

Agilent G1978B
Fuente multimodo para
el sistema LC/MS 6100
Series Single Quad

Guía de configuración



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2008

No se permite la reproducción de ninguna parte de este manual cualquiera que sea su formato o soporte (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:

G1978-95070

Edición

Primera edición, diciembre de 2008

Impreso en EE.UU.

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Blvd.
Santa Clara, CA 95051 EE.UU.

Windows® y MS Windows® son marcas comerciales registradas en EE.UU. por Microsoft Corporation.

Windows NT® es una marca comercial registrada en EE.UU por Microsoft Corporation.

Garantía

El material contenido en este documento se proporciona “tal como es” y está sujeto a modificaciones, sin previo aviso, en ediciones futuras. Además, hasta el máximo permitido por la ley aplicable, Agilent rechaza cualquier garantía, expresa o implícita, en relación con este manual y con cualquier información contenida en el mismo, incluyendo, pero no limitado a, las garantías implícitas de comercialización y adecuación a un fin determinado. En ningún caso Agilent será responsable de los errores o de los daños incidentales o consecuentes relacionados con el suministro, utilización o uso de este documento o de cualquier información contenida en el mismo. En el caso que Agilent y el usuario tengan un acuerdo escrito separado con condiciones de garantía que cubran el material de este documento y que estén en conflicto con estas condiciones, prevalecerán las condiciones de garantía del acuerdo separado.

Licencias sobre la tecnología

El hardware y/o software descritos en este documento se suministran bajo una licencia y pueden utilizarse o copiarse únicamente de acuerdo con las condiciones de tal licencia.

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de **PRECAUCIÓN** indica un peligro. Advierte sobre un procedimiento de operación, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se ponen en práctica, pueden provocar daños en el producto o pérdida de datos importantes.

No avance más allá de un aviso de **PRECAUCIÓN** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de **ADVERTENCIA** indica un peligro. Advierte sobre un procedimiento de operación, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se ponen en práctica, pueden provocar daños personales o la muerte. No avance más allá de un aviso de **ADVERTENCIA** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

En esta guía

Esta guía explica cómo instalar, mantener y resolver los problemas de la fuente de iones del nanoelectrospray.

1 **Instalación**

Este capítulo explica cómo instalar la fuente de iones multimodo.

2 **Verificación**

Este capítulo explica cómo verificar la fuente de iones multimodo.

3 **Métodos**

Este capítulo describe el funcionamiento básico y el mantenimiento de la fuente de iones multimodo.

Contenidos

1 Instalación

Instalación 8

Paso 1. Preparar la instalación 8

Paso 2. Instalar los cables y la PCA de control de alto voltaje 9

Cambiar las fuentes 13

Retirar la fuente multimodo 13

Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI 14

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo 15

2 Verificación

Verificar la sensibilidad del sistema multimodo G1978B - 6120 Quad, modos SIM positivos 22

Para verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos SIM positivos 24

Verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos Scan positivos 28

Verificar la sensibilidad del sistema multimodo G1978B utilizando el método FIA múltiple en funcionamiento en modo combinado 31

Sintonización automática 33

Ejemplo de verificación multimodo 34

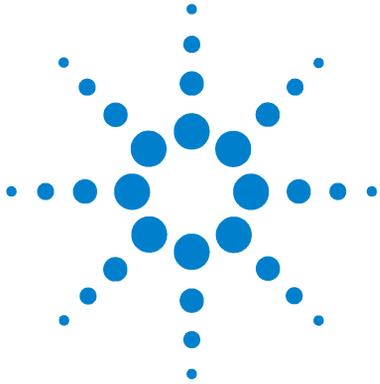
3 Métodos

Configurar un método para usar la fuente multimodo 36

Crear un método para el funcionamiento en modo combinado positivo/negativo 37

Crear un método para alternar entre ESI y APCI 39

Contenidos



1 Instalación

Instalación 8

Paso 1. Preparar la instalación 8

Paso 2. Instalar los cables y la PCA de control de alto voltaje 9

Cambiar las fuentes 13

Retirar la fuente multimodo 13

Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI 14

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo 15

Este capítulo contiene instrucciones para instalar el sistema LS/MC 6100 Series Single Quad, así como para eliminar y sustituir la fuente.



Instalación

Esta sección explica cómo instalar la fuente multimodo G1978B en un instrumento 6100 Series Single Quad LC/MS. La fuente multimodo G1978A no es compatible con estos instrumentos.

El sistema 6100 Series Single Quad con fuente multimodo es compatible con la ChemStation B.03.01 o versión superior o con la ChemStation B.01.03 con un parche.

Paso 1. Preparar la instalación

El Kit de capacitación multimodo, G1978-60451, se suministra con la fuente multimodo. Este kit ha de instalarse antes de utilizar la fuente multimodo.

Observe que la fuente multimodo y sus accesorios deben ser instalados por un ingeniero de Agilent.

1 Compruebe que el Kit de capacitación multimodo incluye los siguientes componentes:

- Cable de alto voltaje Bd multimodo, Ref. G1960-60858
- PCA de alto voltaje multimodo, Ref. G1960-61015
- Cable datos/alimentación Bd multimodo, Ref. G1960-60873



Figura 1 De izquierda a derecha: G1960-60858, G1960-61015 y G1960-60873

2 Instale el Kit de capacitación del APCI, G1947-60451, que se suministra con la fuente multimodo.

Paso 2. Instalar los cables y la PCA de control de alto voltaje

El Kit de capacitación del APCI incluye los siguientes componentes:

- Fuente de alimentación rápida de alto voltaje de APCI, Ref. G1946-80058
- Fuente de la válvula del BD-APCI, Ref. G1960-60802
- Válvula de cierre de bloqueo de la aguja del BD-APCI, Ref. G1960-60856



Figura 2 De izquierda a derecha: G1946-80058, G1960-60802 y G1960-60856

Paso 2. Instalar los cables y la PCA de control de alto voltaje

- 1 Apague el sistema y retire el cable de alimentación.

No retire el cable de alimentación si se utiliza la caja de interruptores de control de vacío. El objetivo de la caja de interruptores es mantener el vacío mientras el ingeniero de cliente trabaja sobre los componentes electrónicos. La caja de interruptores sólo es para uso de los ingenieros de cliente.

- 2 Retire la cubierta, la tapa, el lateral y el frontal del sistema CDS y la cubierta del módulo auxiliar.
- 3 Desconecte el cable plano que conecta la PCA de la válvula a la fuente de alimentación del sistema Vcap/Vchamber. Desconecte el cable del Vcap y de la Vchamber de la fuente de alimentación.

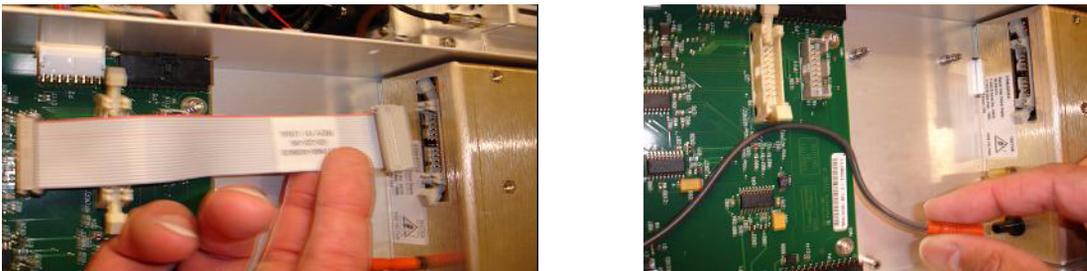


Figura 3 Desconectar la fuente de alimentación del sistema Vcap/Vchamber de la PCA de la válvula (izquierda) y del sistema Vcap/Vchamber

1 Instalación

Paso 2. Instalar los cables y la PCA de control de alto voltaje

- 4 Coloque la PCA de alimentación de alto voltaje multimodo entre la PCA de la válvula y el sistema Vcap/Vchamber. Presione la placa para que encaje completamente en la ranura y fíjela con dos tornillos.
- 5 Conecte el cable gris corto desde la PCA de la válvula al sistema de alimentación de alto voltaje multimodo.



Figura 4 Conectar la PCA de la válvula al sistema de alimentación de alto voltaje multimodo

- 6 Instale el sistema de alimentación de alto voltaje del APCI. El sistema de alimentación de alto voltaje del APCI se encuentra situado en el extremo del módulo AUX.
- 7 Conecte la PCA de la válvula y el sistema de alimentación del sistema Vcap/Vchamber con el cable plano.



Figura 5 Conectar la PCA de la válvula al sistema de alimentación del sistema Vcap/Vchamber

- 8 Conecte los cables del Vcap y de la Vchamber a la fuente de alimentación del sistema Vcap/Vchamber.

Paso 2. Instalar los cables y la PCA de control de alto voltaje



Figura 6 Conectar los cables del Vcap y de la Vchamber a la fuente de alimentación

- 9 Conecte el cable plano largo, Ref. G1960-60802, desde la fuente de alimentación de alto voltaje del APCI a la PCA de la válvula.



Figura 7 Conectar la fuente de alimentación de alto voltaje a la PCA de la válvula

- 10 Inserte un extremo del cable de bloqueo de aguja del APCI, G1960-60856, a través de la ranura situada en la parte frontal del sistema y conéctelo al conector de alto voltaje del APCI. Sujete el otro extremo al chasis con la junta tórica y la tuerca.

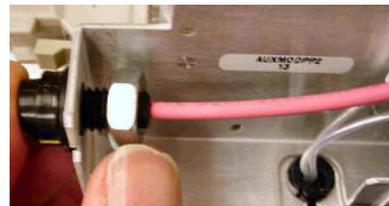


Figura 8 Conectar el sistema de alto voltaje del APCI al chasis

1 Instalación

Paso 2. Instalar los cables y la PCA de control de alto voltaje

- 11** Inserte el cable, G1960-60858, a la ranura superior y sujételo al chasis. Enchufe los otros dos extremos a la PCA de alto voltaje multimodo.

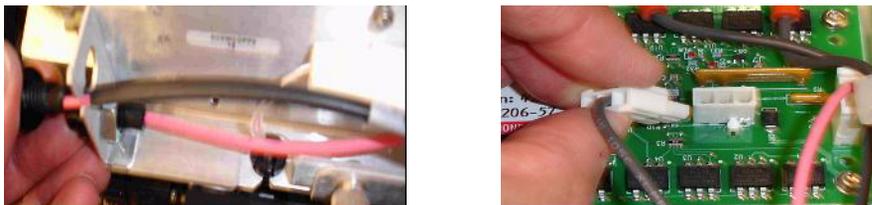


Figura 9 Conectar la PCA de alto voltaje al chasis

- 12** Cierre la cubierta del módulo AUX y vuelva a conectar todos los cables.

- 13** Instale la fuente multimodo al sistema y conecte todos los conectores.

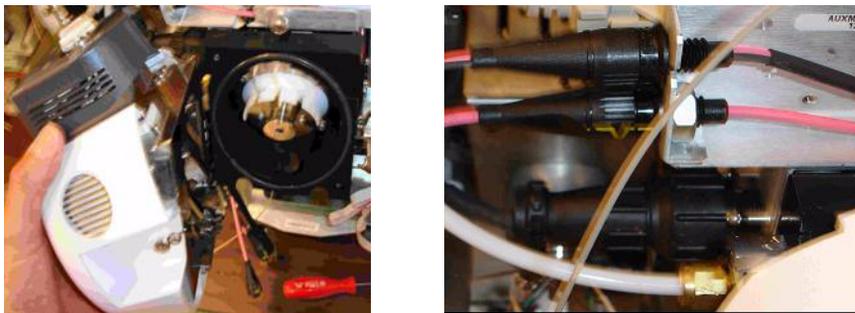


Figura 10 Instalar la fuente multimodo (izquierda) al sistema y conectar todos los conectores

- 14** Vuelva a colocar el lateral, la parte superior, el frontal y la cubierta del CDS.

- 15** Vuelva a enchufar el cable de alimentación y encienda el interruptor frontal.

Se iniciará el proceso de bombeo de vacío.

- 16** Inicie el programa ChemStation.

- 17** Haga clic en **Method and Run Control View (Vista de control de métodos y análisis) > MSD > Spray Chamber (Cámara del spray)** y verifique que la fuente es una fuente MM.

- 18** Diríjase a la ventana MSD Tune (Sintonizar el MSD) e inicie una sintonización automática con una fuente multimodo.

- 19** Verifique que la fuente multimodo funciona correctamente.

Cambiar las fuentes

Retirar la fuente multimodo

Siga los pasos que se indican a continuación para retirar la fuente multimodo.

- 1 Las temperaturas de la fuente del calentador del vaporizador y del calentador de gas de secado necesitan ajustarse a valores mínimos para enfriar la fuente.

Utilice el elemento de menú **(Tune) Sintonizar > Instrument (Instrumento) > Edit Spray Chamber (Editar la cámara del spray)** para abrir el cuadro de diálogo Edit Spray Chamber (Editar la cámara del spray). Ajuste el flujo del gas de secado, el flujo del gas del nebulizador, la temperatura del gas de secado y la temperatura del vaporizador a valores mínimos.

ADVERTENCIA

No toque la fuente multimodo ni el tapón del capilar. Pueden estar muy calientes. Deje que los componentes se enfrien antes de tocarlos.

ADVERTENCIA

No toque nunca las superficies de la fuente, especialmente cuando analice sustancias tóxicas o utilice disolventes tóxicos. La fuente incorpora varias piezas cortantes que pueden penetrar la piel, como la aguja de la corona del APCI, el sensor del vaporizador y el electrodo de contracorriente.

ADVERTENCIA

No inserte los dedos ni herramientas en las aperturas de la cámara multimodo. El capilar y el tapón del capilar se utilizan a voltajes altos de hasta 4 kV.

- 2 Espere unos 20 minutos para que la fuente se enfríe.
- 3 Abra la puerta del CDS en la parte frontal del MS para acceder a los cables.
- 4 Desconecte el cable del electrodo de carga de alto voltaje del ESI.
- 5 Desconecte el bloqueo de aguja del APCI y el cable de alto voltaje multimodo.
- 6 Desatornille la línea de gas del nebulizador.

1 Instalación

Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI

- 7 Desatornille el tubo de muestras del sistema LC del nebulizador.
- 8 Abra el pestillo de la fuente y la fuente.
- 9 Retire la fuente multimodo del soporte de la cámara del spray.
- 10 Coloque la tapa de envío de la fuente sobre la fuente.

Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI

ADVERTENCIA

No toque nunca las superficies de la fuente, especialmente cuando analice sustancias tóxicas o utilice disolventes tóxicos. La fuente incorpora varias piezas cortantes que pueden penetrar la piel, como la aguja de la corona del APCI, el sensor del vaporizador y el electrodo de contracorriente.

- 1 Si la fuente que se va a instalar es una fuente del APPI, desconecte el cable de serie RS-232 de la PCA de alto voltaje multimodo del conector del puerto serie B de la Smart Card.
- 2 Desatornille y retire el protector del spray multimodo con los electrodos del spray shield.
- 3 Instale la nueva fuente y el protector estándar del spray, asegurándose de que el agujero del protector está en la posición de las doce en punto.
- 4 Para la fuente de iones del APCI y del APPI, conecte el cable del calentador del vaporizador y el cable de alto voltaje del APCI. Para la fuente del APPI, conecte el cable RS-232 al conector del puerto serie B de la Smart Card.
- 5 Para todas las fuentes, vuelva a conectar el tubo de la línea de gas del nebulizador y el tubo de muestras del sistema LC/MS.

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo

PRECAUCIÓN

Si está instalando esta fuente en el instrumento por primera vez, siga los pasos de “Instalación” en la página 7.

- 1 Cambie a la vista **MSD Tune (Sintonizar el MSD)**.
- 2 Seleccione **Instrument/Set Spray Chamber (Instrumento/Ajustar cámara del spray)** y ajuste todos los flujos de gas y las temperaturas a 0.
 - Drying Gas (L/min) (Gas de secado (L/min))
 - Nebulizer Pressure (psig) (Presión del nebulizador (psig))
 - Drying Gas Temperature (°C) (Temperatura del gas de secado (°C))
 - Vaporizer Temperature (APCI source only) (Temperatura del vaporizador (sólo la fuente del APCI))
 - Lamp Off (APPI source only) (Lámpara apagada (sólo la fuente del APPI))
- 3 Espere a que la fuente se enfríe (cuando las temperaturas desciendan por debajo de 100).
- 4 Desconecte el tubo del gas del nebulizador de la fuente de iones actualmente instalada.
- 5 Desconecte el tubo de entrada de muestras del sistema LC/MS.
- 6 Si está instalada la fuente del APCI o del APPI, retire el cable del calentador del vaporizador y el cable de alto voltaje del APCI.
- 7 Si está instalada la fuente del APPI, retire el cable RS-232 B del puerto serie.
- 8 Retire la fuente de iones actualmente instalada.
- 9 Desatornille y retire el protector del spray. Consulte [Figura 11](#).

ADVERTENCIA

No toque la fuente multimodo ni el tapón del capilar. Pueden estar muy calientes. Deje que los componentes se enfríen antes de tocarlos.

ADVERTENCIA

No inserte los dedos ni herramientas en las aperturas de la cámara multimodo. El capilar y el tapón del capilar se utilizan a voltajes altos de hasta 4 kV.

1 Instalación

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo

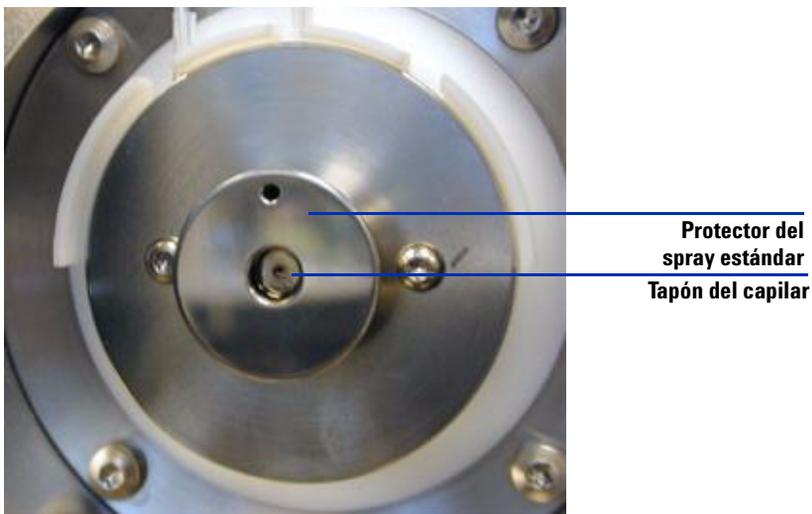


Figura 11 Protector del spray estándar y tapón del capilar para el ESI o el APCI

10 Retire el tapón del capilar. Si fuera necesario, humedezca un paño limpio con alcohol isopropílico y limpie el tapón del capilar. Consulte [Figura 12](#).

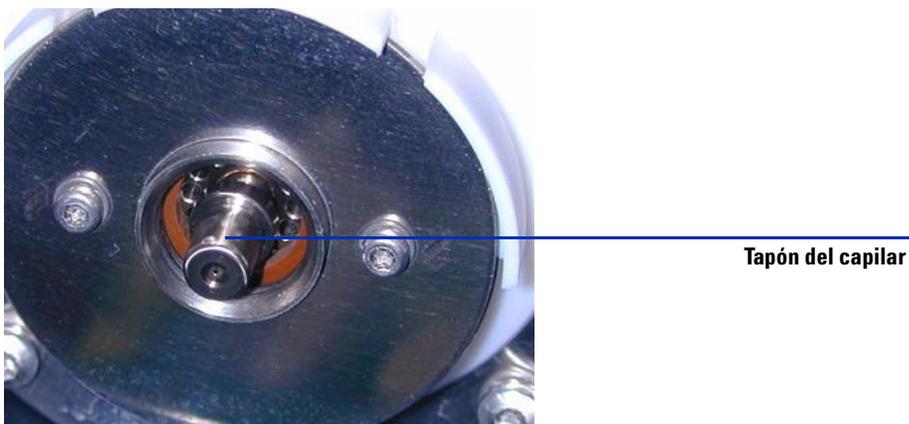


Figura 12 Protector del spray retirado

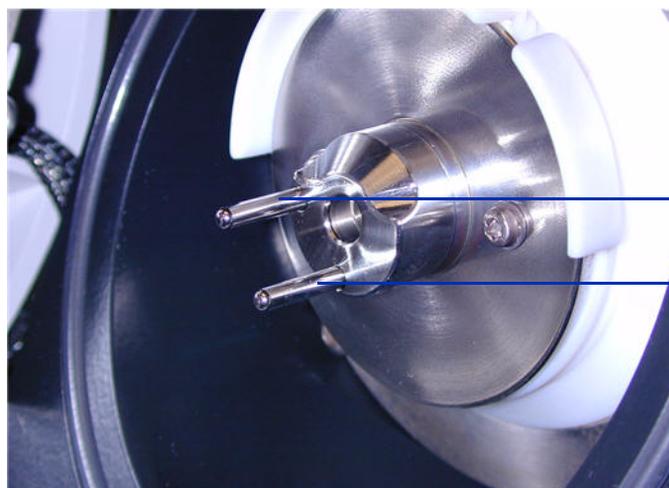
11 Vuelva a colocar el tapón del capilar en el capilar.

12 Instale el nuevo protector del spray con los electrodos del spray shield. Consulte [Figura 13](#).



Figura 13 Protector del spray multimodo

13 Atornille el protector del spray multimodo en el soporte del protector del spray. Consulte [Figura 14](#).



Electrodo del spray shield en posición de 9 en punto

Electrodo del spray shield en posición de 6 en punto

Figura 14 Protector del spray multimodo instalado

NOTA

Los electrodos del spray shield deberían estar en la posición de las nueve en punto y de las seis en punto. Afloje los tornillos de la placa de fin a cada lado para ajustar la posición de los electrodos del spray shield.

14 Retire la tapa de envío de la cámara del spray de la fuente multimodo.

1 Instalación

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo



Figura 15 Cámara del spray multimodo

15 Instale la cámara del spray en el soporte de la cámara del spray.

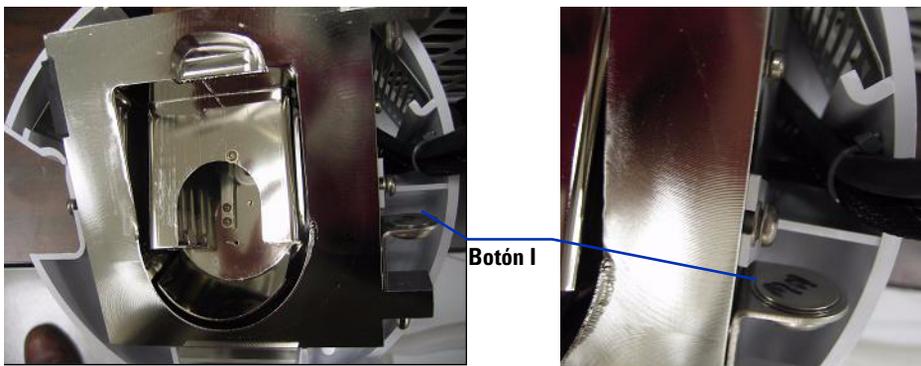


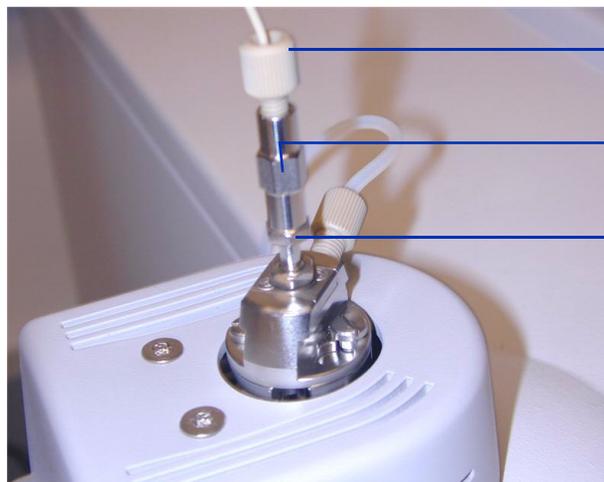
Figura 16 Fuente multimodo con botón-I

16 Instale el nebulizador en la cámara del spray de la fuente multimodo.



Figura 17 Sin nebulizador en la parte superior de la fuente multimodo

17 Conecte el tubo del gas del nebulizador de 1/8 pulgadas desde la estructura del sistema LC/MS a la conexión de gas del nebulizador. Consulte [Figura 18](#).



Tubo de muestras

Volumen muerto cero del nebulizador

Conexión de gas del nebulizador

Figura 18 Nebulizador con tubo de gas conectado

1 Instalación

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo

18 Conecte el tubo de muestras del sistema LC/MS al filtro de entrada de la válvula de desvío del sistema LC/MS. Consulte [Figura 19](#) en la página 20.

ADVERTENCIA

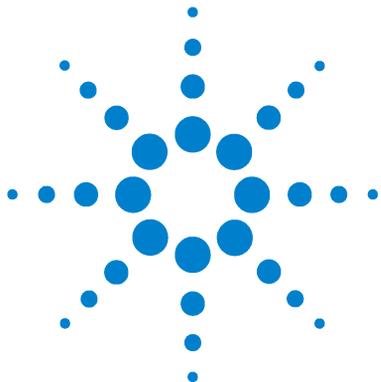
La válvula de desvío del Cromatógrafo de líquidos de los sistemas LC/MS se integra en sistema de seguridad del sistema G1978A. El flujo de la fase móvil del sistema LC debe estar siempre conectado al filtro de entrada de la válvula de desvío. No derive nunca la válvula de desvío ni la conecte directamente al nebulizador. Si la válvula de desvío se utiliza de forma distinta a la especificada por Agilent Technologies, la protección suministrada por dicha válvula podría verse afectada.



Tubo de muestras del sistema LC/MS

Figura 19 Tubo de muestras del sistema LC/MS conectado al filtro de entrada del LC/MS

19 Si está instalando la fuente multimodo por primera vez, siga los pasos de “[Paso 2. Instalar los cables y la PCA de control de alto voltaje](#)” en la página 9.



2 Verificación

Verificar la sensibilidad del sistema multimodo G1978B - 6120 Quad,
modos SIM positivos [22](#)

Para verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y
6140 Quads, modos SIM positivos [24](#)

Verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140
Quads, modos Scan positivos [28](#)

Verificar la sensibilidad del sistema multimodo G1978B utilizando el
método FIA múltiple en funcionamiento en modo combinado [31](#)

Sintonización automática [33](#)

Ejemplo de verificación multimodo [34](#)

Este capítulo contiene instrucciones para verificar que el instrumento 6100 Series Single Quad multimodo G1978B.



2 Verificación

Verificar la sensibilidad del sistema multimodo G1978B - 6120 Quad, modos SIM positivos

Verificar la sensibilidad del sistema multimodo G1978B - 6120 Quad, modos SIM positivos

NOTA

El instrumento G6110A no admite la fuente multimodo sin la válvula de selección. Utilice el kit de opción G2735H para que el sistema G6110A pueda trabajar con la fuente multimodo.

Preparación

- 1 Transfiera 1 mL de reserpina de 5 ng/ μ L (Agilent G2423A) a un frasco volumétrico de 50 mL. Utilice una pipeta graduada limpia.
- 2 Diluya hasta la marca de 50 mL con metanol y agua al 75:25 con 0,1 % de ácido fórmico o acético.
- 3 Trasfiera 1 mL de la primera disolución a un segundo frasco volumétrico de 50 mL. Utilice una pipeta graduada limpia.
- 4 Diluya hasta la marca de 50 mL con metanol y agua al 75:25 con 0,1 % de ácido fórmico o acético.

El resultado es la concentración final de reserpina de 2 pg/ μ L necesaria para la verificación de rendimiento.

- 5 Transfiera aproximadamente 1 mL de la segunda disolución a un vial para su uso con el inyector automático del sistema LC.

Tabla 1 Tabla de resumen de verificación de rendimiento de los sistemas 6110 y 6120 Quad

	G1978B Módulo SIM positivo de ES	G1978B Módulo SIM positivo de APCI
Muestra	Reserpina, 5 ng/ μ L	Reserpina, 5 ng/ μ L
Concentración tras disolución	2 pg/ μ L	2 pg/ μ L
Volumen de inyección	5 μ L	5 μ L
Cantidad total de muestra inyectada	10 pg	10 pg
Número de pedido de la muestra	G2423A	G2423A

Tabla 1 Tabla de resumen de verificación de rendimiento de los sistemas 6110 y 6120 Quad

	G1978B Módulo SIM positivo de ES	G1978B Módulo SIM positivo de APCI
Disolvente	75:25 metanol/agua con 0,1 % de ácido fórmico o acético	75:25 metanol/agua con 0,1 % de ácido fórmico o acético
Nombre del método	6110SIMES_MM.M (6110 Quad)	6110SIMCI_MM.M (6110 Quad)
	6120SIMES_MM.M (6120 Quad)	6120SIMCI_MM.M (6120 Quad)
Especificaciones de rendimiento	20: 1 paq-paq 100: 1 rms	10: 1 paq-paq 50: 1 rms

Verificación de sensibilidad para multimodo en modo SIM positivo de ES

- 1 Inicie el software ChemStation.
- 2 Cambie la vista a **MSD Tune (Sintonizar MSD)** e inicie una sintonización automática.

Completada la sintonización automática, puede que necesite esperar hasta 30 minutos antes de continuar mientras la solución de calibración se extrae del instrumento Quad. Este proceso minimiza cualquier señal de fondo procedente del calibrante.

- 3 Cambie la vista a **Method and Run Control (Control de métodos y de análisis)** y cargue el método **6120SIMES_MM.M** (modelo 6120).
- 4 Edite el método para asegurarse de que se utiliza metanol y agua al 75:25 con ácido fórmico o acético al 0,1 % como disolvente del sistema LC.
- 5 Coloque los viales en el inyector automático del sistema LC.
 - Posición nº. 1: vial vacío sin tapón
 - Posición nº. 2: vial del disolvente utilizado para la disolución (blanco de disolvente)
 - Posición nº. 3: vial con la muestra de reserpina (2 pg/µL)

2 Verificación

Para verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos SIM positivos

6 Ejecute el método.

El método realiza un análisis por inyección de flujo (FIA) con una inyección en el vial vacío, cinco inyecciones de blanco de disolvente y cinco inyecciones de la muestra de reserpina.

Es posible que necesite optimizar la presión del nebulizador ejecutando experimentos FIA para alcanzar la sensibilidad máxima del instrumento.

7 Revise los resultados.

Cuando el método termina, se imprime un informe mostrando el porcentaje de señal/ruido correspondiente a los cinco picos blancos y los cinco picos de muestra y una media sin blanco de los picos de muestra. El valor de señal/ruido medio sin blancos debe ser mayor o igual a 20:1 pico a pico (100:1 RMS).

Para verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos SIM positivos

Preparación

- 1 Transfiera 1 mL de reserpina de 5 ng/ μ L (Agilent G2423A) a un frasco volumétrico de 50 mL. Utilice una pipeta graduada limpia.
- 2 Diluya hasta la marca de 50 mL con metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio.
- 3 Trasfiera 1 mL de la primera disolución a un segundo frasco volumétrico de 100 mL. Utilice una pipeta graduada limpia.
- 4 Diluya hasta la marca de 100 mL con metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio.

El resultado es la concentración final de reserpina de 1 pg/ μ l necesaria para la verificación de rendimiento.

- 5 Transfiera aproximadamente 1 mL de la segunda disolución a un vial del inyector automático.

Para verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos SIM positivos

Tabla 2 Tabla de resumen de verificación de rendimiento de los sistemas 6130 y 6140 Quad

	G1978B Módulo SIM positivo de ES	G1978B Módulo SIM positivo de APCI
Muestra	Reserpina, 5 ng/ μ L	Reserpina, 5 ng/ μ L
Concentración tras disolución	1 pg/ μ L	1 pg/ μ L
Volumen de inyección	1 μ L	1 μ L
Cantidad total de muestra inyectada	1 pg	1 pg
Número de pedido de la muestra	G2423A	G2423A
Disolvente	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio
Nombre del método	6130SIMES_MM.M (modelo 6130)	6130SIMCI_MM.M (modelo 6140)
	6140SIMES_MM.M (modelo 6140)	6140SIMCI_MM.M (modelo 6140)
Especificaciones de rendimiento	20: 1 paq-paq 100: 1 rms	10: 1 paq-paq 50: 1 rms

Verificación de sensibilidad para multimodo en modo SIM positivo de ESI

- 1 Inicie el software ChemStation.
- 2 Cambie la vista a **MSD Tune (Sintonizar MSD)** e inicie una sintonización automática.

Completada la sintonización automática, puede que necesite esperar hasta 30 minutos antes de continuar mientras la solución de calibración se extrae del instrumento Quad. Este proceso minimiza cualquier señal de fondo procedente del calibrante.

- 3 Cambie la vista a **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)** y cargue el método **6130SIMES_MM.M** (modelo 6130) o **6140SIMES_MM.M** (modelo 6140).

2 Verificación

Para verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos SIM positivos

- 4 Edite el método para asegurarse de que se utiliza metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio como disolvente del sistema LC.
- 5 Coloque los viales en el inyector automático del sistema LC.
 - Posición n.º. 1: vial vacío sin tapón
 - Posición n.º. 2: vial del disolvente utilizado para la disolución (blanco de disolvente)
 - Posición n.º. 3: vial con la muestra de reserpina (1 pg/ μ L)
- 6 Ejecute el método.

El método realiza un análisis por inyección de flujo (FIA) con una inyección en el vial vacío, cinco inyecciones de blanco de disolvente y cinco inyecciones de la muestra de reserpina.

Es posible que necesite optimizar la presión del nebulizador ejecutando experimentos FIA para alcanzar la sensibilidad máxima del instrumento

- 7 Revise los resultados.

Cuando el método termina, se imprime un informe mostrando el porcentaje de señal/ruido correspondiente a los cinco picos blancos y los cinco picos de muestra y una media sin blanco de los picos de muestra. El valor de señal/ruido medio sin blancos debe ser mayor o igual a 20:1 pico a pico (100:1 RMS).

Verificación de sensibilidad para multimodo en APCI, modo SIM positivo

- 1 Inicie el software Agilent ChemStation.
- 2 Cambie la vista a **MSD Tune (Sintonizar MSD)** e inicie una sintonización automática.

Completado la sintonización automática, puede que necesite esperar hasta 30 minutos antes de continuar mientras la solución de calibración se extrae del instrumento Quad. Este proceso minimiza cualquier señal de fondo procedente del calibrante.
- 3 Cambie la vista a **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)** y cargue el método **6130SIMCI_MM.M** (modelo 6130) o **6140SIMCI_MM.M** (modelo 6140).
- 4 Edite el método para asegurarse de que se utiliza metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio como disolvente del sistema LC.
- 5 Coloque los viales en el inyector automático del sistema LC.
 - Posición n.º. 1: vial vacío sin tapón

Para verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos SIM positivos

- Posición n.º. 2: vial del disolvente utilizado para la disolución (blanco de disolvente)
- Posición n.º. 3: vial con la muestra de reserpina (1 pg/ μ L)

6 Ejecute el método.

Es posible que necesite optimizar la presión del nebulizador ejecutando experimentos FIA para alcanzar la sensibilidad máxima del instrumento.

El método realiza un análisis por inyección de flujo (FIA) con una inyección en el vial vacío, cinco inyecciones de blanco de disolvente y cinco inyecciones de la muestra de reserpina.

7 Revise los resultados.

Cuando el método termina, se imprime un informe mostrando el porcentaje de señal/ruido correspondiente a los cinco picos blancos y los cinco picos de muestra y una media sin blanco de los picos de muestra. El valor de señal/ruido medio sin blancos debe ser mayor o igual a 10:1 pico a pico (50:1 RMS).

2 Verificación

Verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos Scan positivos

Verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos Scan positivos

Preparación

- 1 Transfiera 1 mL de reserpina de 5 ng/ μ L (Agilent G2423A) a un frasco volumétrico de 50 mL. Utilice una pipeta graduada limpia.
- 2 Diluya hasta la marca de 50 mL con metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio.
- 3 Trasfiera 5 mL de la primera disolución a un segundo frasco volumétrico de 50 mL. Utilice una pipeta graduada limpia.
- 4 Diluya hasta la marca de 50 mL con metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio.

El resultado es la concentración final de reserpina de 10 pg/ μ L necesaria para la verificación de rendimiento.

- 5 Transfiera aproximadamente 1 mL de la segunda disolución a un vial del inyector automático.

Tabla 3 Tabla de resumen de verificación de rendimiento de los sistemas 6130 y 6140 Quad, Modo Scan

	G1978B Módulo Scan positivo de ES	G1978B Módulo Scan positivo de APCI
Muestra	Reserpina, 5 ng/ μ L	Reserpina, 5 ng/ μ L
Concentración tras disolución	10 pg/ μ L	10 pg/ μ L
Volumen de inyección	5 μ L	5 μ L
Cantidad total de muestra inyectada	50 pg	50 pg
Número de pedido de la muestra	G2423A	G2423A
Disolvente	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio

Verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos Scan positivos

Tabla 3 Tabla de resumen de verificación de rendimiento de los sistemas 6130 y 6140 Quad, Modo Scan

	G1978B Módulo Scan positivo de ES	G1978B Módulo Scan positivo de APCI
Nombre del método	6130SCNES_MM.M (6130 Quad)	6130SCNCI_MM.M (6130 Quad)
	6140SCNES_MM.M (6140 Quad)	6140SCNCI_MM.M (6140 Quad)
Especificaciones de rendimiento	20: 1 paq-paq 100: 1 rms	10: 1 paq-paq 50: 1 rms

Verificación de sensibilidad para multimodo en ESI, modo Scan positivo

- 1 Inicie el software Agilent ChemStation.
- 2 Cambie la vista a **MSD Tune (Sintonizar MSD)** e inicie una sintonización automática.

Completada la sintonización automática, puede que necesite esperar hasta 30 minutos antes de continuar mientras la solución de calibración se extrae del instrumento Quad. Este proceso minimiza cualquier señal de fondo procedente del calibrante.

- 3 Cambie la vista a **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)** y cargue el método **6130SCNES_MM.M** (modelo 6130) o **6140SCNES_MM.M** (modelo 6140).
- 4 Edite el método para asegurarse de que se utiliza metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio como disolvente del sistema LC.
- 5 Coloque los viales en el inyector automático del sistema LC.
 - Posición n.º. 1: vial vacío sin tapón
 - Posición n.º. 2: vial del disolvente utilizado para la disolución (blanco de disolvente)
 - Posición n.º. 3: vial con la muestra de reserpina (10 pg/µL)
- 6 Ejecute el método.

Es posible que necesite optimizar la presión del nebulizador ejecutando experimentos FIA para alcanzar la sensibilidad máxima del instrumento.

2 Verificación

Verificar la sensibilidad de los sistemas multimodo G1978B - 6130 y 6140 Quads, modos Scan positivos

El método realiza un análisis por inyección de flujo (FIA) con una inyección en el vial vacío, cinco inyecciones de blanco de disolvente y cinco inyecciones de la muestra de reserpina.

7 Revise los resultados.

Cuando el método termina, se imprime un informe mostrando el porcentaje de señal/ruido correspondiente a los cinco picos blancos y los cinco picos de muestra y una media sin blanco de los picos de muestra. El valor de señal/ruido medio sin blancos debe ser mayor o igual a 20:1 pico a pico (100:1 RMS).

Verificación de sensibilidad para multimodo en APCI, modo Scan positivo

- 1 Inicie el software Agilent ChemStation.
- 2 Cambie la vista a **MSD Tune (Sintonizar MSD)** e inicie una sintonización automática.

Completada la sintonización automática, puede que necesite esperar hasta 30 minutos antes de continuar mientras la solución de calibración se extrae del instrumento Quad. Este proceso minimiza cualquier señal de fondo procedente del calibrante.

- 3 Cambie la vista a **Method and Run Control (Control de métodos y de análisis)** y cargue el método **6130SCNCI_MM.M** (modelo 6130) o **6140SCNCI_MM.M** (modelo 6140).
- 4 Edite el método para asegurarse de que se utiliza metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio como disolvente del sistema LC.
- 5 Coloque los viales en el inyector automático del sistema LC.
 - Posición nº. 1: vial vacío sin tapón
 - Posición nº. 2: vial del disolvente utilizado para la disolución (blanco de disolvente)
 - Posición nº. 3: vial con la muestra de reserpina (10 pg/µL)
- 6 Ejecute el método.

El método realiza un análisis por inyección de flujo (FIA) con una inyección en el vial vacío, cinco inyecciones de blanco de disolvente y cinco inyecciones de la muestra de reserpina.

Es posible que necesite optimizar la presión del nebulizador ejecutando experimentos FIA para alcanzar la sensibilidad máxima del instrumento

7 Revise los resultados.

Verificar la sensibilidad del sistema multimodo G1978B utilizando el método FIA múltiple en funcionamiento en modo combinado

Cuando el método termina, se imprime un informe mostrando el porcentaje de señal/ruido correspondiente a los cinco picos blancos y los cinco picos de muestra y una media sin blanco de los picos de muestra. El valor de señal/ruido medio sin blancos debe ser mayor o igual a 10:1 pico a pico (50:1 RMS).

Verificar la sensibilidad del sistema multimodo G1978B utilizando el método FIA múltiple en funcionamiento en modo combinado

Preparación

- 1 Realice una sintonización automática si fuera necesario.

Completada la sintonización automática, puede que necesite esperar hasta 30 minutos antes de continuar mientras la solución de calibración se extrae del instrumento Quad. Este proceso minimiza cualquier señal de fondo procedente del calibrante.

Es posible que necesite optimizar la presión del nebulizador para alcanzar la sensibilidad máxima del instrumento.

- 2 Cargue el método **MMCheckSL_ES.M** y:
 - a Edite el método para asegurarse de que se utiliza metanol y agua al 65:35 con ácido acético al 0,2 % como disolvente del sistema LC.
 - b Guarde el método.
- 3 Repita **MMCheckSL_CL.M** y **MMCheckSL_MX.M**.
- 4 Coloque el vial en el inyector automático del sistema LC.
 - Posición 21: vial con la muestra de demostración del sistema LC ESI + APCI (Ref. G1978-85000)

Cree y ejecute una secuencia de método FIA múltiple

- 1 Seleccione **RunControl (Ejecutar control) > Run Multiple FIA Methods (Ejecutar métodos FIA múltiples)**.
- 2 En el cuadro de diálogo Run Multiple FIA Methods dialog box (Ejecutar métodos FIA múltiples), haga clic en **Group (Grupo) > Add Group (Agregar grupo)**.
- 3 Escriba un nombre de directorio único en el que almacenar los archivos de datos.

2 Verificación

Verificar la sensibilidad del sistema multimodo G1978B utilizando el método FIA múltiple en funcionamiento en modo combinado

- 4 En el cuadro de diálogo Run Multiple FIA Methods (Ejecutar métodos FIA múltiples), haga clic en **Methods (Métodos) > Add Method (Agregar método)**, seleccione **MMCheckSL_ES.M** y haga clic en **OK (Aceptar)**.
- 5 Repita el paso para agregar **MMCheckSL_CI.M**.
- 6 Repita el paso para agregar **MMCheckSL_MX.M**.
- 7 Haga clic en **Data File (Archivo de datos)** para el archivo de datos **MMCheckSL_ES.M** y a continuación:
 - a Modifique el valor **Subdirectory (Subdirectorío)** para incluir un nombre de directorio exclusivo en el que almacenar los archivos de datos.
 - b Cambie el **Data File (Archivo de datos)** a **Multi_ES**.
 - c Cambie el **Operator (Operador)** por el nombre del usuario o el código de identificación.
 - d Haga clic en **OK (Aceptar)**.
- 8 Repita el proceso para el archivo de datos **MMCheckSL_CI.M**. Utilice el mismo subdirectorío y cambie el **Data File (Archivo de datos)** a **Multi_CI**.
- 9 Repita el proceso para el archivo de datos **MMCheckSL_MX.M**. Utilice el mismo subdirectorío y cambie el **Data File (Archivo de datos)** a **Multi_MX** como nombre del archivo de datos.
- 10 Haga clic en **Run (Ejecutar)** para iniciar la secuencia.
- 11 Revise los resultados.

Cuando haya finalizado el último método, se imprimirá el “Multimode Verification Report” (Informe de verificación multimodo).

Sintonización automática

La sintonización de la fuente multimodo se realiza únicamente en el modo MM-APC. La sintonización automática se realiza desde el mismo menú para todas las fuentes.

- En la vista **MSD Tune (Sintonizar MSD)**, seleccione el elemento del menú **Instrumento > Autotune (Sintonización automática)**.

El informe de sintonización estará encabezado con el título **MM-APCI Positive Mode - Standard Scan** o **MM-APCI Negative Mode - Standard Scan**. Puede ejecutar el sintonización de verificación tras realizar una sintonización automática para validar que el instrumento cumple los criterios de la sintonización de verificación. Realice la sintonización automática una vez que el sistema haya tenido 8 horas para equilibrar el vacío y las temperaturas.

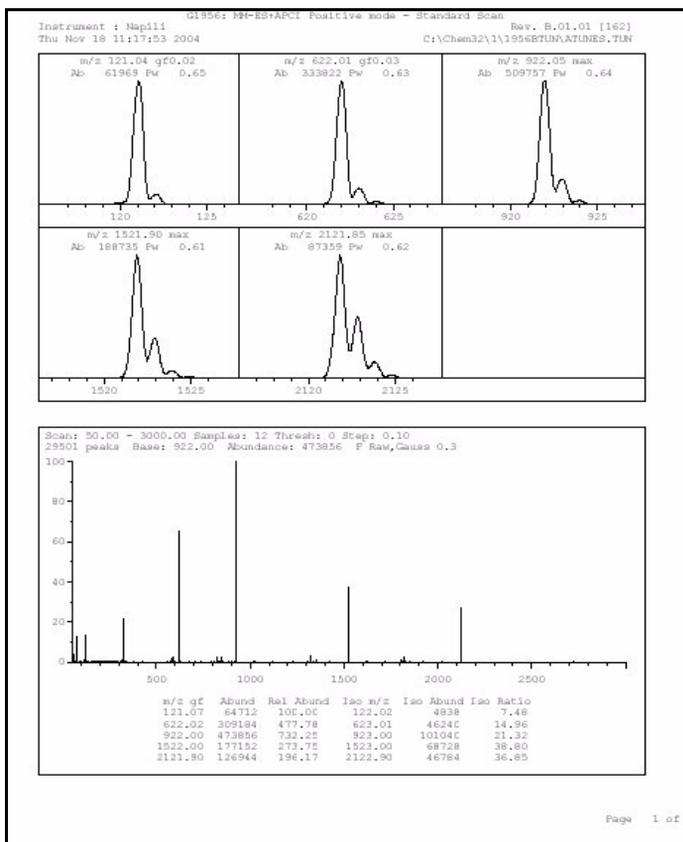


Figura 20 Informe de sintonización automática

2 Verificación

Ejemplo de verificación multimodo

Ejemplo de verificación multimodo

Multimode Ion Source Report

MSD type: G1956B Instrument name: Instrumen Operator name: pcoormia

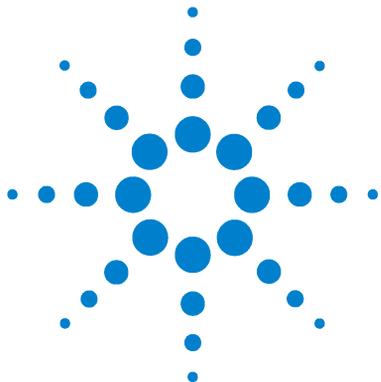
Acquisition date: 23-Feb-2005

Datafiles:
ESI mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_ES.d
APCI mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_CI.d
Mixed mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_MX.d

ESI Compound Results						
Compound	m/z	Polarity	ESI mode	Mixed mode	Mixed:ESI ratio	Result
Crystal violet	372.2	Positive	832925	541200	64.9 %	Pass
1-Hexanesulfonic acid	165.1	Negative	220506	181617	82.3 %	Pass

APCI Compound Results						
Compound	m/z	Polarity	APCI mode	Mixed mode	Mixed:APCI ratio	Result
Carbazole	168.1	Positive	623026	225911	36.2 %	Pass
9-Phenanthrol	193.1	Negative	451189	254201	56.3 %	Pass

Passing criteria: Mixed mode response 20% or greater of single-mode response.



3 Métodos

Configurar un método para usar la fuente multimodo 36

Crear un método para el funcionamiento en modo combinado
positivo/negativo 37

Crear un método para alternar entre ESI y APCI 39

Este capítulo describe las tareas necesarias para la configuración de métodos dirigidos a la fuente multimodo. En la sección “Directrices” de la *Guía de mantenimiento de la fuente multimodo Agilent G1978A/B* se recogen los estados de fuente sugeridos de la fuente multimodo para los diferentes modos de ionización.



Configurar un método para usar la fuente multimodo

Para que el método utilice una fuente multimodo, siga estos pasos:

- 1 Abra el cuadro de diálogo MSD Spray Chamber (Cámara del spray del MSD) haciendo clic en **Instrument (Instrumento) > MSD Spray Chamber (Cámara del spray del MSD)** en la vista **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)**.
- 2 En **Method Spray Chamber (Cámara del spray del método)**, seleccione **MM-ES+APCI**.
- 3 Compruebe que en **Installed Spray Chamber (Cámara del spray instalada)** está seleccionada la opción **MM-ES+APCI**.
- 4 Aplique cualquier otro cambio que considere necesario para el método.
- 5 Haga clic en el botón **OK (Aceptar)**.
- 6 Abra el cuadro de diálogo The Set up MSD Signals (Configurar señales del MSD) haciendo clic en **Instrument (Instrumento) > More (Más) > Method and Run Control (Configurar señales del MSD)** en la vista **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)**.
- 7 Seleccione el modo de ionización deseado en la lista **Ionization (Ionización)**. La lista sólo se visualiza si se seleccionó la opción **MM-ES+APCI** en Method Spray Chamber (Cámara del spray del método). Puede establecer cómo método de ionización uno de los siguientes:
 - **MM-ES**
 - **MM-APCI**
 - **MM-ES+APCI**
- 8 Aplique cualquier otro cambio que considere necesario para el método.
- 9 Haga clic en el botón **OK (Aceptar)**.

ADVERTENCIA

La válvula de desvío del Cromatógrafo de líquidos de los sistemas LC/MS 6100 Series Single Quad se integra en sistema de seguridad del sistema G1978A. El flujo de la fase móvil del sistema LC debe estar siempre conectado al filtro de entrada de la válvula de desvío. No derive nunca la válvula de desvío ni la conecte directamente al nebulizador. Si la válvula de desvío se utiliza de forma distinta a la especificada por Agilent Technologies, el sistema de protección suministrado por dicha válvula podría verse afectado y provocarse un incendio.

Crear un método para el funcionamiento en modo combinado positivo/negativo

- 1 Abra el cuadro de diálogo MSD Spray Chamber (Cámara del spray del MSD) haciendo clic en **Instrument (Instrumento) > Set Up MSD Signals (Configurar señales del MSD)** en la vista **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)**.
- 2 Seleccione **MM-ES_APCI** en la lista desplegable **Method Spray Chamber (Cámara del spray del método)**.
- 3 Compruebe que en la **Installed Spray Chamber (Cámara del spray instalada)** está seleccionada la opción **MM-ES+APCI**.
- 4 Aplique cualquier otro cambio que considere necesario para el método.
- 5 Haga clic en el botón **OK (Aceptar)**.
- 6 Abra el cuadro de diálogo Set up MSD Signals (Configurar señales del MSD) haciendo clic en **Instrument (Instrumento) > MSD Spray chamber (Cámara del spray del MSD)** en la vista **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)**.
- 7 Modifique los ajustes de forma que Signal 1 (Señal 1) tenga polaridad **Positive (Positiva)** y Signal 2 (Señal 2) tenga polaridad **Negative (Negativa)** como se ilustra en [Figura 21](#).
- 8 Aplique cualquier otro cambio que considere necesario para el método.
- 9 Haga clic en el botón **OK (Aceptar)**.

El cambio rápido de polaridad positiva/negativa es una técnica muy útil, pero el establecimiento de la química de iones y el relleno con iones del paso de los componentes ópticos lleva tiempo. La densidad del gas es uno de los factores que afecta a la velocidad de relleno del paso de iones. La temperatura de la fuente influye en la densidad del gas. Para un método con cambio de polaridad positiva/negativa, utilice una temperatura del vaporizador más baja (de 150 a 200°C) y un Vcap más bajo (aproximadamente 1000 V). Estos valores influirán en gran medida en la calidad de los resultados en experimentos con cambio de polaridad positiva/negativa.

3 Métodos

Crear un método para el funcionamiento en modo combinado positivo/negativo

Opciones de polaridad para Signal 1 (Señal 1) y Signal 2 (Señal 2)

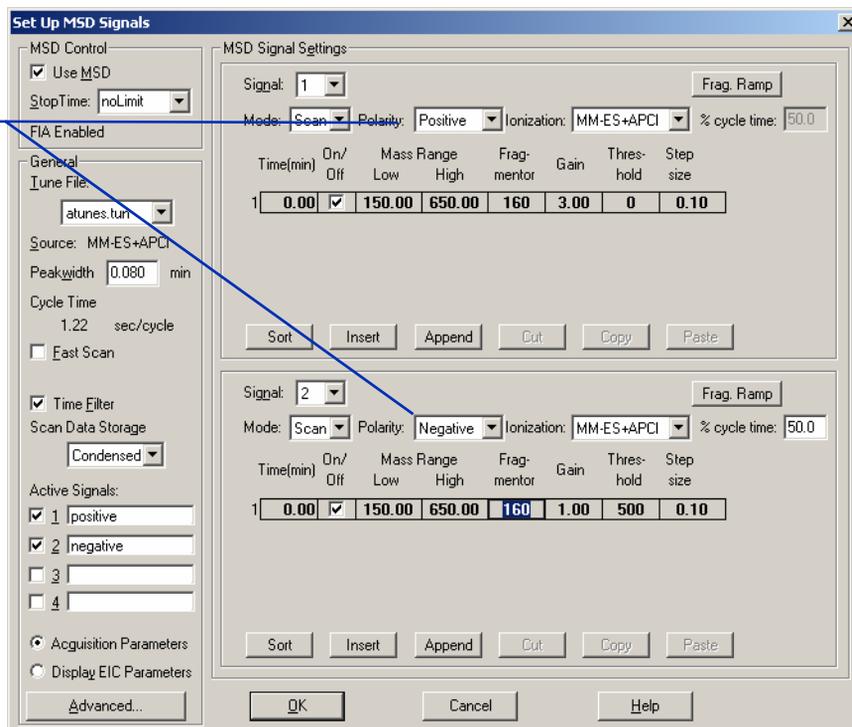


Figura 21 Cambio de polaridad positiva/negativa utilizando el cuadro de diálogo Set Up MSD Signals (Configurar señales del MSD)

Crear un método para alternar entre ESI y APCI

- 1 Abra el cuadro de diálogo The MSD Spray Chamber (Cámara del spray del MSD) haciendo clic en **Instrument (Instrumento) > MSD Spray Chamber (Cámara del spray del MSD)** en la vista **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)**.
- 2 En **Method Spray Chamber (Cámara del spray del método)**, seleccione **MM-ES+APCI**.

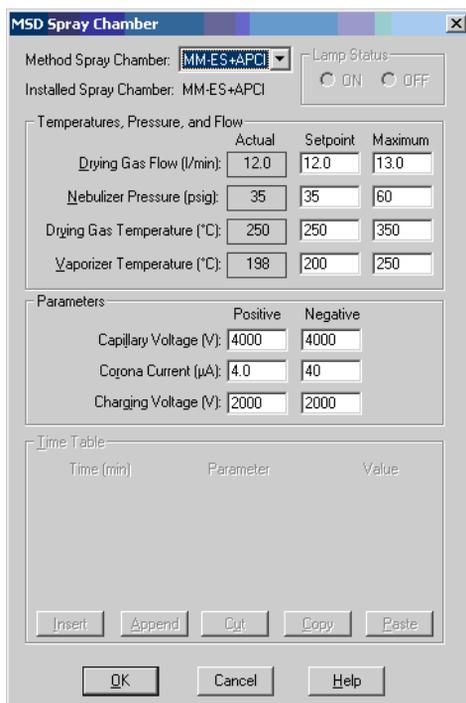


Figura 22 En Method Spray Chamber (Cámara del spray del método), seleccione MM-ES+APCI

- 3 Compruebe que en la **Installed Spray Chamber (Cámara del spray instalada)** está seleccionada la opción **MM-ES+APCI**.
- 4 Aplique cualquier otro cambio que considere necesario para el método.
- 5 Haga clic en el botón **OK (Aceptar)**.

3 Métodos

Crear un método para alternar entre ESI y APCI

- 6 Abra el cuadro de diálogo Set up MSD Signals (Configurar señales del MSD) haciendo clic **Instrument (Instrumento) > Set Up MSD Signals (Configurar señales del MSD)** en la vista **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)**.
- 7 Modifique los parámetros para que Signal 1 (Señal 1) tenga como valor de **Ionization (Ionización) MM-ES** y Signal 2 (Señal 2) tenga como valor de **Ionization (Ionización) MM-APCI** como se ilustra en [Figura 23](#).
- 8 Aplique cualquier otro cambio que considere necesario para el método.
- 9 Haga clic en el botón **OK (Aceptar)**.

NOTA

En general, utilice el modo combinado (ajuste MM-ES+APCI con Señal 1) en lugar de alternar entre los modos MM-ES (Señal 1) y MM-APCI (Señal 2). Se obtendrá el doble de barridos durante la elución de un pico cromatográfico, sin necesidad de retardos entre los barridos lo que generará mejores datos. Raramente se necesita saber si un compuesto responde de forma pura en los modos ESI o APCI en una escala de tiempo cromatográfica.

Modo de ionización en
Señal 1 y Señal 2

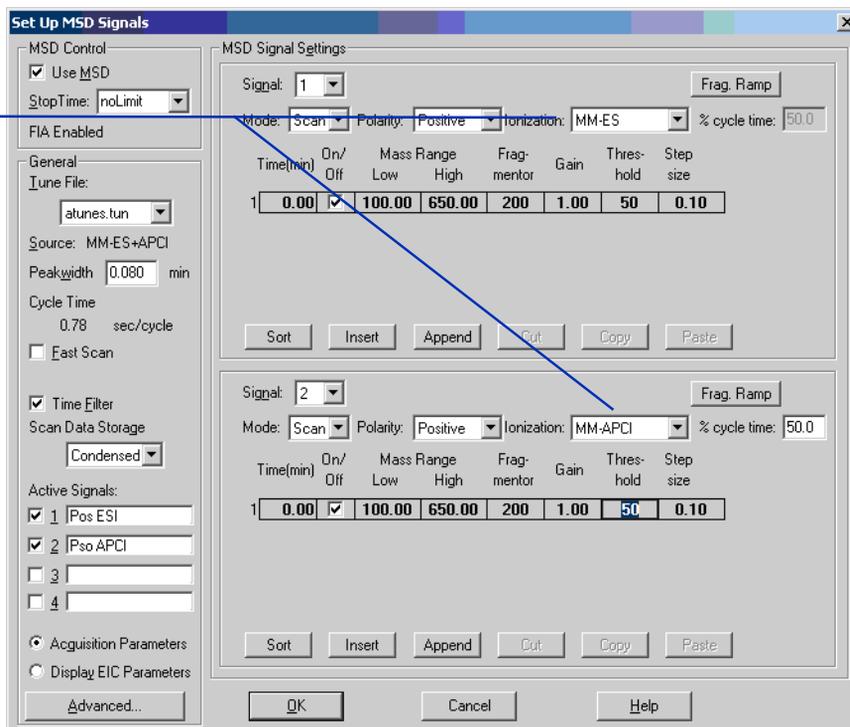


Figura 23 Cambio MM-ES y MM-APCI utilizando el cuadro de diálogo Set Up MSD Signals (Configurar señales del MSD)

3 Métodos

Crear un método para alternar entre ESI y APCI

Índice

C

componentes

protector del spray multimodo, [17](#)

conversión desde ESI, APCI o APPI, [15](#)

convertir a ESI o APCI, [14](#)

E

ESI

convertir a, [14](#)

convertir desde, [15](#)

F

filtro de entrada de la válvula de desvío, [20](#)

I

instalación, [7](#), [21](#)

M

método

alternar entre ESI y APCI, [39](#)

configuración básica, [36](#)

modo combinado positivo/negativo, [37](#)

multimodo

imagen de fuente, [35](#)

nebulizador, [19](#)

P

protector del pulverizador para fuente

multimodo, [17](#)

S

sintonización automática, [33](#)

T

Tubo de muestras del sistema LC/MSD, [20](#)

www.agilent.com

En este manual

Este manual contiene las instrucciones de instalación, funcionamiento, mantenimiento y resolución de problemas de Fuente multimodo para el sistema LC/MS 6100 Series Single Quad.

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Impreso en EE.UU.
Primera edición, diciembre de 2008



G1978-95070



Agilent Technologies