dispositivo al equipo periférico.
- Consulte al distribuidor del equipo a Agilent Technologies o a un técnico experimentado si necesita ayuda.

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 acústica (Lp) inferior a 70 dB de acuerdo con las normas EN 27779:1991 y EN ISO 3744:1995.

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP < 70 dB nach EN 27779:1991 und EN ISO 3744:1995.

1 Introducción

Uso previsto

Utilice los productos de Agilent únicamente de la forma descrita en las guías del usuario de dichos productos. De lo contrario, podrían producirse daños en el producto o lesiones personales. Agilent no se responsabiliza de los daños causados, ya sean totales o parciales, como consecuencia del uso indebido de los productos, de las modificaciones, los ajustes o los cambios no autorizados realizados en los productos, del incumplimiento de los procedimientos descritos en las guías de usuario de los productos Agilent o de un uso de los productos que infrinja las leyes, las reglas o las normativas aplicables.

Limpieza/Reciclado del producto

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

Derrame accidental de líquidos

Si se produce un derrame accidental de líquido, apague el MS en primer lugar y desenchufe el cable de alimentación de la fuente de alimentación de la red eléctrica del edificio. Después, llame al representante local de servicios técnicos de Agilent para solicitar asistencia técnica.

La revisión de los componentes eléctricos del interior de los MS únicamente deben llevarla a cabo técnicos cualificados de Agilent.

Transporte o almacenamiento del MS

La mejor forma de garantizar el correcto funcionamiento del MS es mantenerlo bombeado y caliente, con flujo de gas portador. Si tiene intención de trasladar o guardar el MS, habrá que tomar algunas precauciones adicionales. El MS debe permanecer vertical en todo momento, lo que requiere extremar las precauciones a la hora de trasladarlo. El MS no debe purgarse a la atmósfera durante períodos prolongados.



GC/MS TO Agilent 7000/7010 Manual de funcionamiento

Instalación de columnas para GC 7890

Columnas 30

2

Instalar una columna capilar en un inyector split/splitless 33
Acondicionar una columna capilar 37
Instalación de una columna capilar en la interfaz GC/MS con la tuerca de columna de autoapriete 38
Instalar una columna capilar en la interfaz de GC/MS mediante una tuerca estándar para columnas 44
Instalación del sello de la punta de la interfaz 48
Interfaz GC/MS para un GC serie 7890 50
Calibración de la columna 52

En este capítulo se explica cómo seleccionar, instalar y acondicionar una columna GC; estas operaciones deben llevarse a cabo antes de poner en funcionamiento el MS.



Columnas

Se pueden utilizar muchos tipos de columnas para GC para los MS, pero hay algunas restricciones.

Durante la sintonización o la adquisición de datos, el caudal de la columna que entra al MS no debe superar el valor 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.

Recuerde que los flujos de la columna varían enormemente en función de la temperatura del horno, lo que exige medir el flujo real. (Consulte la sección "Calibración de la columna" en la página 52.) Utilice la calculadora de flujo del software Agilent Instrument Utilities y la Tabla 3 para determinar un flujo aceptable para la columna. Además, la presión de salida de la columna asociada al flujo también es distinta en los sistemas EI y CI (consulte la Tabla 6 en la página 93 para el modo EI y la Tabla 9 en la página 122 para el modo CI.)

Característica	Flujos de gas
Bomba de alto vacío	Flujo de split turbo
Flujo de gas (He) óptimo de la columna, ml/min (gas portador)	De 1 a 2
Flujo de gas reactivo, ml/min	De 1 a 2
Flujo de gas de CC	De 3 a 4
Flujo máximo recomendado de gas, ml/min [*]	De 4 a 6
Flujo máximo de gas, ml/min [†]	6,5
Diámetro interior máximo de la columna	0,53 mm (30 m de longitud)
Flujo de H ₂ del sistema JetClean opcional	0,4 ml/min

Tabla 3Flujos de gas

* Flujo de gas total que entra en el MS = flujo de la columna + flujo de gas de la CC + flujo de gas reactivo (si procede) + flujo de H₂ del sistema JetClean (si procede).

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

Acondicionamiento de columnas

El acondicionamiento de una columna antes de conectarla a la interfaz GC/MS es esencial.

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

El sangrado de la columna es más común en las columnas nuevas o mal entrecruzadas. Es mucho peor que haya trazas de oxígeno en el gas portador cuando se calienta la columna. Para minimizar el sangrado de la columna, todas las columnas capilares deberían acondicionarse *antes* de su instalación en la interfaz GC/MS.

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

- El procedimiento de instalación de la columna en los GC/MS TQ serie 7000/7010 es diferente al de los MS anteriores. Si sigue el procedimiento de otro instrumento, es posible que *no* funcione y dañe la columna o el MS.
- Para quitar las antiguas férrulas de las tuercas de columna, puede usar 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. Agilent recomienda usar sus nuevas tuercas de autoapriete en la línea de transferencia del MS, el inyector y el detector del GC.
- Póngase siempre unos guantes limpios a la hora de manejar las columnas y, sobre todo, el extremo que vaya a insertar en la interfaz GC/MS.

ADVERTENCIA

Si usa hidrógeno como gas portador o para el sistema JetClean, corte el flujo de este gas antes de desconectar la alimentación del MS. Si la bomba delantera está parada, el hidrógeno se acumulará en el MS y puede producirse una explosión. Consulte "Seguridad para el hidrógeno" en la página 20 antes de hacer funcionar el MS con hidrógeno.

ADVERTENCIA

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

Instalar una columna capilar en un inyector split/splitless

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Regla métrica
- Llave fija, 1/4 pulgadas y 5/16 pulgadas (8710-0510)
- Tuerca de columna de autoapriete (5190-6194)
- Tuerca de columna estándar alternativa para inyector (5181-8830 para el sistema Agilent 7890, para su uso con férrulas de Vespel)
- Férrulas, Vespel
 - di de 0,27 mm para columnas con un di de 0,10 mm (5062-3518)
 - di de 0,37 mm para columnas con un di de 0,20 mm (5062-3516)
 - di de 0,40 mm para columnas con un di de 0,25 mm (5181-3323)
 - di de 0,5 mm para columnas con un di de 0,32 mm (5062-3514)
 - di de 0,8 mm para columnas con un di de 0,53 mm (5062-3512)
- Séptum (puede ser un séptum de inyector usado)

Para instalar columnas en otros tipos de inyectores, consulte la información del usuario del GC.



Procedimiento

ADVERTENCIA

El GC funciona a altas temperaturas. No toque ninguna parte del GC hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

1 Deje enfriar el horno y el inyector hasta que alcancen la temperatura ambiente.

PRECAUCIÓN

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

2 Póngase unos guantes limpios e inserte un séptum, una tuerca de columna y una férrula acondicionada en el extremo libre de la columna. En la Figura 2 se muestra una tuerca de columna estándar para inyector; no obstante, la tuerca está colocada de forma similar a una tuerca de columna de autoapriete.

El extremo afilado de la férrula debe quedar orientado en sentido opuesto a la tuerca de la columna para realizar la conexión de la columna a un inyector.



- **Figura 2** Preparación de una columna capilar para su instalación (en la imagen se muestra una tuerca de columna estándar para inyector)
- **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 quiebre 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.

- Coloque el séptum bajo la tuerca de la columna, de forma que esta sobresalga entre 4 y 6 mm respecto al extremo de la férrula. (Consulte la Figura 3 en la página 36.)
- 8 Inserte la columna en el inyector.
- **9** Deslice la tuerca hacia arriba de la columna hasta la base del inyector y apriétela con la mano.
- **10** Ajuste la posición de la columna de forma que el séptum esté nivelado con la parte inferior de la tuerca de la columna.

PRECAUCIÓN No use jamás una llave de tuercas para apretar una tuerca de autoapriete. Si lo hace, puede dañar la tuerca o el instrumento.

11 Apriete la tuerca de columna de autoapriete con la mano hasta que comience a sujetar la columna; después, gírela entre 30° y 60° hasta que quede apretada.

Si usa una tuerca de columna estándar, apriétela entre 1/4 de vuelta y 1/2 vuelta más. La columna no debería deslizarse con un tirón suave.

- **12** Abra la llave de paso del flujo de gas portador.
- **13** Compruebe el flujo sumergiendo el extremo libre de la columna en isopropanol. Observe si hay burbujas.



Figura 3 Instalación de una columna capilar en un inyector split/splitless
Acondicionar una columna capilar

Materiales necesarios

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

ADVERTENCIA

No acondicione la columna capilar con hidrógeno. La acumulación de hidrógeno en el horno de GC puede producir una explosión. Si piensa usar hidrógeno como gas portador, acondicione primero la columna con un gas inerte ultrapuro (99,9995% como mínimo), como el helio, el nitrógeno o el argón.



Procedimiento

ADVERTENCIA

El CG funciona a temperaturas elevadas. No toque ninguna parte del GC salvo que esté seguro de que está fría.

- 1 Instale la columna en el inyector de GC. (Consulte la sección "Instalar una columna capilar en un inyector split/splitless" en la página 33.)
- 2 Establezca una velocidad mínima de 30 cm/s, o lo que recomiende el fabricante de la columna. Deje que el gas fluya a través de la columna a temperatura ambiente entre 15 y 30 minutos 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 una velocidad de 10 a 15 °C/min.
- **5** Mantenga a temperatura máxima durante 30 minutos.

PRECAUCIÓN

No sobrepase la temperatura máxima de la columna en la interfaz GC/MS, el horno de GC o el inyector.

- **6** Configure la temperatura del horno de GC a 30 °C y espere a que el GC esté listo.
- 7 Acople la columna al detector.

Consulte también

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

Instalación de una columna capilar en la interfaz GC/MS con la tuerca de columna de autoapriete

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

Materiales necesarios

- Sello de la punta de la interfaz (G3870-20542) (consulte la Figura 4 y la Figura 5 en la página 41)
- Resorte del sello de punta (G7005-20024)
- Cortador de columnas, cerámica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Linterna
- Lupa de aumento
- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Tuerca de columna de autoapriete para interfaz de GC/MS (5190-5233)
- Férrulas, Vespel
 - di de 0,27 mm para columnas con un di de 0,10 mm (5062-3518)
 - di de 0,37 mm para columnas con un di de 0,20 mm (5062-3516)
 - di de 0,40 mm para columnas con un di de 0,25 mm (5181-3323)
 - di de 0,5 mm para columnas con un di de 0,32 mm (5062-3514)
 - di de 0,8 mm para columnas con un di de 0,53 mm (5062-3512)
- Séptum (puede ser un séptum de inyector usado)
- Gafas de seguridad



Procedimiento

PRECAUCIÓN

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

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

1 Acondicione la columna (Consulte la sección "Acondicionar una columna capilar" en la página 37.)

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 otras medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.

2 Purgue el MS (consulte "Purga el MS" en la página 114) y abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.) Asegúrese de que puede ver el extremo de la interfaz GC/MS.

ADVERTENCIA El CG funciona a temperaturas elevadas. No toque ninguna parte del GC salvo que esté seguro de que está fría.

- 3 Desenrosque el sello de la punta del soporte del sello de la punta y quite el sello y el resorte de la interfaz GC/MS. (Consulte la Figura 4 y la Figura 5 en la página 41.)
- **4** Inserte la tuerca de columna de autoapriete y la férrula acondicionada en el extremo libre de la columna GC. El extremo afilado de la férrula debe estar orientado hacia la tuerca.
- **5** Inserte la columna en la interfaz de GC/MS.
- **6** Enrosque ligeramente la tuerca de columna de autoapriete en la interfaz GC/MS.

- 7 Utilice el cortador de columnas para hacer unos cortes en la columna a 2 cm del extremo.
- 8 Mientras sujeta la columna con el dedo pulgar contra el cortador, pártala contra el extremo del cortador.
- **9** Revise el extremo para ver si los bordes están dentados o con rebaba. Si el quiebre no es limpio y uniforme, repita los pasos 6 y 7.
- **10** Ajuste la columna para que sobresalga esta distancia especificada del extremo de la línea de transferencia. (Consulte la Figura 4 y la Figura 5 en la página 41.)

Para instalar una fuente EI XTR o CI, la columna debe sobresalir alrededor de 1 o 2 mm (consulte la Figura 4.) **Para instalar una fuente EI HES**, la columna debe sobresalir alrededor de 4 o 5 mm (consulte la Figura 5.)

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

La columna sobresale 1-2 mm

Línea de transferencia CI

Punta aislante



Figura 4 Instalación de una columna capilar en la interfaz GC/MS para una fuente El XTR o CI



Figura 5 Instalación de una columna capilar en la interfaz GC/MS para una fuente El HES

- **11** Apriete manualmente la tuerca. Asegúrese de que la posición de la columna no cambia al apretar la tuerca.
- **12** Apriete la tuerca en sentido de las agujas del reloj. Continúe apretando hasta que sienta que la férrula esté sujeta la columna.
- **13** Revise el horno del GC para asegurarse de que la columna no está tocando las paredes.



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

PRECAUCIÓN

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

14 Instale el sello de la punta y el resorte en la interfaz GC/MS. Alinee, inserte suavemente y enrosque el sello de la punta en el soporte del sello de la punta. (Consulte la Figura 4 y la Figura 5 en la página 41.)

15 Compruebe *con suavidad* la alineación de la fuente de iones y el sello de la punta de interfaz.

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

PRECAUCIÓN

Si estas piezas están mal alineadas y fuerza la puerta del analizador para cerrarla, dañará el sello de la punta, la interfaz o la fuente de iones, o impedirá el sellado de la placa lateral.

- 16 Puede alinear la fuente de iones y el sello de punta de la interfaz haciendo un ligero movimiento de vibración en la placa lateral sobre su bisagra. Si la puerta sigue sin cerrarse, póngase en contacto con su representante de servicios técnicos de Agilent Technologies.
- **17** Cierre la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador frontal" en la página 189.)

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

Este procedimiento es para la instalación de una columna capilar directamente en un analizador. Hay dos tipos de tuercas de la columna que pueden utilizarse en la interfaz de GC/MS: la tuerca de columna estándar (consulte la sección actual) y la tuerca de columna de autoapriete (consulte la sección siguiente).

Materiales necesarios

- Sello de la punta de la interfaz (G3870-20542) (consulte la Figura 4 y la Figura 5 en la página 41)
- Resorte del sello de punta (G7005-20024)
- Cortador de columnas, cerámica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Linterna
- Lupa de aumento
- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Tuerca de la columna de la interfaz (05988-20066)
- Férrulas
 - di de 0,3 mm para columnas con un di de 0,10 mm (5062-3507)
 - di de 0,4 mm para columnas con un di de 0,20 y 0,25 mm (5062-3508)
 - di de 0,5 mm para columnas con un di de 0,32 mm (5062-3506)
 - di de 0,8 mm para columnas con un di de 0,53 mm (5062-3512)
- Séptum (puede ser un séptum de inyector usado)
- Gafas de seguridad
- Llave fija, 1/4 pulgadas y 5/16 pulgadas (8710-0510)



Procedimiento

PRECAUCIÓN

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

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

1 Acondicione la columna (Consulte la sección "Acondicionar una columna capilar" en la página 37.)

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 adopte precauciones adicionales frente a la electricidad estática *antes* de abrir la cámara del analizador.

2 Purgue el MS y abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la "Purga el MS" en la página 114 y la "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.) Asegúrese de que puede ver el extremo de la interfaz GC/MS.

ADVERTENCIA El CG funciona a temperaturas elevadas. No toque ninguna parte del GC salvo que esté seguro de que está fría.

- **3** Desenrosque el sello de la punta del soporte del sello de la punta y quite el sello y el resorte de la interfaz GC/MS. (Consulte la Figura 4 y la Figura 5 en la página 41.)
- **4** Inserte una tuerca de interfaz y una férrula acondicionada en el extremo libre de la columna GC. El extremo afilado de la férrula debe estar orientado hacia la tuerca.
- **5** Inserte la columna en la interfaz de GC/MS.
- **6** Apriete manualmente la tuerca.
- 7 Utilice el cortador de columnas para hacer unos cortes en la columna a 2 cm del extremo.

- 8 Mientras sujeta la columna con el dedo pulgar contra el cortador, pártala contra el extremo del cortador.
- **9** Revise el extremo para ver si los bordes están dentados o con rebaba. Si el quiebre no es limpio y uniforme, repita los pasos 6 y 7.
- **10** Ajuste la columna para que sobresalga esta distancia especificada del extremo de la línea de transferencia. (Consulte la Figura 4 y la Figura 5 en la página 41.)

Para instalar una fuente EI XTR o CI, la columna debe sobresalir alrededor de 1 o 2 mm (consulte la Figura 4 en la página 40.) **Para instalar una fuente EI HES**, la columna debe sobresalir entre 4 y 5 mm (consulte la Figura 5 en la página 41).

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

- **11** Apriete la tuerca de 1/4 a 1/2 vuelta. Asegúrese de que la posición de la columna no cambia al apretar la tuerca. No apriete en exceso la tuerca.
- **12** Revise el horno del GC para asegurarse de que la columna no está tocando las paredes.
- **13** Compruebe que las tuercas estén bien apretadas después de uno o dos ciclos de calentamiento; reapriételas si es necesario.

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

- 14 Instale el sello de la punta y el resorte en la interfaz GC/MS. Alinee, inserte suavemente y enrosque el sello de la punta en el soporte del sello de la punta. (Consulte la Figura 4 y la Figura 5 en la página 41.)
- **15** Compruebe *con suavidad* la alineación de la fuente de iones y el sello de la punta de interfaz.

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

PRECAUCIÓN

Si estas piezas están mal alineadas y fuerza la puerta del analizador para cerrarla, dañará el sello de la punta, la interfaz o la fuente de iones, o impedirá el sellado de la placa lateral.

- 16 Puede alinear la fuente de iones y el sello de punta de la interfaz haciendo un ligero movimiento de vibración en la placa lateral sobre su bisagra. Si la puerta sigue sin cerrarse, póngase en contacto con su representante de servicios técnicos de Agilent Technologies.
- **17** Cierre la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador frontal" en la página 189.)

Instalación del sello de la punta de la interfaz

Materiales necesarios

• Sello de la punta de la interfaz (G3870-20542)

El sello de la punta de la interfaz debe colocarse para las fuentes CI y las fuentes EI XTR y HES.

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 otras medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.



Procedimiento

- 1 Verifique que la fuente CI o la fuente EI XTR o HES estén instaladas. El sello de la punta y el resorte no deben instalarse si se utiliza una fuente EI de SS o inerte. (Consulte la Figura 7.)
- 2 Extraiga el sello de la punta de la interfaz, el resorte y la tuerca de retención moleteada de la caja de almacenamiento de la fuente de iones. Inserte el resorte, el sello de la punta y la tuerca de retención moleteada del sello de la punta, en ese orden, en el manguito de la columna.
- **3** Enrosque con la mano la tuerca de retención moleteada del sello de la punta en dicho sello.



Figura 7 Sello de la punta de la interfaz

4 Compruebe *con suavidad* la alineación del analizador y la interfaz.

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

PRECAUCIÓN

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

5 Puede alinear el analizador y la interfaz 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 servicios técnicos de Agilent Technologies.

Interfaz GC/MS para un GC serie 7890

La interfaz GC/MS es un conducto calentado para la columna capilar que entra en el MS. (Consulte la Figura 8.) Está unida con pernos al lado derecho de la cámara del analizador con una junta tórica y tiene una cubierta protectora que debe dejarse puesta en su sitio.

Un extremo de la interfaz pasa por el lateral del GC y llega hasta el horno. Este extremo está enroscado para permitir la conexión de la columna con una tuerca y una férrula. El otro extremo de la interfaz se ajusta en la fuente de iones. El extremo de la columna capilar sobresale ligeramente del extremo del tubo guía de la columna y hacia el interior de la cámara de ionización.





Durante el funcionamiento en modo CI, la línea de gas reactivo se conecta a la interfaz. El conjunto de la interfaz se extiende hacia el interior de la cámara de ionización. Un sello de resorte ayuda a mantener los gases reactivos en el interior de la fuente. El gas reactivo entra en el cuerpo de la interfaz y se mezcla con el gas portador y la muestra en la fuente de iones.

La interfaz GC/MS se calienta mediante un calentador eléctrico de cartucho. Normalmente, la zona térmica auxiliar n.º 2 del GC alimenta y controla el calentador. La temperatura de la interfaz se puede ajustar con el software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS o desde el GC. La interfaz cuenta con un sensor (termoeléctrico) que supervisa la temperatura.

El conjunto del sello de la punta de la interfaz también es necesario cuando se utiliza una fuente EI XTR o HES.

La interfaz debería funcionar en el rango de 250 ° a 350 °. Al estar sujeta a esa restricción, la temperatura de la interfaz 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. Cuando el instrumento funcione en modo CI, la temperatura recomendada para la interfaz GC/MS es 280 °C.

(Consulte "Instalación de una columna capilar en la interfaz GC/MS con la tuerca de columna de autoapriete" en la página 38 y "Instalar una columna capilar en la interfaz de GC/MS mediante una tuerca estándar para columnas" en la página 44.)

PRECAUCIÓN

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

ADVERTENCIA

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

Calibración de la columna

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

Procedimiento

- 1 Ajuste la adquisición de datos para la inyección manual splitless y seleccione la monitorización de iones (SIM) para el valor m/z = 28.
- 2 Presione [Prep Run] en el teclado del GC.
- **3** Inyecte 1 µl de aire en el inyector del GC y presione [**Start Run**].
- 4 Espere hasta que el pico se eluya a m/z 28. Tome nota del tiempo de retención.
- 5 En el panel Instrument Control, seleccione Instrument > GC Configuration.
- 6 Seleccione la pestaña Configuration.
- 7 Seleccione la pestaña **Column**, haga clic en **Inventory** y compruebe que la columna utilizada esté en el inventario. Seleccione la columna que desee calibrar y haga clic en **Install Selected Column**.
- 8 Marque la columna en la lista de inventario y seleccione la opción **Calibrate**.
- 9 Seleccione Calc Length.
- 10 En el cuadro de diálogo Calculate Column Length, escriba el tiempo de retención registrado en el campo Holdup Time. Compruebe que el resto de parámetros enumerados (temperatura, presiones de entrada y salida, y tipo de gas) sean los utilizados en el método para determinar el tiempo muerto. Modifique todos los parámetros que sean diferentes que los utilizados en el método. (Consulte la Figura 9 en la página 53.)

Calculate Column Length					
GC Conditions					
If measurement was made under conditions different from loaded method, please enter them below.					
	Temperature: Pressure into column: Pressure out of column:		45 °C 9.4667 psi 0 psi		
			Vacuum		
	Gas type:		He 🔻		
Hol	dup Time of an Ur	nretained Peak:	1.2555 min	_	
	Length	30 m	30 m		
	Diameter	250 µm	250 µm		
	Holdup	1.2555 min	1.2555 min		
OK Cancel					



- **11** Una vez que aparezca la nueva longitud de columna, haga clic en **OK** para guardar los cambios.
- 12 Haga clic en OK en el cuadro de diálogo **Calibrate Columns** para guardar la calibración.

2 Instalación de columnas para GC 7890



GC/MS TO Agilent 7000/7010 Manual de funcionamiento

Mantenimiento de la columna GC Intuvo 9000

Columnas 56

3

Para cambiar una columna del GC Intuvo 59 Para cambiar una junta del GC Intuvo 9000 63 Para instalar un Guard o Jumper Chip de columna 64 Para cambiar la cola del GC/MS 9000 68 Instalación del sello de la punta de la interfaz 75 Interfaz GC/MS para un GC serie 9000 76

En este capítulo se muestra cómo instalar una columna Agilent Intuvo, cómo conectar una ruta de flujo a través de la interfaz GC/MS hacia el interior de la fuente de iones, y cómo mantener el Guard Chip de la columna.

Si utiliza el *cromatógrafo de gases Agilent Intuvo 9000* con su MS, en la actualidad no se admite la ionización química ni el sistema JetClean.



Columnas

Se pueden utilizar muchos tipos de columnas GC Intuvo 9000 en el MS, pero hay algunas restricciones.

Durante la sintonización o la adquisición de datos, el caudal de la columna que entra al MS no debe superar el valor 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.

Recuerde que los flujos de la columna varían enormemente en función de la temperatura, lo que exige medir el flujo real. Utilice Tabla 4 para determinar un flujo aceptable para la columna y consulte asimismo "Influencia de los flujos de gas portador y de gas de CC sobre las lecturas del medidor de vacío iónico" en la página 93.

Característica	Flujos de gas Flujo de split turbo	
Bomba de alto vacío		
Flujo de gas (He) óptimo de la columna, ml/min (gas portador)	De 1 a 2	
Flujo de gas de CC	De 3 a 4	
Flujo máximo recomendado de gas, ml/min [°]	De 4 a 6	
Flujo máximo de gas, ml/min [†]	6,5	
Diámetro interior máximo de la columna	0,53 mm (30 m de longitud)	

Tabla 4Flujos de gas

Flujo de gas total en el MS = flujo de la columna + flujo de gas de CC

* Se espera una degradación del rendimiento y la sensibilidad espectrales

Acondicionamiento de columnas

El acondicionamiento de una columna antes de conectarla a la interfaz GC/MS es esencial.

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

El sangrado de la columna es más común en las columnas nuevas o mal entrecruzadas. Es mucho peor que haya trazas de oxígeno en el gas portador cuando se calienta la columna. Para minimizar el sangrado de la columna, todas las columnas capilares deberían acondicionarse antes de su instalación en la interfaz GC/MS. (Consulte "Acondicionar una columna capilar Intuvo" en la página 73.)

Consejos y sugerencias

- Utilice siempre un gas portador con una pureza de al menos el 99,9995%
- Utilice siempre guantes limpios a la hora de manipular los conectores rápidos de los componentes.
- Utilice siempre guantes limpios a la hora de manipular las juntas.
- Utilice siempre guantes limpios a la hora de manipular la cola del GC/MS 9000.

ADVERTENCIA

Si usa hidrógeno como gas portador, corte el flujo de este gas antes de desconectar la alimentación del MS. Si la bomba delantera está parada, el hidrógeno se acumulará en el MS y puede producirse una explosión. Consulte "Seguridad para el hidrógeno" en la página 20 antes de hacer funcionar el MS con hidrógeno.

Manejo de los componentes del bus y la columna del GC 9000

El cromatógrafo de gases Agilent Intuvo 9000 (GC Intuvo 9000) no usa férrulas y tuercas tradicionales para la mayoría de los sellos de columna y de ruta de flujo. En una conexión tradicional de cromatografía de gases, el sello se hace deformando una férrula blanda alrededor de la periferia de una columna o de un tubo, haciéndose un segundo sello entre la férrula y la conexión. En lugar de ello, las conexiones rápidas del GC Intuvo 9000 utilizan un sistema de sellado basado en el contacto entre superficies planas. En comparación con sellos tradicionales de férrula, estas conexiones están libres de fuga y resultan fáciles de hacer.

Al hacer estos sellos, siga estas sencillas directrices:

- No toque las superficies de sellado rápido con la piel desnuda o con guantes sucios. La grasa de la piel y la suciedad pueden contaminar las superficies de la ruta de flujo.
- Utilice únicamente la llave dinamométrica incluida con el GC Intuvo 9000 para apretar los tornillos de compresión del Intuvo.
- Evite arañar o deformar las superficies de sellado rápido.
- Si necesita limpiar una superficie de sellado, utilice aire limpio comprimido.
- Utilice una junta nueva cada vez que instale una columna o un chip Intuvo.

Para cambiar una columna del GC Intuvo

Este procedimiento se aplica a sistemas de GC con una sola columna. Para cambiar sistemas de 2 columnas, consulte el manual *Mantenimiento del cromatógrafo de gases Agilent Intuvo 9000*.

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)
- Junta Intuvo de poliimida, 5/paq., para temperaturas < 350 °C (5190-9072)
- Junta Intuvo de níquel, 5/paq., para temperaturas entre 350 °C y 450 °C (5190-9073)
- Llave dinamométrica guardada en la puerta del horno (xxxx-xxxx)



Procedimiento

ADVERTENCIA

El inyector, el detector, los componentes del bus y la columna pueden estar muy calientes y causar quemaduras. Enfríe las zonas calentadas a una temperatura conveniente antes de continuar.

PRECAUCIÓN Use siempre guantes limpios cuando manipule cualquier pieza que esté en la ruta de flujo que va al analizador o que esté situada dentro del analizador.

- Prepare el GC para su mantenimiento. Desde el panel del GC, seleccione Maintenance > Column > Perform Maintenance > Install Column > Start Maintenance. Este procedimiento refrigera el inyector, el detector, la columna, el Guard Chip y otros componentes de las zonas calentadas de la ruta de flujo a una temperatura inferior a 40 °C y configura el GC. Siga las instrucciones en pantalla del GC.
- 2 Desde la adquisición de datos de MassHunter, purgue el MS (consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)

3 Mantenimiento de la columna GC Intuvo 9000

3 Si usa hidrógeno u otro gas inflamable como gas portador, cierre la válvula manual de suministro de gas al instrumento antes de desconectar la alimentación del MS.



Figura 10 Puerta delantera, puerta del bus, puerta del horno y llave dinamométrica Intuvo del sistema GC 9000

- 4 Abra la puerta delantera del GC.
- **5** Abra la puerta del bus y retírela levantándola verticalmente para extraerla de sus goznes.
- 6 Baje la puerta del horno.
- 7 Utilizando la llave dinamométrica Intuvo, gire las cuatro abrazaderas de columna para quitarlas del anillo retenedor de la columna.



Figura 11 Columna GC 9000 y piezas relacionadas

- 8 Desconecte la llave SmartID de la columna del puerto USB inferior.
- 9 Utilizando la llave dinamométrica Intuvo, retire los dos tornillos de compresión que sellan los conectores rápidos de la columna al bus y guárdelos para su posterior uso.
- **10** Retire y guarde la columna para su posterior uso de acuerdo con las recomendaciones del fabricante de la columna.
- **11** Sustituya la junta por una nueva calificada para la temperatura de columna máxima que se espera con su método. (Consulte la sección "Para cambiar una junta del GC Intuvo 9000" en la página 63).
- 12 Verifique que todas las juntas Intuvo de la ruta de flujo están calificadas para la temperatura de columna máxima que se espera con su método. Sustituya las juntas con una menor calificación de temperatura por otras que presenten calificaciones de temperatura compatibles con su método.
- 13 Disponga los conectores rápidos de la columna en la conexión de bus de la columna sencilla (derecha). Consulte el manual del GC para instalar 2 columnas en el GC.
- **14** Inserte la llave SmartID Intuvo incluida con la columna en la conexión USB inferior mostrada.
- **15** Asegure la nueva columna girando la lengüeta **1 c** de las 4 abrazaderas de columna sobre el anillo de retención de columna con la llave dinamométrica Intuvo.
- **16** Verifique que las conexiones rápidas de la columna quedan planas contra la junta.
- 17 Instale sin apretar los dos tornillos de compresión.

PRECAUCIÓN

Utilice la llave dinamométrica Intuvo para apretar el tornillo de compresión hasta que se escuche un chasquido. Si aprieta en exceso, se puede dañar la ruta de flujo, arañar la conexión y producir fugas.

- **18** Apriete los tornillos de compresión hasta escuchar un chasquido procedente de la llave dinamométrica Intuvo.
- 19 Cierre la puerta de la columna.
- 20 Instale la puerta de la columna.
- **21** Cierre la puerta delantera del GC.

Para cambiar una junta del GC Intuvo 9000

En este procedimiento se asume que ya ha extraído la columna, la cola del GC/MS 9000 u otra pieza que se asiente sobre la parte superior de la junta y que los componentes del instrumento están por debajo de 40 °C.

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)
- Junta Intuvo de poliimida, 5/paq., para temperaturas < 350 °C (5190-9072)
- Junta Intuvo de níquel, 5/paq., para temperaturas entre 350 °C y 450 °C (5190-9073)

Procedimiento

ADVERTENCIA El inyector, el detector, los componentes del bus y la columna pueden estar muy calientes y causar quemaduras. Enfríe las zonas calentadas a una temperatura conveniente antes de continuar.

PRECAUCIÓN

Use siempre guantes limpios cuando manipule cualquier pieza que esté en la ruta de flujo que va al analizador o que esté situada dentro del analizador.

- Retire la lengüeta de la junta del perno de alineación y deseche la junta antigua. Las pinzas le ayudarán cuando lleve puesto los guantes obligatorios.
- 2 En caso necesario, instale chips de inyector o detector. Todos los chips deberán estar instalados antes de instalar la nueva junta.
- **3** Extraiga con cuidado la junta nueva de su envoltorio. Inspeccione la junta para asegurarse de que no está deformada. Los dos lóbulos redondos son las superficies de sellado.
- **4** Inserte con cuidado los lóbulos de la junta redondos en la conexión rápida del bus. Observe que la junta tiene doble cara.
- **5** Disponga el orificio de la junta sobre el perno de alineación situado en la conexión del bus y presione el cuerpo de la junta plano contra el bus.

6 Compruebe que los lóbulos redondeados de la junta quedan planos contra la conexión rápida del bus.

La nueva junta está lista para la conexión de columna o chip.

Para instalar un Guard o Jumper Chip de columna

El Guard Chip y el Jumper Chip de columna son consumibles de un solo uso. La instalación deforma parte del Chip para una buena fijación, de modo que un Chip mal instalado no se puede reutilizar. El Guard Chip no se puede limpiar ni acondicionar.

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)
- Guard Chip Intuvo con inyector Agilent split/splitless, 2/paq. (G4587-60565)
- Guard Chip Intuvo con inyector multimodo, 2/paq. (G4587-60665)
- Jumper Chip Intuvo con inyector Agilent split/splitless, 2/paq. (G4587-60575)
- Jumper Chip Intuvo con inyector multimodo, 2/paq. (G4587-60675)
- Junta Intuvo de poliimida, 5/paq., para temperaturas < 350 °C (5190-9072)
- Junta Intuvo de níquel, 5/paq., para temperaturas entre 350 °C y 450 °C (5190-9073)
- Llave dinamométrica guardada en la puerta del horno (xxxx-xxxx)
- Llave fija de 7/16 pulgadas (xxx-xxx)



Procedimiento

ADVERTENCIA

El inyector, el detector, los componentes del bus y la columna pueden estar muy calientes y causar quemaduras. Enfríe las zonas calentadas a una temperatura conveniente antes de continuar.

PRECAUCIÓN

Use siempre guantes limpios cuando manipule cualquier pieza que esté en la ruta de flujo que va al analizador o que esté situada dentro del analizador.

- Prepare el GC para su mantenimiento. Desde el panel del GC, seleccione Maintenance > Inlets > Guard Chip > Prepare for Maintenance > Replace Liner and Guard Chip > Start Maintenance. Este procedimiento refrigera el inyector, el detector, la columna, el Guard Chip y otros componentes de las zonas calentadas de la ruta de flujo a una temperatura inferior a 40 °C y configura el GC. Siga las instrucciones en pantalla del GC.
- 2 Desde la adquisición de datos de MassHunter, purgue el MS (consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)
- 3 Espere a que el GC alcance el estado preparado, que indicará que los componentes se han enfriado por debajo de 40 °C y el instrumento está purgado, antes de continuar los pasos de este procedimiento.
- **4** Si usa hidrógeno u otro gas inflamable como gas portador o para el sistema JetClean, cierre la válvula manual de suministro de gas al instrumento antes de desconectar la alimentación del MS.
- 5 Si está colocado, retire el inyector ALS de la entrada.
- **6** Retire la cubierta del inyector.



Figura 12 Cubierta del inyector del GC y placa de acceso al tornillo de compresión

- 7 Abra la puerta delantera del GC.
- 8 Abra la puerta del bus y retírela levantándola verticalmente para extraerla de sus goznes.
- **9** Tire hacia fuera de la placa de acceso al tornillo de compresión para permitir que la llave dinamométrica pueda acceder al tornillo de compresión del Guard Chip.



Figura 13 Guard Chip y piezas relacionadas

- **10** Utilice una llave fija de 7/16 pulgadas para aflojar el tornillo del Guard Chip situado en la base del inyector.
- **11** Utilice los dedos para girar hacia abajo con suavidad la parte delantera del dispositivo calentador del Guard Chip y dejar expuesto el Guard Chip.
- **12** Afloje el tornillo de compresión del Guard Chip con la llave dinamométrica Intuvo.
- **13** Levante el lado derecho de la lengüeta del Guard Chip sobre el tachón y gírelo para sacarlo de la conexión del bus.
- 14 Retire el lado izquierdo del Guard Chip de la base del inyector.
- **15** Instale un nuevo Guard Chip. El extremo mayor del Guard Chip se inserta primero en la base del inyector; a continuación, el extremo más pequeño se gira en la conexión del bus, levantando su lengüeta sobre el tachón y hacia el interior de la ranura de montaje del bus.
- 16 Apriete a mano el tornillo de compresión.
- **17** Levante el calentador del Guard Chip.
- **18** Apriete a mano el tornillo del Guard Chip en la base del inyector.
- **19** Apriete el tornillo del Guard Chip en la base del inyector con una llave fija de 7/16 pulgadas.

3 Mantenimiento de la columna GC Intuvo 9000

PRECAUCIÓN

Utilice la llave dinamométrica Intuvo para apretar el tornillo de compresión hasta que se escuche un chasquido. Si aprieta en exceso, se puede dañar la ruta de flujo, arañar la conexión y producir fugas.

- **20** Apriete el tornillo de compresión del Guard Chip utilizando la llave dinamométrica hasta que escuche un chasquido.
- **21** Instale la cubierta del inyector.
- 22 Instale la puerta del bus en sus goznes y ciérrela.
- 23 Cierre la puerta delantera del GC.
- 24 Si lo ha retirado, coloque el inyector ALS.

Para cambiar la cola del GC/MS 9000

Este procedimiento es necesario para cambia a una fuente que requiera una cola del GC/MS 9000 diferente, para cambiar una junta con pérdidas o una cola del GC/MS 9000 o bien para separar el GC 9000 del MS.

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)
- Cola del GC/MS 9000, usada con una fuente estándar (G4590-60009)
- Cola del GC/MS 9000, usada con un HES (G4590-60109)
- Junta Intuvo de poliimida, 5/paq., para temperaturas < 350 °C (5190-9072)
- Junta Intuvo de níquel, 5/paq., para temperaturas entre 350 °C y 450 °C (5190-9073)
- Llave dinamométrica guardada en la puerta del horno (xxxx-xxxx)
- Llave fija de 7/16 pulgadas (xxx-xxx)



Procedimiento



El inyector, el detector, los componentes del bus y la columna pueden estar muy calientes y causar quemaduras. Enfríe las zonas calentadas a una temperatura conveniente antes de continuar.

PRECAUCIÓN

Use siempre guantes limpios cuando manipule cualquier pieza que esté en la ruta de flujo que va al analizador o que esté situada dentro del analizador.

- Purgue el MS (consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.) Cuando se le indique, ajuste la temperatura para la fuente de iones, los cuadrupolos, el inyector, el detector, la columna, el Guard Chip, la cola del GC/MS 9000 y otros componentes de las zonas calentadas de la ruta de flujo a una temperatura < 40 °C.</p>
- 2 Si usa hidrógeno u otro gas inflamable como gas portador, cierre la válvula manual de suministro de gas al instrumento antes de desconectar la alimentación del MS.
- **3** Espere a que el GC alcance el estado preparado, que indicará que los componentes se han enfriado por debajo de 40 °C, antes de continuar los pasos de este procedimiento.
- **4** Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149).
- **5** Desenrosque el sello de la punta del soporte del sello de la punta y quite el sello y el resorte de la interfaz GC/MS. (Consulte "Sello de la punta de la interfaz" en la página 76.)
- **6** Asegúrese de que el MS está correctamente alineado con el GC. Si el GC/MS no está correctamente alineado, será difícil apretar el tornillo de la abrazadera de la línea de transferencia.
- 7 Abra la puerta delantera del GC.
- 8 Abra la puerta del bus y retírela levantándola verticalmente para extraerla de sus goznes.
- 9 Utilizando la llave dinamométrica Intuvo, extraiga el tornillo de compresión que fija la conexión de bus rápida de la cola del GC/MS 9000. Extraiga asimismo el tornillo de la conexión de bus vacía.



Figura 14 Abrazadera cerrada del dispositivo calentador de la cola del MS

- **10** Abra el dispositivo calentador de la cola del MS aflojando el tornillo de ajuste manual situado en la parte superior de la abrazadera y girando esta hacia abajo.
- **11** Empuje el dispositivo calentador de la cola del MS unos milímetros hacia atrás. Un imán mantendrá el dispositivo calentador alejado de la cola del GC/MS 9000.



Figura 15 Abrazadera abierta del dispositivo calentador de la cola del MS con la cola del GC/MS 9000 quitada

12 Extraiga la cola del GC/MS 9000 de la línea de transferencia y del bus. Si la férrula queda atascada, presione un objeto puntiagudo, como un clip sujetapapeles, contra el orificio de liberación de la férrula, situado en el extremo de la línea de transferencia.



Figura 16 Cola del GC/MS 9000 extraída de la interfaz del GC/MS

- **13** Sustituya la junta. (Consulte la sección "Para cambiar una junta del GC Intuvo 9000" en la página 63).
- **14** Deslice con cuidado la cola del GC/MS 9000 hacia el interior de la interfaz del GC/MS y coloque con suavidad la conexión rápida en el interior de la conexión del bus.
- **15** Compruebe que la conexión rápida de la cola del GC/MS 9000 se asienta plana contra la junta en la conexión del bus.

- 16 Enrosque a mano una tuerca de columna de la cola del GC/MS 9000 en el conector roscado de la línea de transferencia y utilice una llave de ¼ pulgada para apretar la tuerca de 20 a 30 grados más.
- 17 Instale sin apretar los dos tornillos de compresión.

PRECAUCIÓN

Utilice la llave dinamométrica Intuvo para apretar el tornillo de compresión hasta que se escuche un chasquido. Si aprieta en exceso, se puede dañar la ruta de flujo, arañar la conexión y producir fugas.

- **18** Apriete el único tornillo de compresión hasta escuchar un chasquido procedente de la llave dinamométrica Intuvo.
- **19** Instale sin apretar en exceso el otro tornillo de compresión en el conector de bus rápido vacío.
- **20** Tire del dispositivo calentador de la cola del MS unos milímetros hacia la cola del GC/MS 9000 hasta que haga contacto.
- **21** Cierre la abrazadera del dispositivo calentador de la cola del MS y apriete a mano el tornillo de ajuste manual para fijarlo.
- 22 Instale la puerta del bus en sus goznes y ciérrela.
- 23 Cierre la puerta delantera del GC.
- **24** Instale el sello de la punta y el resorte en la interfaz GC/MS. Alinee, inserte suavemente y enrosque el sello de la punta en el soporte del sello de la punta. (Consulte "Instalación del sello de la punta de la interfaz" en la página 75.)
- **25** Compruebe *con suavidad* la alineación de la fuente de iones y el sello de la punta de interfaz.

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

PRECAUCIÓN

Si estas piezas están mal alineadas y fuerza la puerta del analizador para cerrarla, dañará el sello de la punta, la interfaz o la fuente de iones, o impedirá el sellado de la placa lateral.

- 26 Puede alinear la fuente de iones y el sello de punta de la interfaz haciendo un ligero movimiento de vibración en la placa lateral sobre su bisagra. Si la puerta sigue sin cerrarse, póngase en contacto con su representante de servicios técnicos de Agilent Technologies.
- **27** Cierre la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador frontal" en la página 189).
Acondicionar una columna capilar Intuvo

Materiales necesarios

- Gas portador (99,9995% puro como mínimo)
- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)
- Llave dinamométrica Intuvo (5190-9571)
- Junta Intuvo de poliimida, 5/paq., para temperaturas < 350 °C (5190-9072)
- Junta Intuvo de níquel, 5/paq., para temperaturas entre 350 °C y 450 °C (5190-9073)
- Llave fija, 1/4 pulgadas y 5/16 pulgadas (8710-0510)

Procedimiento

ADVERTENCIA

El inyector, el detector, los componentes del bus y la columna pueden estar muy calientes y causar quemaduras. Enfríe las zonas calentadas a una temperatura conveniente antes de continuar.

PRECAUCIÓN

Use siempre guantes limpios cuando manipule cualquier pieza que esté en la ruta de flujo que va al analizador o que esté situada dentro del analizador.

- 1 Instale la columna que precisa acondicionamiento. (Consulte "Para cambiar una columna del GC Intuvo" en la página 59.)
- 2 Establezca una velocidad mínima de 30 cm/s, o lo que recomiende el fabricante de la columna. Deje que el gas fluya a través de la columna a temperatura ambiente entre 15 y 30 minutos para extraer el aire.
- **3** Aumente la temperatura de columna hasta 120 °C.
- 4 Mantenga a esta temperatura durante 30 minutos.
- **5** Utilice MassHunter para realizar una comprobación de aire y agua. Vaya al siguiente paso si el aire y el agua están dentro de los límites permitidos.
- **6** Programe la temperatura de columna para aumentar desde 120 °C al límite máximo de temperatura para la columna a una velocidad de entre 10 y 15 °C/min.

3 Mantenimiento de la columna GC Intuvo 9000

PRECAUCIÓN

No sobrepase la temperatura máxima de la columna en la interfaz GC/MS, el horno de GC o el inyector.

7 Mantenga a temperatura máxima durante 30 minutos.

La columna está acondicionada y lista para su uso con el método.

Instalación del sello de la punta de la interfaz

Materiales necesarios

• Sello de la punta de la interfaz (G3870-20542)

El sello de la punta de la interfaz debe colocarse para las fuentes CI y las fuentes EI XTR y HES.

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 otras medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.



Procedimiento

- 1 Verifique que la fuente CI o la fuente EI XTR o HES estén instaladas. El sello de la punta y el resorte no deben instalarse si se utiliza una fuente EI de SS o inerte. (Consulte la sección Figura 17).
- 2 Extraiga el sello de la punta de la interfaz, el resorte y la tuerca de retención moleteada de la caja de almacenamiento de la fuente de iones. Inserte el resorte, el sello de la punta y la tuerca de retención moleteada del sello de la punta, en ese orden, en el manguito de la columna.
- **3** Enrosque con la mano la tuerca de retención moleteada del sello de la punta en dicho sello.



Figura 17 Sello de la punta de la interfaz

4 Compruebe *con suavidad* la alineación del analizador y la interfaz. Cuando el analizador esté correctamente alineado, podrá cerrarlo completamente sin resistencia, salvo por la presión del resorte de la punta de la interfaz.

PRECAUCIÓN

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

5 Puede alinear el analizador y la interfaz 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 servicios técnicos de Agilent Technologies.

Interfaz GC/MS para un GC serie 9000

La interfaz GC/MS es un conducto calentado hacia el MS para mantener el vacío del MS y una temperatura idónea del efluente de la columna. (Consulte la sección Figura 18). La interfaz GC/MS está unida con pernos al lado derecho de la cámara del analizador con una junta tórica y tiene una cubierta protectora que debe dejarse puesta en su sitio.

Un extremo de la interfaz pasa por el lateral del GC; se accede al mismo desde el interior de la puerta delantera del GC. Esto permite la conexión de la tuerca de columna de la cola del GC/MS 9000. La cola del GC/MS 9000 incluye una férrula y una tuerca de columna con conexión para acoplarse al extremo GC de la interfaz GC/MS. La cola del GC/MS 9000 transporta el efluente de la columna desde un conector de bus de columna calentada en el GC, a través de la interfaz GC/MS calentada, y sale ligeramente después del final del tubo guía de la columna para entrar en la cámara de ionización. La cola del GC/MS 9000 mantiene la temperatura en distintos puntos a lo largo de su longitud por medio de un bus calentado, un dispositivo calentador de cola del MS y la interfaz GC/MS.



Figura 18 Interfaz GC/MS para un GC 9000 (no está a escala)

La cola GC/MS 9000 se calienta mediante un calentador eléctrico de cartucho. Una zona calentada del GC 9000 es la que hace funcionar el calentador. La temperatura de la cola del GC/MS 9000 se puede ajustar con el software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS o desde el GC. La interfaz cuenta con un sensor (termoeléctrico) que supervisa la temperatura.

El conjunto del sello de la punta de la línea de transferencia también es necesario cuando se utiliza una fuente EI XTR o HES.

La cola del GC/MS 9000 debería funcionar en el rango de 250 ° a 350 °C. Al estar sujeta a esa restricción, la temperatura de la línea de transferencia debería ser ligeramente superior a la temperatura de la columna, pero no ser *nunca* más alta que la temperatura máxima de la columna.



GC/MS TO Agilent 7000/7010 Manual de funcionamiento

Δ

Funcionamiento en el modo El

Funcionamiento del MS desde el sistema de datos 80 Configuración de la dirección IP y visualización de los parámetros del TQ con la WUI 81 Antes de encender el MS 88 Bombeo 89 Control de las temperaturas 90 Control del flujo de la columna 90 Control del flujo de la CC 91 Control del flujo de hidrógeno del sistema JetClean 91 Purga del MS 92 Presión de alto vacío en el modo El 93 Configuración de los monitores para la temperatura del MS y el estado del vacío 94 Ajuste de las temperaturas del analizador del MS 97 Aiuste de la temperatura de la interfaz GC/MS con el software MassHunter 99 Configuración del gas de CC 101 Configuración del modo del sistema JetClean opcional 102 Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo de solo limpieza 103 Ajuste de los caudales de gas de CC 104 Sintonización automática del MS para el modo El 106 Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores 108 Bombeo del MS 109 Purga el MS 114 Ajuste de la temperatura de la interfaz desde el GC 7890 116 Cómo guardar un método en el GC 7890 117

Este capítulo explica cómo llevar a cabo algunos procedimientos operativos rutinarios para el GC/MS TQ serie 7000/7010 en modo EI.



PRECAUCIÓN

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

Funcionamiento del MS desde el sistema de datos

El software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS realiza tareas como el bombeo, la monitorización de valores, el ajuste de temperaturas, la sintonización y la preparación para la purga Estas tareas se describen en este capítulo. Puede encontrar información adicional en los manuales y en la ayuda en línea del software de adquisición de datos MassHunter para GC/MS.

El TQ 7000 funciona en el modo El con el conjunto de fuente de iones El XTR, y el TQ 7010 funciona en el modo El con el conjunto de fuente El HES, que consiguen una mayor sensibilidad durante la ionización de la muestra.

Configuración de la dirección IP y visualización de los parámetros del TQ con la WUI

Los técnicos de servicio de campo de Agilent utilizan la interfaz web de usuario (WUI) para configurar y monitorizar el instrumento. Existen algunos elementos de la WUI que resultan útiles y en ocasiones básicos para el funcionamiento del sistema. Entre ellos se incluyen la configuración de la dirección IP del TQ y la monitorización de los parámetros del instrumento durante el bombeo sin usar el software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS. Para estos procedimientos, se asume que el usuario tiene acceso a un PC conectado a la misma subred LAN que el TQ.

Cambio de los ajustes de red del TQ

A día de hoy, el firmware del GC no admite la comunicación LVDS con un MS TQ serie 7000/7010; por tanto, debe utilizar la interfaz web de usuario (WUI) para configurar los ajustes de red del TQ.

- **1** Presione el interruptor de **encendido/apagado del MS** para poner en marcha el instrumento.
- 2 Escriba la dirección IP del instrumento como URL en la barra de direcciones del explorador web del PC para visualizar la página del menú principal de la WUI (consulte la Figura 19).

Si no configuró la dirección IP con anterioridad, los ajustes predeterminados de fábrica para la dirección IP, la puerta de enlace y la máscara de subred serán 192.168.254.12, 0.0.0.0 y 255.255.255.0, respectivamente.



Figura 19 Menú principal de la WUI

3 Haga clic en **Editar config. red** y acceda a Editar config. red (configuración de red del TQ) (consulte la Figura 20).

		Set R	eal-Time	Clock (RTC)	
	Time (HH:MM:SS)	11 :54 32	:	Date (MM/DD/YY	(YYY)	/21 / 2016
	Day:	Tuesday	·			
		S	et RTC Clear (Current Entries		
Note: The ti	me above is the t	ime of your Web	Client (your PC) and not the time	of your embe	dded controller
The current	time of your QQ	Q Controller (Sm	artCard) is: Tue	Jun 21 11:59:07 2	016	
Return to Ma	ain Menu					
_						_
	Edi	t NetConfi	g (QQQ no	etwork conf	iguration	1)
					9	
Dcomm P	artner (GC) IP A	ddress: 192.1	8.254.14			
QQQ IP A	Address:	130.2	.109.76			
Gateway	IPA:	130.2	. 109. 1			
SubNet M	lask:	255.2	5.252.0			
Submit	Reset					
Return to Ma	ain Menu					

Figura 20 Edición de la configuración de red en la WUI

- 4 Escriba la dirección IP del GC en el campo DCOMM Partner (GC) IP Address si el GC admite la comunicación DCOMM. Para que admita la comunicación DCOMM, el instrumento debe ser un GC Agilent 7890B o 7890A+ con la versión de firmware más reciente.
- **5** Escriba la dirección IP, la IPA de la puerta de enlace y la máscara de subred del TQ.
- 6 Haga clic en Submit para asignar esta dirección IP al TQ.

Agilent recomienda pegar una etiqueta al TQ en la que estén anotados estos parámetros de configuración de red.

7 Una vez que haya finalizado, cierre la página del explorador web.

- 8 Inicie el programa de configuración de instrumentos GC/MS de Agilent. Para configurar el TQ para la comunicación DCOMM, debe configurar el GC antes que el TQ en el programa de configuración de instrumentos GC/MS. Consulte la sección de configuración del sistema GC 7890A+ o 7890B en el programa de configuración de instrumentos GC/MS.
- **9** En el programa de configuración de instrumentos GC/MS, edite la dirección IP del TQ con estos nuevos parámetros.

Visualización de los parámetros del TO

Este procedimiento permite monitorizar los parámetros del TQ sin necesidad de ejecutar el software de adquisición de datos MassHunter para GC/MS. Resulta útil durante el bombeo manual del TQ y la monitorización del estado del instrumento.

- 1 Presione el interruptor de **encendido/apagado del MS** para poner en marcha el instrumento.
- 2 Escriba la dirección IP del instrumento como URL en la barra de direcciones del explorador web del PC para visualizar la página del menú principal de la WUI (consulte la Figura 21).



Figura 21 Menú principal de la WUI

3 Haga clic en **Instrument Status** para visualizar la velocidad de la bomba turbo del TQ, las temperaturas de las zonas, la presión de alto vacío, los fallos del TQ, los parámetros de configuración de red y la versión del firmware de la tarjeta inteligente (Consulte la Figura 22).

Return To Main Menu 💳	Instrument Status ==	Refresh This Page
-----------------------	----------------------	-------------------

Turbo Pump	Source Zone	Quadl Zone	Quad2 Zone	High Vacuum	Foreline	CI Reagent Gas
Speed	(DegC)	(DegC)	(DegC)	Pressure	Pressure	= ' ?? '
(% of Max)	Set: 100.0	Set: 100.0	Set: 100.0	(Torr)	(mTorr)	Flowrate
100.0	Actual: 100.0	Actual: 100.0	Actual: 100.0	8.46e-05 Torr	1.43e+02	(% of Max) 0

== No Faults ==

Instrument (QQQ) **Instrument Type = 12 = 7010** Source Type = 7 = GCMS-EI **Detector Type =** 2 = TripleAxis2 Serial ID = US94860231 MainBoard.1 Version = 0x23010004 MainBoard.2 Version = 0x24010004 CI Flow Controller responding at start-up = TRUE Sideboard = N.A. Log Amp = N.A.SmartCard IP Address via keyboard = 130.27.109.76 Gateway IP Address = 130.27.109.1 Subnet Mask = 255,255,252,0 MAC Address = 00:03:1D:0E:28:68 Current SmartCard Clock Time = Tue Jun 21 11:53:22 2016 **Communication Partners** MassHunter IP Address, Hostname, Lock State = none, not locked GC Dcomm IP Address, Dcomm Status = 192.168.254.14, DISABL Version Information qqqServer Version = G.7000.056F-RUN DSP Firmware Version = G.7000.3503 PLX Board FPGA Version = 0x0043

Return to Main Menu

Figura 22 Estado del instrumento en la WUI

4 Una vez que haya finalizado, cierre el explorador.

LED de estado del instrumento del panel frontal

A través del LED de estado del instrumento del panel frontal, el operador puede visualizar el estado actual del instrumento mediante códigos de colores y cronometraje de encendido/apagado de LED. (Consulte la Tabla 5.)

Estado del instrumento	Código de LED
Preparado	Verde permanente
Adquiriendo datos	Verde intermitente (<2 s)
No preparado	Amarillo permanente
Funcionamiento del sistema JetClean en modo de adquisición y limpieza	Magenta intermitente
Funcionamiento del sistema JetClean en modo de solo limpieza	Magenta permanente
Preparado, pero no conectado al DS	Azul permanente
Puesta en marcha (antes de la carga de FW)	Rojo intermitente (< 2 s)
Fallo	Rojo permanente

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

Antes de encender el MS

Verifique lo siguiente *antes* de encender o de tratar de poner en funcionamiento el MS:

- La válvula de purga debe estar cerrada (la manilla girada totalmente a la derecha). (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)
- Todos los demás sellos de vacío y adaptadores deben estar colocados y apretados correctamente. Todos los tornillos de ajuste de la placa del analizador deben estar sueltos salvo que se utilicen gases portadores peligrosos, hidrógeno en el sistema JetClean o gases reactivos.
- El MS debe estar conectado a una fuente de alimentación con conexión a tierra.
- La interfaz GC/MS debe extenderse hacia el interior del horno de GC.
- Debe haber instalada una columna capilar acondicionada en el inyector del GC y la interfaz GC/MS.
- El GC debe estar encendido, pero las zonas calentadas de la interfaz GC/MS, del inyector del GC y del horno tienen que estar apagadas.
- El gas portador con una pureza de al menos el 99,9995% está conectado al GC con las trampas recomendadas.
- Si se usa hidrógeno como gas portador o se suministra dicho gas al sistema JetClean, las válvulas de cierre del sistema de gas portador y del sistema JetClean deben estar cerradas. Los tornillos de ajuste superiores de las placas laterales del analizador frontal y el analizador trasero deben estar apretados pero sin fijarlos del todo.
- 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 para sacar el escape de la bomba delantera al exterior o a una campana extractora (de escape) 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 se usa hidrógeno como gas portador o se suministra dicho gas al sistema JetClean, las válvulas de cierre del sistema de gas portador y del sistema JetClean deben estar cerradas antes de encender el MS. Si la bomba delantera está parada, el hidrógeno se acumulará en el MS y puede producirse una explosión. Consulte "Seguridad para el hidrógeno" en la página 20 antes de hacer funcionar el MS con hidrógeno.

PRECAUCIÓN

Si se usa hidrógeno como gas portador o cuando el sistema JetClean funcione en el modo de adquisición y limpieza, no utilice helio en la celda de colisión.

Bombeo

El sistema de datos le ayuda a bombear el MS. Es un proceso automatizado en su mayor parte. Una vez que haya encendido el MS pulsando el interruptor de **encendido/apagado**, cerrado la puerta del analizador y cerrado la válvula de purga cuando oiga un silbido (mientras presiona las placas laterales de ambos analizadores), el MS bombeará por sí mismo. El software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS monitorizará y mostrará el estado del sistema durante el bombeo. Cuando la presión sea lo suficientemente baja, el programa encenderá la fuente de iones y los calentadores de los filtros de masas, y le pedirá que encienda el calentador de la interfaz GC/MS. El MS se apagará si no puede bombear correctamente.

Mediante el uso de los monitores del MS, el sistema de datos puede mostrar:

- La velocidad del motor de la bomba turbo del MS.
- La presión (el vacío) de la cámara del analizador.
- La presión de la bomba delantera.

Control de las temperaturas

Las temperaturas del MS se controlan a través del sistema de datos. El MS cuenta con calentadores y sensores de temperatura independientes para la fuente de iones y los filtros de masas MS1 y MS2. Puede ajustar los valores programados y ver estas temperaturas desde el sistema de datos o simplemente desde el LCP.

Normalmente, la zona térmica auxiliar calentada n.º 2 del GC es la que alimenta y controla el calentador de la interfaz GC/MS. La temperatura de la interfaz GC/MS se puede configurar y monitorizar desde el sistema de datos o desde el GC.

Control del flujo de la columna

El flujo de gas portador se controla mediante la presión en el inyector de la columna del GC. Si selecciona el modo de columna de **presión constante** para mantener una presión de entrada constante, el flujo de la columna disminuirá a medida que aumente la temperatura del horno de GC. Si selecciona la opción de **flujo constante** para el EPC y el modo de columna, se mantendrá el mismo flujo de la columna independientemente de la temperatura.

Se puede utilizar el MS para medir el flujo real de la columna. Inyecte una *pequeña* cantidad de aire o de otro producto químico no retenido y mida el tiempo que tarda en alcanzar el MS. Midiendo este tiempo se puede calcular el flujo de la columna. (Consulte la sección "Calibración de la columna" en la página 52.)

Control del flujo de la CC

El caudal de gas de la CC se controla por medio de un módulo EPC ubicado en el GC. El flujo de gas de la CC es una combinación de dos gases mezclados a la salida del EPC y transferidos a través de una línea con un solo tubo hasta el MS. Habitualmente, estos dos gases son nitrógeno y helio; no obstante, cuando se utiliza hidrógeno como gas portador. Los caudales de gas que llegan al EPC de la CC del GC se controlan por medio del software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS o directamente desde el panel del GC. (Consulte la sección "Ajuste de los caudales de gas de CC" en la página 104.)

Control del flujo de hidrógeno del sistema JetClean

El sistema JetClean opcional utiliza hidrógeno para limpiar la fuente de iones. El MFC del sistema JetClean alimenta hidrógeno en el espacio anular que rodea la columna en la interfaz GC/MS, desde donde entra en el cuerpo de la fuente de iones. El software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS controla el caudal. (Consulte la sección "Configuración del modo del sistema JetClean opcional" en la página 102.)

Purga del MS

Un programa del sistema de datos le guiará en el proceso de purga. Dicho programa apaga los calentadores del GC y el MS, así como la bomba turbo, en el momento adecuado. Asimismo, permite monitorizar las temperaturas del MS e indica cuándo es necesario purgarlo.

La función de purgado rápido carga un método de GC definido por el usuario que ajusta la temperatura del horno, apaga el calentador de la línea de transferencia y configura el flujo de la columna de acuerdo con un nivel predefinido por el usuario.

El MS *sufrirá daños* si se purga de forma incorrecta. 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 interfaz GC/MS y del analizador estén frías (por debajo de 100 °C) antes de purgar el MS. 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 se usa hidrógeno como gas portador o se suministra dicho gas al sistema JetClean, las válvulas de cierre del sistema de gas portador y del sistema JetClean deben estar cerradas antes de encender el MS. Si la bomba delantera está parada, el hidrógeno se acumulará en el MS y puede producirse una explosión. Consulte "Seguridad para el hidrógeno" en la página 20 antes de hacer funcionar el MS con hidrógeno.

ADVERTENCIA

No abra jamás la válvula de purga ni cierre las bombas de vacío sin haber cerrado primero las válvulas de cierre correspondientes a todos los flujos de hidrógeno que llegan al analizador. Esto incluye el flujo de hidrógeno como gas portador y el flujo de hidrógeno del sistema JetClean.

PRECAUCIÓN

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

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

No sobrepase el flujo de gas máximo total recomendado. (Consulte la Tabla 3 en la página 30.)

Presión de alto vacío en el modo El

Los factores que más influyen sobre la presión operativa en el modo EI son los flujos de gas portador (en la columna) y de gas de CC. En la Tabla 6 se indican las presiones típicas para diversos flujos de gases de CC (helio y nitrógeno). Estos valores de presión son aproximados y pueden variar de un instrumento a otro un 30% como máximo.

 Tabla 6
 Influencia de los flujos de gas portador y de gas de CC sobre las lecturas del medidor de vacío iónico

	Gas de N ₂ = 1	CC activado ,5, He = 2,25	Gas de C	C desactivado	Gas de CC activado N ₂ = 1,5, He desactivado		
Flujo de la columna (ml/min)	Vac. prim.	Alto vacío	Vac. prim.	Alto vacío	Vac. prim.	Alto vacío	
0,5	1,58 * 10 ⁻¹	1,11 * 10 ⁻⁴	8,82 * 10 ⁻²	6,05 * 10 ⁻⁷	1,36 * 10 ⁻¹	1,31 * 10 ⁻⁴	
0,7	1,61 ·*10 ⁻¹	1,10 * 10 ⁻⁴	9,92 * 10 ⁻²	7,75 * 10 ⁻⁷	1,39 * 10 ⁻¹	1,31 * 10 ⁻⁴	
1	1,66 * 10 ⁻¹	1,10 * 10 ⁻⁴	1,00 * 10 ⁻¹	8,38 * 10 ⁻⁷	1,44 * 10 ⁻¹	1,31 * 10 ⁻⁴	
1,2	1,69 * 10 ⁻¹	1,10 * 10 ⁻⁴	1,05 * 10 ⁻¹	9,38 * 10 ⁻⁷	1,47 * 10 ⁻¹	1,31 * 10 ⁻⁴	
2	1,80 ·*10 ⁻¹	1,11 * 10 ⁻⁴	1,22 * 10 ⁻¹	1,36 * 10 ⁻⁶	1,60 * 10 ⁻¹	1,32 * 10 ⁻⁴	
3	1,95 * 10 ⁻¹	1,12 * 10 ⁻⁴	1,41 * 10 ⁻¹	1,82 * 10 ⁻⁶	1,75 * 10 ⁻¹	1,32 * 10 ⁻⁴	
4	2,10 * 10 ⁻¹	1,12 * 10 ⁻⁴	1,57 * 10 ⁻¹	2,33 * 10 ⁻⁶	1,90 * 10 ⁻¹	1,31 * 10 ⁻⁴	
6	2,37 * 10 ⁻¹	1,13 * 10 ⁻⁴	1,89 * 10 ⁻¹	3,29 * 10 ⁻⁶	2,18 * 10 ⁻¹	1,34 * 10 ⁻⁴	

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

Configuración de los monitores para la temperatura del MS y el estado del vacío

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

Procedimiento

1 Seleccione Method > Edit Monitors para visualizar el cuadro de diálogo Select Monitors. (Consulte la Figura 23.)

🖶 Select Monitors				_		\times
Available Monitors			Selec	ted Moni	itors	
GC PCM-1B Pressure	^		GC Oven Temp	perature		
GC PCM-2A Pressure		Add>	GC Inlet-FTem	perature		
GC PCM-28 Pressure			GC Inlet-F Pres	sure		
GL PLM-3A Pressure			GL Inlet-Filota			
GL PLM-38 Pressure		< Remove	GL Lolumn-IF	low Laic.		
GC Value 1		_	GC Aux-21em	perature		
GC Valve 1			GL Collision Fig	DW		
GC Valve 2		Reset to <u>D</u> efault	GL Quench Fig	DW		
GC Valve 3			MS Rough Vac	2		
GC Valve 4			MS High Vac			
GC Valves			MS TUDOTSP	Jeeu		
GC Valve 7			MS Fumpico	illerit L'Tomp		
GC Value 9			MS MST Quad	Temp.		
MS Cleaning Operation			MS Source Te	mo		
MS Gas			MS Eilament C	urrent		
MS Gas Control Countdown			into midment es	anon		
MS Gas Control Operation						
MS Gas Flow						
MS H2 Flow						
OK Cancel		<u>H</u> elp				

Figura 23 Cuadro de diálogo Select monitors

Los monitores disponibles pueden cambiar en función de la configuración del GC y el MS.

- 2 En la columna Available Monitors, seleccione el elemento MS High Vac y haga clic en Add para moverlo a la columna Selected Monitors.
- 3 En la columna Available Monitors, seleccione el elemento MS 1 Heater y haga clic en Add para moverlo a la columna Selected Monitors.
- 4 En la columna Available Monitors, seleccione el elemento MS 2 Heater y haga clic en Add para moverlo a la columna Selected Monitors.
- 5 En la columna Available Monitors, seleccione el elemento MS Turbo Speed y haga clic en Add para moverlo a la columna Selected Monitors.
- 6 En la columna Available Monitors, seleccione el elemento MS Source Temp y haga clic en Add para moverlo a la columna Selected Monitors.
- 7 En la columna Available Monitors, seleccione el elemento Foreline Pressure y haga clic en Add para moverlo a la columna Selected Monitors.
- 8 Seleccione el resto de monitores que desee y añádalos a la columna **Selected Monitors**.
- **9** Haga clic en **Aceptar**. Los nuevos monitores se apilarán uno sobre otro en la esquina inferior derecha de la ventana **Instrument Control**.
- 10 Seleccione Window > Arrange Plots and Monitors o haga clic y arrastre cada monitor hasta la posición deseada. En la Figura 24 se muestra una forma de organizar los monitores.



Figura 24 Organización de monitores

11 Para incorporar los nuevos valores como parte del método, seleccione **Save** en el menú **Method**.

Ajuste de las temperaturas del analizador del MS

Los valores programados para la fuente de iones del MS, el cuadrupolo frontal (MS1), el cuadrupolo trasero (MS2) y las temperaturas se almacenan en el archivo de sintonización seleccionado. Cuando se carga un método, los valores del archivo de sintonización asociados con ese método se descargan automáticamente.

Procedimiento

- 1 En la ventana **Instrument Control**, haga clic en el icono **MS Tune** para visualizar el cuadro de diálogo **Tune**. Seleccione la pestaña **Manual Tune** y después la pestaña **Ion Source** para visualizar los parámetros de la fuente de iones.
- 2 Escriba el valor programado de temperatura en el campo **Source Temp**. Consulte la Tabla 7 para conocer los valores programados recomendados.
- 3 Seleccione la pestaña **MS1** para ver los parámetros del MS1. (Consulte la Figura 25 en la página 98.)
- 4 Escriba el valor programado de temperatura en el campo **MS1 Quad Temp**. Consulte la Tabla 7 para conocer el valor programado recomendado.
- 5 Seleccione la pestaña MS2 para ver los parámetros del MS2.
- 6 Escriba el valor programado de temperatura en el campo MS2 Quad Temp. Consulte la Tabla 7 para conocer el valor programado recomendado.
- 7 Seleccione la pestaña **Files and Reports** y haga clic en **Save** para guardar los cambios en el archivo de sintonización.

Zona	Funcionamiento del El
Fuente MS	250-280 °C
Cuadrupolo 1 del MS	150 °C
Cuadrupolo 2 del MS	150 °C

Tabla 7Valores de temperatura recomendados

Ion Source : EI+ MS1	Collisi	on Cell	MS2	Lag Fac	tors Detec	ctor Ac	quisition							
	Cu	ıtoff		75.00 a	mu					Peak Wi	idth	Unit	\sim	0.7
⊖ SIM	Μ	lass	2	64.00 a	imu				MS1	Mass Axis G	iain [0.00		
O Scan	F	rom	;	35.00	То	650).00		MS1 M	lass Axis Off	fset [-1.000	amu	
Profile		Mas	s (m/z)	Wind	w						. [
	•	69		10					M	IS1 Width G	iain [25.0	amu	
		264		10					MS	61 Width Off	fset	-1.000	amu	
		502		10						MS1 Quad	DC [5.0	v	
	*									Post Filter	DC [5.0	v	
										1 000 1 1100	50 L		aramet	ers
										10	r	150		
									Ma	ol Quad Tel	mp.	150	L	2
				۲									3	> Get Paramet
Pamp	Fro	m			То			Step		Dwell Tim	ne			
Кашр					Start Ramp	1			Get Ramp	Defaults				
		Acquire	•			Start			Stop			Capture		MS On
Off	D	efault	t Check	(Tune	imits ha	ve be	en resta	ored at 4	4/19/2016	6 10:05:3	2 AI	М.		

Figura 25 Parámetros del MS1

Existe interacción entre las zonas calentadas de la interfaz GC/MS, la fuente de iones y el cuadrupolo MS1. Es posible que el calentador del analizador no pueda controlar con precisión las temperaturas si el valor programado de una zona difiere mucho del de una zona adyacente.

ADVERTENCIA

El software no permite sobrepasar los valores siguientes: 200 °C para el cuadrupolo y 350 °C para la fuente.

Ajuste de la temperatura de la interfaz GC/MS con el software MassHunter

También puede utilizar el panel de control de GC para llevar a cabo esta tarea.

Procedimiento

- 1 Seleccione Instrument > GC Parameters del panel Instrument Control.
- **2** Haga clic en el icono **Aux Heaters** para editar la temperatura de la interfaz. (Consulte la Figura 26.) En este ejemplo, la temperatura de la interfaz GC/MS se ha configurado como el parámetro Thermal Aux 2.



Figura 26 Ajuste de la temperatura de la interfaz

PRECAUCIÓN

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

PRECAUCIÓN

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

- 3 Marque la casilla de verificación On del calentador y escriba el valor programado en la columna Value °C. El valor programado típico es de 280 °C y los límites son 0 °C y 400 °C. Si el valor programado es inferior a la temperatura ambiente, el calentador de la interfaz se apagará.
- **4** Haga clic en **Apply** para descargar los valores programados o en **OK** para descargar los valores programados y cerrar la ventana.
- 5 Para incorporar los nuevos valores como parte del método, seleccione **Save** en el menú **Method**.

Configuración del gas de CC

- 1 Puede configurar el uso de gas de inactivación (**Quench Gas**) y gas de colisión (**Collision Gas**). (Consulte la sección "Ajuste de los caudales de gas de CC" en la página 104.)
- 2 Seleccione Instrument > GC Parameters del panel Instrument Control.
- **3** Haga clic en el ícono **Configuration** y luego seleccione la pestaña **Modules** para visualizar la pantalla. (Consulte la Figura 27.)

🚽 GC Edit Parameters			
Select	Front Inlet		
	SS Inlet	He	•
Front Injector	Collision Cell EPC		
Tray / Other	Quench Gas	He	•
Inlets	Collision Gas	N2	-
Columns	complete day		
Oven	Aux EPC 4,5,6		
Aux Heaters	Aux EPC 4	He	•
Signals	Aux EPC 5	He	•
 Configuration 	Aux EPC 6	He	
Miscellaneous	Adveres	inc.	
Columns			
Modules			
ALS			
Backflush			
Readiness			
GC Calculators			

Figura 27 Configuración del gas de CC

- 4 Seleccione el gas de inactivación en el menú desplegable **Collision Cell EPC > Quench Gas**.
- 5 Seleccione el gas de colisión en el menú desplegable Collision Cell/EPC > Collision Gas.
- 6 Haga clic en **OK** para guardar la configuración.

Configuración del modo del sistema JetClean opcional

- 1 Haga clic en el icono MS Parameters de la ventana Instrument Control.
- 2 Haga clic en la opción Source Cleaning del panel de navegación Triple Quadrupole MS Method Editor.
- **3** Seleccione un modo en el menú desplegable **Operation**. (Consulte la Figura 28.)

 ▲ Method Editor Acquisition Parameters Chromatograms Timed Events Instrument Curves Tune File Parameters Source Cleaning ▷ dMRM 	ng v Clean v
--	-----------------

Figura 28 Sección Source Cleaning del panel Triple Quadrupole MS Method Editor

Para obtener información detallada sobre el sistema JetClean, consulte el manual de funcionamiento del sistema JetClean.

Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo de solo limpieza

- 1 Haga clic en el icono MS Parameters de la ventana Instrument Control.
- 2 Seleccione la opción Source Cleaning del panel de navegación Triple Quadrupole MS Method Editor.
- 3 Seleccione la opción **Clean Only** del menú desplegable **Operation**. (Consulte la Figura 29.)

 Method Editor Acquisition Parameters Chromatograms 	Operation Clean Only	~			
Timed Events Instrument Curves	Cleaning				
Tune File Parameters Source Cleaning	HydrogenFlow (mL/min)	2.00			
⊳ dMRM	Filament	2 ~			
	Emission (µA)	50.0			
	Source Temperature (°C)	300.0			
	Quadrupole Temperature (°C)	200.0			
	Duration (min)	15.0			
	Post Cleaning				
	For Post Cleaning, the Source an derived from the temperature sett this method.	nd Quadrupole temperatures are tings in the Tune File associated with			
	Stabilization Duration (min)	60.0			



4 Escriba los parámetros especificados por el desarrollador de métodos.

5 Guarde el método.

Ajuste de los caudales de gas de CC

- 1 En el software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS, vaya al panel Instrument Control y seleccione Instrument > GC Parameters.
- 2 Haga clic en el icono **Columns** para visualizar la pantalla de entrada de parámetros de control para la columna y los módulos de flujo auxiliares. (Consulte la Figura 30.)
- 3 Seleccione la opción **Collision Cell EPC** en la lista de descripciones.
- 4 Escriba los caudales de gas necesarios en los campos correspondientes.

NOTA

Únicamente debe usar helio como gas de inactivación en la CC cuando también lo utilice como gas portador. Si usa hidrógeno como gas portador, corte el flujo de helio hacia la CC y tape la línea de suministro de helio con una conexión libre de fugas.

- Marque la casilla de verificación He Quench Gas On para habilitar el flujo de helio como gas de inactivación. Marque la casilla de verificación N2 Collision Gas On para habilitar el flujo de N₂ como gas de colisión.
- **6** Haga clic en **Apply** para descargar los valores programados o en **OK** para descargar los valores programados y cerrar la ventana.
- 7 Para incorporar los nuevos valores como parte del método, seleccione **Save** en el menú **Method**.

Select	#	Selection	Columns		V Options
 ALS Front Injector Tray / Other Inlets Columns Oven Aux Heaters Aux Heaters 	1	Front SS Inlet He> Agilent 19091S-433U1: CN10724002 HP-5ms Ultra Inert 0 °C325 °C (350 °C): 30 m x 250 μm x 0.25 μm > MSD Collision Cell EPC Aux EPC 4 He Aux EPC 5 He	Collision Cell EPC He Quench Gas N2 Collision Gas	Actual 1.5 mL/min 1.3 mL/min	Setpoint 2.25 mL/min 1.5 mL/min
Events Signals Configuration Miscellaneous Columns Modules ALS Backflush Readiness GC Calculators		Aux EPC 6 He			Reset to Defaults

Figura 30 Ajuste del caudal de gas de CC

Sintonización automática del MS para el modo El

La sintonización del MS puede hacerse con el software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS.

Procedimiento

- 1 Configure el sistema en las mismas condiciones (flujo de la columna y temperaturas del analizador del MS) que vaya a utilizar para la adquisición de datos. Dado que la temperatura del GC variará a lo largo del análisis, seleccione una temperatura hacia la mitad del rango.
- 2 En el panel Instrument Control, haga clic en el icono MS Tune para visualizar la ventana Triple Quadrupole MS Tune.
- **3** El archivo de sintonización seleccionado aparecerá en la esquina superior izquierda de la ventana **Triple Quadrupole MS Tune**. Verifique que esté cargado el archivo de sintonización correcto.
- 4 Si es necesario, cargue un nuevo archivo de sintonización; para ello, haga clic en la pestaña Files and Report y después en la opción Load de la sección Tune File. Seleccione un archivo de sintonización basado en el archivo etune.u (para las fuentes EI XTR) o en el archivo HES_atune.U (para las fuentes EI HES); después, haga clic en OK.
- 5 Haga clic en la pestaña **Autotune** y seleccione la opción **El high sensitivity autotune** para la fuente EI HES o XTR en cuestión. (Consulte la Figura 31 en la página 107.)
- 6 Marque la casilla de verificación Tune from default settings si está reiniciando el sistema tras purgarlo, llevar a cabo una intervención importante o sufrir un corte de corriente. Si elimina la marca de la casilla de verificación Tune from default settings, el proceso de sintonización automática comenzará usando los valores de sintonización anteriores.
- 7 Marque la casilla de verificación **Save tune file when done** para guardar los nuevos parámetros de sintonización generados por la sintonización automática. No marque este artículo si desea revisar el informe de sintonización automática antes de guardar los nuevos parámetros de sintonización generados.
- 8 Marque la casilla de verificación **Print autotune report** para imprimir de manera automática un informe de sintonización.

iles and Reports Autotune	Advanced Autotune Manual Tune Vacuum Control		
Autotune Check Tune			
Autotune Type			
 El autotune 			
El high sensitivity a	utotune		
 PCI autotune NCI autotune 	Cl Reagent Gas Methane Hydrogen		
Autotune Options	nations -		
Use custom autotu	ne parameters		
Print autotune reported in the second sec	rt n done		
Default filename			Autotune
 Save as 		Browse	Quick Tune
			Abort Tune
0#	Default CheckTune limits have been restored at 4/19/2016 10-24-44 AM	Class	Hala
Un	Derauit Check Fune limits have been restored at 4/19/2016 10:24:44 AM.	Uose	Help

Figura 31 Configuración de la sintonización automática en un sistema en modo CI

9 Haga clic en Autotune para iniciar la sintonización automática. En la línea Status aparecerá el paso en curso del proceso de sintonización automática; además, el parámetro ajustado aparecerá representado en el gráfico superior. Si así se especificó, cuando finalice la sintonización automática se imprimirá un informe de sintonización.

Para detener la sintonización automática antes de que finalice la selección automática de parámetros, haga clic en **Abort Autotune**. Se utilizarán los parámetros de la última sintonización automática correcta.

10 Revise el informe de sintonización. Si los resultados son aceptables y no marcó la casilla de verificación **Save tune file when done**, puede guardar la sintonización automática seleccionando la pestaña **Files and Report** y haciendo clic en **Save**.

Consulte los manuales o la ayuda en línea del software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS para obtener información adicional sobre la sintonización.

Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores

El panel lateral izquierdo únicamente debe abrirse para acceder a las cámaras de los analizadores frontal y trasero o a las placas laterales de los analizadores. Esto es necesario para llevar a cabo tareas de bombeo, limpieza o cambio de la fuente de iones, sustitución de un filamento o sustitución del cuerno multiplicador de electrones. Si necesita abrir el panel lateral izquierdo, siga el procedimiento indicado a continuación. (Consulte la Figura 32.)



Procedimiento

Tire suavemente de la ventana frontal izquierda y deje deslizar el panel izquierdo hacia adelante y hacia abajo.




Bombeo del MS

ADVERTENCIA

Antes de poner en marcha el MS y comenzar el bombeo, asegúrese de que el MS cumpla todas las condiciones enumeradas en la introducción de este capítulo. En caso contrario, puede sufrir lesiones personales.

ADVERTENCIA

Si se usa hidrógeno como gas portador o se suministra dicho gas al sistema JetClean, las válvulas de cierre del sistema de gas portador y del sistema JetClean deben estar cerradas antes de encender el MS. Si la bomba delantera está parada, el hidrógeno se acumulará en el MS y puede producirse una explosión. Consulte "Seguridad para el hidrógeno" en la página 20 antes de hacer funcionar el MS con hidrógeno.



Procedimiento

- Retire la ventana del analizador frontal y abra el panel izquierdo del analizador para acceder a la válvula de purga y a las tarjetas controladoras de los analizadores cuadrupolos. (Consulte la sección "Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores" en la página 108.)
- 2 Compruebe que la válvula de entrada de la bomba delantera esté abierta.

ADVERTENCIA

No abra la válvula de purga sin antes verificar que la válvula de cierre del suministro de hidrógeno esté cerrada si el sistema JetClean opcional está instalado. Consulte el manual de funcionamiento del sistema JetClean para conocer las advertencias de seguridad del hidrógeno cuando la válvula de cierre del suministro de hidrógeno está abierta.

3 Compruebe que la válvula de purga esté abierta; para ello, gírela a derechas hasta cerrarla. (Consulte la Figura 33 en la página 110.)



Manilla de la válvula de purga

Figura 33 Manilla de la válvula de purga

- **4** Abra la válvula de purga girándola 45 grados en sentido contrario a las agujas del reloj.
- **5** Compruebe que el cable de alimentación del MS esté enchufado a una toma de corriente con conexión a tierra.
- **6** Encienda el MS; para ello, pulse el **interruptor principal** situado en la parte frontal del MS.
- 7 Presione levemente las placas controladoras de los analizadores cuadrupolos frontal y trasero para garantizar que exista un sellado correcto. Presione la caja metálica de la placa controladora del cuadrupolo.

PRECAUCIÓN

No empuje la cubierta de protección de la placa de los filamentos mientras presione las placas de los analizadores. Esta cubierta no está diseñada para soportar ese tipo de presión.

8 Cierre la válvula de purga cuando oiga un silbido. (Consulte la Figura 33.)

La bomba delantera emitirá un ruido de borboteo. Este ruido debería detenerse en el plazo de un minuto. Si el ruido no desaparece, eso significa que existe una *gran* fuga de aire en el sistema, probablemente en el sello de la placa lateral, la tuerca de columna de la interfaz o la válvula de purga.

- **9** Inicie el software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS. Si el TQ está configurado para fuentes EI y CI, se le solicitará que indique de qué tipo es la fuente de iones instalada. Haga clic en el tipo de fuente (EI o CI) si así se le solicita.
- 10 Haga clic en el icono MS Tune del panel Instrument Control.
- **11** Seleccione la pestaña **Manual Tune**.
- **12** Haga clic en **Pumpdown**. Se le preguntará si desea cargar los ajustes de alta temperatura para la fuente de iones y los cuadrupolos MS1 y MS2.
- **13** Haga clic en **Yes** para seleccionar para la fuente/el MS1/el MS2 los valores 230/150/150 o en **No** si desea ajustarlos a los valores 100/100/100.
- **14** Aparecerá el cuadro de diálogo **Pumpdown**. (Consulte la Figura 34.) Se le solicitará que compruebe que la válvula de purga está cerrada.
- **15** Haga clic en **OK** para cerrar el cuadro de diálogo de pasos manuales Pumpdown e iniciar el bombeo.

Pumpdown			
Status	Pumping d	lown	
Pumpdown Cy	vcle Started: 4/19/20	16 10:27:16 AM	
Elapsed Time	:5 mins 31 secs		
	Actuals	Criteria	
Turbo 1 Speed	23.0	> 90	%
Turbo 1 Power	600.0		W
Rough Vac	2.00E+4		mTorr
High Vac	2.10E+1		Torr
Source Temp.	6		°C
MS1 Quad Temp.	7		°C
MS2 Quad Temp.	39		°C
TQ1			
Triple Axis Series 2 detector		C	lose

Figura 34 Estado del cuadro de diálogo Pumpdown

PRECAUCIÓN En unos 10 o 15 minutos, la velocidad de la bomba turbo debería alcanzar el 80 %. En última instancia, la velocidad de la bomba debería alcanzar el 95 %. Si no se cumplen estas condiciones, el sistema electrónico del MS apagará la bomba delantera. Para que vuelva a funcionar, deberá apagar y volver a encender el MS. Si el MS no bombea correctamente, consulte el manual o la ayuda en línea para obtener información sobre resolución de problemas de fugas de aire y otros problemas relacionados con el vacío.

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.

- **16** Cuando se le solicite, encienda el calentador de la interfaz GC/MS y el horno de GC. Haga clic en **0K** cuando lo haya hecho. El software encenderá los calentadores de la fuente de iones y del filtro de masas (cuad). Los valores programados de temperatura se almacenarán en el archivo de sintonización seleccionado.
- 17 Después de que aparezca el mensaje **Okay to run**, espere 2 horas para que el MS alcance el equilibrio térmico. Los datos adquiridos antes de que el MS alcance el equilibrio térmico podrían no ser reproducibles.
- 18 Sintonice el MS. (Consulte "Sintonización automática del MS para el modo EI" en la página 106 o "Realización de una sintonización automática en el modo CI" en la página 133.)
- **19** Si utiliza el sistema JetClean, prepare el sistema de hidrógeno para usarlo. Consulte el *manual de funcionamiento del sistema JetClean* para conocer las advertencias de seguridad del hidrógeno.

Purga el MS

El software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS permite especificar parámetros en un método de GC para automatizar y acelerar el proceso de purga, siempre que exista comunicación directa (DCOMM) con el GC 7890B. Para poder usar esta opción, debe predefinir un método de purga rápido. Consulte la ayuda en línea del software de adquisición de datos Agilent MassHunter para GC/MS para obtener información sobre cómo configurar un método de purga rápida.



Procedimiento

- 1 Haga clic en el icono MS Tune del panel Instrument Control.
- 2 Seleccione la pestaña Manual Tune.
- 3 Seleccione la pestaña Vacuum Control.

ADVERTENCIA

Si se usa hidrógeno como gas portador o se suministra dicho gas al sistema JetClean, las válvulas de cierre del sistema de gas portador y del sistema JetClean deben estar cerradas antes de encender el MS. Si la bomba delantera está parada, el hidrógeno se acumulará en el MS y puede producirse una explosión. Consulte "Seguridad para el hidrógeno" en la página 20 antes de hacer funcionar el MS con hidrógeno.

PRECAUCIÓN Asegúrese de que el horno de GC y la interfaz GC/MS estén fríos antes de cortar el flujo de gas portador.

4 Haga clic en **Fast Vent** si el sistema admite la comunicación DCOMM entre el GC y el MS; de lo contrario, haga clic en **Vent**. Si su sistema admite DCOMM, MassHunter cargará el método Fast Vent para apagar los calentadores del horno de GC y de la interfaz, los calentadores de la fuente y del cuad, y la bomba turbo.

Si su sistema no admite DCOMM o si DCOMM ha sido desactivado, cuando se indique, debe establecer las temperaturas del calentador de interfaz de GC/MS y del horno de GC a temperatura ambiente.

5 Pulse el interruptor principal para apagar el MS. (Consulte la Figura 1 en la página 16.)

6 Desenchufe el cable de alimentación del MS.

A la hora de ventear el MS, no seleccione la ventana Instrument Control del software MassHunter; si lo hace, se encenderá el calentador de la interfaz.

7 Quite la cubierta de la ventana del analizador. (Consulte la sección "Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores" en la página 108.)



- Figura 35 Manilla de la válvula de purga del MS
 - 8 Gire la manilla de la válvula de purga a izquierdas *solo* 3/4 de vuelta, hasta que oiga el silbido del aire fluyendo hacia el interior de la cámara del analizador. (Consulte la Figura 35.)

No gire demasiado la manilla dado que la arandela puede salirse del surco.

ADVERTENCIA Deje que los analizadores se enfríen hasta casi alcanzar la temperatura ambiente antes de tocarlos.

PRECAUCIÓN

Utilice siempre guantes limpios cuando maneje cualquier pieza del interior de las cámaras de los analizadores.

4 Funcionamiento en el modo El

Ajuste de la temperatura de la interfaz desde el GC 7890

Puede ajustar la temperatura de la interfaz directamente en el GC. En los GC Agilent serie 7890, dicha temperatura suele ser la temperatura auxiliar n.º 2 (Aux #2). Consulte la *guía avanzada del usuario del GC serie 7890* para obtener más información.

PRECAUCIÓN No exceda nunca la temperatura máxima de la columna.

PRECAUCIÓN

Asegúrese de que el suministro de gas portador esté activo y de que se haya purgado el aire de la columna antes de calentar la interfaz GC/MS o el horno de GC para evitar que la columna sufra daños.

Procedimiento

- 1 Pulse [Aux Temp #] y desplácese hasta la temperatura de la interfaz. Pulse [Enter].
- 2 Desplácese hasta Temperature. Escriba un valor y pulse [Enter].
- **3** Desplácese hasta **Initial time**. Escriba un valor y pulse **[Enter]**.
- 4 Desplácese hasta **Rate 1**. Escriba **0** para finalizar el programa o un valor positivo para crear un programa de temperatura.

Si desea guardar el nuevo valor programado en un método almacenado en el GC, pulse **OK** para guardar el método. También puede cargar el método de GC en el software MassHunter Workstation para guardar los nuevos valores programados especificados con el teclado del GC. Al cargar un nuevo método, todos los valores programados del nuevo método sobrescribirán los valores existentes en el GC.

Cómo guardar un método en el GC 7890

Procedimiento

- 1 Pulse [Method] y desplácese hasta el número de método correspondiente.
- 2 Pulse [Store] y [On/Yes] para guardar el nuevo método y asociarlo al número de método seleccionado. También puede pulsar [Off/No] para volver a la lista de métodos guardados sin guardar el método.

Aparecerá un mensaje si ya existe un método asignado al número seleccionado.

3 Pulse **[On/Yes]** para *sustituir* el método existente u **[Off/No]** para volver a la lista de métodos guardados sin guardar el método.

4 Funcionamiento en el modo El



GC/MS TO Agilent 7000/7010 Manual de funcionamiento

5

Funcionamiento en el modo Cl

Configuración del MS para funcionar en el modo Cl 120 Funcionamiento del MS en el modo Cl 121 Presión de alto vacío en el modo Cl 122 Otros gases reactivos 123 Sintonización automática en el modo Cl 125 Módulo de control de flujo de Cl 127 Funcionamiento del módulo de control de flujo del gas reactivo 130 Configuración del flujo de gas reactivo 132 Realización de una sintonización automática en el modo Cl 133 Bombeo y cambio del modo El al modo Cl 135

En este capítulo se ofrecen información e instrucciones de funcionamiento del sistema GC/MS TQ serie 7000/7010 en el modo CI. La mayor parte de la información incluida en el capítulo anterior también es pertinente.

Prácticamente toda la información se refiere a la CI con metano, aunque en una de las secciones 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.

Si utiliza el *cromatógrafo de gases Agilent Intuvo 9000* con su MS, en la actualidad no se admite la ionización química ni el sistema JetClean.



Configuración del MS para funcionar en el modo CI

La configuración del MS para funcionar en el modo CI exige extremar las precauciones para evitar la contaminación y las fugas de aire.

- Siempre se debe utilizar metano (u otro gas reactivo, si procede) de la mayor pureza. El metano debe tener una pureza del 99,9995% como mínimo.
- Compruebe siempre que el MS funcione correctamente en el modo EI antes de cambiar al modo CI.
- Asegúrese de que la fuente CI y el sello de la punta de la interfaz GC/MS estén instalados.
- Asegúrese de que las tuberías de gas reactivo no presenten fugas de aire. Esto se comprueba en el modo PCI, buscando m/z 32 después de la presintonización de metano.
- Asegúrese de que las líneas de entrada de gas reactivo (una o dos) estén equipadas con purificadores de gas (esto no procede si se usa amoníaco).

Funcionamiento del MS en el modo CI

El funcionamiento del GC/MS en el modo CI es algo más complejo que en el modo EI. Tras la sintonización, el flujo de gas, la temperatura de la fuente y la energía de electrones deben optimizarse para el analito específico. (Consulte la Tabla 8.)

	Fuente de iones	Analizador frontal	Analizador trasero	Interfaz GC/MS
PCI	300 °C	150 °C	150 °C	280 °C
NCI	150 °C	150 °C	150 °C	280 °C

 Tabla 8
 Temperatura para el funcionamiento de CI

Puesta en marcha del sistema en el modo CI

A la hora de poner en marcha el sistema, puede comenzar en el modo PCI o NCI. En función de la aplicación, utilice los siguientes caudales de gas reactivo durante la puesta en marcha del sistema:

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

Presión de alto vacío en el modo CI

Los factores que más influyen sobre la presión operativa en el modo CI son los flujos de gas reactivo y de gas de CC. En la Tabla 9 se indican las presiones típicas para diversos flujos de gas reactivo, en función del caudal de gas de CC. Familiarícese con las medidas en *su* sistema en condiciones operativas y observe si se producen *cambios* que indiquen un problema asociado al vacío o al flujo de gas. Las medidas pueden variar hasta un 30 % de un MS a otro.

Vacío del analizador con flujo de gas reactivo

Tenga en cuenta que el MFC está calibrado para metano y que el medidor de vacío está calibrado para nitrógeno; por tanto, las medidas no son precisas sino que pretenden servir como referencia de las lecturas típicas observadas. (Consulte la Tabla 9.) Las medidas se tomaron bajo el siguiente grupo de condiciones. Observe que son temperaturas características de PCI:

Temperatura de la fuente	300 °C
Temperatura del cuadrupolo frontal	150 °C
Temperatura del cuadrupolo trasero	150 °C
Temperatura de la interfaz	Entre 280 °C y 320 °C
Flujo del gas portador helio	1 ml/min

Tabla 9 Vacío típico del analizador con distintos flujos de gas reactivo

	Flujo de ga N ₂ = 1	as de CC activado I,5, He = 2,25	Flujo de gas de CC desactiva		
MFC (%)	Vac. prim.	Alto vacío	Vac. prim.	Alto vacío	
10	1,77 × 10 ⁻¹	7,15 × 10 ⁻⁵	1,33 × 10 ⁻¹	2,56 × 10 ⁻⁶	
15	1,86 × 10 ⁻¹	7,19 × 10 ⁻⁵	1,43 × 10 ⁻¹	3,00 × 10 ⁻⁶	
20	1,94 × 10 ⁻¹	7,23 × 10 ⁻⁵	1,53 × 10 ⁻¹	3,45 × 10⁻ ⁶	
25	2,02 × 10 ⁻¹	7,27 × 10 ⁻⁵	1,63 × 10 ⁻¹	3,86 × 10⁻ ⁶	
30	2,10 × 10 ⁻¹	7,31 × 10 ⁻⁵	1,71 × 10 ⁻¹	4,30 × 10 ^{−6}	
35	2,18 × 10 ⁻¹	7,39 × 10 ⁻⁵	1,80 × 10 ⁻¹	4,76 × 10⁻ ⁶	
40	2,25 × 10 ⁻¹	7,43 × 10 ⁻⁵	1,88 × 10 ⁻¹	5,18 × 10 ⁻⁶	

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 GC/MS TQ serie 7000/7010 equipado con una fuente CI y metano como gas reactivo.

PRECAUCIÓN

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

Cambiar de metano a isobutano o amoníaco como gas reactivo altera la química del proceso de ionización y produce iones diferentes. En la *guía de conceptos del GC/MS de triple cuadrupolo Agilent 7000/7010* se describen de forma general las principales reacciones de CI que pueden encontrarse. Si no posee experiencia en CI, le recomendamos que lea dicho documento antes de comenzar.

CI con isobutano

El isobutano (C_4H_{10}) se utiliza normalmente para la CI cuando se desea una menor fragmentación del espectro de CI. Esto se debe a que la afinidad protónica del isobutano es superior a la del metano; por tanto, se transfiere menos energía en 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.

5 Funcionamiento en el modo CI

CI con amoníaco

El amoníaco (NH_3) se utiliza normalmente para la CI cuando se desea una menor fragmentación del espectro de CI. 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 protónicas insuficientes, los espectros de CI del amoníaco a menudo se obtienen mediante la adición de NH_4 + y después, en algunos casos, de la subsiguiente pérdida de agua. Los espectros de iones reactivos del amoníaco tienen los iones principales en los valores m/z 18, 35 y 52, que corresponden al NH_4 +, al $NH_4(NH_3)$ + y al $NH_4(NH_3)$ 2+, respectivamente.

PRECAUCIÓN

El uso de amoníaco afecta a los requisitos de mantenimiento del MS. (Consulte Capítulo 6, "Mantenimiento general", a partir de la página 139 para obtener más información.)

PRECAUCIÓN

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

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

El amoníaco tiende a romper los sellos y fluidos de la bomba de vacío. La CI con amoníaco obliga a realizar las tareas de mantenimiento del sistema de vacío con mayor frecuencia. Consulte el *manual de mantenimiento y* resolución de problemas del GC/MS de triple cuadrupolo serie 7000/7010.

PRECAUCIÓN

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

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

CI con dióxido de carbono

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

Sintonización automática en el modo CI

Tras ajustar el flujo de gas reactivo, las lentes y los sistemas electrónicos del MS deben sintonizarse. (Consulte la Tabla 10.) Se utiliza como calibrante perfluoro-5,8-dimetil-3,6,9-trioxidodecano (PFDTD). En lugar de inundar toda la cámara de vacío, el PFDTD se introduce directamente en la cámara de ionización a través de la interfaz GC/MS, mediante el módulo de control de flujo de gas.

PRECAUCIÓN

Tras cambiar una fuente El por una fuente Cl o purgarla por cualquier razón, el MS debe purgarse y acondicionarse térmicamente durante al menos 2 horas antes de llevar a cabo la sintonización. Se recomienda un tiempo de acondicionamiento térmico mayor antes de realizar pruebas que requieran una sensibilidad óptima.

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

Sin embargo, un EMV de 2.600 V o superior indica que existe un problema. Si el método precisa establecer un valor EMV de +400, es posible que la adquisición de datos no ofrezca la sensibilidad adecuada.

PRECAUCIÓN

Compruebe siempre el rendimiento del MS en el modo El antes de cambiar al modo CI.

5 Funcionamiento en el modo CI

Parámetro Metano		ls	obutano	Ai	Amoníaco	
Polaridad iónica	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa
Emisión	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA
Energía de electrones	150 eV					
Filamento	1	1	1	1	1	1
Repulsor	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V
Enfoque iónico	130 V					
Desplazamiento de las lentes de entrada	20 V					
Voltios EM	1200	1400	1200	1400	1200	1400
Válvula de cierre	Abierta	Abierta	Abierta	Abierta	Abierta	Abierta
Selección de gas	А	А	В	В	В	В
Flujo aconsejado	20%	40%	20%	40%	20%	40%
Temperatura de la fuente	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C
Temp. del cuadr. frontal	150 °C					
Temp. del cuadr. trasero	150 °C					
Temp. de la interfaz	280 °C					
Sintonización automática	Sí	Sí	No	Sí	No	Sí

 Tabla 10
 Ajustes predeterminados de sintonización en el modo CI

N/D: no disponible.

Módulo de control de flujo de CI

El módulo de control de flujo de gas reactivo de CI regula el flujo de gas reactivo que atraviesa la interfaz GC/MS y entra en la fuente CI. (Consulte la Figura 36 y la Tabla 11 en la página 129.) El sistema opcional de CI consta de un MFC, válvulas de selección de gases, una válvula de calibración de CI, una válvula de cierre, sistemas electrónicos de control, tuberías, un conjunto de sello de la punta y una fuente CI.

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

La válvula de cierre evita la contaminación del módulo de control de flujo por sustancias de la atmósfera durante la purga del MS o por PFTBA durante el funcionamiento en el modo EI. En los monitores del MS, el **encendido** se representará como **1** y el **apagado** como **0**. (Consulte la Tabla 11 en la página 129.)



Figura 36 Esquema del módulo de control de flujo del gas reactivo

Si se instalan un sistema CI y un sistema JetClean, ambos compartirán el MFC. Su diseño hace que ambos sistemas no puedan utilizarse a la vez. En este caso, el suministro de gas B está asignado al hidrógeno que se usa para limpiar la fuente. Para obtener información detallada sobre el sistema JetClean, consulte el *manual de funcionamiento del sistema JetClean* instalado en su PC junto con este manual.

Resultado	Flujo de Gas A	Flujo de Gas B	Purgar con Gas A	Purgar con Gas B	Bombear módulo de flujo	lnactivo, purgado o en modo El
Gas A	Abierta	Cerrada	Abierta	Cerrada	Cerrada	Cerrada
Gas B	Cerrada	Abierta	Cerrada	Abierta	Cerrada	Cerrada
MFC	Encendido $ ightarrow$ valor	Encendido $ ightarrow$ valor	Encendido → 100%	Encendido → 100%	Encendido→ 100%	Apagado $ ightarrow$ 0%
Válvula de cierre	Abierta	Abierta	Abierta	Abierta	Abierta	Cerrada

Tabla 11 Estado del MFC del sistema CI

Los estados Abierto y Cerrado se muestran en los monitores como Abierto y Cerrado, respectivamente.

Funcionamiento del módulo de control de flujo del gas reactivo

Procedimiento

1 En el panel **Instrument Control**, haga clic en el icono **MS Tune** para visualizar la ventana **Triple Quadrupole MS Tune**. Seleccione la pestaña **Manual Tune** y después la pestaña **Ion Source** para visualizar los parámetros de la fuente de iones. (Consulte la Figura 37.)

Files and Reports Autotune	Advanced Autotune Ma	anual Tune Vacuum Control			
Ion Source : CI+ MS1 (Collision Cell MS2 Lag	Factors Detector Acquisition	1		
Source Temp.	300 °C	6	Energy	150 eV	
Emission	150 μ ⁴	A 9	Repeller	8.0 V	
Filament	1 2		lon Body		
El Cal Valve]				
CI Cal Valve]		EI	nigh sensitivity mode	
CI Reagent Gas Contro	ol		Ion Focus	-90.0 V	
 Methane Hydrogen 	CI Gas Flow	20 % 20	Entrance Lens	-12.0 V	
		Methane: Flow Set			
Set	Off Pur	ge Pumpout			
		<			>
	From	То	Step Dwell Tim	e	
Ramp		Start Ramp	Get Ramp Defaults		
	Acquire	Start	Stop	Capture	
Off	Default CheckTu	ne limits have been re	stored at 4/19/2016 11:32:4	2 AM.	

Figura 37 Control de flujo de Cl

2 Use los parámetros de la sección **Cl Reagent Gas Control** para controlar el flujo de gas reactivo.

Cl Gas A: permite seleccionar el metano como gas reactivo.

Cl Gas B: permite seleccionar el gas conectado a la entrada B del controlador de flujo de gas como gas reactivo.

Cl Gas Flow: permite seleccionar el porcentaje máximo de flujo volumétrico del gas reactivo seleccionado. El porcentaje real transferido por el controlador de flujo aparecerá junto a este parámetro. El 20 % y el 40 % son valores adecuados para el modo PCI y el modo NCI, respectivamente.

Set: abre la válvula de suministro del gas reactivo seleccionado y controla el flujo de dicho gas en función del valor programado.

Off: corta el flujo de gas reactivo.

Purge: abre la válvula del gas reactivo seleccionado durante 6 minutos para eliminar los compuestos indeseados del sistema.

Pumpout: cierra las válvulas de ambos gases reactivos durante 4 minutos y evacúa los gases reactivos del sistema. Una vez transcurrido el tiempo de bombeo, se abre la válvula del gas reactivo seleccionado.

Configuración del flujo de gas reactivo

PRECAUCIÓN

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

PRECAUCIÓN

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

Procedimiento

- 1 En el panel Instrument Control, haga clic en el icono MS Tune para visualizar la ventana Triple Quadrupole MS Tune. Seleccione la pestaña Manual Tune y después la pestaña lon Source para visualizar los parámetros de la fuente de iones.
- 2 En la sección **CI Reagent Gas Control**, seleccione la opción **CI Gas A** si va a usar metano como gas reactivo o **CI Gas B** si desea usar el gas reactivo conectado a la entrada B de gas del controlador de gas reactivo de la fuente CI.
- 3 Escriba el valor programado de flujo de gas reactivo en el campo Cl Gas Flow. Este valor se introduce como un porcentaje de la velocidad máxima de flujo. El flujo recomendado es del 20% para una fuente de PCI y del 40% para una fuente de NCI.
- 4 Haga clic en Set. Aparecerá el parámetro Flow Set.

El gas reactivo fluirá hacia la fuente de iones, con el caudal indicado junto al valor programado.

5 Haga clic en la pestaña **Files and Reports** y después en **Save** para guardar los cambios en el archivo de sintonización cargado.

Realización de una sintonización automática en el modo CI

Si va a cambiar una fuente EI por una fuente CI, no lleve a cabo este procedimiento. Consulte la sección "Bombeo y cambio del modo EI al modo CI" en la página 135.

Procedimiento

PRECAUCIÓN Compruebe siempre el rendimiento del MS en el modo El antes de cambiar al modo CI.

PRECAUCIÓN

Evite llevar a cabo la sintonización más veces de las estrictamente necesarias; de esta forma, minimizará el ruido de fondo del PFDTD y ayudará a prevenir la contaminación de la fuente de iones.

- 1 Compruebe primero que el MS funcione correctamente en el modo EI.
- 2 Haga clic en el icono MS Tune del panel Instrument Control para visualizar la ventana Triple Quadrupole MS Tune.
- 3 Si es necesario, cargue un nuevo archivo de sintonización; para ello, haga clic en la pestaña Files and Report y después en la opción Load de la sección Tune File. Seleccione un archivo de sintonización y haga clic en OK.

El archivo de sintonización debe concordar con el tipo de fuente de iones que está en el analizador. Para una fuente CI, seleccione un archivo de sintonización creado para una fuente CI positiva o negativa.

- 4 Haga clic en la pestaña Autotune y seleccione la opción PCI source para una fuente CI positiva o NCI source para una fuente CI negativa.
- **5** Haga clic en **Methane** si va a usar metano como gas reactivo o en **Ammonia** si va a usar como gas reactivo el gas de la línea acoplada al puerto B de los controladores de gas reactivo.
- 6 Si son necesarios un archivo de registro y los archivos de datos asociados a este, haga clic en la pestaña Files and Reports y, en la sección Log Files, haga clic en Browse para crear el directorio y los archivos correspondientes para los registros. Marque las casillas de verificación de los archivos de registro y de datos correspondientes.

5 Funcionamiento en el modo CI

- 7 Haga clic en la pestaña Manual Tune y seleccione la pestaña lon source. En la sección Cl Reagent Gas, seleccione la opción Cl Gas A o Cl Gas B para determinar el gas reactivo y escriba en el campo Cl Gas Flow un porcentaje del 20 % (para una fuente PCI) o el 40 % (para una fuente NCI). Haga clic en la pestaña Autotune para volver a la sintonización automática.
- 8 Marque la casilla de verificación Tune from default settings si está reiniciando el sistema tras purgarlo, llevar a cabo una intervención importante o sufrir un corte de corriente. Si elimina la marca de la casilla de verificación Tune from default settings, el proceso de sintonización automática comenzará usando los valores de sintonización anteriores.
- 9 Marque la casilla de verificación Save tune file when done para guardar los nuevos parámetros de sintonización generados por la sintonización automática. No marque este artículo si desea revisar el informe de sintonización automática antes de guardar los nuevos parámetros de sintonización generados.
- **10** Marque la casilla de verificación **Print autotune report** para imprimir de manera automática un informe de sintonización.
- **11** Haga clic en **Autotune** para iniciar la sintonización automática. En la línea Status aparecerá el paso en curso del proceso de sintonización automática; además, el parámetro ajustado aparecerá representado en el gráfico superior. Si así se especificó, cuando finalice la sintonización automática se imprimirá un informe de sintonización.

Para detener la sintonización automática antes de que finalice la selección de parámetros de sintonización automática, haga clic en **Abort Autotune**. Se utilizarán los parámetros de la última sintonización automática correcta.

12 Revise el informe de sintonización. Si los resultados son aceptables y no marcó la casilla de verificación **Save tune file when done**, puede guardar la sintonización automática seleccionando la pestaña **Files and Report** y haciendo clic en **Save**.

Bombeo y cambio del modo El al modo Cl

En este procedimiento se asume que el instrumento va a pasar del modo EI al modo CI, y que la sintonización se llevará a cabo para PCI con metano una vez que el sistema se haya estabilizado.

Procedimiento

1 Siga las instrucciones para el bombeo del MS en el modo EI. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)

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

- 2 Cargue un archivo de sintonización de PCI; para ello, haga clic en la pestaña Files and Report y después en la opción Load de la sección Tune File. Seleccione un archivo de sintonización de PCI y haga clic en OK. Ponga en marcha y verifique siempre el rendimiento del sistema en modo PCI antes de cambiar a NCI.
- 3 En la ventana Instrument Control, seleccione Instrument > Gas Controller Configuration para visualizar el cuadro de diálogo Gas Controller Configuration. (Consulte la Figura 38.)

Gas Control Configu	ration			
Controller Typ	be			
○ None				
⊖ JetClean - El on	ly system			
Cl/JetClean - El/	/CI system			
Gas Configura	ation			
Channel A gas	Methane	~	Other	
Channel B gas	Hydrogon		Other	
Channel D gas	nyurogen	~	ould	
Turn off hydrogen ga	as if inactive (min)			10
		OK	Cancel	Help

Figura 38 Configuración del controlador de gas para CI

- 4 Seleccione **CI/JetClean EI/CI system**, ya que este controlador está instalado para la opción de control CI.
- 5 En el campo **Channel A gas**, seleccione la opción **Methane**. Haga clic en **Aceptar**.
- 6 Haga clic en el icono MS Tune del panel **Instrument Control** para visualizar la ventana **Triple Quadrupole MS Tune** y seleccione la pestaña **Vacuum Control** para monitorizar que la presión disminuya.
- 7 En la ventana Triple Quadrupole MS Tune, seleccione la pestaña Manual Tune y después la pestaña lon Source: Cl+; a continuación, en la sección Cl Reagent Gas Control, seleccione Gas Valve A para la opción de gas Methane. (Consulte la Figura 39.)

Files and Reports Autotune	Advanced Autotune	Manual Tune Va	cuum Control			
Ion Source : CI+ MS1 Co	ollision Cell MS2	Lag Factors Detec	ctor Acquisition			
Source Temp.	300	°C	6	Energy	150	eV
Emission	150	μA	9	Repeller	8.0	V
Filament	● 1 ○ 2			lon Body		
El Cal Valve						
CI Cal Valve				Elh	igh sensitivity mode	
CI Reagent Gas Control				Ion Focus	-90.0	V
O Hydrogen	CI Gas Flow	20 %	20	Entrance Lens	-12.0	V
		Metha	ne: Flow Set			
Set	Off	Purge F	oumpout			

Figura 39 Configuración del flujo de gas reactivo

- 8 Establezca Gas A (methane) al 20%.
- 9 Seleccione 280 °C como temperatura de la interfaz GC/MS.
- 10 Deje que el sistema se acondicione térmicamente y se purgue durante 2 horas como mínimo. Si va a utilizar el modo NCI, acondicione térmicamente el MS durante toda la noche para obtener la mejor sensibilidad posible.
- Haga clic en el icono MS Tune del panel Instrument Control para visualizar la ventana Triple Quadrupole MS Tune; después, seleccione la pestaña Autotune. El método seleccionará la fuente (PCI o NCI) y la configuración de gas reactivo correctas.
- **12** Marque la casilla de verificación **Tune from default settings**, dado que habrá cambiado la fuente de iones.
- **13** Marque la casilla de verificación **Print autotune report** para imprimir de manera automática un informe de sintonización.
- **14** Haga clic en **Autotune** para iniciar la sintonización automática. Cuando finaliza la sintonización automática, se imprime un informe de sintonización.
- 15 Revise el informe de sintonización. Si los resultados son aceptables, guarde la sintonización automática; para ello, haga clic en la pestaña Files and Report y después en Save. Los límites de control predeterminados de sintonización se indican en la Tabla 12.

5 Funcionamiento en el modo CI

Gas reactivo	Metano		Amo	níaco
Polaridad iónica	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa
Objetivo de abundancia	1 × 10 ⁶	1 × 10 ⁶	N/D	1 × 10 ⁶
Objetivo de ancho de pico	0,7	0,7	N/D	0,7
Repulsor máximo	4	4	N/D	4
Corriente de emisión máxima, µA	240	50	N/D	50
Energía máxima de electrones, eV	240	240	N/D	240

 Tabla 12
 Límites de control de sintonización predeterminados, utilizados únicamente por la sintonización automática de CI.

Notas para la Tabla 12:

- N/D: no disponible.
- **Objetivo de abundancia:** ajuste un valor mayor o menor 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:** los valores elevados de anchura de pico permiten obtener una mayor sensibilidad y los valores bajos hacen posible conseguir una mayor resolución.
- **Corriente máxima de emisión:** la corriente máxima de emisión óptima para NCI es muy específica de cada compuesto y debe seleccionarse empíricamente. La emisión óptima actual para pesticidas, por ejemplo, puede ser de 200 µA, aproximadamente.



GC/MS TO Agilent 7000/7010 Manual de funcionamiento

6

Mantenimiento general

Antes de comenzar 140 Mantenimiento del sistema de vacío 145 Mantenimiento del analizador 147 Apertura de la cámara del analizador frontal 149 Separación de la fuente El HES 152 Conexión o desconexión de los cables de la fuente El HES 154 Separación de la fuente El XTR 155 Conexión o desconexión de los cables de la fuente El XTR 157 Desmontaje de la fuente El HES 159 Desmontaje de la fuente El XTR 162 Limpieza de la fuente El HES 165 Limpieza de la fuente El XTR 168 Montaje de la fuente El HES 171 Montaje de la fuente El XTR 176 Instalación de la fuente El HES 179 Instalación de la fuente El XTR 181 Separación de un filamento de la fuente El XTR 183 Instalación de un filamento en la fuente El XTR 185 Separación de los filamentos de la fuente El HES 186 Instalación de los filamentos de la fuente EL HES 188 Cierre de la cámara del analizador frontal 189 Separación de la cubierta trasera izquierda 190 Apertura de la cámara del analizador trasero 192 Sustitución del cuerno multiplicador de electrones 195 Cierre de la cámara del analizador trasero 198



Antes de comenzar

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

Mantenimiento programado

La ejecución de las tareas de mantenimiento comunes puede evitar problemas de funcionamiento, prolongar la vida útil del sistema y reducir los costes operativos totales. (Consulte la Tabla 13.)

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 funcionamiento normal y la aplicación de medidas correctoras.

Tarea	Frecuencia
Comprobar el nivel de aceite de la bomba delantera	Semanal
Comprobar el/los viales de calibración	Cada 6 meses
Cambiar el aceite de la bomba delantera [*]	Cada 6 meses
Sintonizar el MS	Según sea necesario
Comprobar la bomba delantera	Según sea necesario
Limpiar la fuente de iones	Según sea necesario
Comprobar las trampas de gas portador del GC y el MS	Según sea necesario
Sustituir las piezas desgastadas	Según sea necesario
Lubricar la arandela de la placa lateral o de la válvula de purga [†]	Según sea necesario
Sustituir el suministro de gases para el GC	Según sea necesario
Comprobar la existencia de fugas en el sistema	Según sea necesario

 Tabla 13
 Programa de mantenimiento

O según sea necesario.

*

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

Herramientas, piezas de repuesto y suministros

Algunas de las herramientas, piezas de repuesto y consumibles necesarios se incluyen en el kit de envío del GC, el kit de envío del MS o el kit de herramientas del MS. 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

Una vez que el MS esté enchufado, incluso si el interruptor principal está apagado, existirá una tensión potencialmente peligrosa (120 V CA o 200/240 V CA) en el cableado y en los fusibles dónde el cable de alimentación se conecta al instrumento y al interruptor principal.

Cuando la corriente está conectada, existen voltajes peligrosos en:

- Las tarjetas de circuitos electrónicos
- El transformador toroidal
- Cables y conductores entre las tarjetas
- Cables y conductores entre las tarjetas, así como los conectores del panel trasero del MS
- 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 MS 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 acceder al interior del MS con el interruptor principal encendido. 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.

6 Mantenimiento general

Temperaturas peligrosas

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

- Interfaz GC/MS
- Piezas del analizador
- · Bombas de vacío

ADVERTENCIA

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

ADVERTENCIA

El calentador de la interfaz GC/MS recibe alimentación de una zona térmica del GC. El calentador de la interfaz puede estar encendido y tener una temperatura peligrosamente alta aunque el MS esté apagado. La interfaz GC/MS 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. Existe la opción de instalar una protección para impedir que el usuario la 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 de iones. La mayoría de las muestras pasan a través de la fuente de iones 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 una trampa de aceite con la bomba delantera estándar. Dicha trampa detiene *solo* 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. Instale un manguito para sacar el escape de la bomba delantera al exterior o a una campana extractora con salida al exterior. Para ello, es necesario desmontar la trampa de aceite. Observe 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.

En los fluidos de la bomba delantera también quedarán trazas de las muestras analizadas. Todos los fluidos utilizados en las bombas deben considerarse peligrosos y manipularse como tal. Deseche correctamente los fluidos usados, observando los requisitos de la normativa local.

ADVERTENCIA

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

Limpieza de la fuente de iones

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

ADVERTENCIA

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

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 estándar debe comprobarse y sustituirse con mayor frecuencia.

Purgue siempre el MS con metano después de usar amoníaco.

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

Descarga electrostática

Todas las tarjetas de circuitos impresos del MS contienen componentes que pueden resultar dañados por descargas electrostáticas. 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 los filtros de masas (cuadrupolos) y la CC, que pueden transmitir las descargas electrostáticas hasta los componentes sensibles de las tarjetas controladoras de los cuadrupolos. Aunque puede que los daños producidos por descargas electrostáticas no causen un fallo inmediato, reducirán progresivamente el rendimiento y la estabilidad del MS.

Cuando trabaje con tarjetas de circuitos impresos o cerca de ellas, o con componentes con contactos o cables conectados a tarjetas de circuitos impresos, use siempre una muñequera antiestática con toma de tierra y adopte otras precauciones frente a la electricidad estática. 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 (por ejemplo, el uso de una estera antiestática con toma de tierra) si tiene que trabajar con componentes o conjuntos que se hayan extraído del MS, incluidos los analizadores.
PRECAUCIÓN

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

Las precauciones antiestáticas no son 100% eficaces. Manipule las tarjetas de circuitos electrónicos lo menos posible y, cuando tenga que hacerlo, sujételas solo por los bordes. Nunca toque componentes, trazas expuestas o pines de conectores y cables.

Mantenimiento del sistema de vacío

Mantenimiento periódico

Algunas tareas de mantenimiento del sistema de vacío deben realizarse periódicamente. (Consulte la Tabla 13 en la página 140.) Entre éstas se incluye:

- Comprobar el fluido de la bomba delantera (todas las semanas)
- Comprobar el vial o los viales de calibración (cada 6 meses)
- Cambiar el aceite de la bomba delantera (cada 6 meses o según sea necesario)
- Apretar los tornillos de la caja de aceite de la bomba delantera (primer cambio de aceite después de la instalación)
- Sustituir la bomba delantera seca (normalmente, cada 3 años)
- Comprobar la existencia de fugas en el sistema (mensualmente para garantizar la seguridad o según sea necesario, en función de los tipos de gases que utilice en el laboratorio)

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

Las tareas como la sustitución del medidor de vacío iónico solo se deben llevar a cabo cuando sea necesario. Consulte el *manual de mantenimiento y resolución de problemas del GC/MS de triple cuadrupolo Agilent serie* 7000/7010 y la ayuda en línea del software MassHunter Workstation para conocer los síntomas que indican que se necesita este tipo de mantenimiento.

Más información disponible

Si necesita más información sobre las ubicaciones o funciones de los componentes del sistema de vacío, consulte el *manual de mantenimiento y resolución de problemas del GC/MS de triple cuadrupolo Agilent serie 7000/7010*.

La mayor parte de los procedimientos de este capítulo vienen ilustrados con pequeños vídeos en los DVD de información para el usuario y herramientas del instrumento de los sistemas GC/MS de Agilent.

Mantenimiento del analizador

Programa

Ninguno de los componentes del analizador necesita mantenimiento periódico. Sin embargo, algunas tareas deben llevarse a cabo cuando el comportamiento del MS indica que es necesario. Entre estas tareas se incluye:

- Limpiar las fuentes de iones.
- Sustituir los filamentos.
- Sustituir el cuerno multiplicador de electrones.

El manual de mantenimiento y resolución de problemas del GC/MS de triple cuadrupolo Agilent serie 7000/7010 proporciona información sobre los síntomas que indican la necesidad de realizar el mantenimiento del analizador. El material sobre resolución de problemas de la ayuda en línea del software MassHunter Workstation brinda información más amplia.

Precauciones

Limpieza

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

PRECAUCIÓN

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

ADVERTENCIA

Los analizadores funcionan a altas temperaturas. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.

Descarga electrostática

Los contactos y los cables conectados a los componentes de los analizadores pueden transmitir descargas electrostáticas a las tarjetas electrónicas a las que estén conectados. Esto es especialmente cierto en el caso de los cables de contacto de los filtros de masas (cuadrupolos) y la CC, que pueden transmitir las descargas electrostáticas hasta los componentes sensibles de las tarjetas controladoras de los cuadrupolos. El daño producido por estas descargas podría no causar un fallo inmediato, pero poco a poco degradará el rendimiento y la estabilidad. (Consulte "Descarga electrostática" en la página 144 para obtener más información.)

PRECAUCIÓN

Si los componentes de los analizadores reciben descargas electroestáticas, estas llegarán a las tarjetas controladoras de los cuadrupolos y pueden dañar piezas sensibles. Utilice una muñequera antiestática. (Consulte la sección "Descarga electrostática" en la página 144.) Tome otras precauciones frente a la electricidad estática *antes* de abrir las cámaras de los analizadores.

Piezas de los analizadores que no deben manipularse

Los filtros de masas (cuadrupolos) y la CC no necesitan mantenimiento periódico. En general, los filtros de masas nunca deben tocarse. Pueden limpiarse si presentan contaminación extrema, pero dicha limpieza solo debe realizarla un representante de servicios técnicos de Agilent Technologies que esté capacitado.

PRECAUCIÓN

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

Más información disponible

Si necesita más información sobre las ubicaciones o funciones de los componentes de los analizadores, consulte el *manual de mantenimiento y resolución de problemas del GC/MS de triple cuadrupolo Agilent serie 7000/7010*.

Apertura de la cámara del analizador frontal

La cámara del analizador frontal solo debe abrirse para limpiar o sustituir la fuente de iones o para cambiar un filamento.

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Muñequera antiestática
 - Pequeña (9300-0969)
 - Mediana (9300-1257)
 - Grande (9300-0970)

PRECAUCIÓN

Si los componentes del analizador reciben descargas electroestáticas, estas llegarán a la placa controlador del cuad y pueden dañar piezas importantes. Utilice una muñequera antiestática con toma de tierra y adopte precauciones adicionales frente a la electricidad estática antes de abrir la cámara del analizador. (Consulte la sección "Descarga electrostática" en la página 144.)



Procedimiento

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga del MS" en la página 92.)
- 2 Abra el panel del lado izquierdo. (Consulte la sección "Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores" en la página 108.)

ADVERTENCIA

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

PRECAUCIÓN

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

3 Afloje los tornillos de ajuste de la placa lateral del analizador frontal, si están apretados. (Consulte la Figura 40 en la página 151.)

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

PRECAUCIÓN

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

4 Balancee *suavemente* la placa hasta que esta se desprenda. (Consulte la Figura 40 en la página 151.)



Figura 40 Cámara del analizador frontal de un MS 7010

Separación de la fuente El HES

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)



Procedimiento

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)



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

PRECAUCIÓN Use una muñequera antiestática y tome otras precauciones frente a la electricidad estática antes de tocar los componentes del analizador.

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

2 Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)

- **3** Retire los dos tornillos de ajuste manual grandes que sujetan la fuente de iones. (Consulte la Figura 41.)
- 4 Desconecte los cables de la fuente EI HES. No doble los cables más de lo necesario. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables de la fuente EI HES" en la página 154.)
- **5** Con la sujeción manual de la fuente, retire de la fuente de iones del radiador.

Los contactos de la fuente tienen pines con resortes, así que debe hacer un poco de fuerza para retirar la fuente. (Consulte la Figura 41.)



Figura 41 Fuente El HES antes de separarla

Conexión o desconexión de los cables de la fuente El HES

Esta sección sirve para identificar las conexiones de los cables a la fuente de iones. (Para obtener más información sobre los procedimientos y ver vídeos, consulte "Separación de la fuente EI HES" en la página 152 o "Instalación de la fuente EI HES" en la página 179.)

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Alicates de boca larga (8710-1094)
- Pinzas (8710-2460)

Procedimiento

Use pinzas o alicates para conectar/desconectar los cables de la placa cerámica (rojo, blanco, negro y gris) de los conectores de la fuente. (Consulte la Figura 42.)



Figura 42 Cableado de la fuente El HES

Separación de la fuente El XTR

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)



Procedimiento

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)



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

PRECAUCIÓN Use una muñequera antiestática y tome otras precauciones frente a la electricidad estática antes de tocar los componentes del analizador.

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

2 Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)

- 3 Desconecte los cables de la fuente EI XTR. No doble los cables más de lo necesario. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables de la fuente EI XTR" en la página 157.)
- **4** Retire los tornillos de ajuste manual que sujetan la fuente de iones. (Consulte la Figura 43.)
- **5** Saque la fuente de iones del radiador de la fuente.



Figura 43 Separación de la fuente El XTR

Conexión o desconexión de los cables de la fuente El XTR

Esta sección sirve para identificar las conexiones de los cables a la fuente de iones. (Para obtener más información sobre los procedimientos y ver vídeos, consulte "Separación de la fuente EI XTR" en la página 155 o "Instalación de la fuente EI XTR" en la página 181.)

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Alicates de boca larga (8710-1094)
- Pinzas (8710-2460)

Procedimiento

- 1 Use pinzas o alicates para conectar/desconectar los cables de la placa cerámica de los conectores de la fuente.
- Use pinzas o alicates para conectar/desconectar los cables del calentador de la fuente de la placa cerámica de la fuente (CSB). (Consulte la Figura 44.)



Figura 44 Cableado de la fuente El XTR

Desmontaje de la fuente El HES

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Paños limpios (05980-60051)
- Destornillador Torx T6 (8710-2548)
- Pinzas (8710-2460)

Procedimiento

Consulte el plano de despiece y la lista de piezas de la fuente EI HES a la hora de llevar a cabo este procedimiento. (Consulte la Figura 45 en la página 160 y la Tabla 14 en la página 161.)

- 1 Coloque un paño limpio en la superficie de trabajo para apoyar las piezas de la fuente de iones.
- **2** Utilice un destornillador Torx T6 para quitar el tornillo que sujeta el bloque de filamentos con la montura de la fuente y, con la sujeción manual, retire el bloque de filamentos.

PRECAUCIÓN

ń۲

Tenga cuidado cuando quita el filamento del bloque. Si pone una tensión excesiva en éste, puede romperlo o quebrarlo. Si esto sucede, no intente poner el sistema en funcionamiento con un filamento defectuoso; debe sustituirlo.

- **3** Separe el filamento doble del bloque de filamentos; para ello, eleve y separe el cuerpo de la fuente del bloque de filamentos mientras sujeta dicho bloque para evitar que el filamento doble caiga y resulte dañado.
- 4 Retire la sujeción manual del bloque de filamentos.
- **5** Utilice un destornillador Torx T6 para quitar los dos tornillos que sujetan la montura de la fuente al cuerpo de la fuente.
- **6** Utilice la sujeción manual para quitar la montura de la fuente del cuerpo de la lente.
- 7 Quite el repulsor y el conjunto del calentador/sensor de arandela del cuerpo de la fuente.
- 8 Separe el repulsor del conjunto del calentador de arandela.

- 9 Utilice un destornillador Torx T6 para quitar el tornillo y la arandela de bloqueo del aislante de las lentes que sujeta la torre de lentes del cuerpo de la fuente y retire la torre de lentes.
- **10** Si fuera necesario, utilice la gravedad para quitar el aislante cerámico de la torre de lentes del cuerpo de la fuente.

PRECAUCIÓN

Tenga cuidado cuando quita las lentes de la carcasa del aislante. Si pone una tensión excesiva en esta carcasa, puede romperla o quebrarla. Si esto sucede, no intente poner el sistema en funcionamiento con un aislante de lentes defectuoso; debe sustituirlo.

- **11** Sustituya las cinco lentes del aislante/soporte de las lentes.

Figura 45 Plano de despiece de la fuente El HES

N.º de artículo	Descripción del artículo	Referencia
1	Sujeción manual de la fuente	G7002-20008
2	Bloque de filamentos	G7002-20019
3	Lente extractora (5)*, con apertura de 3 mm	G7002-20061
4	Aislante cerámico para extractor	G7002-20064
5	Conjunto de lente de entrada, alargada, HES (1)*	G7002-20165
6	Lente de enfoque iónico (2)*	G7002-20068
7	Aislante/soporte de lentes	G7002-20074
8	Tornillo chapado en oro M2 x 0,4 x 12 mm de largo	G7002-20083
9	Cuerpo de la fuente	G7002-20084
10	Lente posextractora 2 (3)*	G7002-20090
11	Lente posextractora 1 (4)*	G7002-20104
12	Tornillo chapado en oro M2 x 6 mm	G7002-20109
13	Arandela de bloqueo aislante para lentes	G7002-20126
14	Filamento doble de alta eficiencia	G7002-60001
15	Conjunto del calentador/sensor de arandela	G7002-60043
16	Montura de 1,5 mm de la fuente	G7002-60053
17	Conjunto repulsor	G7002-60057
No aparece	Conjunto HES	G7004-67055

 Tabla 14
 Lista de piezas de la fuente El HES (Figura 45)

* El número entre paréntesis corresponde al número grabado en la lente.

Desmontaje de la fuente El XTR

Materiales necesarios

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



Procedimiento

Consulte el plano de despiece y la lista de piezas de la fuente EI XTR a la hora de llevar a cabo este procedimiento. (Consulte la Figura 46 y la Tabla 14 en la página 161.)

- 1 Retire la fuente de iones. (Consulte la sección "Separación de la fuente El XTR" en la página 155.)
- **2** Quite los filamentos. (Consulte la sección "Separación de un filamento de la fuente EI XTR" en la página 183.)
- Separe el conjunto del calentador de la fuente del cuerpo de la fuente; para ello, quite los dos tornillos. El conjunto del calentador de la fuente incluye el calentador de la fuente, el repulsor y las piezas relacionadas. (Consulte la Figura 46 y la Tabla 14 en la página 161.)
- **4** Desmonte el conjunto del repulsor; para ello, separe la tuerca del repulsor, las arandelas, los aislantes cerámicos y el repulsor. (Consulte la Figura 46 en la página 163.)
- **5** Quite el tornillo de fijación que sujeta las lentes al cuerpo de la fuente.
- Extraiga las lentes del cuerpo de la fuente y separe el aislante de las lentes, la lente de enfoque iónico, la lente extractora, el aislante de la lente extractora y la lente de entrada alargada. (Consulte la Figura 46 en la página 163.)



Figura 46 Desmontaje de la fuente El XTR

Artículo	Descripción	Referencia
1	Tornillos de fijación	G3870-20446
2	Tornillos	G3870-20021
3	Cuerpo de la fuente	G3870-20440
4	Lente de extracción	G3870-20444
5	Aislante de la lente de extracción	G3870-20445
6	Filamentos	G7005-60061
7	Arandela resorte	3050-1301
7	Arandela plana	3050-0982
8	Aislante de la lente	G3870-20530
9	Conjunto de la lente de entrada, alargada	G7000-20026
10	Lente de enfoque iónico	05971-20143
11	Aislante del repulsor	G1099-20113
12	Repulsor	G3870-60171
13	Arandela plana	3050-0891
14	Arandela resorte Belleville	3050-1301
15	Tuerca del repulsor	0535-0071
16	Montaje del bloque calentador de la fuente	G3870-60177
17	Pieza del bloque del repulsor	G3870-20135
No aparece	Conjunto de la fuente El XTR	G7003-67720

Tabla 15Lista de piezas de la fuente El XTR (Figura 46)

Limpieza de la fuente El HES

Materiales necesarios

- Papel abrasivo (5061-5896)
- Alúmina en polvo abrasiva (393706201)
- 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
 - Metanol (de grado reactivo)
 - Cloruro de metileno (de grado reactivo)
 - Acetona (de grado reactivo)
- Baño de ultrasonidos



Procedimiento

- 1 Desmonte la fuente de iones. (Consulte "Desmontaje de la fuente EI HES" en la página 159 o "Desmontaje de la fuente EI XTR" en la página 162.)
- 2 Reúna las siguientes piezas para limpiarlas, si está limpiando la fuente EI HES (consulte la Figura 47 en la página 166):
 - Montura de filamentos
 - Montura de la fuente (no se limpia por abrasión ni ultrasonido)
 - Repulsor
 - Cuerpo de la fuente
 - Lente extractora (5)
 - Lente posextractora 1 (4)
 - Lente posextractora 2 (3)
 - Lente de enfoque iónico (2)
 - Lente de entrada alargada (1)

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 47 Piezas de la fuente El HES que deben limpiarse

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

3 Si la contaminación es grave, como retroflujo de aceite al analizador, considere seriamente sustituir las piezas contaminadas.

No utilice líquido abrasivo en los cojinetes de la montura de la fuente.

PRECAUCIÓN

4 Limpie por abrasión las superficies que están en contacto con la muestra o el haz de iones.

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

5 Enjuague todos los residuos abrasivos con metanol de grado reactivo.

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

6 Separe las piezas que se limpiaron por abrasión de aquellas que no.

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

- 7 Limpie por ultrasonido las piezas (cada grupo por separado) durante 15 minutos en cada uno de los siguientes solventes:
 - Cloruro de metileno (de grado reactivo)
 - Acetona (de grado reactivo)
 - Metanol (de grado reactivo)

ADVERTENCIA todas las precauciones adecuadas.

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

Limpieza de la fuente El XTR

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 EI XTR. (Consulte la sección "Desmontaje de la fuente EI XTR" en la página 162.)
- **2** Reúna las siguientes piezas de la fuente EI XTR para limpiarlas: (Consulte la Figura 48 en la página 169.)
 - Repulsor
 - Cuerpo de la fuente
 - Pieza del bloque del repulsor
 - 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 48	Piezas de la fue	ente El XTR que	e deben limpiarse
-----------	------------------	-----------------	-------------------



Procedimiento

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

Utilice un líquido abrasivo de alúmina en polvo y metanol de grado reactivo en un bastoncillo de algodón. Utilice la fuerza suficiente para quitar todas las decoloraciones. No es necesario pulir las piezas; los arañazos pequeños no dañarán el rendimiento. Además, limpie por abrasión las decoloraciones en donde los electrones de los filamentos ingresan al cuerpo de la fuente. 3 Enjuague todos los residuos abrasivos con metanol de grado reactivo.

Asegúrese de lavar y eliminar *todos* los residuos abrasivos *antes* de llevar a cabo la limpieza por ultrasonidos. Si el metanol se torna turbio o contiene partículas visibles, enjuague de nuevo tres veces.

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

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

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

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

ADVERTENCIA Deje que las piezas se enfríen antes de manipularlas.

NOTA

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

Montaje de la fuente El HES

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Destornillador Torx T6 (8710-2548)
- Pinzas (8710-2460)



Procedimiento



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

Consulte el plano de despiece y la lista de piezas de la fuente EI HES a la hora de llevar a cabo este procedimiento. (Consulte la Figura 51 y la Tabla 15 en la página 164.)

- Monte las cinco lentes en el aislante de las lentes. (Consulte la Figura 49.) El número de las lentes está grabado en la circunferencia externa de cada lente.
 - **a** Coloque la lente de entrada 1, de forma alargada, en el surco del extremo del aislante de las lentes y gírela hasta que note que el asiento de bola encaja en el hueco circular de la parte trasera del aislante de las lentes.
 - **b** Inserte las 4 lentes siguientes, en orden numérico, en el aislante de las lentes. El extremo abierto de la cámara de las lentes debe quedar orientado siempre hacia la lente de entrada 1, de forma alargada. Rote cada lente hasta sienta que la punta de bola se asienta en el hueco circular.

Es más fácil insertar la lente 5 en un ángulo porque, en este punto, la torre de lentes hace que el aislante sea menos flexible.



Figura 49 Fuente El HES montada

2 Introduzca el aislante cerámico del extractor en el cuerpo de la fuente.

PRECAUCIÓN El aislante cerámico debe estar colocado en posición horizontal sobre el cuerpo de la fuente cuando se inserta la torre de lentes en el paso siguiente.

- 3 Inserte la torre de lentes cubierta por el aislante en el cuerpo de la fuente. (Consulte la Figura 51 en la página 174.) Los números grabados están orientados hacia la apertura completa que se extiende hasta el extremo del cuerpo de la fuente. Compruebe que la cerámica está nivelada al extremo del cuerpo de la fuente.
- **4** Con el destornillador Torx T6, instale y sujete el tornillo de fijación chapado en oro y la arandela de bloqueo aislante de lentes que sostiene el conjunto en su lugar. (Consulte la Figura 50.)



Figura 50 Sujeción del tornillo de las lentes y el aislante con forma de arandela de bloqueo

- 5 Ubique el conjunto de calentador/sensor sobre los pines guía en el cuerpo de la fuente con cuatro pines eléctricos orientados hacia abajo en el lado plano del cuerpo de la fuente.
- **6** Ubique el repulsor sobre el conjunto de calentador/sensor de modo que el lado plano de la circunferencia del repulsor quede alineado con el enchufe de la interfaz en el cuerpo de la fuente.
- 7 Ubique la montura de la fuente sobre el repulsor.
- Ajuste con los dedos los dos tornillos chapados en oro con un destornillador Torx T6, a fin de sujetar la montura de la fuente al cuerpo de la fuente.

PRECAUCIÓN No apriete demasiado los tornillos en el cuerpo de la fuente. Podría producirse daño al repulsor.

9 Enrosque la sujeción manual al bloque de filamentos. (Consulte la Figura 51 y la Tabla 15 en la página 164.)

- **10** En el lado del bloque de filamentos opuesto a la sujeción manual, oriente el soporte cerámico de filamento doble para que se alinee con la superficie plana del bloque de filamentos. Inserte por completo los tres cables de filamentos en el bloque.
- **11** Coloque el bloque de filamentos en el soporte de la fuente y utilice un destornillador Torx T6 para sujetarlo al soporte con el tornillo chapado en oro.





N.º de artículo	Descripción del artículo	Referencia
1	Sujeción manual de la fuente	G7002-20008
2	Bloque de filamentos	G7002-20019
3	Lente extractora (5)*, con apertura de 3 mm	G7002-20061
4	Aislante cerámico para extractor	G7002-20064
5	Conjunto de lente de entrada, alargada, HES (1)*	G7002-20165
6	Lente de enfoque iónico (2)*	G7002-20068
7	Aislante/soporte de lentes	G7002-20074
8	Tornillo chapado en oro M2 x 0,4 x 12 mm de largo	G7002-20083
9	Cuerpo de la fuente	G7002-20084
10	Lente posextractora 2 (3)*	G7002-20090
11	Lente posextractora 1 (4)*	G7002-20104
12	Tornillo chapado en oro M2 x 6 mm	G7002-20109
13	Arandela de bloqueo aislante para lentes	G7002-20126
14	Filamento doble de alta eficiencia	G7002-60001
15	Conjunto del calentador/sensor de arandela	G7002-60043
16	Montura de 1,5 mm de la fuente	G7002-60053
17	Conjunto repulsor	G7002-60057
No aparece	Conjunto HES	G7004-67055

 Tabla 16
 Lista de piezas de la fuente El HES (Figura 51)

* El número entre paréntesis corresponde al número grabado en la lente.

PRECAUCIÓN

Tenga cuidado cuando inserta las lentes en la carcasa del aislante. Si pone una tensión excesiva en esta carcasa, puede romperla o quebrarla. Si esto sucede, no intente poner el sistema en funcionamiento con un aislante de lentes defectuoso; debe sustituirlo.

Montaje de la fuente El XTR

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)



PRECAUCIÓN

Procedimiento

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

Consulte el plano de despiece y la lista de piezas de la fuente El XTR a la hora de llevar a cabo este procedimiento. (Consulte la Figura 52 y la Tabla 16 en la página 175.)

- 1 Monte la lente de enfoque iónico, la lente de entrada alargada y el aislante de las lentes. (Consulte la Figura 52 y la Tabla 16 en la página 175.)
- **2** Sujete el aislante de la lente extractora a dicha lente e inserte el conjunto en el cuerpo de la fuente. (Consulte la Figura 52 en la página 177.)
- **3** Inserte las piezas montadas en el paso 1 en el cuerpo de la fuente.
- 4 Coloque el tornillo de fijación que sujeta las lentes en su lugar.

PRECAUCIÓN

Cuando lo instale, no apriete demasiado la tuerca del repulsor o los aislantes cerámicos del repulsor se resquebrajarán cuando la fuente se caliente. La tuerca debe ajustarse únicamente con la mano.

- 5 Monte el conjunto del repulsor; para ello, acople el repulsor, los aislantes del repulsor, las arandelas y la tuerca del repulsor al conjunto del calentador de la fuente.
- **6** Sujete el conjunto del repulsor al cuerpo de la fuente con dos tornillos y arandelas.

7 Instale los filamentos. (Consulte la sección "Instalación de un filamento en la fuente EI XTR" en la página 185.)



Figura 52 Montaje de la fuente El XTR

Artículo	Descripción	Referencia
1	Tornillos de fijación	G3870-20446
2	Tornillos	G3870-20021
3	Cuerpo de la fuente	G3870-20440
4	Lente de extracción	G3870-20444
5	Aislante de la lente de extracción	G3870-20445
6	Filamentos	G7005-60061
7	Arandela resorte	3050-1301
7	Arandela plana	3050-0982
8	Aislante de la lente	G3870-20530
9	Conjunto de la lente de entrada, alargada	G7000-20026
10	Lente de enfoque iónico	05971-20143
11	Aislante del repulsor	G1099-20113
12	Repulsor	G3870-60171
13	Arandela plana	3050-0891
14	Arandela resorte Belleville	3050-1301
15	Tuerca del repulsor	0535-0071
16	Montaje del bloque calentador de la fuente	G3870-60177
17	Pieza del bloque del repulsor	G3870-20135
No aparece	Conjunto de la fuente El XTR	G7003-67720

 Tabla 17
 Lista de piezas de la fuente El XTR (Figura 52)

Instalación de la fuente El HES

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460) y alicates de boca larga (8710-1094)



Procedimiento

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

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)
- **2** Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- 3 Alinee la fuente de iones de manera que la apertura ranurada de la torre de lentes, donde están visibles los números de las lentes, quede del lado derecho. Asimismo, colóquela de manera que las dos pestañas de sujeción de la montura de la fuente queden alineadas con las ranuras correspondientes del radiador de la fuente. (Consulte la sección Figura 53.) Deslice la fuente de iones en el radiador de la fuente hasta que sienta una resistencia.



Figura 53 Radiador de la fuente El HES

- 4 Encaje la fuente de manera que las pestañas de la montura queden niveladas con la superficie de conexión del radiador con la montura de la fuente. Se necesita utilizar un poco de fuerza para superar la resistencia de las superficies con resorte de los contactos eléctricos.
- 5 Conecte los cables de la fuente de iones. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables de la fuente EI HES" en la página 154.)
- **6** Instale y apriete manualmente los tornillos de la fuente. No apriete los tornillos demasiado. (Consulte la Figura 53 en la página 180.)
- 7 Cierre la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador frontal" en la página 189.)
- 8 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)
- **9** Sintonice el MS. (Consulte la sección "Sintonización automática del MS para el modo EI" en la página 106.)
Instalación de la fuente El XTR

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)
- Alicates de boca larga (8710-1094)



Procedimiento



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

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)
- **2** Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- 3 Deslice la fuente de iones en el radiador de la fuente. (Consulte la Figura 54 en la página 182.)
- **4** Instale y apriete manualmente los tornillos de la fuente. No apriete los tornillos demasiado. (Consulte la Figura 54 en la página 182.)
- 5 Conecte los cables de la fuente de iones. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables de la fuente EI XTR" en la página 157.)



Figura 54 Instalación de la fuente El XTR en un sistema de la serie 7000

- **6** Cierre la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador frontal" en la página 189.)
- 7 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)
- 8 Sintonice el MS. (Consulte la sección "Sintonización automática del MS para el modo EI" en la página 106.)

Separación de un filamento de la fuente El XTR

Materiales necesarios

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



Procedimiento

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)



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

- **2** Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- Retire la fuente de iones. (Consulte la sección "Separación de la fuente El XTR" en la página 155.)
- **4** Quite el tornillo que sujeta los filamentos al cuerpo de la fuente de iones. (Consulte la Figura 55 en la página 184.)
- 5 Retire el filamento del conjunto de la fuente de iones. (Consulte la Figura 55 en la página 184.)

ADVERTENCIA

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



Figura 55 Cambio de un filamento de la fuente El XTR

Instalación de un filamento en la fuente El XTR

Materiales necesarios

- Conjunto de filamentos, EI (G7005-60061)
- Conjunto de filamentos, 2 uds., CI (G7005-60072)
- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)



Procedimiento

- 1 Quite el filamento anterior. (Consulte la sección "Separación de un filamento de la fuente El XTR" en la página 183.)
- 2 Coloque el filamento nuevo en su posición en el cuerpo de la fuente de iones. (Consulte la Figura 55 en la página 184.)
- **3** Sujete el filamento al cuerpo de la fuente de iones con el tornillo.
- **4** Una vez instalado el filamento, compruebe que no esté conectado a tierra al cuerpo de la fuente.
- **5** Instale de nuevo la fuente de iones. (Consulte la sección "Instalación de la fuente EI XTR" en la página 181.)
- **6** Cierre la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador frontal" en la página 189.)
- 7 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)
- 8 Sintonice de manera automática el MS. (Consulte la sección "Sintonización automática del MS para el modo EI" en la página 106.)

Separación de los filamentos de la fuente El HES

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Paños limpios (05980-60051)
- Destornillador Torx T6 (8710-2548)



Procedimiento

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)



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

ADVERTENCIA

El analizador, la interfaz 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.

- **2** Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- Quite la fuente de iones y póngala en un paño limpio sobre la superficie de trabajo. (Consulte la sección "Separación de la fuente EI HES" en la página 152.)

4 Quite el tornillo que sujeta el bloque de filamentos a la montura de la fuente. (Consulte la Figura 56.)



Figura 56 Sustituir el filamento doble

5 Utilice la empuñadura del bloque de filamentos para quitarlo de la fuente.

PRECAUCIÓN Extreme las precauciones a la hora de desmontar el filamento doble, ya que es extremadamente frágil.

6 Separe el filamento doble del bloque de filamentos; para ello, eleve y separe el cuerpo de la fuente del bloque de filamentos mientras sujeta dicho bloque para evitar que el filamento doble caiga y resulte dañado.

Instalación de los filamentos de la fuente El HES

Materiales necesarios

- Conjunto de filamentos, filamento doble de alta eficiencia (G7002-60001)
- Destornillador hexagonal con punta de bola de 1,5 mm (8710-1570)
- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Destornillador Torx T6 (8710-2548)



Procedimiento

- 1 Quite el filamento anterior. (Consulte la sección "Separación de los filamentos de la fuente EI HES" en la página 186.)
- 2 Inserte las tres clavijas en el filamento doble a través de la parte posterior del bloque de filamentos. (Consulte la Figura 56 en la página 187.)
- **3** Ubique el bloque de filamentos en la montura de la fuente.
- **4** Utilice un destornillador Torx T6 para ajustar el tornillo que sujeta el bloque de filamentos a la montura de la fuente.
- **5** Instale de nuevo la fuente de iones. (Consulte la sección "Instalación de la fuente EI HES" en la página 179.)
- **6** Cierre la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador frontal" en la página 189.)
- 7 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)
- 8 Sintonice de manera automática el MS. (Consulte "Sintonización automática del MS para el modo EI" en la página 106.)

Cierre de la cámara del analizador frontal



Procedimiento

1 Inspeccione la arandela de la placa lateral.

Asegúrese de que la junta tórica esté lubricada con una capa *muy* fina de lubricante Apiezon L para alto vacío. Si la arandela está muy seca no realizara la función de sellado correctamente. Si la arandela brilla, es que tiene demasiado lubricante. Consulte el *manual de mantenimiento y resolución de problemas del MS serie 7000/7010* para obtener instrucciones sobre lubricación.

PRECAUCIÓN

No fuerce la puerta del analizador cuando la cierre, ya que podría dañar el cuadrupolo o la CC.

2 Bascule la placa lateral del analizador frontal para cerrarla.

El filtro posterior del lado de salida del cuadrupolo ayudará a posicionar la CC cuando la puerta del analizador esté cerrada. Al cerrar la puerta, esta debe ofrecer una resistencia mínima mientras el cuadrupolo vuelve a asentar la CC. El analizador debe insertarse utilizando una presión mínima.

- 3 Asegúrese de que la puerta del analizador trasero está cerrada.
- 4 Asegúrese de que la válvula de purga está cerrada.
- **5** Si se utiliza hidrógeno u otra sustancia inflamable o tóxica como gas portador, apriete *suavemente* y a mano el tornillo superior de la placa lateral del analizador frontal.
- **6** Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)

ADVERTENCIA

El tornillo de ajuste manual superior debe apretarse si se utiliza hidrógeno (u otro gas peligroso) como gas portador del GC o como gas para el sistema JetClean. En el caso improbable de que se produzca una explosión, evitará que se abra la placa lateral.

PRECAUCIÓN

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

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

Separación de la cubierta trasera izquierda

Para poder abrir la placa lateral del analizador trasero hay que quitar la cubierta trasera. Esto es necesario para sustituir el cuerno multiplicador de electrones. Si debe acceder a la cámara del analizador trasero, siga los procedimientos indicados a continuación para quitar la cubierta trasera. (Consulte la Figura 57 en la página 191.)

Materiales necesarios

• Destornilladores Torx T-10 y T-20



Procedimiento

- **1** Quite el tornillo superior de la cubierta trasera. (Consulte la Figura 57 en la página 191.)
- 2 Levante la solapa inferior de la cubierta para separarla del surco de la parte trasera del MS y soltar la cubierta.

ADVERTENCIA

No extraiga ninguna otra cubierta. Debajo del resto de cubiertas habrá componentes con tensiones peligrosas.



Figura 57 Retirada de cubiertas

Apertura de la cámara del analizador trasero

Solo debe abrir la cámara del analizador trasero para sustituir el cuerno multiplicador de electrones.

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 de los analizadores reciben descargas electroestáticas, estas llegarán a las tarjetas controladoras de los cuadrupolos y pueden dañar piezas sensibles. Utilice una muñequera antiestática con toma de tierra y adopte precauciones adicionales frente a la electricidad estática antes de abrir la cámara del analizador. (Consulte la sección "Descarga electrostática" en la página 144.)

Procedimiento

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)
- 2 Quite la cubierta de la ventana del analizador. (Consulte la sección "Separación de la cubierta trasera izquierda" en la página 190.)
- Abra el panel del lado izquierdo. (Consulte la sección "Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores" en la página 108.)

ADVERTENCIA

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

PRECAUCIÓN

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

4 Afloje los tornillos de ajuste de la placa lateral del analizador trasero, si están apretados. (Consulte la Figura 40 en la página 151.)

El tornillo inferior de la placa lateral del analizador trasero debe estar suelto durante el uso normal del sistema. Sólo se debe apretar para el traslado del aparato. El tornillo de ajuste superior de la placa lateral trasera solo debe apretarse si se utilizan 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 MS. Compruebe que los tornillos de las placas delantera y trasera estén completamente sueltos.

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



Cámara cerrada





Sustitución del cuerno multiplicador de electrones

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

Materiales necesarios

- Cuerno multiplicador de electrones (detector de la serie 2, G7002-80103)
- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Alicates de boca larga (8710-1094)

Procedimiento

EC.

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)

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

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

- **2** Abra la cámara del analizador trasero. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador trasero" en la página 192.)
- **3** Retire el cable azul de señal del conector de la placa lateral. (Consulte la Figura 59 en la página 196.)
- 4 Abra el clip de retención. (Consulte la Figura 59 en la página 196.) Levante el brazo del clip y bascule el clip para alejarlo del cuerno multiplicador de electrones.
- **5** Quite el cuerno multiplicador de electrones.

- 6 Sostenga el cuerno nuevo con el extremo del cable azul de señal hacia abajo y acople el cable de señal al conector de la placa lateral. (Consulte la Figura 60 en la página 197.)
- 7 Inserte el cuerno multiplicador de electrones en su sitio.
- 8 Cierre el clip de retención.
- **9** Cierre la cámara del analizador trasero. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador trasero" en la página 198.)



Figura 59 Sustitución del cuerno multiplicador de electrones (en un detector de la serie II)



Figura 60 Cuerno multiplicador de electrones para un detector de la serie II

Cierre de la cámara del analizador trasero

Materiales necesarios

• Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)

Procedimiento

1 Inspeccione la arandela de la placa lateral.

Asegúrese de que la junta tórica esté lubricada con una capa muy fina de lubricante Apiezon L para alto vacío. Si la arandela está muy seca no realizara la función de sellado correctamente. Si la arandela brilla, es que tiene demasiado lubricante. Consulte el *manual de mantenimiento y resolución de problemas del MS serie 7000/7010* para obtener instrucciones sobre lubricación.

2 Cierre la placa lateral del analizador trasero. El filtro anterior del lado de entrada del cuadrupolo ayudará a posicionar la CC cuando la puerta del analizador esté cerrada. Al cerrar la puerta, esta debe ofrecer una resistencia mínima mientras el cuadrupolo vuelve a asentar la CC. El analizador debe insertarse utilizando una presión mínima.

PRECAUCIÓN

No fuerce la puerta del analizador cuando la cierre, ya que podría dañar el cuadrupolo o la CC.

- 3 Asegúrese de que la puerta del analizador frontal está cerrada.
- 4 Asegúrese de que la válvula de purga está cerrada.
- 5 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)

ADVERTENCIA

El tornillo superior de ajuste de la placa del analizador debe apretarse sin fijarlo 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 demasiado en el paso siguiente, ya que puede causar fugas de aire o evitar que el bombeo se haga correctamente. No utilice un destornillador para apretar el tornillo de ajuste manual.

- **6** Si se utiliza hidrógeno u otra sustancia inflamable como gas portador, apriete suavemente y a mano el tornillo superior de la placa lateral del analizador trasero.
- 7 Una vez que se haya bombeado el MS, cierre la cubierta izquierda del analizador y vuelva a colocar la cubierta trasera y la cubierta de la ventana del analizador.
- 8 Sintonice el MS.



GC/MS TO Agilent 7000/7010 Manual de funcionamiento

Mantenimiento de CI

Información general 202 Cambio de una fuente El XTR por una fuente Cl 204 Separación del radiador de la fuente El HES 205 Conexión o desconexión de los cables del radiador de la fuente ELHES 207 Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7010 209 Cambio de la fuente CI a la fuente EI HES 211 Instalación del radiador de la fuente El HES 212 Cambio de la fuente CI a la fuente El XTR 214 Conexión o desconexión de los cables de la fuente CI del sistema serie 7010 215 Conexión o desconexión de los cables de la fuente CI del sistema serie 7000 217 Cambio de la fuente CI a una fuente EI XTR 219 Separación de la fuente CI en un sistema serie 7000 220 Cambio de la fuente El HES a la fuente Cl 222 Instalación del radiador de la fuente CI/EI XTR 223 Cambio de la fuente CI a la fuente El HES 225 Instalar un filamento de la fuente de Cl 227 Separación del radiador de la fuente CI del TQ serie 7010 228 Desmontaie de la fuente Cl 230 Limpieza de la fuente CI 233 Montaje de la fuente CI 236 Quitar el filamento de la fuente de Cl 239 Instalar un filamento de la fuente de CI 241

Este capítulo describe los procedimientos y los requisitos de mantenimiento específicos de los MS serie 7000/7010 equipados con hardware de CI.

Si utiliza el *cromatógrafo de gases Agilent Intuvo 9000* con su MS, en la actualidad no se admite la ionización química ni el sistema JetClean.



Información general

Limpieza de la fuente de iones

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

ADVERTENCIA

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

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 estándar debe comprobarse y sustituirse con mayor frecuencia.

Purgue siempre el MS con metano después de usar amoníaco.

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

Configuración del MS para el funcionamiento en el modo CI

La configuración del MS para funcionar en el modo CI exige extremar las precauciones para evitar la contaminación y las fugas de aire.

Instrucciones

- Antes de hacer la purga en modo EI para instalar la fuente CI, compruebe que el sistema GC/MS funcione de manera correcta.
- Asegúrese de que las líneas de entrada de gas reactivo (una o dos) estén equipadas con purificadores de gas (esto no procede si se usa 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.

7 Mantenimiento de CI

Cambio de una fuente El XTR por una fuente Cl

PRECAUCIÓN

Compruebe siempre el rendimiento del MS en el modo El antes de cambiar al modo CI. Configure siempre el MS CI en el modo PCI en primer lugar, incluso cuando vaya a utilizar el modo NCI.

Procedimiento

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)
- **2** Abra el analizador. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- **3** Quite la fuente EI XTR. (Consulte la sección "Separación de la fuente EI XTR" en la página 155.)
- **4** Quite el cable marrón del extractor de la placa cerámica de la fuente y guárdelo con la fuente EI XTR en la caja de almacenamiento. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables de la fuente EI XTR" en la página 157.)

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 144.) Tome medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.

- **5** Instale la fuente de CI. (Consulte la sección "Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7010" en la página 209.)
- **6** Cierre el analizador. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador frontal" en la página 189.)
- 7 Bombee y haga el cambio del modo EI al modo CI. (Consulte la sección "Bombeo y cambio del modo EI al modo CI" en la página 135.)

Separación del radiador de la fuente El HES

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)
- Destornillador Torx T10 (5182-3466)



Procedimiento

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)

ADVERTENCIA	Los analizadores, la interfaz de GC/MS y otros componentes de la cámara del analizador alcanzan temperaturas muy altas durante su funcionamiento. No toque nada hasta que esté seguro de que se ha enfriado.
PRECAUCIÓN	Utilice siempre guantes limpios para evitar contaminar la cámara del analizador cuando trabaje en ella.
PRECAUCIÓN	Use una muñequera antiestática y tome otras precauciones frente a la electricidad estática antes de tocar los componentes del analizador.
PRECAUCIÓN	Tire de los conectores y no de los cables cuando los desconecte.
	2 Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
	3 Quite la fuente EI HES. (Consulte la sección "Separación de la fuente EI HES" en la página 152.)
	4 Desconecte los cables del radiador o de la placa cerámica de la fuente. No doble los cables más de lo necesario. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables del radiador de la fuente EI HES" en la página 207.)

7 Mantenimiento de Cl

5 Utilice un destornillador Torx T10 para aflojar los dos tornillos que fijan el radiador al analizador y coloque el radiador en el recipiente de almacenamiento. (Consulte la Figura 61.)



Figura 61 Retirada del radiador de la fuente El HES

Conexión o desconexión de los cables del radiador de la fuente El HES

Esta sección sirve para identificar las conexiones de los cables a la fuente de iones. (Para obtener más información sobre los procedimientos y ver vídeos, consulte "Separación del radiador de la fuente EI HES" en la página 205 o "Instalación del radiador de la fuente EI HES" en la página 212.)

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Alicates de boca larga (8710-1094)

Procedimiento

- 1 Use pinzas o alicates de boca larga para conectar/desconectar el cable verde de conexión a tierra y los cables de las cinco lentes del radiador. No doble los cables más de lo necesario. (Consulte la Figura 62.)
- 2 Use pinzas o alicates de boca larga para conectar/desconectar los dos cables púrpuras del calentador de la fuente y los dos cables grises del RTD de la placa cerámica de la fuente.

7 Mantenimiento de Cl



Figura 62 Cableado del radiador de la fuente El HES

Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7010

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 otras medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.



Procedimiento

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)
- **2** Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- **3** Inserte la fuente CI en el radiador.
- 4 Coloque los tornillos de ajuste. (Consulte la Figura 63.)
- 5 Conecte los cables a la fuente CI. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables de la fuente CI del sistema serie 7010" en la página 215.)



Figura 63 Instalación de la fuente CI

- **6** Cierre la puerta del analizador. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador frontal" en la página 189.)
- 7 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)
- 8 Sintonice el MS. (Consulte la sección "Sintonización automática en el modo CI" en la página 125.)

7 Mantenimiento de CI

Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7000

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 otras medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.



Procedimiento

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)
- **2** Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- **3** Inserte la fuente CI en el radiador.
- 4 Coloque los tornillos de ajuste. (Consulte la Figura 63.)
- 5 Conecte los cables a la fuente CI. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables de la fuente CI del sistema serie 7000" en la página 217.)



Figura 64 Instalación de la fuente CI

- **6** Cierre la puerta del analizador. (Consulte la sección "Cierre de la cámara del analizador frontal" en la página 189.)
- 7 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)
- 8 Sintonice el MS. (Consulte la sección "Sintonización automática en el modo CI" en la página 125.)

Cambio de la fuente CI a la fuente El HES

Procedimiento

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.) El software le solicitará que realice los pasos oportunos.

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. (Consulte la sección "Descarga electrostática" en la página 144.)

- 2 Abra el panel de acceso del lado izquierdo. (Consulte la sección "Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores" en la página 108.)
- **3** Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- **4** Retire la fuente de CI. (Consulte la sección "Separación de la fuente CI en un sistema serie 7000" en la página 220.)
- **5** Ubique la fuente de CI en el recipiente de almacenamiento.
- **6** Retire el radiador de la fuente de CI. No debe retirarse ni instalarse el radiador con la fuente de CI ubicada en su lugar. (Consulte la sección "Separación del radiador de la fuente CI del TQ serie 7010" en la página 228.)
- 7 Ponga el radiador de la fuente de CI en el recipiente de almacenamiento.
- 8 Afloje la tuerca de la columna y quite la columna de la interfaz de GC/MS.
- 9 Corte la columna en el lado afilado de la férrula para quitarla.
- 10 Instale la columna en la interfaz GC/MS. (Consulte "Instalación de una columna capilar en la interfaz GC/MS con la tuerca de columna de autoapriete" en la página 38 o "Instalar una columna capilar en la interfaz de GC/MS mediante una tuerca estándar para columnas" en la página 44.)
- **11** Extraiga el radiador de la fuente El HES del recipiente de almacenamiento.

7 Mantenimiento de CI

- **12** Instale el radiador de la fuente EI HES. (Consulte la sección "Instalación del radiador de la fuente EI HES" en la página 212.)
- 13 Extraiga la fuente EI HES del recipiente de almacenamiento.
- **14** Instale la fuente EI HES. (Consulte la sección "Instalación de la fuente EI HES" en la página 179.)
- **15** Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)

Instalación del radiador de la fuente El HES

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Destornillador Torx T10 (5182-3466)
- Pinzas (8710-2460)



Procedimiento



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

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

PRECAUCIÓN

Use una muñequera antiestática y tome otras precauciones frente a la electricidad estática antes de tocar los componentes del analizador.

- 1 Coloque el radiador en las clavijas guía del soporte del analizador y utilice un destornillador Torx T10 para fijarlo con los (2) tornillos chapados en oro M3 x 12 (ref. G7002-20110). (Consulte la Figura 65 en la página 213.)
- 2 Acople los cables al radiador o a la placa cerámica de la fuente. No doble los cables más de lo necesario. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables del radiador de la fuente EI HES" en la página 207.)



Figura 65 Sujeción del radiador de la fuente El HES

7 Mantenimiento de CI

Cambio de la fuente CI a la fuente El XTR

Procedimiento

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.) El software le solicitará que realice los pasos oportunos.
- 2 Abra el panel de acceso del lado izquierdo. (Consulte la sección "Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores" en la página 108.)
- **3** Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- **4** Retire la fuente de CI. (Consulte la sección "Separación de la fuente CI en un sistema serie 7000" en la página 220.)
- **5** Instale la fuente EI XTR. (Consulte la sección "Instalación de la fuente EI XTR" en la página 181.)
- 6 Ubique la fuente de CI en el recipiente de almacenamiento.

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 adopte precauciones adicionales frente a la electricidad estática **antes** de abrir la cámara del analizador.

(Consulte la sección "Descarga electrostática" en la página 144.)

7 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)

Conexión o desconexión de los cables de la fuente CI del sistema serie 7010

Esta sección sirve para identificar las conexiones de los cables a la fuente de iones. (Para obtener más información sobre los procedimientos y ver vídeos, consulte "Separación de la fuente CI en un sistema serie 7000" en la página 220 o "Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7010" en la página 209.)

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Alicates de boca larga (8710-1094)
- Pinzas (8710-2460)

Procedimiento

- Use pinzas o alicates para conectar/desconectar los cables de la placa cerámica (rojo, blanco, negro y gris) de los conectores de la fuente. (Consulte la Figura 66.)
- **2** Use pinzas o alicates para conectar/desconectar los cables del calentador de la fuente de la placa cerámica de la fuente (CSB).



Placa cerámica de la fuente

Figura 66 Cableado entre la placa cerámica de la fuente y la fuente
Conexión o desconexión de los cables de la fuente CI del sistema serie 7000

Esta sección sirve para identificar las conexiones de los cables a la fuente de iones. (Para obtener más información sobre los procedimientos y ver vídeos, consulte "Separación de la fuente CI en un sistema serie 7000" en la página 220 o "Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7000" en la página 210.)

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Alicates de boca larga (8710-1094)
- Pinzas (8710-2460)

Procedimiento

- 1 Use pinzas o alicates para conectar/desconectar los cables de la placa cerámica de los conectores de la fuente. (Consulte la Figura 67.)
- **2** Use pinzas o alicates para conectar/desconectar los cables del calentador de la fuente de la placa cerámica de la fuente (CSB).



Figura 67 Cableado entre la placa cerámica de la fuente y la fuente Cl

Cambio de la fuente CI a una fuente EI XTR

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 adopte precauciones adicionales frente a la electricidad estática **antes** de abrir la cámara del analizador.

(Consulte la sección "Descarga electrostática" en la página 144.)

- 1 Purgue el MS desde la ventana Tune and Vacuum Control. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.) El software le solicitará que realice los pasos oportunos.
- **2** Abra el analizador. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- **3** Retire la fuente de CI. (Consulte "Separación de la fuente CI en un sistema serie 7000" en la página 220.)
- 4 Instale la fuente EI XTR. (Consulte la sección "Instalación de la fuente EI XTR" en la página 181.)
- **5** Coloque la fuente CI en la caja de almacenamiento de la fuente de iones.
- **6** Si va a instalar una fuente EI de SS o inerte, quite el sello de la punta de la interfaz y colóquelo en el recipiente de almacenamiento de la fuente CI.
- 7 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)
- 8 Cargue el archivo de sintonización de EI y sintonice el MS.

Separación de la fuente CI en un sistema serie 7000

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)



Procedimiento

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)



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

2 Abra la cámara del analizador. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)

PRECAUCIÓN Use una muñequera antiestática y tome otras precauciones frente a la electricidad estática antes de tocar los componentes del analizador.

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

- 3 Desconecte los cables de la fuente de iones. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables de la fuente CI del sistema serie 7000" en la página 217.)
- **4** Retire los dos tornillos de ajuste manual grandes que sujetan la fuente de iones.
- **5** Quite la fuente de iones del radiador de la fuente y colóquela en el recipiente de almacenamiento.

Separación de la fuente CI en un sistema serie 7010

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)



Procedimiento

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)

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

- **PRECAUCIÓN** Utilice siempre guantes limpios para evitar contaminar la cámara del analizador cuando trabaje en ella.
 - 2 Abra la cámara del analizador. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)

PRECAUCIÓN Use una muñequera antiestática y tome otras precauciones frente a la electricidad estática antes de tocar los componentes del analizador.

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

- 3 Desconecte los cables de la fuente de iones. (Consulte la sección "Conexión o desconexión de los cables de la fuente CI del sistema serie 7010" en la página 215.)
- **4** Retire los dos tornillos de ajuste manual grandes que sujetan la fuente de iones.
- **5** Quite la fuente de iones del radiador de la fuente y colóquela en el recipiente de almacenamiento.

Cambio de la fuente El HES a la fuente Cl

Procedimiento

PRECAUCIÓN

Compruebe siempre el rendimiento del GC/MS en El antes de cambiar al funcionamiento de Cl.

- 1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.) El software le solicitará que realice los pasos oportunos.
- 2 Abra el panel de acceso del lado izquierdo. (Consulte la sección "Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores" en la página 108.)

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 144.) Tome medidas antiestáticas **antes** de abrir la cámara del analizador.

- **3** Abra la cámara del analizador. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- 4 Quite la fuente EI HES. (Consulte la sección "Separación de la fuente EI HES" en la página 152.)
- **5** Coloque la fuente EI HES en el recipiente de almacenamiento.
- **6** Quite el radiador de la fuente EI HES. (Consulte la sección "Separación del radiador de la fuente EI HES" en la página 205.)
- 7 Ponga el radiador de la fuente EI HES en el recipiente de almacenamiento.
- 8 Quite el radiador de la fuente de CI del recipiente de almacenamiento.
- **9** Instale el radiador de la fuente de CI. (Consulte la sección "Instalación del radiador de la fuente CI/EI XTR" en la página 223.)
- **10** Extraiga la fuente CI del recipiente de almacenamiento.
- Instale la fuente de CI. Para esto se necesita acortar la columna, a fin de que sobresalga de la línea de transferencia de 1 a 2 mm (consulte "Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7010" en la página 209.)
- **12** Bombee y haga el cambio del modo EI al modo CI. (Consulte la sección "Bombeo y cambio del modo EI al modo CI" en la página 135.)

Instalación del radiador de la fuente CI/EI XTR

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)
- Destornillador Torx T10 (5182-3466)



Procedimiento



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

PRECAUCIÓN

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

PRECAUCIÓN

Use una muñequera antiestática y tome otras precauciones frente a la electricidad estática antes de tocar los componentes del analizador.

PRECAUCIÓN

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

1 Alinee el radiador con los dos pines guía del soporte del analizador y utilice un destornillador Torx T10 para sujetarlo con los dos tornillos de retención.



2 Conecte el cable verde a tierra al radiador. (Consulte la Figura 68.)

Figura 68 Radiador de la fuente de CI

Cambio de la fuente CI a la fuente El HES

Procedimiento

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.) El software le solicitará que realice los pasos oportunos.

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 adopte precauciones adicionales frente a la electricidad estática **antes** de abrir la cámara del analizador. (Consulte la sección "Descarga electrostática" en la página 144.)

- 2 Abra el panel de acceso del lado izquierdo. (Consulte la sección "Apertura del panel lateral izquierdo para acceder a las cámaras de los analizadores" en la página 108.)
- **3** Abra la puerta de la cámara del analizador. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- 4 Retire la fuente de CI. (Consulte la sección "Separación de la fuente CI en un sistema serie 7010" en la página 221.)
- 5 Ubique la fuente de CI en el recipiente de almacenamiento.
- **6** Retire el radiador de la fuente de CI. No debe retirarse ni instalarse el radiador con la fuente de CI ubicada en su lugar. (Consulte la sección "Separación del radiador de la fuente CI del TQ serie 7010" en la página 228.)
- 7 Ponga el radiador de la fuente de CI en el recipiente de almacenamiento.
- 8 Afloje la tuerca de la columna y quite la columna de la interfaz de GC/MS.
- 9 Corte la columna en el lado afilado de la férrula para quitarla.
- 10 Instale la columna en la interfaz GC/MS de manera que sobresalga entre 4 y 5 mm del extremo del analizador de la línea de transferencia. (Consulte "Instalación de una columna capilar en la interfaz GC/MS con la tuerca de columna de autoapriete" en la página 38 o "Instalar una columna capilar en la interfaz de GC/MS mediante una tuerca estándar para columnas" en la página 44.)
- **11** Extraiga el radiador de la fuente El HES del recipiente de almacenamiento.

- **12** Instale el radiador de la fuente EI HES. (Consulte la sección "Instalación del radiador de la fuente EI HES" en la página 212.)
- **13** Extraiga la fuente EI HES del recipiente de almacenamiento.
- **14** Instale la fuente EI HES. (Consulte la sección "Instalación de la fuente EI HES" en la página 179.)
- **15** Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)

Instalar un filamento de la fuente de CI

Materiales necesarios

- Conjunto de filamentos, 2 uds., CI (G7005-60072)
- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)



Procedimiento

- 1 Quite el filamento anterior. (Consulte la sección "Quitar el filamento de la fuente de CI" en la página 239.)
- **2** Coloque el filamento nuevo en su posición en el cuerpo de la fuente de iones. (Consulte la Figura 73 en la página 240.)
- **3** Sujete el filamento al cuerpo de la fuente de iones con el tornillo.
- **4** Una vez instalado el filamento, compruebe que no esté conectado a tierra al cuerpo de la fuente.
- 5 Reinstale la fuente CI. (Consulte "Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7010" en la página 209 o "Quitar el filamento de la fuente de CI" en la página 239.)
- 6 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)
- 7 Sintonice de manera automática el MS.

Separación del radiador de la fuente CI del TO serie 7010

Materiales necesarios

- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)
- Destornillador Torx T10 (5182-3466)



Procedimiento



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

PRECAUCIÓN

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

PRECAUCIÓN

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

PRECAUCIÓN

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

Este procedimiento solo es válido si utiliza la placa lateral del sistema 7010.

1 Retire la fuente de CI. (Consulte la sección "Separación de la fuente CI en un sistema serie 7010" en la página 221.)

- 2 Desconecte el cable verde a tierra del radiador. (Consulte la Figura 69.)
- **3** Utilice un destornillador Torx T10 para aflojar los dos tornillos de retención que fijan el radiador al analizador y coloque el radiador en el recipiente de almacenamiento.



Figura 69 Radiador de la fuente CI/EI XTR

Desmontaje de la fuente Cl

Materiales necesarios

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



Procedimiento

Consulte el plano de despiece y la lista de piezas de la fuente CI a la hora de llevar a cabo este procedimiento. (Consulte la Figura 70 y la Tabla 18 en la página 232.)

- 1 Retire la fuente de CI. (Consulte la sección "Separación de la fuente CI en un sistema serie 7000" en la página 220.)
- 2 Quite los filamentos. (Consulte la sección "Quitar el filamento de la fuente de CI" en la página 239.)
- **3** Separe el conjunto del calentador de la fuente del cuerpo de la fuente. El conjunto del calentador de la fuente incluye el calentador de la fuente, el repulsor y las piezas relacionadas. (Consulte la Figura 70 y la Tabla 18 en la página 232.)
- **4** Desmonte el conjunto del repulsor al quitar el aislante cerámico del repulsor. (Consulte la Figura 70 en la página 231.)
- 5 Quite el tornillo de fijación que sujeta las lentes al cuerpo de la fuente.
- **6** Retire las lentes del cuerpo de la fuente y separe el aislante de las lentes, las lentes de enfoque iónico, el cilindro de descarga, la lente de descarga y la lente de entrada. (Consulte la Figura 70 en la página 231.)



Figura 70 Desmontaje de la fuente Cl

Artículo	Descripción	Referencia
1	Tornillo de fijación	G1999-20022
2	Tornillo del filamento	G1999-20021
3	Aislante del repulsor Cl	G1999-20433
4	Aislante de la lente Cl	G3170-20540
5	Cilindro de descarga Cl	G1999-20444
6	Placa de descarga Cl	G1999-20446
7	Conjunto del bloque calentador de la fuente Cl	G3870-60415
8	Lente de entrada	G7000-20026
9	Cuerpo de la fuente Cl	G3170-20430
10	Lente de enfoque iónico	G1999-20443
11	Repulsor Cl	G7077-20432
12	Filamento de la fuente CI (2 uds.)	G7005-60072
13	Filamento 'dummy'	G1999-60454
14	Arandela de resorte, 2,2 mm de d. i., 4,5 mm de d. e.; (cant.: 2 uds.)	3050-1374
15	Arandela plana	3050-9082
No aparece	Empaquetamiento, fuente de GC/MS, tipo clamshell	G7002-80008
No aparece	Soporte, fuente de GC/MS, tipo clamshell	G7002-00008
No aparece	Conjunto de fuente de Cl	G7002-67404
No aparece	Conjunto de fuente de CI (sin sello de la punta)	G7077-67404

 Tabla 18
 Lista de piezas de la fuente CI (Figura 70)

Limpieza de la fuente 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 CI. (Consulte la sección "Desmontaje de la fuente CI" en la página 230.)
- 2 Reúna las siguientes piezas de la fuente CI para limpiarlas (Consulte la Figura 71 en la página 234.)
 - Repulsor
 - Cuerpo de la fuente
 - Placa de descarga
 - Cilindro de descarga
 - Lente de enfoque iónico
 - Lente de entrada

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

PRECAUCIÓN

Si el aislante de la lente de la fuente CI está sucio, límpielo con un bastoncillo de algodón humedecido con metanol de grado reactivo. Si con eso no logra limpiarlo, sustitúyalo. No limpie el aislante con materiales abrasivos ni con un aparato de ultrasonidos. No intente limpiar el resto de aislantes cerámicos de la fuente.







Procedimiento

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

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

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

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

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

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

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

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

ADVERTENCIA Deje que las piezas se enfríen antes de manipularlas.

ΝΟΤΑ

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

Montaje de la fuente Cl

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)



PRECAUCIÓN

Procedimiento

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

Consulte el plano de despiece y la lista de piezas de la fuente CI a la hora de llevar a cabo este procedimiento. (Consulte la Figura 72 y la Tabla 19 en la página 238.)

- 1 Monte la lente de enfoque iónico, la lente de entrada y el aislante de las lentes. (Consulte la Figura 72 y la Tabla 19 en la página 238.)
- 2 Inserte la placa de descarga y el cilindro de descarga en el cuerpo de la fuente. (Consulte la Figura 72 en la página 237.)
- **3** Inserte las piezas montadas en el paso 1 en el cuerpo de la fuente.
- 4 Coloque el tornillo de fijación que sujeta las lentes en su lugar.
- **5** Acople el disco cerámico al repulsor y colóquelo en la parte superior del cuerpo de la fuente.

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

6 Coloque el conjunto del bloque del calentador en la parte superior del cuerpo de la fuente.

7 Instale de nuevo el filamento 'dummy' y el filamento y acople con los tornillos de fijación.



Figura 72 Plano de despiece de la fuente Cl

Artículo	Descripción	Referencia
1	Tornillo de fijación	G1999-20022
2	Tornillo del filamento	G1999-20021
3	Aislante del repulsor Cl	G1999-20433
4	Aislante de la lente Cl	G3170-20540
5	Cilindro de descarga Cl	G1999-20444
6	Placa de descarga Cl	G1999-20446
7	Conjunto del bloque calentador de la fuente Cl	G3870-60415
8	Lente de entrada	G7000-20026
9	Cuerpo de la fuente Cl	G3170-20430
10	Lente de enfoque iónico	G1999-20443
11	Repulsor Cl	G7077-20432
12	Filamento de la fuente Cl (2 uds.)	G7005-60072
13	Filamento 'dummy'	G1999-60454
14	Arandela de resorte, 2,2 mm de d. i., 4,5 mm de d. e.; (cant.: 2 uds.)	3050-1374
15	Arandela plana	3050-9082
No aparece	Empaquetamiento, fuente de GC/MS, tipo clamshell	G7002-80008
No aparece	Soporte, fuente de GC/MS, tipo clamshell	G7002-00008
No aparece	Conjunto de fuente de Cl	G7002-67404
No aparece	Conjunto de fuente de CI (sin sello de la punta)	G7077-67404

 Tabla 19
 Lista de piezas de la fuente CI (Figura 72)

Quitar el filamento de la fuente de CI

Materiales necesarios

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



Procedimiento

1 Purgue el MS. (Consulte la sección "Purga el MS" en la página 114.)

PRECAUCIÓN

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

- **2** Abra la cámara del analizador frontal. (Consulte la sección "Apertura de la cámara del analizador frontal" en la página 149.)
- **3** Retire la fuente de CI. (Consulte la sección "Separación de la fuente CI en un sistema serie 7000" en la página 220.)
- **4** Quite el tornillo que sujeta el filamento al cuerpo de la fuente CI. (Consulte la Figura 73 en la página 240.)
- 5 Deslice el filamento y sepárelo del conjunto de la fuente CI. (Consulte la Figura 73 en la página 240.)

ADVERTENCIA

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



Figura 73 Cambio del filamento de la fuente CI

Instalar un filamento de la fuente de CI

Materiales necesarios

- Conjunto de filamentos, 2 uds., CI (G7005-60072)
- Guantes limpios y sin pelusas (grandes: 8650-0030; pequeños: 8650-0029)
- Pinzas (8710-2460)



Procedimiento

- **1** Quite el filamento anterior. (Consulte la sección "Quitar el filamento de la fuente de CI" en la página 239.)
- 2 Coloque el filamento nuevo en su posición en el cuerpo de la fuente de iones. (Consulte la Figura 73 en la página 240.)
- 3 Sujete el filamento al cuerpo de la fuente de iones con el tornillo.
- **4** Una vez instalado el filamento, compruebe que no esté conectado a tierra al cuerpo de la fuente.
- 5 Reinstale la fuente CI. (Consulte la sección "Instalación de la fuente CI en un sistema serie 7010" en la página 209.)
- 6 Bombee el MS. (Consulte la sección "Bombeo del MS" en la página 109.)
- 7 Sintonice de manera automática el MS.



© Agilent Technologies, Inc. Impreso en EE. UU., Julio 2017



G7003-95046