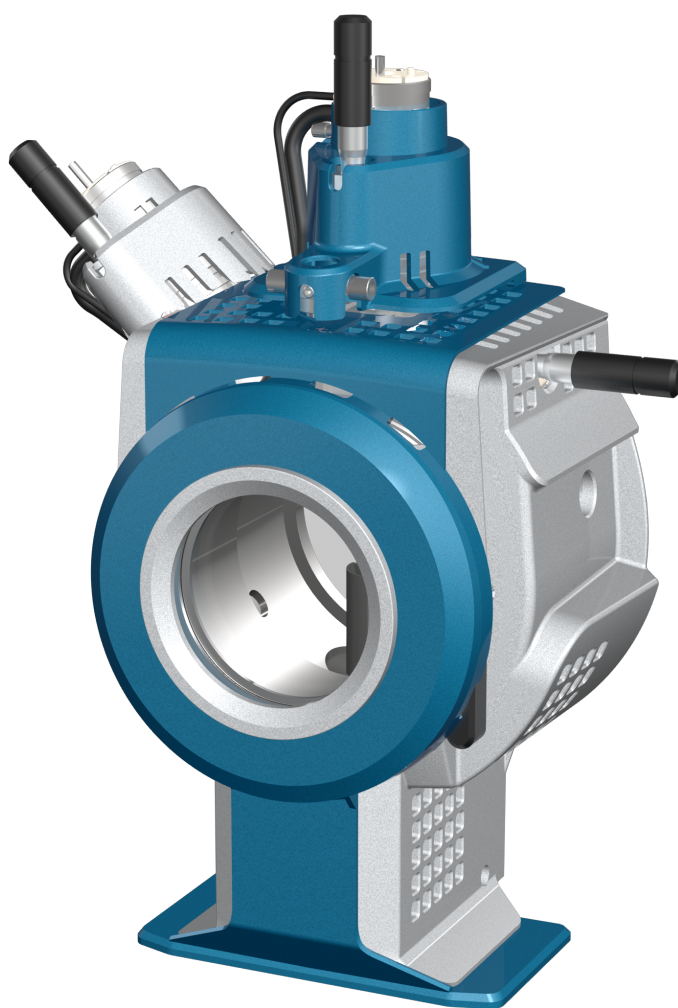




Fuente de iones DuoSpray™

para sistemas Triple Quadrupole y QTRAP®

Guía del operador



Este documento se proporciona a los clientes que han adquirido un equipo SCIEX, para que lo usen durante el funcionamiento de dicho equipo SCIEX. Este documento está protegido por derechos de propiedad y queda estrictamente prohibida cualquier reproducción total o parcial, a menos que SCIEX lo autorice por escrito.

El software que se describe en este documento se proporciona bajo un acuerdo de licencia. Está legalmente prohibida la copia, modificación o distribución del software en cualquier medio, a menos que se permita específicamente en el acuerdo de licencia. Además, es posible que el acuerdo de licencia prohíba igualmente desensamblar, realizar operaciones de ingeniería inversa o descompilar el software con cualquier fin. Las garantías son las indicadas en ese documento.

Algunas partes de este documento pueden hacer referencia a otros fabricantes o sus productos, que pueden contener piezas cuyos nombres se han registrado como marcas comerciales o funcionan como marcas comerciales de sus respectivos propietarios. El uso de dichos nombres en este documento pretende únicamente designar los productos de esos fabricantes suministrados por SCIEX para la incorporación en su equipo y no supone ningún derecho o licencia de uso, ni permite a terceros el empleo de dichos nombres de productos o fabricantes como marcas comerciales.

Las garantías de SCIEX están limitadas a aquellas garantías expresas proporcionadas en el momento de la venta o licencia de sus productos, y son representaciones, garantías y obligaciones únicas y exclusivas de SCIEX. SCIEX no ofrece otras garantías de ningún tipo, expresas o implícitas, incluyendo, entre otras, garantías de comercialización o adecuación para un fin específico, ya se deriven de un estatuto, cualquier tipo de legislación, uso comercial o transcurso de negociación; SCIEX rechaza expresamente todas estas garantías y no asume ninguna responsabilidad, general o accidental, por daños indirectos o derivados del uso por parte del comprador o por cualquier circunstancia adversa derivada de este.

Para uso exclusivo en investigación. No para uso en procedimientos diagnósticos.

AB Sciex está haciendo negocios como SCIEX.

Las marcas comerciales aquí mencionadas son propiedad de AB Sciex Pte. Ltd. o sus respectivos propietarios.

AB SCIEX™ se está usando bajo licencia.

© 2017 AB Sciex



AB Sciex Pte. Ltd.
Blk 33, #04-06
Marsiling Ind Estate Road 3
Woodlands Central Indus. Estate.
SINGAPUR 739256

Contenido

Capítulo 1 Precauciones y limitaciones de funcionamiento	5
Precauciones y riesgos operativos.....	5
Precauciones químicas.....	6
Fluidos seguros para el sistema.....	7
Condiciones de laboratorio.....	8
Condiciones de funcionamiento.....	8
Especificaciones de rendimiento.....	8
Uso y modificación del equipo.....	9
Contacto.....	9
Documentación relacionada.....	10
Asistencia técnica.....	10
Capítulo 2 Descripción general de la fuente de iones	11
Modos de ionización.....	11
Modo ESI.....	11
Modo APCI.....	11
Componentes de la fuente de iones.....	12
Sondas.....	13
Sonda TurbolonSpray®	13
Sonda APCI.....	14
Válvula de conmutación.....	15
Conexiones de gas y electricidad.....	16
Circuito detector en la fuente de iones.....	17
Sistema de escape de la fuente.....	17
Tipos de métodos.....	18
Métodos de varios experimentos.....	18
Métodos de múltiples periodos.....	18
Capítulo 3 Instalación de la fuente de iones	19
Instale el soporte de montaje de la válvula de conmutación en los instrumentos de la serie 4000 y en los instrumentos API 5000™ Instrumento	19
Instale el controlador.....	20
Preparación para la instalación.....	21
Instale las sondas.....	21
Conexión de los tubos de la fuente de iones para la introducción de muestras con la sonda TurbolonSpray®	22
Conecte los tubos de la fuente de iones para la introducción de muestras con la sonda APCI.....	23
Instalación de la fuente de iones en el espectrómetro de masas.....	23
Requisitos de la entrada de muestra.....	25
Conexión del tubo de muestra.....	25
Comprobación de fugas.....	26
Capítulo 4 Optimización de la fuente de iones	27

Contenido

Introducción de muestras.....	27
Método.....	27
Caudal.....	28
Optimización de la sonda TurbolonSpray®	28
Caudal y temperatura de la fuente de iones.....	29
Configuración del sistema.....	29
Preparación del sistema.....	29
Configuración de las condiciones de partida.....	30
Optimización de la posición de la sonda TurbolonSpray®	30
Optimización de los parámetros de la fuente de iones y del gas y la tensión.....	31
Optimización de la temperatura del calentador turbo.....	32
Optimización de sonda APCI.....	32
Configuración del sistema.....	33
Preparación del sistema.....	33
Configuración de las condiciones de partida.....	34
Optimización del flujo de Gas 2 y Curtain Gas™	34
Ajuste de la posición de la aguja de descarga de la corona.....	35
Optimización de la posición de la sonda APCI	35
Optimización de la tensión del IonSpray™	37
Optimización de la temperatura de la sonda APCI.....	37
Sugerencias de optimización.....	37
Capítulo 5 Mantenimiento de la fuente de iones.....	39
Calendario de mantenimiento recomendado.....	40
Extracción de la fuente de iones.....	41
Limpieza de las superficies de la fuente de iones.....	42
Limpieza de la válvula de conmutación y las sondas.....	42
Sustitución de las válvulas de conmutación.....	43
Extracción del rotor.....	44
Instalación del rotor.....	44
Extracción de la sonda.....	45
Sustitución del electrodo.....	46
Sustituya la punta de la aguja de descarga de corona.....	48
Sustitución de la aguja de descarga de la corona.....	49
Sustitución del tubo de muestra.....	51
Almacenamiento y manipulación.....	51
Capítulo 6 Solución de problemas.....	53
Apéndice A Principios de funcionamiento: Fuente de iones.....	56
Modo de ionización por electropulverización.....	56
Modo APCI.....	57
Región de ionización de APCI.....	60
Apéndice B Tensiones y parámetros de la fuente.....	62
Parámetros de la sonda TurbolonSpray®	62
Parámetros de la sonda APCI.....	63
Descripciones de parámetros.....	63
Posición de la sonda.....	65
Composición de los disolventes.....	65
Apéndice C Glosario de símbolos.....	67

Precauciones y limitaciones de funcionamiento

1

Nota: Lea cuidadosamente todas las secciones de esta guía antes de manejar el sistema.

Esta sección contiene información relacionada con la seguridad general. También describe los riesgos posibles para el sistema y las advertencias, así como las precauciones que se deben tener en cuenta para minimizar los peligros.

Además de esta sección, consulte [Glosario de símbolos en la página 67](#) para obtener información sobre los símbolos y convenciones utilizados en el entorno del laboratorio, en el sistema y en esta documentación.

Precauciones y riesgos operativos

Para obtener información normativa y sobre la seguridad del espectrómetro de masas, consulte la Guía de seguridad o la *Guía del usuario del sistema*.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Utilice la fuente de iones solo si dispone de los conocimientos y la formación adecuados para utilizar, contener y evacuar los materiales tóxicos o nocivos que se emplean con la fuente de iones.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de perforación, riesgo de radiación, riesgo biológico o riesgo por sustancias químicas tóxicas. Deje de usar la fuente de iones si la ventana de la misma está agrietada o rota y póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEX. Cualquier material tóxico o nocivo introducido en el equipo estará presente en la salida de escape de la fuente. Deseche los objetos con filo siguiendo los procedimientos de seguridad establecidos del laboratorio.



¡ADVERTENCIA! Peligro de superficies calientes. Espere un mínimo de 30 minutos para que la fuente de iones se enfríe antes de iniciar cualquier procedimiento de mantenimiento. Las superficies de la fuente de iones se calientan durante su funcionamiento.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de toxicidad química. Utilice equipo de protección individual, incluidos una bata de laboratorio, guantes y gafas de seguridad, para evitar la exposición de la piel o los ojos.

Precauciones y limitaciones de funcionamiento



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico, o sustancias químicas tóxicas. En caso de derrame de sustancias químicas, revise las fichas técnicas para conocer las instrucciones específicas. Utilice el equipo de protección individual adecuado y toallitas absorbentes para contener el derrame y deséchelas según lo dispuesto por las normas locales.



¡ADVERTENCIA! Peligro medioambiental. No elimine los componentes del sistema como residuos urbanos sin clasificar. Siga las normas locales de eliminación de componentes.



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Evite el contacto con las altas tensiones aplicadas a la fuente de iones durante el funcionamiento. Ponga el sistema en el modo Standby antes de ajustar el tubo de muestra u otros equipos cerca de la fuente de iones.

Precauciones químicas



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Determine si se precisa descontaminación antes de proceder a la limpieza o el mantenimiento. El cliente debe descontaminar el sistema antes de limpiarlo o realizar tareas de mantenimiento si se han utilizado materiales radiactivos, agentes biológicos o sustancias químicas tóxicas con el sistema.



¡ADVERTENCIA! Peligro medioambiental. No elimine los componentes del sistema como residuos urbanos sin clasificar. Siga las normas locales de eliminación de componentes.



¡ADVERTENCIA! Peligro de material biológico o sustancias químicas tóxicas. Conecte correctamente los tubos de drenaje al espectrómetro de masas y a la botella de drenaje de escape de la fuente para evitar fugas.

- Determine qué productos químicos se han utilizado en el sistema antes de su reparación y mantenimiento habituales. Consulte las *fichas de datos de seguridad* para conocer las precauciones de higiene y seguridad que deben seguirse con respecto a los productos químicos.
- Trabaje en zonas bien ventiladas o en las que se disponga de una campana extractora.
- Siempre que trabaje con materiales inflamables, evite cualquier fuente de ignición, como el isopropanol, el metanol y otros disolventes inflamables.

- Adopte las precauciones pertinentes al utilizar y desechar productos químicos. Posible riesgo de sufrir lesiones personales si los productos químicos no se manipulan ni desechan como es debido.
- Evite que los productos químicos entren en contacto con la piel durante los procedimientos de limpieza y lávese las manos después de utilizarlos.
- Asegúrese de que todas las mangueras de escape están conectadas correctamente y de que todas las conexiones funcionan según el modo en que fueron diseñadas.
- Recoja todo el líquido que se haya derramado y deséchelo como residuo peligroso.
- Debe cumplir las normativas locales de manipulación, almacenamiento y eliminación de materiales de riesgo biológico, tóxicos o radioactivos.
- (Recomendado) Utilice las cubetas secundarias de recogida debajo de las bombas de vacío preliminar, las botellas de disolvente y el contenedor de recogida de residuos para recoger los derrames de sustancias químicas que puedan producirse.

Fluidos seguros para el sistema

Los siguientes fluidos se pueden utilizar de forma segura con el sistema.

PRECAUCIÓN: Posibles daños al sistema. No utilice ningún otro fluido hasta que SCIEX confirme que no representa ningún riesgo. Esta lista no está completa.

- **Disolventes orgánicos**
 - Acetonitrilo de grado MS; hasta el 100 %
 - Metanol de grado MS; hasta el 100 %
 - Isopropanol; hasta el 100 %
 - Agua de grado HPLC o superior; hasta el 100 %
 - Tetrahidrofurano; hasta el 100 %
 - Tolueno y otros disolventes orgánicos; hasta el 100 %
 - Hexanos; hasta el 100 %
- **Tampones**
 - Acetato de amonio; menos del 1 %
 - Formato de amonio; menos del 1 %
 - Fosfato; menos de un 1 %

Precauciones y limitaciones de funcionamiento

- **Ácidos y bases**
 - Ácido fórmico; menos del 1 %
 - Ácido acético; menos del 1 %
 - Ácido trifluoroacético (TFA); menos del 1 %
 - Ácido heptafluorobutírico (HFBA); menos del 1 %
 - Amoníaco/hidróxido de amonio; menos del 1 %
 - Ácido fosfórico; menos del 1 %
 - Trimetilamina; menos de un 1 %
 - Trietilamina; menos de un 1 %

Condiciones de laboratorio

Condiciones de funcionamiento

El sistema está diseñado para funcionar con seguridad en estas condiciones:

- Interiores
- Altitud: hasta 2000 m (6400 pies) sobre el nivel del mar
- Temperatura ambiente: de 5 °C (41 °F) a 40 °C (104 °F)
- Humedad relativa: del 80 % para temperaturas de hasta 31 °C (88 °F), linealmente decreciente hasta el 50 % a 40 °C (104 °F)
- Fluctuaciones de tensión del suministro eléctrico: ± 10 % de la tensión nominal.
- Sobretensiones transitorias: hasta los niveles de categoría de sobretensión II
- Sobretensiones temporales del suministro eléctrico
- Grado de contaminación: grado de contaminación 2

Especificaciones de rendimiento

El sistema está diseñado para cumplir las especificaciones en estas condiciones:

- Temperatura ambiente: de 15 °C (59 °F) a 30 °C (86 °F).
Con el tiempo, la temperatura debe mantenerse dentro de un intervalo de 4 °C (7,2 °F), con una velocidad de cambio de temperatura no superior a 2 °C (3,6 °F) por hora. Las fluctuaciones de temperatura ambiental que excedan estos límites pueden provocar cambios de masa en los espectros.
- Humedad relativa: del 20 % al 80 %, sin condensación

Uso y modificación del equipo



¡ADVERTENCIA! Peligro de lesiones personales. Póngase en contacto con el representante de SCIEX si se requiere la instalación, el ajuste o la reubicación del producto.



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. No retire las cubiertas. Si lo hace, puede provocar lesiones o un funcionamiento incorrecto del sistema. Las cubiertas no tienen que retirarse para las tareas de mantenimiento rutinario, inspección o ajuste. Póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEX cuando haya que hacer reparaciones en las que sea necesario quitar las cubiertas.



¡ADVERTENCIA! Peligro de lesiones personales. Use las piezas recomendadas por SCIEX. El uso de las piezas no recomendadas por SCIEX o el uso de piezas para un propósito que no sea el previsto puede poner al usuario en riesgo de sufrir lesiones o afectar negativamente al rendimiento del sistema.

Utilice el espectrómetro de masas y la fuente de iones en el interior de un laboratorio que cumpla con las condiciones medioambientales recomendadas en la *Guía de planificación y suministros de instalación*.

Si el espectrómetro de masas y la fuente de iones se utilizan en un entorno o en un modo diferentes a los indicados por el fabricante, esto podría afectar al grado de protección que ofrece el equipo.

La modificación o uso no autorizados del espectrómetro de masas y de la fuente de iones podría causar lesiones personales o daños en el equipo y puede anular la garantía. Se pueden generar datos erróneos si el espectrómetro de masas y la fuente de iones se utilizan sobrepasando o no llegando a las condiciones medioambientales recomendadas o con modificaciones no autorizadas. Póngase en contacto con un representante del servicio técnico (FSE) para obtener información sobre el mantenimiento del sistema.

Contacto

Soporte SCIEX

- sciex.com/contact-us
- sciex.com/request-support

Formación del cliente

- En América del Norte: NA.CustomerTraining@sciex.com
- En Europa: Europe.CustomerTraining@sciex.com
- Fuera de la UE y América del Norte, visite sciex.com/education para obtener información de contacto.

Centro de aprendizaje en línea

- [SCIEXUniversity](#)

Ciberseguridad

Para obtener las directrices más recientes sobre ciberseguridad para los productos de SCIEX, visite sciex.com/Documents/brochures/win7-SecurityGuidance.pdf.

Documentación relacionada

Para buscar la documentación relacionada con el producto de software, consulte las notas de la versión o la guía de instalación del software que se suministra con el software. La documentación relacionada con los productos de hardware se encuentra en el DVD *de referencia del cliente* que se suministra con el sistema o componente.

Para obtener las versiones más recientes de la documentación, visite el sitio web de SCIEX sciex.com.

Consulte [Glosario de símbolos en la página 67](#) para obtener información sobre los símbolos y convenciones utilizados en el entorno del laboratorio, en el sistema y en esta documentación.

Asistencia técnica

SCIEX y sus representantes cuentan con un equipo de especialistas técnicos y de servicio totalmente cualificados en todo el mundo. Ellos sabrán resolver sus dudas y preguntas sobre el sistema y cualquier problema técnico que pueda surgir. Para obtener más información, visite el sitio web de SCIEX en sciex.com.

Descripción general de la fuente de iones

2

La fuente de iones DuoSpray™ se puede utilizar para la ionización por electropulverización (ESI) o la ionización química a presión atmosférica (APCI).

La sonda TurbolonSpray® se utiliza para el funcionamiento en modo ESI. La sonda APCI se utiliza para el funcionamiento en modo APCI.

Las aplicaciones de la fuente de iones incluyen el desarrollo del método cualitativo y el análisis cualitativo y cuantitativo.

Modos de ionización

Modo ESI

ESI produce iones de fase gaseosa de los analitos en una muestra al aplicar una alta tensión sobre el efluente de muestra que pasa a través de una aguja. Con ayuda del flujo de gas calentado, ESI produce iones con carga única o múltiple en condiciones relativamente suaves de forma que sean adecuados para un amplio rango de compuestos, incluidas pequeñas moléculas, como fármacos o pesticidas, y moléculas de mayor tamaño como péptidos, proteínas y otros biopolímeros. La sensibilidad depende de las propiedades químicas del analito, el caudal del gas, la temperatura, la tensión y la composición de la fase móvil.

La técnica de ionización por electropulverización (ESI) es lo suficientemente suave como para usarla con compuestos lábiles, tales como péptidos, proteínas y fármacos termolábiles. También funciona con caudales de entre 5 µl/min y 3000 µl/min y vaporiza disolventes 100 % acuosos a 100 % orgánicos.

Consulte la [Modo de ionización por electropulverización en la página 56](#).

Modo APCI

El modo APCI es apto para lo siguiente:

- La ionización de compuestos que no forman inmediatamente iones en una solución. Suelen ser compuestos no polares.
- La creación de espectros de APCI simples para experimentos de LC-MS/MS.
- Los análisis de alto rendimiento de muestras complejas y sucias. Es menos sensible a los efectos de la supresión de iones.
- La rápida introducción de muestras mediante inyección de flujos con o sin una columna LC.

La técnica APCI se puede utilizar para compuestos volátiles y lábiles con una mínima descomposición térmica. La rápida desolvatación y vaporización de las gotas y los analitos arrastrados reduce la descomposición térmica y conserva la identidad molecular para la ionización mediante la aguja de descarga en corona. Los tampones son fácilmente tolerados por la fuente de iones sin una contaminación significativa y la vaporización intermitente

Descripción general de la fuente de iones

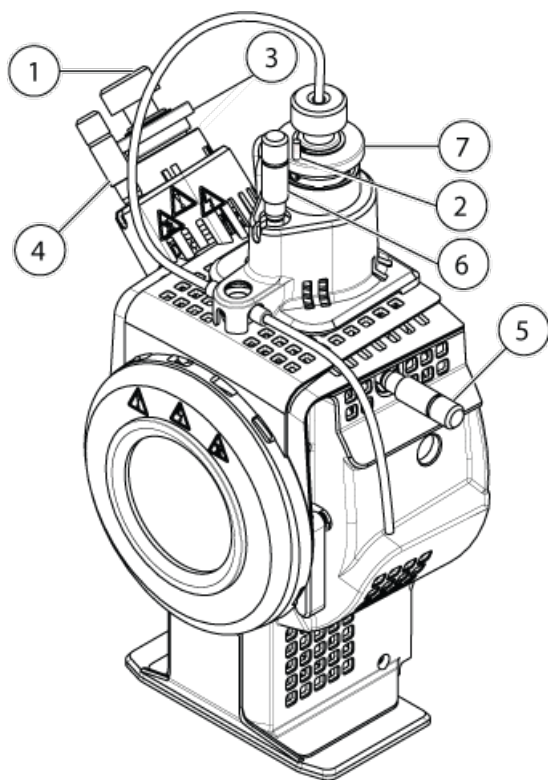
del efluente pulverizado permite que el 100 % del agua se utilice. La sonda puede aceptar todo el efluente, sin dividirlo, con caudales de entre 200 µl/min y 3000 µl/min (a través de una columna de calibre ancho).

Consulte la [Modo APCI en la página 57](#).

Componentes de la fuente de iones

En la [Figura 2-1](#) se muestran las piezas de la fuente de iones.

Figura 2-1 Componentes de la fuente de iones



Artículo	Descripción
1	Tuerca de ajuste del electrodo
2	Tornillo de ajuste de la aguja de descarga en corona
3	Sonda APCI
4	Micrómetro de la sonda APCI empleado para colocar la sonda en el eje vertical a fin de ajustar la sensibilidad de la fuente de iones
5	Micrómetro empleado para colocar la sonda TurbolonSpray® en el eje horizontal a fin de ajustar la sensibilidad de la fuente de iones

Artículo	Descripción
6	Micrómetro empleado para colocar la sonda TurbolonSpray [®] en el eje vertical a fin de ajustar la sensibilidad de la fuente de iones
7	Sonda TurbolonSpray [®]

Sondas

Las sondas TurbolonSpray[®] y APCI proporcionan diversas opciones para probar muestras. Seleccione la sonda y el método más adecuados para el compuesto de la muestra.

El espectrómetro de masas utiliza una válvula de conmutación de bajo volumen muerto controlada por software para desviar rápidamente el flujo de muestra a la sonda TurbolonSpray[®] o a la sonda APCI.

Tabla 2-1 Especificaciones de la fuente de iones

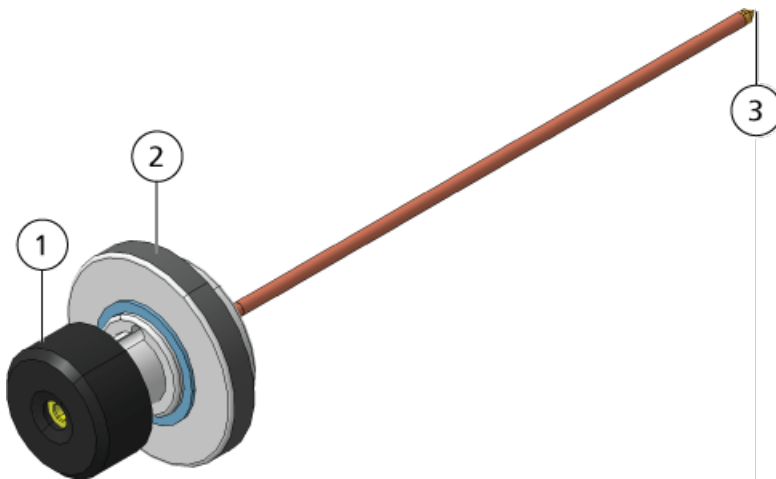
Especificación	TurbolonSpray [®] Sonda	Sonda APCI
Temperatura	Temperatura de la sonda de 0 °C a 750 °C	Temperatura de la sonda de 50 °C a 750 °C
Cromatografía líquida (LC)	Conecta con cualquier sistema LC	
Gas 1	Gas nebulizador. Nitrógeno UHP (99,999 %) o un generador de gas recomendado por SCIEX	N/A
Gas 2	Gas del calentador. Nitrógeno UHP (99,999 %) o un generador de gas recomendado por SCIEX	Gas nebulizador. Nitrógeno UHP (99,999 %) o un generador de gas recomendado por SCIEX
Gas de baño	Nitrógeno UHP (99,999 %) o un generador de gas recomendado por SCIEX	

Sonda TurbolonSpray[®]

La sonda TurbolonSpray[®] compuesta por un tubo de acero inoxidable de 0,012 pulgadas de diámetro exterior (d.e.). Está situada en el centro con un calentador turbo situado en un ángulo de 45 grados a la derecha, cuando se visualiza desde la parte frontal de la fuente de iones. Las muestras introducidas a través de la sonda TurbolonSpray[®] se ionizan en el tubo mediante la aplicación de alta tensión (tensión de IonSpray[™]). Después se nebulizan mediante el chorro de gas nitrógeno caliente, seco y de UHP (ultra alta pureza) de los calentadores turbo, creando un vapor de pequeñas gotas de alta carga. La combinación del efluente de IonSpray[™] y el gas seco caliente procedente del turbo pulverizador se proyecta en un ángulo de 90 grados a la ruta iónica. Consulte [Principios de funcionamiento: Fuente de iones en la página 56](#).

Descripción general de la fuente de iones

Figura 2-2 Piezas de la sonda TurbolonSpray®



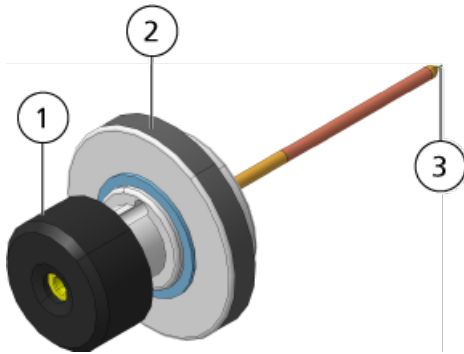
Artículo	Descripción
1	Tuerca de ajuste del electrodo (cuello negro) que ajusta la extensión de la punta del electrodo
2	Anillo de retención que sujeta la sonda a la torre de sondeo de la caja de la fuente de iones
3	Punta del electrodo a través de la cual las muestras se pulverizan en la zona de entrada de muestras de la fuente de iones

Sonda APCI

La sonda APCI consta de un tubo de acero inoxidable con un diámetro interior (d.i.) de 100 µm (0,004 pulgadas) rodeado por un flujo de gas nebulizador (Gas 2). La corriente de muestra líquida se bombea a través del pulverizador, donde se nebuliza en un tubo cerámico que contiene un calentador. La pared interna del tubo cerámico se puede mantener a un intervalo de temperatura de entre 100 °C y 750 °C, y está supervisada por el sensor integrado en el calentador.

Un chorro de gas del nebulizador a alta velocidad fluye por la punta del electrodo para dispersar la muestra en forma de vapor de finas partículas. Se desplaza por el calentador de vaporización cerámico hasta la región de reacción de la fuente de iones y a continuación sobrepasa la aguja de descarga en corona, donde las moléculas de la muestra se ionizan a medida que pasan a través de la caja de la fuente de iones. Consulte [Principios de funcionamiento: Fuente de iones en la página 56](#).

Figura 2-3 Piezas de la sonda APCI



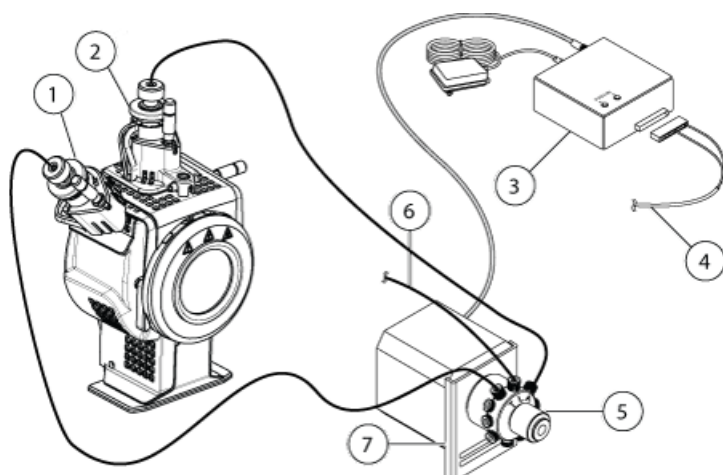
Artículo	Descripción
1	Tuerca de ajuste del electrodo (cuello negro) que ajusta la extensión de la punta del electrodo
2	Anillo de retención que sujeta la sonda en la torre de sondeo
3	Punta del electrodo a través de la cual las muestras se pulverizan en la zona de entrada de muestras de la fuente de iones

Válvula de conmutación

PRECAUCIÓN: Posibles daños al sistema. No ajuste el tiempo de ciclo a menos de un segundo. Si se utilizan velocidades de conmutación más rápidas, se reducirá la vida útil y, en última instancia, la válvula de conmutación resultará dañada.

La válvula de conmutación de bajo volumen muerto es un mecanismo controlado por software que puede pasar rápidamente la corriente de muestra de una sonda a otra durante un análisis. La válvula de conmutación contiene un rotor con canales que desvían la corriente de muestra hacia el tubo de muestra que lleva a la sonda seleccionada en el método de adquisición a la velocidad establecida para cada ciclo.

Figura 2-4 Conexiones de la fuente de iones



Elemento	Descripción
1	Sonda APCI
2	Sonda TurbolonSpray
3	Controlador de la válvula: el controlador de la válvula controla el motor de válvula, que controla la velocidad y frecuencia de conmutación. Recibe corriente de una fuente de alimentación externa de baja tensión y conexión directa.
4	Cable de control: el cable de control está conectado al puerto de fuentes de iones en la parte posterior del espectrómetro de masas.
5	Válvula de conmutación
6	Conexión a la columna de LC
7	Soporte de montaje de la válvula: el soporte de montaje de la válvula mantiene el conjunto de válvula y motor colocado encima del espectrómetro de masas.

Conexiones de gas y electricidad

Las conexiones eléctricas de alta y baja tensión y de gas se realizan a través de la placa delantera de la interfaz y se conectan internamente a través de la carcasa de la fuente de iones. Cuando la fuente de iones se instala en el espectrómetro de masas, se realizan todas las conexiones de electricidad y gas.

Para obtener más información sobre la función de Gas 1 y Gas 2 en la fuente de iones, consulte la [Tensiones y parámetros de la fuente en la página 62](#). El gas de baño realiza estas funciones:

- Previene el flujo de retorno hacia la parte de la torre de la fuente, lo que evita la acumulación de contaminantes.

- Complementa el gas del calentador al suministrar una corriente de gas que penetra en la región de arrastre de la expansión del gas nebulizador, lo que reduce la circulación y mejora la creación de columnas de pulverización.
- Ayuda a enfriar la región de la torre durante el funcionamiento a temperaturas elevadas (como en el modo APCI).

Circuito detector en la fuente de iones

Un circuito detector de fuente de iones deshabilita el sistema de alimentación de alta tensión para el espectrómetro de masas y el sistema de escape de la fuente en los siguientes casos:

- La envoltura de la fuente de iones no está instalada o no se ha instalado correctamente.
- No se ha instalado una sonda.
- El espectrómetro de masas detecta un fallo de gas.
- La fuente de iones se ha sobrecalentado.

Sistema de escape de la fuente



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de que el sistema de escape de la fuente esté conectado y funcionando para eliminar el escape de vapor de la muestra del entorno del laboratorio. Las emisiones del equipo deben expulsarse hacia el sistema de escape general del edificio y no se debe permitir que se expulsen hacia el espacio de trabajo del laboratorio. Para conocer los requisitos del sistema de escape de la fuente, consulte la *Guía de planificación del centro*.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Ventile el sistema de escape de la fuente mediante una campana extractora externa o un sistema de ventilación externo a fin de evitar que se liberen vapores peligrosos en el entorno del laboratorio.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Si se utiliza un sistema LC con el espectrómetro de masas, y si el sistema de escape de la fuente no funciona correctamente, apague el sistema LC hasta que la funcionalidad del sistema de escape de la fuente se haya restaurado.

Descripción general de la fuente de iones



¡ADVERTENCIA! Peligro de incendio. No dirija más de 3 ml/min de disolvente inflamable a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. No utilice la fuente de iones a menos que el sistema de escape de la fuente esté activado y funcionando cuando la fuente de iones y la sonda se encuentran correctamente instaladas.

Nota: Asegúrese de que todos los tubos de escape están bien conectados para reducir el riesgo de que los vapores de escape del equipo entren en la sala.

Una fuente de iones produce tanto vapores de disolventes como de muestras. Estos vapores constituyen un posible riesgo para el entorno del laboratorio. El sistema de escape de la fuente está diseñado para eliminar de forma segura los vapores de muestra y disolvente y permitir su correcta manipulación. Una vez instalada la fuente de iones, el espectrómetro de masas no funciona a menos que el sistema de escape de la fuente esté en funcionamiento.

Un interruptor de vacío instalado en el circuito detector de escape de la fuente mide el vacío en la fuente. Si el vacío de la fuente aumenta por encima del punto de ajuste con las sondas instaladas, el sistema entrará en estado de fallo de escape (Not Ready).

Un sistema de escape activo elimina el escape de la fuente de iones (vapor de muestra, disolvente y gases) a través de un puerto de drenaje sin introducir ruido químico. El puerto de drenaje se conecta, a través de una cámara de drenaje y una bomba de escape de la fuente, a una botella de drenaje y, desde ahí, a un sistema de ventilación de escape suministrado por el cliente. Para obtener más información sobre los requisitos de ventilación del sistema de escape de la fuente, consulte la *Guía de planificación de instalación*.

Nota: El sistema de escape debe inspeccionarse de forma periódica para garantizar que la línea de escape está intacta y que no hay fugas en la sala.

Tipos de métodos

La capacidad de conmutación de la fuente de iones es idónea para análisis de espectros amplios e investigativos, lo que permite al usuario determinar los ajustes óptimos de técnicas y parámetros para el compuesto objeto de prueba.

Métodos de varios experimentos

En un método de varios experimentos, la alternación entre dos sondas durante un análisis se produce cuando la válvula mueve la muestra de una sonda a otra al completarse cada ciclo.

Métodos de múltiples periodos

Una transición basada en periodos de la sonda TurbolonSpray a la sonda APCI durante un análisis de múltiples periodos permite completar todos los ciclos en una sonda antes de la transición a la otra sonda.

Instalación de la fuente de iones

3



¡ADVERTENCIA! Riesgo de descarga eléctrica. Instale la fuente de iones en el espectrómetro de masas como último paso de este procedimiento. Existe alta tensión cuando la fuente de iones está instalada.

La fuente de iones está conectada a la interfaz de vacío y se mantiene en su posición gracias a dos pestillos de la fuente. El interior de la fuente de iones se puede observar a través de las ventanas que se encuentran en el lateral y en la parte delantera de la fuente de iones.

Cuando la fuente de iones está instalada, el software reconoce la fuente de iones y muestra su identificación.

PRECAUCIÓN: Posibles daños al sistema. No levante o transporte la fuente de iones con una mano. La fuente de iones está diseñada para que se levante o transporte con las asas dispuestas a cada lado.

Materiales necesarios

- Fuente de iones
- Sonda TurbolonSpray®
- Sonda APCI
- Tubo PEEK rojo (calibre de 0,005 pulgadas)

Instale el soporte de montaje de la válvula de conmutación en los instrumentos de la serie 4000 y en los instrumentos API 5000™ Instrumento

El soporte de montaje de la válvula de conmutación mantiene el conjunto de válvula y motor colocado en su sitio encima del espectrómetro de masas, junto a la fuente de iones. En un instrumento de la serie 4500, 5500, 6500, 6500⁺, un representante del servicio técnico debe instalar la válvula de conmutación.

Materiales necesarios

- Llave hexagonal de 5 mm (herramienta en forma de L)
- Lápiz magnético

1. Apague el espectrómetro de masas.

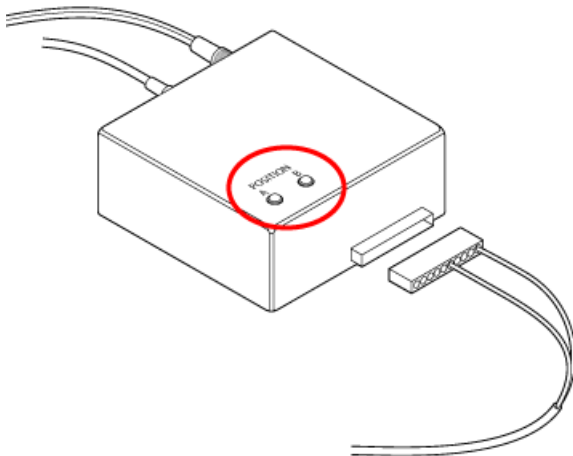
Instalación de la fuente de iones

2. Utilice la llave hexagonal de 5 mm para aflojar los dos tornillos superiores que sujetan el conjunto de interfase a la cámara de vacío.
3. Alinee las ranuras de la parte inferior del soporte de montaje sobre los tornillos y, después, bájelo hasta colocarlo en su posición.
4. Apriete los tornillos con las manos todo lo que pueda.
5. Conecte el tubo de escape al puerto de escape de la válvula y al contenedor de residuos.

Instale el controlador

Para completar la instalación de la válvula de conmutación, conecte el controlador de la válvula de conmutación. El controlador de la válvula de conmutación controla el motor de válvula, que controla la velocidad y frecuencia de conmutación. El conjunto de controlador de válvula de conmutación consiste en una fuente de corriente continua externa de 24 V y un cable eléctrico, un módulo de control del accionador de dos posiciones y cables de conexión. La [Figura 3-1](#) muestra el controlador de la válvula de conmutación y el cable de control.

Figura 3-1 LED en el controlador de la válvula de conmutación



1. Conecte la fuente de corriente continua externa de 24 V a la pared.
2. Conecte el cable de alimentación al controlador de la válvula de conmutación. Los LED **A** y **B** rojos podrían no iluminarse hasta que el controlador esté completamente conectado y se haya iniciado después de varias activaciones.
3. Conecte un cable desde el controlador hasta el motor de la válvula en el soporte de montaje.
4. Conecte el otro cable desde el controlador hasta el puerto de **fuentes** en la parte trasera del espectrómetro de masas.
5. Confirme que uno de los LED **A** y **B** está encendido.

Cuando la válvula de conmutación funciona, estos LED se iluminarán alternativamente al cambiar de posición la válvula.

Preparación para la instalación



¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

¡Sugerencia! No deseche el paquete vacío. Utilícelo para guardar la fuente de iones cuando no la esté usando.

- Ajuste la tuerca de ajuste del electrodo en la sonda para desplazar la punta del electrodo dentro del tubo del electrodo.

Para obtener una estabilidad y rendimiento óptimos, la punta del electrodo debe extenderse entre 0,5 mm y 1,0 mm desde el extremo de la sonda. Consulte [Optimización de la posición de la sonda TurbolonSpray®](#) en la página 30 o [Optimización de la posición de la sonda APCI](#) en la página 35.

Instale las sondas



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Instale las sondas en la fuente de iones antes de instalar la fuente de iones en el espectrómetro de masas.

PRECAUCIÓN: Posibles daños al sistema. No permita que la punta del electrodo que sobresale ni la aguja de descarga de corona toquen ninguna pieza de la carcasa de la fuente de iones para evitar dañar la sonda.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de que el electrodo sobresalga más allá de la punta de la sonda a fin de evitar que escapen vapores peligrosos de la fuente. El electrodo no debe estar embutido dentro de la sonda.

Las sondas no vienen preinstaladas en la fuente de iones. Instale las sondas en la caja de la fuente de iones antes de instalar la fuente de iones. Asegúrese de introducir cada sonda en la torre correcta. Las sondas no se pueden utilizar indistintamente.

Las sondas pueden introducirse y extraerse de forma independiente cuando haga falta. Consulte [Extracción de la fuente de iones en la página 41](#).

Si ninguna de las dos sondas está bien instalada en la caja de la fuente de iones, el software Analyst® avisará de que la fuente de iones no está instalada. La electricidad de alta tensión para el espectrómetro de masas y

Instalación de la fuente de iones

el sistema de escape de la fuente está apagada, y la pestaña Source/Gas del software Analyst[®] no muestra ni tensión ni temperatura.

1. Introduzca la sonda APCI en la torre situada a la izquierda de la fuente de iones cuando la ventana de vidrio esté frente a usted, introduciendo el pilar de plástico elevado en la ranura de la sonda. Consulte [Componentes de la fuente de iones en la página 12](#).
2. Presione suavemente la sonda hasta que los contactos se acoplen con los de la torre.
3. Gire el anillo de retención sobre la sonda, presiónelo para acoplar sus roscas con las roscas de la torre y, a continuación, apriételo.
4. Introduzca la sonda TurbolonSpray[®] en la torre que hay en la parte superior de la fuente de iones, introduciendo el pilar de plástico elevado en el surco de la sonda.
5. Presione suavemente la sonda hasta que los contactos se acoplen con los de la torre.
6. Gire el anillo de retención sobre la sonda, presiónelo para acoplar sus roscas con las roscas de la torre y, a continuación, apriete con la mano el anillo todo lo que pueda.

Conexión de los tubos de la fuente de iones para la introducción de muestras con la sonda TurbolonSpray[®]



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Para evitar fugas, compruebe que la tuerca del tubo de muestra está correctamente apretada antes de poner en funcionamiento este equipo.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de descarga eléctrica. No derive la conexión de unión a tierra. La unión de la conexión a tierra proporciona una conexión a tierra entre el espectrómetro de masas y el dispositivo de introducción de muestras.

Si no se utiliza la válvula de conmutación, siga estos pasos para conectar el tubo de muestra a la sonda TurbolonSpray[®].

1. Introduzca un trozo de 30 cm del tubo PEEK rojo en la tuerca del tubo de muestra en la parte superior de la sonda TurbolonSpray[®].
2. Instale la tuerca del tubo de muestra en el adaptador de la parte superior de la sonda TurbolonSpray[®] y apriete la tuerca del tubo de muestra con la mano todo lo que pueda.
3. Conecte el otro extremo del tubo PEEK rojo a la unión a tierra.

Conecte los tubos de la fuente de iones para la introducción de muestras con la sonda APCI



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Para evitar fugas, compruebe que la tuerca del tubo de muestra está correctamente apretada antes de poner en funcionamiento este equipo.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de descarga eléctrica. No derive la conexión de unión a tierra. La unión de la conexión a tierra proporciona una conexión a tierra entre el espectrómetro de masas y el dispositivo de introducción de muestras.

Si no se utiliza la válvula de conmutación, siga estos pasos para conectar el tubo de muestra a la sonda APCI.

1. Introduzca un trozo de 30 cm del tubo PEEK rojo en la tuerca del tubo de muestra en la parte superior de la sonda APCI.
2. Instale la tuerca del tubo de muestra en el adaptador de la parte superior de la sonda APCI y, a continuación, apriete la tuerca del tubo de muestra con las manos tanto como sea posible.
3. Conecte el otro extremo del tubo PEEK rojo a la unión a tierra.

Instalación de la fuente de iones en el espectrómetro de masas



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Instale las sondas en la fuente de iones antes de instalar la fuente de iones en el espectrómetro de masas.



¡ADVERTENCIA! Peligro de aplastamiento. Cuando instale la fuente de iones, tenga cuidado de no pillarse los dedos entre la fuente de iones y la interfaz de vacío.

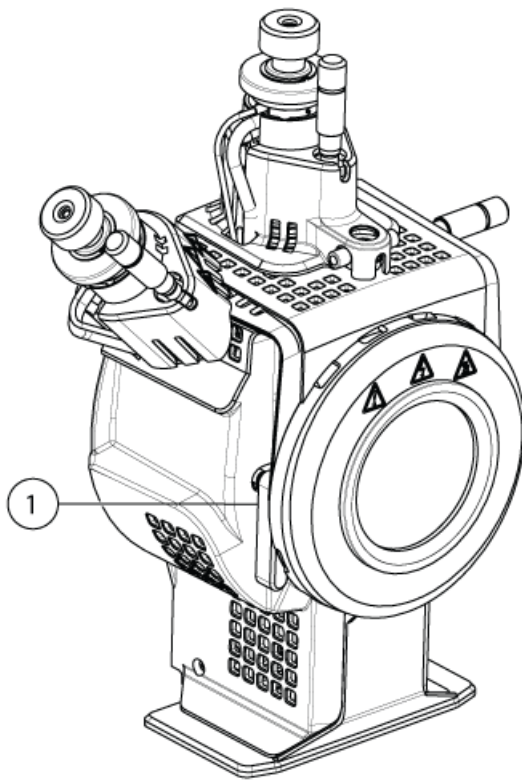
PRECAUCIÓN: Posibles daños al sistema. No permita que la punta del electrodo que sobresale ni la aguja de descarga de corona toquen ninguna pieza de la carcasa de la fuente de iones para evitar dañar la sonda.

Nota: Si la sonda no está instalada correctamente en la fuente de iones, se desactiva el suministro de alta tensión para el espectrómetro de masas y el sistema de escape de la fuente.

Instalación de la fuente de iones

1. Asegúrese de que los pestillos de la fuente de iones a cada lado de la fuente de iones apunten hacia arriba, en la posición de las 12 en punto. Consulte [Figura 3-2 en la página 24](#).
2. Alinee la fuente de iones con la interfaz de vacío asegurándose de que los pasadores de guía de la fuente de iones estén alineados con las tomas de corriente de la interfaz de vacío.
3. Presione suavemente la fuente de iones contra la interfaz de vacío y, a continuación, gire los pestillos de la fuente de iones hacia abajo para fijar la fuente de iones en su sitio.

Figura 3-2 Pestillo de la fuente de iones



Elemento	Descripción
1	Pestillo de la fuente en la posición de bloqueo (en la posición de las 6 en punto)

El espectrómetro de masas reconoce la fuente de iones y muestra la identificación de la fuente de iones en el software Analyst®.

4. Conecte el tubo PEEK rojo del dispositivo de suministro de muestras a la unión a tierra del otro lado de la fuente de iones.

Requisitos de la entrada de muestra

- Utilice las prácticas y los procedimientos analíticos apropiados para reducir al mínimo los volúmenes muertos externos. La entrada de muestra transfiere la muestra líquida a la entrada de la fuente de iones sin pérdidas y con volúmenes muertos mínimos.
- Prefiltre las muestras de forma que el tubo capilar de las entradas de muestra no quede bloqueado por partículas, muestras precipitadas o sales.
- Asegúrese de que todas las conexiones estén suficientemente apretadas para evitar fugas. No apriete demasiado.

Conexión del tubo de muestra

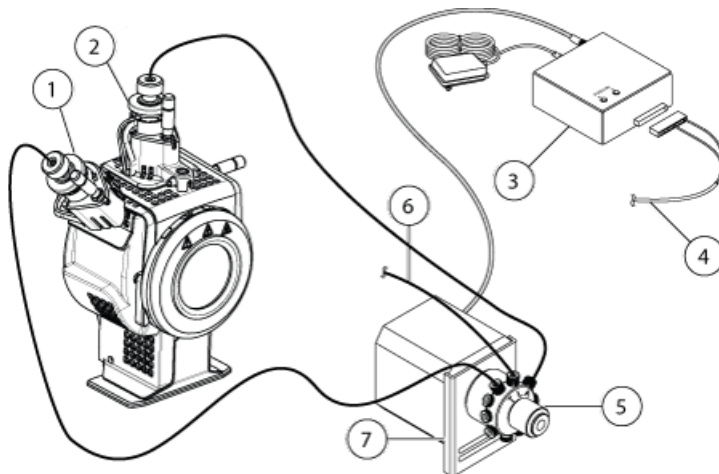


¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Para evitar fugas, compruebe que la tuerca del tubo de muestra está correctamente apretada antes de poner en funcionamiento este equipo.

Si no se utiliza la válvula de conmutación, siga estos pasos para conectar el tubo de la fuente a la sonda TurbolonSpray[®] y a la sonda APCI.

1. Conecte el tubo de muestra desde la columna de LC hasta el puerto de la válvula de conmutación central, señalado como **L**.
2. Introduzca el tubo de muestra de 0,005 pulgadas de diámetro interior desde los puertos de válvula hasta la parte superior de las sondas.
3. Coloque 30 cm de tubo PEEK en la tuerca del tubo de muestra en la sonda TurbolonSpray[®], apretando con la mano todo lo que pueda, y conecte el otro extremo en el puerto de la válvula señalado con una **T**.
4. Coloque 45 cm de tubo PEEK en la tuerca del tubo de muestra en la sonda APCI, apretando con la mano todo lo que se pueda, e introduzca el otro extremo en el puerto de la válvula señalado con una **A**.

Figura 3-3 Conexiones de la fuente de iones



Artículo	Descripción
1	Sonda APCI
2	Sonda TurbolonSpray®
3	Controlador de la válvula: el controlador de la válvula controla el motor de válvula, que controla la velocidad y frecuencia de conmutación. Recibe corriente de una fuente de alimentación externa de baja tensión y conexión directa.
4	Cable de control: el cable de control está conectado al puerto de fuentes de iones en la parte posterior del espectrómetro de masas.
5	Válvula de conmutación
6	Conexión a la columna de LC
7	Soporte de montaje de la válvula: el soporte de montaje de la válvula mantiene el conjunto de válvula y motor colocado encima del espectrómetro de masas.

Comprobación de fugas



¡ADVERTENCIA! Riesgo de toxicidad química. Utilice equipo de protección individual, incluidos una bata de laboratorio, guantes y gafas de seguridad, para evitar la exposición de la piel o los ojos.

- Inspeccione los adaptadores y los tubos para asegurarse de que no existen fugas.

Optimización de la fuente de iones

4



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Utilice la fuente de iones solo si dispone de los conocimientos y la formación adecuados para utilizar, contener y evacuar los materiales tóxicos o nocivos que se emplean con la fuente de iones.



¡ADVERTENCIA! Peligro de incendio. No dirija más de 3 ml/min de disolvente inflamable a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. No utilice la fuente de iones a menos que el sistema de escape de la fuente esté activado y funcionando cuando la fuente de iones y la sonda se encuentran correctamente instaladas.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de perforación, riesgo de radiación, riesgo biológico o riesgo por sustancias químicas tóxicas. Deje de usar la fuente de iones si la ventana de la misma está agrietada o rota y póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEX. Cualquier material tóxico o nocivo introducido en el equipo estará presente en la salida de escape de la fuente. Deseche los objetos con filo siguiendo los procedimientos de seguridad establecidos del laboratorio.

Optimice la fuente de iones cuando cambien la composición de la fase móvil, el analito o el caudal.

Al optimizar los parámetros dependientes de la fuente de iones, introduzca la muestra con el caudal que se vaya a utilizar durante el análisis de muestras, utilizando el análisis de inyección de flujos (FIA) o la infusión en T como método de introducción de muestras. Optimice la posición de la fuente de iones antes de optimizar los parámetros dependientes de la fuente de iones.

El rendimiento de la fuente se ve afectado por varios parámetros. Optimice el rendimiento cuando inyecte un compuesto conocido y supervise la señal del ión conocido. Ajuste los parámetros del micrómetro, el gas y la tensión para maximizar la relación señal/ruido y la estabilidad de la señal.

Consulte [Modo ESI en la página 11](#) o [Modo APCI en la página 11](#).

Introducción de muestras

Método

La corriente de muestra líquida se bombea a la fuente de iones mediante una bomba de LC, o bien mediante una bomba de jeringa. Si se introduce mediante una bomba de LC, la muestra se puede inyectar directamente en la fase móvil utilizando el análisis de inyección de flujos (FIA) o el conector en forma de T para infusión, a

Optimización de la fuente de iones

través de una bomba de jeringa, o bien mediante una columna de separación con un inyector de bucle o un procesador de muestras automático. Si se introduce con una bomba de jeringa, la muestra se inyecta directamente en la fuente de iones. La optimización de la infusión solo se puede utilizar para la optimización de la ruta iónica y la selección de fragmentos MS/MS.

La corriente de muestra líquida se bombea a la fuente de iones mediante una bomba de LC. La muestra se puede inyectar directamente en la fase móvil utilizando el análisis de inyección de flujos (FIA) o el conector en forma de T para infusión, a través de una bomba de jeringa (no suministrada), o bien mediante una columna de separación con un inyector de bucle o un procesador de muestras automático.

Caudal

Los caudales de la muestra los determina el sistema de LC o la bomba de jeringa. La sonda TurbolonSpray[®] es compatible con los rangos de caudal de 5 µl/min a 3000 µl/min. La sonda APCI es compatible con caudales de 50 µl/min a 3000 µl/min.

Optimización de la sonda TurbolonSpray[®]



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de que el sistema de escape de la fuente esté correctamente conectado y que la ventilación general del laboratorio sea adecuada. Es necesaria una ventilación adecuada del laboratorio para controlar las emisiones de los disolventes y muestras, y para el funcionamiento seguro del espectrómetro de masas.



¡ADVERTENCIA! Peligro de incendio. No dirija más de 3 ml/min de disolvente inflamable a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. No utilice la fuente de iones a menos que el sistema de escape de la fuente esté activado y funcionando cuando la fuente de iones y la sonda se encuentran correctamente instaladas.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de que el electrodo sobresalga más allá de la punta de la sonda a fin de evitar que escapen vapores peligrosos de la fuente. El electrodo no debe estar embutido dentro de la sonda.

PRECAUCIÓN: Posibles daños al sistema. Si el sistema HPLC conectado al espectrómetro de masa no está controlado por el software, no deje desatendido el espectrómetro de masas mientras está en funcionamiento. La corriente de líquido de los del sistema HPLC puede inundar la fuente de iones cuando el espectrómetro de masas pasa al modo de espera.

Nota: Para mantener el sistema limpio y con un funcionamiento óptimo, ajuste la posición de la sonda al cambiar el caudal.

¡Sugerencia! Es más fácil optimizar la señal y la relación señal/ruido con el análisis de inyección de flujo que con las inyecciones en la columna.

Nota: Si la tensión de IonSpray™ es demasiado alta, podría producirse una descarga de la corona. Esto es visible como un resplandor azul en la punta de la sonda. Una descarga de la corona producirá una reducción de la sensibilidad y la estabilidad de la señal.

Nota: El voltaje de IonSpray™ siempre se aplica a la sonda TurbolonSpray® y a la sonda APCI simultáneamente, y el parámetro de temperatura se aplica siempre a los calentadores turbo y APCI simultáneamente.

Caudal y temperatura de la fuente de iones

El caudal de introducción de la muestra y la composición del disolvente de la muestra pueden afectar a la temperatura óptima de la sonda TurbolonSpray®. Un caudal superior o un contenido más acuoso requieren una temperatura óptima mayor.

La sonda TurbolonSpray® se emplea normalmente con caudales de muestra de entre 5 y 1000 µl/min. El calor se utiliza para aumentar el índice de evaporación, lo que mejora la eficiencia de la ionización y da lugar a una mayor sensibilidad. Los caudales extremadamente bajos de disolventes con alto contenido orgánico no suelen necesitar temperaturas elevadas. Consulte [Tensiones y parámetros de la fuente en la página 62](#).

Configuración del sistema

1. Configure la bomba HPLC para suministrar la fase móvil con el caudal necesario. Consulte [Tensiones y parámetros de la fuente en la página 62](#).
2. Conecte la unión de conexión a tierra de la fuente de iones a una bomba HPLC, mediante un inyector equipado con un bucle de 5 µl, o a un procesador de muestras automático.
3. Si utiliza un procesador de muestras automático, configúrelo para realizar varias inyecciones.

Preparación del sistema

1. Inicie el software Analyst®.
2. En la barra de navegación, en el modo **Tune and Calibrate**, haga doble clic en **Manual Tuning**.
3. Abra un método optimizado con anterioridad, o bien cree un método basado en los compuestos.
4. Si la fuente de iones se ha dejado enfriar, haga lo siguiente.
 - a. Configure el parámetro **Temperature (TEM)** en **450**.
 - b. Deje que la fuente de iones se caliente durante 30 minutos.

Optimización de la fuente de iones

La fase de 30 minutos de calentamiento evita que los vapores de los disolventes se condensen en la sonda fría.

5. Inicie el flujo y la inyección de muestras.

Configuración de las condiciones de partida

1. En el Tune Method Editor, asegúrese de que esté seleccionado el **Scan Type** correcto.
2. En la pestaña Source/Gas, escriba un valor de inicio para **Ion Source Gas 1 (GS1)**.

En bombas de LC, utilice un valor entre 40 y 60 para Gas 1.

3. Escriba un valor inicial para **Ion Source Gas 2 (GS2)**.

En bombas de LC, utilice un valor entre 30 y 50 para Gas 2.

Nota: Gas 2 se utiliza con caudales mayores típicos en un sistema de LC y en colaboración con una mayor temperatura.

4. Escriba **4500** en el campo **IonSpray Voltage (IS)**.
5. Escriba **30** en el campo **Curtain Gas**.
6. Inicie la adquisición.

Optimización de la posición de la sonda TurbolonSpray®



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de que el electrodo sobresalga más allá de la punta de la sonda a fin de evitar que escapen vapores peligrosos de la fuente. El electrodo no debe estar embutido dentro de la sonda.



¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

Después de optimizar la sonda ya solo necesitará pequeños ajustes. Si ha quitado la sonda, o si cambia la composición del analito, el caudal o el disolvente, repita el procedimiento de optimización.

1. Mire a través de la ventana del alojamiento de la fuente de iones para ver la posición de la sonda.
2. Utilice la configuración anterior del micrómetro vertical y horizontal o defina **5** como su posición inicial.
3. Controle la señal o la relación señal/ruido de los analitos en el software Analyst®.
4. Utilice el micrómetro horizontal para ajustar la posición de la sonda con pequeños incrementos hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

La sonda se puede optimizar ligeramente a cada lado de la abertura.

¡Sugerencia! Ajuste la regulación del micrómetro horizontal para dirigir el pulverizador de líquido desde la sonda TurbolonSpray® hacia un punto alejado de la abertura para evitar la contaminación de esta; evitar la penetración del flujo de Curtain Gas™, que podría dar lugar a una señal inestable, y evitar cortocircuitos debido a la presencia de líquidos.

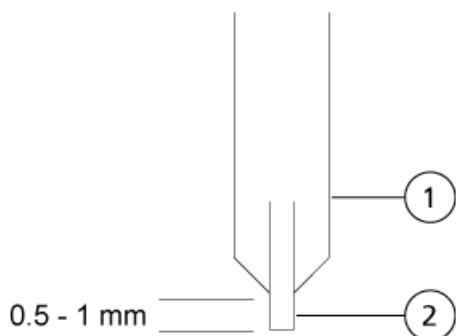
- Utilice el micrómetro vertical para ajustar la posición de la sonda con pequeños incrementos hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

Nota: La posición vertical de la sonda depende del caudal. Con caudales más bajos, la sonda debe estar más cerca de la abertura. Con caudales más altos, la sonda debe estar más alejada.

- Ajuste la tuerca negra de ajuste del electrodo en la sonda para introducir el tubo del electrodo en la sonda y para extraerlo de la misma. La punta del electrodo debe sobresalir entre 0,5 mm y 1,0 mm del extremo de la sonda.

El ajuste óptimo para la punta del electrodo depende del compuesto. La distancia a la que sobresale la punta del electrodo influye en la forma del cono de pulverización, y la forma del cono de pulverización afecta a la sensibilidad del espectrómetro de masas.

Figura 4-1 Ajuste de la extensión de la punta del electrodo



Artículo	Descripción
1	Sonda
2	Electrodo

Optimización de los parámetros de la fuente de iones y del gas y la tensión

Optimice el Gas 1 de la fuente de iones (gas nebulizador) para conseguir una mayor sensibilidad y estabilidad de la señal. El Gas 2 de la fuente de iones (gas del calentador) ayuda a evaporar el disolvente, lo que ayuda a incrementar la ionización de la muestra.

Una temperatura demasiado elevada puede provocar una vaporización prematura del disolvente en la punta de la sonda de TurbolonSpray®, especialmente si la sonda sobresale demasiado, lo que provoca inestabilidad

Optimización de la fuente de iones

en la señal y un alto ruido químico de fondo. De igual modo, un flujo de gas del calentador elevado puede producir una señal ruidosa o inestable.

Utilice la tensión de IonSpray™ más baja posible sin perder la señal. Céntrese en la señal/ruido y no solo en la señal. Si la tensión de IonSpray™ es demasiado alta, podría producirse una descarga de la corona. La descarga puede verse como un resplandor azul en la punta de la sonda TurbolonSpray®. Esto producirá una reducción de la sensibilidad y la estabilidad señal de iones.

1. Ajuste **GS1** y **GS2** en incrementos de 5 hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

Nota: GS2 se utiliza con caudales mayores típicos de un sistema de LC y con una mayor temperatura.

2. Aumente el valor del campo **CUR** hasta que la señal empiece a disminuir.

Nota: Para evitar la contaminación, utilice el valor de CUR más alto posible sin sacrificar sensibilidad. No configure un valor de CUR por debajo de 20. Esto ayuda a evitar la penetración del flujo de Curtain Gas™, que puede producir una señal ruidosa, a evitar la contaminación de la abertura y aumentar la relación señal/ruido general.

3. Ajuste **IS** en incrementos de 500 V a fin de maximizar la relación señal/ruido.

Optimización de la temperatura del calentador turbo

La temperatura óptima del calentador depende del compuesto, el caudal y la composición de la fase móvil. Cuanto mayor sea el caudal y mayor la composición acuosa, mayor será la temperatura optimizada.

Cuando optimice la temperatura de la fuente, asegúrese de que la fuente de iones está equilibrada con respecto al nuevo ajuste de la temperatura.

- Ajuste el valor **TEM** en incrementos de entre 50 °C y 100 °C hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

Optimización de sonda APCI



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de que el sistema de escape de la fuente esté correctamente conectado y que la ventilación general del laboratorio sea adecuada. Es necesaria una ventilación adecuada del laboratorio para controlar las emisiones de los disolventes y muestras, y para el funcionamiento seguro del espectrómetro de masas.



¡ADVERTENCIA! Peligro de incendio. No dirija más de 3 ml/min de disolvente inflamable a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. No utilice la fuente de iones a menos que el sistema de escape de la fuente esté activado y funcionando cuando la fuente de iones y la sonda se encuentran correctamente instaladas.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de que el electrodo sobresalga más allá de la punta de la sonda a fin de evitar que escapen vapores peligrosos de la fuente. El electrodo no debe estar embutido dentro de la sonda.

PRECAUCIÓN: Posibles daños al sistema. Si el sistema HPLC conectado al espectrómetro de masa no está controlado por el software, no deje desatendido el espectrómetro de masas mientras está en funcionamiento. La corriente de líquido de los del sistema HPLC puede inundar la fuente de iones cuando el espectrómetro de masas pasa al modo de espera.

Nota: El caudal mínimo que admite la sonda APCI es de 200 µl/min. Consulte [Parámetros de la sonda APCI en la página 63](#) para obtener una lista completa de todos los parámetros de la sonda APCI.

¡Sugerencia! Es más fácil optimizar la señal y la relación señal/ruido con el análisis de inyección de flujo que con las inyecciones en la columna.

Nota: El voltaje de IonSpray™ siempre se aplica a la sonda TurbolonSpray® y a la sonda APCI simultáneamente, y el parámetro de temperatura se aplica siempre a los calentadores turbo y APCI simultáneamente.

Nota: Cuando utilice la sonda APCI, asegúrese de que la aguja de descarga de la corona esté apuntando hacia la abertura.

Configuración del sistema

1. Configure la bomba HPLC para suministrar la fase móvil con el caudal necesario. Consulte [Tensiones y parámetros de la fuente en la página 62](#).
2. Conecte la unión de conexión a tierra de la fuente de iones a una bomba HPLC, mediante un inyector equipado con un bucle de 5 µl, o a un procesador de muestras automático.
3. Si utiliza un procesador de muestras automático, configúrelo para realizar varias inyecciones.

Preparación del sistema

1. Inicie el software Analyst®.

Optimización de la fuente de iones

2. En la barra de navegación, en el modo **Tune and Calibrate**, haga doble clic en **Manual Tuning**.
3. Abra un método optimizado con anterioridad, o bien cree un método basado en los compuestos.
4. Si la fuente de iones se ha dejado enfriar, haga lo siguiente.
 - a. Configure el parámetro **Temperature (TEM)** en **450**.
 - b. Deje que la fuente de iones se caliente durante 30 minutos.

La fase de 30 minutos de calentamiento evita que los vapores de los disolventes se condensen en la sonda fría.
5. Inicie el flujo y la inyección de muestras.

Configuración de las condiciones de partida

Nota: El valor del parámetro GS1 que utiliza la sonda TurbolonSpray® podría influir en el rendimiento de la sonda APCI. Ajuste el valor del parámetro GS1 para alcanzar un rendimiento óptimo.

Nota: Se utiliza Gas 2 como un gas nebulizador para la sonda APCI.

1. En el Tune Method Editor, asegúrese de que esté seleccionado el **Scan Type** correcto.
2. En la pestaña **Source/Gas** (Fuente/Gas) en Tune Method Editor (Editor del método de ajuste), seleccione **HN** de la lista.
3. Escriba **0** en el campo **Ion Source Gas 1 (GS1)** [Gas 1 de la fuente de iones (GS1)].
4. Escriba **20** en el campo **Ion Source Gas 2 (GS2)**.
5. Escriba **30** en el campo **Curtain Gas**.
6. Escriba **1** en el campo **Nebulizer Current (NC)**.
7. Inicie la adquisición.

Optimización del flujo de Gas 2 y Curtain Gas™

1. Ajuste **GS2** en incrementos de 5 hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.
2. Aumente el parámetro **CUR** hasta que la señal comience a disminuir.

Nota: Para evitar la contaminación, utilice el valor de CUR más alto posible sin sacrificar sensibilidad. No configure un valor de CUR por debajo de 20. Esto ayuda a evitar la penetración del flujo de Curtain Gas™, que puede producir una señal ruidosa, a evitar la contaminación de la abertura y aumentar la relación señal/ruido general.

Ajuste de la posición de la aguja de descarga de la corona

Materiales necesarios

- Destornillador de punta plana aislado



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Siga este procedimiento para evitar el contacto con las altas tensiones aplicadas a la aguja de descarga de corona, la placa de chapa y los calentadores.

Cuando utilice la sonda APCI, asegúrese de que la aguja de descarga de la corona esté apuntando hacia la abertura. Cuando utilice la sonda TurbolonSpray[®], asegúrese de que la aguja de descarga de la corona no apunte hacia la abertura.

1. Utilice un destornillador de punta plana aislado para girar el tornillo de ajuste de la aguja de descarga de corona de la parte superior de la aguja.
2. Mire a través de la ventana de vidrio para asegurarse de que la aguja está alineada con la punta que se dirige hacia la abertura.

Optimización de la posición de la sonda APCI



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de que el electrodo sobresalga más allá de la punta de la sonda a fin de evitar que escapen vapores peligrosos de la fuente. El electrodo no debe estar embutido dentro de la sonda.

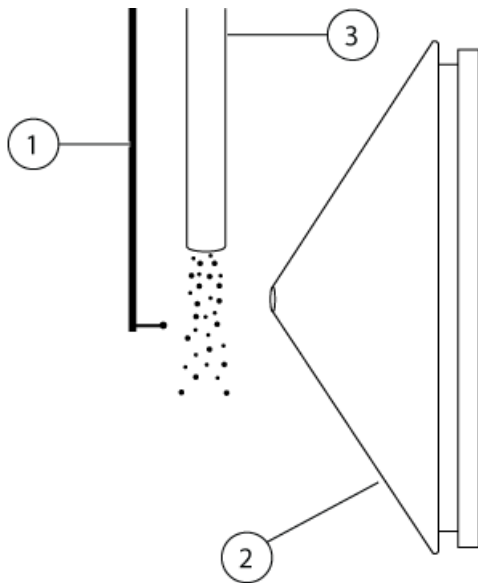


¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

Asegúrese de que la abertura de la placa de chapa no presente disolvente ni gotas de disolvente en ningún momento.

La posición de la boquilla pulverizadora afecta a la sensibilidad y la estabilidad de la señal. Ajuste la posición de la sonda solo con pequeños incrementos. En el caso de caudales más bajos, coloque la sonda más cerca de la abertura. En el caso de caudales más altos, coloque la sonda más alejada de la abertura. Después de optimizar la sonda ya solo necesitará pequeños ajustes. Si se ha quitado la sonda, o si cambia la composición del analito, el caudal o el disolvente, repita el procedimiento de optimización.

Figura 4-2 Posición de la boquilla pulverizadora



Artículo	Descripción
1	Aguja de descarga de la corona
2	Placa de chapa
3	Sonda APCI

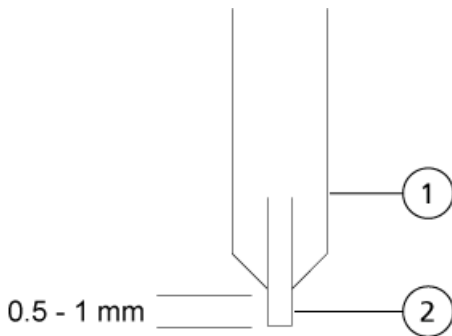
1. Utilice el ajuste del micrómetro anterior o utilice 5 como posición inicial.

Nota: Para evitar reducir el rendimiento del espectrómetro de masas, no pulverice directamente en la abertura.

2. Controle la señal o la relación señal/ruido de los analitos en el software Analyst[®].
3. Utilice el micrómetro vertical para ajustar la sonda en pequeños incrementos hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.
4. Ajuste la tuerca negra de ajuste del electrodo en la sonda para introducir el tubo del electrodo en la sonda y para extraerlo de la misma. La punta del electrodo debe sobresalir entre 0,5 mm y 1,0 mm del extremo de la sonda.

El ajuste óptimo para la punta del electrodo depende del compuesto. La distancia a la que sobresale la punta del electrodo influye en la forma del cono de pulverización, y la forma del cono de pulverización afecta a la sensibilidad del espectrómetro de masas.

Figura 4-3 Ajuste de la extensión de la punta del electrodo



Artículo	Descripción
1	Sonda
2	Electrodo

Optimización de la tensión del IonSpray™

- En modo positivo, comience con el valor 5500 y vaya disminuyéndolo en pasos de entre 100 V y 500 V. En modo negativo, comience con el valor -4500 y vaya aumentándolo en pasos de entre 100 V y 500 V. Siga ajustando hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

Este parámetro normalmente se optimiza alrededor de 5500 V en modo positivo. Si no se observan cambios en la señal al aumentar IS, deje IS en el ajuste más bajo que proporcione la mejor señal o relación señal/ruido.

Optimización de la temperatura de la sonda APCI

La cantidad y el tipo de disolvente afectan a la temperatura óptima de la sonda APCI. A caudales mayores, aumenta la temperatura óptima.

- Ajuste el valor **TEM** en incrementos de entre 50 °C y 100 °C hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

Sugerencias de optimización

La optimización de la fuente de iones minimiza la necesidad de limpiar la fuente de iones y los componentes de la interfaz de vacío.

- Utilice la temperatura más alta posible al optimizar compuestos. Una temperatura de 700 °C es común para muchos compuestos. Las temperaturas altas ayudan a mantener limpia la fuente de iones y reducir el ruido de fondo.

Optimización de la fuente de iones

- Utilice el mayor caudal posible de Curtain Gas™ (CUR) sin disminuir la señal. Esto le ayudará a lo siguiente:
 - Evitar la penetración del flujo de Curtain Gas™ que puede producir una señal ruidosa.
 - Evitar la contaminación de la abertura.
 - Aumentar la relación señal/ruido general.
- Ajuste la configuración del micrómetro horizontal para alejar la pulverización del líquido de la sonda de la abertura para:
 - Evitar la contaminación de la abertura.
 - Evitar la penetración del flujo de Curtain Gas™, que podría producir una señal inestable.
 - Evitar cortocircuitos debido a la presencia de líquido.
Para ello, utilice el micrómetro vertical para elevar la sonda.
- Utilice la tensión de IonSpray™ más baja posible sin perder la señal. Céntrese en la señal/ruido y no solo en la señal.

Mantenimiento de la fuente de iones

5

La siguiente advertencia se aplica a todos los procedimientos de mantenimiento de esta sección.



¡ADVERTENCIA! Peligro de superficies calientes. Espere un mínimo de 30 minutos para que la fuente de iones se enfríe antes de iniciar cualquier procedimiento de mantenimiento. Las superficies de la fuente de iones se calientan durante su funcionamiento.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de incendio y sustancias químicas tóxicas. Mantenga los líquidos inflamables lejos de las llamas y las chispas, y utilícelos solo en campanas extractoras de humos químicos ventilados o en cabinas de seguridad.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de toxicidad química. Utilice equipo de protección individual, incluidos una bata de laboratorio, guantes y gafas de seguridad, para evitar la exposición de la piel o los ojos.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de radiación, material biológico, o sustancias químicas tóxicas. En caso de derrame de sustancias químicas, revise las fichas técnicas para conocer las instrucciones específicas. Utilice el equipo de protección individual adecuado y toallitas absorbentes para contener el derrame y deséchelas según lo dispuesto por las normas locales.



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Evite el contacto con las altas tensiones aplicadas a la fuente de iones durante el funcionamiento. Ponga el sistema en el modo Standby antes de ajustar el tubo de muestra u otros equipos cerca de la fuente de iones.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de perforación, riesgo de radiación, riesgo biológico o riesgo por sustancias químicas tóxicas. Deje de usar la fuente de iones si la ventana de la misma está agrietada o rota y póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEX. Cualquier material tóxico o nocivo introducido en el equipo estará presente en la salida de escape de la fuente. Deseche los objetos con filo siguiendo los procedimientos de seguridad establecidos del laboratorio.

PRECAUCIÓN: Posibles daños al sistema. No levante o transporte la fuente de iones con una mano. La fuente de iones está diseñada para que se levante o transporte con las asas dispuestas a cada lado.

Mantenimiento de la fuente de iones

Esta sección contiene procedimientos generales de mantenimiento para la fuente de iones. Para determinar la frecuencia con la que se debe limpiar la fuente de iones o realizar un mantenimiento preventivo, tenga en cuenta lo siguiente:

- Compuestos probados
- Limpieza de los métodos de preparación
- Cantidad de tiempo que una sonda inactiva contiene una muestra
- Tiempo de ejecución del sistema general

Estos factores pueden provocar cambios en el rendimiento de la fuente de iones, lo que indica que se requiere un mantenimiento.

Asegúrese de que la fuente de iones instalada esté totalmente sellada al espectrómetro de masas y que no haya signos de fugas de gas. Inspeccione con regularidad la fuente de iones y sus adaptadores para comprobar que no existan fugas. Limpie los componentes de la fuente de iones con regularidad para mantenerla en buen estado de funcionamiento.

PRECAUCIÓN: Posibles daños al sistema. Utilice solo el método de limpieza y los materiales recomendados para evitar dañar los equipos.

Materiales necesarios

- Llave de boca de 0,25 pulgadas
- Destornillador de punta plana
- Metanol de grado MS
- Agua desionizada de grado HPLC
- Gafas de seguridad
- Máscara y filtro de respiración
- Guantes no empolvados (se recomienda que sean de nitrilo o neopreno)
- Bata de laboratorio

Calendario de mantenimiento recomendado

En la [Tabla 5-1](#) se proporciona el programa recomendado de limpieza y mantenimiento de la fuente de iones. Consulte la lista de consumibles y repuestos en la *Guía de piezas y equipos de las fuentes de iones y los espectrómetros de masas*.

¡Sugerencia! Realice las tareas de mantenimiento regularmente para garantizar que el espectrómetro de masas tenga un rendimiento óptimo.

Póngase en contacto con una persona de mantenimiento cualificada para realizar el pedido de piezas consumibles y para los requisitos básicos de servicio y mantenimiento. Póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEX para el resto de requisitos de mantenimiento y reparaciones.

Nota: Para obtener información sobre los números de referencia, consulte la *Guía de piezas y equipos* del espectrómetro de masas.

Tabla 5-1 Tareas de mantenimiento

Componente	Frecuencia	Tarea	Para obtener más información...
TurbolonSpray® y sondas de APCI	Según las necesidades	Reemplazar	Consulte Extracción de la sonda en la página 45 y Instale las sondas en la página 21 .
TurbolonSpray® y electrodos de APCI	Según las necesidades	Inspeccionar y reemplazar	Consulte Sustitución del electrodo en la página 46 .
Aguja de descarga de la corona	Según las necesidades	Reemplazar	Consulte Sustitución de la aguja de descarga de la corona en la página 49 .
Calentador turbo	Según las necesidades	Reemplazar	Póngase en contacto una persona de mantenimiento cualificada o con un representante del servicio técnico.
Tubo de muestra	Según las necesidades	Reemplazar	Consulte Conexión del tubo de muestra en la página 25 .

Extracción de la fuente de iones

Nota: (Sistemas 3500, 4500, 5500, 6500 y sistemas 6500+) El nitrógeno sigue fluyendo a una velocidad de 5,3 l/min cuando el espectrómetro de masas está apagado o la fuente de iones se elimina del sistema. Para minimizar el consumo de gas nitrógeno y para mantener limpio el espectrómetro de masas cuando no se esté utilizando, deje instalada la fuente de iones en el espectrómetro y el sistema encendido.

La fuente de iones se puede extraer fácil y rápidamente sin necesidad de herramientas. Extraiga siempre la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de realizar cualquier operación de mantenimiento en la fuente de iones o de intercambiar sondas.

1. Detenga todas las exploraciones en curso.
2. Desconecte la corriente de muestra.
3. Escriba **0** en el campo **TEM**, si se están utilizando los calentadores.
4. Espere al menos 30 minutos para que la fuente de iones se enfríe.
5. Desconecte el tubo de muestra de la unión a tierra.
6. Gire los dos pestillos de la fuente hacia arriba, hasta la posición de las 12 en punto, para liberar la fuente de iones.

Mantenimiento de la fuente de iones

7. Separe suavemente la fuente de iones de la interfaz de vacío.

Nota: Tenga cuidado de no perder las juntas tóricas instaladas en la interfaz de vacío.

8. Coloque la fuente de iones sobre una superficie limpia y segura.

Limpieza de las superficies de la fuente de iones

Procedimientos de condiciones previas

- [Extracción de la fuente de iones en la página 41](#)



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.

Limpie las superficies de la fuente de iones después de un derrame o cuando estén sucias.

- Limpie la superficie de la fuente de iones con un paño suave y húmedo.

Limpieza de la válvula de conmutación y las sondas

Enjuague periódicamente la fuente de iones, independientemente del tipo de compuestos muestreado. Realice esta tarea configurando un método en el software Analyst[®] específicamente para realizar una operación de lavado.

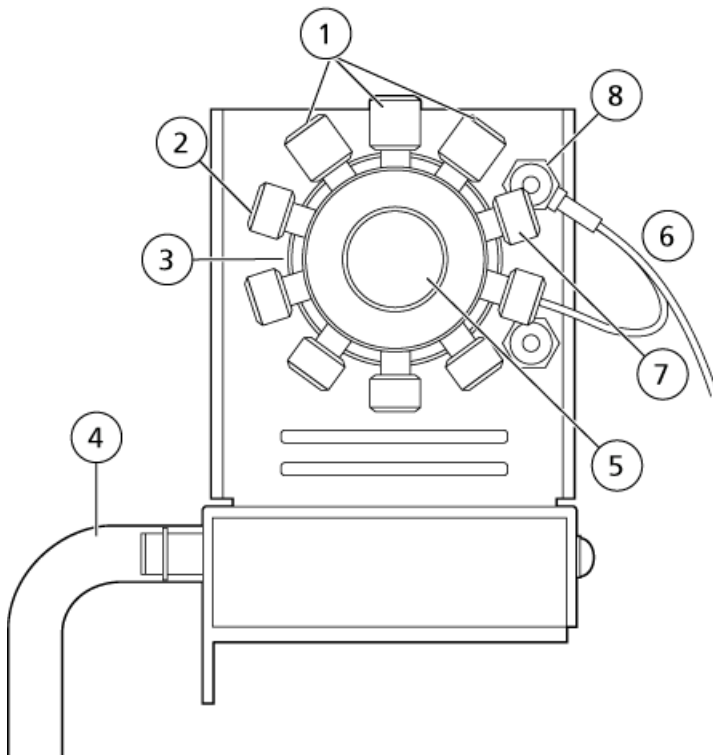
1. Cambie a una fase móvil que con una proporción 1:1 de agua:acetonitrilo, o bien 1:1 de agua:metanol.
2. Ajuste la posición de las sondas de modo que queden lo más lejos posible del orificio.
3. En el software Analyst[®] haga lo siguiente:
 - a. Cree un método de MS.
 - b. Establezca **TEM** entre **500** y **600**.
 - c. Establezca **GS1** y **GS2** al menos a **40**.
 - d. Configure **CUR** con el valor más alto posible.
4. Espere hasta que se alcance el punto de ajuste de **TEM**.
5. Dirija el flujo de fase móvil a través de la válvula de conmutación, el tubo y cada sonda a 1 ml/min durante 10-15 minutos.
6. Asegúrese de que ambas sondas y el tubo de muestras queden perfectamente enjuagados.

Sustitución de las válvulas de conmutación



¡ADVERTENCIA! Peligro medioambiental. No elimine los componentes del sistema como residuos urbanos sin clasificar. Siga las normas locales de eliminación de componentes.

Figura 5-1 Válvula de conmutación



Elemento	Descripción
1	Tubo de muestra adaptadores (tres)
2	Tapones (seis)
3	Cabezal de la válvula
4	Tubo de escape
5	Tuerca moleteada
6	Cable de tierra
7	Puerto de tierra
8	Tuerca de tierra

Extracción del rotor

1. Apague el flujo de muestra.
2. Extraiga la tuerca moleteada de la parte delantera de la válvula y sepárela de la válvula.
3. Utilice el lápiz magnético para sacar el rotor de la válvula.

El rotor está situado inmediatamente detrás de la tuerca moleteada.

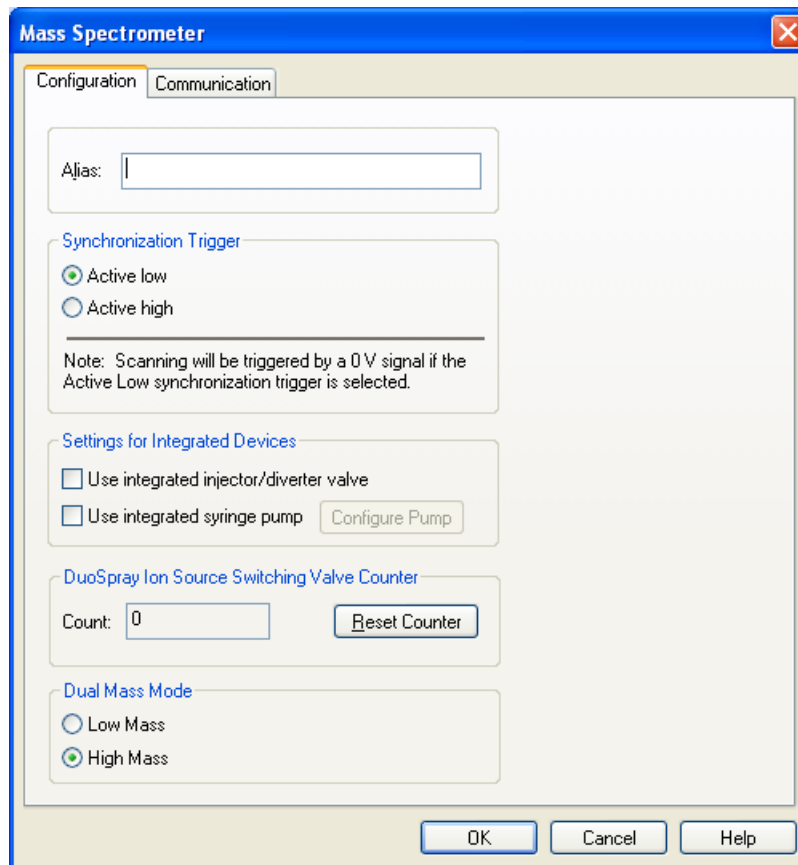
Instalación del rotor

El software Analyst[®] realiza el seguimiento del uso de la válvula de conmutación, y un contador en la pestaña Configuration muestra dicho uso. Restablezca el contador cada vez que sustituya el rotor o cuando así lo especifiquen los procedimientos del laboratorio.

1. Utilice el lápiz magnético para volver a instalar el rotor, con cuidado de no rayar la superficie reflejada en el interior de la válvula o de tocar la junta del rotor.
2. Sustituya el adaptador moleteado de la parte delantera de la válvula y apriételo con la mano hasta que alcance el tope del final.
3. Para restablecer el contador de la válvula de conmutación, siga estos pasos:
 - a. Inicie sesión en el software Analyst[®] como administrador.
 - b. En la barra de navegación, en **Configure**, haga doble clic en **Hardware Configuration**.
 - c. Haga clic en **Deactivate Profile** y, a continuación, en **Edit Profile**.
 - d. Haga clic en el espectrómetro de masas en el campo **Devices in current profile** y después, en **Setup Device**.

- e. En la pestaña **Configuration**, haga clic en **Reset Counter**.

Figura 5-2 Pestaña de configuración para los instrumentos de las series 6500 y 6500⁺



4. Haga clic en **OK**.

Extracción de la sonda



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.

PRECAUCIÓN: Posibles daños al sistema. No permita que la punta del electrodo que sobresale ni la aguja de descarga de corona toquen ninguna pieza de la carcasa de la fuente de iones para evitar dañar la sonda.

La sonda se puede extraer fácil y rápidamente sin necesidad de herramientas. Extraiga siempre la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de cambiar las sondas o de realizar el mantenimiento de la sonda.

Mantenimiento de la fuente de iones

Procedimientos de condiciones previas

- [Extracción de la fuente de iones en la página 41](#)

1. Afloje la tuerca del tubo de muestra y luego desconecte el tubo de muestra de la sonda.
2. Afloje el anillo de retención que sujeta la sonda en la caja de la fuente de iones.
3. Tire suavemente de la sonda hacia arriba y sáquela de la torre.
4. Coloque la sonda en una superficie limpia y segura.

Sustitución del electrodo



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.



¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

La sonda contiene un electrodo. Cambie el electrodo cuando observe un descenso del rendimiento.

Nota: Después de cambiar el electrodo, evalúe el efecto del cambio en el rendimiento del sistema.

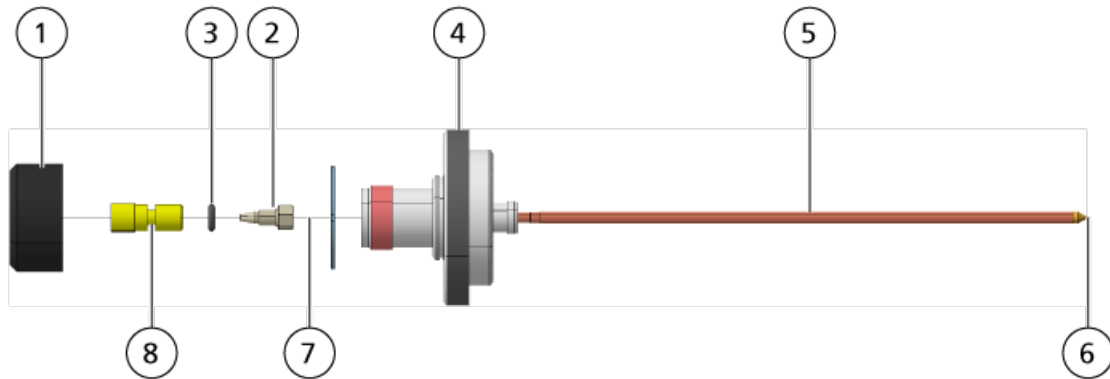
Procedimientos de condiciones previas

- [Extracción de la fuente de iones en la página 41](#)
- [Extracción de la sonda en la página 45](#)

Este procedimiento se aplica a ambas sondas.

1. Extraiga la tuerca de ajuste del electrodo y, a continuación, saque el electrodo.
2. Sosteniendo la sonda con la punta hacia abajo, de forma que el resorte permanezca dentro de la sonda, retire de la misma la unión PEEK y el tubo del electrodo acoplado.

Figura 5-3 Sonda, vista ampliada



Artículo	Descripción
1	Tuerca de ajuste del electrodo
2	Tuerca de retención de 1/4 de pulgada
3	Resorte
4	Anillo de retención
5	Tubo del pulverizador
6	Punta del electrodo
7	Tubo del electrodo
8	Unión PEEK

3. Utilice la llave de boca de 1/4 de pulgada para extraer la tuerca de retención que sostiene el tubo del electrodo en la unión PEEK.
4. Extraiga el tubo del electrodo de la tuerca de retención.
5. Introduzca el nuevo tubo del electrodo en la tuerca de retención y, a continuación, en la unión PEEK.

Asegúrese de que el tubo del electrodo esté introducido hasta el final en la unión PEEK. Si existe un hueco entre el tubo del electrodo y su emplazamiento dentro de la unión, puede producirse un volumen muerto.

6. Apriete la tuerca de retención.

No fuerce la tuerca de retención ni la apriete excesivamente, ya que el tubo podría presentar fugas.

7. Asegúrese de que el resorte esté aún dentro de la sonda y, a continuación, apriete la tuerca de ajuste del electrodo.
8. Alinee el tubo del electrodo con la abertura estrecha del tubo del pulverizador e introduzca la unión PEEK y el tubo del electrodo adherido en la sonda. Tenga cuidado de no doblar el tubo del electrodo.
9. Instale y después apriete la tuerca de ajuste del electrodo.
10. Instale la sonda. Consulte [Instale las sondas en la página 21](#) .

Mantenimiento de la fuente de iones

11. Conecte el tubo de muestra. Consulte la [Conexión del tubo de muestra en la página 25](#).
12. Instale la fuente de iones en el espectrómetro de masas. Consulte la [Instalación de la fuente de iones en la página 19](#).
13. Ajuste la extensión de la punta del electrodo. Consulte [Optimización de la posición de la sonda TurbolonSpray® en la página 30](#) o [Optimización de la posición de la sonda APCI en la página 35](#).

Sustituya la punta de la aguja de descarga de corona



¡ADVERTENCIA! Peligro de superficies calientes. Espere un mínimo de 30 minutos para que la fuente de iones se enfríe antes de iniciar cualquier procedimiento de mantenimiento. Las superficies de la fuente de iones se calientan durante su funcionamiento.



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Asegúrese de que la fuente de iones está totalmente desconectada del espectrómetro de masas antes de continuar.

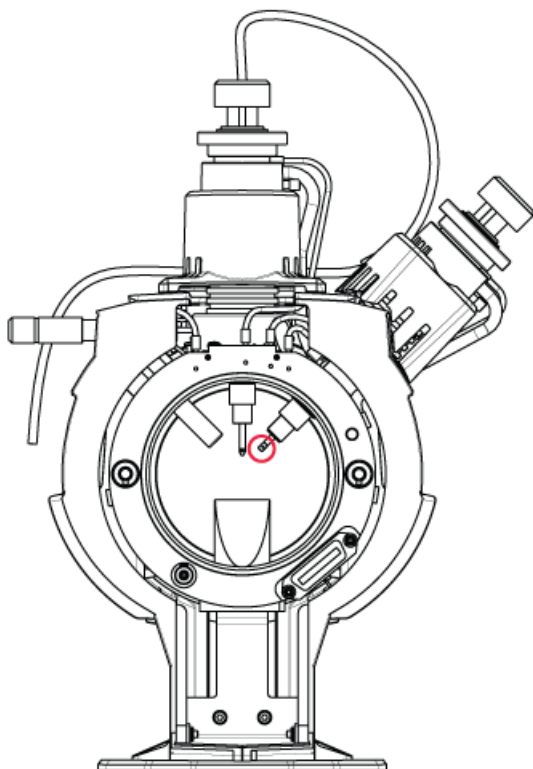


¡ADVERTENCIA! Peligro de punción. Manipule con cuidado la aguja. La punta de la aguja es muy afilada.

Reemplace la punta de la aguja de descarga de la corona si presenta corrosión.

1. Extraiga la fuente de iones del espectrómetro de masas. Consulte la [Extracción de la fuente de iones en la página 41](#).
2. Gire la fuente de iones para se pueda acceder al lado abierto.
3. Presione la perilla de ajuste de la descarga de corona en la parte superior de la torre. La aguja de descarga de corona se extiende.
4. Mientras sostiene la punta de la aguja de descarga de corona entre el dedo índice y el pulgar de una mano y la aguja de descarga de corona con la otra mano, gire la punta de dicha aguja en sentido contrario al de las agujas del reloj para aflojarla y extraerla con cuidado.

Figura 5-4 Punta de la aguja de descarga de corona en la parte posterior de la fuente de iones



5. Sosteniendo una nueva punta entre el dedo índice y el pulgar de una mano y la aguja de descarga de la corona con la otra mano, gire la punta de la aguja de descarga de la corona en el sentido de las agujas del reloj para instalar la punta.
6. Instale la fuente de iones en el espectrómetro de masas. Consulte la [Instalación de la fuente de iones en la página 19](#).

Sustitución de la aguja de descarga de la corona



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.



¡ADVERTENCIA! Peligro de punción. Manipule con cuidado la aguja. La punta de la aguja es muy afilada.

Mantenimiento de la fuente de iones

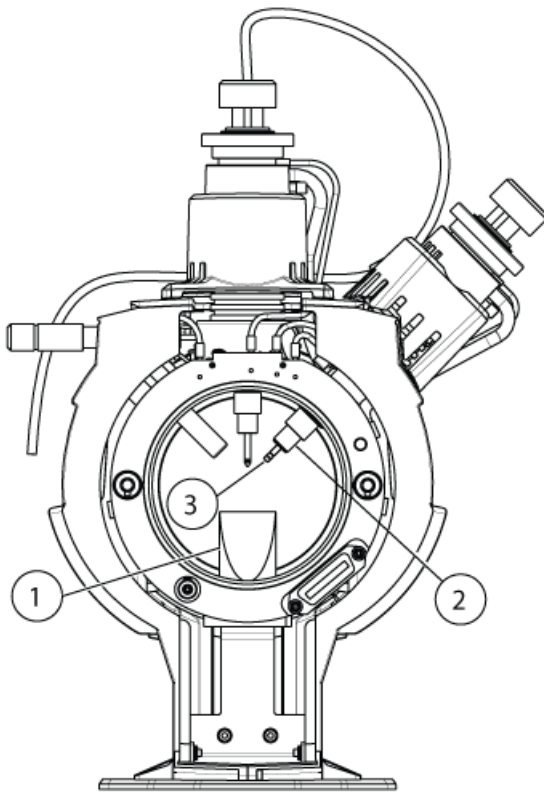
Procedimientos de condiciones previas

- [Extracción de la fuente de iones en la página 41](#)
- [Extracción de la sonda en la página 45](#)

Si la punta de la aguja de descarga de la corona se obstruye, es posible que no pueda sacarla manualmente. En ese caso, corte la punta de la aguja para sacarla y después sustituya todo el conjunto de la aguja de descarga de la corona.

1. Gire la fuente de iones para se pueda acceder al lado abierto.

Figura 5-5 Aguja de descarga de corona



Artículo	Descripción
1	Chimenea de escape
2	Manguito cerámico
3	Punta de la aguja de descarga de la corona

2. Mientras sostiene el tornillo de ajuste de la aguja de descarga de la corona entre el dedo índice y el pulgar de una mano y la aguja de descarga de la corona con la otra mano, gire la punta de la aguja de descarga de la corona en sentido antihorario para aflojar y extraer con cuidado la punta.
3. Tire hacia abajo y con cuidado de la aguja de descarga de la corona a través de la chimenea de escape para extraerla.
4. Introduzca la nueva aguja a través de la chimenea de escape en el manguito cerámico hasta donde le sea posible.
5. Sosteniendo una punta nueva entre el dedo índice y el pulgar de una mano y el tornillo de ajuste de la aguja de descarga de la corona con la otra mano, gire la punta de la aguja de descarga de la corona en sentido horario para instalar la punta.
6. Inserte la sonda y, a continuación, instale la fuente de iones en el espectrómetro de masas. Consulte [Instalación de la fuente de iones en la página 19](#).

Sustitución del tubo de muestra



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.

Procedimientos de condiciones previas

- Detenga el flujo de muestra y asegúrese de que todo el gas restante se ha eliminado a través del sistema de escape de la fuente.
- [Extracción de la fuente de iones en la página 41](#).

Utilice el siguiente procedimiento para reemplazar el tubo de muestra si presenta un bloqueo.

1. Desconecte el tubo de muestras de la sonda y la unión a tierra.
2. Sustituya el tubo de muestras por un tubo de la longitud apropiada; corte con un cortador de tubos adecuado. Consulte [Conexión del tubo de muestra en la página 25](#).
3. Instale la fuente de iones. Consulte [Instalación de la fuente de iones en la página 19](#).
4. Inicie el flujo de muestra.

Almacenamiento y manipulación



¡ADVERTENCIA! Peligro medioambiental. No elimine los componentes del sistema como residuos urbanos sin clasificar. Siga las normas locales de eliminación de componentes.

Requisitos ambientales para el almacenamiento y el transporte de la fuente de iones:

Mantenimiento de la fuente de iones

- Temperatura ambiental entre -30 °C y $+60\text{ °C}$ (-22 °F y 140 °F)
- Presión atmosférica entre 75 kPa y 101 kPa
- La humedad relativa no debe exceder al 99% .

Síntoma	Posible causa	Acción correctiva
El software Analyst® informa de que un espectrómetro de masas ha pasado a un estado Fault.	<ol style="list-style-type: none"> 1. La sonda no está instalada. 2. La sonda no está conectada firmemente. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Instale la sonda. Consulte Instale las sondas en la página 21. 2. Vuelva a instalar la sonda: <ol style="list-style-type: none"> a. Extraiga la sonda. Consulte Extracción de la sonda en la página 45. b. Instale la sonda asegurándose de que el anillo de retención quede bien apretado. Consulte Instale las sondas en la página 21.
El software Analyst® indica que se está utilizando una sonda específica, pero está instalada una sonda diferente.	El fusible F3 está fundido.	Póngase en contacto con un representante del servicio técnico.
La pulverización no es uniforme.	El electrodo está bloqueado.	Limpie el electrodo. Consulte Sustitución del electrodo en la página 46 .
La sensibilidad no es adecuada.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Los componentes de la interfase (extremo delantero) están sucios. 2. En la región del analizador están presentes vapor del disolvente y otros compuestos desconocidos. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Limpie los componentes de la interfaz e instale la fuente de iones. 2. Optimice el flujo de Curtain Gas™. Consulte la Optimización de la fuente de iones en la página 27.

Solución de problemas

Síntoma	Posible causa	Acción correctiva
Durante la prueba, la fuente de iones no cumple las especificaciones.	<ol style="list-style-type: none"> 1. La solución de prueba no se ha preparado correctamente. 2. El espectrómetro de masas no ha superado las pruebas de instalación. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Confirme que las soluciones de prueba se han preparado correctamente. 2. Si el problema no puede resolverse, póngase en contacto con el representante del servicio técnico para llevar a cabo las pruebas de instalación.
El ruido de fondo es alto.	<ol style="list-style-type: none"> 1. La temperatura (TEM) es demasiado alta. 2. El caudal de gas del calentador (GS2) es demasiado alto. 3. La fuente de iones está contaminada. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Optimice la temperatura. 2. Optimice el flujo de gas del calentador. 3. Limpie o sustituya los componentes de la fuente de iones y acondicione la fuente de iones y el extremo delantero: <ol style="list-style-type: none"> a. Mueva la sonda a la posición más alejada de la abertura (en vertical y en horizontal). b. Asegúrese de que el calentador de la interfaz está encendido. c. Infunda o inyecte metanol:agua a una proporción 50:50 con un caudal de bomba de 1 ml/min. d. En el software Analyst[®], ajuste TEM a 650, GS1 a 60 y GS2 a 60. e. Defina el flujo de CUR (CUR) en 45 o 50. f. Ejecútelos durante dos horas como mínimo o preferiblemente por la noche para obtener resultados óptimos.

Síntoma	Posible causa	Acción correctiva
El rendimiento de la fuente de iones ha disminuido.	<ol style="list-style-type: none"> 1. La sonda no está optimizada. 2. La muestra no se había preparado correctamente o se ha degradado. 3. Hay una fuga en los conectores de entrada de muestras. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Optimice la sonda. Consulte la Optimización de la sonda TurbolonSpray® en la página 28. 2. Confirme que la muestra estaba preparada correctamente. 3. Compruebe que los conectores estén apretados y reemplácelos si las fugas continúan. No apriete los adaptadores demasiado. 4. Instale y optimice una fuente de iones alternativa. Si el problema persiste, póngase en contacto con un representante del servicio técnico.
Se producen arcos o chispas.	La posición de la aguja de descarga de la corona no es correcta.	Gire la aguja de descarga de la corona hacia la placa de chapa y retírela de la corriente de gas del calentador. Consulte Ajuste de la posición de la aguja de descarga de la corona en la página 35 .
La válvula gotea. Indicado por una zona sucia bajo la válvula o una fuga evidente.	La válvula del rotor está rayada o se han acumulado partículas o sales.	Sustituya la válvula. Consulte Sustitución de las válvulas de conmutación en la página 43 .

Principios de funcionamiento: Fuente de iones

A

Modo de ionización por electropulverización

La sonda se instala en la torre vertical, con el calentador turbo en un ángulo de 45 grados en el lado derecho, cuando se ve desde la parte delantera de la fuente de iones. La combinación del efluente de IonSpray™ y el gas seco caliente procedente los calentadores turbo se proyecta a un ángulo de 90 grados hacia la abertura en la placa de chapa.

Solo los compuestos que se ionizan en el disolvente líquido se pueden generar como iones de fase gaseosa en la fuente. La eficiencia y el índice de generación de iones dependen de las energías de solvatación de los iones específicos. Los iones con energías de solvatación más baja son más proclives a evaporarse que los iones con energías de solvatación más elevada.

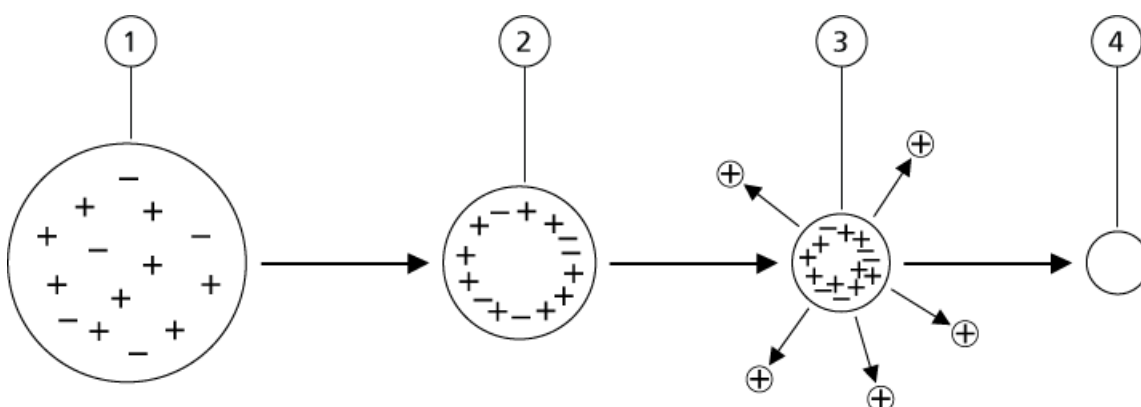
La interacción entre la tensión de IonSpray™ y el calentador turbo ayuda a centrar la corriente y aumenta el índice de evaporación de gotas, lo que da lugar a un aumento de la señal de iones. El gas caliente aumenta la eficiencia de la evaporación de iones, lo que da lugar a una mayor sensibilidad y a la capacidad de manejar caudales de muestras líquidas mayores.

Un flujo de alta velocidad de gas del nebulizador corta las gotas de la corriente de muestra líquida en la entrada de IonSpray™. Mediante la alta tensión variable aplicada al pulverizador, la fuente de iones aplica una carga neta a cada gota. Esta carga facilita la dispersión de las gotas. Los iones de una sola polaridad son, de manera preferente, atraídos por la alta tensión a las gotas cuando se separan de la corriente líquida. No obstante, esta separación es incompleta y cada gota contiene muchos iones de ambas polaridades. En cada gota predominan iones de una determinada polaridad y la diferencia entre el número de iones cargados positivamente o negativamente da lugar a la carga neta. Solo el exceso de iones de la polaridad predominante estará disponible para la evaporación de iones y solo una fracción de estos llega a evaporarse.

La sonda puede generar iones con carga múltiple a partir de compuestos que tienen múltiples centros de carga, tales como los péptidos y los oligonucleótidos. Esto resulta útil cuando se analizan especies de elevado peso molecular, donde las múltiples cargas producen iones con una relación masa/carga (m/z) dentro del rango de masa del espectrómetro de masas. Esto permite determinaciones de peso molecular normal de los compuestos en el rango de kiloDalton (kDa).

Como se muestra en la [Figura A-1](#), cada gota cargada contiene disolvente e iones positivos y negativos, pero con iones de una polaridad predominante. Como medio conductor, el exceso de cargas se encuentra en la superficie de la gota. A medida que el disolvente se evapora, el campo eléctrico de la superficie de la gota aumenta debido a que disminuye el radio de la gota.

Figura A-1 Evaporación de iones



Artículo	Descripción
1	La gota contiene iones de ambas polaridades, pero una de ellas predomina.
2	A medida que el disolvente se evapora, el campo eléctrico aumenta y los iones se desplazan a la superficie.
3	Con un determinado valor de campo crítico, los iones se desprenden de las gotas.
4	Los residuos no volátiles permanecen como partículas secas.

Si la gota contiene un exceso de iones y se evapora suficiente disolvente de la gota, se alcanza un campo crítico en el que los iones se desprenden de la superficie. Al final todo el disolvente se evaporará de la gota, dejando una partícula seca formada por componentes no volátiles de la solución de muestra.

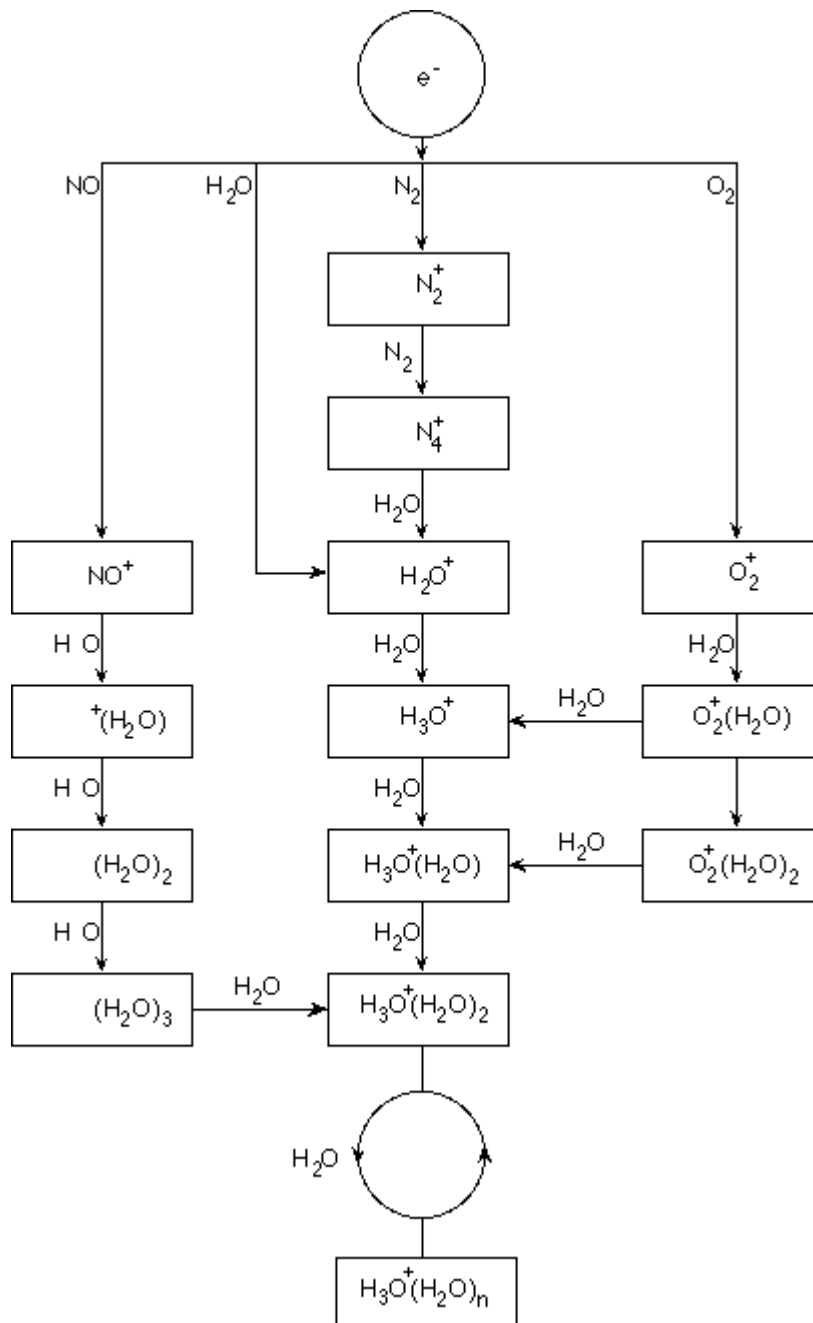
Debido a que se desconocen las energías de solvatación de la mayoría de las moléculas orgánicas, resulta difícil predecir las sensibilidades de un determinado ión orgánico para la evaporación de iones. La importancia de la energía de solvatación es evidente debido a que los surfactantes que se concentran en la superficie de un líquido se pueden detectar con mucha sensibilidad.

Modo APCI

La base para las antiguas incompatibilidades a la hora de vincular la cromatografía líquida con la espectrometría de masas surgió a partir de las dificultades para convertir moléculas relativamente poco volátiles en solución líquida en un gas molecular sin inducir una descomposición excesiva. El proceso de la sonda APCI, que consiste en una nebulización sutil de la muestra en pequeñas gotas finamente dispersadas en un tubo cerámico calentado, genera una rápida vaporización de la muestra de forma que las moléculas de esta no se descompongan.

En la [Figura A-2](#) se muestra el flujo de reacción del proceso de la ionización química a presión atmosférica (APCI) para iones positivos reactivos (los hidratos de protón, $\text{H}_3\text{O}^+[\text{H}_2\text{O}]_n$).

Figura A-2 Diagrama de flujo de la reacción APCI



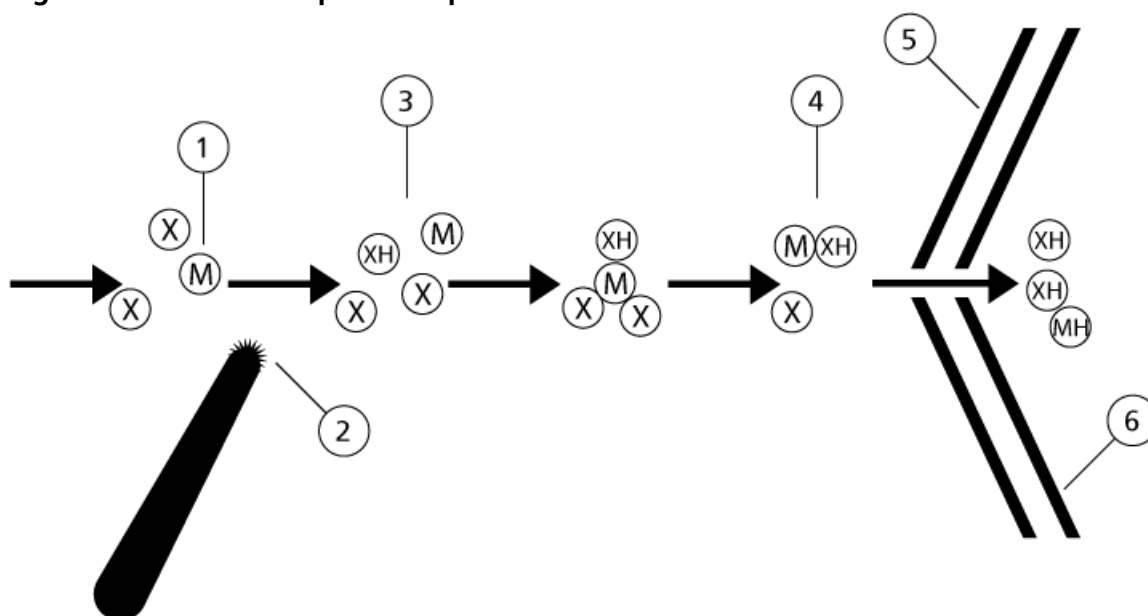
Los iones primarios principales N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ y NO^+ están formados por el impacto de los electrones creados en la corona en los principales componentes neutros del aire. Aunque NO^+ no es normalmente un componente principal del aire limpio, la concentración de esta especie en la fuente se ha mejorado debido a reacciones neutras iniciadas por la descarga de la corona.

Las muestras que se introducen a través de la sonda APCI se pulverizan, con ayuda de un gas nebulizador, en el tubo cerámico caliente. Dentro del tubo, las gotas finamente dispersadas de la muestra y el disolvente

experimentan una rápida vaporización con una descomposición térmica mínima. La sutil vaporización conserva la identidad molecular de la muestra.

Las moléculas gaseosas del disolvente y la muestra se desplazan a la envoltura de la fuente de iones, donde la ionización mediante APCI se induce a través de una aguja de descarga de la corona conectada al extremo del tubo cerámico. Las moléculas de la muestra se ionizan al colisionar con los iones de reactivo creados por la ionización de las moléculas de disolvente de fase móvil. Como se muestra en la [Figura A-3](#), las moléculas del disolvente vaporizadas se ionizan para producir los iones de reactivo $[X+H]^+$ en el modo positivo y $[X-H]^-$ en el modo negativo. Son estos iones de reactivo los que producen los iones estables de la muestra al colisionar con las moléculas de la muestra.

Figura A-3 Ionización química a presión atmosférica



Artículo	Descripción
1	Muestra
2	Los iones primarios se crean en las proximidades de la aguja de descarga de la corona
3	La ionización genera predominantemente iones de disolvente
4	Los iones de reactivo reaccionan con las moléculas de la muestra formando agrupamientos
5	Placa de chapa
6	Interfaz

x = moléculas del disolvente; M = moléculas de la muestra

Las moléculas de la muestra se ionizan mediante un proceso de transferencia de protones en el modo positivo y mediante la transferencia de electrones o la transferencia de protones en el modo negativo. La energía del proceso de ionización de APCI está dominada por la colisión debido a la presión atmosférica relativamente alta de la fuente de iones.

Principios de funcionamiento: Fuente de iones

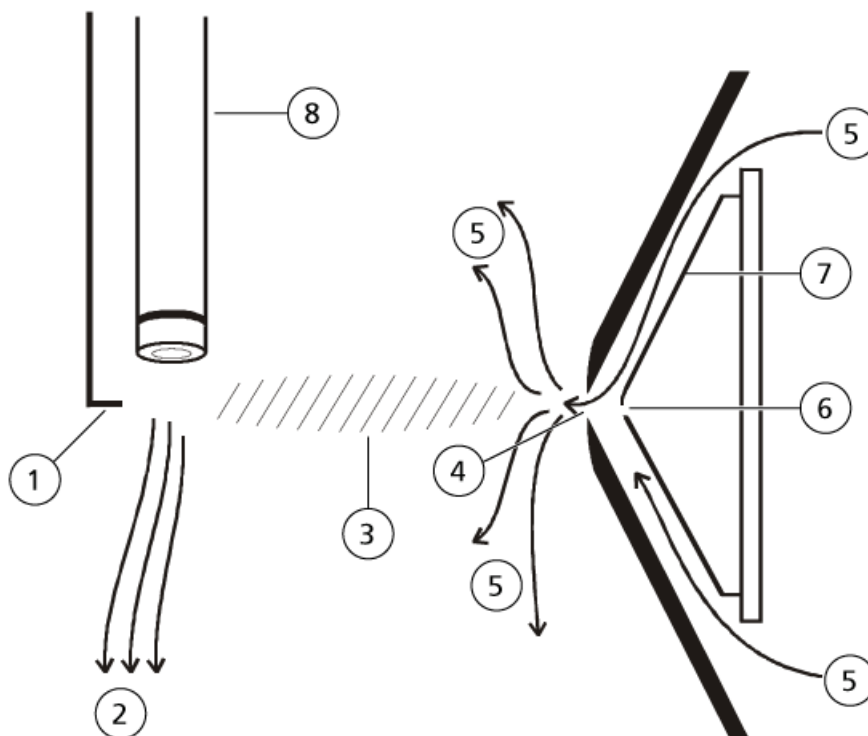
En aplicaciones de fase inversa, los iones de reactivo constan de moléculas de disolvente protonadas en el modo positivo e iones de oxígeno solvatados en el modo negativo. Con una termodinámica favorable, la adición de modificadores altera la composición de los iones de reactivo. Por ejemplo, la adición de modificadores o tampones de acetato pueden convertir el ion acetato $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$ en el reactivo primario en el modo negativo. Los modificadores de amonio pueden convertir el amoniaco protonado $[\text{NH}_4]^+$ en el reactivo primario en el modo positivo.

Mediante colisiones se consigue mantener una distribución equilibrada de ciertos iones (por ejemplo, iones agrupados de agua protonada). La posibilidad de una fragmentación prematura de los iones de la muestra en la fuente de iones es reducida debido a la moderada influencia de las agrupaciones del disolvente en los iones de reactivo y la presión relativamente alta del gas en la fuente. Como resultado, el proceso de ionización produce principalmente iones de producto moleculares para el análisis de masas en el espectrómetro de masas.

Región de ionización de APCI

En la [Figura A-4](#) se muestra la ubicación general del reactor ion-molécula de la doble. Las líneas inclinadas indican un reactor sin paredes. Se crea una corriente de iones de descarga de la corona de encendido automático en el rango del microamperio como resultado del campo eléctrico entre la aguja de descarga y la placa de chapa. Los iones primarios, por ejemplo, N_2^+ y O_2^+ , se crean mediante la pérdida de los electrones que se originan en el plasma en las proximidades de la punta de la aguja de descarga. La energía de estos electrones se modera mediante un número de colisiones con moléculas de gas antes de alcanzar una energía donde su sección transversal de ionización efectiva les permite ionizar moléculas neutras con eficacia.

Figura A-4 Región de ionización de APCI



Elemento	Descripción
1	Punta de la aguja de descarga
2	Flujo de muestra
3	Reactor sin paredes
4	Abertura de la placa de chapa
5	Suministro Curtain Gas™
6	Orificio
7	Placa del orificio
8	Tubo cerámico

Los iones primarios, a su vez, generan iones intermedios que conducen a la formación de iones de muestra. Los iones de la polaridad seleccionada son arrastrados bajo la influencia del campo eléctrico en la dirección de la placa de chapa y a través de la barrera de gas hacia el analizador de masas. La totalidad del proceso de formación de iones está dominado por la colisión debido a la relativamente alta presión atmosférica de la sonda APCI. Excepto en las proximidades de la punta de la aguja de descarga, donde la fuerza del campo eléctrico es mayor, la energía transmitida a un ión por el campo eléctrico es pequeña en comparación con la energía térmica del ión.

Mediante las colisiones se consigue mantener una distribución equitativa de ciertos iones (por ejemplo, iones agrupados de agua protonada). Cualquier exceso de energía que un ión pueda adquirir en el proceso de reacción ión-molécula está termalizado. Mediante la estabilización por colisiones, muchos de los iones producto se corrigen, aunque se produzcan muchas colisiones posteriormente. La formación de iones producto e iones reactivos se rige por condiciones de equilibrio a una presión de funcionamiento (atmosférica) de 760 torr.

La sonda APCI funciona como un reactor sin paredes, ya que los iones que se desplazan de la fuente a la cámara de vacío y finalmente al detector nunca experimentan colisiones con una pared: solo colisiones con otras moléculas. Los iones también se forman fuera de la fuente de iones designada, pero no se detectan y finalmente se neutralizan al interactuar con una superficie de pared.

La temperatura de la sonda es un factor importante en el funcionamiento de la sonda APCI. Para conservar la identidad molecular, se debe establecer la temperatura con un valor lo bastante elevado como para que garantice una rápida evaporación. A una temperatura de funcionamiento lo bastante elevada, las gotas se vaporizan rápidamente de manera que las moléculas orgánicas se desorben de las gotas con una degradación térmica mínima. Sin embargo, si se establece la temperatura con un valor demasiado bajo, el proceso de evaporación será más lento y la pirolisis o descomposición puede producirse antes de que se complete la vaporización. Si se utiliza la sonda APCI con temperaturas superiores a la temperatura óptima, se puede provocar la descomposición térmica de la muestra.

Tensiones y parámetros de la fuente

B

Parámetros de la sonda TurbolonSpray®

En la tabla siguiente se muestran las condiciones de funcionamiento recomendadas para la sonda TurbolonSpray® en tres caudales diferentes. Para cada caudal, el flujo de Curtain Gas™ debería ser lo más elevado posible. La composición del disolvente empleado para la optimización fue 1:1 de agua:acetonitrilo. Estas condiciones representan un punto de partida desde el que optimizar la sonda Utilizando un proceso iterativo, optimice los parámetros utilizando el análisis de inyección de flujos para obtener la mejor señal o señal/ruido para el compuesto de interés.

Tabla B-1 Optimización de parámetros para la sonda TurbolonSpray®

Parámetros	Valores típicos			Intervalo operativo
LC flow rate	5 µl/min a 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	5 µl/min a 3000 µl/min
Gas 1 (nebulizer gas)	20 psi a 40 psi	40 psi a 60 psi	40 psi a 60 psi	0 psi a 90 psi
Gas 2 (heater gas)	50	50 psi	50 psi	0 psi a 90 psi
IonSpray voltage	5500	5500 V	5500 V	5500 V
Curtain Gas™ supply	20 psi	30 psi	35 psi	20 psi a 50 psi
Temperature*	0 °C a 200 °C	425 °C a 650 °C	550 °C a 750 °C	Hasta 750 °C
Declustering Potential (DP) **	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 0 V a 400 V Negativo: -400 V a 0 V
Probe vertical micrometer setting	10 y 13 Hz	0 a 2	0	0 a 13
Probe horizontal micrometer setting	5 psi a 8 psi	5 psi a 8 psi	5 psi a 8 psi	0 a 10

* Los valores de temperatura óptimos dependen de la composición de la fase móvil y el compuesto (el contenido más acuoso requiere una temperatura mayor). Cero (0) significa que no se aplica temperatura.

** Los valores de DP dependen del compuesto.

Parámetros de la sonda APCI

Tabla B-2 Optimización de parámetros para la sonda APCI

Parámetro	Valor típico	Intervalo operativo
LC flow rate	1000 µl/min	200 µl/min a 2000 µl/min
Gas 2(nebulizer gas)	30 psi	0 psi a 90 psi
Curtain Gas™ supply	25 psi	20 psi a 50 psi.
Temperature*	400 °C	100 °C a 750 °C
Nebulizer Current (NC)	Positivo: 2 µA Negativo: -2 µA	Positivo: 1 mA a 5 µA Negativo: -1 mA a 0 µA
Declustering Potential (DP)	Positivo: 60 V Negativo: -60 V	Positivo: 0 V a 300 V Negativo: -300 V a 0 V
Probe vertical micrometer setting	4	Escala de 0 a 13
* El valor de la temperatura depende del compuesto.		

Descripciones de parámetros

Tabla B-3 Parámetros dependientes de la fuente de iones

Parámetro	Descripción
Ion Source Gas 1 (GS1) [Gas 1 de la fuente de iones (GS1)]	Controla el gas nebulizador para la sonda TurbolonSpray®. Consulte Principios de funcionamiento: Fuente de iones en la página 56.
Ion Source Gas 2 (GS2)	Sonda TurbolonSpray®: controla el gas del calentador. La mejor sensibilidad se obtiene cuando la combinación de la temperatura (TEM) y el caudal del gas del calentador (GS2) provoca que el disolvente de LC alcance un punto en el que esté casi todo vaporizado. Para optimizar GS2, aumente el flujo para obtener la mejor señal o relación señal/ruido. Si se produce un incremento significativo en el ruido de fondo, reduzca el valor. Un flujo de gas demasiado elevado puede producir una señal ruidosa o inestable. Sonda APCI: controla el gas nebulizador. Consulte Principios de funcionamiento: Fuente de iones en la página 56.

Tensiones y parámetros de la fuente

Tabla B-3 Parámetros dependientes de la fuente de iones (continuación)

Parámetro	Descripción
Curtain Gas (CUR)	<p>Controla el flujo de gas hasta la interfase Curtain Gas™. La interfase Curtain Gas se ubica entre la placa de chapa y el orificio. Evita que el aire ambiente y las gotas de disolvente entren y contaminen la óptica iónica, al tiempo que permite dirigir los iones de muestra a la cámara de vacío mediante los campos eléctricos generados entre la interfase de vacío y la aguja de pulverización. La contaminación de la óptica de entrada de iones reduce la transmisión Q0, la estabilidad y la sensibilidad, y aumenta el ruido de fondo.</p> <p>Mantenga el flujo del Curtain Gas™ tan alto como sea posible sin perder sensibilidad.</p>
Temperature (TEM) [Temperatura (TEM)]	<p>Controla el calor aplicado a la muestra para vaporizarla. La temperatura óptima es la temperatura más baja a la que la muestra se vaporiza completamente.</p> <p>La temperatura se aplica a ambas sondas simultáneamente.</p> <p>Optimice en incrementos de 50 °C.</p>
Temperature (TEM) [Temperatura (TEM)]: sonda TurbolonSpray®	<p>Controla la temperatura del gas del calentador en la sonda TurbolonSpray®.</p> <p>La mejor sensibilidad se obtiene cuando la combinación de la temperatura (TEM) y el caudal del gas del calentador (GS2) provoca que el disolvente de LC alcance un punto en el que esté casi todo vaporizado.</p> <p>A medida que el contenido orgánico del disolvente aumenta, disminuye la temperatura óptima de la sonda. Con disolventes formados al 100 % por metano o acetonitrilo, el rendimiento de la sonda se puede optimizar a un nivel tan bajo como 300 °C. Los disolventes acuosos formados al 100 % por agua a flujos de aproximadamente 1000 µl/min requieren una temperatura de sonda máxima de 750 °C.</p> <p>Si la temperatura se fija demasiado baja, la vaporización será incompleta y se expulsarán gotas grandes y visibles a la envoltura de la fuente de iones.</p> <p>Si se fija una temperatura demasiado elevada, el disolvente se puede vaporizar prematuramente en la punta de la sonda, especialmente si la sonda se ha establecido demasiado baja (de 5 mm a 13 mm).</p>
Temperature (TEM) [Temperatura (TEM)]: sonda APCI	<p>Controla la temperatura de la sonda APCI.</p> <p>A medida que el contenido orgánico del disolvente aumenta, debe disminuir la temperatura de sonda óptima. Con disolventes formados al 100% por metano o acetonitrilo, el rendimiento de la sonda se puede optimizar a temperaturas tan bajas como 400 °C en caudales de 1000 µl/min. Los disolventes acuosos formados al 100% por agua ajustados a flujos de aproximadamente 2000µl/min requieren una temperatura de sonda mínima de 700 °C.</p> <p>Si la temperatura se fija demasiado baja, la vaporización será incompleta y se expulsarán gotas grandes y visibles a la envoltura de la fuente de iones.</p> <p>Si se fija una temperatura demasiado elevada, se produce la degradación térmica de la muestra.</p>

Tabla B-3 Parámetros dependientes de la fuente de iones (continuación)

Parámetro	Descripción
Nebulizer Current (NC) [Corriente de nebulizador]	Controla la corriente que se aplica a la aguja de descarga de la corona en la sonda APCI. La descarga ioniza moléculas del disolvente que, a su vez, ionizan las moléculas de la muestra. En el caso de la sonda APCI, la corriente aplicada a la aguja de descarga de corona (NC) se suele optimizar en un intervalo amplio (entre aproximadamente 1 μ A a 5 μ A en modo positivo). Para optimizarla, comience por el valor 1 y aumente hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido. Si, cuando se aumenta la corriente, no se observan cambios en la señal, deje la corriente en la configuración más baja que proporcione la mejor sensibilidad (por ejemplo, 2 μ A).
IonSpray Voltage (IS) [Tensión de IonSpray (IS)]	El voltaje de IonSpray™ se utiliza para las sondas TurbolonSpray® y APCI. Se aplica a ambas sondas simultáneamente. Sonda TurbolonSpray®: controla la tensión aplicada al pulverizador, que ioniza la muestra en la fuente de iones. El valor del parámetro depende de la polaridad y afecta a la estabilidad de la pulverización y a la sensibilidad. Sonda APCI: controla la corriente aplicada a la aguja de descarga de corona. La descarga ioniza moléculas del disolvente que, a su vez, ionizan las moléculas de la muestra. La corriente suele optimizarse en un rango amplio.
Interface Heater (ihe) [Calentador de la interfaz (ihe)]	Este parámetro siempre está activado para los espectrómetros de masas de las series 3500, 4500, 5500, 6500 y 6500+. El parámetro ihe enciende y apaga el calentador de la interfaz. Calentar la interfaz ayuda a maximizar la señal de iones y evita la contaminación de la óptica iónica. A menos que el compuesto que esté analizando sea extremadamente frágil, se recomienda al usuario que caliente la interfaz.

Posición de la sonda

La posición de la sonda puede afectar a la sensibilidad del análisis. Consulte [Optimización de la fuente de iones en la página 27](#) para obtener más información sobre cómo optimizar la posición de la sonda.

Composición de los disolventes

La concentración estándar del formato de amonio o el acetato de amonio es de 2 mmol/l a 10 mmol/l para iones positivos y de 2 mmol/l a 50 mmol/l para iones negativos. La concentración de los ácidos orgánicos es de entre el 0,1 % y el 0,5 % por volumen para la sonda TurbolonSpray® y entre el 0,1 % y el 2,0 % por volumen para la sonda APCI.

Los disolventes empleados habitualmente son:

- Acetonitrilo
- Metanol
- Propanol

Tensiones y parámetros de la fuente

- Agua

Los modificadores empleados habitualmente son:

- Ácido acético
- Ácido fórmico
- Formato de amonio
- Acetato de amonio









Los siguientes modificadores no se utilizan habitualmente porque complican el espectro con sus mezclas de iones y combinaciones de agrupamientos. También pueden suprimir la fuerza de la señal de iones del compuesto objetivo:

- Trietilamina (TEA)
- Fosfato sódico
- Ácido trifluoroacético (TFA)
- Dodecilsulfato de sodio






Glosario de símbolos









C

Nota: No todos los símbolos que aparecen en la tabla siguiente se aplican a todos los instrumentos.



Símbolo	Descripción
	Corriente alterna
A	Amperios (corriente)
	Representante autorizado de la Comunidad Europea
	Riesgo biológico
	Marcado CE de conformidad
	Marca cCSAus. Certifica la seguridad eléctrica del equipo para el mercado de Canadá y EE. UU.
	Número de catálogo
	Precaución Nota: En la documentación de SCIEEX, este símbolo identifica un riesgo de lesiones personales.
	Etiqueta de precaución sobre el cumplimiento por China de la Directiva RoHS (restricciones a la utilización de determinadas sustancias peligrosas en aparatos eléctricos y electrónicos). El producto de información electrónica contiene ciertas sustancias tóxicas o peligrosas. El número central es la fecha del periodo de uso respetuoso con el medio ambiente (EFUP) e indica el número de años naturales durante los que el producto puede estar en funcionamiento. Tras el vencimiento del EFUP, el producto debe reciclarse inmediatamente. Las flechas en círculo indican que el producto es reciclable. El código de fecha en la etiqueta o el producto indica la fecha de fabricación.

Glosario de símbolos

Símbolo	Descripción
	Logotipo del cumplimiento por China de la Directiva RoHS (restricciones a la utilización de determinadas sustancias peligrosas en aparatos eléctricos y electrónicos). Este dispositivo no contiene sustancias tóxicas ni peligrosas, ni elementos que superen los valores máximos de concentración, y es un producto respetuoso con el medioambiente porque se puede reciclar y volver a utilizar.
	Consulte las instrucciones de uso.
	Símbolo de la matriz de datos que se puede escanear con un lector de código de barras para obtener el identificador único de dispositivos (UDI).
	Conexión Ethernet
	Peligro de explosión
	Peligro de incendio
	Frágil
	Fusible
Hz	Hercios
	Alta tensión. Peligro de descarga eléctrica Si debe retirar la cubierta principal, póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEX para evitar que se produzcan descargas eléctricas.
	Peligro de superficies calientes
	Peligro de radiación ionizante

Símbolo	Descripción
	Mantener seco. No exponer a la lluvia. La humedad relativa no debe exceder el 99 %.
	Mantener hacia arriba
	Peligro de radiación láser
	Peligro de carga
	Fabricante
	Riesgo de quedarse atrapado
	Peligro de gas a presión
	Puesta a tierra de protección
	Peligro de perforación
	Número de serie
	Riesgo de toxicidad química
	Conexión USB 2.0
	Riesgo de radiación ultravioleta
VA	Voltioamperio (potencia)
V	Voltios (voltaje)

Glosario de símbolos

Símbolo	Descripción
	RAEE. No deseche el equipo como residuos urbanos sin clasificar.
W	Vatios
	<i>aaaa-mm-dd</i> Fecha de fabricación