thermoscientific



ISQ 7610

Espectrómetros de masas

Guía de usuario

1R120621-0013 Revisión A, abril de 2022

ThermoFisher SCIENTIFIC

© 2022 Thermo Fisher Scientific Inc. Todos los derechos reservados.

ISQ, TSQ, TRACE, TriPlus, TraceFinder y Chromeleon son marcas comerciales y Xcalibur es una marca comercial registrada de Thermo Fisher Scientific en Estados Unidos.

Los nombres que se citan a continuación son marcas registradas en EE. UU. y otros países: Microsoft y Windows son marcas comerciales registradas de Microsoft. Adobe y Acrobat son marcas comerciales registradas de Adobe Systems Incorporated. SilTite es una marca registrada de SGE Analytical Science en Estados Unidos. Vespel es una marca comercial registrada de E.I. du Pont de Nemours & Co. en Estados Unidos y en otros países.

Todas las demás marcas comerciales son propiedad de Thermo Fisher Scientific y sus filiales.

Thermo Fisher Scientific, Inc. suministra este documento a sus clientes con la compra del producto para que lo utilicen durante su funcionamiento. Este documento está protegido por derechos de autor y su reproducción total o parcial está estrictamente prohibida, salvo con la autorización por escrito de Thermo Fisher Scientific, Inc.

El contenido de este documento está sujeto a cambios sin previo aviso. Toda la información técnica de este documento se incluye solo para consulta. Las configuraciones y especificaciones del sistema incluidas en este documento reemplazan toda la información anterior que haya recibido el cliente.

Thermo Fisher Scientific Inc. no se manifiesta sobre la exactitud, precisión o ausencia de errores del presente documento ni será responsable de posibles errores, omisiones, daños o pérdidas que puedan derivarse de su empleo, aun cuando la información contenida en él se siga de forma correcta.

Este documento no forma parte de ningún contrato de venta entre Thermo Fisher Scientific Inc. y el comprador. Este documento no regirá ni modificará en ningún caso las condiciones de venta, que prevalecerán en caso de conflicto entre la información de ambos documentos.

Historial de versiones: Revisión A, marzo de 2022.

Versión del software: ISQ serie 5.0 o posterior.

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

Contenidos

Prefacio . . . . . **xiii**
Acerca del sistema xiv
Documentación relacionada xiv
Requisitos del sistema xv
Avisos de seguridad y avisos especiales xvi
Avisos especiales xvi
Símbolos de seguridad e indicaciones de advertencia xvi
Medidas de seguridad para el uso de hidrógeno xix
Uso de hidrógeno con espectrómetros de masas del sistema ISQ 7610 xxi
Directrices de conexión del hidrógeno xxi
Compra de hidrógeno xxiii
Almacenamiento correcto del hidrógeno xxiv
Códigos, normas y referencias de seguridad del hidrógeno xxv
Precauciones para manipular sustancias peligrosas xxvi
Nota de advertencia de peligro biológico xxvii
Ventilación de gases tóxicos xxvii
Contáctenos xxviii

Capítulo 1 Comprobación del funcionamiento del sistema de GC/MS **1**
Comprobar que el sistema recibe alimentación 1
Verificación del caudal del gas portador 2
Comprobación de la presión del suministro de gas portador 3
Comprobación de vacío y temperatura 4

Capítulo 2 Cambio de columna **5**
Sustituir la columna instalada de fábrica 7
Sustitución de columna en un sistema ISQ 7610 sin VPI ni fuente de iones de AEI 7
Sustitución de la columna en un sistema ISQ 7610 con VPI y con una fuente de iones ExtractaBrite 19
Instalación de la columna en el puerto de entrada del cromatógrafo de gases 25

Capítulo 3 Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610 31
Acceso a los ajustes del sistema ISQ 7610 32
Tipos de ajuste 36
Ajuste inicial de EI. 36
Ajuste completo de EI 37
Ajuste de EI 39
Comprobación de EI 39
Diagnóstico de EI 39
Ajuste de CI negativa. 39
Ajuste de CI positiva 41
Ajuste completo de AEI. 43
Ajuste de AEI 44
AEI Check (Comprobación de AEI) 44
Diagnóstico de AEI 44
Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610. 45
Uso de SmartTune 49
Ajustes para DFTPP y BFB 56

Capítulo 4 Creación de métodos 67
Acceso al editor de métodos. 67
Creación de un método de GC-MS en el software Xcalibur. 70
Creación de un método de muestreador automático en el software Xcalibur 71
Para crear un método para el espectrómetro de masas ISQ 7610 75
Creación de un método para el cromatógrafo de gases en el software Xcalibur 96
Creación de un método de GC-MS en el software Chromeleon 104

Capítulo 5 Uso de AutoSIM. 141
Determinar los iones de SIM. 141
Importación de transiciones al editor de métodos 151
Determinar los iones de SIM en Chromeleon 155
Importación de transiciones al editor de métodos del instrumento de Chromeleon 168

Capítulo 6 Análisis de muestras 173
Preparación de la muestra 173
Ejecución de una secuencia en el software Xcalibur 174
Ejecución de una secuencia en el software Chromeleon 186

Capítulo 7 Evaluación de los datos 197

Capítulo 8 Optimización de métodos 201
Modificación de la separación cromatográfica 201
Determinación de la forma óptima para realizar inyecciones 202
Mejorar la forma en que se preparan las muestras 202
Modificación de la velocidad de barrido 202
Reducción del rango de masas 202
Ajuste de la temperatura de la línea de transferencia 203
Modificación de un ajuste automático 204

Capítulo 9 Resolución de problemas 235
Ajuste de las condiciones del instrumento para la resolución de problemas . . . 236
Comprobación de los espectros de aire/agua 237
Barridos en los que no se detectan iones 243
Comprobación del firmware del sistema ISQ 7610 244
Cómo saber si el sistema requiere labores de mantenimiento 246
Análisis de problemas relacionados con la línea de base 250
Análisis de problemas relacionados con los picos 252
Análisis de problemas relacionados con los resultados 256
Reconfiguración del instrumento. 259
Actualización del software 278

thermoscientific

Declaración

Fabricante: Thermo Fisher Scientific

Thermo Fisher Scientific es el fabricante del Instrumento descrito en este manual y, como tal, es responsable de la seguridad, fiabilidad y rendimiento del Instrumento solo si:

- instalación,
- recalibración y
- cambios y reparaciones

los ha realizado personal autorizado; y si:

- la instalación local cumple las normativas legales locales,
- el instrumento se utiliza según las instrucciones facilitadas y
- si únicamente lo utiliza el personal cualificado.

Thermo Fisher Scientific no es responsable por ningún daño derivado del incumplimiento de las recomendaciones mencionadas.

Cumplimiento de normativas

Thermo Fisher Scientific somete sus productos a pruebas y evaluaciones completas para garantizar que cumplen todas las normativas nacionales e internacionales vigentes. Cuando se le envía el sistema, cumple todas las normas pertinentes de compatibilidad electromagnética (EMC) y seguridad como se describe en la siguiente sección o secciones por nombre de producto.

Los cambios realizados en el sistema pueden invalidar la conformidad con una o varias de estas normas de seguridad y compatibilidad electromagnética. Los cambios o modificaciones en el sistema incluyen sustituciones de piezas o incorporación de componentes, opciones o equipos periféricos no autorizados u homologados específicamente por Thermo Fisher Scientific Para garantizar el cumplimiento permanente de las normas de compatibilidad electromagnética y de seguridad, solicite los recambios, componentes, opciones y periféricos a Thermo Fisher Scientific o a sus representantes autorizados.

EMC y normas de seguridad

- Normas de la serie de trampa iónica e ITQ: EMC EN 61326-1:2006. Seguridad IEC 61010-1:2001, IEC 61010-2-081:2001
- Normas de Direct Probe Controller (DPC): EMC EN 61326-1:2006. Seguridad IEC 61010-1:2001, IEC 61010-2-081:2001
- Normas de ISQ, ISQ 7000 e ISQ 7610: EMC EN 61326-1:2013. Seguridad IEC 61010-1:2010, IEC 61010-2-010:2014, IEC 61010-2-081:2015.
- Normas de TSQ 8000, TSQ 8000 Evo, TSQ Duo, TSQ 9000 y TSQ 9610: EMC EN 61326-1:2013. Seguridad IEC 61010-1:2010, IEC 61010-2-010:2014, IEC 61010-2-081:2015.

Declaraciones de conformidad

-Original-

EU Declaration of Conformity
EU-Konformitätserklärung

CE

ThermoFisher SCIENTIFIC

Thermo Fisher Scientific
2215 Grand Avenue Parkway
Austin, Texas 78728
USA

We hereby declare that the following products

Designation:	**Mass Spectrometer**
Model:	**Thermo Scientific ISQ Series** *ISQ7K Series, ISQ 7610 Series*

fulfill all the relevant requirements of the following directives:

Low Voltage Directive	**2014/35/EU**
Electromagnetic Compatibility Directive	**2014/30/EU**
RoHS Directive	**2011/65/EU and (EU) 2015/863**

The following relevant harmonized standards were used:

EN 61010-1:2020-03	**EN 61326-1:2013-07**

Person authorized to compile the technical file:

Brody Guckenberger
(Director, Applied Research)
Thermo Fisher Scientific

Signature Austin, March 4, 2022 **Date**

-Original-

UK Declaration of Conformity

UKCA

ThermoFisher SCIENTIFIC

Thermo Fisher Scientific
2215 Grand Avenue Parkway
Austin, Texas 78728
USA

Declares, under sole responsibility, that products

Designation:	**Mass Spectrometer**
Model:	**Thermo Scientific ISQ Series** *ISQ7K Series, ISQ 7610 Series*

as originally delivered complies with the essential requirements of the following applicable UK Regulations:

Electrical Equipment (Safety) Regulations	**2016**
Electromagnetic Compatibility Regulations	**2016**
The Restriction of the Use of Certain Hazardous Substances in Electrical and Electronic Equipment (ROHS) Regulations	**2012**

and complies with the following harmonized standards and other technical specifications:

BS EN 61010-1:2010+A1:2019	**BS EN 61326-1:2021**

Signed for and on behalf of: Thermo Fisher Scientific:

Brody Guckenberger
(Director, Applied Research)
Thermo Fisher Scientific

Signature Austin, March 4, 2022 **Date**

Conformidad con la normativa de seguridad de tensión baja

Este dispositivo cumple con la directiva 2014/35/UE de tensión baja y la norma armonizada EN 61010-1:2001.

Declaración de conformidad con la FCC

ESTE DISPOSITIVO CUMPLE CON LA PARTE 15 DE LAS NORMAS DE LA FCC. SU FUNCIONAMIENTO ESTÁ SUJETO A LAS DOS CONDICIONES SIGUIENTES: (1) ESTE DISPOSITIVO NO DEBE CAUSAR INTERFERENCIAS PERJUDICIALES Y (2) ESTE DISPOSITIVO DEBE ACEPTAR TODA INTERFERENCIA RECIBIDA, INCLUIDAS LAS QUE PUEDAN PROVOCAR UN FUNCIONAMIENTO NO DESEADO DEL DISPOSITIVO.

thermoscientific



PRECAUCIÓN Antes de utilizar este dispositivo, lea y comprenda todas las notas, signos y símbolos de advertencia que contiene este manual con relación al uso y funcionamiento seguros de este producto.

Aviso sobre el levantamiento y la manipulación de los instrumentos de Thermo Scientific

Por su seguridad, y en cumplimiento de la normativa internacional, el manejo físico de este instrumento de Thermo Fisher Scientific ***requiere un esfuerzo conjunto*** para levantarlo o moverlo. Este instrumento es demasiado pesado y voluminoso como para que una sola persona lo manipule sin riesgo.

Aviso sobre el uso apropiado de instrumentos de Thermo Scientific

De acuerdo con lo dispuesto en las normativas internacionales vigentes, la utilización de este instrumento de una forma no especificada por Thermo Fisher Scientific puede reducir la protección que ofrece el instrumento.

Aviso sobre sensibilidad a las transmisiones electromagnéticas

Este instrumento está diseñado para funcionar en un entorno electromagnético controlado. No utilice transmisores de radiofrecuencia (por ejemplo, teléfonos móviles) cerca del instrumento.

Para conocer el lugar de fabricación, consulte la etiqueta del instrumento.

Conformidad con la directiva sobre RAEE

Este producto debe cumplir con la directiva sobre Residuos de Aparatos Eléctricos y Electrónicos (RAEE) de la Unión Europea (2002/96/EC). Está marcado con el siguiente símbolo:



Thermo Fisher Scientific ha establecido un contrato con una o varias empresas de reciclaje o eliminación de residuos en cada país miembro de la Unión Europea (UE) y dichas empresas deben eliminar o reciclar este producto. Consulte www.thermoscientific.com/rohsweee para obtener más información sobre el cumplimiento de estas directivas por parte de Thermo Fisher Scientific y sobre las empresas de reciclaje en su país.

WEEE Konformität

Dieses Produkt muss die EU Waste Electrical & Electronic Equipment (WEEE) Richtlinie 2002/96/EC erfüllen. Das Produkt ist durch folgendes Symbol gekennzeichnet:



Thermo Fisher Scientific hat Vereinbarungen mit Verwertungs-/Entsorgungsfirmen in allen EU-Mitgliedsstaaten getroffen, damit dieses Produkt durch diese Firmen wiederverwertet oder entsorgt werden kann. Mehr Information über die Einhaltung dieser Anweisungen durch Thermo Fisher Scientific, über die Verwerter, und weitere Hinweise, die nützlich sind, um die Produkte zu identifizieren, die unter diese RoHS Anweisung fallen, finden sie unter www.thermoscientific.com/rohsweee.

thermoscientific

Conformité DEEE

Ce produit doit être conforme à la directive européenne (2002/96/EC) des Déchets d'Equipements Electriques et Electroniques (DEEE). Il est marqué par le symbole suivant:



Thermo Fisher Scientific s'est associé avec une ou plusieurs compagnies de recyclage dans chaque état membre de l'union européenne et ce produit devrait être collecté ou recyclé par celles-ci. Davantage d'informations sur la conformité de Thermo Fisher Scientific à ces directives, les recycleurs dans votre pays et les informations sur les produits Thermo Fisher Scientific qui peuvent aider la détection des substances sujettes à la directive RoHS sont disponibles sur www.thermoscientific.com/rohsweee.

Prefacio

Esta guía contiene información detallada sobre cómo utilizar el sistema de GC-MS Thermo Scientific™ ISQ™ 7610 de cuadrupolo simple. El sistema ISQ 7610 está diseñado para mantenerse limpio durante más tiempo, con la finalidad de aumentar al máximo el tiempo de funcionamiento del instrumento y la productividad del laboratorio. El volumen de iones calentados, el conjunto de lentes y la ruta de la óptica iónica del sistema ISQ 7610 garantizan que el sistema se mantenga limpio durante más tiempo. Además, una vez que el sistema no cumple con sus necesidades analíticas, la restauración del rendimiento se lleva a cabo de forma rápida y sencilla. Para reducir considerablemente la necesidad de romper el vacío, enfriar el sistema y pasar horas limpiando, volviendo a montar las distintas piezas y restaurando el sistema, debe contar con una fuente de iones ExtractaBrite y un sistema habilitado para NeverVent. La fuente extraíble incorpora un cartucho que contiene el repelente, las lentes de fuente y las lentes de RF. Todos estos elementos pueden extraerse del instrumento sin romper el vacío. De esta manera, las tareas que normalmente suponen horas, o incluso un día entero de trabajo, pueden llevarse a cabo en cuestión de minutos. El sistema también dispone de una fuente de iones de AEI para proporcionar una sensibilidad inigualable.

Índice

- Acerca del sistema
- Documentación relacionada
- Requisitos del sistema
- Avisos de seguridad y avisos especiales
- Medidas de seguridad para el uso de hidrógeno
- Precauciones para manipular sustancias peligrosas
- Contáctenos

Acerca del sistema

La cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS) es una combinación de dos técnicas analíticas potentes: la cromatografía de gases (GC) es una técnica de separación y la espectrometría de masas (MS) es una técnica de detección. Las mezclas complejas de compuestos individuales pueden inyectarse en el cromatógrafo de gases, ya sea de forma manual o mediante un muestreador automático opcional, y, a continuación, separarse para introducirse en el espectrómetro de masas. La espectrometría de masas generará un espectro de masas del eluyente de la cromatografía de gases y sus componentes, que puede utilizarse en los procesos de identificación cualitativa y cuantificación precisa y exacta de los compuestos individuales de una muestra.



ADVERTENCIA Los sistemas de Thermo Scientific funcionan con seguridad y fiabilidad en condiciones ambientales cuidadosamente controladas. La protección del equipo puede verse perjudicada si no se siguen las instrucciones de funcionamiento especificadas por el fabricante. Si el mantenimiento del sistema no se ciñe a las especificaciones que se indican en este manual, pueden producirse fallos de muchos tipos, incluidas lesiones personales o la muerte. La reparación de fallas del Instrumento causadas por la operación de una manera no especificada por el fabricante queda específicamente excluido de la cobertura de la garantía estándar y del contrato de asistencia técnica.



AVERTISSEMENT Les systèmes Thermo Fisher Scientific fonctionnent de manière sûre et fiable dans des conditions ambiantes minutieusement régulées. La protection fournie par l'équipement peut être entravée si ce dernier est utilisé d'une manière non spécifiée par le fabricant. Si vous maintenez un système en dehors des spécifications listées dans ce guide, des défaillances de types divers sont possibles, pouvant notamment entraîner des blessures, voire la mort. La réparation des défaillances d'instruments liées à une utilisation non conforme aux spécifications du fabricant est expressément exclue de la garantie standard et de la couverture prévue par un contrat de maintenance.

Documentación relacionada

El sistema ISQ 7610 incluye la documentación de ayuda y estos manuales como archivos PDF:

- *Guía de requisitos previos a la instalación de sistema ISQ 7610* (ref. 1R120621-0001)
- *Manual del hardware del sistema ISQ 7610* (ref. 1R120621-0002)
- *Guía del usuario del sistema ISQ 7610* (ref. 1R120621-0003)
- *Manual de piezas de recambio de los sistemas de GC-MS de las series ISQ y TSQ.* ref. 1R120621-0004
- *Guía del usuario del sistema de sonda directa* (ref. 1R120505-0006)

❖ **Para ver los manuales de productos**

Abra la carpeta **Manuals (Manuales)** en el escritorio.

❖ **Para abrir el menú Help (Ayuda)**

- En el software Xcalibur, en la ventana del sistema ISQ 7610 del editor de métodos, seleccione **Help (Ayuda) > ISQ 7610 Help (Ayuda del sistema ISQ 7610)**.
- En el software Chromeleon, se puede consultar el menú ISQ 7610 Help (Ayuda del sistema ISQ 7610) a través del editor de métodos.
- Si la opción está disponible en una ventana o cuadro de diálogo específicos, haga clic en **Help (Ayuda)** o pulse la tecla F1 para obtener información sobre el ajuste de parámetros.

Para obtener más información, visite www.thermofisher.com.

Requisitos del sistema

El sistema de datos del ISQ 7610 debe cumplir los requisitos mínimos indicados a continuación.

Requisitos del sistema	
Hardware	• Procesador de doble núcleo de 3,6 GHz • RAM de 16 GB con memoria gestionada por el sistema • Unidad DVD • Resolución de pantalla de 1280 × 1024 (SXGA) • 20 GB disponibles en la unidad C • Formato NTFS
Software	• Sistema operativo Microsoft™ Windows™ 10 (64 bits) (solo en inglés) o Windows 7 Professional (64 bits) • Microsoft .NET Framework 4.0 o posterior • Thermo Scientific™ Xcalibur™ y software Foundation[a] • Software Thermo Scientific™ TraceFinder™[b] • Software Thermo Scientific™ Chromeleon[b]

[a] Consulte las notas de la versión para conocer la compatibilidad con el software de control de los instrumentos de la serie ISQ.

[b] Consulte las notas de la versión para conocer la compatibilidad con el software de control de los instrumentos de las series ISQ, Thermo Foundation y Xcalibur.

Avisos de seguridad y avisos especiales

Observe las precauciones especificadas en el presente manual. Los avisos de seguridad y especiales aparecen en recuadros.

Avisos especiales

Entre los avisos especiales se incluyen los siguientes:

IMPORTANTE Destaca información necesaria para evitar que se dañe el software, se pierdan datos o se generen resultados de pruebas no válidos. También puede contener información crucial para el rendimiento óptimo del sistema.

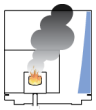
Nota Resalta información de interés general.

Sugerencia Resalta información útil que puede facilitar una tarea.

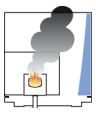
Símbolos de seguridad e indicaciones de advertencia

Todos los símbolos de seguridad van seguidos de las palabras **«ADVERTENCIA»** o **«PRECAUCIÓN»** para indicar el grado de riesgo de daños personales, daños al instrumento o ambos. Los avisos de advertencia y precaución van seguidos de una descripción. La finalidad del aviso de **ADVERTENCIA** es evitar que el usuario lleve a cabo acciones no adecuadas que *pueden* provocar daños personales. La finalidad del aviso de **PRECAUCIÓN** es evitar que el usuario lleve a cabo acciones no adecuadas que *podrían* provocar daños personales o en el instrumento. Estos son los símbolos de seguridad que pueden aparecer en el instrumento y en este manual.

Símbolo	Descripción
	**RIESGO BIOLÓGICO:** indica que se *producirá*, *puede producirse* o *podría producirse* un riesgo biológico.
	**RIESGO DE QUEMADURAS:** advierte sobre la presencia de una superficie caliente que *puede*o *podría* provocar quemaduras.
	**RIESGO DE DESCARGA ELÉCTRICA:** indica que *puede* o *podría* producirse una descarga eléctrica.
	**RIESGO DE INCENDIO:** indica que existe riesgo de fuego o inflamabilidad que *puede* o *podría* producirse.

Símbolo	Descripción
	**RIESGO DE GAS INFLAMABLE:** advierte sobre la presencia de gases comprimidos, licuados o disueltos bajo presión que pueden estallar en llamas al entrar en contacto con una fuente de ignición. Este símbolo indica que existe un riesgo que *puede* o *podría* causar daños físicos.
	**USO OBLIGATORIO DE GUANTES:** indica que el usuario debe usar guantes para llevar a cabo una tarea o, de lo contrario, *pueden* o *podrían* producirse lesiones físicas.
	**RIESGO DE DAÑOS FÍSICOS Y QUÍMICOS:** indica que *podrían* o *pueden* producirse lesiones físicas o daños químicos debido a la manipulación de determinados productos.
	**DAÑOS EN EL INSTRUMENTO:** indica que *podrían* producirse daños en el instrumento o sus componentes. Es posible que este daño no esté cubierto por la garantía estándar del producto.
	**PELIGRO EN EL LEVANTAMIENTO** indica que *pueden* o *podrían* producirse lesiones físicas si un objeto no se levanta con la ayuda de una o más personas.
	**RIESGO DE DAÑOS MATERIALES Y LESIONES OCULARES:** indica que *pueden* o *podrían* producirse lesiones en los ojos.
	**RIESGO POR RADIOACTIVIDAD:** indica que *puede* o *podría* presentarse la exposición a material radioactivo.
	**LEER MANUAL:** advierte que la documentación del instrumento debe leerse cuidadosamente para garantizar la seguridad del usuario y el uso adecuado del instrumento. En caso de que no se lea la documentación, se *puede* o *podría* producir el riesgo de sufrir lesiones físicas.
	**RIESGO POR SUSTANCIAS TÓXICAS:** indica que puede presentarse la exposición a sustancias tóxicas y que dicha exposición *puede* o *podría* provocar lesiones, daños personales o la muerte.
	Para evitar que se produzcan daños personales, este símbolo general de advertencia se coloca delante de la palabra de alerta de seguridad **«ADVERTENCIA»** en cumplimiento con el estándar ISO 3864-2. En el vocabulario de los signos recogidos en la norma ANSI Z535, este símbolo indica que existe un riesgo de posible daño personal si el instrumento no se utiliza de forma adecuada o si se llevan a cabo acciones sin respetar las normas de seguridad. Este símbolo y otros símbolos de seguridad adecuados advierten sobre un riesgo inminente o potencial que *puede provocar lesiones personales*.

Tous les symboles de sécurité sont suivis des mots **AVERTISSEMENT** ou **ATTENTION**, qui indiquent le degré de risque de blessures personnelles, de dommages à l'instrument, ou des deux. Les mentions « Attention » et les avertissements sont suivis d'un descripteur. Un **AVERTISSEMENT** vise à empêcher des actions inappropriées pouvant entraîner des blessures personnelles. Une mention **ATTENTION** vise à empêcher des actions inappropriées pouvant entraîner des blessures personnelles ou des dommages à l'instrument. Vous pouvez trouver les symboles de sécurité suivants sur votre instrument ou dans ce guide.

Símbolo	Descripción
	**RISQUE BIOLOGIQUE** : indique qu'un risque biologique va, peut ou pourrait survenir.
	**RISQUE DE BRÛLURE** : vous avertit de la présence d'une surface chaude qui peut ou pourrait entraîner des blessures par brûlure.
	**RISQUE D'ÉLECTROCUTION** : indique qu'un choc électrique peut ou pourrait survenir.
	**RISQUE D'INCENDIE** : indique qu'un risque d'incendie ou d'inflammabilité peut ou pourrait survenir.
	**RISQUE DE GAZ INFLAMMABLE** : vous avertit que des gaz sont comprimés, liquéfiés ou dissous sous pression et qu'ils peuvent s'enflammer au contact d'une source d'inflammation. Ce symbole indique que ce risque peut ou pourrait entraîner une blessure physique.
	**GANTS REQUIS** : indique que vous devez porter des gants pour effectuer une tâche, sans quoi une blessure physique peut ou pourrait survenir.
	**RISQUE PHYSIQUE ET CHIMIQUE** : indique que des dommages chimiques ou une blessure physique peuvent ou pourraient survenir.
	**DOMMAGES À L'INSTRUMENT** : indique que l'instrument ou le composant pourrait subir des dommages. Ces dommages pourraient ne pas être couverts pas la garantie standard.
	**RISQUE SOULÈVEMENT** : indique qu'une blessure physique peut ou pourrait survenir si un objet n'est pas soulevé par deux personnes ou plus.

Símbolo	Descripción
	**RISQUE MATÉRIEL ET YEUX** : indique que des dommages aux yeux peuvent ou pourraient survenir.
	**RISQUE RADIOACTIF** : indique qu'une exposition à des matériaux radioactifs peut ou pourrait survenir.
	**CONSULTER LE MANUEL** : vous avertit de lire attentivement la documentation de votre instrument afin de garantir votre sécurité et la capacité opérationnelle de l'instrument. Ne pas lire attentivement la documentation peut ou pourrait vous exposer à un risque de blessure physique.
	**RISQUE DE SUBSTANCES TOXIQUES** : indique que l'exposition à une substance toxique peut survenir et que l'exposition peut ou pourrait entraîner des blessures personnelles ou la mort.
	Pour prévenir les blessures personnelles, ce symbole général d'avertissement précède le mot **AVERTISSEMENT** et est conforme à la norme ISO 3864-2. Dans le vocabulaire des signes ANSI Z535, ce symbole indique un risque de blessures personnelles si l'instrument est utilisé de manière inappropriée ou en cas d'actions dangereuses. Ce symbole et un autre symbole de sécurité approprié vous avertissent d'un risque imminent ou potentiel pouvant entraîner des blessures personnelles.

Medidas de seguridad para el uso de hidrógeno

El hidrógeno es un gas incoloro, inoloro y altamente inflamable cuya fórmula molecular es H_2. El gas hidrógeno supone un riesgo porque es combustible en una amplia gama de concentraciones: a temperatura y presión ambiental, varía desde aproximadamente 4 % hasta 74,2 % por volumen.

El hidrógeno tiene un punto de inflamabilidad de –253 °C (–423 °F) y una temperatura de ignición espontánea de 560 °C (1040 °F). Su energía de ignición es muy baja y tiene la velocidad de combustión más elevada de entre todos los gases. Si se le permite expandirse rápidamente a alta presión, puede inflamarse espontáneamente. El hidrógeno arde con una llama que puede resultar invisible si la luz es intensa.



ADVERTENCIA RIESGO DE INCENDIO: el uso del hidrógeno como gas portador es peligroso. El hidrógeno es potencialmente explosivo y debe utilizarse con extremo cuidado. El uso del gas hidrógeno debe evaluarlo el personal competente de salud y seguridad y todas las instalaciones de sistemas de hidrógeno deben seguir los códigos y normas aplicables. Thermo Fisher Scientific no asumirá ninguna responsabilidad por el uso incorrecto de hidrógeno como gas portador.



AVERTISSEMENT RISQUE D'INCENDIE : l'utilisation d'hydrogène comme gaz vecteur est dangereuse. L'hydrogène est potentiellement explosif et doit être utilisé avec une extrême précaution. Toute utilisation d'hydrogène gazeux doit être évaluée par le personnel de santé et de sécurité approprié et toutes les installations de systèmes d'hydrogène doivent se conformer aux codes et aux normes en vigueur. Thermo Fisher Scientific décline toute responsabilité en cas d'utilisation inappropriée d'hydrogène comme gaz vecteur.

Antes de empezar a utilizar hidrógeno, debe efectuar una evaluación de riesgos según la cantidad de hidrógeno que se utilizará y las condiciones del laboratorio. Piense en las preguntas que se muestran a continuación:

«¿Qué riesgos del hidrógeno tienen mayor probabilidad de producirse en este proyecto?»

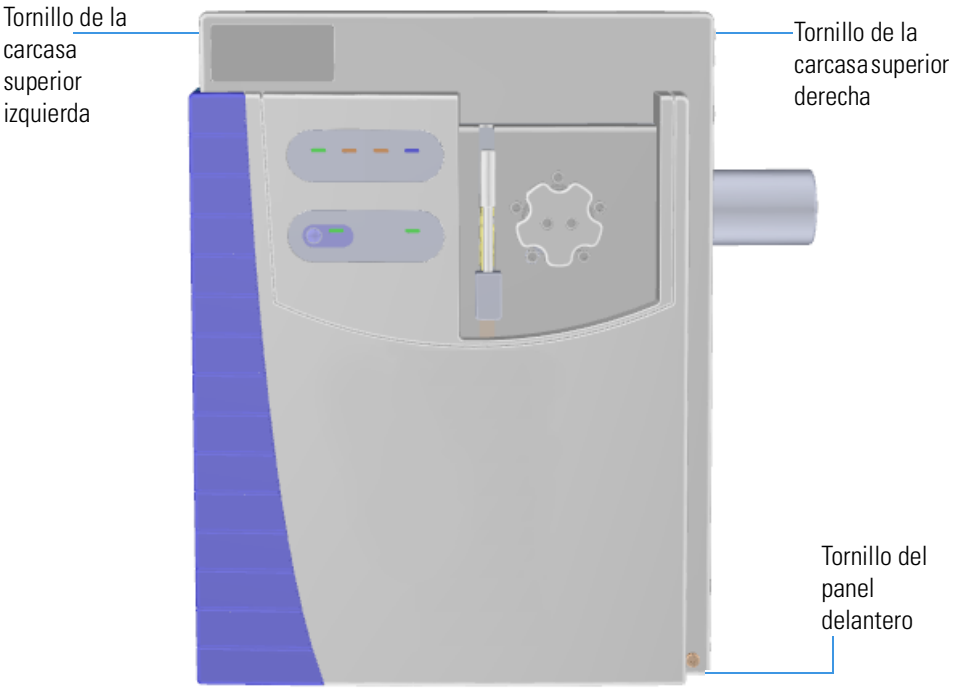
«¿Qué riesgos del hidrógeno pueden tener las peores consecuencias en este proyecto?»

- Intente reducir o eliminar los principales riesgos utilizando la ventilación adecuada para eliminar el gas hidrógeno antes de que pueda acumularse en concentraciones inflamables. Para reducir aún más el riesgo, es importante purgar el hidrógeno y asegurarse de que las personas que trabajen con este gas cuenten con la formación básica de seguridad sobre el hidrógeno.
- Siguiendo las prácticas generales de seguridad en el laboratorio, utilice gafas de seguridad, batas de laboratorio, guantes, entre otros. Por lo general, no existen requisitos específicos para el uso de hidrógeno gaseoso, excepto la protección ocular cuando se trabaja con gases comprimidos. Si trabaja con hidrógeno líquido (criogénico), además de la protección ocular debe utilizar guantes aislados y calzado de protección.
- Coloque señales de «No fumar» y «No encender llamas» para identificar las fuentes y los cilindros de hidrógeno. Lleve a cabo tareas de mantenimiento e inspección de todas las fuentes de hidrógeno con regularidad, además de realizar pruebas para detectar fugas.
- Es fundamental señalar claramente todas las válvulas de cierre del hidrógeno y marcar las tuberías permanentes de hidrógeno en el punto de suministro o descarga y a intervalos regulares en toda su longitud. Cuando el sistema de tuberías de gas hidrógeno atraviese una pared, debe marcarse a ambos lados de esta.
- Es importante desarrollar planes de emergencia que se aplicarán en caso de que ocurra un accidente.
- Tanto el equipo de respuesta ante emergencias del centro como el cuerpo de bomberos local deben conocer la ubicación de todos los depósitos de almacenamiento de hidrógeno.

Uso de hidrógeno con espectrómetros de masas del sistema ISQ 7610

Para usar hidrógeno con el instrumento ISQ 7610, siempre procure cerrar el gas portador del cromatógrafo de gases antes de ventilar o apagar el instrumento ISQ 7610. El instrumento ISQ 7610 cuenta con tres tornillos de seguridad para el uso de hidrógeno que **deben** estar bien colocados. Estos tornillos vienen incorporados al instrumento de fábrica.

Figura 1. Tornillos de seguridad para el uso de hidrógeno en el instrumento ISQ 7610



Asegúrese de que todas las carcasas y los paneles del instrumento ISQ 7610 están bien fijos antes de encender el instrumento ISQ 7610. Si ha ventilado el sistema, compruebe que la válvula de ventilación está bien cerrada antes de encender el sistema. Compruebe que las conexiones, los casquillos y las juntas tóricas están bien selladas antes de encender el sistema.

Directrices de conexión del hidrógeno

Siga estas directrices para conectar el hidrógeno al sistema de forma segura:

- **Tuberías:** el hidrógeno debe suministrarse al equipo a través de tuberías adecuadas y de manera que no suponga ningún tipo de riesgo para el usuario final. Los sistemas de tuberías para el suministro de hidrógeno debe diseñarlos e instalarlos un operario cualificado, con formación y experiencia específicas en estos sistemas.

Suele recomendarse el uso de acero inoxidable para las tuberías ya que es un material seguro y rentable. No se recomienda el uso de *acero negro* ni de cobre, ya que las tuberías podrían debilitarse con el tiempo. No deben emplearse tubos elastoméricos y de varios plásticos y polímeros, a menos que estén aprobados para su uso con hidrógeno. Si se utilizan tubos elastoméricos/plásticos para el suministro de gas hidrógeno, deben haberse sometido a pruebas de permeabilidad de hidrógeno para reducir las fugas al mínimo.

El sistema de tuberías de hidrógeno debe ser suficientemente flexible para soportar la expansión y la contracción térmicas rutinarias. Además, se debe tener en cuenta la exposición a condiciones de temperatura y presión extremas previstas durante la actividad en el sistema. Las tuberías y los soportes también deben resistir las cargas estáticas aplicadas por elementos como el hielo y la nieve, así como las cargas dinámicas de vientos fuertes y terremotos.

Si el sistema de tuberías será subterráneo, se deben aplicar medidas de precaución. Deben emplearse controles adecuados para protegerlo contra daños y corrosión, así como para impedir que el hidrógeno entre en un edificio si se produce una fuga.

- **Conexiones:** todas las conexiones deben ser del tipo adecuado aprobado o diseñado para su uso con gas hidrógeno. Utilice el menor número de conexiones posible para reducir el riesgo de fugas al mínimo. Tras la instalación, asegúrese de llevar a cabo la prueba de fugas periódicamente y antes de utilizar el sistema.

  No debe utilizarse cinta de PTFE ni otros materiales, como *masilla*, para sellar una zona de conexión, ya que esto es perjudicial para un sellado correcto. La mejor opción es emplear tubos de acero inoxidable con conexiones adecuadas estancas al gas.

  La soldadura es la opción preferida para las juntas de los sistemas de tuberías de hidrógeno ya que proporciona una mejor unión y reduce la aparición de posibles fugas en comparación con las conexiones mecánicas. En los sistemas de hidrógeno no se permiten las soldaduras blandas (debido a su bajo punto de fusión y a su potencial de rotura frágil a temperaturas criogénicas). Las soldaduras duras están permitidas, pero deben protegerse contra los posibles incendios externos.

  Las conexiones de los tubos deben fijarse a conexiones de tipo dentado o de ajuste a presión. No se recomienda el uso de *abrazaderas tipo Jubilee* ni de abrazaderas habituales para los tubos.

- **Válvulas:** todas las válvulas deben ser compatibles con el uso de hidrógeno y con determinadas condiciones de funcionamiento. No deben emplearse válvulas ni reguladores que no estén específicamente diseñados e identificados para el uso de hidrógeno. Suele preferirse el uso de válvulas esféricas, ya que ofrecen una mayor estanqueidad del asiento. Asimismo, suelen elegirse accionamientos neumáticos con válvulas controladas a distancia para que las posibles fuentes de ignición (electricidad) queden lejos de la válvula.

  Deben colocarse válvulas de cierre manual de alcance inmediato junto a cada punto de uso. Si un cilindro o un sistema de generación de hidrógeno está a un alcance inmediato, normalmente no es necesaria una válvula de cierre independiente en el punto de uso.

Los reguladores de línea que tengan su origen lejos del punto de uso deben tener una válvula de cierre manual junto a este.

Fuera de la zona de uso, debe instalarse un dispositivo de cierre de emergencia de gas en una ubicación accesible, además de una válvula manual en los puntos de uso de cada espacio educativo o formativo del laboratorio en el que haya sistemas de tuberías de suministro de gas.

Si es necesario, el sistema de tuberías debe contar con un dispositivo limitador de presión ininterrumpido. Este sistema debe estar diseñado para proporcionar un índice de descarga que evite que haya un mayor aumento de presión y para mantener la ventilación hacia una ubicación segura del exterior o en la salida de un sistema de ventilación.

Compra de hidrógeno

Siga las directrices que se indican a continuación a la hora de comprar el hidrógeno:

- Generador de hidrógeno: gracias a la reducción de la cantidad de hidrógeno presente y del nivel de riesgo, el generador de hidrógeno (también denominado electrolizador) es el modo más seguro de adquirir hidrógeno en la cantidad que se utiliza en la GC/MS.

  Sin embargo, para reducir al mínimo el nivel de riesgo, el generador de hidrógeno solo debe emplearse en entornos no explosivos, ya que la acumulación de hidrógeno puede ser inflamable. Esto significa que el sistema de ventilación de la sala o la campana del laboratorio deben mantener como mínimo un índice de intercambio de aire de dos órdenes de magnitud mayores que el índice máximo de producción de hidrógeno del generador. Procure seguir las instrucciones del fabricante sobre el uso y el mantenimiento correctos del regulador.

  Para evitar la posibilidad de fugas de hidrógeno, es preciso configurar el generador para que se desactive en los siguientes casos:

  – Se produce una pérdida de caudal hacia el sistema de ventilación.

  – Se activa la alarma del detector de hidrógeno al 25 % del límite inferior de inflamabilidad de hidrógeno en el aire.

  El oxígeno expulsado por el electrolizador también debe ventilarse hacia el exterior.

- Cilindro de hidrógeno: el hidrógeno puede suministrarse en frascos o cilindros de gas para laboratorio estándar. Estos cilindros contienen una cantidad de hidrógeno limitada y se consideran un modo seguro de transportar y almacenar hidrógeno. Sin embargo, los cilindros de gas hidrógeno comprimido, al igual que todos los cilindros de gas comprimido, deben colocarse y fijarse en posición vertical con una cadena o cable, de preferencia que sean no inflamables. Si el cilindro cae, es posible que la válvula se golpee y que el cilindro presurizado despegue como un cohete; esto produciría una fuga de hidrógeno y posiblemente una explosión, lesiones graves o la muerte. Procure nunca resquebrajar la válvula de un cilindro de hidrógeno para eliminar el polvo o la suciedad de las conexiones antes de instalar un regulador, ya que hay riesgo de ignición espontánea.

Almacenamiento correcto del hidrógeno

El almacenamiento y la manipulación de gas hidrógeno comprimido e hidrógeno líquido criogénico presentan riesgos potenciales para la salud y la seguridad. Es fundamental utilizar técnicas correctas de almacenamiento y manipulación para mantener un entorno de trabajo seguro.

Siga estas instrucciones a la hora de almacenar el hidrógeno:

- Almacene los cilindros de gas hidrógeno de reserva en el exterior y lejos de puertas, ventanas, entradas de ventilación del edificio, estructuras y rutas de vehículos. Esta precaución es aplicable cuando el hidrógeno está o no está en uso. El almacenamiento de cilindros de hidrógeno de reserva en interiores exige requisitos especiales que están fuera del ámbito de este documento. La documentación de cada recipiente debe incluir una descripción, una lista de las ilustraciones y otros documentos disponibles, los resultados de la última inspección y el nombre de la persona responsable.
- Coloque cadenas alrededor de los cilindros de reserva para evitar que vuelquen. Estas cadenas también deben estar protegidas contra la corrosión y el calor excesivo.
- Separe los cilindros de hidrógeno de reserva de los gases oxidantes (como el oxígeno) con una barrera de 1,5 metros (5 pies) de alto y un nivel de resistencia ante incendios de media hora, o bien coloque los cilindros a una distancia mínima de 6 metros (20 pies).
- Cuando traslade cilindros de hidrógeno, tenga en cuenta lo siguiente:
  - Retire el regulador y vuelva a colocar el tapón de la válvula del cilindro antes de moverlo.
  - Traslade los cilindros en carros para cilindros o con otros dispositivos de transporte adecuados.
  - No desplace los cilindros haciéndolos rodar. No deje caer el cilindro. No lo levante por el tapón protector.
- Los sistemas de hidrógeno a granel incluyen hidrógeno gaseoso o líquido en instalaciones fijas; en algunos sistemas de gas, puede utilizarse un remolque (remolque de tubos) semipermanente. Los recipientes de almacenamiento para gas hidrógeno comprimido o hidrógeno líquido deben estar diseñados, fabricados, probados y sometidos a mantenimiento según los códigos y normas aplicables. Los sistemas de hidrógeno a granel representan un nivel de complejidad que también están fuera del alcance de este documento; sin embargo, podemos proporcionar algunas directrices generales.
- El sistema de almacenamiento de hidrógeno a granel no debe ubicarse bajo cables de alta tensión, junto a otros gases o líquidos inflamables ni cerca de zonas públicas. Debe contar con un fácil acceso para el personal autorizado y para el equipo de suministro, pero debe estar protegido contra daños físicos o manipulación indebida.
- Ya que los sistemas de hidrógeno líquido también tienen riesgo criogénico, es posible que sea necesario adoptar medidas de seguridad adicionales para el uso de líquidos criogénicos.

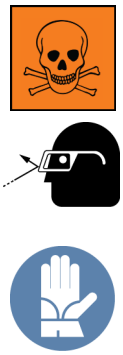
Códigos, normas y referencias de seguridad del hidrógeno

La lista siguiente de códigos, normas y referencias de seguridad no es de ningún modo exhaustiva. Propiamente, es posible que en su localidad haya otros códigos federales, estatales o locales aplicables. Consulte a todos los organismos competentes de su zona antes de instalar o utilizar un sistema de hidrógeno.

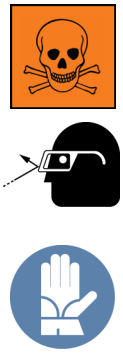
- Air Products Safetygram n.º 4, Gaseous Hydrogen.
- Norma ANSI/AIAA que dicta las directrices de seguridad para el hidrógeno (AIAA G-095-2004, Guide to Safety of Hydrogen and Hydrogen Systems)
- ASME B31.1, Power Piping Code
- ASME B31.3, Process Piping Code
- ASME B31.8, Gas Transmission and Distribution Systems
- BCGA Code Of Practice CP4 Industrial Gas Cylinder Manifolds and Gas Distribution Pipework
- BCGA Code Of Practice CP33 The Bulk Storage of Gaseous Hydrogen at Users' Premises
- CGA G-5, Hydrogen
- CGA G-5.4, Standard for Hydrogen Piping Systems at Consumer Locations
- CGA G-5.5, Hydrogen Vent Systems
- CGA G-5.6, Hydrogen Pipeline Systems
- CGA G-5.8, High Pressure Hydrogen Piping Systems at Consumer Locations.
- FM Global Property Loss Prevention Data Sheets 7-50: Compressed Gases in Cylinders
- FM Global Property Loss Prevention Data Sheets 7-91: Hydrogen
- IGC Doc 121/04/E, Hydrogen Transportation Pipelines System Design Features
- NASA
- NSS 1740.16 Safety Standard For Hydrogen And Hydrogen Systems Guidelines for Hydrogen System Design, Materials Selection, Operations, Storage, and Transportation
- NFPA 52, Vehicular Fuel Systems Code
- NFPA 55, Standard for the Storage, Use, and Handling of Compressed Gases and Cryogenic Fluids in Portable and Stationary Containers, Cylinders, and Tanks, 2005 Edition
- NFPA 68, Standard on Explosion Protection by Deflagration Venting
- NFPA 70, National Electrical Code

- NFPA 497, Recommended Practice for the Classification of Flammable Liquids, Gases, or Vapors and of Hazardous (Classified) Locations for Electrical Installations in Chemical Process Areas
- NFPA 13, Standard for the Installation of Sprinkler Systems
- NFPA 45, Standard on Fire Protection for Laboratories Using Chemicals
- NFPA 55, Standard for the Storage, Use, and Handling of Compressed Gases and Cryogenic Fluids in Portable and Stationary Containers, Cylinders, and Tanks
- NFPA 68, 2007 Standard on Explosion Protection by Deflagration Venting
- NFPA 69, Standard on Explosion Prevention Systems
- NFPA 91, Standard for Exhaust Systems for Air Conveying of Vapors
- NFPA 255, Standard Method of Test of Surface Burning Characteristics of Building Materials
- OSHA 29CFR1910.103 1910.103 Hydrogen

Precauciones para manipular sustancias peligrosas



ADVERTENCIA Antes de utilizar sustancias peligrosas (tóxicas, nocivas, etcétera), lea las indicaciones de peligro y la información indicada en la hoja de datos de seguridad de materiales (Material Safety Data Sheet, MSDS). Utilice siempre un equipo de protección personal, de conformidad con los requisitos de seguridad.



AVERTISSEMENT Avant d'utiliser des substances dangereuses (toxiques, nocives, etc.), veuillez lire attentivement les indications et informations relatives au risque reprises sur la fiche de données de sécurité adéquate. Utilisez un équipement de protection individuelle conformément aux exigences de sécurité.

Nota de advertencia de peligro biológico

En los laboratorios en los que se manipulan muestras biopeligrosas, el usuario debe etiquetar los equipos y accesorios que podrían contaminarse con material biopeligroso.



Las etiquetas de advertencia que deben colocarse se incluyen con el paquete de envío del instrumento. Es responsabilidad del usuario etiquetar los accesorios y piezas del equipo que correspondan.

Cuando se manipulen materiales biopeligrosos, el usuario es responsable de cumplir los requisitos obligatorios que se indican a continuación:

- Proporcionar instrucciones sobre cómo manipular de forma segura los materiales biopeligrosos.
- Formar a los operarios para que conozcan los posibles riesgos.
- Proporcionar equipos de protección personal.
- Facilitar instrucciones sobre qué hacer si un operario queda expuesto a aerosoles o vapores durante el funcionamiento normal (con el uso previsto del equipo) o en caso de fallos concretos, como la rotura de un vial. Las medidas de protección deben tener en cuenta el posible contacto de las sustancias biopeligrosas con la piel, la boca, la nariz (y los órganos del sistema respiratorio) y los ojos.
- Facilitar instrucciones para la descontaminación y la eliminación segura de las piezas relevantes.



ADVERTENCIA El usuario u operario es responsable de la manipulación segura de las sustancias químicas o los compuestos biológicos peligrosos, como muestras bacterianas o víricas y los residuos asociados, entre otros, según la normativa internacional y local.



AVERTISSEMENT L'utilisateur ou l'opérateur est responsable de la manipulation sûre des composés chimiques et biologiques dangereux, y compris, sans s'y limiter, les échantillons bactériens ou viraux et les déchets associés, conformément aux réglementations internationales et locales.

Ventilación de gases tóxicos

En el análisis de compuestos tóxicos, tenga en cuenta que, durante el funcionamiento habitual del cromatógrafo de gases, es posible que se ventilen algunas muestras y se expulsen fuera del instrumento a través de los conductos de ventilación del caudal de purga y división. Asegúrese de que la expulsión de estos gases se dirija hacia una campana de extracción de humos. Consulte las normativas ambientales y de seguridad locales para ver instrucciones sobre el escape de gases de su sistema.

Contáctenos

Hay varias formas de ponerse en contacto con Thermo Fisher Scientific para obtener la información que desee.

- **Para obtener más información sobre nuestros productos**

  Visite www.thermofisher.com para obtener más información sobre nuestros productos.

- **Para obtener información de contacto local para ventas o servicios**

  Visite www.unitylabservices.com/es/home.html.

- **Para proponer cambios en la documentación o en la ayuda**

  También puede enviar un correo electrónico a los editores de publicaciones de documentación técnica a: techpubs-austin@thermofisher.com.

1

Comprobación del funcionamiento del sistema de GC/MS

La información de este capítulo le permite confirmar que el sistema de GC/MS recibe alimentación, que el gas portador es correcto, que el suministro de gas tiene suficiente presión, que el sistema ha alcanzado los niveles de vacío y temperatura adecuados y que no hay fugas.

IMPORTANTE Debe cambiar la columna del cromatógrafo de gases antes de configurar un método. Consulte el Capítulo 2, «Cambio de columna», para obtener instrucciones sobre cómo cambiar la columna.

Índice

- Comprobar que el sistema recibe alimentación
- Verificación del caudal del gas portador
- Comprobación de la presión del suministro de gas portador
- Comprobación de vacío y temperatura

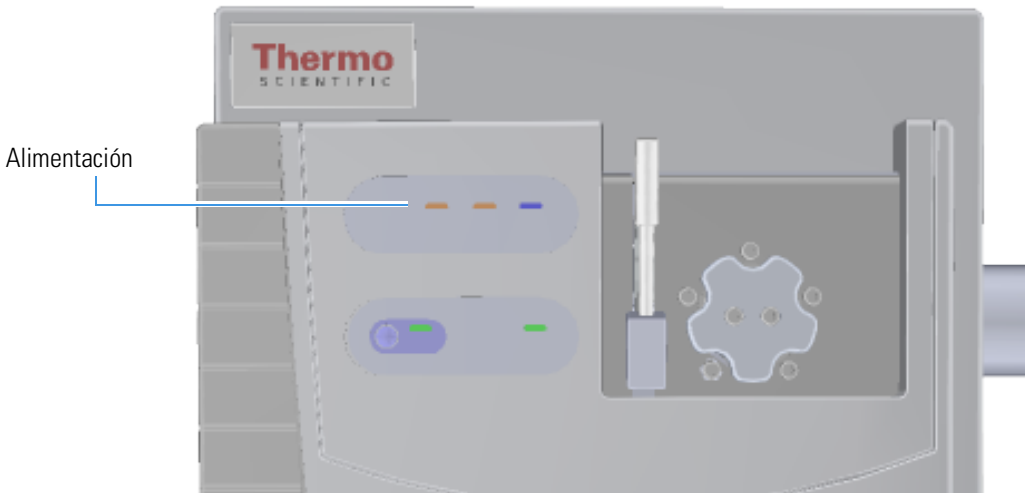
Nota Muchos guantes de nitrilo y látex no certificados para uso en sala aséptica contienen desmoldeantes de silicona que contaminarán el instrumento. Por este motivo, se recomienda encarecidamente el uso de guantes para sala aséptica cuando se trabaje con el espectrómetro de masas ISQ 7610. Recomendamos guantes para sala aséptica de nitrilo CP100 de Cardinal Health. Consulte el *Manual de piezas de recambio de los sistemas de GC-MS de las series ISQ y TSQ* para obtener información sobre cómo hacer pedidos.

Comprobar que el sistema recibe alimentación

Para confirmar que el sistema ISQ 7610 está encendido, compruebe que el indicador luminoso de alimentación en el panel frontal está encendido en color verde y no parpadea. En caso negativo, significa que el sistema ISQ 7610 no está encendido. Para encenderlo, suba el interruptor de alimentación que está en la parte posterior en el lado derecho del instrumento. Si el instrumento no se enciende, revise las conexiones eléctricas y la toma de pared.

El espectrómetro de masas (MS) con bomba de línea de vacío preliminar (bomba mecánica del sistema) debe estar en su circuito correspondiente con una tensión de suministro que cumpla con los requisitos de bombeo.

Figura 1. Comprobación de la alimentación del sistema ISQ LT



Para confirmar que el cromatógrafo de gases TRACE 1600 está encendido, compruebe que el indicador luminoso de alimentación del panel de estado está encendido en color verde y no parpadea. Para confirmar que el cromatógrafo de gases TRACE 1610 está encendido, compruebe si se muestra el menú principal en la pantalla táctil. Para encender el cromatógrafo de gases TRACE 1600 o 1610, suba el interruptor de alimentación grande de plástico estriado que se encuentra en la parte superior derecha del instrumento, en la parte posterior. Si el instrumento no se enciende, revise las conexiones eléctricas y la toma de pared.

Verificación del caudal del gas portador

Una vez que haya confirmado que el sistema está encendido, compruebe que el caudal del gas portador es el previsto.

❖ Para comprobar el caudal del gas portador

1. Acceda al menú del gas portador. En el cromatógrafo de gases TRACE 1610, seleccione **Instrument Control** (Control del instrumento) y, a continuación, **Front/Back Inlet** (Puerto de entrada frontal/Puerto de entrada posterior). Si el cromatógrafo de gases TRACE 1600 funciona con Xcalibur, abra el software Xcalibur. Para ello, haga clic en el icono de Xcalibur del escritorio del ordenador En la hoja de ruta de Xcalibur, seleccione el sistema TRACE 1600 de la lista de instrumentos del panel lateral. Se abre el panel **Status** (Estado). Si el sistema TRACE 1600 funciona con el software Chromeleon, abra el método del instrumento en la consola de Chromeleon para ver el caudal de la columna en **GC Inlets** (Puertos de entrada del cromatógrafo de gases).

2. Se muestra el caudal de la columna.
3. Si los valores reales y los valores de referencia de **Col. Flow** (Caudal de columna) son iguales, quiere decir que el caudal de gas portador es adecuado. Si los valores son distintos, consulte la sección de resolución de problemas de la documentación de usuario del cromatógrafo de gases.

Comprobación de la presión del suministro de gas portador

Asegúrese de tener suficiente presión en el suministro de gas portador para alojar el número de muestras que desee procesar. Si la presión es demasiado baja, podría quedarse sin gas a mitad de un ciclo, lo que afectaría los resultados de los datos.

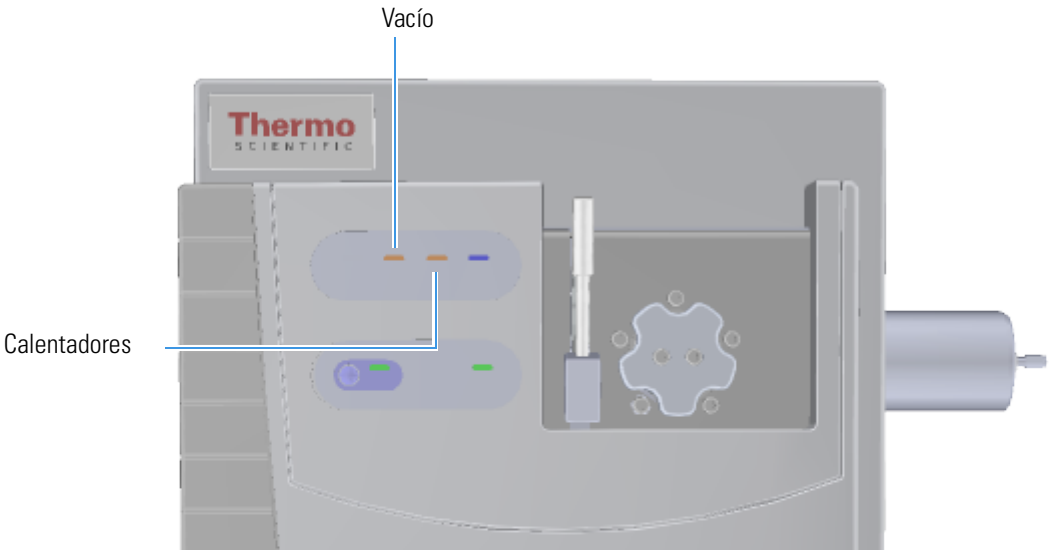
1. Localice el suministro del gas portador. Es posible que esté en una sala distinta, según cómo esté dispuesto su laboratorio.
2. Compruebe el manómetro del suministro.
3. Asegúrese de que la presión está por encima de los 500 psi en la etapa principal (o primera) del regulador. En caso contrario, le recomendamos sustituir el suministro si tiene que procesar muchas muestras.
4. Defina la presión del regulador de segunda etapa entre 80 y 100 psi (entre 560 kPa y 700 kPa).

Comprobación de vacío y temperatura

Compruebe los niveles de vacío y temperatura del instrumento ISQ 7610 mediante los indicadores luminosos de la parte frontal.

Para comprobar el vacío, observe el indicador luminoso de **vacío**. Si la luz es verde y no parpadea, el espectrómetro de masas ISQ tiene un vacío suficiente. Si parpadea lentamente en color naranja, significa que no se ha alcanzado el vacío adecuado. Si la luz es naranja y parpadea rápidamente, significa que no se está alcanzando el vacío adecuado en el instrumento a causa de una fuga. En este caso, debaerá localizar y reparar la fuga y, a continuación, apagar y encender el sistema. Lo más probable es que la tuerca de la columna no esté bien apretada, que la columna no esté bien colocada o que la válvula de ventilación no se haya cerrado por completo.

Figura 2. Uso de los indicadores luminosos del instrumento ISQ 7610



Para comprobar la temperatura, observe el indicador luminoso de **calentadores**. Cuando el indicador luminoso de **calentadores** está en verde y no parpadea, significa que el instrumento ISQ 7610 ha alcanzado la temperatura adecuada. Si la luz es naranja y parpadea, significa que la fuente de iones o la línea de transferencia aún no han alcanzado la temperatura. Si la luz no está encendida, significa que los calentadores tampoco lo están.

Nota Hasta que el indicador luminoso de **vacío** se ilumine en color verde sin parpadear (es decir, que se ha alcanzado el vacío adecuado), los calentadores no se activarán y tampoco se encenderá el indicador luminoso de **calentadores**.

Cambio de columna

El espectrómetro de masas ISQ 7610 se envía con una columna TG-SQC probada en fábrica de 15 m × 0,25 mm de D. I. que el ingeniero de servicio técnico in situ utiliza para cualificar el instrumento. Sin embargo, una vez que se ensucia, no es posible comprar una nueva, por lo que deberá instalar una columna que se ajuste al tipo y a la cantidad de muestras que se procesarán. Debe seleccionar una columna que le proporcione la mejor resolución, velocidad de análisis y cuantificación posibles.

Nota Muchos guantes de nitrilo y látex no certificados para uso en sala aséptica contienen desmoldeantes de silicona que contaminarán el instrumento. Por este motivo, se recomienda encarecidamente el uso de guantes para sala aséptica cuando se manipule la columna. Recomendamos guantes para sala aséptica de nitrilo CP100 de Cardinal Health. Consulte el *Manual de piezas de recambio de los sistemas de GC-MS de las series ISQ y TSQ* para obtener información sobre cómo hacer pedidos.

Nota En algunos de los procedimientos de limpieza de esta sección se requiere el uso de metanol. Si no dispone de metanol o su uso no está permitido, sustitúyalo por etanol para cromatografía líquida-espectrometría de masas (LC-MS) o para cromatografía de gases (GC), o bien por alcohol isopropílico. No utilice etanol desnaturalizado, ya que posiblemente contenga impurezas que podrían contaminar el sistema de GC-MS.

Sugerencia Si su sistema contiene un cromatógrafo de gases TRACE 1610, la pantalla táctil HMI incluye vídeos donde se explica cómo cambiar la columna con los distintos tipos de fuentes de iones. Puede acceder a los vídeos haciendo clic en **Maintenance** (Mantenimiento) **| Videos** (Vídeos) en la pantalla HMI.

A la hora de determinar el tipo de columna que mejor se adapte a sus necesidades, debe tener en cuenta las siguientes premisas:

- **Material de la columna:** las columnas de sílice fundida son asequibles y ampliamente utilizadas. Las columnas fabricadas con este material tienen una amplia gama de fases estacionarias y están disponibles en distintos tamaños que son compatibles con los espectrómetros de masas.

Las columnas de acero de gran diámetro se utilizan ampliamente en los análisis de gas de procesos, pero normalmente no se usan con espectrómetros de masas. También existen columnas de sílice fundida y metal chapado que ofrecen las mismas ventajas que las columnas de sílice fundida y, además, son más resistentes a las roturas gracias al metal. Estas columnas son menos habituales y más caras.

- **Fase estacionaria:** la fase estacionaria es el factor más importante a la hora de seleccionar una columna. La interacción entre la fase estacionaria y el analito determina el grado de separación de los analitos entre sí (resolución) y también afecta la velocidad a la que ocurre esta separación (tiempo de análisis). Elija una fase estacionaria que sea compatible con la naturaleza de sus analitos y con la temperatura máxima del horno del cromatógrafo de gases que se utilizará.
- **Diámetro interno:** cuanto menor sea el diámetro de la columna, mejor será la separación. Sin embargo, las columnas de diámetros más pequeños tienen una menor capacidad para la matriz y los analitos. Como resultado, las columnas de diámetros más pequeños pueden sobrecargarse y esto genera cambios en los tiempos de retención y en las formas de los picos. Las columnas con diámetros más amplios admiten mayores concentraciones de material, pero necesitan una mayor longitud o rampas más lentas de la temperatura del horno del cromatógrafo de gases (lo que alarga el tiempo de análisis) para obtener la misma potencia de separación que las columnas más cortas. Los tamaños habituales de las columnas que se emplean en cromatógrafos de gases y espectrómetros de masas tienen un diámetro interno (D. I.) de 0,25 mm. Sin embargo, las columnas con un diámetro interno inferior, como las columnas de 0,15 y 0,10 mm de diámetro interno, se utilizan cada vez más. También es habitual el uso de columnas con un diámetro interno de 0,32 y 0,53 mm.
- **Grosor de la película:** cuanto mayor sea el grosor de la película, más capacidad habrá para el analito. Esta capacidad puede contribuir a la separación de las muestras de alta concentración y de muestras altamente volátiles, ya que las fases estacionarias más densas proporcionan al analito más oportunidades de interactuar. El grosor óptimo de la película depende del diámetro interno de la columna y de la relación de fase deseada.

  Las películas gruesas con diámetro interno pequeño proporcionan interacciones muy potentes con los analitos y esto puede ampliar el tiempo de análisis y producir colas en el pico. Las columnas con un diámetro interno de mayor tamaño y con película fina tienen muy poca interacción con los analitos y esto producirá tiempos de análisis muy rápidos con poca separación. Los grosores habituales de la película son de 0,25 µm en el caso de una columna con 0,25 mm de diámetro interno. También son habituales los grosores de película de 0,1, 0,5 y 1,0 µm.
- **Longitud:** la longitud de la columna afecta el tiempo en el que el analito debe interactuar con la fase estacionaria. Con columnas más extensas, se obtiene una mejor resolución y una mayor capacidad, pero también se prolonga el tiempo de análisis. Además, las columnas más extensas también son más caras. La longitud habitual de una columna es de 15 o 30 metros para los sistemas de GC/MS. Sin embargo, para mezclas muy complejas, como la gasolina, es posible que se necesiten columnas de 100 metros. También existen columnas muy cortas (de 2,5, 5 y 10 metros).

Nota Póngase en contacto con su representante local de ventas para hacer un pedido de una columna de Thermo Fisher Scientific. También puede consultar nuestro catálogo o visitar nuestro sitio web en www.thermofisher.com.

Sustituir la columna instalada de fábrica

El procedimiento para sustituir una columna dependerá de la configuración de su sistema. Si su sistema no tiene VPI (enclavamiento de sondas de vacío) o tiene una fuente de iones de AEI instalada, consulte el apartado «Sustitución de columna en un sistema ISQ 7610 sin VPI ni fuente de iones de AEI» en la página 7. Si su espectrómetro de masas ISQ 7610 tiene VPI y cuenta con una fuente de iones ExtractaBrite instalada, consulte el apartado «Sustitución de la columna en un sistema ISQ 7610 con VPI y con una fuente de iones ExtractaBrite» en la página 19.

Sustitución de columna en un sistema ISQ 7610 sin VPI ni fuente de iones de AEI

Si su sistema ISQ 7610 no tiene VPI o dispone de una fuente de iones de AEI instalada en el sistema, siga las instrucciones que aparecen a continuación para sustituir la columna.

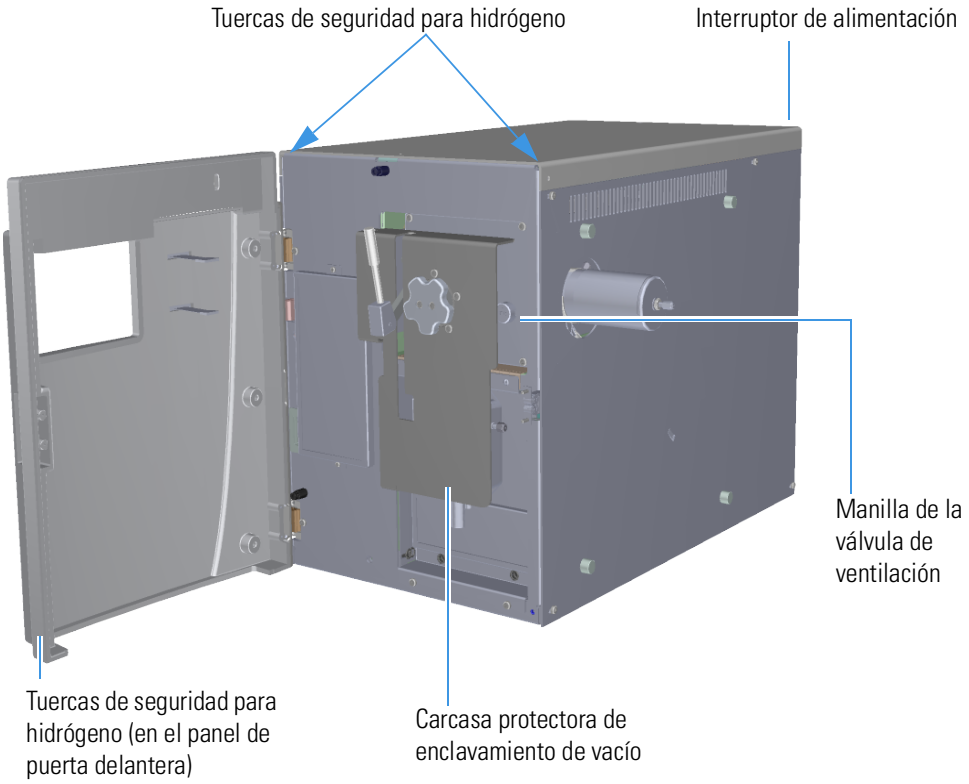
❖ **Para sustituir la columna instalada de fábrica en un sistema ISQ 7610 sin VPI o con una fuente de iones de AEI instalada**

Nota Si está procesando alguna muestra, detenga la adquisición antes de apagar el sistema.

1. Enfríe el inyector y el horno del cromatógrafo de gases. Obtenga más información en la documentación del cromatógrafo de gases.
2. Abra el panel del sistema ISQ 7610 y haga clic en **Shut down (Apagar).**

   Durante el proceso de apagado, los indicadores luminosos de vacío y de calentadores permanecerán apagados. Una vez que el proceso haya finalizado y el sistema esté listo para apagarse, el indicador luminoso de alimentación se iluminará en color ámbar y parpadeará rápidamente. En ese momento, es seguro apagar el sistema ISQ 7610.
3. En la parte izquierda del instrumento, pulse el interruptor de alimentación hacia abajo para apagar el sistema ISQ 7610.

Figura 3. Apagado del instrumento ISQ 7610



4. Abra la puerta delantera del instrumento.
5. Localice la manilla de la válvula de ventilación que está detrás de la parte derecha de la carcasa protectora de enclavamiento de vacío y gírela una vuelta y media hacia la izquierda, para abrir el sistema de ventilación.
6. Retire la columna actual de la línea de transferencia del espectrómetro de masas. Para sustituir la columna del puerto de entrada del cromatógrafo de gases, siga las instrucciones del apartado «Instalación de la columna en el puerto de entrada del cromatógrafo de gases» en la página 25.
7. Conecte la columna a la línea de transferencia del espectrómetro de masas. Al conectar la columna a la línea de transferencia, puede usar la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte con casquillo de grafito Vespel™ o la tuerca de la línea de transferencia normal.

Nota Para obtener mejores resultados, le recomendamos utilizar la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte.

❖ Para conectar la columna mediante la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte

Nota Si utiliza un casquillo de grafito Vespel con la columna, Thermo Fisher Scientific le recomienda combinarlo con la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte. Consulte el manual de piezas de recambio para obtener información sobre cómo hacer pedidos.

1. Reduzca la temperatura del horno y deje que se enfríe.
2. Si el sistema ISQ 7610 está en marcha, apáguelo y ventílelo. Consulte el manual del hardware del instrumento para obtener instrucciones.



PRECAUCIÓN RIESGO DE QUEMADURAS: El inyector, los detectores, el horno y la línea de transferencia pueden estar calientes. Espere a que se enfríen antes de tocarlos.



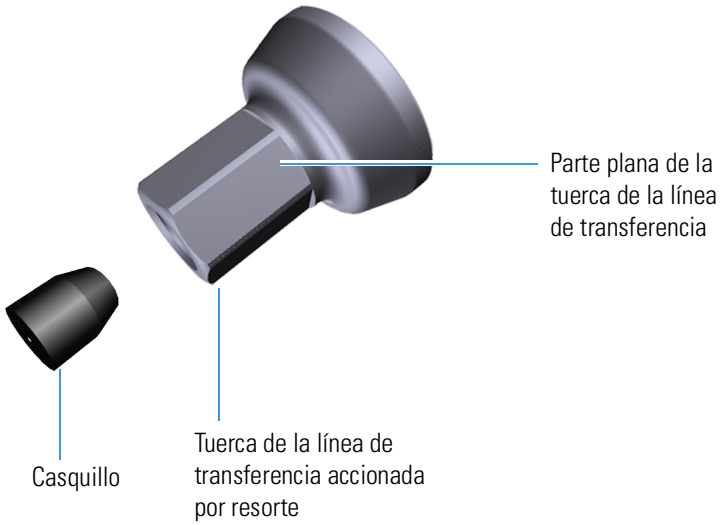
ATTENTION RISQUE DE BRÛLURE : l'injecteur, les détecteurs, le four et la ligne de transfert peuvent être chauds. Laissez-les refroidir avant de les toucher.

3. Deshaga un giro de la columna desde el extremo del puerto de salida de esta.

Nota Utilice guantes limpios, sin pelusa ni talco, para manipular el casquillo de la columna y de la línea de transferencia.

4. Limpie unos 300 mm (12 pulg.) de la columna con un pañuelo humedecido en metanol.
5. Elija un casquillo adecuado para el diámetro externo de la columna.
6. Inserte la columna a través del casquillo, por el extremo cónico de este, y a través de la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte.
7. Limpie la columna de nuevo con un pañuelo humedecido en metanol.

Figura 4. Orientación del casquillo de grafito Vespel y la tuerca de la línea de transferencia



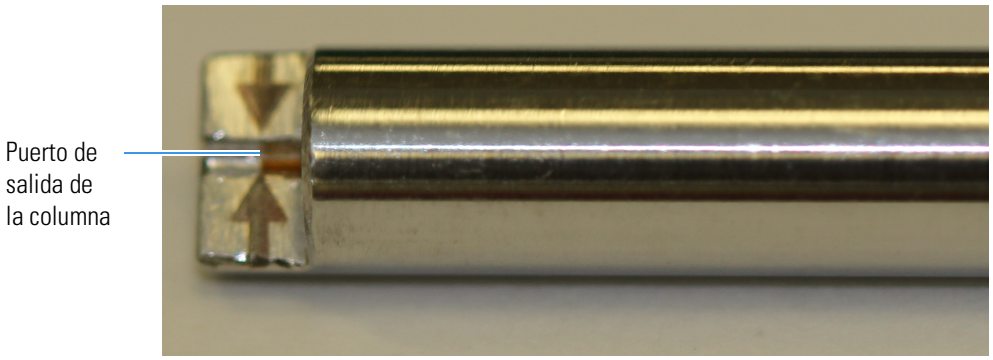
8. Inserte la columna en la herramienta de medición, que se encuentra en el kit de herramientas del espectrómetro de masas (consulte la Figura 5), y colóquela de manera que coincida con las líneas del extremo de la columna. En la Figura 6 se muestra la posición adecuada de la columna en la herramienta para medir con precisión.
9. Utilice una oblea de marcaje para marcar y cortar la columna. Compruebe que el corte sea uniforme y plano con la ayuda de una lupa. Repita el proceso si es necesario.
10. Utilice una llave de 5/16 pulgadas para inmovilizar la herramienta de medición de columnas.

Figura 5. Herramienta de medición de columnas



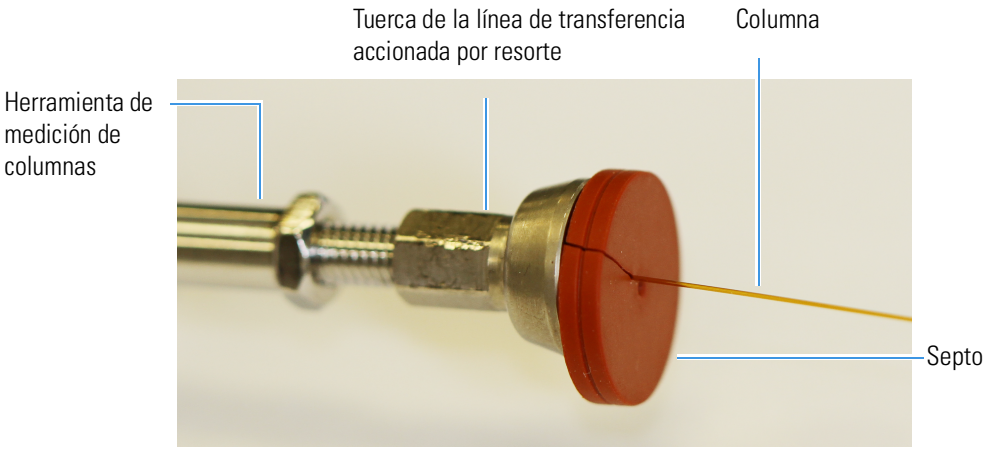
11. Mientras mantiene inmóvil la herramienta de medición de columnas, apriete la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte con una llave de 1/4 pulgadas, hasta que la columna deje de moverse en el casquillo.
12. Afloje la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte girando una de sus caras hacia la izquierda 60 grados de manera que la columna pueda moverse en el casquillo con una resistencia ligera.
13. Alinee el puerto de salida de la columna con las flechas del extremo de la herramienta de medición de columnas.

Figura 6. Alineación de la columna en la herramienta de medición de columnas



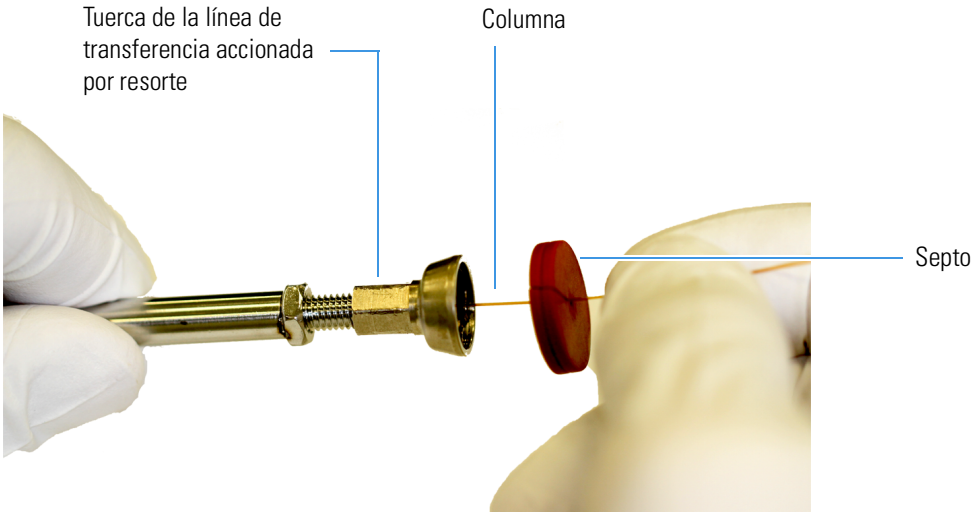
14. Coloque un septo con un corte a modo de muesca detrás de la tuerca de la línea de transferencia. El septo determinará el punto de la columna en el que debe salir de la tuerca.

Figura 7. Colocación del septo



15. Tire de la columna para sacarla de la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte. No mueva el septo de su posición en la columna.

Figura 8. Extracción de la columna de la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte

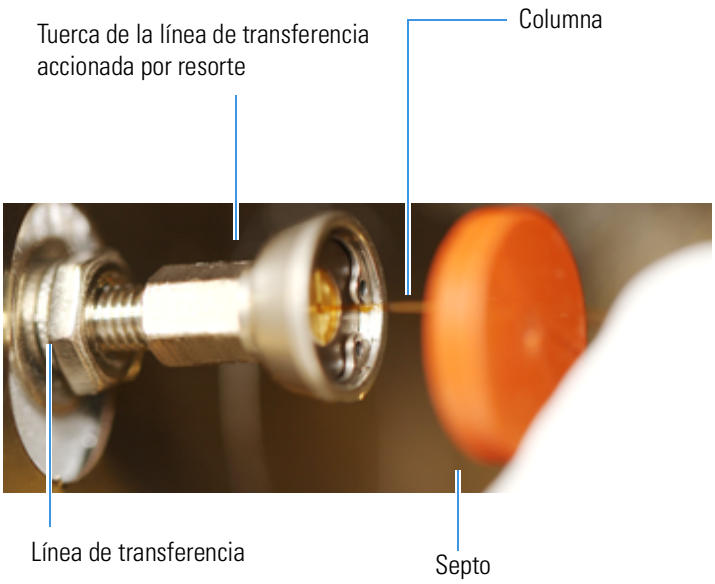


16. Afloje la tuerca de la línea de transferencia de la herramienta de medición de columnas.
17. Extraiga la columna, la tuerca de la línea de transferencia y el casquillo de la herramienta de medición de columnas. Procure no mover el septo de su posición en la columna.

Nota El casquillo debe seguir moviéndose en la columna. Utilice el septo para marcar el punto correcto en el que la columna debe salir de la tuerca.

18. Inserte la columna en la línea de transferencia.

Figura 9. Inserción de la columna en la línea de transferencia



19. Apriete la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte hasta que quede lo suficientemente apretada para no moverse.
20. Afloje la tuerca girando una de sus caras exactamente 60 grados hacia la izquierda.
21. Coloque la columna en la línea de transferencia y, con el septo al que se le ha hecho un corte en forma de muesca, mida la longitud de columna que debe insertar.

Figura 10. Colocación de la columna en la línea de transferencia



22. Apriete la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte girando una de sus caras 60 grados hacia la derecha, de manera que quede de nuevo en el punto en que está lo suficientemente apretada para que no pueda moverse.
23. Apriete la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte un cuarto de vuelta más.
24. Retire el septo con el corte en forma de muesca.
25. Acondicione el casquillo de grafito Vespel:
    a. Cierre la puerta del cromatógrafo de gases.
    b. Suba la temperatura del horno hasta alcanzar el nivel máximo que utilizará con el cromatógrafo de gases.
    c. Espere 10 minutos.
    d. Baje la temperatura del horno a 40 °C (104 °F) y deje que se enfríe antes de continuar.



ADVERTENCIA RIESGO DE QUEMADURAS: El horno podría estar caliente. Deje que se enfríe a temperatura ambiente antes de abrirlo. El inyector seguirá caliente; no lo toque.



ATTENTION RISQUE DE BRÛLURE : l'injecteur, les détecteurs, le four et la ligne de transfert peuvent être chauds. Laissez-les refroidir avant de les toucher.

26. Cierre la puerta delantera del cromatógrafo de gases.
27. Restaure las condiciones de trabajo.
    a. Suba la temperatura del horno a la temperatura inicial que desea utilizar.
    b. Active la compensación de vacío en el cromatógrafo de gases.
28. Encienda el instrumento ISQ 7610.
29. Una vez que el instrumento se haya evacuado y esté listo para iniciar el barrido, observe los espectros de aire/agua y busque indicios de fugas con una señal amplia del ion de *m/z* 28. Si detecta una fuga, detenga el barrido y apriete la tuerca poco a poco hasta que no haya signos de fuga durante el barrido.

❖ **Para conectar la columna mediante la tuerca de la línea de transferencia normal**

Nota Para obtener mejores resultados, le recomendamos utilizar la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte. Consulte el apartado «Para conectar la columna mediante la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte» en la página 9.

1. Reduzca la temperatura del horno y deje que se enfríe.
2. Si el sistema ISQ 7610 está en marcha, apáguelo y ventílelo. Consulte el manual del hardware del instrumento para obtener instrucciones.



PRECAUCIÓN RIESGO DE QUEMADURAS: El inyector, los detectores, el horno y la línea de transferencia pueden estar calientes. Espere a que se enfríen antes de tocarlos.



ATTENTION RISQUE DE BRÛLURE : l'injecteur, les détecteurs, le four et la ligne de transfert peuvent être chauds. Laissez-les refroidir avant de les toucher.

3. Deshaga un giro de la columna desde el extremo del puerto de salida de esta.

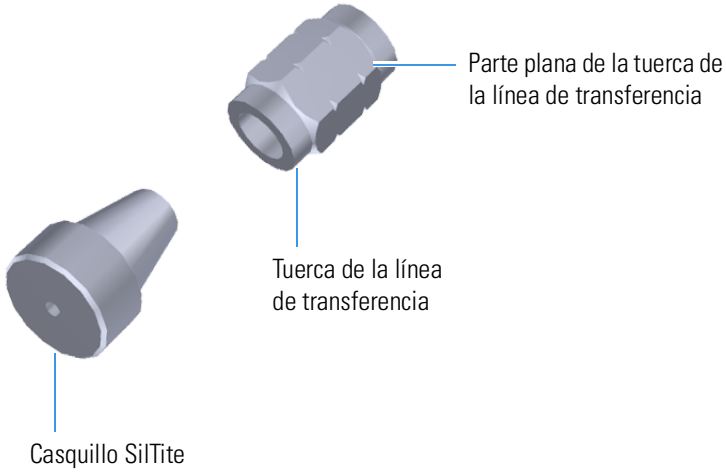
   Nota Utilice guantes limpios, sin pelusa ni talco, para manipular el casquillo de la columna y de la línea de transferencia.

4. Limpie unos 300 mm (12 pulg.) de la columna con un pañuelo humedecido en metanol.
5. Elija un casquillo adecuado para el diámetro externo de la columna.

Nota Si la temperatura máxima del horno de su método es ≥ 290 °C (554 °F), Thermo Fisher Scientific recomienda utilizar una tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte con un casquillo de grafito Vespel o una tuerca y casquillo SilTite™. Si en el horno establece ciclos a esta temperatura y por encima de la misma, la expansión y la contracción del material de grafito del casquillo Vespel puede provocar fugas en la línea de transferencia.

6. Inserte la columna a través del casquillo, por el extremo cónico de este, y a través de la tuerca de la línea de transferencia. Limpie la columna de nuevo con un pañuelo humedecido en metanol.

Figura 11. Orientación del casquillo SilTite y la tuerca de la línea de transferencia



7. Inserte la columna en la herramienta de medición, que se encuentra en el kit de herramientas del espectrómetro de masas (consulte la Figura 12), y colóquela de manera que coincida con las líneas del extremo de la columna. En la Figura 13 se muestra la posición adecuada de la columna en la herramienta para medir con precisión.
8. Utilice una oblea de marcaje para marcar y cortar la columna. Compruebe que el corte sea uniforme y plano con la ayuda de una lupa. Repita el proceso si es necesario.
9. Utilice una llave de 5/16 pulgadas para inmovilizar la herramienta de medición de columnas.

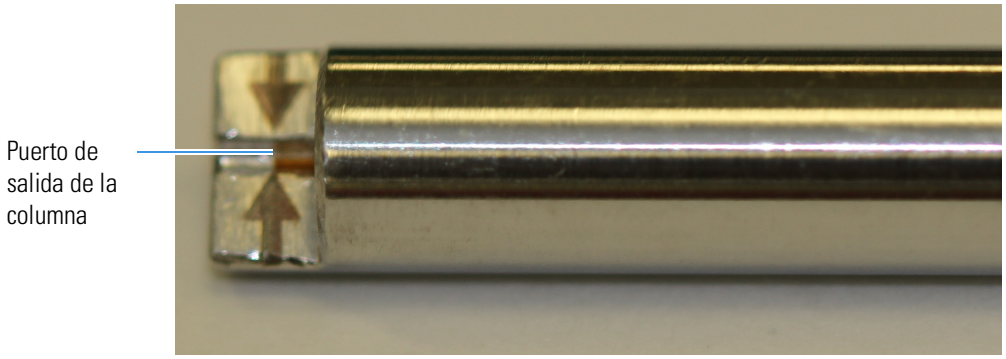
Figura 12. Herramienta de medición de columnas



10. Mientras mantiene la herramienta de medición de columnas inmóvil, apriete la tuerca de la línea de transferencia con una llave de 1/4 pulgadas, hasta que la columna deje de moverse en el casquillo.
11. Afloje la tuerca de la línea de transferencia girando una de sus caras hacia la izquierda 60 grados de manera que la columna pueda moverse en el casquillo con una resistencia ligera.

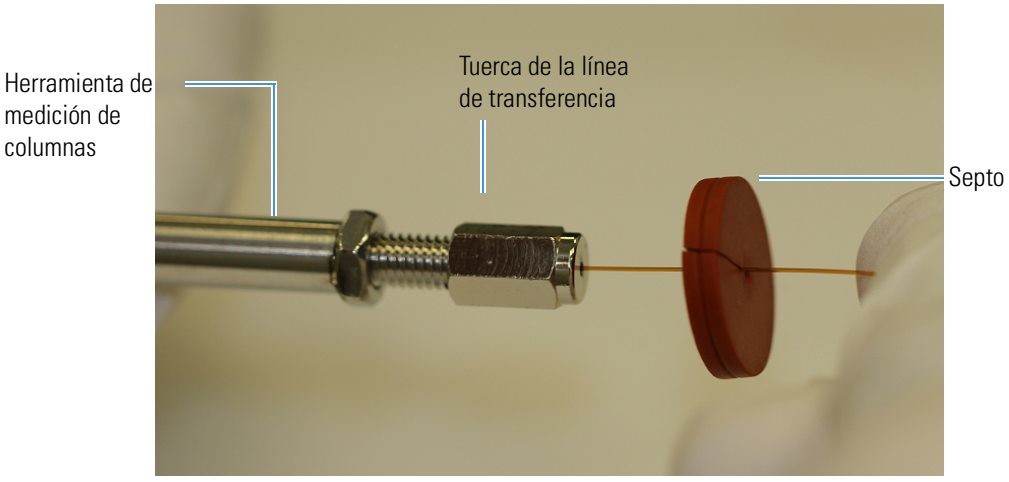
12. Alinee el puerto de salida de la columna con las flechas del extremo de la herramienta de medición de columnas.

Figura 13. Alineación de la columna en la herramienta de medición de columnas



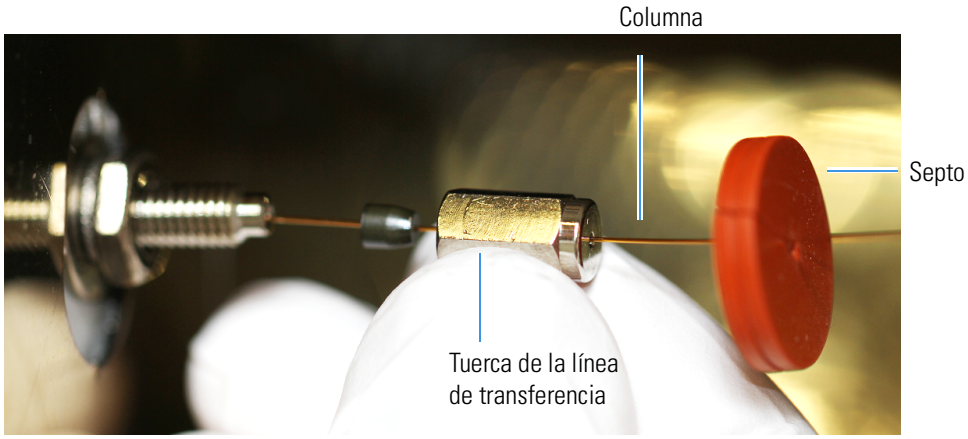
13. Coloque un septo con un corte a modo de muesca detrás de la tuerca de la línea de transferencia. El septo determinará el punto de la columna en el que debe salir de la tuerca.

Figura 14. Colocación del septo



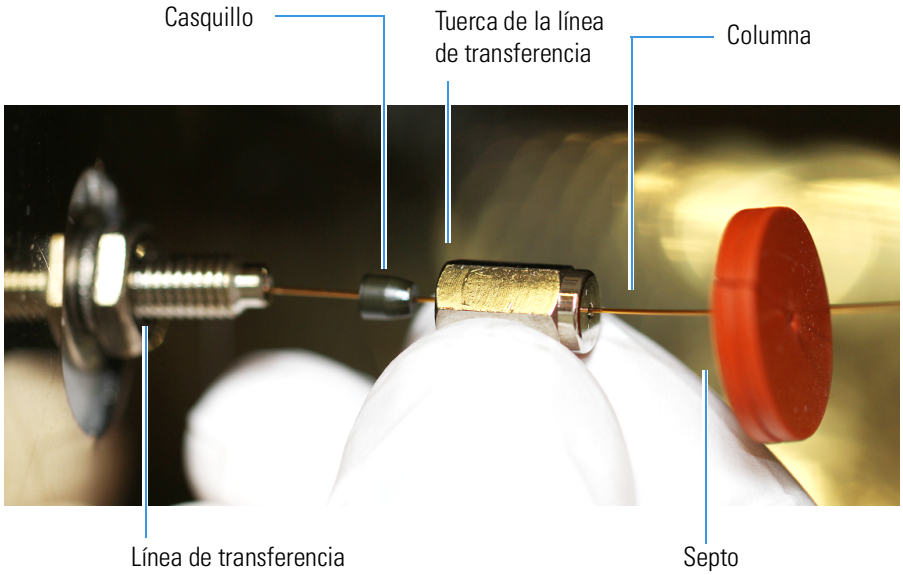
14. Tire de la columna para sacarla de la tuerca de la línea de transferencia. No mueva el septo de su posición en la columna.

Figura 15. Extracción de la columna de la tuerca de la línea de transferencia



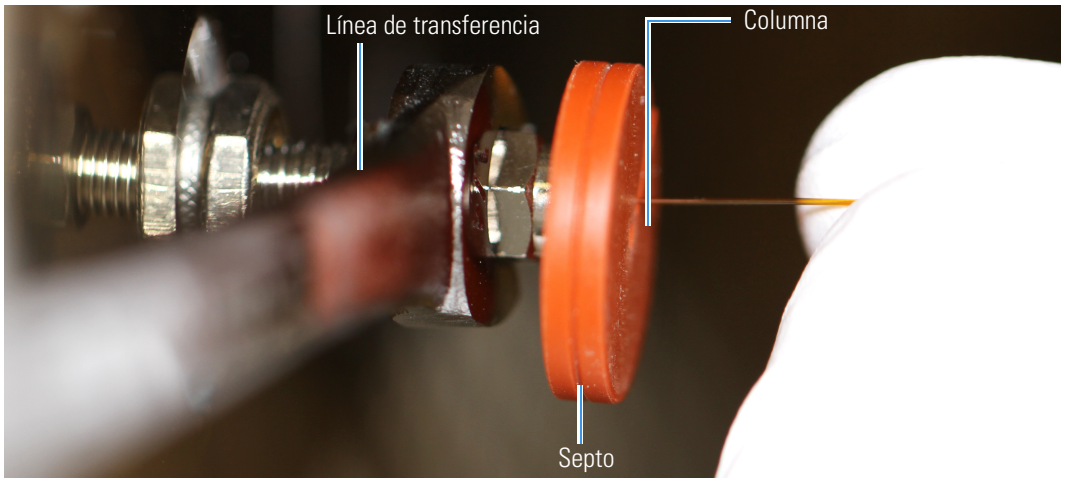
15. Afloje la tuerca de la línea de transferencia de la herramienta de medición de columnas.
16. Extraiga la columna, la tuerca de la línea de transferencia y el casquillo de la herramienta de medición de columnas. Procure no mover el septo de su posición en la columna.
17. Inserte la columna en la línea de transferencia.

Figura 16. Inserción de la columna en la línea de transferencia



18. Apriete la tuerca de la línea de transferencia hasta que quede lo suficientemente apretada para no moverse.
19. Afloje la tuerca girando una de sus caras exactamente 60 grados hacia la izquierda.
20. Coloque la columna en la línea de transferencia. Utilice el septo como guía para medir la longitud de columna que debe insertar. Tenga cuidado para no cambiar la posición del septo en la columna.

Figura 17. Colocación de la columna en la línea de transferencia



21. Apriete la tuerca girando una de sus caras 60 grados hacia la derecha, de manera que quede de nuevo en el punto en que está lo suficientemente apretada para que no pueda moverse.
22. Apriete la tuerca un cuarto de vuelta más.
23. Retire el septo con el corte en forma de muesca.

Nota Si está utilizando un casquillo SilTite, siga las instrucciones que vienen con este. Si está utilizando un casquillo de grafito Vespel, deben acondicionarse para garantizar un sellado óptimo frente a fugas. Consulte el manual de piezas de recambio para obtener información sobre cómo hacer pedidos de estos casquillos.

24. Acondicione el casquillo de grafito Vespel:
    a. Cierre la puerta del cromatógrafo de gases.
    b. Suba la temperatura del horno hasta alcanzar el nivel máximo que utilizará con el cromatógrafo de gases.
    c. Espere 10 minutos.
    d. Baje la temperatura del horno a 40 °C (104 °F) y deje que se enfríe antes de continuar.



ADVERTENCIA RIESGO DE QUEMADURAS: El horno podría estar caliente. Deje que se enfríe a temperatura ambiente antes de abrirlo. El inyector seguirá caliente; no lo toque.



ATTENTION RISQUE DE BRÛLURE : l'injecteur, les détecteurs, le four et la ligne de transfert peuvent être chauds. Laissez-les refroidir avant de les toucher.

e. Vuelva a apretar la tuerca de la línea de transferencia.

25. Cierre la puerta delantera del cromatógrafo de gases.
26. Restaure las condiciones de trabajo.
    a. Suba la temperatura del horno a la temperatura inicial que desea utilizar.
    b. Active la compensación de vacío en el cromatógrafo de gases.
    c. Encienda el instrumento ISQ 7610.

Una vez que el instrumento ISQ 7610 se haya evacuado y esté listo para iniciar el barrido, observe los espectros de aire/agua y busque posibles señales de fugas con una señal amplia del ion de *m/z* 28. Si detecta una fuga, detenga el barrido y apriete la tuerca poco a poco hasta que no haya signos de fuga durante el barrido.

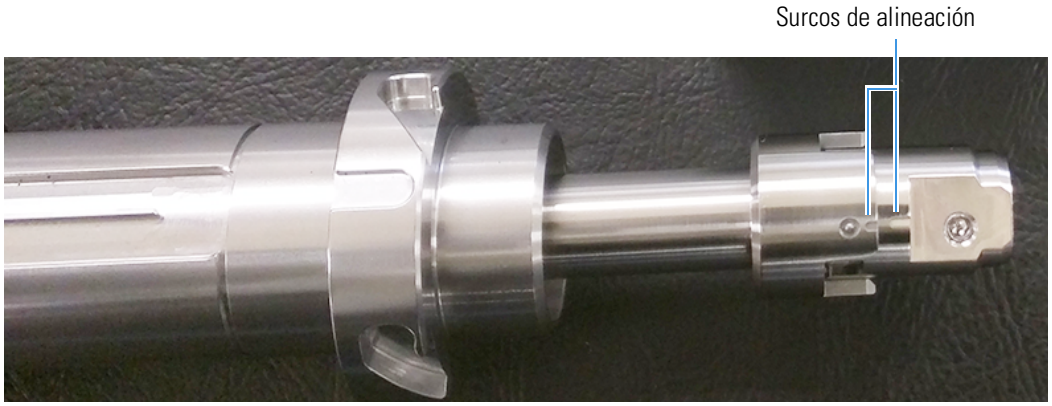
Sustitución de la columna en un sistema ISQ 7610 con VPI y con una fuente de iones ExtractaBrite

Si su sistema ISQ 7610 tiene VPI y dispone de una fuente de iones ExtractaBrite instalada, siga las instrucciones que aparecen a continuación para cambiar la columna.

❖ Para sustituir la columna en un sistema ISQ 7610 con VPI y con una fuente de iones ExtractaBrite instalada

1. Enfríe el horno, la línea de transferencia y la fuente de iones:
    a. En el cromatógrafo de gases, configure el horno en Off (Apagado).
    b. En el panel del sistema ISQ 7610, defina la temperatura de transferencia de la espectrometría de masas a 40 °C y la temperatura de la fuente de iones a 175 °C (para evitar un exceso de oxidación de las partes de la fuente o una posible contaminación del tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V).
2. Utilice la herramienta de extracción de iones y el enclavamiento de vacío para retirar el cartucho de la fuente de iones. Consulte el *Manual del hardware de ISQ 7610* para obtener instrucciones sobre la extracción del cartucho de la fuente de iones.
3. Coloque el cartucho de la fuente de iones en el soporte de la fuente y déjelo aparte.
4. Coloque el tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V en el soporte correspondiente.
5. Acople la herramienta de intercambio de fuentes al tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V en el soporte correspondiente.
6. Gire el tapón hasta que se alinee de forma segura con los surcos de la herramienta de intercambio de fuentes y saque el tapón del soporte. El tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V debe fijarse de forma segura a la herramienta de intercambio de fuentes cuando coincidan las ranuras de alineación de cada pieza.

Figura 18. Colocación del tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V en la herramienta de intercambio de fuentes



Nota Utilice aire comprimido para retirar todo el polvo del tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V antes de introducirlo en el espectrómetro de masas.

7. Una vez que la temperatura de la fuente de iones haya disminuido por debajo de los 200 °C, introduzca el extremo del cilindro de la herramienta de intercambio de fuentes en el enclavamiento de vacío y gírela hacia la derecha para dejarla bloqueada en esa posición. Asegúrese de que el mango negro permanece totalmente extendido y bloqueado.

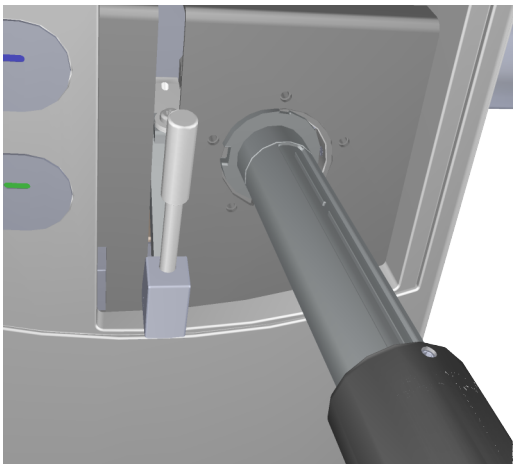
Nota Si la temperatura de la fuente de iones es superior a 200 °C, podrían oxidarse y dañarse algunas partes de la fuente de iones o del tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V y esto podría generar fugas en el espectrómetro de masas.

8. Evacúe el VPI.
   a. Confirme que la herramienta de extracción de fuentes se ha conectado adecuadamente en el VPI.
   b. Pulse el botón azul de **evacuar** situado en la parte delantera del instrumento.
   c. El indicador luminoso de **evacuar** parpadeará en verde durante unos 20 segundos.
9. Si la presión ha vuelto a un valor aceptable tras esperar 20-30 segundos, el indicador luminoso de evacuar se apagará y el indicador luminoso de **listo para abrir** pasará a un color verde fijo. En ese momento, el aire se habrá evacuado del instrumento y será seguro abrir la válvula de enclavamiento de vacío.

Nota Si el indicador luminoso de vacío parpadea en ámbar, significa que hay una fuga en el sistema.

10. Tire del mango de enclavamiento de vacío hacia arriba cuando el indicador luminoso de **listo para abrir** esté encendido en verde sin parpadear.
11. Gire el mango de la herramienta ligeramente hacia la izquierda hasta que alcance el máximo en el riel hacia la izquierda. Consulte la Figura 19.

Figura 19. Inserción del tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V



12. Empuje el mango hacia el instrumento hasta que el extremo del mango esté alineado con la línea grabada en el extremo del cilindro. Cuando llega a esta línea, la herramienta se encuentra totalmente introducida y el tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V está correctamente colocado en el instrumento. Consulte la Figura 20.

IMPORTANTE El tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V debe permanecer acoplado a la herramienta de intercambio de fuentes. No gire el mango de la herramienta de intercambio de fuentes para intentar desacoplar el tapón de la fuente.

Figura 20. Tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V insertado correctamente



13. Espere a que las temperaturas del horno y de la línea de transferencia se sitúen por debajo de los 50 °C para evitar quemaduras cuando toque la columna y la tuerca.

IMPORTANTE Vigile la presión de la bomba de prevacío inicial cuando vaya a extraer la columna y la tuerca para confirmar que el tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V está sellando correctamente la línea de transferencia. Si la presión supera 1 Torr, la fuga es excesiva y el tapón de la fuente debe volver a colocarse o verificar que no tenga daños, especialmente la junta tórica blanca del extremo del tapón de la fuente. Si el mecanismo de protección del vacío desactiva la bomba turbomolecular, es posible que deba reiniciarse la alimentación para poner en marcha las bombas.

14. Retire la columna actual de la línea de transferencia del espectrómetro de masas. Para instalar la columna en el puerto de entrada del cromatógrafo de gases, siga las instrucciones del apartado «Instalación de la columna en el puerto de entrada del cromatógrafo de gases» en la página 25.

IMPORTANTE Si no se colocará una columna inmediatamente en la línea de transferencia (por ejemplo, si se llevará a cabo el acondicionamiento de la columna u otras tareas de mantenimiento del cromatógrafo de gases), aísle la línea de transferencia con una tuerca correspondiente con un casquillo de grafito Vespel sin orificio. Una vez que se ha aislado la línea de transferencia, el tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V puede extraerse hasta que la columna esté lista para colocarse en la línea de transferencia.

15. Desenrolle una porción adecuada de columna para introducirla en la línea de transferencia a lo largo de la parte delantera del instrumento. Normalmente, basta con dejar alrededor de una pulgada (unos 2,5 cm) de espacio entre la columna y el lado izquierdo del panel delantero para la colocación de la columna.

    Nota Utilice guantes limpios, sin pelusa ni talco, para manipular el casquillo de la columna y de la línea de transferencia.

16. Limpie unos 300 mm (12 pulg.) de la columna con un pañuelo humedecido en metanol.
17. Elija un casquillo adecuado para el diámetro externo de la columna.
18. Inserte la columna a través del casquillo, por el extremo cónico de este, y a través de la tuerca de la línea de transferencia accionada por resorte.
19. Limpie la columna de nuevo con un pañuelo humedecido en metanol.

Figura 21. Orientación del casquillo de grafito Vespel y la tuerca de la línea de transferencia

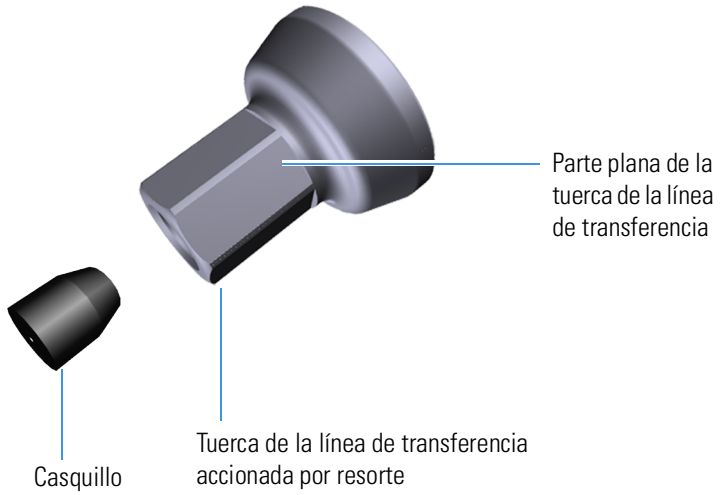
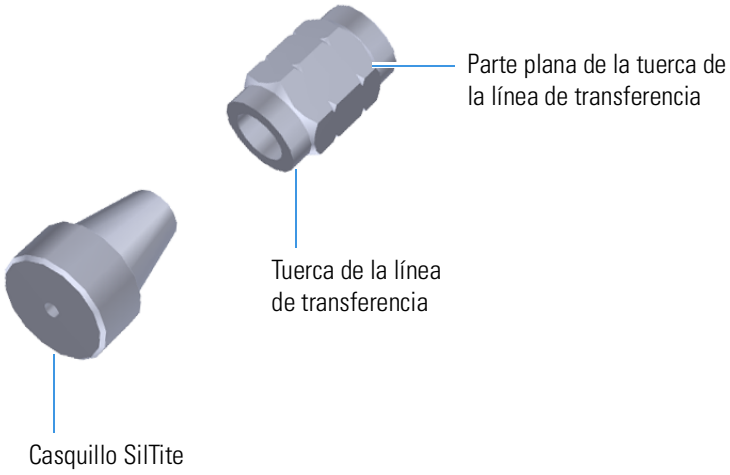


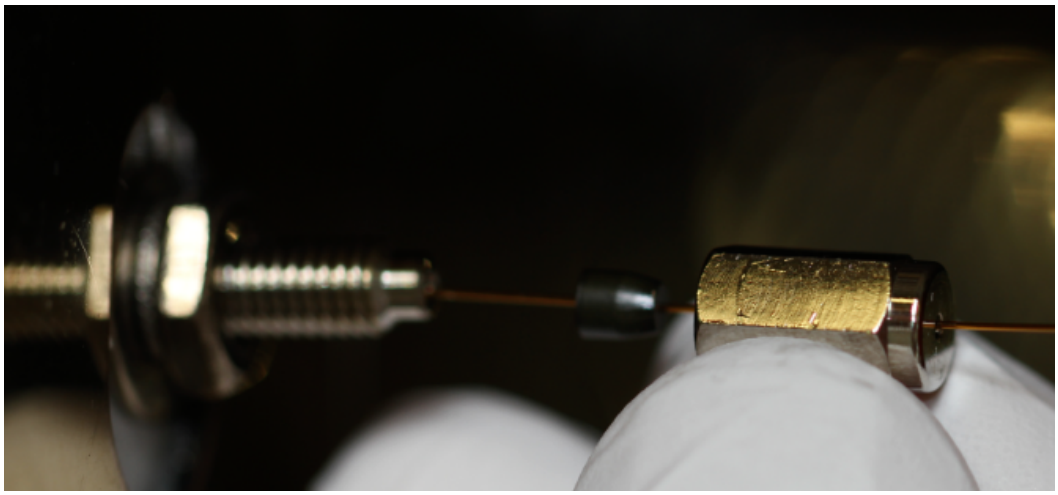
Figura 22. Orientación del casquillo SilTite y la tuerca de la línea de transferencia



20. Inserte la columna nueva a través de la línea de transferencia del espectrómetro de masas.
21. Extienda con cuidado la columna fuera de la parte delantera para permitir la aplicación de la tuerca y el casquillo.
22. Inserte la columna a través de la tuerca y el casquillo (la parte plana de la tuerca está orientada hacia el espectrómetro de masas).
23. Utilice una oblea de marcaje para marcar y, después, eliminar los últimos 10 mm de columna y así disponer de un extremo limpio y bien cortado.
24. Limpie la columna con una toallita humedecida en alcohol tras insertarla a través del casquillo.

25. Vuelva a empujar la columna con cuidado a través la línea de transferencia del cromatógrafo de gases mientras mantiene la tuerca y el casquillo en la columna.
26. Inserte la columna a través de la línea de transferencia del espectrómetro de masas y apriete la tuerca simplemente hasta que la columna ya no pueda deslizarse a través del casquillo.

Figura 23. Colocación de la columna en la línea de transferencia del espectrómetro de masas



27. Afloje la tuerca un cuarto de vuelta y empuje la columna con suavidad a través de la línea de transferencia del espectrómetro de masas hasta que solo toque el tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V.
28. Tire de la columna para sacarla 0,5 o 1 mm del tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V y apriete la tuerca media vuelta.

Nota Para no forzar la introducción de la columna en el tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V cuando apriete la tuerca, tire de la columna en torno a 1 mm antes de apretarla.

29. Asegúrese de que la columna y la tuerca están correctamente instaladas en la línea de transferencia del espectrómetro de masas.
30. Retire el tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V con ayuda de la herramienta de inserción/extracción.
31. Baje el mango para cerrar el enclavamiento de vacío.
32. Retire la herramienta de intercambio de fuentes.
33. Deje que se enfríe el tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V.
34. Saque con cuidado el tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V de la herramienta de inserción/extracción usando el soporte del tapón de la fuente.

Sugerencia Para evitar que quede polvo en el tapón de la fuente con bloqueo de montaje en V, guárdelo en un recipiente cerrado cuando no se esté usando.

35. Con el soporte de la fuente, coloque la fuente de iones en la herramienta de inserción/extracción e instale la fuente de iones usando el enclavamiento de vacío.

Una vez que el instrumento ISQ 7610 se haya evacuado y esté listo para iniciar el barrido, observe los espectros de aire/agua y busque posibles señales de fugas con una señal amplia del ion de *m/z* 28. Si detecta una fuga, detenga el barrido y apriete la tuerca poco a poco hasta que no haya signos de fuga durante el barrido.

Instalación de la columna en el puerto de entrada del cromatógrafo de gases

1. Retire la columna actual según se describe en «Sustitución de columna en un sistema ISQ 7610 sin VPI ni fuente de iones de AEI» en la página 7 o «Sustitución de la columna en un sistema ISQ 7610 con VPI y con una fuente de iones ExtractaBrite» en la página 19.
   a. Abra la puerta delantera del cromatógrafo de gases.



ADVERTENCIA RIESGO DE QUEMADURAS: El inyector, el horno y la línea de transferencia pueden estar calientes. Espere a que se enfríen a temperatura ambiente antes de tocarlos.



ATTENTION RISQUE DE BRÛLURE : l'injecteur, les détecteurs, le four et la ligne de transfert peuvent être chauds. Laissez-les refroidir avant de les toucher.

   b. Afloje la tuerca de la línea de transferencia y extraiga la columna de la línea de transferencia.
   c. Afloje las tuercas del inyector y del detector, y extraiga la columna.
   d. Extraiga la columna de la gradilla de columnas y del cromatógrafo de gases.
2. Conecte la nueva columna en el inyector dentro del cromatógrafo de gases.

Nota Utilice guantes limpios, sin pelusa ni talco, para manipular el casquillo del inyector y de la columna.

   a. Desenrolle la columna lo suficiente para conectar fácilmente los extremos al inyector y al detector.
   b. Limpie unos 100 mm (4 pulg.) de la columna con un pañuelo humedecido en metanol.
   c. Inserte la columna a través del casquillo y la tuerca de retención del inyector (con el extremo más grande hacia arriba). Si se está utilizando una tuerca de retención M4, deslícela sobre la columna a través del corte lateral. Limpie la columna de nuevo con un pañuelo humedecido en metanol.

Sugerencia Deslice un septo con muescas en la columna antes de la tuerca de retención del inyector para facilitar la medición de la distancia adecuada entre la tuerca y el extremo de la columna.

d. Utilice una oblea de marcaje para marcar y cortar la columna a 1 cm (0,4 pulgadas) del extremo, aproximadamente. Compruebe que el corte sea uniforme y plano con la ayuda de una lupa. Repita el proceso si es necesario.

e. Introduzca un septo con muescas en la columna para mantener la tuerca de retención en esa posición. Enrosque la tuerca de retención en el inyector, pero no la apriete.

f. Asegúrese de que el extremo de la columna está a la distancia adecuada de la parte posterior de la tuerca del inyector (sin divisor = 5 mm, con divisor = 10 mm, PTV [vaporizador de temperatura programable] y PTVBKF [vaporizador de temperatura programable y retroflujo] = 30 mm).

g. Ajuste la posición de la columna de manera que el septo esté en contacto con la base de la tuerca de retención. Apriete la tuerca de retención con los dedos hasta que perciba que comienza a apretarse con la columna.

h. Apriete la tuerca de la columna con los dedos hasta que perciba que comienza a apretarse con la columna y, en ese momento, añada un cuarto de vuelta.

i. Retire el septo con muescas de la columna.

3. Establezca los parámetros del cromatógrafo de gases:

a. Defina la temperatura del horno y del inyector a 50 °C (122 °F).

b. Defina el caudal del gas portador a 1,0 ml/min.

c. Desactive la compensación de vacío, que se ubica en el menú Carrier (Gas portador) del cromatógrafo de gases.

d. Utilice el conector del caudalímetro de la columna para comprobar que el caudal fluye por la columna. Si no dispone de un caudalímetro, sumerja el puerto de salida de la columna en un pequeño vial de metanol. Si hay burbujas, significa que el caudal fluye por la columna. Si no hay flujo del caudal, compruebe que el gas portador está activado, que el puerto de entrada del cromatógrafo de gases está presurizado y que la columna no está obstruida. Si sigue sin haber flujo del caudal, consulte la documentación del cromatógrafo de gases o póngase en contacto con el servicio de asistencia técnica.

e. Purgue la columna durante 10 minutos como mínimo. Si ha utilizado metanol para detectar el caudal de la columna, saque la columna del metanol durante el periodo de purga.

f. Inserte la columna en el conector del caudalímetro de la columna que bloquea el caudal.

4. Verifique que la columna no tenga fugas.

   a. En el sistema TRACE 1310, seleccione el icono **Leak Check** (Comprobación de fugas) en el menú **Maintenance** (Mantenimiento). De lo contrario, realice la comprobación de fugas a través del sistema de datos cromatográficos. Consulte la *Guía de usuario del cromatógrafo de gases de las series TRACE 1300 y TRACE 1310* para obtener más instrucciones.

   b. Comience la comprobación de fugas.

      Las válvulas de división y purga del canal seleccionado se cierran automáticamente, y el canal se presuriza con gas portador al valor de consigna de comprobación de fugas.

      El sistema monitoriza la presión durante un minuto. Si la presión no baja más del valor de sensibilidad máximo permitido, se habrá superado la comprobación de fugas. Si no se supera la comprobación de fugas, utilice el detector de gas para encontrar y arreglar las fugas.

      Sugerencia Pueden aparecer fugas si no se aprieta el racor del conector del caudalímetro de la columna. Compruebe el racor antes de buscar la fuga en otro lugar.



PRECAUCIÓN DAÑOS EN EL INSTRUMENTO: No deje que el conector del caudalímetro de la columna supere los 80 °C (176 °F). De lo contrario, se fundirá y dañará el instrumento.



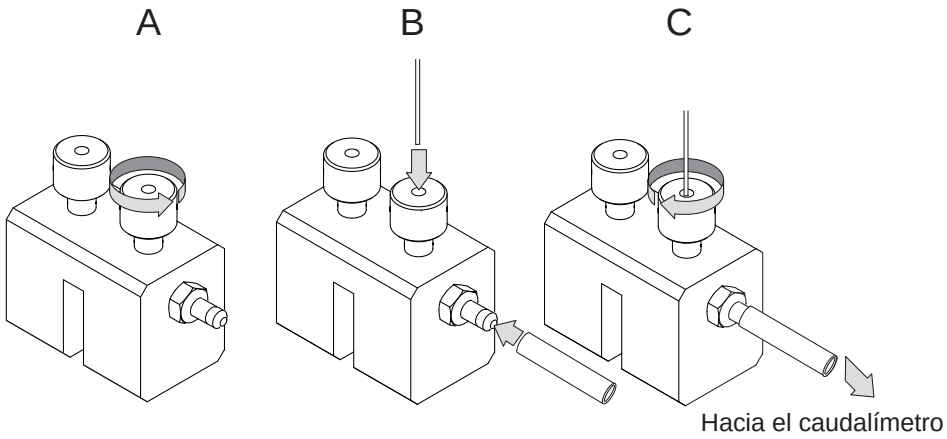
ATTENTION DOMMAGES À L'INSTRUMENT : ne laissez pas le connecteur du débitmètre de la colonne dépasser les 80 °C (176 °F). Dans le cas contraire, il va fondre et endommager l'instrument.

   c. Repita la comprobación de fugas hasta que se indique que no hay presencia de fugas.

5. Calibre el flujo de gas portador (evaluación de la columna):

   a. Empuje con cuidado el extremo de la columna capilar para introducirlo en la sección del caudalímetro del conector del caudalímetro de la columna.

Figura 24. Conector del caudalímetro de la columna



b. Conecte el caudalímetro al racor específico del conector del caudalímetro de la columna.

c. Si dispone de un sistema TRACE 1310, seleccione el icono de **Back Column** (Columna trasera) o **Front Column** (Columna delantera) en el menú **Configuration** (Configuración). De lo contrario, realice la evaluación de la columna a través del sistema de datos cromatográficos. Consulte la *Guía de usuario de TRACE 1600 y TRACE 1610* para obtener más instrucciones.

d. Seleccione **Column** (Columna) e introduzca las características físicas de la columna.

e. Si hay una precolumna/poscolumna, defina su longitud y diámetro interno nominal en los mismos intervalos válidos para la columna. Se añadirán las siguientes dos líneas en el menú.

> **Nota** Para obtener los resultados más reproducibles posibles, debe realizar una evaluación de la columna más detallada. No obstante, los siguientes pasos, a pesar de que es recomendable llevarlos a cabo, no son obligatorios.

f. Inicie la evaluación de la columna. En función de las características físicas de la columna, el sistema calcula y muestra el factor K de la columna pertinente. Al final de la rutina, un mensaje indicará que la evaluación se ha realizado correctamente.

g. Espere un factor K de aproximadamente 0,7-0,9 para una columna de 15 m con un diámetro interno de 0,25 mm (1,3-2,0 para una columna de 30 m con un diámetro interno de 0,25 mm). Si la columna no notifica un factor K que se ciña a este intervalo o que no sobrepase 0,1 unidades del valor almacenado previo, compruebe si hay una fuga o columna rota usando el detector de fugas. El factor K es la resistencia medida de la columna. Un factor K demasiado bajo puede indicar la presencia de una fuga en el sistema, mientras que si es demasiado alto, puede indicar la presencia de una obstrucción.

   Solucione los problemas que detecte y repita el ciclo de evaluación de la columna hasta que obtenga un factor K adecuado.

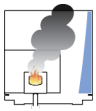
6. Desconecte el caudalímetro de la columna:
   a. Desconecte la columna del conector del caudalímetro de la columna.
   b. Retire el componente de plástico transparente, incluidos los racores, del horno y déjelos aparte.
   c. Cierre la puerta del cromatógrafo de gases.
7. Si es necesario, acondicione la columna antes de insertarla en el sistema ISQ 7610. El acondicionamiento de la columna consta de pasar un caudal de gas portador a través de la columna calentada a una temperatura programada, como se describe en las instrucciones del fabricante de la columna.

IMPORTANTE No deje el tapón de la fuente en el instrumento demasiado tiempo. Durante el acondicionamiento, coloque un casquillo sin orificio en la columna. A continuación, retire el tapón de la fuente del instrumento (no es necesario que vuelva a instalar el cartucho de la fuente de iones). Vuelva a colocar el tapón de la fuente en el VPI antes de extraer el casquillo sin orificio.

   a. Si no hay ninguna instrucción de acondicionamiento concreta, lleve a cabo el acondicionamiento de la columna estableciendo una temperatura final de entre 10 y 20 °C por debajo de la temperatura máxima recomendada.



PRECAUCIÓN DAÑOS EN EL INSTRUMENTO: El material expulsado por la columna (sangrado de la columna) durante el acondicionamiento puede contaminar la fuente de iones si la columna se inserta en la línea de transferencia durante la fase de alta temperatura del acondicionamiento.



ATTENTION DOMMAGES À L'INSTRUMENT : les matières rejetées par la colonne (ressuage de la colonne) lors du conditionnement peuvent contaminer la source d'ions si la colonne est insérée dans la ligne de transfert lors de la phase à haute température du conditionnement.



ADVERTENCIA RIESGO DE INCENDIO: No utilice hidrógeno como gas portador para el acondicionamiento de la columna. Podría ventilarse al interior del horno y provocar un riesgo de explosión.

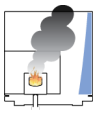


AVERTISSEMENT RISQUE D'INCENDIE : n'utilisez pas d'hydrogène comme gaz vecteur pour le conditionnement de votre colonne. Il pourrait être ventilé à l'intérieur du four et présenter un risque d'explosion.

   b. Ponga en marcha el programa de transición lenta de temperatura que recomienda el fabricante. Un programa típico se basaría en mantener la columna a 40 °C (104 °F) durante 15 minutos y, a continuación, comenzar una rampa de 10 °C/min (50 °F/min) hasta alcanzar entre 10 y 20 °C por debajo de la temperatura máxima permitida en la columna. Mantenga la columna a esta temperatura durante dos horas.



PRECAUCIÓN DAÑOS EN EL INSTRUMENTO: Nunca supere la temperatura de funcionamiento máxima indicada por el fabricante de la columna.



ATTENTION DOMMAGES À L'INSTRUMENT : ne dépassez jamais la température de fonctionnement maximum de la colonne indiquée par le fabricant.

3

Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610

Los ajustes mejorarán el rendimiento del espectrómetro de masas ISQ 7610. Para conseguir una estabilidad óptima, comience a configurar los ajustes del instrumento solo cuando los indicadores luminosos de la parte frontal estén en verde y no parpadeen. Estos indicadores luminosos señalan que el instrumento ha alcanzado el vacío adecuado y la última temperatura definida. Si el sistema ha estado apagado durante un determinado periodo de tiempo (está frío), los componentes del instrumento tardarán más tiempo (hasta 4 horas) en alcanzar una temperatura y un vacío estables. Si no ha ventilado el instrumento ISQ 7610 (está caliente), los componentes tardarán aproximadamente 30 minutos en alcanzar el vacío y la temperatura deseados.

IMPORTANTE Deje reposar el instrumento ISQ 7610 hasta que logre estabilizarse. De lo contrario, podrían aparecer desviaciones de masa, cambios espectrales de masa o alteraciones en la fragmentación de los datos.

Índice

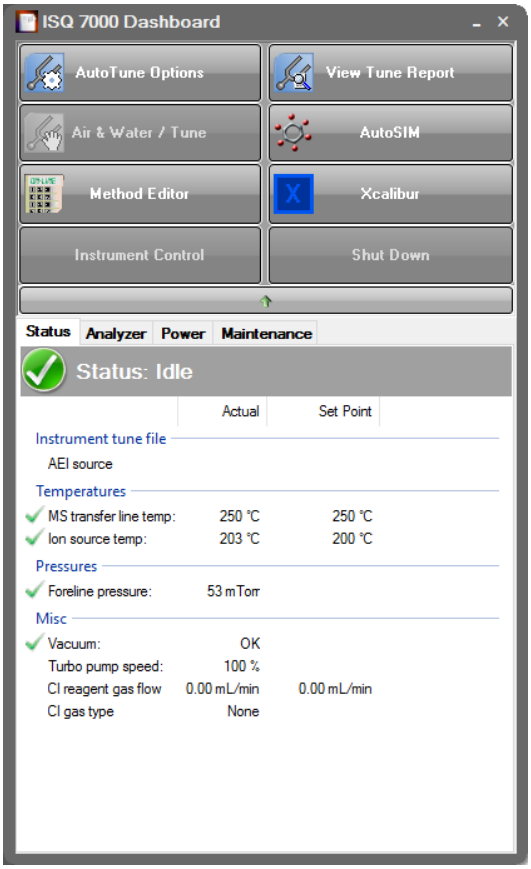
- Acceso a los ajustes del sistema ISQ 7610
- Tipos de ajuste
- Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610
- Uso de SmartTune
- Ajustes para DFTPP y BFB

Acceso a los ajustes del sistema ISQ 7610

❖ Para acceder a la función AutoTune del sistema ISQ 7610 en el software Xcalibur

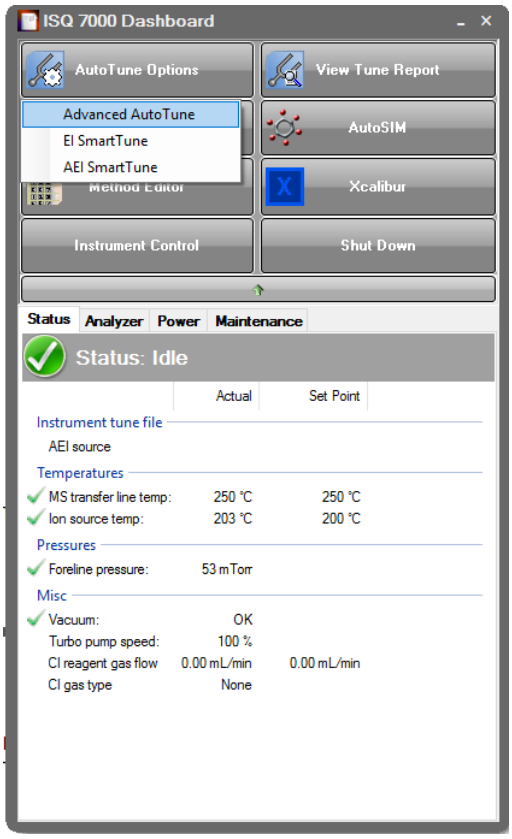
Abra el panel de sistema ISQ 7610 y haga clic en **AutoTune Options** (Opciones de AutoTune) para abrir la ventana de AutoTune.

Figura 25. Acceso a la función AutoTune desde el panel del sistema ISQ 7610



1. Si ha configurado Advanced AutoTune o SmartTune para su fuente de iones de ionización por impacto de electrones (EI) o ionización por impacto de electrones avanzada (AEI), puede acceder a esas opciones haciendo clic con el botón derecho del ratón en **AutoTune Options** (Opciones de AutoTune) y seleccionándolas del menú desplegable. Consulte la Figura 26.

Figura 26. Selección de las opciones de AutoTune

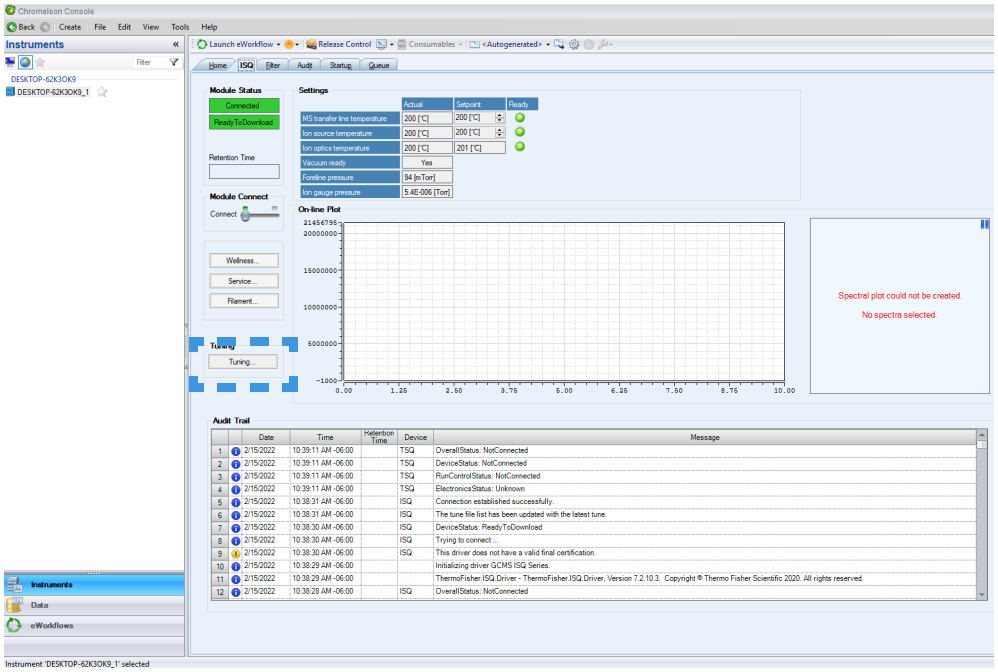


Se abre la lista de tipos de ajuste disponibles.

❖ Para acceder a los ajustes del sistema ISQ 7610 en el software Chromeleon

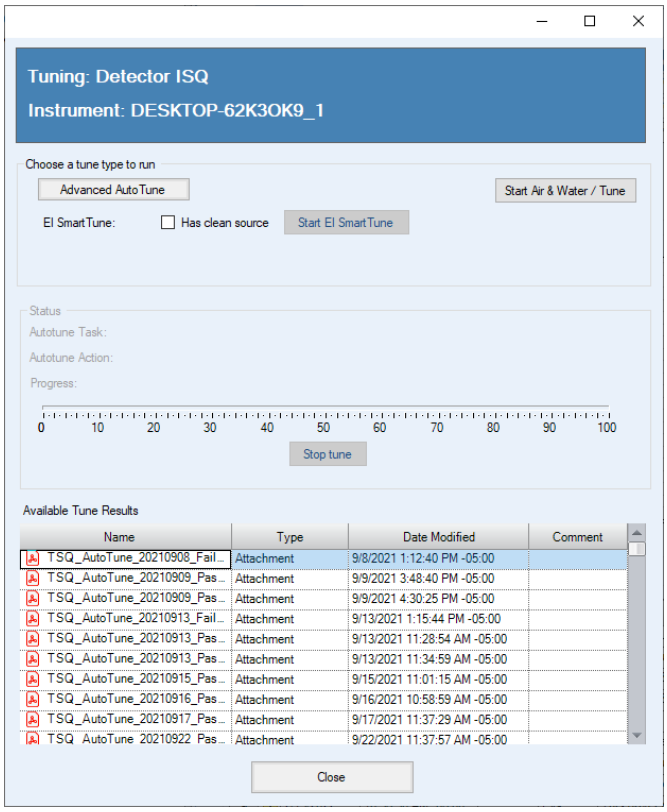
1. Vaya a la pestaña **ISQ** de la consola de Chromeleon y haga clic en **Tuning** (Ajustes) para abrir la ventana de ajustes. Consulte la Figura 27.

Figura 27. Acceder al ajuste del sistema ISQ 7610 mediante la consola Chromeleon



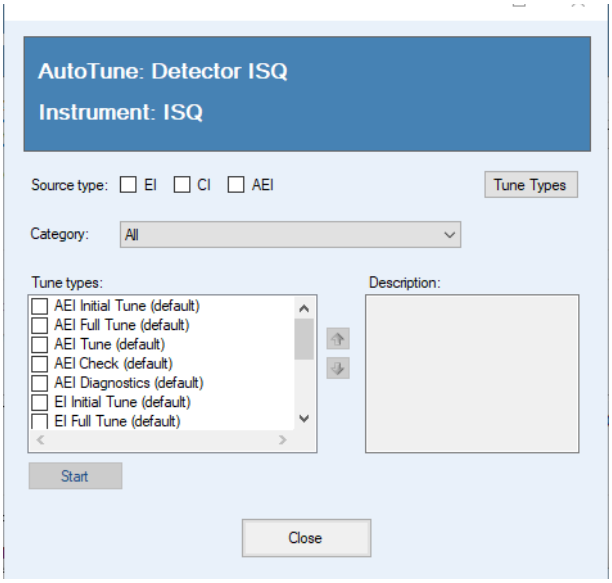
2. Si ha configurado Advanced AutoTune o SmartTune para su fuente de iones de ionización por impacto de electrones (EI) o ionización por impacto de electrones avanzada (AEI), puede acceder a esas opciones haciendo clic en **Advanced AutoTune** (AutoTune avanzado) en la función Tuning (Ajustes). Consulte la Figura 28.

Figura 28. Apertura del panel Tuning (Ajustes)



3. Se abre la ventana AutoTune con una lista de los tipos de ajuste disponibles. Consulte

Figura 29. Apertura de la ventana AutoTune



Tipos de ajuste

En esta sección se explican los distintos tipos de ajuste de la función AutoTune del sistema ISQ 7610.

Ajuste inicial de EI
Ajuste completo de EI
Ajuste de EI
Comprobación de EI
Diagnóstico de EI
Ajuste de CI negativa
Ajuste de CI positiva
Ajuste completo de AEI
Ajuste de AEI
AEI Check (Comprobación de AEI)
Diagnóstico de AEI

Ajuste inicial de EI

EI Initial Tune (default) (Ajuste inicial de EI [predeterminado]): este ajuste se utiliza para restablecer los parámetros que podrían utilizarse como punto inicial para el resto de los otros ajustes tras la limpieza de la fuente de iones. Por ello, solo debe usarse cuando la fuente de iones está limpia. Este ajuste también es el que debe utilizarse cuando se cambia a partir de un archivo de ajuste heredado generado con el software anterior de control del instrumento. El ajuste inicial de EI comienza a partir del archivo de ajuste que se almacena en el instrumento en fábrica, el cual debe tener valores de frecuencia adecuados y una calibración de masa cercana para considerarse válido. Durante el ajuste, la ganancia del detector se calibra para generar aproximadamente 300.000 electrones por cada ion que colisiona contra el detector. A continuación, el ajuste lleva a cabo una calibración de masa y resolución, configura las lentes y pone en marcha la comprobación de fugas. La tensión del repelente y del desbalance del cuadrupolo se establecen en valores bajos para ajustar la resolución de forma sencilla. Esto puede hacer que este ajuste tenga una sensibilidad inferior que otros con tensiones más elevadas. Además, este ajuste genera espectros que se asemejan más a los ajustes de fábrica, por lo que el ingeniero del servicio técnico puede usarlo para crear un nuevo archivo de ajuste de fábrica en el instrumento.

Ajuste completo de EI

EI Full Tune (default) (Ajuste completo de EI [predeterminado]): este ajuste se utiliza para reajustar el sistema por completo. El procesamiento de este toma más tiempo, pero ofrece la ventaja de volver a optimizar prácticamente todos los parámetros que afectan la señal. Este tipo de ajuste lleva a cabo la calibración de la masa, configura las lentes y la resolución, y pone en marcha la comprobación de fugas. La ganancia del detector se calibra para generar 300.000 electrones por cada ion que colisiona contra el detector. El ajuste completo de EI es recomendable cuando la comprobación del ajuste no genera resultados adecuados, cuando el multiplicador de electrones está muy usado (deberá ajustarse con una tensión alta), o bien si se trata del primer ajuste del instrumento tras sustituir el multiplicador de electrones. A menos que así lo exija el procedimiento normalizado de trabajo (SOP), este ajuste no es el adecuado para su uso diario ya que su procesamiento requiere mucho tiempo.

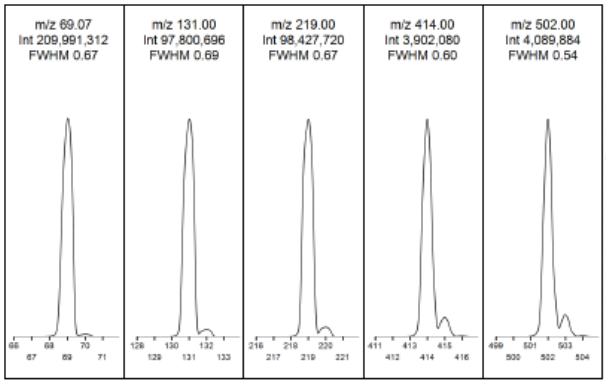
En la Figura 30 se muestra un informe de ajustes típico de un ajuste completo de EI en un sistema que emplea helio como gas portador.

Figura 30. Informe típico de ajuste completo de EI

ISQ Tune Results

Lab: Austin R&D
Tune Completed - Fri Feb 16 12:49:52 2018
Tune File: AutoTune_EI_2018-02-16-12-49-52.isqtune
Tune Type: EI Full Tune (default)
Starting Tune File: (Last Saved Tune)

Instrument Name: ISQ
Instrument ID: 100992000
User:



Ion Source Type	EI
Polarity	Positive
Electron Lens Voltage	5 V
Electron Energy	70 eV
Emission Current	50 µA
Ion Guide Frequency	1653.0
Q1 Frequency	1088.2
Multiplier Voltage	1619.1 V
Detector Gain	3.0 x 10^ 5
MS Transfer Line	150.0 °C
Filament Selection	1
Ion Source Temperature	200.0 °C
Foreline Pressure	38 mTorr
Ion Gauge Pressure	1.2 x 10^ -5 Torr

Full Scan Spectrum Not Acquired

Mass	Theory	Abundance	Relative Abundance	Isotope Mass	Theoretical Isotope Mass	Isotope Abundance	Isotope Ratio
68.99	69.00	137,190,032	100.00	70.02	70.00	1,493,796	1.09
130.97	130.99	65,700,696	47.89	131.98	131.99	2,131,296	3.24
218.98	218.99	64,681,264	47.15	220.00	219.99	2,681,922	4.15
413.98	413.98	2,415,356	1.76	415.01	414.98	202,386	8.38
501.99	501.97	2,363,385	1.72	503.04	502.97	215,756	9.13

Air/ Water Check:

H2O	(%18/69)	6.58
N2	(%28/69)	53.59
O2	(%32/69)	17.71
CO2	(%44/69)	1.24
N2 / H2O	(%28/18)	8.14

Leak Check: 3.19% of reference

A continuación, se desglosan los resultados típicos de un informe de ajuste completo de EI.

- Intensidades de los picos:
  - Pico base ≥10.000.000
  - *m/z* 502 ≥300.000
  - FWHM = 0,4-0,8
- Fondo de agua: *m/z* 18:69 <240 %
- Tensión del repelente:
  - Helio como gas portador = 3-8 V
  - Hidrógeno como gas portador = 7-15 V
- Tensión del multiplicador
  - Rendimiento normal: <2200 V
  - Tras la sustitución del multiplicador: ≥2200 V
- Presión de la bomba de prevacío inicial: <100 mTorr
- Presión del medidor de ionización: $<5 \times 10^{-5}$ Torr

> **Nota** El medidor de ionización y la bomba de prevacío inicial son dispositivos opcionales. Su nivel de presión depende del caudal de la columna.

- Relaciones isotópicas:
  - *m/z* 70:69 = 0,8-3,0 %
  - *m/z* 220:219 = 3,2-6,0 %
  - *m/z* 503:502 = 7,5-15 %
- Comprobación de fugas: <10 %

Lleve a cabo el ajuste completo de EI si sospecha que hay algún problema en el sistema.
A continuación, se describen algunas condiciones que podrían indicar que existe un problema:

- Aumento de la ganancia del detector: la ganancia del detector está relacionada con la tensión del multiplicador, por lo que si aumenta la ganancia, también lo hará la tensión.
- Cambios en la comprobación de fugas: los resultados de la comprobación de fugas pueden cambiar a lo largo del tiempo según las condiciones del instrumento. Los sistemas que se han ventilado recientemente y que se han expuesto al aire deberían proporcionar un resultado inferior a 10 % tras un día de bombeo. Si el sistema no tiene fugas, la comprobación de fugas disminuirá de manera constante con el transcurso del tiempo hasta estabilizarse.

Ajuste de EI

EI Tune (default) (Ajuste de EI [predeterminado]): se trata de una versión abreviada del ajuste completo de EI. Se recomienda su uso cuando se necesita un ajuste de mantenimiento tras un ajuste completo de EI. Este ajuste configura la resolución, la masa, las lentes y la sensibilidad del detector, pero no la ganancia de este. Necesita un archivo de ajuste inicial guardado en el instrumento para proporcionar masas de 0,5 Da y anchos inferiores a 1 FWHM. Comienza con el último ajuste guardado y configura la sensibilidad del detector para generar un ion de *m/z* 219 con una intensidad de 20.000.000[1] recuentos.

Comprobación de EI

EI Check (default) (Comprobación de EI [predeterminado]): se utiliza para comprobar el rendimiento del último ajuste que se haya aplicado. La comprobación de EI lleva a cabo una comprobación de fugas, verifica que la calibración de la masa sea correcta (es decir, que el margen de error de la masa sea inferior a 0,2 Da) y genera un informe. Si su procedimiento normalizado de trabajo (SOP) lo permite, puede usar este ajuste para comprobar rápidamente que el ajuste anterior sigue generando espectros adecuados.

Diagnóstico de EI

EI Diagnostics (default) (Diagnóstico de EI [predeterminado]): lleva a cabo un conjunto completo de análisis diagnósticos, que incluye una comprobación de fugas, y genera un informe. Esta opción no realiza ningún ajuste, sino que utiliza los parámetros del último ajuste guardado.

Ajuste de CI negativa

CI– Tune (default) (Ajuste de CI– [predeterminado]): se utiliza para analizar muestras con una ionización química (CI) negativa. El ajuste de CI– (NCI) estándar lleva a cabo la calibración de la masa, configura las lentes y define la resolución. En este tipo de ajuste, se asume que el instrumento está utilizando metano como gas reactivo para la ionización química y se ajusta el caudal del sistema en 1,25 ml/min. Este ajuste no define la ganancia del detector. El ajuste de CI– integrado comienza con el archivo de ajuste AutoTune_NCI más reciente, por lo que le recomendamos tener un archivo de ajustes adecuado guardado en el ordenador del instrumento.

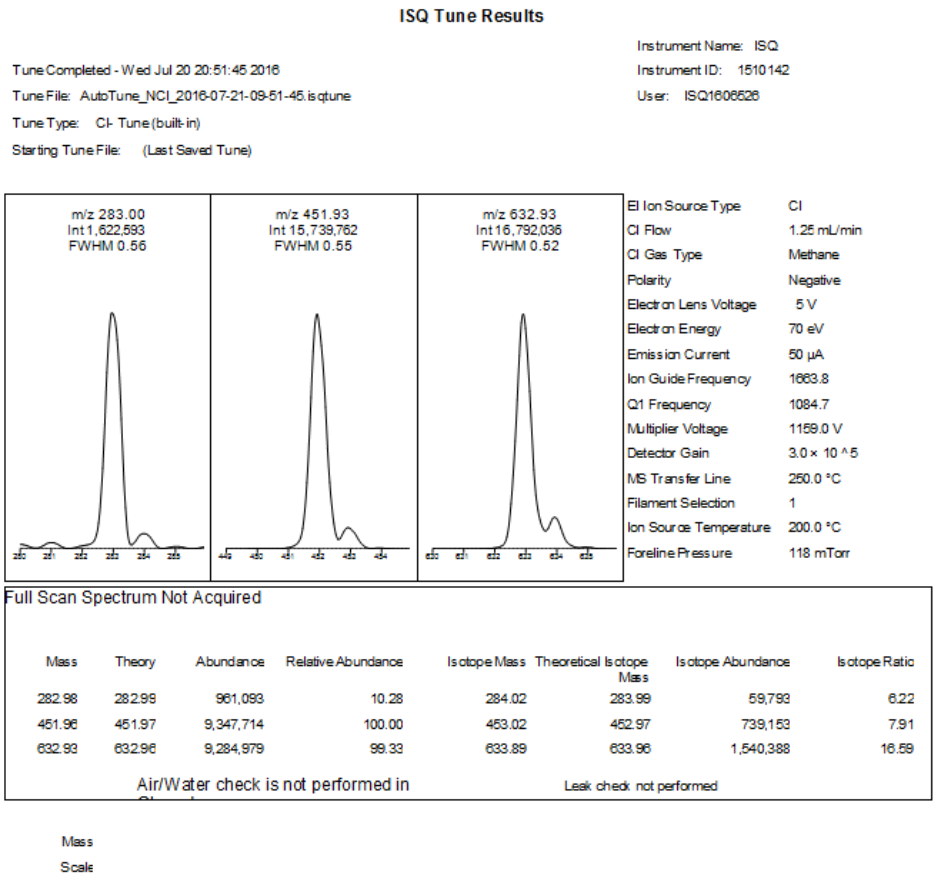
Nota Los ajustes de ionización química (CI) son muy distintos de los ajustes de ionización por impacto de electrones (EI). No debe utilizar un ajuste de CI a menos que su instrumento cuente con un volumen de iones de CI y gas reactivo de metano instalados.

[1] Esta cifra puede cambiar al usar la función SmartTune de EI.

Nota Si la última vez que se usó el instrumento fue en modo EI y con un ajuste de tensión alta del repelente antes de pasar a una fuente de iones de CI limpia, se debe cargar en el modo de ajuste manual un archivo de ajuste con una tensión de repelente baja (*por ejemplo,* –0,5 V) y guardarse en el instrumento antes de llevar a cabo ajustes en el modo CI.

En la Figura 31 se muestra un informe de ajustes típico de CI– en un sistema que emplea metano como gas reactivo de CI.

Figura 31. Informe típico de ajuste de CI– con metano como gas reactivo de CI



A continuación, se desglosan los resultados típicos de un ajuste de CI– con metano como gas reactivo.

- Intensidades de los picos:
  - Pico base: 452 o 633
  - Pico base ≥10.000.000
- Caudal del gas de CI: 1,0-4,0 ml/min (metano)

- Corriente de emisión:
  - 50 µA
  - Valor de referencia estándar

Nota La corriente de emisión puede definirse en el método del instrumento. El valor que se introduzca en el método debe coincidir con el valor del ajuste.

- Tensión del multiplicador:
  - Rendimiento normal: <2200 V
  - Tras la sustitución del multiplicador: ≥2200 V
- Presión de la bomba de prevacío inicial: <400 mTorr
- Presión del medidor de ionización: $<1 \times 10^{-4}$ Torr

Nota La presión de la bomba de prevacío inicial fluctúa según el caudal del gas reactivo de CI. A medida que aumenta el caudal del gas reactivo de CI, también aumenta la presión de la bomba de prevacío inicial. La presión del medidor de ionización también aumenta si se instala un medidor de ionización en el sistema.

- Relaciones isotópicas: *m/z* 453:452 = 5,8-11,8 %

Ajuste de CI positiva

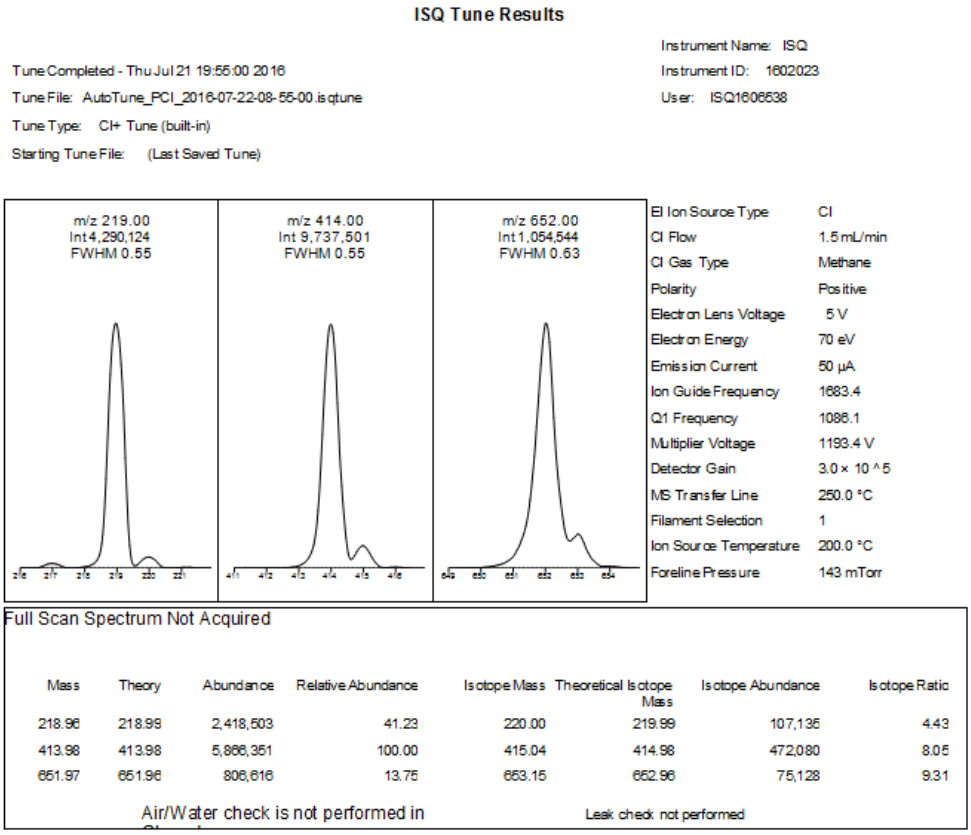
CI+ Tune (Ajuste de CI+): se utiliza para analizar muestras con una ionización química (CI) positiva. El ajuste de CI+ (PCI) estándar lleva a cabo la calibración de la masa, configura las lentes y define la resolución. En este tipo de ajuste, se asume que el instrumento está utilizando metano como gas reactivo para la ionización química y se ajusta el caudal del sistema en 1,5 ml/min. Este ajuste no define la ganancia del detector. El ajuste de CI+ integrado comienza con el archivo de ajuste AutoTune_PCI más reciente, por lo que le recomendamos tener un archivo de ajustes adecuado guardado en el ordenador del instrumento.

Sugerencia Si utilizará amoniaco como gas reactivo, conecte el metano a uno de los puertos de gas reactivo para la ionización química y el amoniaco al otro puerto. Ajuste el instrumento que utiliza metano y, a continuación, cambie al puerto de amoniaco. Espere hasta que el nuevo gas reactivo haya purgado bien el tubo de CI antes de iniciar el análisis.

Nota Para añadir un tipo de ajuste a la lista, consulte el apartado Modificación de un ajuste automático.

En la Figura 32 se muestra un informe de ajustes típico de CI+ en un sistema que emplea metano como gas reactivo de CI.

Figura 32. Informe de ajustes típico de CI+ con metano como gas reactivo de CI



ISQ Tune Results

Instrument Name: ISQ
Instrument ID: 1602023
User: ISQ1606538

Tune Completed - Thu Jul 21 19:55:00 2016
Tune File: AutoTune_PCI_2016-07-22-08-55-00.isqtune
Tune Type: CI+ Tune (built-in)
Starting Tune File: (Last Saved Tune)

m/z 219.00
Int 4,290,124
FWHM 0.55

m/z 414.00
Int 9,737,501
FWHM 0.55

m/z 652.00
Int 1,054,544
FWHM 0.63

EI Ion Source Type	CI
CI Flow	1.5 mL/min
CI Gas Type	Methane
Polarity	Positive
Electron Lens Voltage	5 V
Electron Energy	70 eV
Emission Current	50 µA
Ion Guide Frequency	1683.4
Q1 Frequency	1086.1
Multiplier Voltage	1193.4 V
Detector Gain	3.0 × 10 ^ 5
MS Transfer Line	250.0 °C
Filament Selection	1
Ion Source Temperature	200.0 °C
Foreline Pressure	143 mTorr

Full Scan Spectrum Not Acquired

Mass	Theory	Abundance	Relative Abundance	Isotope Mass	Theoretical Isotope Mass	Isotope Abundance	Isotope Ratio
218.96	218.99	2,418,503	41.23	220.00	219.99	107,135	4.43
413.98	413.98	5,866,351	100.00	415.04	414.98	472,080	8.05
651.97	651.96	806,616	13.75	653.15	652.96	75,128	9.31

Air/Water check is not performed in

Leak check not performed

Sugerencia Si utilizará amoniaco como gas reactivo, conecte el metano a uno de los puertos de gas reactivo para la ionización química y el amoniaco al otro puerto. Ajuste el instrumento que utiliza metano y, a continuación, cambie al puerto de amoniaco. Espere hasta que el nuevo gas reactivo haya purgado bien el tubo de CI antes de iniciar el análisis. Tenga en cuenta que el instrumento se bloqueará durante dos minutos aproximadamente para evacuar el volumen entre las válvulas de gas cuando cambie de un gas a otro. En este tiempo, el instrumento no responderá a ningún comando nuevo. Es un comportamiento normal.

A continuación, se desglosan los resultados típicos de un ajuste de CI+ con metano como gas reactivo.

- Intensidades de los picos:
  - Pico base: 414
  - Pico base ≥1.000.000
- Caudal del gas de CI: 1,5-4,0 ml/min (metano)

- Corriente de emisión:
  - 25-50 µA
  - Valores de referencia estándar

Nota La corriente de emisión es un valor de entrada, por lo que debe coincidir con el valor definido en el ajuste.

- Tensión del multiplicador
  - Rendimiento normal: <2200 V a una ganancia del detector de 3×10^5
  - Tras la sustitución del multiplicador: ≥2500 V a una ganancia del detector de $2{,}1 \times 10^6$
- Presión de la bomba de prevacío inicial: <400 mTorr

Nota La presión de la bomba de prevacío inicial fluctúa según el caudal del gas reactivo de CI. A medida que aumenta el caudal del gas reactivo de CI, también aumenta la presión de la bomba de prevacío inicial.

- Presión del medidor de ionización: <1e-4 Torr
- Relaciones isotópicas:
  - *m/z* 415:414 = 5,8-11,8 %

IMPORTANTE La cantidad de agua del sistema afecta la sensibilidad. Si la fuente se ha limpiado recientemente, la sensibilidad en la CI+ será mayor. A continuación, esta disminuirá a medida que se extraiga el agua. El metano es altamente reactivo con el agua.

Ajuste completo de AEI

AEI Full Tune (default) (Ajuste completo de AEI [predeterminado]): este ajuste solo debe usarse con la fuente de iones de AEI. Proporciona un ajuste completo de AEI y se utiliza para reajustar el sistema por completo. El procesamiento de este toma más tiempo, pero ofrece la ventaja de volver a optimizar prácticamente todos los parámetros que afectan la señal. Este ajuste define la ganancia del detector en 3×10^5. Necesita un archivo de ajuste inicial guardado en el instrumento que proporciona masas de 0,5 Da y anchos inferiores a 1 FWHM. Este ajuste lleva a cabo la calibración de la masa, configura las lentes y la resolución, y pone en marcha la comprobación de fugas. A menos que así lo exija el procedimiento normalizado de trabajo (SOP), este ajuste no es el adecuado para su uso diario ya que su procesamiento requiere mucho tiempo.

Ajuste de AEI

AEI Tune (default) (Ajuste de AEI [predeterminado]): este ajuste solo debe usarse con la fuente de iones de AEI. Se trata de una versión abreviada del ajuste completo de AEI. Se recomienda su uso cuando se necesita un ajuste de mantenimiento tras un ajuste completo de AEI. Este ajuste configura la resolución, la masa, las lentes y la sensibilidad del detector, pero no la ganancia de este. Necesita un archivo de ajuste inicial para la fuente de iones de AEI guardado en el instrumento que proporciona masas de 0,5 Da y anchos inferiores a 1 FWHM. Comienza con el último ajuste guardado y configura la sensibilidad del detector para generar un ion de *m/z* 219 con una intensidad de 200.000.000[2] recuentos.

AEI Check (Comprobación de AEI)

AEI Check (default) (Comprobación de AEI [predeterminado]): este ajuste solo debe usarse con la fuente de iones de AEI. Se utiliza para comprobar el rendimiento del último ajuste que se haya aplicado. La comprobación de AEI lleva a cabo una comprobación de fugas, comprueba que la calibración de la masa sea correcta (es decir, que el margen de error de la masa sea inferior a 0,2 Da) y genera un informe. Si su procedimiento normalizado de trabajo (SOP) lo permite, puede usar este ajuste para comprobar rápidamente que el ajuste anterior sigue generando espectros adecuados.

Diagnóstico de AEI

AEI Diagnostic (default) (Diagnóstico de AEI [predeterminado]): este ajuste solo debe usarse con la fuente de iones de AEI. Lleva a cabo un conjunto completo de análisis diagnósticos, que incluye una comprobación de fugas, y genera un informe. Esta opción no realiza ningún ajuste, sino que utiliza los parámetros del último ajuste guardado.

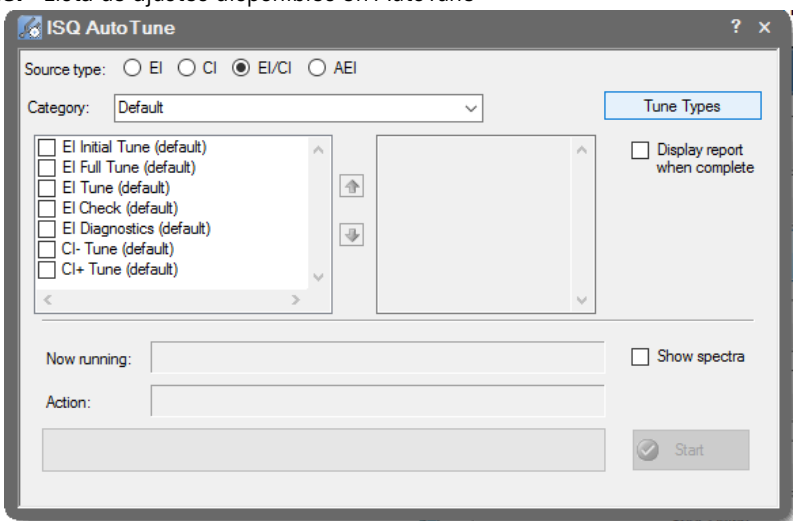
[2] Esta cifra puede modificarse al usar la función SmartTune de AEI.

Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610

❖ Para ajustar el espectrómetro de masas ISQ 7610 mediante AutoTune en Xcalibur

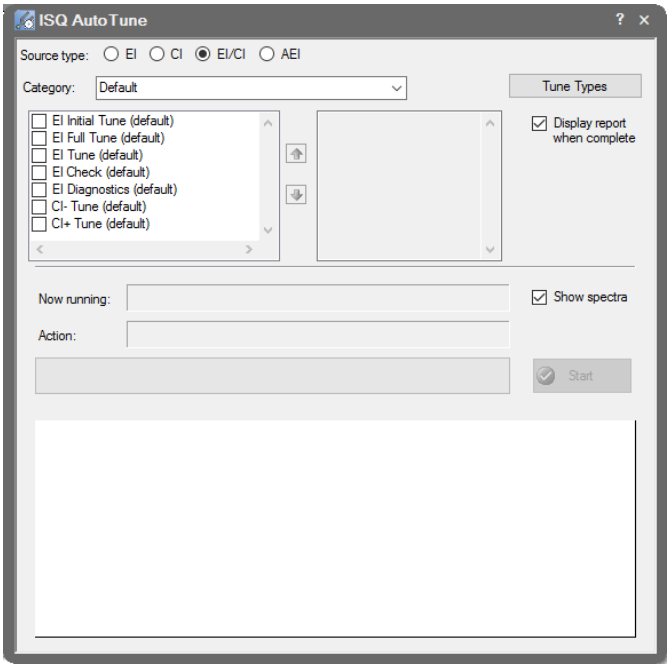
1. Seleccione el tipo de ajuste que desea usar de la lista de tipos de ajuste disponibles. Consulte la Figura 33.

Figura 33. Lista de ajustes disponibles en AutoTune



2. Active la casilla de verificación **Display report when complete** (Mostrar informe una vez completado) para ver el informe de ajustes una vez aplicado el ajuste.

Figura 34. Visualización de un informe de ajuste

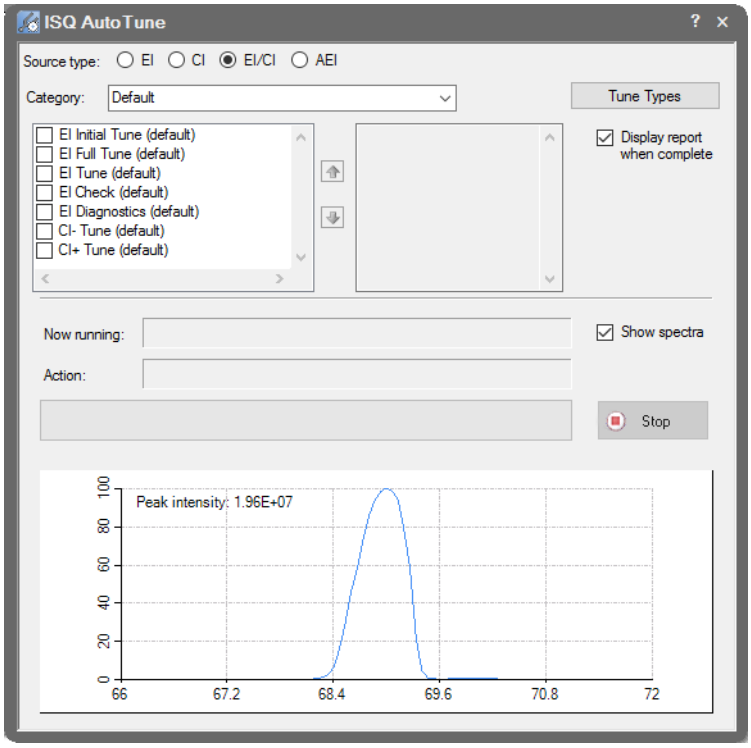


3. Active la casilla de verificación **Show spectra** (Mostrar espectros) para mostrar los espectros mientras el sistema implementa los ajustes.

4. Haga clic en el botón **Start** (Iniciar) para comenzar a implementar los ajustes.

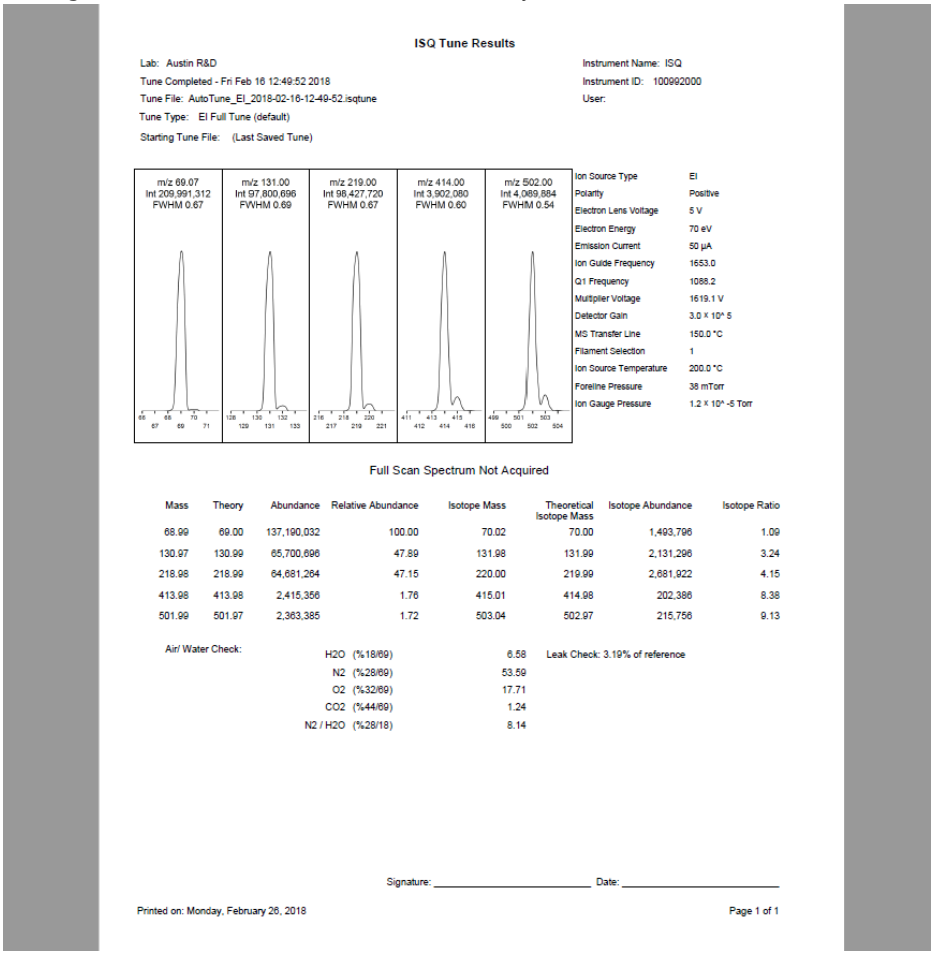
Nota Compruebe que las opciones de encendido/apagado de su ordenador no estén configuradas para que entre en suspensión mientras se están adquiriendo datos para el ajuste. De lo contrario, se interrumpirá la implementación de ajustes.

Figura 35. Visualización de los espectros durante el ajuste automático



5. Una vez que finalicen los ajustes, el informe de ajustes se abrirá en el *ISQ Series Tune Results Viewer (Visualizador de resultados de ajustes de la serie ISQ)*. Si no activó la casilla de verificación **Display report when complete** (Mostrar informe una vez completado), puede hacer clic en **View tune report** (Ver informe de ajustes) en el panel del sistema ISQ 7610 para ver el informe.

Figura 36. Visualización de un informe de ajuste



ISQ Tune Results

Lab: Austin R&D
Tune Completed - Fri Feb 16 12:49:52 2018
Tune File: AutoTune_EI_2018-02-16-12-49-52.isqtune
Tune Type: EI Full Tune (default)
Starting Tune File: (Last Saved Tune)

Instrument Name: ISQ
Instrument ID: 100992000
User:

m/z 69.07 Int 209,991,312 FWHM 0.67
m/z 131.00 Int 97,800,696 FWHM 0.69
m/z 219.00 Int 98,427,720 FWHM 0.67
m/z 414.00 Int 3,902,080 FWHM 0.60
m/z 502.00 Int 4,089,884 FWHM 0.54

Ion Source Type	EI
Polarity	Positive
Electron Lens Voltage	5 V
Electron Energy	70 eV
Emission Current	50 µA
Ion Guide Frequency	1653.0
Q1 Frequency	1088.2
Multiplier Voltage	1619.1 V
Detector Gain	3.0 × 10^ 5
MS Transfer Line	150.0 °C
Filament Selection	1
Ion Source Temperature	200.0 °C
Foreline Pressure	38 mTorr
Ion Gauge Pressure	1.2 × 10^ -5 Torr

Full Scan Spectrum Not Acquired

Mass	Theory	Abundance	Relative Abundance	Isotope Mass	Theoretical Isotope Mass	Isotope Abundance	Isotope Ratio
68.99	69.00	137,190,032	100.00	70.02	70.00	1,493,796	1.09
130.97	130.99	65,700,696	47.89	131.98	131.99	2,131,296	3.24
218.98	218.99	64,681,264	47.15	220.00	219.99	2,681,922	4.15
413.98	413.98	2,415,356	1.76	415.01	414.98	202,386	8.38
501.99	501.97	2,363,385	1.72	503.04	502.97	215,756	9.13

Air/ Water Check:

H2O	(%18/69)	6.58
N2	(%28/69)	53.59
O2	(%32/69)	17.71
CO2	(%44/69)	1.24
N2 / H2O	(%28/18)	8.14

Leak Check: 3.19% of reference

Signature: _____ Date: _____

Printed on: Monday, February 26, 2018

Page 1 of 1

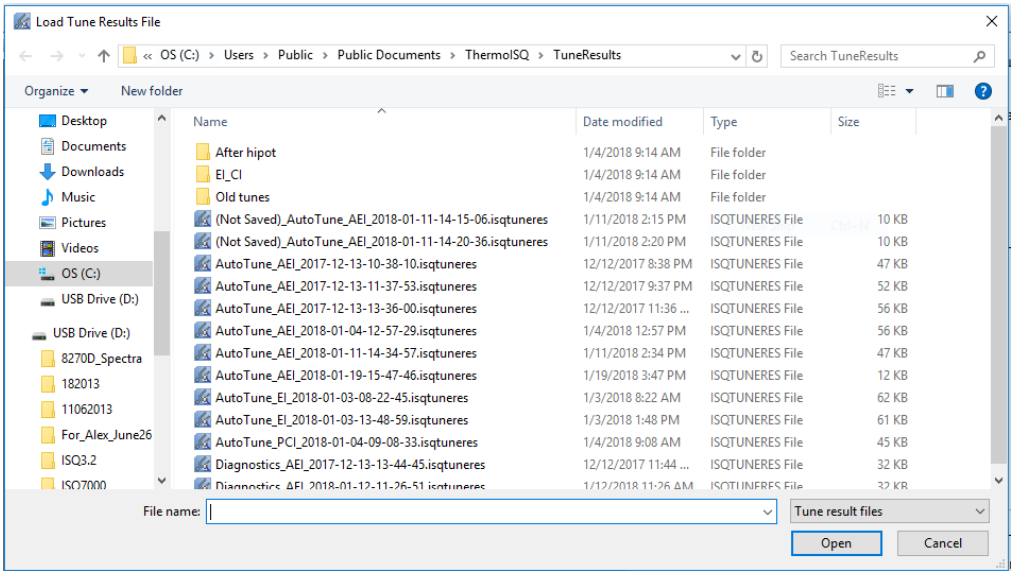
Nota El valor de la opción **Error Action** (Acción de errores) no aporta información diagnóstica. Indica lo que ocurre durante el ajuste si en un dispositivo no se pueden cumplir los criterios del ajuste. Los comentarios de **parada** sobre las acciones de error no indican que no se haya implementado el ajuste.

6. Compare este ajuste con un informe de ajustes anterior. Es normal que haya algunos cambios en la altura de los picos, pero si detecta una diferencia significativa, consulte el apartado Resolución de problemas. Si se han realizado tareas de mantenimiento recientemente en el instrumento, es muy probable que tenga una fuga en la columna, en la válvula de ventilación o cerca del componente que ha recibido mantenimiento.

   En la ventana Tune Results (Resultados de ajuste), puede abrir los resultados del ajuste, imprimir el informe o cambiar la forma en la que este se muestra. Para guardar el informe, haga clic en el icono y guarde el documento como archivo Adobe Acrobat PDF.

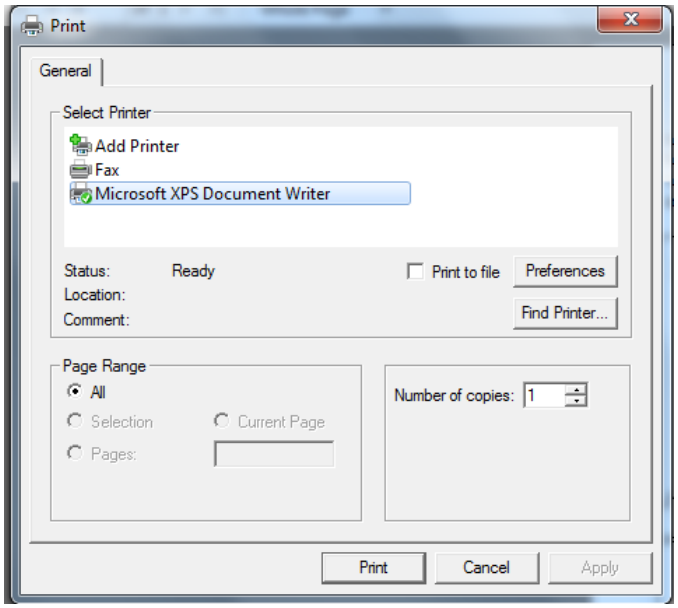
7. Haga clic en **Open Tune Results** (Abrir resultados de ajuste), en la parte superior de la ventana, y navegue hasta otro informe de ajustes del ordenador. A continuación, haga clic en **Open** (Abrir).

   Figura 37. Apertura de un archivo de resultados de ajuste



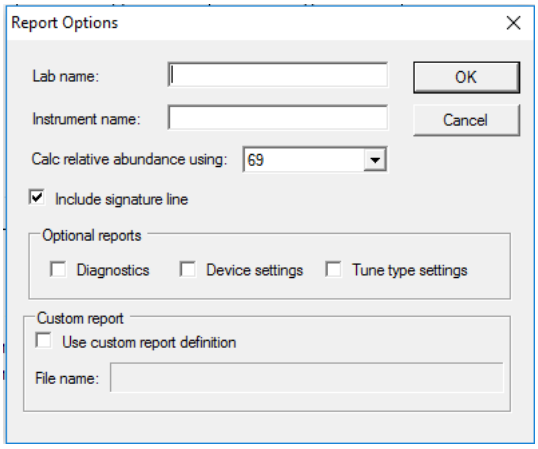
8. Haga clic en **Print Report** (Imprimir informe) para abrir el cuadro de diálogo de impresión e imprimir el informe.

Figura 38. Imprimir un informe de ajustes



9. Haga clic en **Report Options** (Opciones de informe) para seleccionar los gráficos y los informes que desea mostrar y modifique el nombre del instrumento. A continuación, haga clic en **OK**.

Figura 39. Selección de las opciones del informe de ajustes



10. Si la sensibilidad y la resolución son adecuadas para procesar las muestras iniciales, ya puede desarrollar o procesar un método.

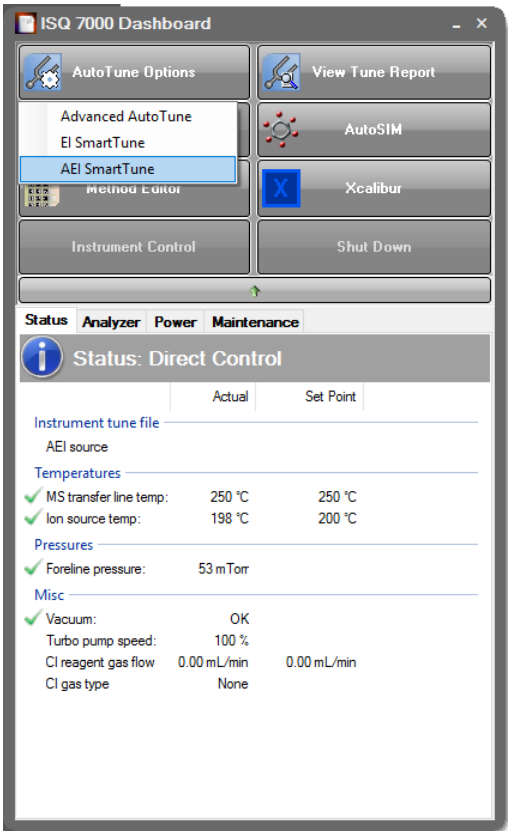
Uso de SmartTune

Si ha configurado el software del sistema ISQ 7610 para usar las aplicaciones **EI SmartTune** (SmartTune de EI) o **AEI SmartTune** (SmartTune de AEI), siga las instrucciones que aparecen a continuación para usarlas.

❖ Para usar la aplicación SmartTune

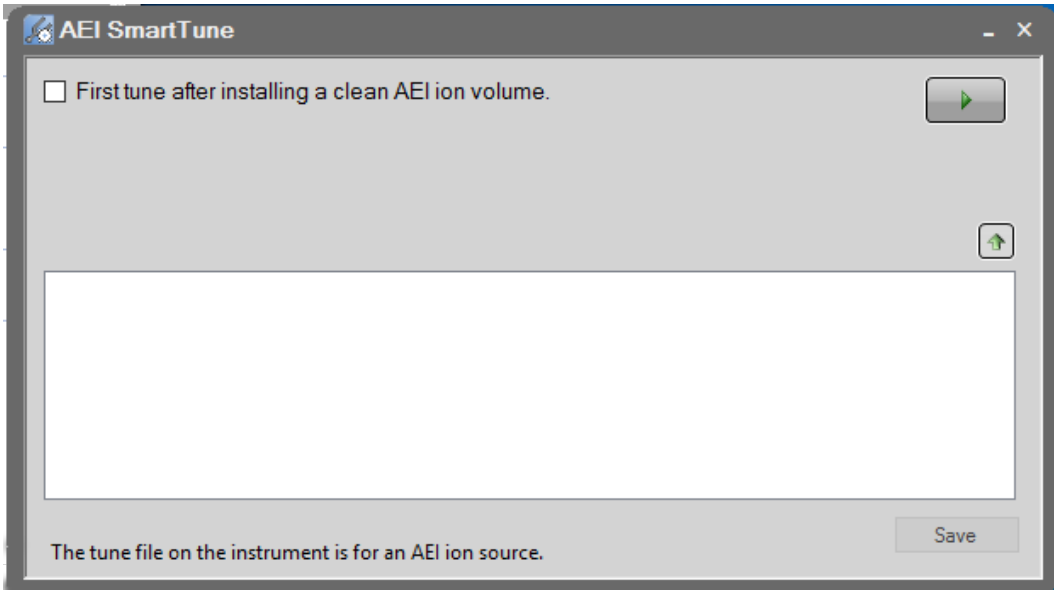
1. Haga clic con el botón derecho del ratón en **AutoTune Options** (Opciones de AutoTune) en el panel del sistema ISQ 7610 y seleccione **AEI SmartTune** (SmartTune de AEI) o **EI SmartTune** (SmartTune de EI), según la fuente de iones que tenga instalada en el instrumento. Consulte la Figura 40.

Figura 40. Apertura de la aplicación SmartTune



2. Se abrirá la aplicación SmartTune. Consulte la Figura 41.

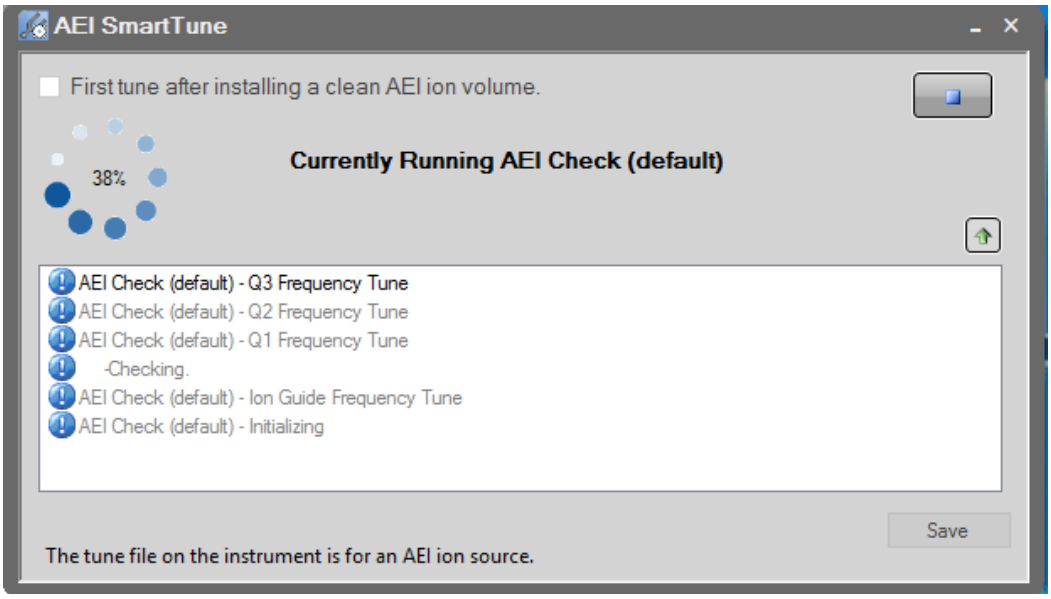
Figura 41. Visualización de la aplicación SmartTune



3. Si este es el primer ajuste que implementa tras instalar una fuente de iones limpia, active la casilla de verificación correspondiente. Haga clic en la flecha verde situada a la derecha del panel para iniciar la aplicación SmartTune.

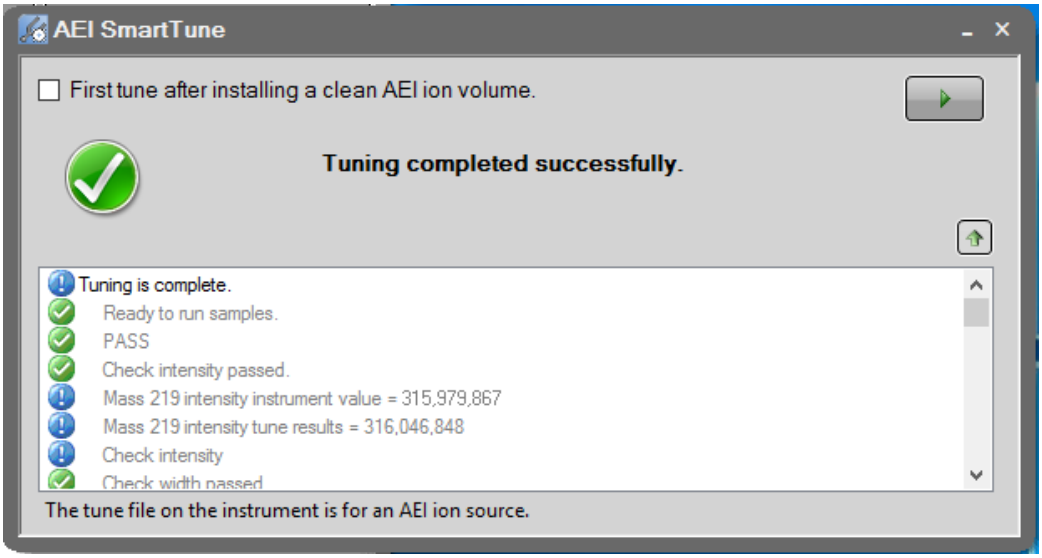
4. La aplicación SmartTune evalúa el estado del instrumento y selecciona los ajustes adecuados para el sistema. Los ajustes procesados o que se estén procesando, así como el porcentaje del proceso completado, se mostrarán en la ventana mientras SmartTune está en progreso. Consulte la Figura 42.

Figura 42. SmartTune en progreso



5. Una vez que SmartTune haya terminado de ajustar el instrumento, aparecerá una marca de verificación de color verde en la ventana de SmartTune con una lista de todos los ajustes que se han procesado y un breve resumen de los resultados. Consulte la Figura 43.

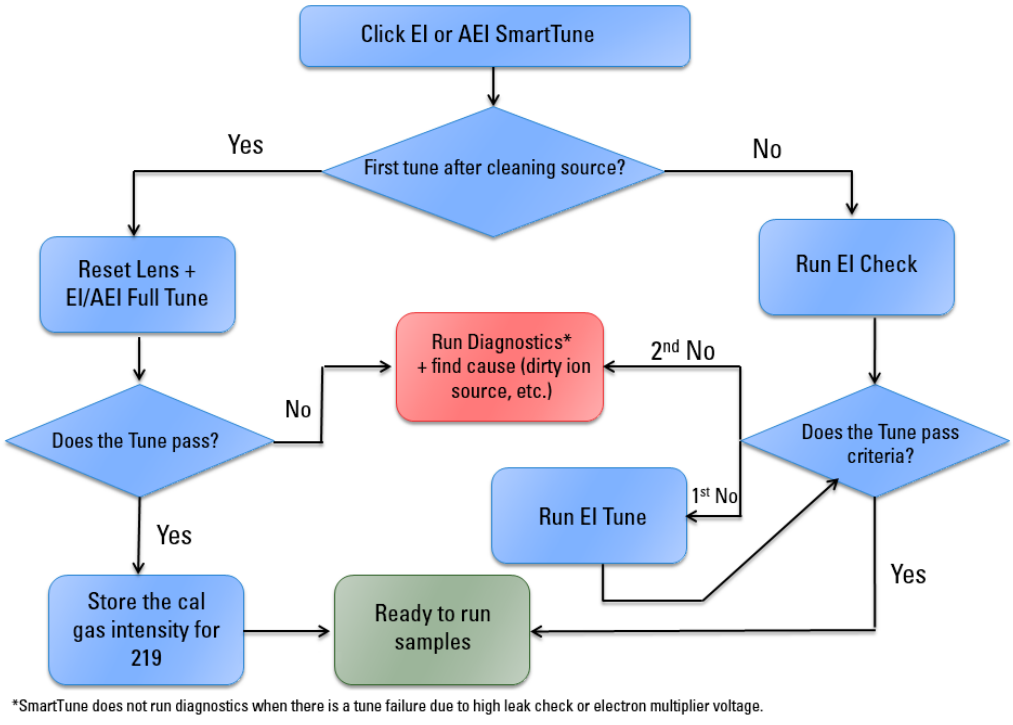
Figura 43. SmartTune completado



6. Consulte el informe de ajustes para ver todos los resultados de SmartTune.

7. Consulte la Figura 44 que aparece a continuación para ver el flujo de trabajo de SmartTune.

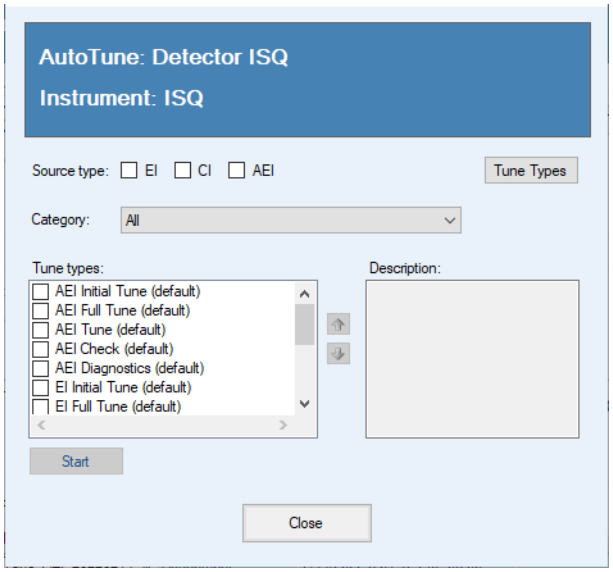
Figura 44. Flujo de trabajo de SmartTune



❖ Para ajustar el espectrómetro de masas ISQ 7610 con el software Chromeleon

1. Seleccione un ajuste de la ventana AutoTune. Haga clic en **Start** (Iniciar). Consulte la Figura 45.

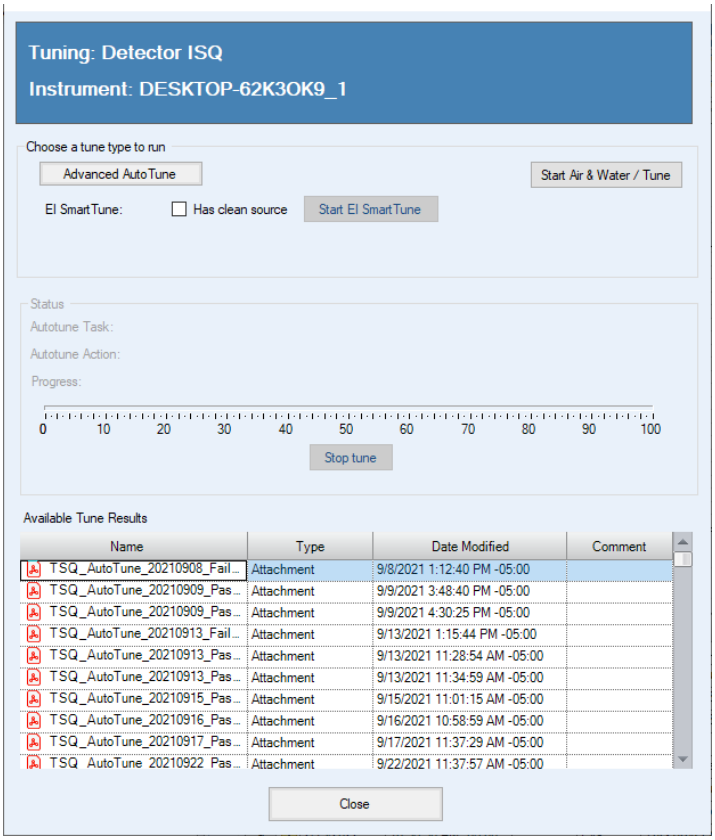
   Figura 45. Ajuste del sistema ISQ 7610 con el software Chromeleon



2. Puede consultar el estado de los ajustes en el registro de auditoría en la pestaña ISQ de la consola de Chromeleon.

3. Para abrir un informe de ajustes, diríjase a la sección Available Tune Results (Resultados de ajuste disponibles), en el panel Tuning (Ajustes). Consulte la Figura 46.

Figura 46. Localizar los informes de ajuste del sistema ISQ 7610 en el software Chromeleon

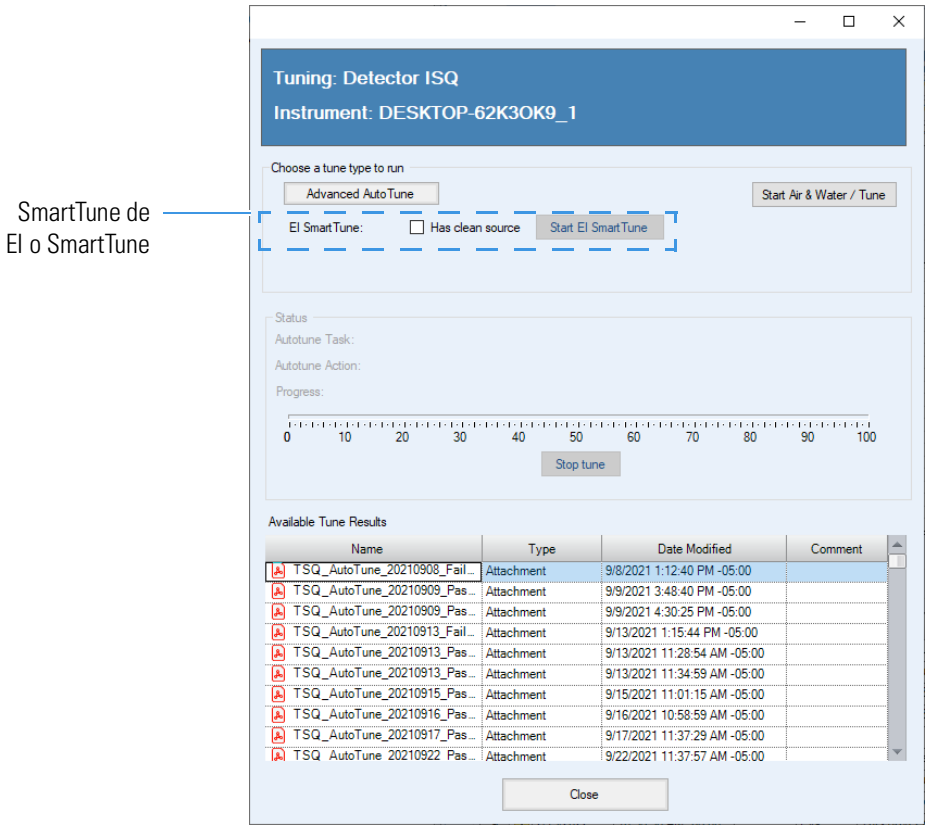


❖ Para usar la aplicación SmartTune en el software Chromeleon

Nota Los ajustes de configuración del instrumento determinan si las opciones Advanced AutoTune (AutoTune avanzado), EI SmartTune (SmartTune de EI) o AEI SmartTune (SmartTune de AEI) se muestran en esta página. Si no aparecen, compruebe la configuración del instrumento.

1. Las opciones EI SmartTune (SmartTune de EI) y AEI SmartTune (SmartTune de AEI) se encuentran en la ventana **Tuning** (Ajustes). Según la fuente de iones instalada, el software mostrará **AEI SmartTune** (SmartTune de AEI) o **EI SmartTune** (SmartTune de EI). Consulte la Figura 47.

Figura 47. Acceder a las opciones SmartTune de EI o AEI en el software Chromeleon



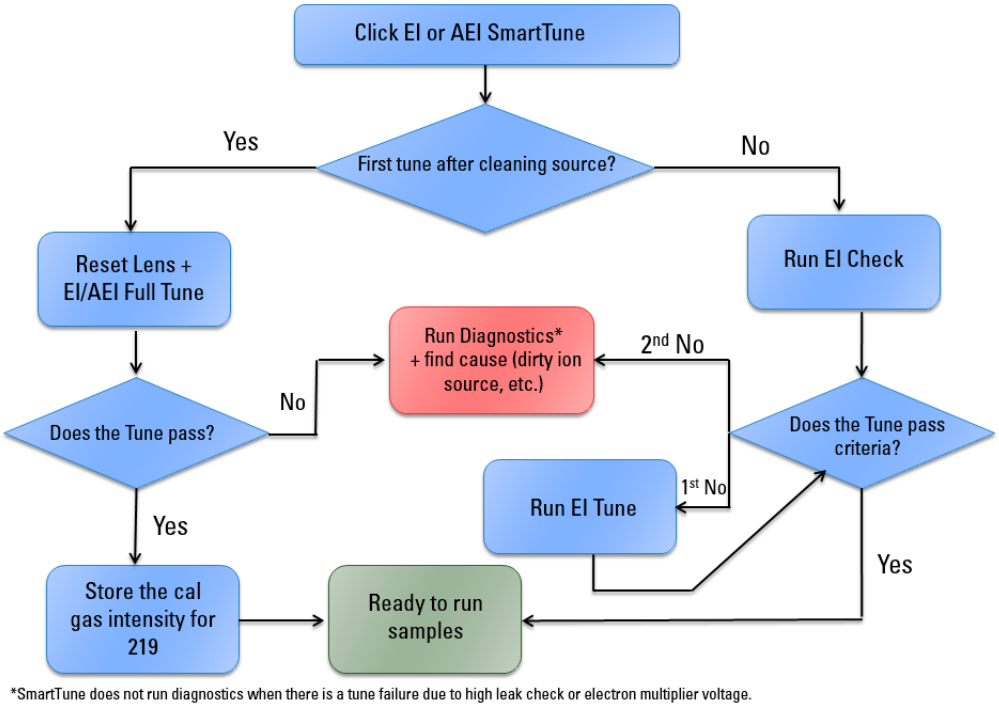
2. Si es el primer ajuste de SmartTune que se procesará tras instalar una fuente de iones limpia, active la casilla de verificación **Has clean source** (Tiene una fuente limpia).

3. Haga clic en **Start EI SmartTune** (Iniciar SmartTune de EI) o **Start AEI SmartTune** (Iniciar SmartTune de AEI) según la fuente de iones que esté instalada en el sistema.

4. Consulte el informe de ajustes para ver todos los resultados de SmartTune.

5. Consulte la Figura 48 que aparece a continuación para ver el flujo de trabajo de SmartTune.

Figura 48. Flujo de trabajo de SmartTune



Ajustes para DFTPP y BFB

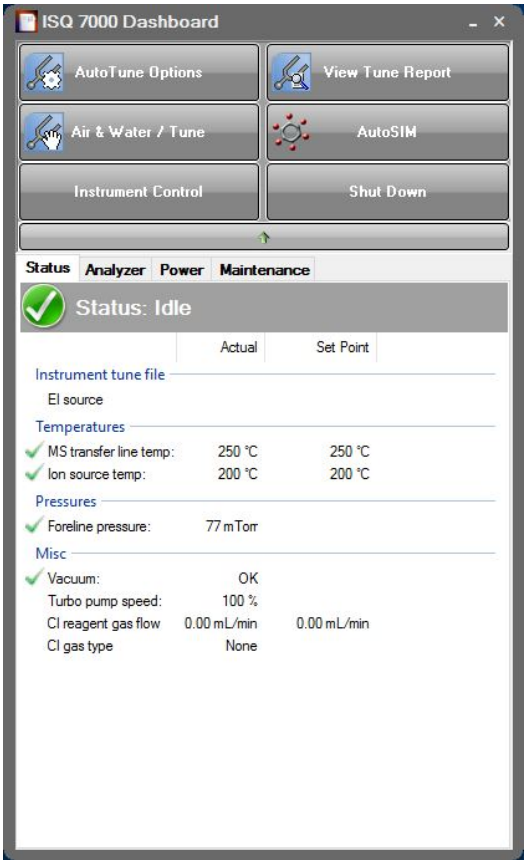
La decafluorotrifenilfosfina (DFTPP) y el bromofluorobenceno (BFB) son compuestos de calibración que la Agencia de Protección Ambiental (Environmental Protection Agency, EPA) de los Estados Unidos utiliza para determinar la idoneidad del espectrómetro de masas con métodos específicos para el análisis de compuestos orgánicos volátiles y semivolátiles. Siga las instrucciones que se muestran a continuación para ajustar el instrumento de manera que cumpla los criterios para analizar la DFTPP y el BFB.

El ajuste completo de EI o AEI que viene predeterminado de fábrica debe cumplir los criterios de DFTPP o BFB. Si el ajuste no cumple los criterios requeridos, siga los procedimientos que se recogen en esta sección.

❖ Para ajustar el instrumento para analizar DFTPP o BFB mediante tipos de ajuste personalizados

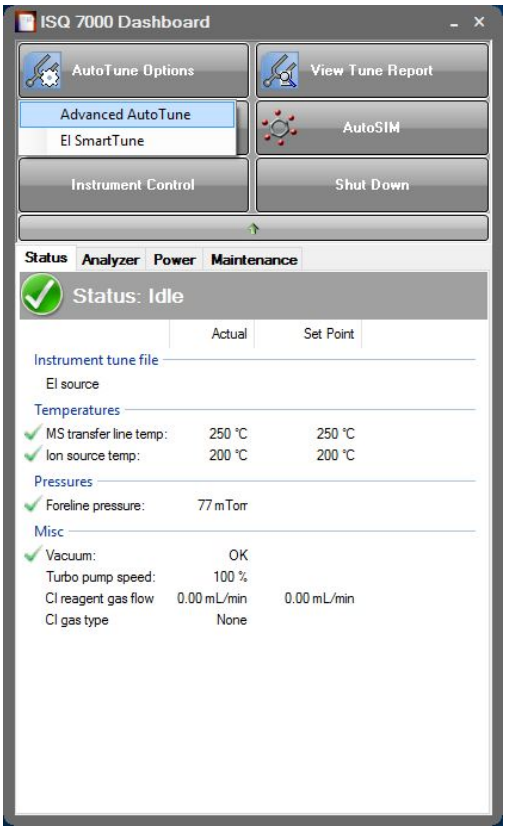
1. Abra el panel de sistema ISQ 7610 y haga clic en **AutoTune Options** (Opciones de AutoTune) para abrir la ventana de AutoTune. Consulte la Figura 49.

Figura 49. Acceso a la función AutoTune desde el panel del sistema ISQ 7610



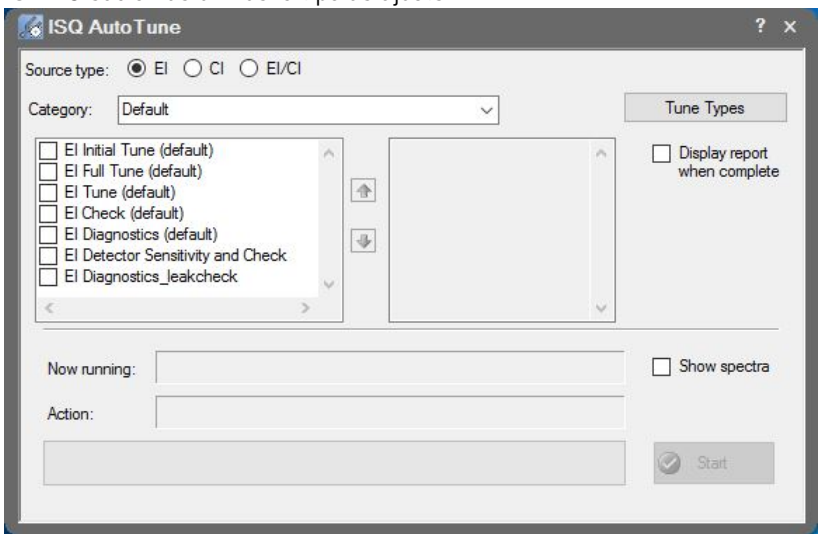
2. Seleccione **Advanced AutoTune** (AutoTune avanzado) del menú desplegable. Consulte la Figura 50.

Figura 50. Selección de las opciones de AutoTune



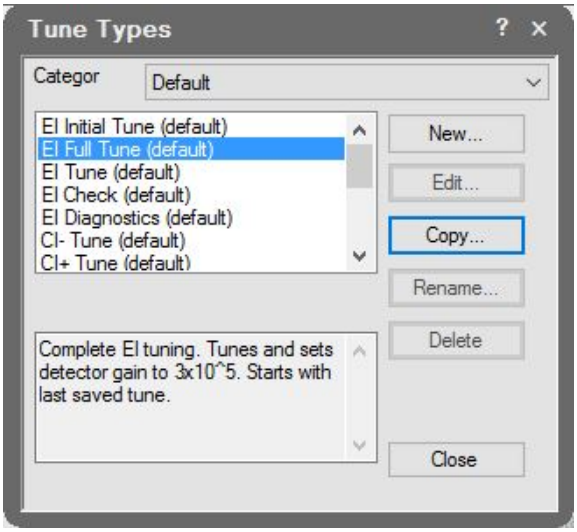
1. Haga clic en **Tune Types** (Tipos de ajuste) para crear un nuevo tipo de ajuste. Consulte la Figura 51.

Figura 51. Creación de un nuevo tipo de ajuste



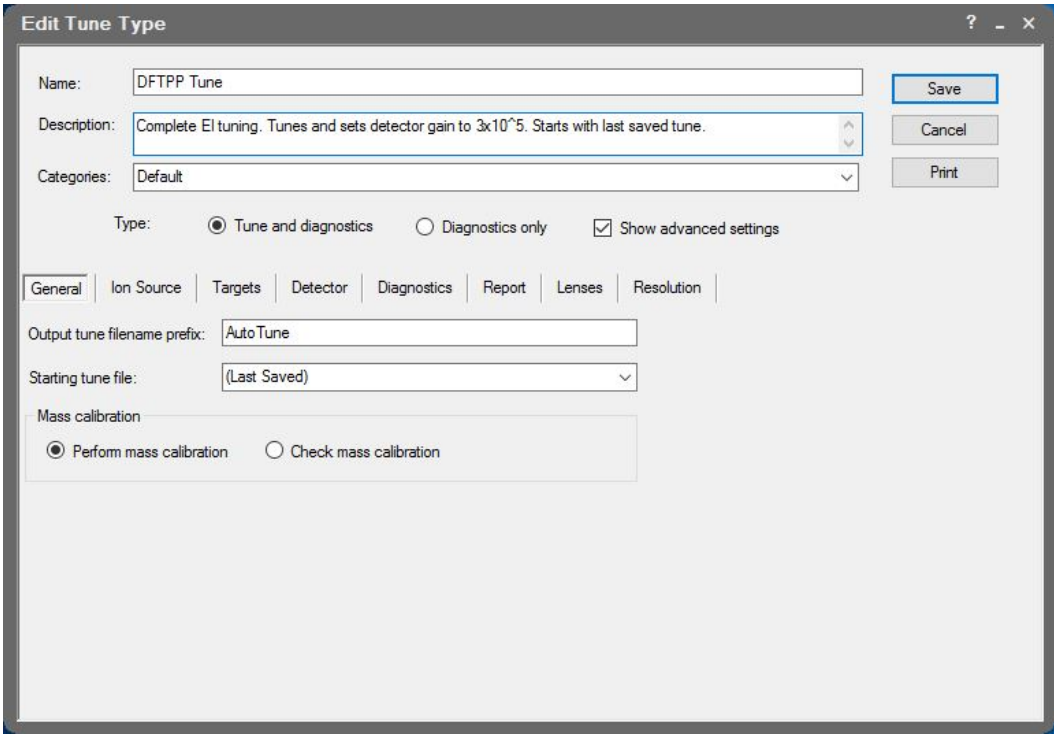
2. En el cuadro de diálogo **Tune Types** (Tipos de ajuste), seleccione el tipo de ajuste que desea editar y haga clic en el botón **Copy** (Copiar). Consulte la Figura 52.

Figura 52. Uso del cuadro de diálogo Tune Types (Tipos de ajuste)



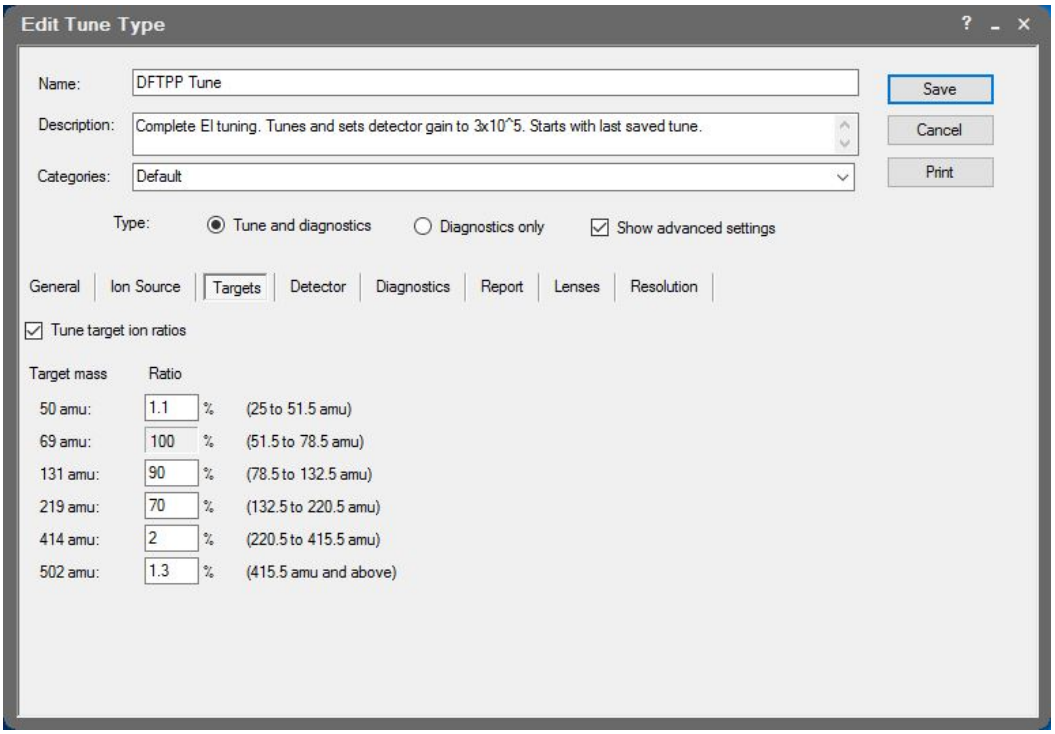
3. Se abre la ventana **Edit Tune Type** (Editar tipo de ajuste). En el campo **Name** (Nombre), introduzca el nombre **DFTPP Tune** (Ajuste de DFTPP) o **BFB Tune** (Ajuste de BFB) para el nuevo tipo de ajuste, según sus requisitos. Si lo desea, cambie la descripción. Consulte la Figura 53.

Figura 53. Creación del tipo de ajuste personalizado de DFTPP o BFB



4. Diríjase a la pestaña **Targets** (Objetivos) y active la casilla de verificación **Tune Target Ion Ratios** (Ajustar relaciones de iones objetivo). Consulte la Figura 54.

Figura 54. Ajuste de las relaciones de iones objetivo



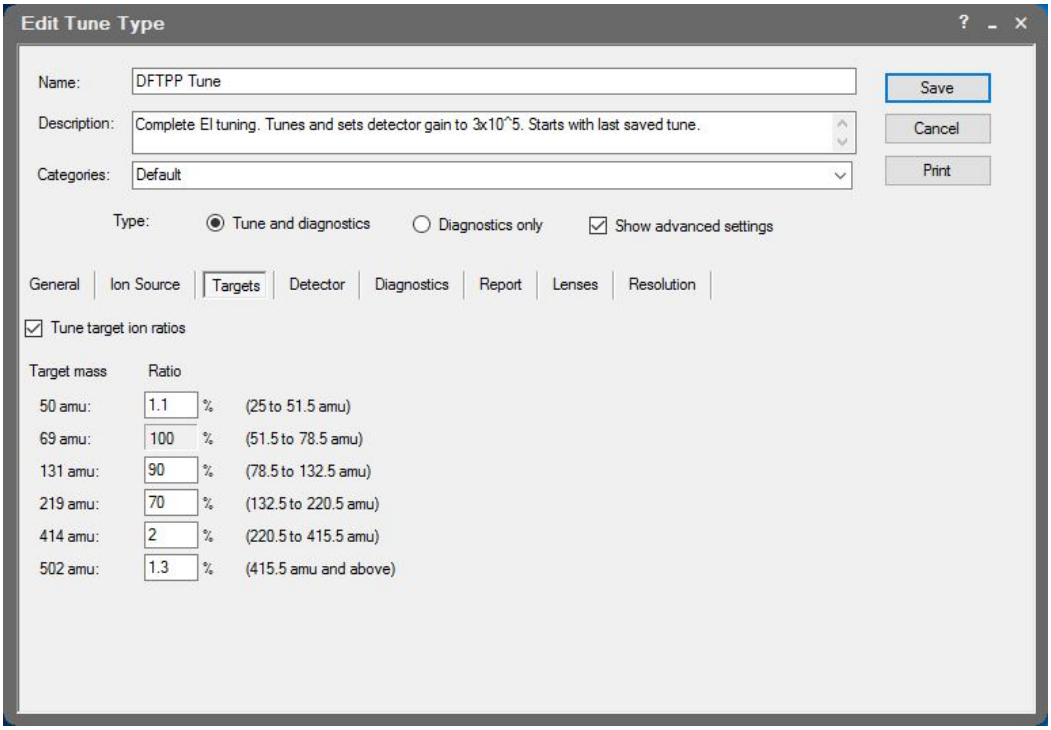
5. Para DFTPP: introduzca los valores que se indican a continuación para las relaciones de iones objetivo. Consulte la Tabla 1.

Tabla 1. Relaciones de iones objetivo para DFTPP

Masa objetivo (Da)	Relación (%)
50	1,1
69	100
131	90
219	70
414	2
502	1,3

6. Consulte la Figura 55 para ver un ejemplo de un ajuste correcto de DFTTP.

Figura 55. Ajustes objetivo de DFTPP



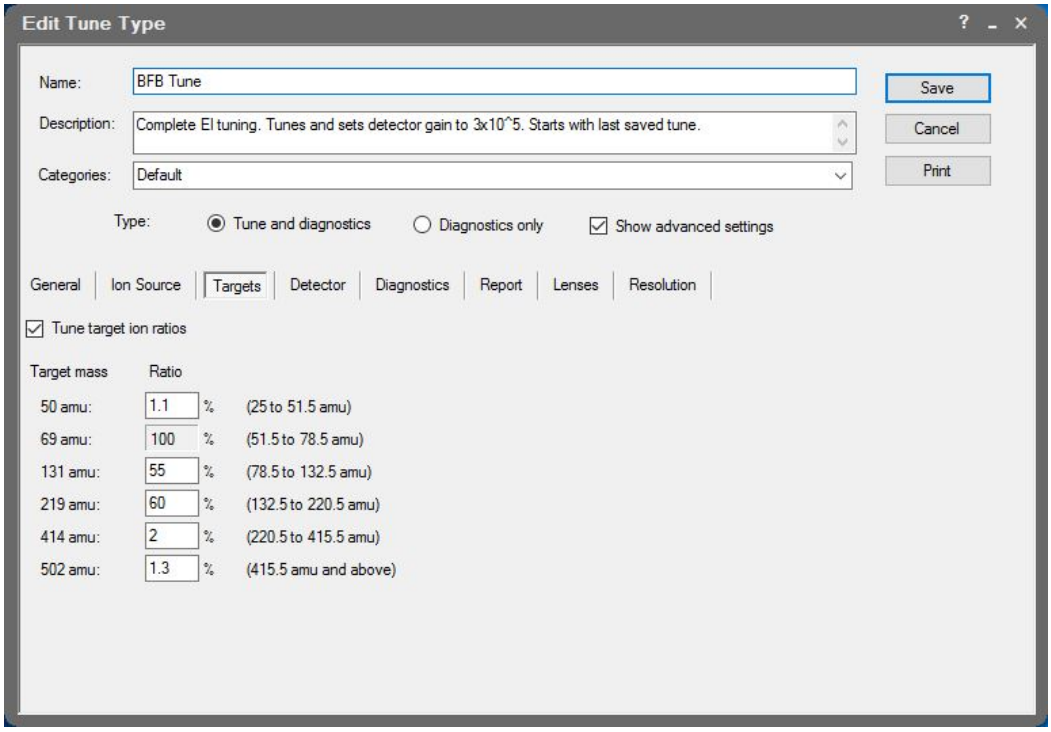
7. Guarde el tipo de ajuste como **DFTPP Tune** (Ajuste de DFTPP).
8. Para BFB: introduzca los valores que se indican a continuación para las relaciones de iones objetivo. Consulte la Tabla 2.

Tabla 2. Relaciones de iones objetivo para BFB

Masa objetivo (Da)	Relación (%)
50	1,1
69	100
131	55
219	60
414	2
502	1,3

9. Consulte la Figura 56 para ver un ejemplo de un ajuste correcto de BFB.

Figura 56. Ajustes objetivo de BFB



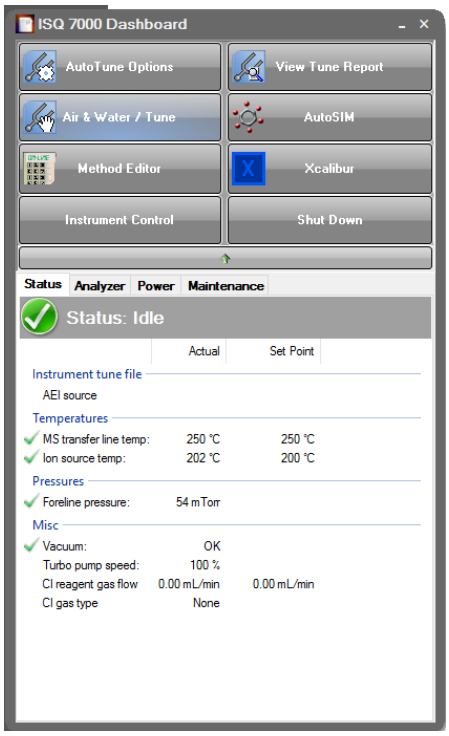
10. Guarde el tipo de ajuste como **BFB Tune (Ajuste de BFB)**.
11. Ajuste el instrumento con los tipos de ajuste creados recientemente como se describe en Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610.

Si el ajuste no puede implementarse, puede modificar los factores de ajuste objetivo para DFTPP y BFB en la función **Manual Tune** (Ajuste manual) de **ISQ**.

❖ Para ajustar el instrumento para analizar DFTPP o BFB mediante la función de ajuste manual

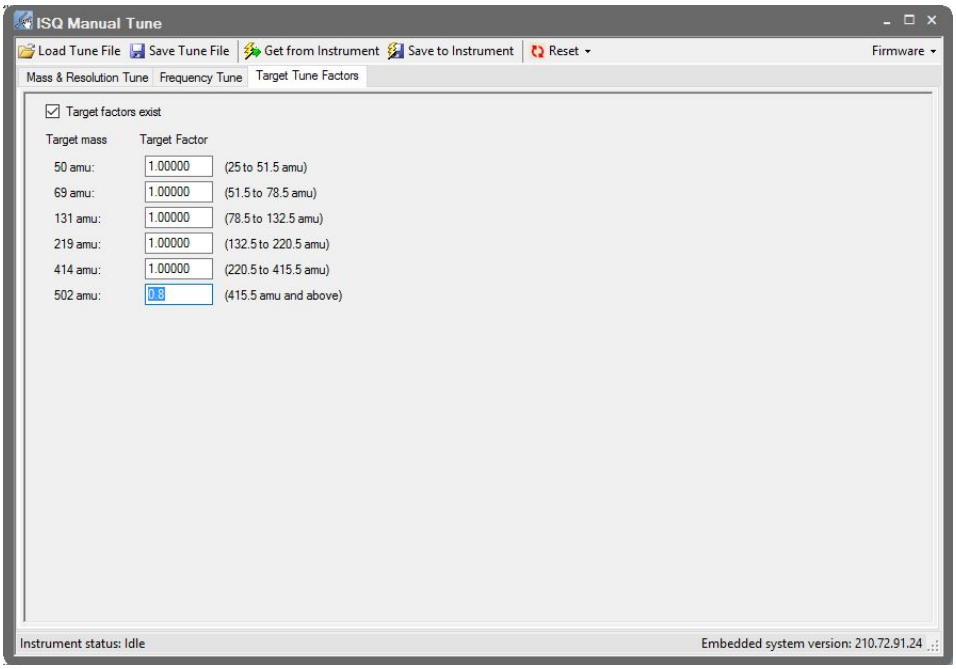
1. En el panel, haga clic en **Air & Water/ Tune** (Aire y agua/Ajuste). Consulte la Figura 57.

Figura 57. Localizar la opción Air & Water/Tune (Aire y agua/Ajuste) en el panel del sistema ISQ 7610



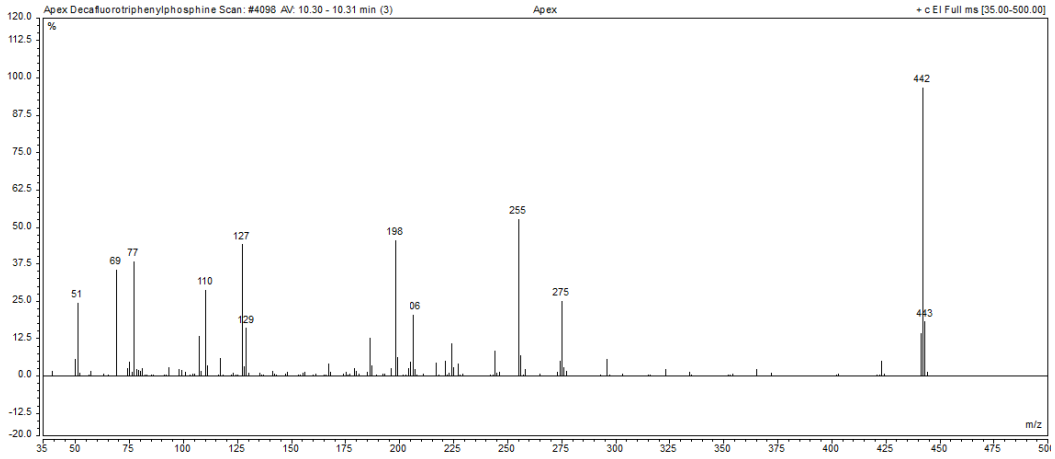
2. Se abre la función **ISQ Manual Tune** (Ajuste manual de ISQ). Se abre el último ajuste que se haya guardado. Si el ajuste de DFTPP o BFB no es el último que se guardó, seleccione **Load Tune File** (Cargar archivo de ajuste) y abra el archivo de ajuste correspondiente. En la pestaña **Target Tune Factors** (Factores de ajuste objetivo), ajuste los factores según sea necesario hasta conseguir que se cumplan los criterios de ajuste de DFTPP o BFB. Consulte la Figura 58.

Figura 58. Configuración de los factores de ajuste objetivo en el ajuste manual del sistema ISQ



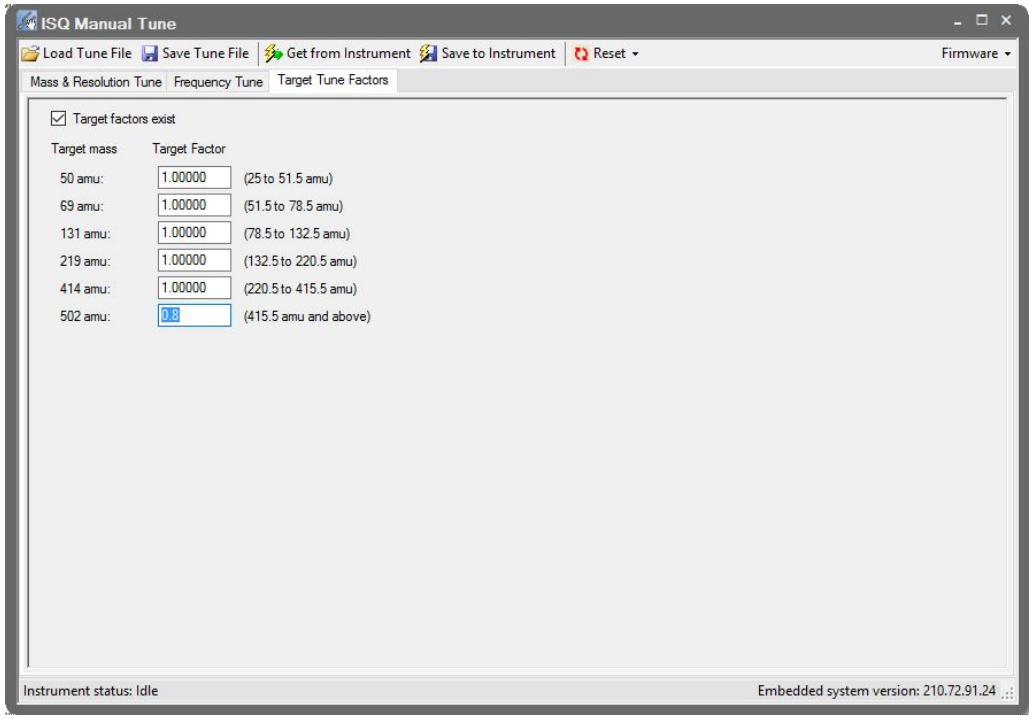
El ejemplo de la Figura 59 muestra un ciclo de DFTPP con una intensidad de *m/z* 198 baja. En este ejemplo, la intensidad del ion de *m/z* 198 era baja y el ajuste no se implementó. Para aumentar la intensidad del ion de *m/z* 198, se redujo la elevada intensidad de masa en los factores del ajuste objetivo. Concretamente, se redujo la masa objetivo de **502 Da** de **1** a **0,8**.

Figura 59. Ajuste de DFTPP con baja intensidad de *m/z* 198



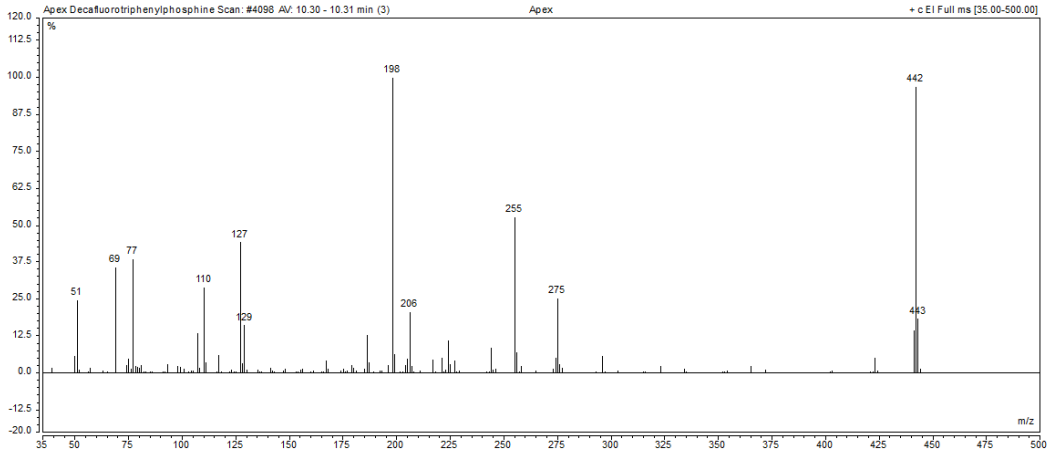
3. Para aumentar la intensidad del ion de *m/z* 198, se redujo la elevada intensidad de masa en los factores del ajuste objetivo. Concretamente, se redujo la masa objetivo de 502 Da de 1 a 0,8. Consulte la Figura 60.

Figura 60. Modificación de los factores de ajuste objetivo en el ajuste manual



4. Cuando el ajuste de DFTPP se procesa una vez reducida la masa objetivo de 502 Da, aumenta la intensidad de m/z 198 y el ajuste es válido. Consulte la Figura 61.

Figura 61. Resultados del ajuste de DFTPP con alta intensidad de *m/z* 198



5. Puede introducir cambios similares si otras masas no cumplen los criterios de sensibilidad de su método.

   Haga clic en **Save to Instrument** (Guardar en el instrumento) para guardar los parámetros del ajuste en el instrumento y cerrar la función de ajuste manual.

6. Procese de nuevo la muestra de DFTPP y compruebe los resultados.

Nota Si el ajuste de DFTPP o BFB sigue presentando errores tras configurar la relación de ajuste objetivo en la función de ajuste manual del sistema ISQ, limpie la fuente de iones.

4

Creación de métodos

Una vez que haya ajustado la configuración del espectrómetro de masas ISQ 7610, puede crear un método para cada componente de su sistema. Los métodos se utilizan para indicar al sistema de GC/MS cómo recoger los datos.

Índice

- Acceso al editor de métodos
- Creación de un método de GC-MS en el software Xcalibur
- Creación de un método de GC-MS en el software Chromeleon

Acceso al editor de métodos

Para crear un método para el espectrómetro de masas ISQ 7610, el cromatógrafo de gases TRACE 1300 o 1310 y el muestreador automático, utilice el editor de métodos. La forma de acceder al editor de métodos es distinta en los sistemas que funcionan con el software Xcalibur y en los que funcionan con el software Chromeleon. En esta sección se facilitan instrucciones para acceder al editor de métodos en ambos sistemas.

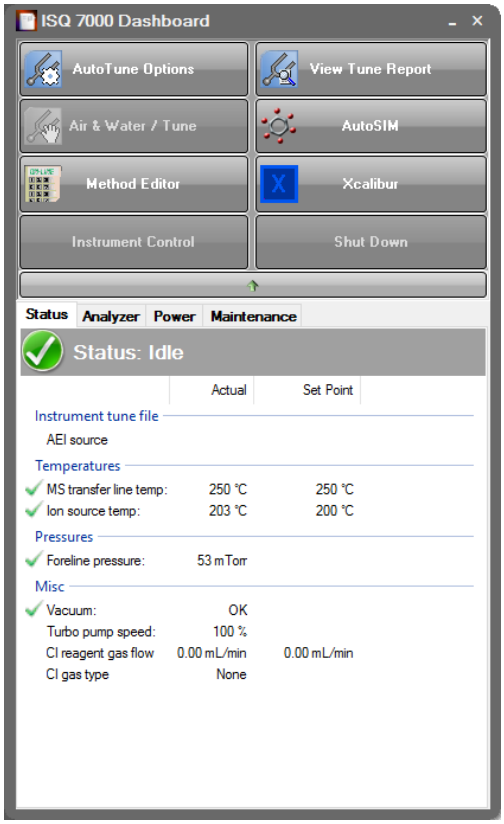
Nota Para obtener más información sobre la creación de un método para otros instrumentos y software, consulte la documentación correspondiente.

Nota Todos los instrumentos configurados se muestran en el panel izquierdo de la ventana Instrument Setup (Configuración del instrumento). Si sus instrumentos no aparecen, deberá configurarlos. Consulte el apartado «Reconfiguración del instrumento» para obtener instrucciones.

❖ Para acceder al editor de métodos con el software Xcalibur

1. Haga clic en **Method Editor** (Editor de métodos) en el panel del sistema ISQ 7610. Consulte la Figura 62.

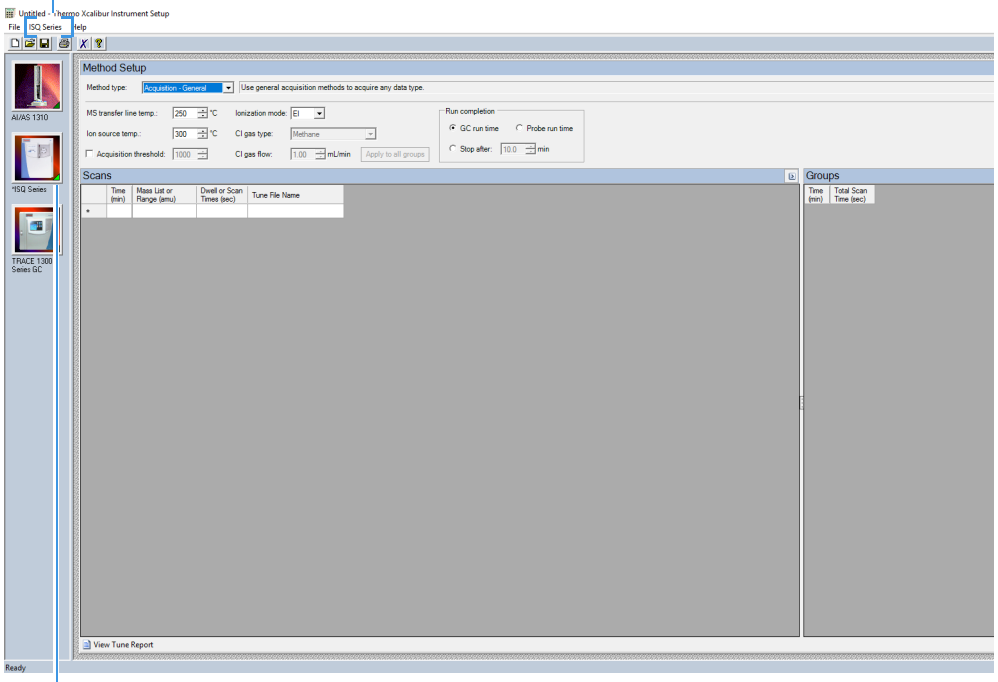
   Figura 62. Acceder al editor de métodos desde el panel del sistema ISQ 7610



2. Se abre la ventana del editor de métodos. Consulte la Figura 63. Aparecen los iconos de todos los instrumentos conectados en el panel izquierdo. Solo se puede configurar un instrumento cada vez. La flecha de color verde en la esquina inferior derecha del icono del instrumento indica que está activo. También se muestra el nombre del instrumento actual en el menú principal.

Figura 63. Ventana del editor de métodos

Nombre del instrumento

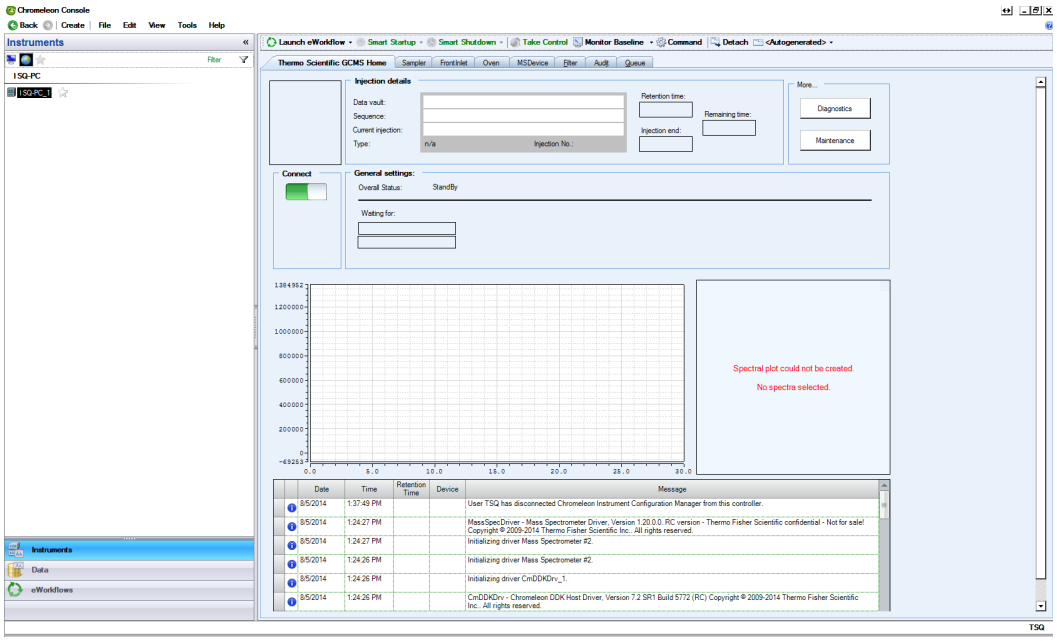


Icono de flecha

❖ Para acceder al editor de métodos con el software Chromeleon

Para acceder al editor de métodos del espectrómetro de masas ISQ 7610 , el cromatógrafo de gases TRACE 1300 o 1310 y el muestreador automático, diríjase a **Start** (Inicio) **> Thermo Chromeleon > Chromeleon 7** y abra la aplicación de software de Chromeleon. Se abrirá la **consola de Chromeleon** en la **página Thermo Scientific GCMS Home** (Inicio del sistema de cromatografía de gases y espectrometría de masas de Thermo Scientific). Consulte la Figura 64.

Figura 64. Consola de Chromeleon: página de inicio del sistema de cromatografía de gases y espectrometría de masas de Thermo Scientific



Nota Todos los instrumentos configurados se muestran en el panel izquierdo de la ventana Chromeleon Console (Consola de Chromeleon:), en **Instruments** (Instrumentos) > **ISQPCNAME**. Si sus instrumentos no aparecen, deberá configurarlos. Consulte el apartado «Reconfiguración del instrumento» para obtener instrucciones.

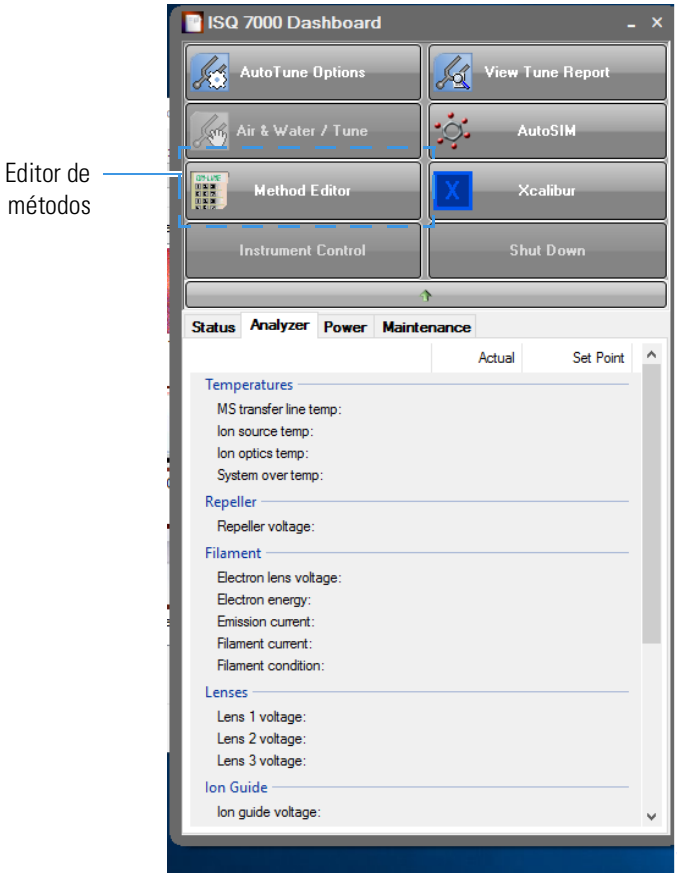
Creación de un método de GC-MS en el software Xcalibur

❖ **Para crear un método para el muestreador automático, el cromatógrafo de gases y el espectrómetro de masas ISQ 7610 con el software Xcalibur**

Nota Para obtener más información sobre la creación de un método para determinados instrumentos y software, consulte la documentación correspondiente.

1. Haga clic en **Method Editor** (Editor de métodos) en el panel del sistema ISQ 7610 para abrir el editor de métodos. Consulte la Figura 65.

Figura 65. Acceder al editor de métodos desde el panel del sistema ISQ 7610



Creación de un método de muestreador automático en el software Xcalibur

Utilice el editor de métodos para crear un método para el muestreador automático, si dispone de uno.

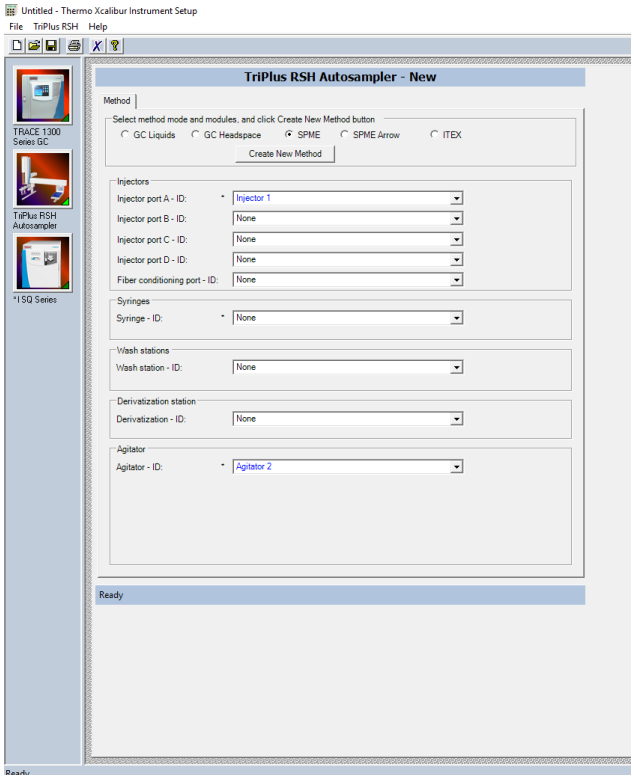
Nota A continuación, se detallan las instrucciones para configurar los parámetros más comunes del sistema de muestreo TriPlus RSH. Consulte la documentación del muestreador automático para obtener información detallada sobre la configuración.

❖ Para crear un método para el muestreador automático

1. En el panel izquierdo, seleccione el icono correspondiente al muestreador automático.

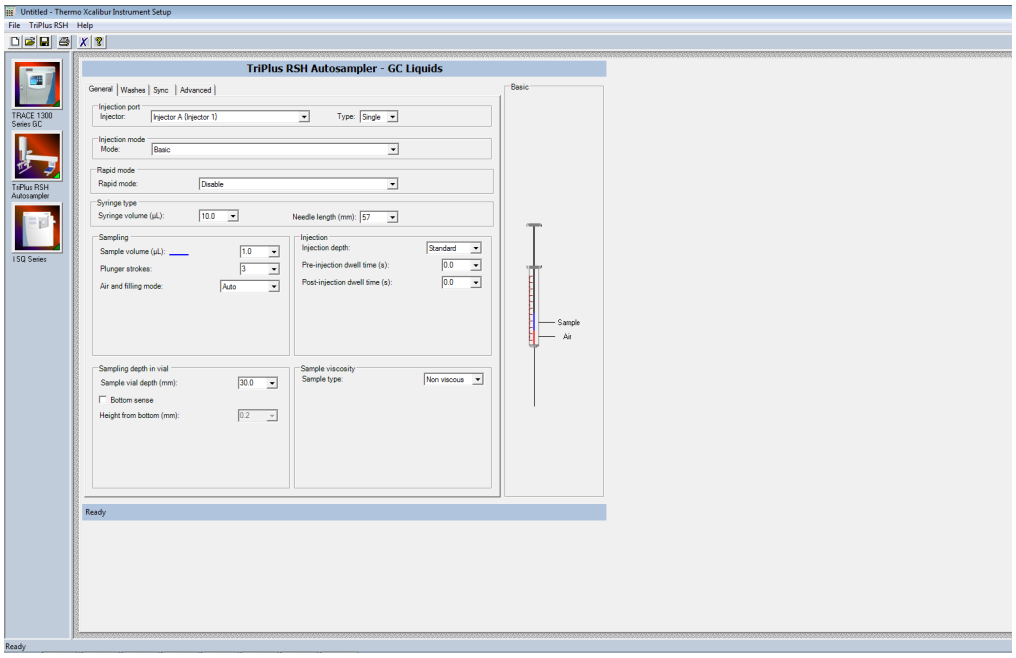
   Se abre la vista de método. Consulte la Figura 66.

Figura 66. Método del muestreador automático



2. Seleccione una de las siguientes opciones: **GC Liquids** (Líquidos del cromatógrafo de gases), **GC Headspace** (Espacio del cabezal del cromatógrafo de gases), **SPME** (Microextracción en fase sólida), **SPME Arrow** (Técnica SPME Arrow) o **ITEX** (Herramienta ITEX).
3. Introduzca la información de ID de las muestras. Debe rellenar los campos marcados con un asterisco (*).
    a. Injectors (Inyectores): introduzca el ID de inyección en el puerto de inyector correspondiente.
    b. Syringes (Jeringas): introduzca la información del ID de la jeringa.
    c. Wash Station (Estación de lavado): introduzca la información de ID de la estación de lavado.
    d. (Opcional) Internal Standard/Solvent Stations (Estaciones de disolvente o estándar internas): introduzca la información de ID de la estación de disolvente o de la estación estándar interna.
    e. (Opcional) Cooled/Heated Trays (Bandejas refrigeradas/calefactadas): introduzca la información de ID de la bandeja principal y, si se usan, las bandejas secundarias.
4. Haga clic en **Create New Method** (Crear nuevo método).
5. Siga estas instrucciones para configurar los ajustes generales de método de los líquidos del cromatógrafo de gases (consulte la Figura 67):

Figura 67. Ajustes generales de líquidos del cromatógrafo de gases en el sistema de muestreo TriPlus RSH



a. Injector type (Tipo de inyector): seleccione Single (Único) o Double (Doble) para cada inyector.

b. Injection Mode (Modo de inyección): escoja entre Basic (Básico), Enrichment (Enriquecimiento), Enrichment Needle Solvent Option (Opción de disolvente de aguja de enriquecimiento), Internal Standard Double (Interno estándar doble), Internal Standard Post (Interno estándar posterior), Needle Solvent Wash (Lavado de disolvente de aguja), Solvent Flush Double (Limpieza de disolvente doble) o Solvent Flush Post (Limpieza de disolvente posterior).

c. Rapid Mode (Modo rápido): escoja entre Disable (Desactivar), After Sample Rinse (Tras el enjuague de la muestra), After Bubble Elimination (Tras la eliminación de burbujas) o After Sample Asp. in Home (Tras la aspiración de la muestra en el inicio).

d. Syringe Type (Tipo de jeringa): introduzca el volumen de la jeringa en µl. Introduzca la longitud de la aguja de la jeringa en mm.

e. Sample Volume (Volumen de la muestra): introduzca el volumen de la muestra que se inyectará en el cromatógrafo de gases. Los valores típicos están entre 0,5 y 5 µl.

f. Plunger Strokes (Carreras del émbolo): seleccione el número de carreras del émbolo que se aplicarán al succionar la muestra. Las burbujas de aire de la jeringa modifican la cantidad de muestra inyectada, lo que puede provocar variaciones de la señal en cada ciclo. Para evitar que esto ocurra, aumente el número de carreras del émbolo para reducir las probabilidades de que se formen bolsas de aire en la jeringa. Los valores típicos están entre 3 y 10.

g. Air and filling mode (Aire y modo de llenado): escoja Auto (Automático) para utilizar el modo predeterminado o Custom (Personalizado) para modificar los parámetros.

h. Sample Viscosity (Viscosidad de la muestra): seleccione Viscous (Viscoso) si la muestra es viscosa o Non viscous (No viscoso) si la muestra no es viscosa. Con una muestra viscosa, la jeringa se rellena más despacio que con una muestra no viscosa. Dado que la cantidad de tiempo que se ahorra es muy pequeña, es posible que resulte más sencillo definir este ajuste en Viscous (Viscoso).

i. Sampling Depth in Vial (Profundidad de la muestra en el vial): active la casilla de verificación Bottom Sense (Sensor de base) e introduzca la altura de la base del vial (en mm) a la que se colocará la punta de la aguja de la jeringa en el vial de la muestra cuando se rellene.

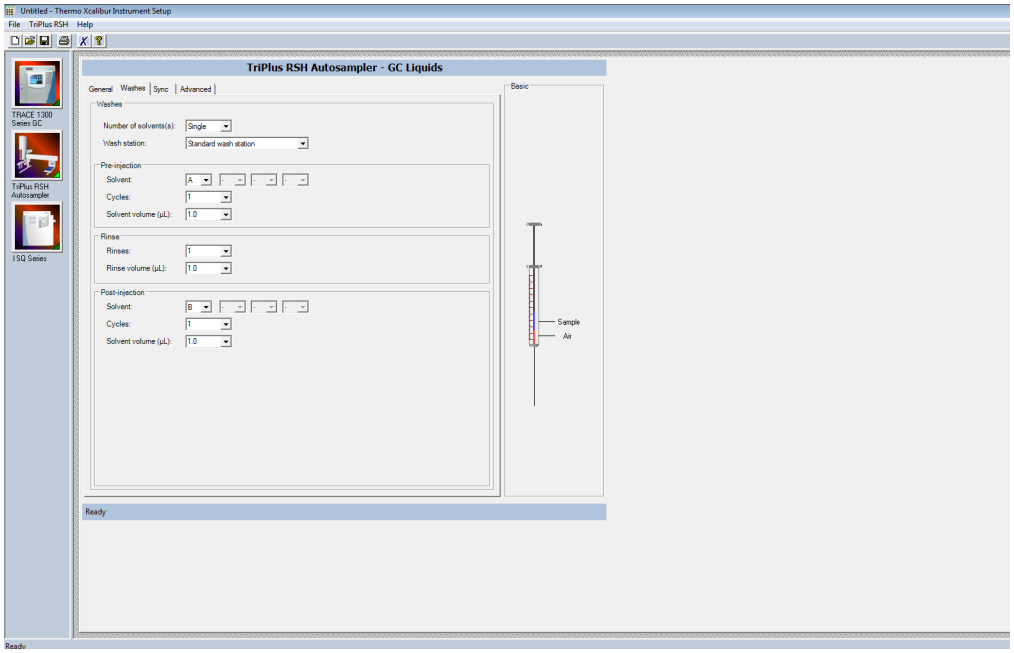
j. Injection Depth (Profundidad de la inyección): seleccione Standard (Estándar) o Minimum (Mínimo) para indicar cómo se introduce la muestra en el cromatógrafo de gases. Si selecciona Standard (Estándar), el muestreador automático inserta la aguja hasta el fondo en el puerto de inyección. Si selecciona Minimum (Mínimo), el muestreador automático apenas se introduce en el puerto de inyección.

k. Pre-inj Dwell Time (s) (Tiempo de permanencia previa a la inyección [s]): utilice este campo para introducir el tiempo (en segundos) que la aguja se mantendrá en el puerto de inyección antes de que el émbolo inyecte la muestra.

l. Post-inj Dwell Time (s) (Tiempo de permanencia posterior a la inyección [s]): utilice este campo para introducir el tiempo (en segundos) que la aguja se mantendrá en el puerto de inyección después de que el émbolo inyecte la muestra.

6. Configure los ajustes de la pestaña Washes (Lavados) (consulte la Figura 68):

Figura 68. Ajustes de lavado de líquidos del cromatógrafo de gases



a. Number of Solvents (Número de disolventes): seleccione Single (Único) o Multiple (Varios) según el número de disolventes que utilizará para el método. Puede escoger hasta cuatro disolventes: A, B, C o D.

b. Wash Station (Estación de lavado): escoja entre Standard Wash Station (Estación de lavado estándar) o Large Wash Station (Estación de lavado amplia). Consulte la documentación del muestreador automático para obtener más información sobre las estaciones de lavado.

c. Pre-injection (Preinyección): utilice los campos Solvent (Disolvente) y Cycles (Ciclos) para definir el número de purgas de disolvente que ocurrirán antes de que el muestreador automático entre en contacto con la muestra. Incluya siempre un enjuague de la muestra, ya sea antes o después de cada inyección, para asegurarse de que no se produce ningún tipo de contaminación cruzada entre una inyección y la siguiente. Configure los ajustes de manera que la jeringa se purgue con el mismo disolvente que se utilizó en la ubicación A, B, C o D, o con los disolventes A y B, o C y D. Normalmente, no hay ningún ciclo o hay 1 ciclo de purgas preinyección.

d. Rinse (Enjuague): utilice la lista Rinses (Enjuagues) para seleccionar el número de veces que se enjuaga la jeringa con la muestra antes de cada inyección. Gracias a los enjuagues, se garantiza que la muestra que se inyecta no está diluida con los disolventes de enjuague residuales. Al purgar la jeringa con la muestra antes de la inyección, la dilución es mínima. El ajuste estándar es entre 1 y 3 enjuagues. Sin embargo, si tiene una cantidad de muestra muy limitada, es posible que prefiera definir este campo en 0 para conservar la muestra.

e. Post-injection (Posinyección): utilice los campos Solvent (Disolvente) y Cycles (Ciclos) para definir el número de purgas de disolvente que ocurrirán después de que el muestreador automático entre en contacto con la muestra. Debe incluir siempre un enjuague de la muestra, ya sea antes o después de cada inyección, para asegurarse de que no se produce ningún tipo de contaminación cruzada entre una inyección y la siguiente. Puede configurar la jeringa para que se purgue con el mismo disolvente que se utilizó en la ubicación A, B, C o D, o con los disolventes A y B, o C y D. Normalmente, hay entre 1 y 5 ciclos de purgas posinyección.

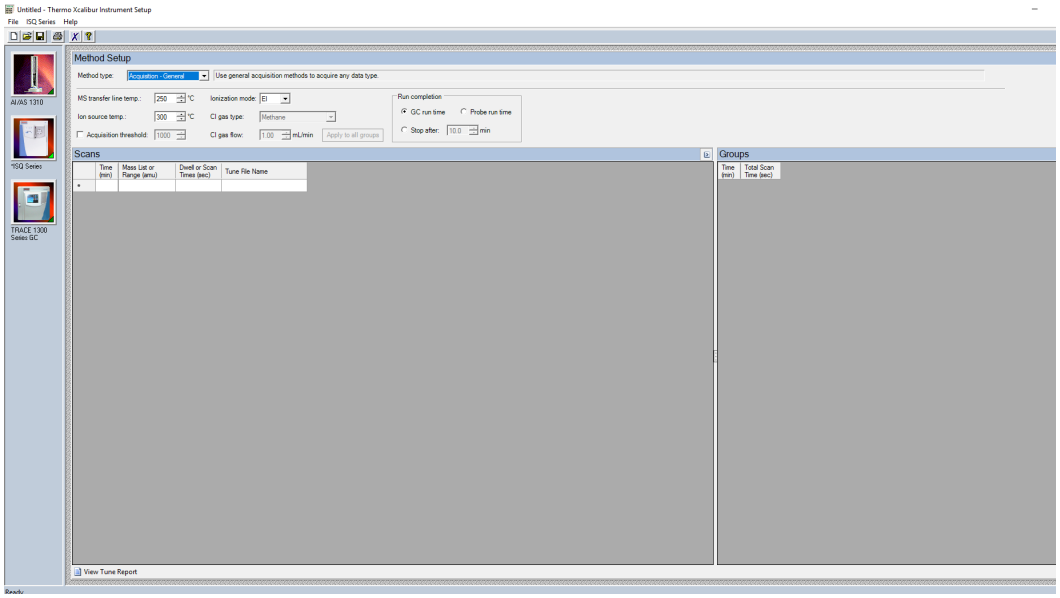
Para crear un método para el espectrómetro de masas ISQ 7610

Haga clic en el icono de ISQ 7610 situado en el panel izquierdo para crear un método para el espectrómetro de masas ISQ 7610.

1. Para crear un método de adquisición desde el menú desplegable Method type (Tipo de método), seleccione **Acquisition-General** (Adquisición-General). Se utiliza un método de adquisición para recoger los datos.

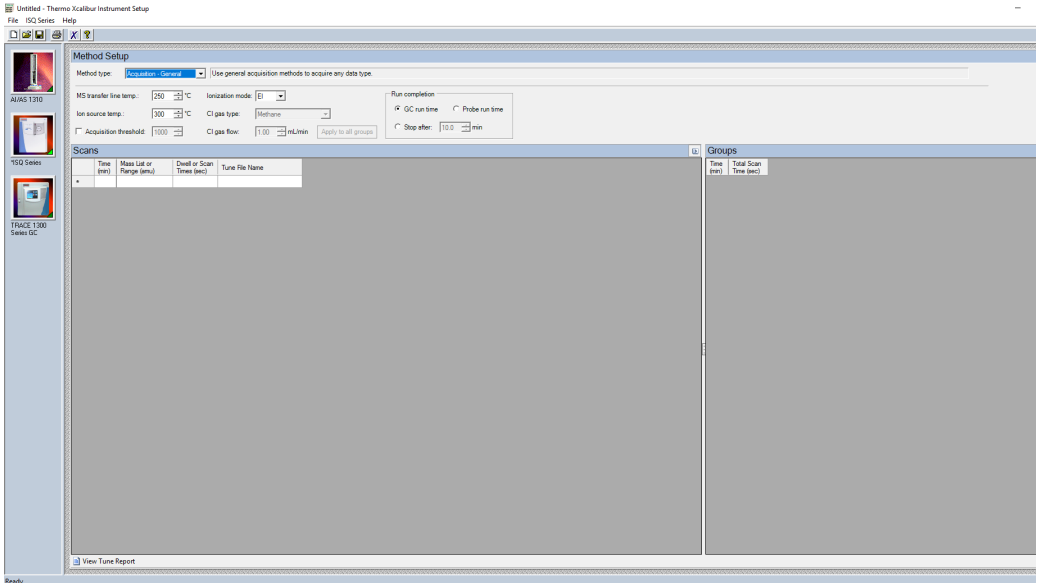
Nota El método Maintenance (Mantenimiento) se utiliza para desgasificar o enfriar el instrumento ISQ 7610 durante una secuencia. Esto puede resultar útil si sabe que quiere llevar a cabo estas tareas y lo quiere hacer de forma automatizada como parte de la adquisición de datos.

Figura 69. Creación de un método de adquisición general para el espectrómetro de masas ISQ 7610



2. Defina un valor para el campo **MS Transfer Line Temperature** (Temperatura de la línea de transferencia del espectrómetro de masas). Este campo representa la temperatura de la línea de transferencia, que es el tubo que contiene la columna cuando sale del horno del cromatógrafo de gases y entra en el espectrómetro de masas ISQ 7610. La temperatura máxima permitida es de 400 °C. Sin embargo, si establece la temperatura de la línea de transferencia por encima del máximo permitido para la columna, esta se dañará y el instrumento ISQ 7610 se contaminará.

> **Nota** La temperatura máxima de la línea de transferencia o la velocidad a la que se alcanzan las temperaturas más altas de la línea de transferencia puede depender de la temperatura de la fuente de iones y la temperatura del horno del cromatógrafo de gases.



3. Defina la **temperatura de la fuente de iones**. Puede introducir un valor entre 0 y 350 °C. La temperatura óptima dependerá del analito. Las temperaturas más elevadas mantienen la fuente de iones más limpia, pero pueden generar una mayor fragmentación, lo que podría reducir la sensibilidad. En el caso de la mayoría de los compuestos, la temperatura adecuada es de unos 275 °C (valor predeterminado).

Nota Para obtener resultados óptimos, ajuste el instrumento a la misma temperatura a la que llevará a cabo los análisis en el método.

4. Active la casilla de verificación **Acquisition Threshold** (Umbral de adquisición) y, en caso necesario, introduzca un valor para la altura mínima de pico del archivo de datos. Si el pico tiene una intensidad por debajo de este umbral, no se almacenará. Este ajuste puede ayudar a reducir el ruido, pero también puede alterar las relaciones isotópicas registradas, ya que las señales isotópicas más bajas podrían reducirse preferentemente.

5. Seleccione **EI** (Ionización por impacto de electrones) del menú desplegable **Ionization Mode** (Modo de ionización).

Nota Seleccione CI solo si ha instalado un volumen de iones de ionización química en el instrumento ISQ 7610 y ha conectado el gas reactivo para la ionización química a su sistema. Si dispone de un método de ionización química, seleccione un tipo de gas para la ionización química del menú desplegable y defina el caudal. (Habrá un retardo de 2 minutos cuando modifique los puertos para el tipo de gas de CI). Los valores típicos de la ionización química con metano en el caso de ionización química negativa (NCI) están entre 1,0 y 1,5 ml/min. Si se usa el metano para la ionización química positiva (PCI), los valores típicos de los caudales de gas suelen estar entre 1,5 y 2,0 ml/min.

6. En el grupo **Run Completion** (Finalización del ciclo), seleccione la acción que desea que ocurra al finalizar el ciclo:

a. **GC Run Time** (Duración del ciclo del cromatógrafo de gases): seleccione esta opción si desea que el ciclo del sistema ISQ 7610 finalice cuando termine el del cromatógrafo de gases. Es la configuración más habitual.

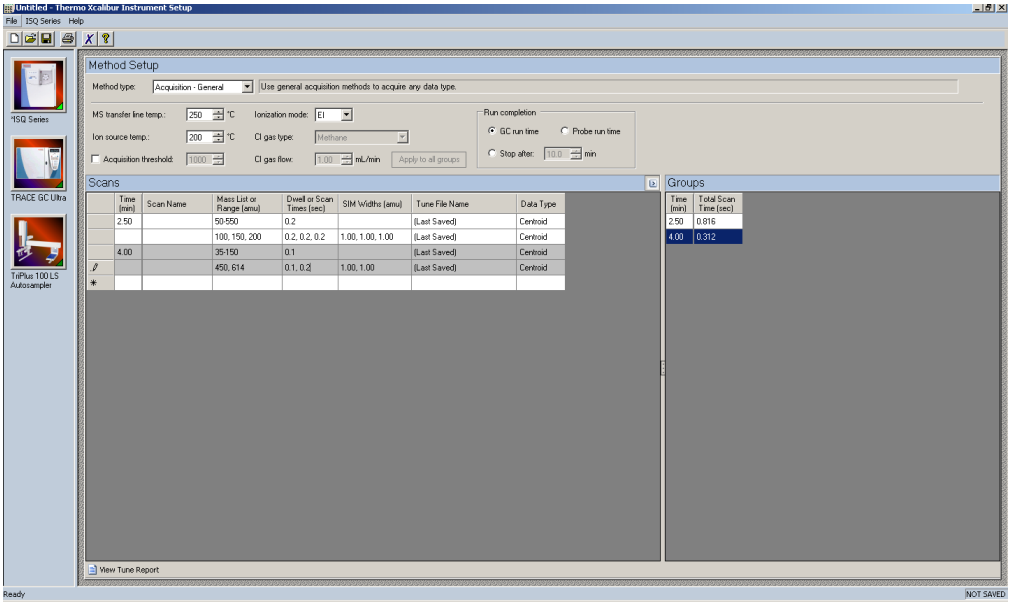
b. **Probe Run Time** (Duración del ciclo de la sonda): seleccione esta opción si tiene un controlador de sonda instalado y desea que el ciclo del sistema ISQ finalice una vez que termine el ciclo de la sonda.

c. **Stop After** (Detener después de): seleccione esta opción para definir el número de minutos que durará el ciclo del sistema ISQ 7610. El final del ciclo puede ser entre 0 y 1000 minutos. Esta opción le permite detener la adquisición cuando todos los compuestos de interés se hayan eluido, pero el cromatógrafo de gases sigue a una temperatura elevada para mantener la columna limpia. Le recomendamos que seleccione esta opción, ya que ahorra tiempo de quemadura en el filamento.

Nota En el modo de adquisición temporizada, el ciclo se detiene cuando el sistema ISQ 7610 ha completado la adquisición de la muestra final en el método. Estos ajustes no aplican en este caso.

7. En el panel **Scans** (Barridos), haga clic en una fila de barrido para introducir la información de barrido.

Figura 70. Introducción de la información de barrido



Nota Si alguna de las siguientes columnas que se mencionan a continuación no se muestra en el panel **Scans** (Barridos), puede hacer clic con el botón derecho del ratón sobre un encabezado para mostrarlas. También puede reorganizar las columnas haciendo clic en el encabezado de cada una de ellas y arrastrando hacia la izquierda o hacia la derecha.

a. La columna **Time (min)** (Tiempo [minutos]) se utiliza para definir el momento en el que el sistema ISQ 7610 comenzará a adquirir datos una vez que se pone en marcha el cromatógrafo de gases. Lo habitual es configurar el tiempo de demora necesario para que el disolvente penetre en la columna antes de que comience una adquisición.

   Como ejemplo, en este método, el barrido del rango de masa de entre 50 y 550 Da se llevará a cabo en 0,2 segundos. El análisis de tres masas de SIM distintas, de 100, 150 y 200 Da respectivamente, comenzará en el mismo momento; cada masa se analizará durante 0,2 segundos. El barrido completo y los barridos de SIM simultáneos comenzarán 2,5 minutos tras el inicio del ciclo del cromatógrafo de gases. El usuario recibirá un conjunto completo de barridos cada 0,816 segundos.

   Transcurridos 4 minutos del ciclo del cromatógrafo de gases, el barrido habrá cambiado por completo. El rango de barrido completo será de entre 35 y 150 Da y el barrido se llevará a cabo cada 0,1 segundos. Las dos masas de SIM serán de 450 y 614 Da; el barrido de estas se llevará a cabo cada 0,1 y 0,2 segundos, respectivamente. Estos barridos se repetirán cada 0,312 segundos hasta que el ciclo del cromatógrafo de gases se haya completado.

   Todos estos barridos utilizan el último archivo de ajuste que se haya guardado en el instrumento.

b. La columna **Mass List or Range (amu)** (Rango o lista de masas [Da]) indicará al sistema ISQ 7610 qué masas debe analizar durante el barrido. En el modo de barrido completo, introduzca la masa inicial y la masa final separadas por un guion. En modo de SIM, introduzca uno o varios valores de masa en este campo (si son varios, deben ir separados por una coma). Debe introducir cada rango de barrido completo en una línea nueva.

Nota Cada una de las líneas de cada barrido debe contener únicamente un rango de barrido completo o masas de SIM individuales. No mezcle varios tipos de barrido en una misma línea.

c. En el modo de SIM, la columna **Dwell or Scan Times (sec)** (Tiempos de permanencia o barrido [segundos]) define la cantidad de tiempo (en segundos) en que el instrumento ISQ 7610 analiza la masa de iones de SIM. Si está activado el modo de barrido completo, la columna **Dwell or Scan Times (sec**) (Tiempos de permanencia o barrido [segundos]) determina el tiempo de duración de cada barrido. Este valor deberá definirse para llevar a cabo entre 5 y 20 barridos a lo largo del pico del cromatógrafo de gases. Si el número de barridos es insuficiente, el área del pico del cromatógrafo de gases será demasiado impreciso. Si hay demasiados barridos, la señal del instrumento ISQ 7610 perderá precisión. El valor predeterminado es 0,2 s.

d. La columna **Tune File Name** (Nombre de archivo de ajuste) selecciona el archivo de ajuste que se usará en este barrido. Este debe ser el archivo de ajuste automático que haya creado según el apartado Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610. También puede usar un archivo de ajuste especial para cada barrido.

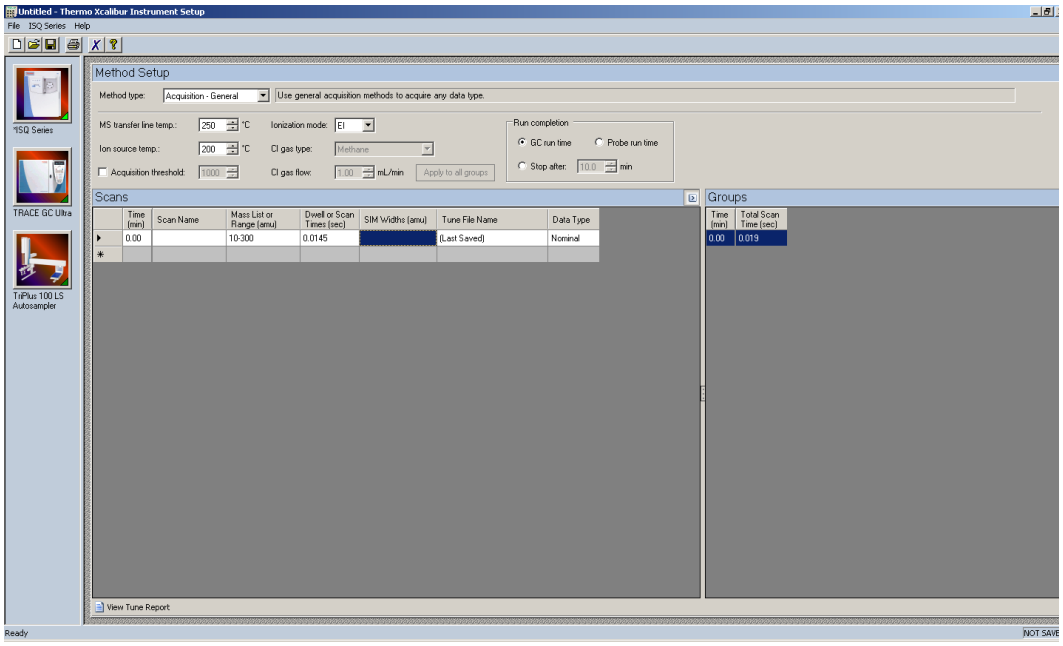
e. La columna **Scan Name** (Nombre de barrido) contiene una descripción del barrido. El nombre puede usarse como etiqueta para indicar el compuesto que se utiliza con el barrido.

f. La columna **SIM Widths** (Anchos de SIM) define el rango de anchura de la ventana SIM. El rango de valores puede estar entre 0,01 y 10. El valor predeterminado es de 1 Da, lo que significa que el instrumento recogerá todos los iones de la masa de SIM con un valor de ±0,5 Da. Cuanto más estrecho sea el ancho de SIM, más específico será el resultado.

g. La columna **Ion Polarity** (Polaridad de iones) se utiliza exclusivamente si está usando el modo CI (ionización química), que es el único modo que permite generar iones positivos y negativos. En el modo EI, el valor de esta columna configurarse siempre como **Positive** (Positiva).

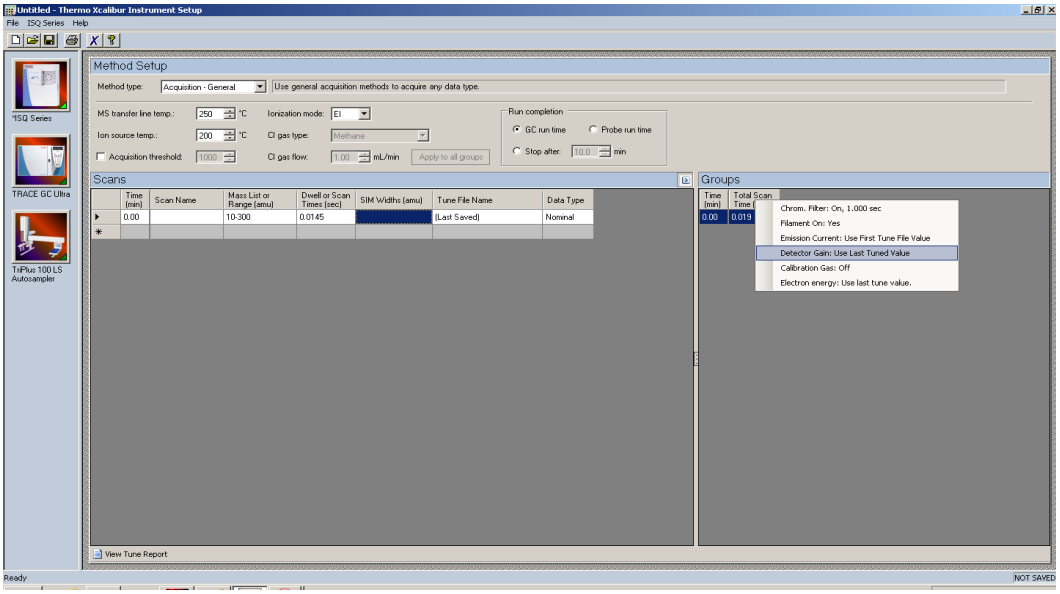
h. La columna **Data Type** (Tipo de datos) determina si desea recoger espectros de masa de **perfil**, **centroides** o **nominales**. Los espectros de masas centroides son los más habituales, ya que son los que utilizan la mayoría de las bibliotecas y los que generan archivos de datos más pequeños. Los espectros de masas de perfil proporcionan picos espectrales de masa más detallados y esto genera un gran archivo de datos que contiene detalles que un espectro centroide no contiene. Cuando desee llevar a cabo un barrido rápido (hasta 20.000 Da/s), seleccione **Nominal** de la lista desplegable en **Data Type** (Tipo de datos).

Figura 71. Selección de los espectros de masas nominales



8. En el panel **Groups** (Grupos), revise la información de cada fila. A medida que crea barridos en el panel **Scans** (Barridos), se muestra automáticamente la información en el panel Groups (Grupos).

Nota Si alguna de las columnas que se mencionan a continuación no se muestra en el panel **Groups** (Grupos), puede hacer clic con el botón derecho del ratón para mostrarla. También puede reorganizar las columnas haciendo clic en el encabezado de cada una de ellas y arrastrando hacia la izquierda o hacia la derecha.



a. La columna **Time** (Hora) muestra el momento en el que el espectrómetro de masas ISQ 7610 comenzará a adquirir este grupo concreto de barridos una vez que se ponga en marcha el cromatógrafo de gases.

b. La columna **Total Scan Time** (Tiempo total de barrido) indica la suma de todos los barridos en cada segmento. El tiempo total de barrido también incluye el tiempo de estabilización que ocurre entre barridos. En este método, que comienza transcurridos 2,5 minutos del ciclo del cromatógrafo de gases, se genera un conjunto de barridos completo cada 0,816 segundos. Transcurridos 4 minutos del inicio del ciclo del cromatógrafo de gases, el barrido habrá cambiado por completo. A partir de ese momento, los barridos se repetirán cada 0,412 segundos hasta que se complete el ciclo del cromatógrafo de gases.

c. La columna **Chrom Filter On** (Filtro cromatográfico activado) activa el filtro cromatográfico. Este filtro optimiza los datos espectrales a medida que se adquieren y posiblemente puede aumentar la relación señal-ruido, multiplicándola por 2 o más. El filtro cromatográfico resulta especialmente útil cuando se adquieren al menos cuatro barridos completos a lo largo de un pico del cromatógrafo de gases. Normalmente, este ajuste suele dejarse activado.

d. Utilice la columna **Chrom Filter Peak Width** (Ancho del pico del filtro cromatográfico) para definir el ancho del pico de manera que coincida con el ancho del pico del cromatógrafo de gases (en segundos). Si el ancho del pico que se define es demasiado amplio, es posible que se reduzca la intensidad de la luz. El valor predeterminado es 1 s.

e. La columna **Filament On** (Filamento activado) activa y desactiva el filamento en el segmento seleccionado. Al desactivar el filamento, se prolonga su vida útil y la fuente de iones se mantiene limpia más tiempo. Sin embargo, no se recogerá ningún dato. Utilice esta columna si se han eluido algunos de sus analitos antes del pico de disolvente. Para conservar el filamento, puede crear un segmento que lo desactive durante el pico de disolvente.

f. Utilice la columna **Emission Current** (Corriente de emisión) para definir la corriente de emisión que se utilizará durante la adquisición. Para obtener una estabilidad y un rendimiento analítico óptimos, utilice la corriente de emisión a la que se ha ajustado el sistema. Sin embargo, si desea utilizar una corriente de emisión distinta, desactive la casilla de verificación **Use Tune File Emission Current** (Usar corriente de emisión de archivo de ajuste) e introduzca el valor deseado en la columna **Emission Current (µA)** (Corriente de emisión [µA]). Una corriente de emisión alta hará que aumente la producción de iones, pero la interacción de demasiados iones en la fuente puede provocar la degradación de la resolución y la señal.

g. La columna **Last Tuned Detector Gain** (Usar última ganancia de detector ajustada) indica que desea usar la ganancia de detector definida en el archivo de AutoTune del sistema ISQ 7610 o definirla y realizar su barrido con el ajuste manual. Si no necesita utilizar la ganancia definida en el archivo de AutoTune del sistema ISQ 7610, puede definir la ganancia manualmente. Las ganancias más altas generan señales más amplias, pero pueden acortar la vida útil del detector cuando se detectan muestras concentradas.

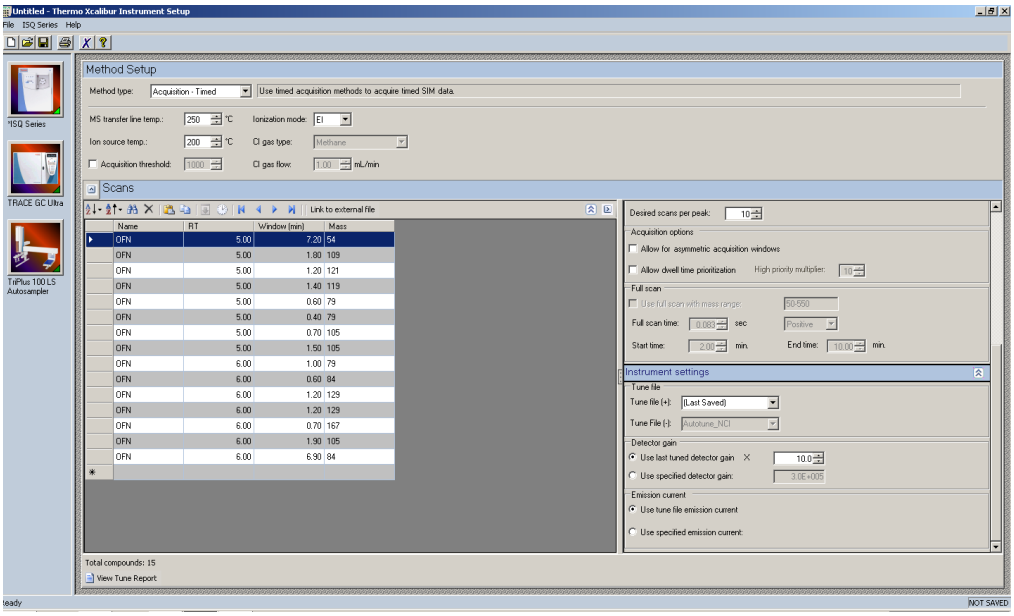
h. Utilice la columna **CI Gas Flow** (Caudal de gas de CI) para definir la velocidad del caudal del gas reactivo. Recuerde definir el caudal de gas de CI en la columna Groups (Grupos), así como en la parte superior del editor de métodos. El valor único de la parte superior del método se enviará al inicializar el espectrómetro de masas con el método.

i. Utilice la columna **CI Gas Type** (Tipo de gas de CI) para definir el tipo de gas que se conecta a uno o a ambos puertos de gas de CI (A o B). Asegúrese de que el gas que haya asignado a un puerto esté efectivamente conectado al puerto, ya que cada gas de CI tiene una calibración específica de caudal y viscosidad del gas.

j. La columna **Cal Gas** (Gas de calibración) activa el gas de calibración durante un ciclo. Este ajuste puede resultar útil a la hora de confirmar que el sistema está generando iones y almacenando correctamente los datos en el disco. De forma habitual, el ajuste está desactivado, pero puede dejar que penetre un nivel bajo de gas de calibración en la fuente si selecciona la opción EI (Ionización por impacto de electrones). Si tiene un módulo de gas de calibración de doble caudal, puede seleccionar CI para que penetre más gas.

9. (Solo para métodos con el modo **Acquisition-Timed** [Adquisición-Temporizada]) En el panel **Instrument Settings** (Ajustes del instrumento), siga estos pasos:

Figura 72. Ajustes del instrumento para el modo de adquisición temporizada



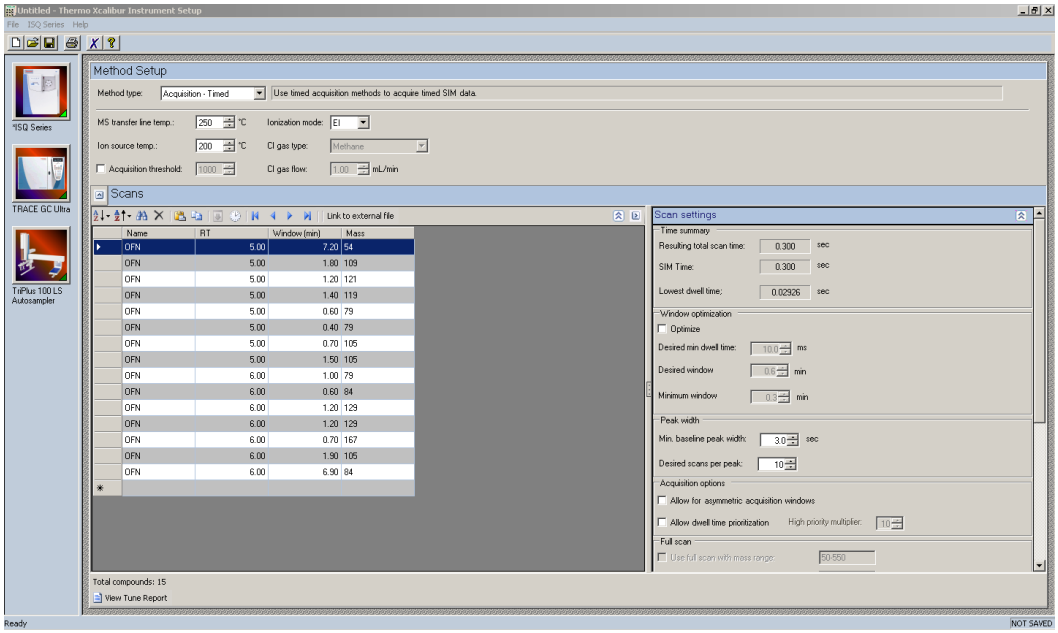
a. Utilice el grupo **Tune File** (Archivo de ajuste) para seleccionar el archivo de ajuste que se usará en este barrido. Si está utilizando la ionización por impacto de electrones (EI), solo estará disponible el menú desplegable **Tune File(+)** (Archivo de ajuste [+]). Si está utilizando la ionización química (CI) negativa, seleccione un archivo de ajuste del menú desplegable **Tune File(-)** (Archivo de ajuste [–]). Seleccione **AutoTune_NCI** para utilizar el archivo de ajuste automático de CI negativa más reciente que haya creado según el Capítulo 3, «Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610». Si está utilizando CI positivas, seleccione un archivo de ajuste del menú desplegable **Tune File(+)** (Archivo de ajuste [+]). Seleccione **AutoTune_PCI** para utilizar el archivo de ajuste automático de CI positiva más reciente que haya creado según el Capítulo 3, «Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610». De manera predeterminada, el software escogerá el archivo de ajuste de **AutoTune_NCI** o **AutoTune_PCI** que haya creado más recientemente.

b. En el grupo **Detector Gain** (Ganancia de detector), defina la ganancia del detector. Seleccione la opción **Use last tuned detector gain** (Usar última ganancia de detector ajustada) para indicar que desea usar la ganancia de detector definida en el archivo de AutoTune del sistema ISQ 7610. Si no necesita utilizar la ganancia definida en el archivo de AutoTune del sistema ISQ 7610, puede definir la ganancia manualmente. Las ganancias más altas generan señales más amplias, pero pueden acortar la vida útil del detector o saturar el electrómetro con un nivel de señal demasiado elevado cuando se detectan muestras concentradas. Para definir manualmente la ganancia del detector, seleccione la opción **Use Specified Detector Gain** (Usar ganancia del detector especificada) e introduzca el valor deseado en el cuadro de ganancia del detector.

c. Utilice el grupo **Emission Current** (Corriente de emisión) para definir la corriente de emisión que se utilizará durante la adquisición. Para obtener una estabilidad y un rendimiento analítico óptimos, utilice la corriente de emisión a la que se ha ajustado el sistema. Sin embargo, si desea utilizar una corriente de emisión distinta, seleccione la opción **Use Specified Emission Current** (Usar corriente de emisión especificada) e introduzca un valor en el cuadro **Emission Current (µA)** (Corriente de emisión [µA]). Una corriente de emisión alta hará que aumente la producción de iones, pero la interacción de demasiados iones en la fuente puede provocar la degradación de la resolución y la señal. El margen de error es de ±0,5 µA.

10. Según corresponda, utilice las opciones del grupo **Scan Settings** (Ajustes de barrido) para definir más detalladamente la configuración de su método.

Figura 73. Ajustes de barrido para el modo de adquisición temporizada



a. La sección **Time Summary** (Resumen de tiempo) registra el tiempo de barrido total resultante, el tiempo de SIM y el tiempo de permanencia más bajo de su método. Estos valores son solo a título informativo, pero no pueden editarse.

   i. El valor de **Resulting Total Scan Time** (Tiempo de barrido total resultante) corresponde al ancho del pico de la línea de base dividido entre el número de puntos deseados a lo largo del pico. Estos valores deben actualizarse si los criterios de su método no coinciden con los valores predeterminados.

   ii. El valor de **SIM** (SIM) corresponde a la duración total de todos los barridos de SIM para cada compuesto de la lista. Este valor coincidirá con el tiempo de barrido total a menos que el método contenga también un evento de barrido completo.

iii. El valor del campo **Lowest Dwell Time** (Tiempo de permanencia más bajo) es el tiempo de permanencia más bajo alcanzado por los ajustes del método. Cuando se activa la casilla de verificación **Optimize** (Optimizar), si el tiempo de permanencia más bajo es considerablemente inferior al tiempo de permanencia solicitado, significa que se ha alcanzado el intervalo mínimo; por otro lado, si el tiempo de permanencia más bajo es considerablemente más alto que el tiempo de permanencia solicitado, significa que se ha alcanzado el intervalo requerido.

b. El panel **Window Optimization** (Optimización del intervalo) permite acceder a los ajustes de optimización del intervalo. Cuando se activa la casilla de verificación junto a la opción Optimize (Optimizar), los intervalos de adquisición se configurarán automáticamente según el intervalo de adquisición y el tiempo de permanencia objetivos definidos en este panel. Para los métodos de SIM complejos, esta opción garantizará la creación de un método que permita alcanzar los barridos solicitados por pico.

   Detalles del algoritmo: si se activa la casilla de verificación **Optimize** (Optimizar), los intervalos de adquisición de SIM del método se definen con el valor del ajuste **Desired Window** (Intervalo deseado) a menos que el valor configurado para **Desired Min Dwell Time** (Tiempo de permanencia mínimo deseado) no pueda cumplirse con el número de barridos definido en **Desired Scans Per Peak** (Barridos deseados por pico). Si esto ocurre, los intervalos de adquisición se reducirán hasta que se cumpla el **tiempo de permanencia mínimo deseado** o hasta que se alcance el **intervalo mínimo**. Si se alcanza primero el **intervalo mínimo**, el **tiempo de permanencia mínimo** se reduce hasta un valor que permita alcanzar el valor de **Requested Scans Per Peak** (Barridos requeridos por pico). Si el tiempo de permanencia mínimo absoluto del instrumento, que es 0,5 ms, se alcanza antes de que se obtengan los puntos solicitados en el pico, el valor del campo **Minimum Window** (Intervalo mínimo) se reduce hasta que se alcanzan los criterios del campo **Desired Scans Per Peak** (Barridos deseados por pico) o el intervalo mínimo absoluto permitido en el instrumento, que es 0,24 minutos. En este caso, que es muy poco frecuente, deberá reducir el valor de **Desired Scans Per Peak** (Barridos deseados por pico), aumentar el valor de **Min Baseline Peak Width** (Ancho mínimo del pico de la línea de base) o reducir el número de transiciones contenidas en su método para poder guardarlo.

   Configuración: la casilla de verificación **Optimize** (Optimizar) no está activada de forma predeterminada. Cuando se activa la casilla de verificación Optimize (Optimizar), puede ajustar la configuración en el panel para optimizar el método. Cuando la casilla de verificación no está activada, deberá introducir manualmente los intervalos de adquisición. Los valores predeterminados del optimizador de intervalos deben devolver resultados razonables al aplicarse en métodos normales. Los valores predeterminados son los siguientes:

   Desired Min Dwell Time (Tiempo de permanencia mínimo deseado): 10 ms

   Desired Window (Intervalo deseado): 0,6 min

   Minimum Window (Intervalo mínimo): 0,3 min

- Cambie el tiempo de permanencia mínimo en el campo **Desired Min Dwell Time** (Tiempo de permanencia mínimo deseado). Si su método tiene muchas transiciones, le recomendamos reducir el tiempo de permanencia mínimo deseado. Tenga en cuenta que cuanto mayores sean los intervalos de adquisición de su método, menor será el tiempo de permanencia medio.
- Cambie el valor del intervalo de adquisición deseado en el campo **Desired Window** (Intervalo deseado). El intervalo deseado es la cantidad de tiempo durante el que se llevará a cabo el barrido en busca de una transición alrededor de un tiempo de retención determinado que garantice la observación de un compuesto. Se puede definir un intervalo deseado de entre 0,24 y 5 minutos. Deberá ser lo suficientemente amplio para que una alteración del tiempo de retención no provoque que se pierdan compuestos. Si los tiempos de retención del compuesto del método son dudosos, incluya tiempo adicional en este intervalo. Tenga en cuenta que, cuanto más prolongado sea el tiempo de permanencia de los compuestos, más estrechos resultarán los intervalos de adquisición.
- Cambie el valor del intervalo de adquisición mínimo en el campo **Minimum Window** (Intervalo mínimo). Se puede definir un intervalo mínimo de entre 0,24 y 5 minutos. Este intervalo es el periodo de tiempo mínimo durante el que deberá llevarse a cabo el barrido en busca de una transición alrededor de un tiempo de retención determinado que garantice la observación de un compuesto. Defina el intervalo mínimo en el valor mínimo que permita evitar que los tiempos de retención del compuesto queden fuera del intervalo de adquisición.

Nota Si se alcanza el límite de tiempo de permanencia y el intervalo mínimo aceptable queda por debajo del límite de 0,24 minutos, el método presentará un error y deberá usarse una lista más corta.

c. En el grupo **Peak Width** (Ancho de pico), puede cambiar el ancho mínimo del pico de la línea de base y los barridos deseados por cada pico. Estos valores se utilizan para calcular el tiempo total de barrido, que incluye el tiempo de SIM y el tiempo de barrido completo. El valor mínimo del ancho del pico de la línea de base debe ser, aproximadamente, el tiempo de pico cromatográfico más corto de su análisis.

d. En el grupo **Full Scan** (Barrido completo), puede indicar si debe llevarse a cabo un barrido completo con SIM. El rango de masa, la duración del barrido y las horas de inicio y finalización del ciclo pueden definirse una vez que se haya seleccionado el botón Use Full Scan with Mass Range (Usar barrido completo con rango de masa). El tiempo de barrido completo reducirá el tiempo de SIM sin que aumente el tiempo de barrido total. Si solo desea usar el barrido completo para parte de su método, puede introducir la hora de inicio y de finalización del barrido completo.

e. En el grupo **Acquisition Options** (Opciones de adquisición), active la casilla de verificación **Allow for Asymmetric Acquisition Windows** (Permitir intervalos de adquisición asimétricos) para añadir tiempo adicional al inicio o al final de un intervalo de adquisición sin que afecte otros intervalos y periodos del barrido.

Cuando seleccione esta opción, las columnas Pre-width (Anchura previa) y Post-width (Anchura posterior) se añadirán a su método. Introduzca los tiempos adicionales en estas columnas.

Nota Esta opción solo está disponible cuando la optimización de métodos no está activa.

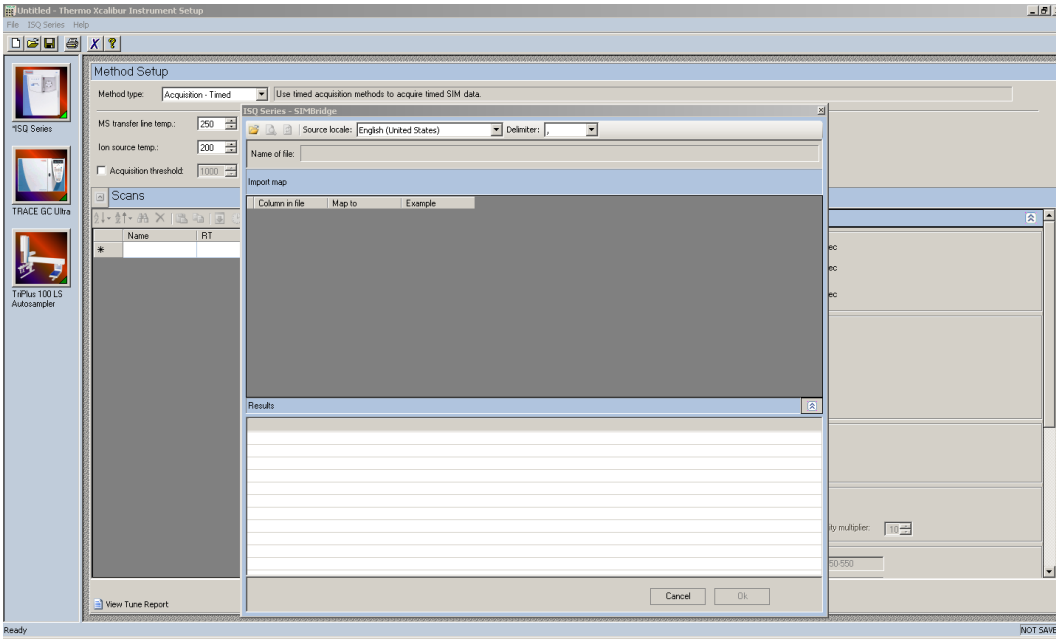
Active la casilla de verificación **Allow Dwell Time Prioritization** (Permitir priorización del tiempo de permanencia) para aumentar los tiempos de permanencia de los barridos seleccionados. Las opciones disponibles para cada barrido son Normal o High (Alta). Si se da prioridad alta a un barrido, el tiempo de permanencia aumentará en el valor que introduzca en el cuadro High Priority Multiplier (Multiplicador de alta prioridad).

f. Si desea crear un vínculo a un método externo, seleccione la casilla de verificación **Link to External File** (Vincular a un archivo externo). Puede vincular un archivo de método .csv o .xml.

Nota Para editar los barridos desde el editor de métodos del instrumento ISQ 7610, desactive la casilla de verificación **Link to External File** (Vincular a un archivo externo).

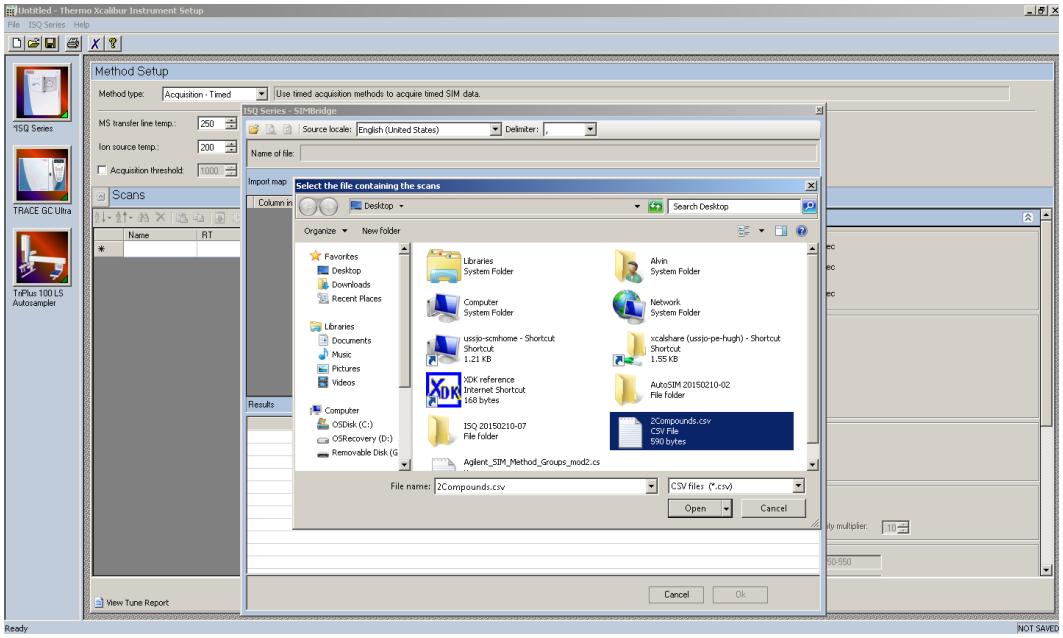
g. Una vez que haya hecho clic en **Link to External File** (Vincular a un archivo externo), se abre el cuadro de diálogo **SIMBridge**. Escoja el idioma del archivo de método del menú desplegable **Source Locale** (Localización de la fuente).

Figura 74. Configuración del idioma de fuente de los archivos de método mediante SIMBridge



h. Busque el archivo.

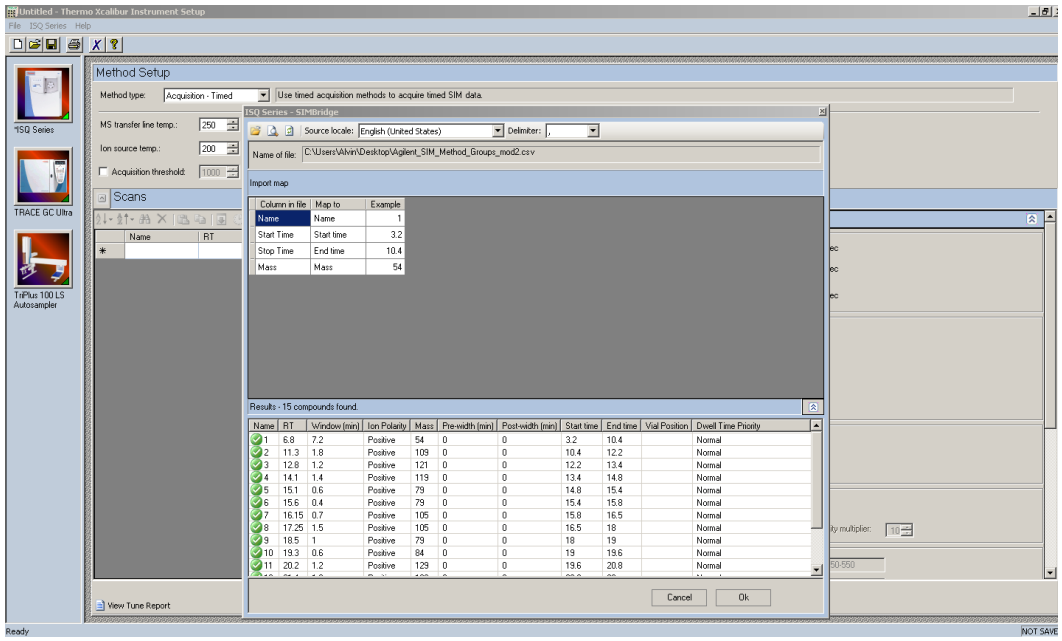
Figura 75. Vinculación a un archivo externo mediante SIMBridge



i. Haga clic en **Open** (Abrir) para abrir el método en SIMBridge.

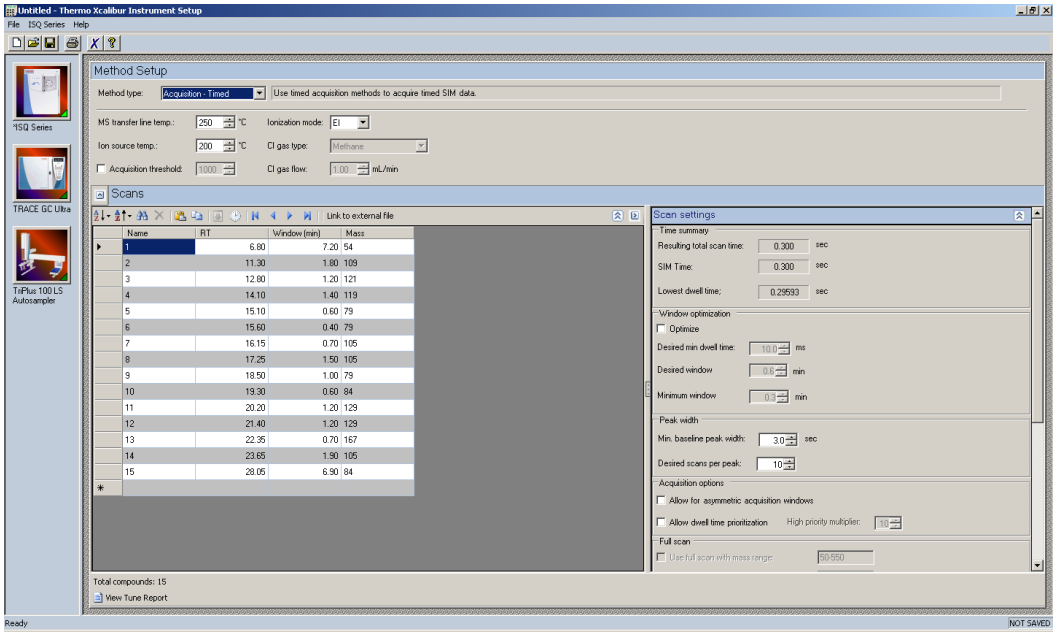
j. Si es necesario, cambie los encabezados de método en el archivo original para que coincidan con los del editor de métodos. Una vez que se valide el método, aparecerá una marca de verificación verde.

Figura 76. Modificación de los encabezados de método en SIMBridge



k. Haga clic en **Open** (Abrir) y se abrirá el método externo en el editor de métodos.

Figura 77. Visualización de un archivo vinculado en el editor de métodos



l. Introduzca el nombre del analito en la columna **Name** (Nombre) (que hace referencia al nombre del analito) o, en el archivo externo, introduzca el nombre del analito en la primera columna. También puede hacer clic en esta ventana con el botón derecho del ratón para buscar un analito dentro de su método. Esta función resulta útil si necesita editar un analito en un método complejo.

m. En la columna **RT** (Tiempo de retención), introduzca el tiempo de retención para los métodos de SIM. El tiempo de retención es el tiempo que tarda un analito de pasar desde el puerto de entrada de la columna hasta el detector.

n. En la columna **Window (min)** (Intervalo [minutos]), defina el tiempo de adquisición. Los intervalos de adquisición más cortos aumentan la sensibilidad, pero pueden hacer que se pierda el pico si son demasiado breves. Cambiar el tamaño del intervalo solo afecta la sensibilidad si reduce el número de compuestos que se analizan en un segmento. Si los intervalos no se superponen, no verá ninguna mejora a la hora de reducir el tiempo de adquisición.

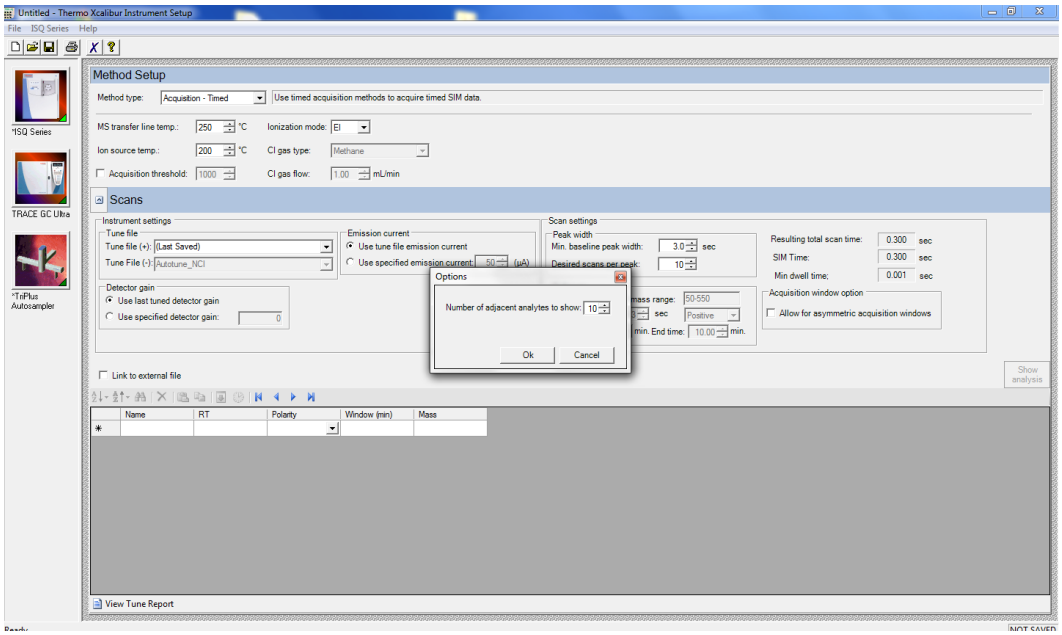
o. En la columna **Mass** (Masa), introduzca la masa del ion que desea supervisar.

p. Utilice la columna **Ion Polarity** (Polaridad de iones) si está usando el modo de CI para indicar al instrumento que genere iones positivos o negativos. Utilice esta columna solo si está usando el modo de CI. En el modo de EI, el valor de esta columna debe configurarse siempre como **Positive** (Positiva).

q. Puede determinar el número de analitos adyacentes que se mostrarán en su método mediante la casilla de verificación **Number of Adjacent Analytes to Show** (Número de analitos adyacentes que se mostrarán) que se encuentra en el cuadro de diálogo **Options** (Opciones), al que se accede a través del menú principal del sistema **ISQ 7610**. Consulte la Figura 78. Consulte el número de analitos que se han definido en la vista **Show Analysis** (Mostrar análisis).

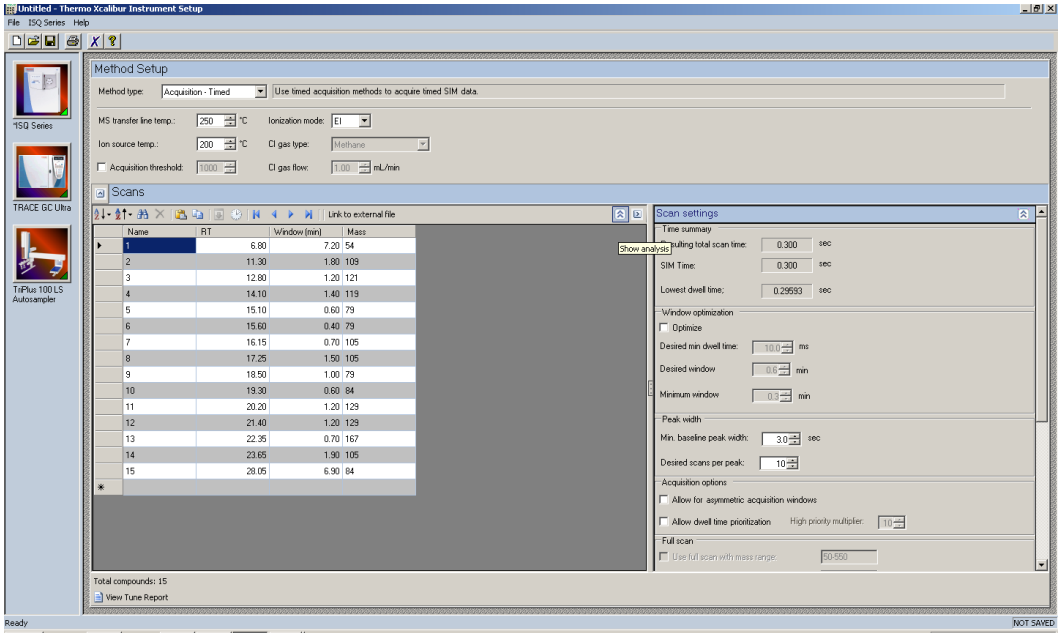
Los ajustes que se introduzcan en esta columna son únicamente con fines de visualización, pero no afectarán el proceso de adquisición.

Figura 78. Cuadro de diálogo Options (Opciones)



r. Haga clic en **Show Analysis** (Mostrar análisis) (consulte la Figura 79) para validar su método. Aparecerá un gráfico con todos los nombres de los analitos, ordenados según el tiempo de inicio de cada uno.

Figura 79. Acceder a la función Show Analysis (Mostrar análisis)



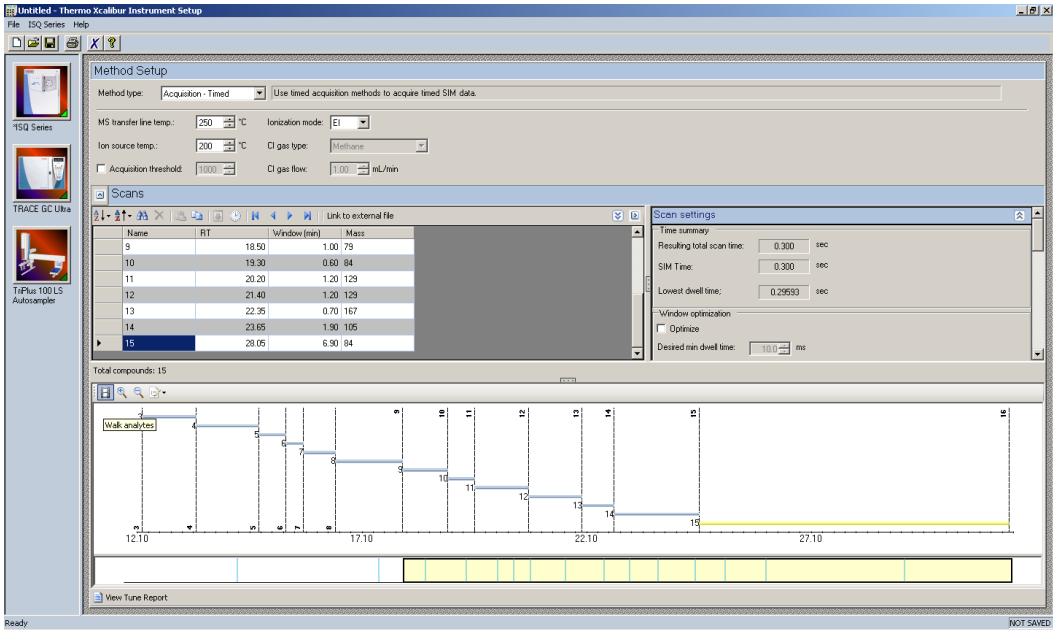
s. Utilice la ventana de intervalo desplazable situado en la parte inferior de la pantalla para ver los tiempos de retención esperados de todos sus analitos. Ajuste el tamaño de la ventana para ver más analitos arrastrando hacia afuera uno de los lados del rectángulo. Si se reduce el tamaño de la ventana de intervalo desplazable, se mostrarán menos analitos en el gráfico. Si se aumenta el tamaño de la ventana de intervalo desplazable, se mostrarán más analitos de su método. Si el número de tiempos de retención de los analitos que se está examinando es superior a 50, aparecerá una muestra de los analitos espaciados uniformemente en la ventana.

También puede hacer clic en el icono que muestra una cinta de película para ver todos los analitos: al seleccionar dicho icono, el software reproducirá de forma automática la lista completa de todos los analitos. Puede hacer clic de nuevo en el mismo icono en cualquier momento para detener el proceso.

Sugerencia Si los intervalos de SIM tienen demasiado contenido y no logran alcanzar el tiempo total de barrido en el tiempo de permanencia mínimo, el evento se marcará en color rojo. Esta advertencia indica que no hay tiempo suficiente en el segmento para llevar a cabo un barrido de todos los eventos. En este caso, el método no validará o se guardará y aparecerá un icono de advertencia junto al título de los barridos. Para resolver esto, reduzca el número de compuestos que se superponen o modifique los tiempos de los intervalos. Cuando las barras de los picos se marcan en color naranja, se trata de una advertencia que indica que el número de barridos del pico será inferior al deseado.

Además, si su lista contiene compuestos duplicados, en la zona central de una de las barras de picos duplicadas aparecerá un patrón de cruces naranjas en lugar del color blanco habitual. Elimine uno de los compuestos duplicados para evitar posibles problemas en los análisis de datos.

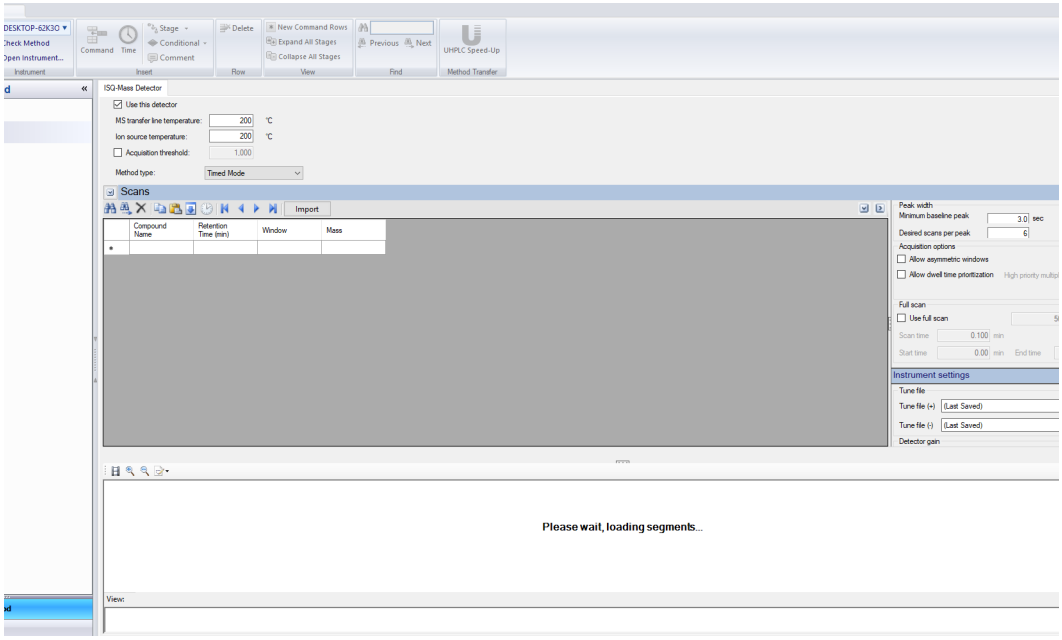
Figura 80. Validación de métodos



11. Para importar un método del espectrómetro de masas, seleccione **Import** (Importar). Consulte la Figura 81.

> **Nota** De esta forma, solo se importará la parte del método correspondiente a la espectrometría de masas. Debe definir los parámetros del cromatógrafo de gases y del muestreador automático.

Figura 81. Importación de métodos



12. Seleccione **ISQ 7610 > Import Timed Scans** (Importar barridos temporizados) para importar archivos .csv o .xml de métodos previos. El software solo cargará los archivos que tengan un formato válido. Si su archivo no es válido, recibirá un mensaje de error y no podrá importar el archivo al editor de métodos.

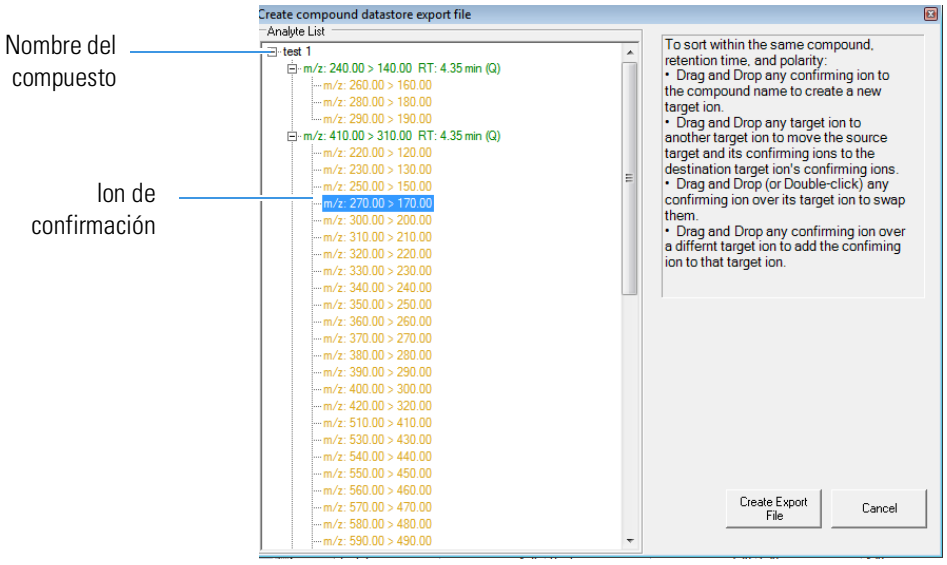
> **Sugerencia** Exporte una lista de barridos temporizados para ver un ejemplo de formato válido.

13. Seleccione **ISQ 7610 > Append Timed Scan from File** (Anexar barridos temporizados de archivo) para añadir barridos de los métodos anteriores al final de la lista de barridos abierta. Como se ha mencionado anteriormente, se deben importar archivos de formato .csv o .xml. El software solo cargará los archivos que tengan un formato válido. Si su archivo no es válido, recibirá un mensaje de error y no podrá importar el archivo al editor de métodos.

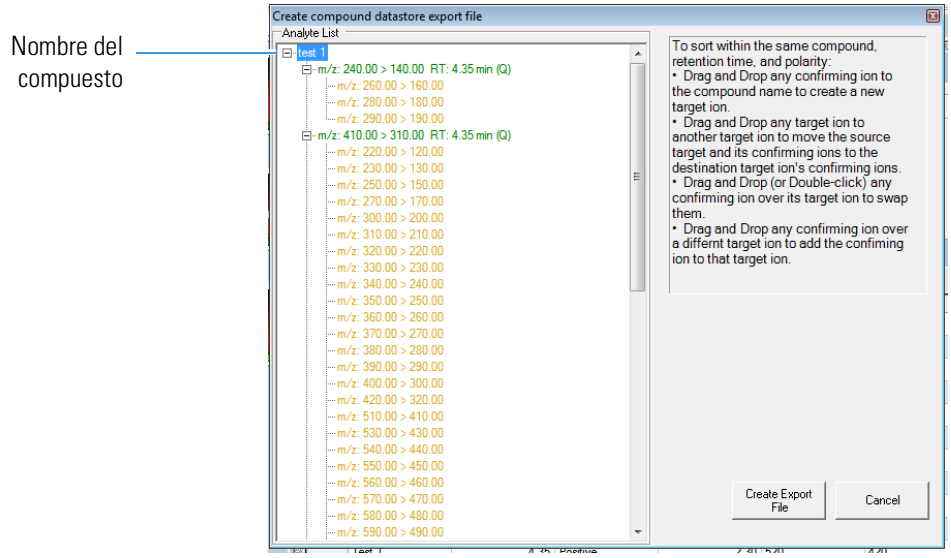
14. Seleccione **ISQ 7610 > Export Timed Scans** (Exportar barridos temporizados) para exportar su método como archivo .csv. Si prefiere editar sus métodos desde una aplicación de hojas de cálculo, deberá usar esta opción.

15. Seleccione **ISQ 7610 | Create Compound Data Store Export File** (Crear archivo de exportación del almacén de datos de compuestos) para preparar su archivo para el almacén de datos de compuestos en la aplicación TraceFinder.

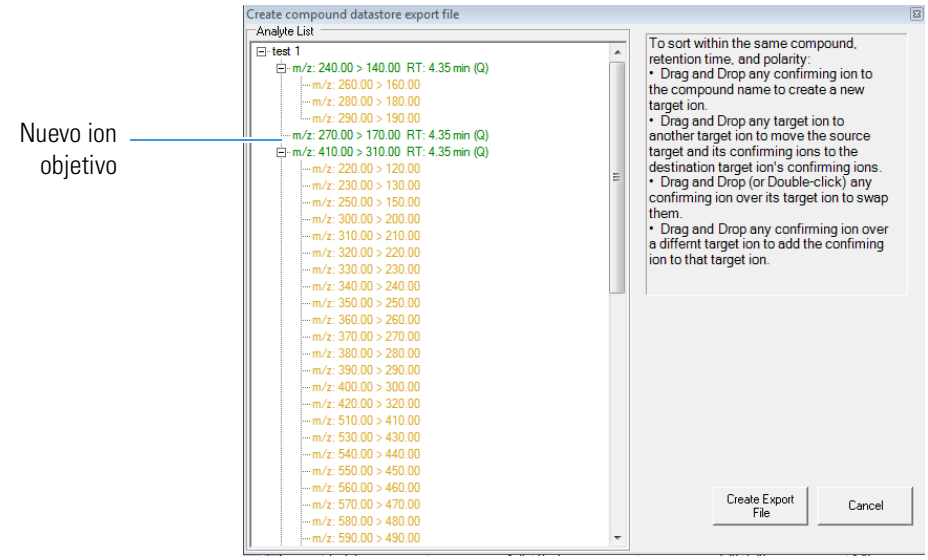
a. Para crear un nuevo ion objetivo de la lista de iones de confirmación con tiempos de retención idénticos para un compuesto, seleccione el ion de confirmación de interés.



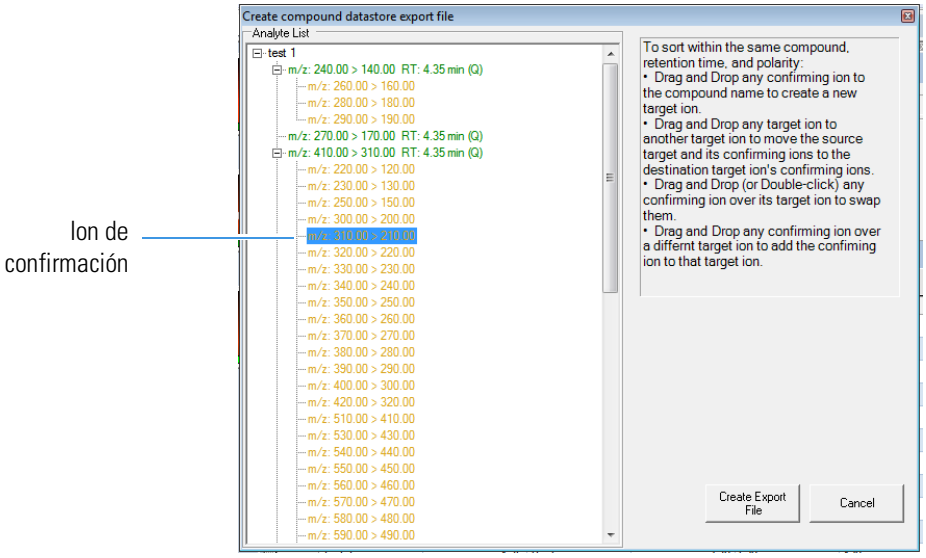
b. Arrastre el ion de confirmación hasta el nombre del compuesto situado en la parte superior de la lista.



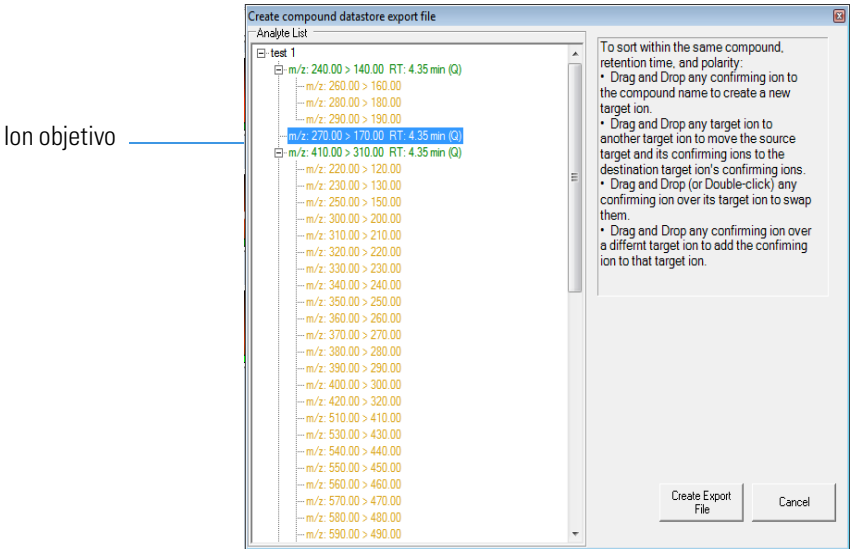
c. El ion de confirmación aparece ahora en la lista como ion objetivo.



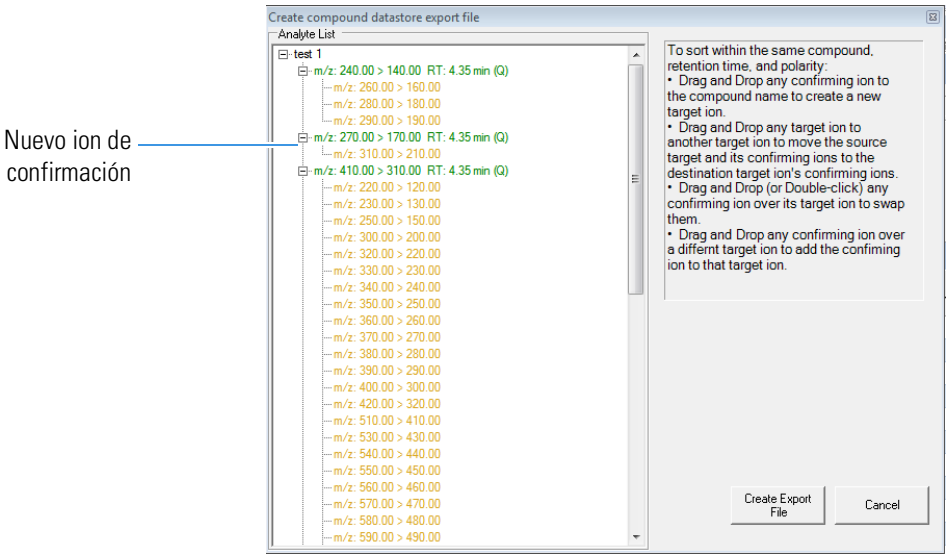
d. Para añadir un nuevo ion de confirmación a un ion objetivo de la lista, seleccione el ion de confirmación de interés.



e. Arrastre el ion de confirmación y sitúelo debajo del ion objetivo de su interés.



f. El ion de confirmación aparece ahora en la lista bajo el ion de cuantificación seleccionado.

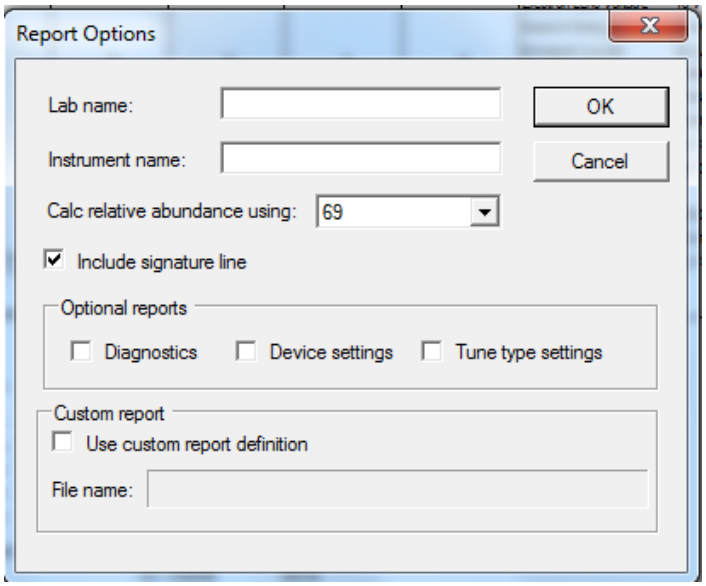


g. Haga clic en **Create Export File** (Crear archivo de exportación) una vez que haya creado su lista de iones para exportarla a la base de datos de compuestos del software TraceFinder.

16. Seleccione **ISQ 7610 | Create Segment List From Timed Scan List** (Crear lista de segmentos a partir de la lista de barridos temporizados) para importar un método de adquisición general.

17. Seleccione **ISQ 7610 | View Tune Report** (Ver informe de ajustes) para ver el informe de ajustes más reciente que utilizará el método. Seleccione **Report Options** (Opciones de informe) para abrir el cuadro de diálogo de opciones del informe (consulte la Figura 82) y añadir la información de identificación al informe de ajustes.

Figura 82. Configuración de las opciones del informe de ajustes



Creación de un método para el cromatógrafo de gases en el software Xcalibur

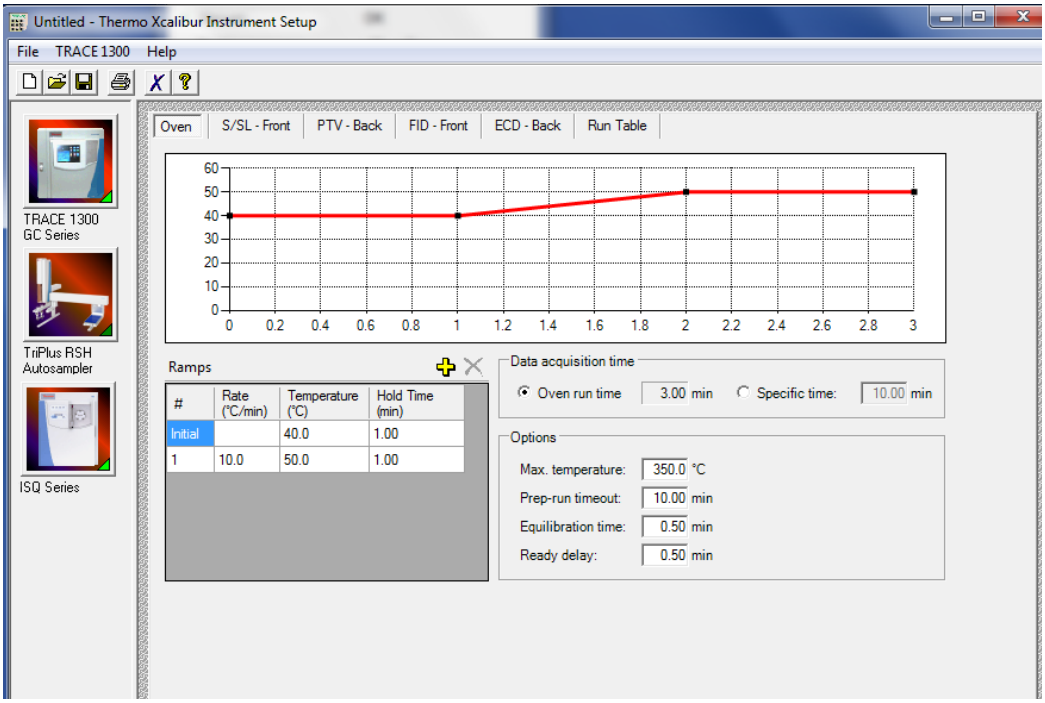
Haga clic en el icono del cromatógrafo de gases situado en el panel izquierdo para crear un método de cromatógrafo de gases.

Creación de un método para el cromatógrafo de gases TRACE 1600 o TRACE 1610 con el software Xcalibur

❖ Para crear un método para el cromatógrafo de gases TRACE 1600 o TRACE 1610

1. Haga clic en la pestaña **Oven** (Horno) para definir las temperaturas del horno. Siempre hay como mínimo una temperatura y un tiempo definidos en todos los programas de temperatura del cromatógrafo de gases. En la fila inicial, introduzca la temperatura inicial, que debe estar 4 °C por encima de la temperatura ambiente, pero quedar por debajo de la temperatura máxima de funcionamiento de la columna del cromatógrafo de gases. Si define la temperatura inicial en un valor que está por debajo de este límite, el cromatógrafo de gases no alcanzará esta temperatura. Si define la temperatura por encima de este límite, se dañará la columna del cromatógrafo de gases. Puede definir el tiempo de espera inicial en un valor que sea entre 0 y 999,99 minutos. La temperatura inicial típica es de 10 °C como mínimo por encima del punto de ebullición del disolvente de muestra y el tiempo inicial suele durar lo suficiente para que el disolvente se mueva por la columna.

Figura 83. Configuración de los parámetros del horno del cromatógrafo de gases en el instrumento TRACE 1600 o TRACE 1610



a. Puede seleccionar un máximo de 32 rampas de temperatura, cada una con su velocidad de rampa, temperatura final y tiempo de espera. Un programa típico tiene una o dos rampas. El perfil de temperatura del cromatógrafo de gases es el método principal para separar los analitos entre sí, el disolvente y la matriz. El perfil de temperatura deberá optimizarse según las necesidades de su análisis.

b. También puede seleccionar la temperatura máxima permitida para el horno, que debe establecerse en la temperatura máxima permitida por su método, *no* en el máximo permitido por la columna. La temperatura máxima permitida por el cromatógrafo de gases es de 450 °C. De esta manera, se evita que utilice una temperatura que pueda dañar la columna. El tiempo de espera de preparación para el inicio del ciclo es la cantidad máxima de tiempo que el cromatógrafo de gases esperará antes de dejar de intentar aplicar una inyección. Como ejemplo, con un valor predeterminado de 10 minutos, si el cromatógrafo de gases está listo para recibir una inyección, pero no la recibe transcurrido dicho periodo de tiempo, dejará de esperar. Esto suele ocurrir en caso de que haya algún error. El tiempo de equilibrado es el periodo que transcurre desde el momento en que el cromatógrafo de gases alcanza la temperatura definida hasta que informa de que está listo. Este tiempo suele estar definido en 0,5 minutos.

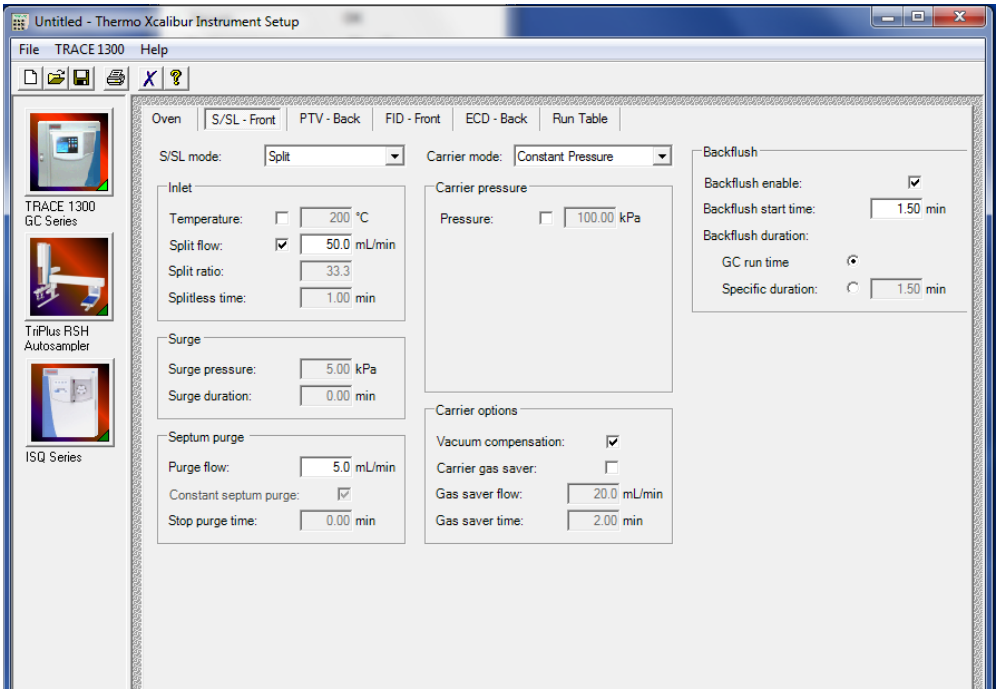


PRECAUCIÓN DAÑOS EN EL INSTRUMENTO. Asegúrese de no sobrecalentar la columna del cromatógrafo de gases; de lo contrario, podría contaminar el espectrómetro de masas ISQ 7610.

2. Los cromatógrafos de gases TRACE 1600 y 1310 también ofrecen la opción de permitir el uso de criogénicos para enfriar el horno. Si se selecciona esta opción, la temperatura mínima permitida en una rampa de temperatura cambiará de 0 °C a –99 °C. El cromatógrafo de gases también ofrece la opción de llevar a cabo la limpieza de la columna posterior al ciclo. Esta opción no suele utilizarse porque el material que se purga de la columna en este paso pasaría al espectrómetro de masas ISQ 7610 y esto puede producir una contaminación. Si desea usar esta función, defina la temperatura del horno del cromatógrafo de gases y la cantidad de tiempo que deberá permanecer a dicha temperatura una vez que se complete el ciclo analítico. También puede definir la cantidad de presión necesaria para hacer pasar el gas portador por la columna.

3. Si tiene un inyector de entrada con o sin división (S/SL), haga clic en la pestaña **S/SL-Front** (S/SL frontal) o **S/SL-Back** (S/SL posterior) para configurar los ajustes del puerto del inyector. El puerto de entrada debe activarse y definirse a una temperatura, como mínimo, de 10 °C superior al punto de ebullición del analito menos volátil. El material deberá inyectarse en el puerto para que se vaporice y llegue hasta la columna del cromatógrafo de gases rápidamente. Las temperaturas más elevadas pueden generar la descomposición térmica de algunos analitos, por lo que deberá optimizar la temperatura del inyector para el análisis. La temperatura de SSL puede configurarse en un valor de hasta 400 °C (un valor típico sería, por ejemplo, 225 °C).

Figura 84. Localizar la configuración del inyector con S/SL en el cromatógrafo de gases TRACE 1600 o TRACE 1610



a. El caudal del divisor, que resulta útil para diluir altas concentraciones de muestras, es la cantidad de gas que pasa por el inyector hasta el puerto de ventilación. Los valores más elevados proporcionan una mayor dilución. El caudal del divisor reduce la cantidad de contaminación que se acumula en el sistema. El caudal del divisor es el cociente entre el caudal del divisor y el caudal del gas portador. Es la relación de dilución de la muestra. Este ajuste suele mantenerse activado y definirse a un caudal de 50 ml/min. Sin embargo, se utiliza más cantidad de gas portador, por lo que, para sus análisis, es posible que prefiera escoger un caudal del divisor inferior. Si define el cociente del divisor, el software calcula el caudal del divisor correcto. Esta premisa también se cumple a la inversa.

Sugerencia Le recomendamos que utilice la purga del septo, que implica que se hará pasar más gas portador a través del inyector. El valor del caudal de purga predeterminado es de 5 ml/min. Esto reduce la acumulación de contaminantes en el inyector, en la columna y en el instrumento ISQ 7610. Si lleva a cabo una inyección sin divisor, incluso si se define un caudal del divisor, el caudal se desactiva para el periodo sin divisor. La purga de septo se desactivará para el periodo de detención de la purga. Transcurridos estos periodos, el caudal del divisor y la purga del septo se reactivarán.

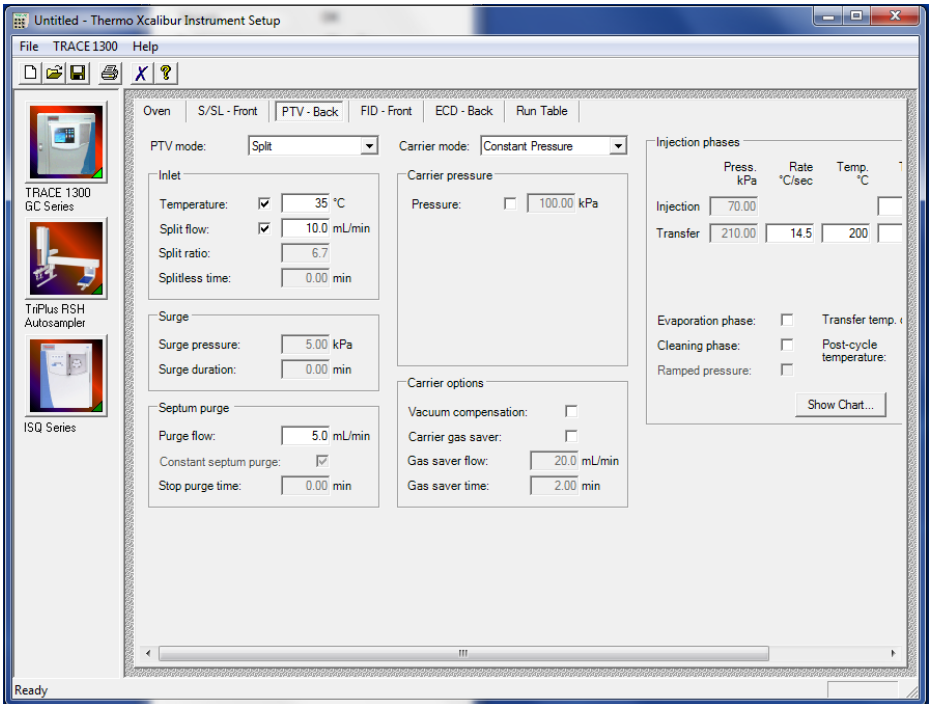
b. El modo portador puede configurarse en **Constant Flow** (Caudal constante), **Constant Pressure** (Presión constante), **Programmed Flow** (Caudal programado) o **Programmed Pressure** (Presión programada). El caudal de gas y la temperatura del horno funcionan de manera conjunta para determinar si los analitos se separan correctamente y cuánto tardará el análisis. Si aplica una presión constante, como la columna se calienta en el horno, el caudal bajará, ya que, a medida que aumenta la temperatura de la columna, se vuelve más resistente al caudal del gas portador. Si utiliza un caudal constante, la presión del gas portador aumentará a medida que la temperatura de la columna sube para mantener el caudal constante. El caudal constante es más común. El valor típico del caudal es de 1-3 ml/min. La presión depende de la longitud y las dimensiones internas de la columna, por lo que no existe un valor típico. Dado que el puerto de salida de la columna está en el instrumento ISQ 7610, que está sometido a vacío, *deberá asegurarse* de que la compensación de vacío está activada para garantizar que los caudales sean precisos.

c. El caudal también puede utilizarse con modos de presión o caudal programados. Estos modos le permiten configurar tres niveles de caudal o de presión, que puede utilizar durante cada ciclo analítico. Esta función no suele utilizarse, pero puede resultar necesaria si tiene una separación especialmente compleja.

d. Para reducir la cantidad de gas portador utilizado, active la casilla de verificación **Carrier Gas Saver** (Ahorro de gas portador). Cuando se activa esta opción, el caudal del divisor se reducirá al caudal de ahorro de gas una vez transcurrido el tiempo de ahorro de gas. No se recomienda usar un caudal inferior a 20 ml/min porque podrían acumularse contaminantes en el inyector, en la columna y en el instrumento ISQ 7610 y esto podría afectar el rendimiento del sistema. También es posible que el aire se difumine y vuelva a la columna con un caudal de divisor bajo cuando la presión del cabezal de la columna es baja.

e. Por último, si su análisis requiere un caudal más elevado para hacer pasar rápidamente los analitos hasta la columna, lo que podría resultar necesario en el caso de inyectores de alta temperatura y compuestos termolábiles, puede utilizar la presión de sobretensión para aumentar el caudal de la columna en el periodo que dura la sobretensión.

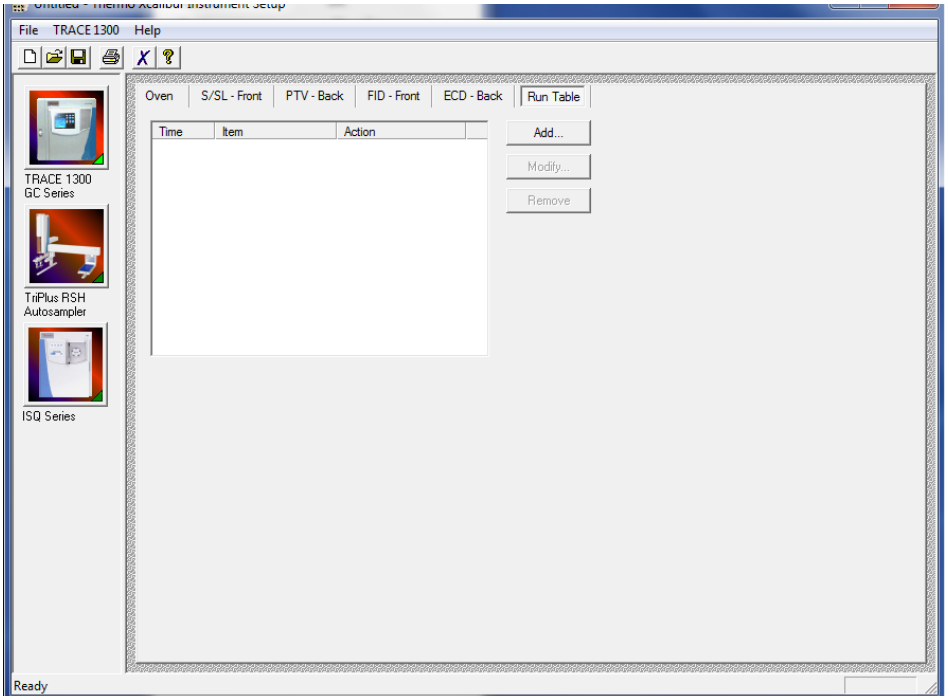
Figura 85. Localizar la configuración del gas portador para el cromatógrafo de gases TRACE 1600 o TRACE 1610



4. Si dispone de un vaporizador de temperatura programable (Programmable Temperature Vaporizer, PTV), haga clic en la pestaña **PTV-Front** (PTV-Frontal) o **PTV-Back** (PTV-Posterior) para configurarlo. El PTV es un inyector de masa térmica baja que permite al instrumento calentar o enfriar rápidamente el puerto de entrada. Puede usar la pestaña de PTV para programar la temperatura del inyector. Consulte la documentación sobre el cromatógrafo de gases para obtener detalles sobre los inyectores con vaporizador de temperatura programable (Programmable Temperature Vaporizer, PTV) o sobre otro tipo de inyectores.

5. Haga clic en la pestaña **Run Table** (Tabla de ciclos) para configurar cómo controlar los dispositivos y las válvulas externas. Consulte la documentación del cromatógrafo de gases para obtener información más detallada.

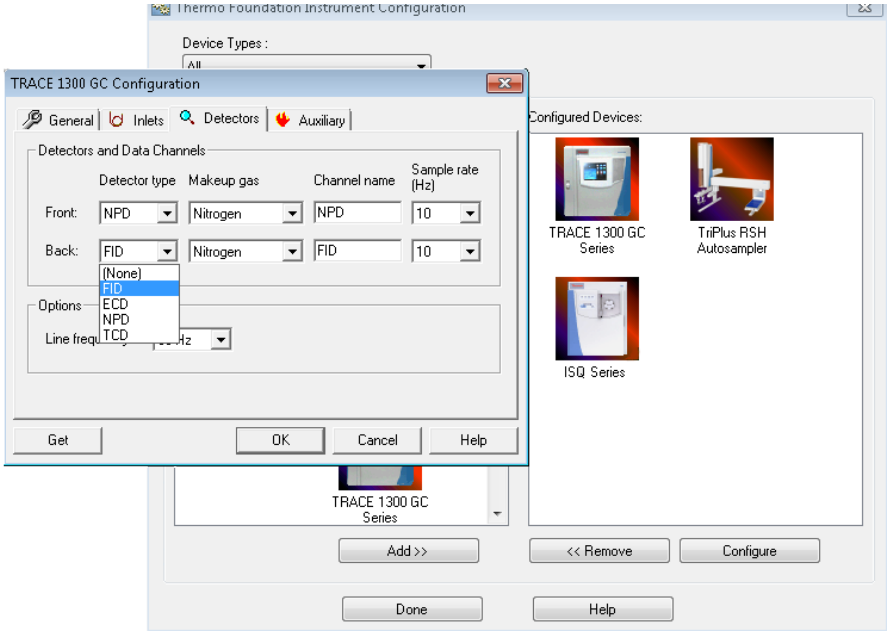
Figura 86. Localizar la configuración de la tabla de ciclos en el cromatógrafo de gases TRACE 1600 o TRACE 1610



Nota La interfaz de usuario muestra la configuración actual del cromatógrafo de gases. Si añade, elimina o modifica los puertos de entrada o los detectores, deberá volver a crear el método del instrumento según la nueva configuración del cromatógrafo de gases.

6. Para añadir un puerto de entrada o un detector a la interfaz de usuario del editor de métodos, haga lo siguiente:
   a. Conecte el puerto de entrada o el detector al cromatógrafo de gases. Consulte la documentación del cromatógrafo de gases para ver las instrucciones.
   b. Añada el puerto de entrada o el detector a la configuración actual del instrumento. Diríjase a **Start** (Inicio) **| All Programs** (Todos los programas) **| | Thermo Foundation 3.0 | Instrument Configuration** (Configuración del instrumento).
   c. En el panel **Configured Devices** (Dispositivos configurados), haga clic en el icono del cromatógrafo de gases de TRACE 1600 o TRACE 1610. Seleccione **Configure** (Configurar).

Figura 87. Configuración de los puertos de entrada o detectores del cromatógrafo de gases TRACE 1600 o TRACE 1610

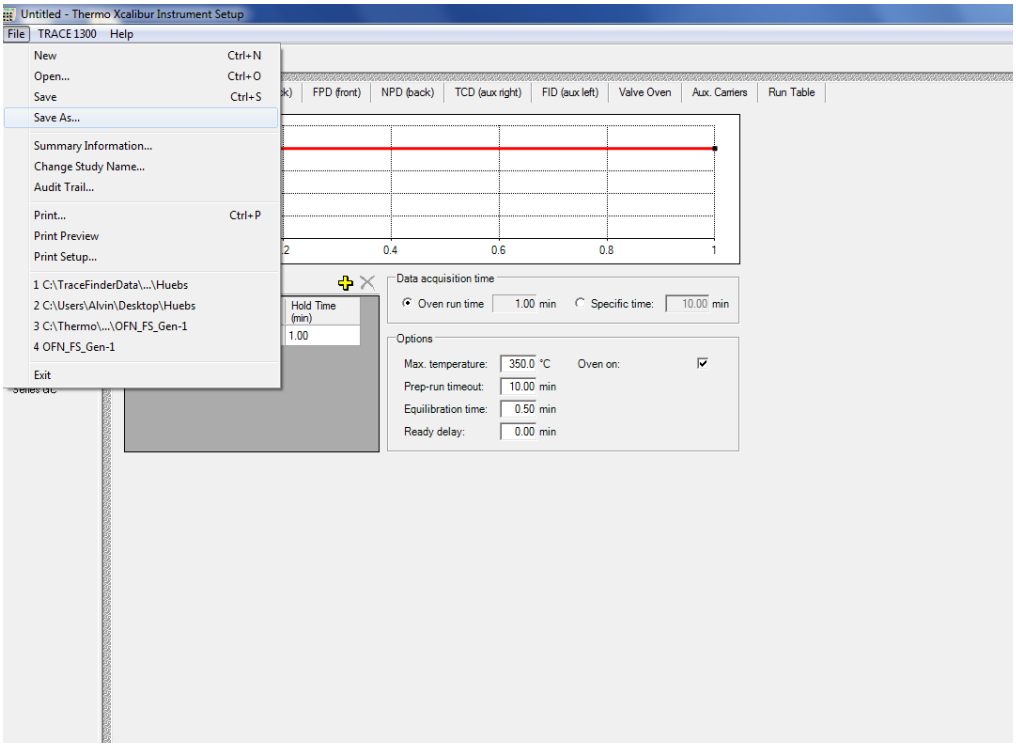


d. Seleccione la pestaña **Inlet** (Puerto de entrada) o **Detector**, según corresponda.

e. Haga clic en **Get** (Obtener). El software detectará automáticamente los módulos conectados. Seleccione los gases que correspondan, según la configuración. Los nombres de los canales que aparecerán de manera predeterminada son Channel 1 (Canal 1) y Channel 2 (Canal 2). Puede cambiarlos para introducir nombres más descriptivos. Así, el hardware queda configurado.

7. Una vez que haya terminado de crear métodos para cada componente en el sistema de GC/MS, seleccione **File** (Archivo) **| Save As...** (Guardar como) del menú principal o haga clic en el icono .

Figura 88. Guardado de un método de cromatógrafo de gases TRACE 1600 o TRACE 1610



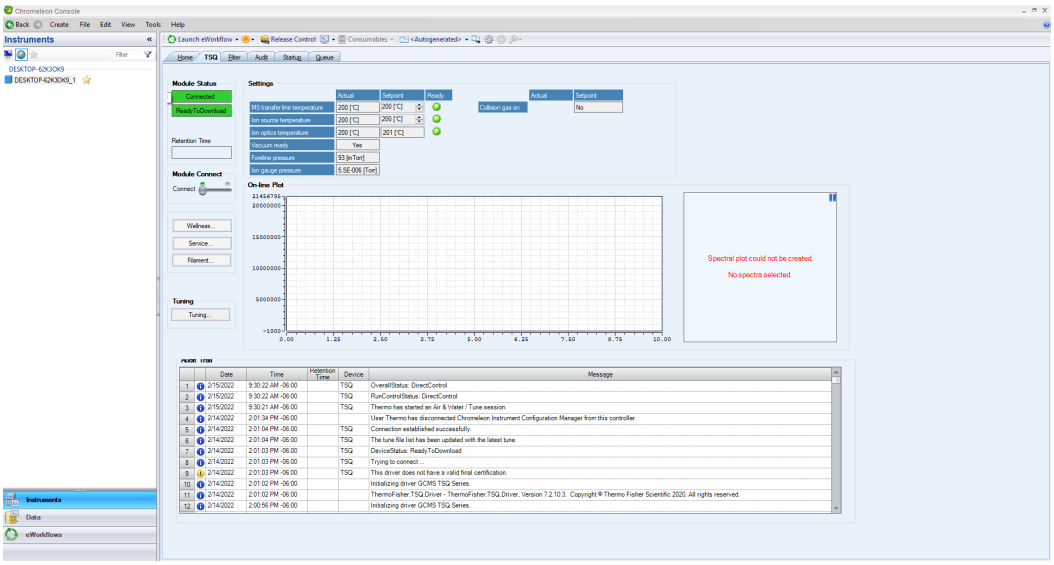
Creación de un método de GC-MS en el software Chromeleon

Si su sistema funciona con el software Chromeleon, siga las instrucciones de esta sección para crear un método para el muestreador automático, el cromatógrafo de gases y el espectrómetro de masas ISQ 7610.

❖ Para crear un método de GC-MS en el software Chromeleon

1. Abra la consola de Chromeleon. Seleccione **ISQ** en el menú izquierdo. Se abre la ventana ISQ. Consulte la Figura 89.

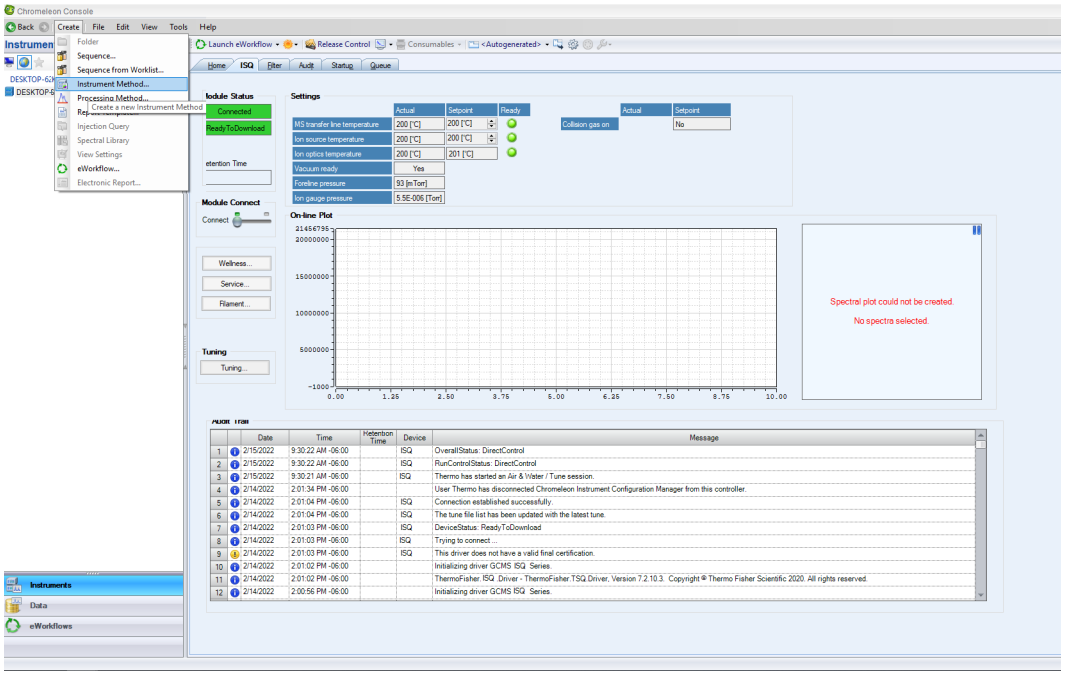
Figura 89. Ventana ISQ



Nota A continuación, se detallan las instrucciones para configurar los parámetros más comunes del sistema de muestreo TriPlus RSH. Consulte la documentación del muestreador automático para obtener información detallada sobre la configuración.

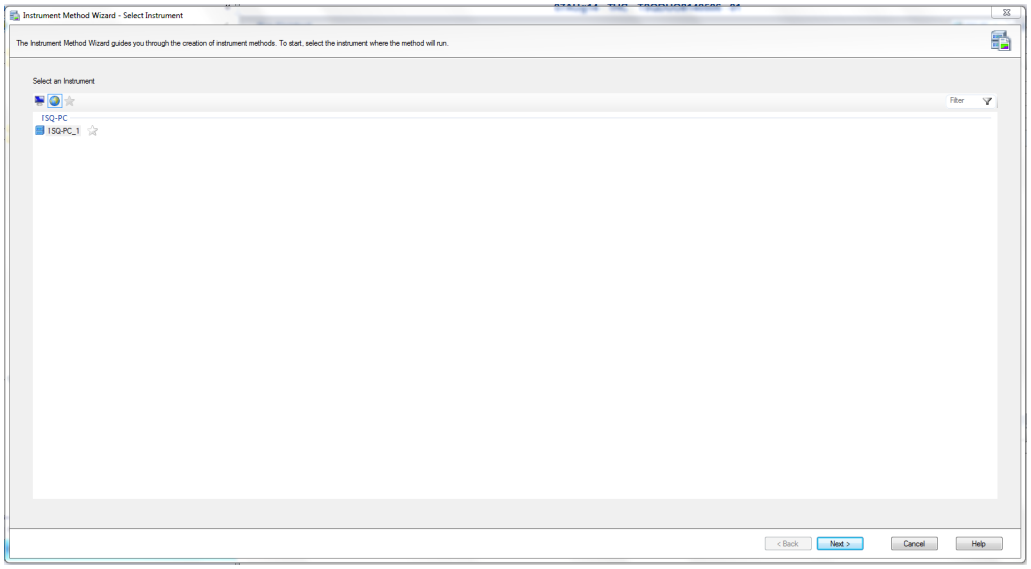
2. Diríjase a **Create** (Crear) **> Instrument Method** (Método de instrumento).

Figura 90. Creación de un método de instrumento



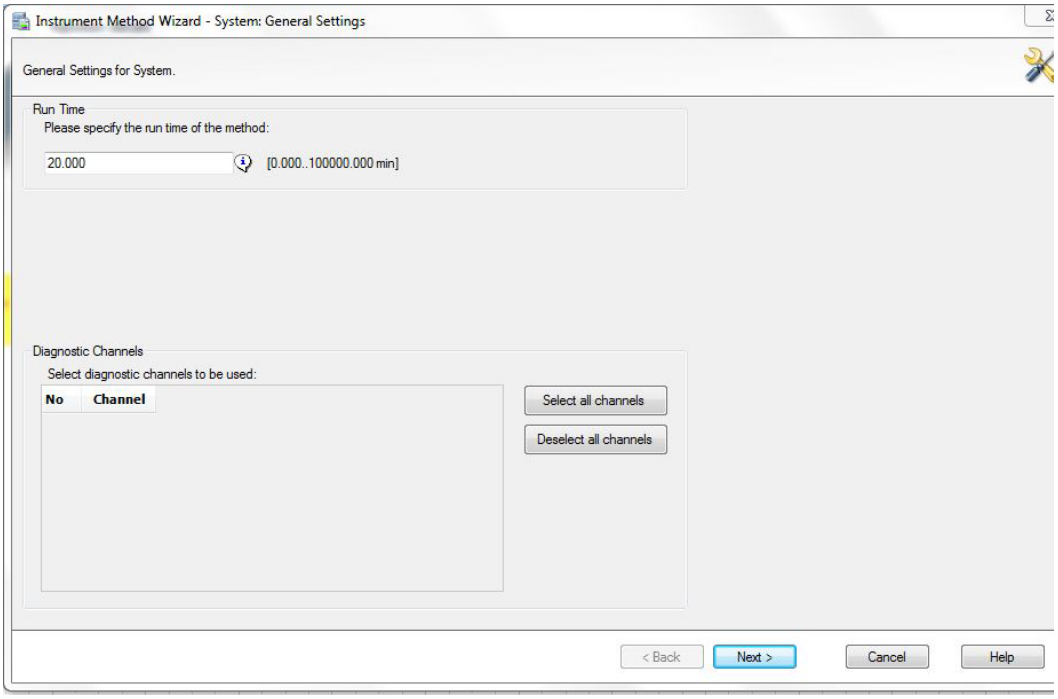
3. Se abre la ventana **Instrument Method Wizard - Select Instrument** (Asistente del método de instrumento - Selección de instrumento). Consulte la Figura 91.

Figura 91. Instrument Method Wizard - Select Instrument (Asistente del método de instrumento - Selección de instrumento)



4. Seleccione el instrumento que desee configurar y haga clic en **Next** (Siguiente).
5. Se abre la ventana **Instrument Method Wizard - System: General Settings** (Asistente del método de instrumento - Sistema: Configuración general). Consulte la Figura 92.

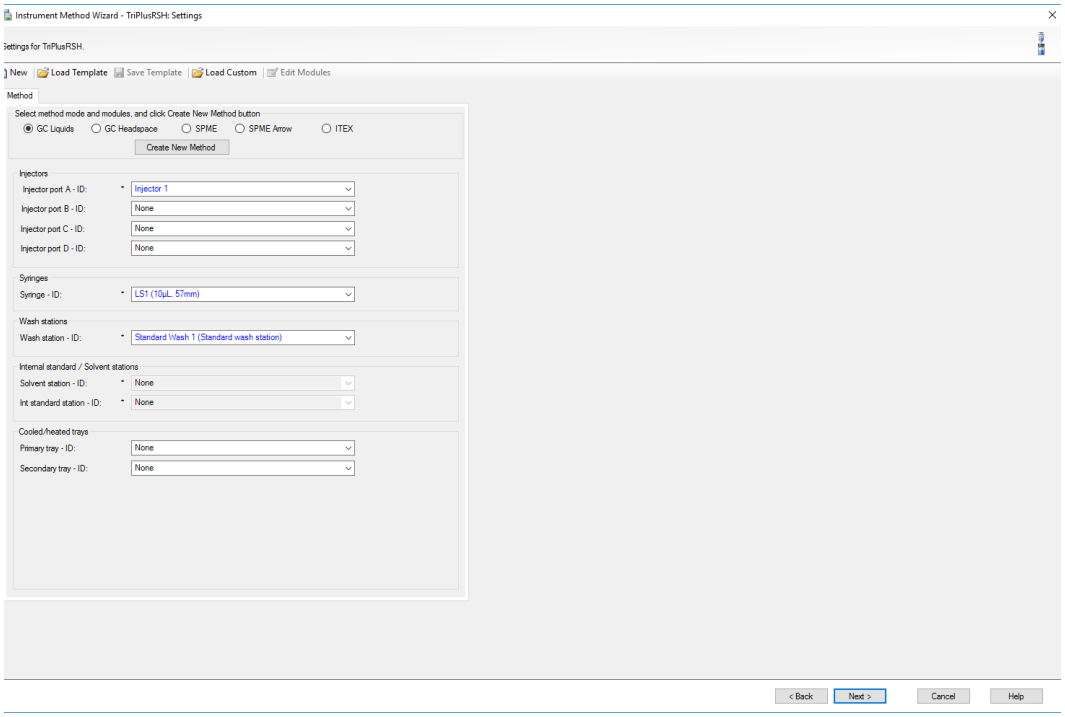
Figura 92. Instrument Method Wizard - System: General Settings (Asistente del método de instrumento - Sistema: Configuración general)



6. Puede definir el periodo de ejecución del ciclo del método en este campo o cargarlo con el resto de la configuración del cromatógrafo de gases más adelante. Haga clic en **Next** (Siguiente).

7. Se abre la ventana **Instrument Method Wizard - TriPlusRSH: Settings** (Asistente del método de instrumento - TriPlusRSH: Configuración). Consulte la Figura 66.

Figura 93. Instrument Method Wizard - TriPlus RSH: Settings (Asistente del método de instrumento - TriPlus RSH: Configuración)



8. Seleccione una de las siguientes opciones: **GC Liquids** (Líquidos del cromatógrafo de gases), **GC Headspace** (Espacio del cabezal del cromatógrafo de gases), **SPME** (Microextracción en fase sólida), **SPME Arrow** (Técnica SPME Arrow) o **ITEX** (Herramienta ITEX).

9. Introduzca la información de ID de las muestras. Debe rellenar los campos marcados con un asterisco (*).

   a. Injectors (Inyectores): introduzca el ID de inyección en el puerto de inyector correspondiente.

   b. Syringes (Jeringas): introduzca la información del ID de la jeringa.

   c. Wash Station (Estación de lavado): introduzca la información de ID de la estación de lavado.

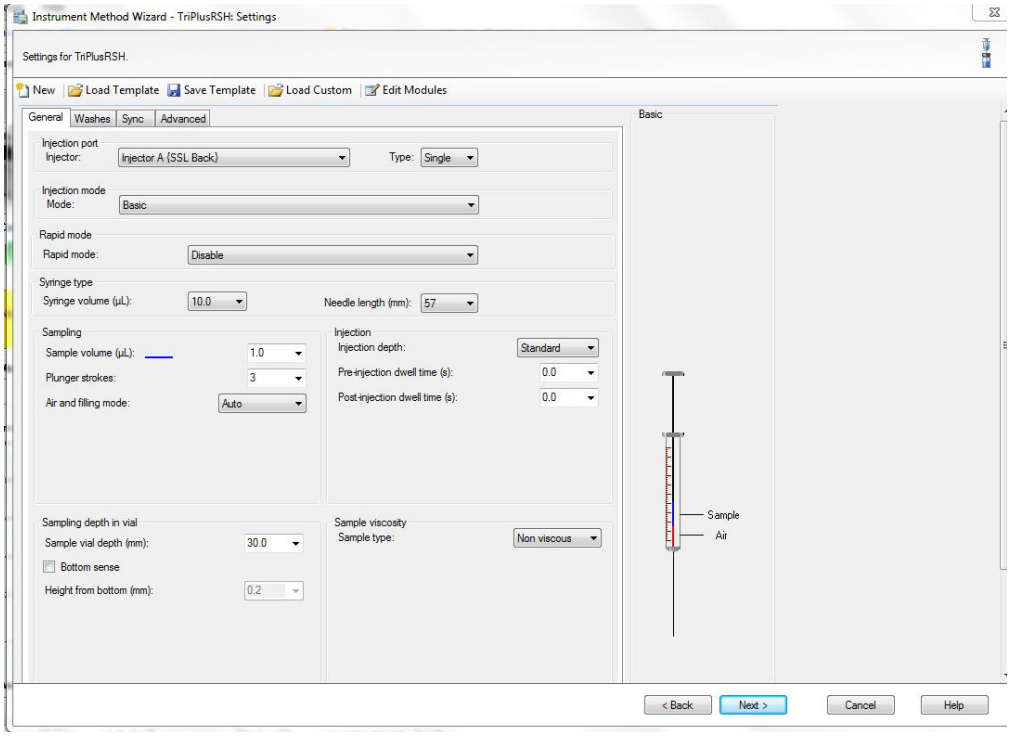
   d. (Opcional) Internal Standard/Solvent Stations (Estaciones de disolvente o estándar internas): introduzca la información de ID de la estación de disolvente o de la estación estándar interna.

e. (Opcional) Cooled/Heated Trays (Bandejas refrigeradas/calefactadas): introduzca la información de ID de la bandeja principal y, si se usan, las bandejas secundarias.

10. Haga clic en **Create New Method** (Crear nuevo método).

11. Siga estas instrucciones para configurar los ajustes generales de método de los líquidos del cromatógrafo de gases. Consulte la Figura 94.

Figura 94. Ajustes generales de líquidos del cromatógrafo de gases en el sistema de muestreo TriPlus RSH



a. Injector Type (Tipo de inyector): seleccione Single (Único) o Double (Doble) para cada inyector.

b. Injection Mode (Modo de inyección): escoja entre Basic (Básico), Enrichment (Enriquecimiento), Enrichment Needle Solvent Option (Opción de disolvente de aguja de enriquecimiento), Internal Standard Double (Interno estándar doble), Internal Standard Post (Interno estándar posterior), Needle Solvent Wash (Lavado de disolvente de aguja), Solvent Flush Double (Limpieza de disolvente doble) o Solvent Flush Post (Limpieza de disolvente posterior).

c. Rapid Mode (Modo rápido): escoja entre Disable (Desactivar), After Sample Rinse (Tras el enjuague de la muestra), After Bubble Elimination (Tras la eliminación de burbujas) o After Sample Asp. in Home (Tras la aspiración de la muestra en el inicio).

d. Syringe Type (Tipo de jeringa): introduzca el volumen de la jeringa en µl. Introduzca la longitud de la aguja de la jeringa en mm.

e. Sample Volume (Volumen de la muestra): introduzca el volumen de la muestra que se inyectará en el cromatógrafo de gases. Los valores típicos están entre 0,5 y 5 µl.

f. Plunger Strokes (Carreras del émbolo): seleccione el número de carreras del émbolo que se aplicarán al succionar la muestra. Las burbujas de aire de la jeringa modifican la cantidad de muestra inyectada, lo que puede provocar variaciones de la señal en cada ciclo. Para evitar que esto ocurra, aumente el número de carreras del émbolo para reducir las probabilidades de que se formen bolsas de aire en la jeringa. Los valores típicos están entre 3 y 10.

g. Air and Filling Mode (Aire y modo de llenado): escoja Auto (Automático) para utilizar el modo predeterminado o Custom (Personalizado) para modificar los parámetros.

h. Sample Viscosity (Viscosidad de la muestra): seleccione Viscous (Viscoso) si la muestra es viscosa o Non viscous (No viscoso) si la muestra no es viscosa. Con una muestra viscosa, la jeringa se rellena más despacio que con una muestra no viscosa. Dado que la cantidad de tiempo que se ahorra es muy pequeña, es posible que resulte más sencillo definir este ajuste en Viscous (Viscoso).

i. Sampling Depth in Vial (Profundidad de la muestra en el vial): active la casilla de verificación Bottom Sense (Sensor de base) e introduzca la altura de la base del vial (en mm) a la que se colocará la punta de la aguja de la jeringa en el vial de la muestra cuando se rellene.

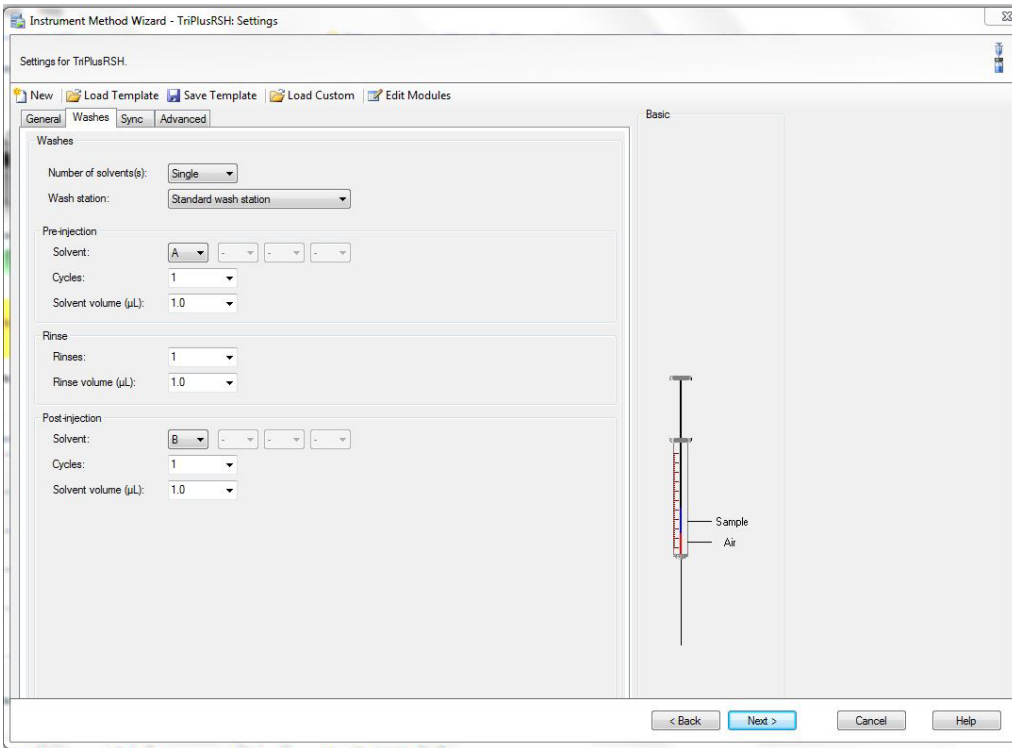
j. Injection Depth (Profundidad de la inyección): seleccione Standard (Estándar) o Minimum (Mínimo) para indicar cómo se introduce la muestra en el cromatógrafo de gases. Si selecciona Standard (Estándar), el muestreador automático inserta la aguja hasta el fondo en el puerto de inyección. Si selecciona Minimum (Mínimo), el muestreador automático apenas se introduce en el puerto de inyección.

k. Pre-inj Dwell Time (s) (Tiempo de permanencia previa a la inyección [s]): utilice este campo para introducir el tiempo (en segundos) que la aguja se mantendrá en el puerto de inyección antes de que el émbolo inyecte la muestra.

l. Post-inj Dwell Time (s) (Tiempo de permanencia posterior a la inyección [s]): utilice este campo para introducir el tiempo (en segundos) que la aguja se mantendrá en el puerto de inyección después de que el émbolo inyecte la muestra.

12. Configure los ajustes de la pestaña **Washes** (Lavados) (consulte la Figura 95):

Figura 95. Ajustes de lavado de líquidos del cromatógrafo de gases



a. Number of Solvents (Número de disolventes): seleccione Single (Único) o Multiple (Varios) según el número de disolventes que utilizará para el método. Puede escoger hasta cuatro disolventes: A, B, C o D.

b. Wash Station (Estación de lavado): escoja entre Standard Wash Station (Estación de lavado estándar) o Large Wash Station (Estación de lavado amplia). Consulte la documentación del muestreador automático para obtener más información sobre las estaciones de lavado.

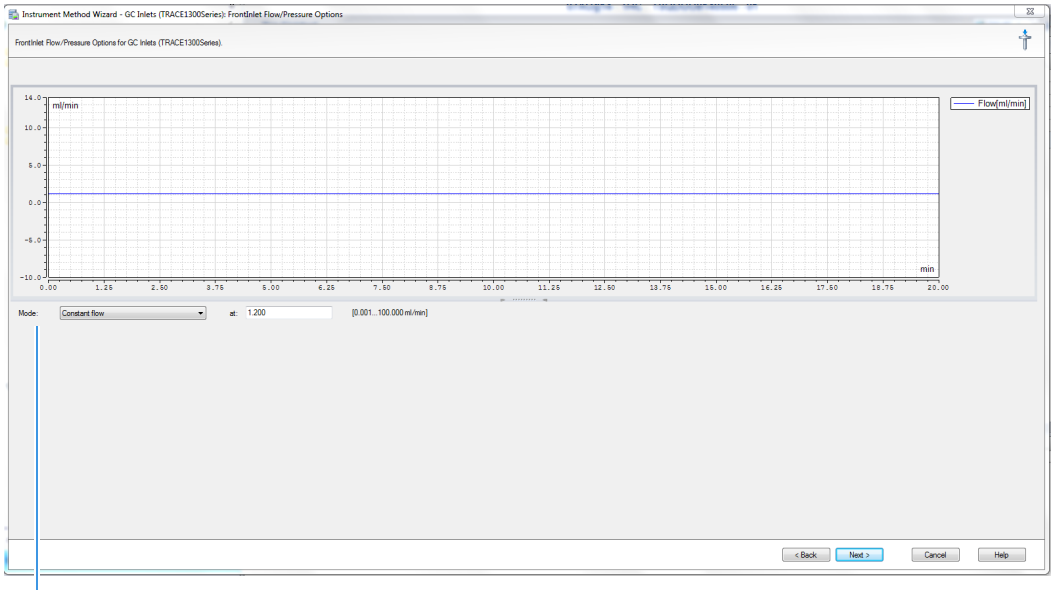
c. Pre-injection (Preinyección): utilice los campos Solvent (Disolvente) y Cycles (Ciclos) para definir el número de purgas de disolvente que ocurrirán antes de que el muestreador automático entre en contacto con la muestra. Incluya siempre un enjuague de la muestra, ya sea antes o después de cada inyección, para asegurarse de que no se produce ningún tipo de contaminación cruzada entre una inyección y la siguiente. Configure los ajustes de manera que la jeringa se purgue con el mismo disolvente que se utilizó en la ubicación A, B, C o D, o con los disolventes A y B, o C y D. Normalmente, no hay ningún ciclo o hay 1 ciclo de purgas preinyección.

d. Rinse (Enjuague): utilice la lista Rinses (Enjuagues) para seleccionar el número de veces que se enjuaga la jeringa con la muestra antes de cada inyección. Gracias a los enjuagues, se garantiza que la muestra que se inyecta no está diluida con los disolventes de enjuague residuales. Al purgar la jeringa con la muestra antes de la inyección, la dilución es mínima. El ajuste estándar es entre 1 y 3 enjuagues. Sin embargo, si tiene una cantidad de muestra muy limitada, es posible que prefiera definir este campo en 0 para conservar la muestra.

e. Post-injection (Posinyección): utilice los campos Solvent (Disolvente) y Cycles (Ciclos) para definir el número de purgas de disolvente que ocurrirán después de que el muestreador automático entre en contacto con la muestra. Debe incluir siempre un enjuague de la muestra, ya sea antes o después de cada inyección, para asegurarse de que no se produce ningún tipo de contaminación cruzada entre una inyección y la siguiente. Puede configurar la jeringa para que se purgue con el mismo disolvente que se utilizó en la ubicación A, B, C o D, o con los disolventes A y B, o C y D. Normalmente, hay entre 1 y 5 ciclos de purgas posinyección.

13. Haga clic en **Next** (Siguiente). Se abre la ventana **Instrument Method Wizard - GC Inlets (TRACE 13007610): FrontInlet Flow/Pressure Options** (Asistente del método del instrumento - Puertos de entrada del cromatógrafo de gases [TRACE 13007610]: Opciones de caudal/presión de entrada frontal). Consulte la Figura 96.

Figura 96. Instrument Method Wizard - Front Inlet Flow/Pressure Options (Asistente del método del instrumento: Opciones de caudal/presión del puerto de entrada frontal)

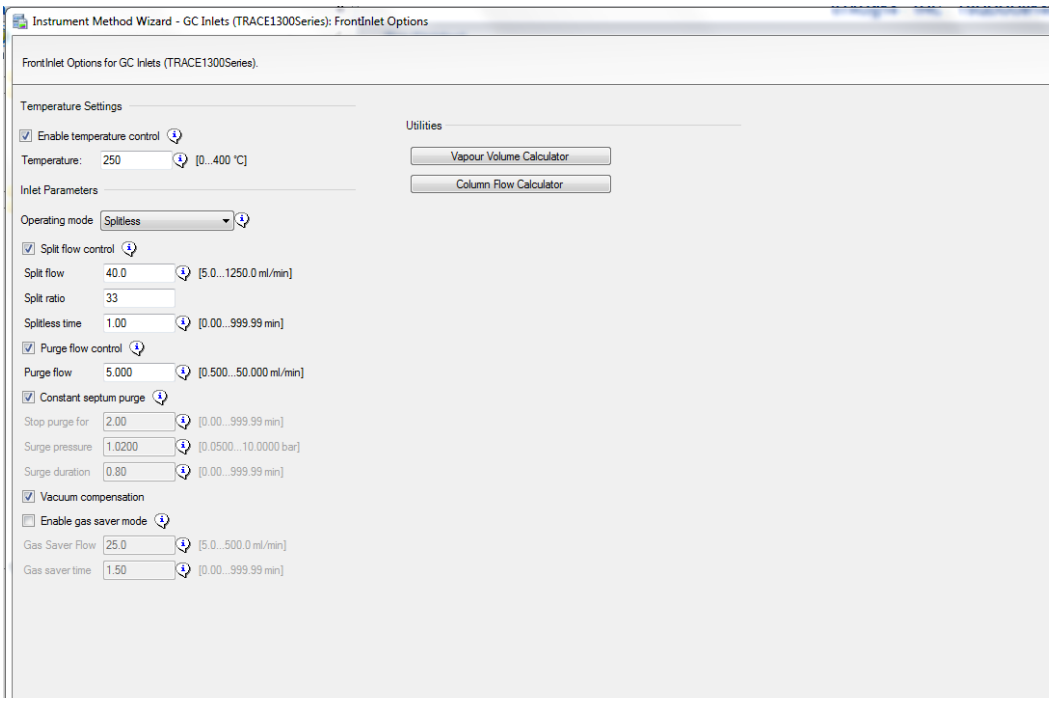


Modo de gas portador

14. Defina el **modo** en **Constant Flow** (Caudal constante), **Constant Pressure** (Presión constante), **Programmed Flow** (Caudal programado) o **Programmed Pressure** (Presión programada). El caudal de gas y la temperatura del horno funcionan de manera conjunta para determinar si los analitos se separan correctamente y cuánto tardará el análisis. Si aplica una presión constante, como la columna se calienta en el horno, el caudal bajará, ya que la viscosidad del gas portador aumentará. Si utiliza un caudal constante, la presión del gas portador aumentará a medida que la temperatura de la columna sube para mantener el caudal constante. El caudal constante es más común. El valor típico del caudal es de 1-3 ml/min. La presión depende de la longitud y las dimensiones internas de la columna, por lo que no existe un valor típico. Dado que el puerto de salida de la columna está en el instrumento de MS, que está sometido a vacío, deberá asegurarse de que la compensación de vacío está activada para garantizar que los caudales sean precisos.

15. Haga clic en **Next** (Siguiente). Se abre la ventana **Instrument Method Wizard - GC Inlets (TRACE 13007610): FrontInlet Options** (Asistente del método del instrumento - Puertos de entrada del cromatógrafo de gases [TRACE 13007610]: Opciones de puerto de entrada frontal). Consulte la Figura 97.

Figura 97. Instrument Method Wizard – GC Inlets (TRACE13007610): Front Inlet Options (Asistente del método del instrumento - Puertos de entrada del cromatógrafo de gases [TRACE 13007610]: Opciones de puerto de entrada frontal).



16. Si tiene un inyector de entrada con o sin división (S/SL), haga clic en la pestaña **S/SL-Front** (S/SL frontal) o **S/SL-Back** (S/SL posterior) para configurar los ajustes del puerto del inyector. En el área del puerto de entrada, haga lo siguiente:

    a. Active la casilla de verificación **Enable temperature control** (Habilitar control de temperatura) y defina una temperatura lo suficientemente elevada como para volatilizar todos los analitos de la muestra. El material deberá inyectarse en el puerto para que se vaporice y llegue hasta la columna del cromatógrafo de gases rápidamente. Las temperaturas más elevadas pueden generar la descomposición térmica de algunos analitos, por lo que debe optimizarse la temperatura del inyector para el análisis. La temperatura de SSL puede configurarse en un valor de hasta 400 °C (752 °F). El valor típico es 250 °C (482 °F).

b. Active la casilla de verificación **Split flow control** (Control de caudal del divisor) para diluir las altas concentraciones de la muestra. El caudal del divisor es la cantidad de gas que pasa por el inyector hasta el puerto de ventilación. Los valores más elevados proporcionan una mayor dilución. El caudal del divisor reduce la cantidad de contaminación que se acumula en el sistema. El caudal del divisor es el cociente entre el caudal del divisor y el caudal del gas portador. Es la relación de dilución de la muestra. Este ajuste suele mantenerse activado y definirse a un caudal de 50 ml/min. Sin embargo, se utiliza más cantidad de gas portador, por lo que, para sus análisis, es posible que prefiera escoger un caudal del divisor inferior. Si define el cociente del divisor, el software calculará el caudal del divisor correcto. Esta premisa también se cumple a la inversa.

c. Para obtener resultados óptimos, habilite la purga del septo activando la casilla de verificación **Constant Septum Purge** (Purga constante del septo), lo que implica que se hará pasar más gas portador a través del inyector. El valor del caudal de purga predeterminado es de 5 ml/min. Esto reduce la acumulación de contaminantes en el inyector, en la columna y en el instrumento de MS. Si lleva a cabo una inyección sin divisor, incluso si se define un caudal del divisor, el caudal se desactivará para el periodo sin divisor. La purga de septo se desactiva para el periodo de detención de la purga. Transcurridos estos periodos, se reactivan el caudal del divisor y la purga del septo.

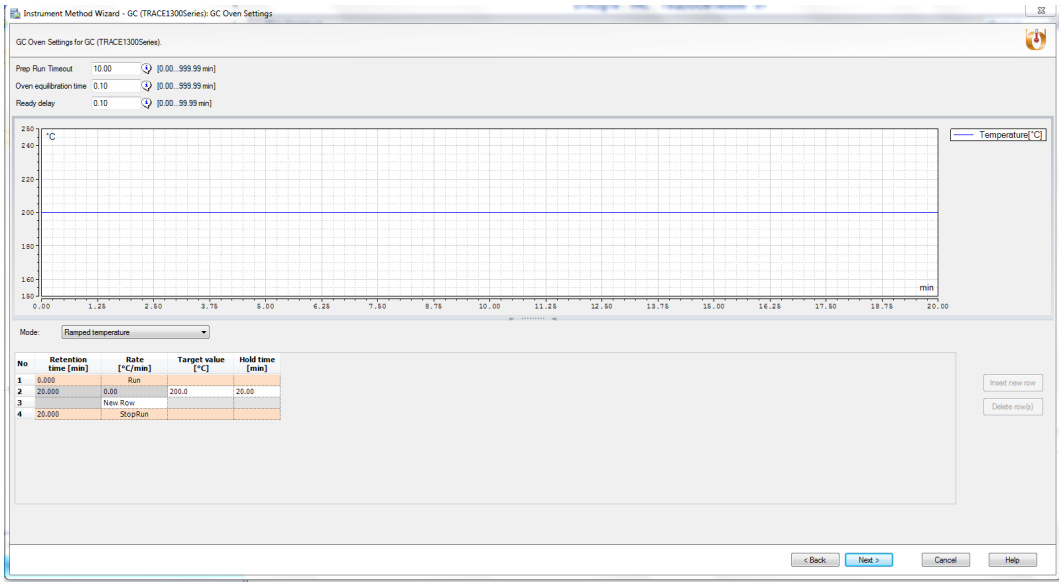
d. Si su análisis requiere un caudal más elevado para hacer pasar rápidamente los analitos hasta la columna, lo que podría resultar necesario en el caso de inyectores de alta temperatura y compuestos termolábiles, utilice la presión de sobretensión para aumentar el caudal de la columna en el periodo que dura la sobretensión.

e. Dado que el puerto de salida de la columna está en el instrumento TSQ 9000, que está sometido a vacío, deberá asegurarse de que la casilla de verificación **Vacuum Compensation** (Compensación de vacío) está activada para garantizar que los caudales sean precisos.

f. Si desea reducir la cantidad de gas portador utilizado, active la casilla de verificación **Enable Gas Saver Mode** (Habilitar modo ahorro de gas). Cuando se activa esta opción, el caudal del divisor se reduce al caudal de ahorro de gas una vez transcurrido el tiempo de ahorro de gas. No se recomienda usar un caudal inferior a 20 ml/min porque es posible que se acumulen contaminantes en el inyector, en la columna y en el instrumento TSQ 9000 y esto podría afectar el rendimiento del sistema.

17. Haga clic en **Next** (Siguiente). Se abre la ventana **Instrument Method Wizard - GC Inlets (TRACE 13007610): GC Oven Settings** (Asistente del método de instrumento - Puertos de entrada del cromatógrafo de gases [TRACE 13007610]: Configuración del horno del cromatógrafo de gases). Consulte la Figura 98.

Figura 98. Instrument Method Wizard - GC Inlets: GC Oven Settings (Asistente del método del instrumento - Puertos de entrada del cromatógrafo de gases: Configuración del horno del cromatógrafo de gases)



18. Defina las temperaturas del horno en esta ventana. Siempre hay como mínimo una temperatura y un tiempo definidos en todos los programas de temperatura del cromatógrafo de gases. En la fila inicial, introduzca la temperatura inicial, que debe estar 4 °C (7 °F) por encima de la temperatura ambiente, pero quedar por debajo de la temperatura máxima de funcionamiento de la columna del cromatógrafo de gases. Si define la temperatura inicial en un valor que está por debajo de este límite, el cromatógrafo de gases no alcanzará esta temperatura. Si define la temperatura por encima de este límite, se dañará la columna del cromatógrafo de gases. Puede definir el tiempo de espera inicial en un valor que sea entre 0 y 999,99 minutos. La temperatura inicial típica es de 10 °C (18 °F) como mínimo por encima del punto de ebullición del disolvente de muestra y el tiempo inicial suele durar lo suficiente para que el disolvente se mueva por la columna.

19. Seleccione un máximo de 32 rampas de temperatura, cada una con su velocidad de rampa, temperatura final y tiempo de espera. Cada rampa de temperatura comienza a la temperatura de la rampa anterior, una vez que haya transcurrido el tiempo de espera. Un programa típico tiene una o dos rampas. El perfil de temperatura del cromatógrafo de gases es el método principal para separar los analitos entre sí, el disolvente y la matriz. El perfil de temperatura debe estar optimizado según las necesidades de su análisis.

20. Seleccione el tiempo de espera de la preparación para el inicio del ciclo. El tiempo de espera de preparación para el inicio del ciclo es la cantidad máxima de tiempo que el cromatógrafo de gases esperará antes de dejar de intentar aplicar una inyección. Como ejemplo, con un valor predeterminado de 10 minutos, si el cromatógrafo de gases está listo para recibir una inyección, pero no la recibe transcurrido dicho periodo de tiempo, dejará de esperar. Esto suele ocurrir en caso de que haya algún error.

21. Defina el tiempo de equilibrado del horno. El tiempo de equilibrado es el periodo que transcurre desde el momento en que el cromatógrafo de gases alcanza la temperatura definida hasta que informa de que está listo. El tiempo de equilibrado suele estar definido en 0,5 minutos.



PRECAUCIÓN DAÑOS EN EL INSTRUMENTO. Asegúrese de no sobrecalentar la columna del cromatógrafo de gases; de lo contrario, podría contaminar el instrumento.

22. (Opcional) Habilite la opción criogénica para enfriar el horno. Si se selecciona esta opción, la temperatura mínima permitida en una rampa de temperatura bajará de 0 °C a –99 °C (de 32 °F a –146 °F). El cromatógrafo de gases también ofrece la opción de llevar a cabo la limpieza de la columna posterior al ciclo. Esta opción no suele utilizarse porque el material que se purga de la columna en este paso pasaría al sistema TSQ 9000 y esto puede producir una contaminación. Si desea usar esta función, defina la temperatura del horno del cromatógrafo de gases y la cantidad de tiempo que deberá permanecer a dicha temperatura una vez que se complete el ciclo analítico. También puede definir la cantidad de presión necesaria para hacer pasar el gas portador por la columna. Consulte la *Guía de usuario del cromatógrafo de gases TRACE 1600/1610* para obtener más información.

23. Si dispone de un vaporizador de temperatura programable (Programmable Temperature Vaporizer, PTV), haga clic en la pestaña **PTV-Front** (PTV-Frontal) o **PTV-Back** (PTV-Posterior) para configurarlo. El PTV es un inyector de masa térmica baja que permite al instrumento calentar o enfriar rápidamente el puerto de entrada. Puede usar la página de PTV para programar la temperatura del inyector. Consulte la documentación sobre el cromatógrafo de gases para obtener detalles sobre el sistema de inyección con vaporización de temperatura programable (Programmable Temperature Vaporizer, PTV) o sobre otro tipo de inyectores.

Nota La interfaz de usuario muestra la configuración actual del cromatógrafo de gases. Si añade, elimina o modifica los puertos de entrada o los detectores, deberá volver a crear el método del instrumento según la nueva configuración del cromatógrafo de gases.

24. Para añadir un puerto de entrada o un detector a la interfaz de usuario del editor de métodos, haga lo siguiente:

    a. Conecte el puerto de entrada o el detector al cromatógrafo de gases. Consulte la documentación del cromatógrafo de gases para ver las instrucciones.

    b. Añada el puerto de entrada o el detector a la configuración actual del instrumento. Consulte el Capítulo 1, «Comprobación del funcionamiento del sistema de GC/MS». para obtener instrucciones sobre la configuración del cromatógrafo de gases.

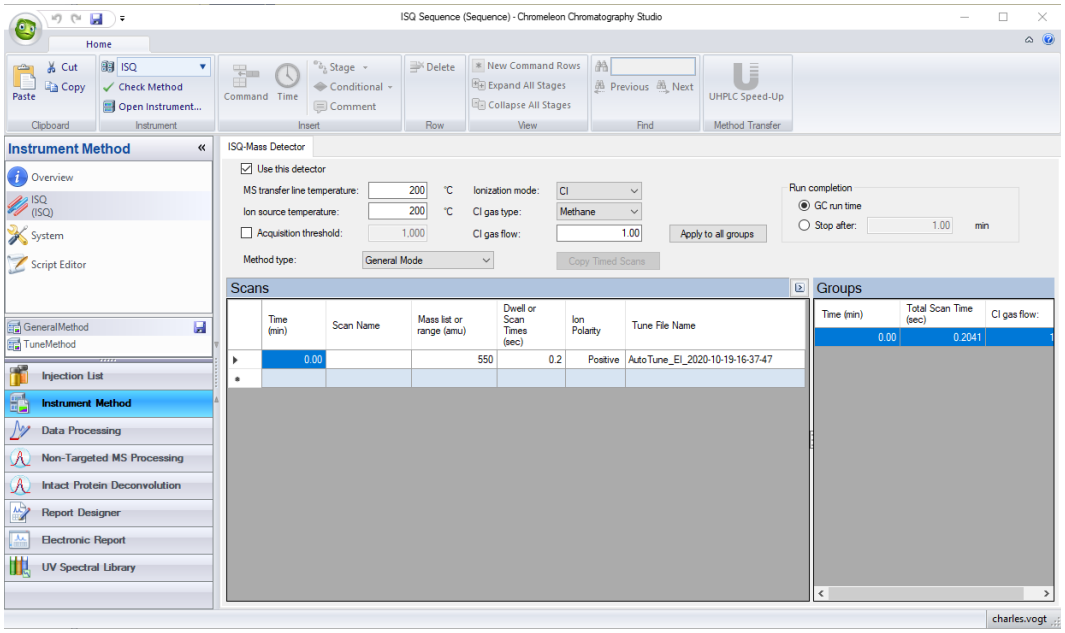
25. Haga clic en **Next** (Siguiente).

26. Para crear un método de adquisición desde el menú desplegable Method Type (Tipo de método), seleccione **Acquisition-General** (Adquisición-General), **Acquisition-Timed** (Adquisición-Temporizada) o **Tune Mode** (Modo de ajuste). Se utiliza un método de adquisición para recoger los datos.

Nota El método Maintenance (Mantenimiento) se utiliza para desgasificar o enfriar el instrumento ISQ 7610 durante una secuencia. Esto puede resultar útil si sabe que quiere llevar a cabo estas tareas y lo quiere hacer de forma automatizada como parte de la adquisición de datos.

27. Utilice el panel **Method Setup** (Configuración del método) para definir el umbral de adquisición y temperaturas en el modo General Acquisition (Adquisición general). Consulte la Figura 99.

Figura 99. Creación de un método de adquisición general para el espectrómetro de masas ISQ 7610



28. Defina un valor para el campo **MS Transfer Line Temperature** (Temperatura de la línea de transferencia del espectrómetro de masas). Este campo representa la temperatura de la línea de transferencia, que es el tubo que contiene la columna cuando sale del horno del cromatógrafo de gases y entra en el espectrómetro de masas ISQ 7610. La temperatura máxima permitida es de 400 °C. Sin embargo, si establece la temperatura de la línea de transferencia por encima del máximo permitido para la columna, esta se dañará y el instrumento ISQ 7610 se contaminará.

Nota La temperatura máxima de la línea de transferencia o la velocidad a la que se alcanzan las temperaturas más altas de la línea de transferencia puede depender de la temperatura de la fuente de iones y la temperatura del horno del cromatógrafo de gases.

29. Defina la **temperatura de la fuente de iones**. Puede introducir un valor entre 0 y 350 °C. La temperatura óptima dependerá del analito. Las temperaturas más elevadas mantienen la fuente de iones más limpia, pero pueden generar una mayor fragmentación, lo que podría reducir la sensibilidad. En el caso de la mayoría de los compuestos, la temperatura adecuada es de unos 275 °C (valor predeterminado).

Nota Para obtener resultados óptimos, ajuste el instrumento a la misma temperatura a la que llevará a cabo los análisis en el método.

30. Active la casilla de verificación **Acquisition Threshold** (Umbral de adquisición) y, en caso necesario, introduzca un valor para la altura mínima de pico del archivo de datos. Si el pico tiene una intensidad por debajo de este umbral, no se almacenará. Este ajuste puede ayudar a reducir el ruido, pero también puede alterar las relaciones isotópicas registradas, ya que las señales isotópicas más bajas podrían reducirse preferentemente.

31. Seleccione **EI** (Ionización por impacto de electrones) del menú desplegable **Ionization Mode** (Modo de ionización).

Nota Seleccione CI solo si ha instalado un volumen de iones de ionización química en el instrumento ISQ 7610 y ha conectado el gas reactivo para la ionización química a su sistema. Si dispone de un método de ionización química, seleccione un tipo de gas para la ionización química del menú desplegable y defina el caudal. (Habrá un retardo de 2 minutos cuando modifique los puertos para el tipo de gas de CI). Los valores típicos de la ionización química con metano en el caso de ionización química negativa (NCI) están entre 1,0 y 1,5 ml/min. Si se usa el metano para la ionización química positiva (PCI), los valores típicos de los caudales de gas suelen estar entre 1,5 y 2,0 ml/min.

32. En el grupo **Run Completion** (Finalización del ciclo), seleccione la acción que desea que ocurra al finalizar el ciclo:

    a. **GC Run Time** (Duración del ciclo del cromatógrafo de gases): seleccione esta opción si desea que el ciclo del sistema ISQ 7610 finalice cuando termine el del cromatógrafo de gases. Es la configuración más habitual.

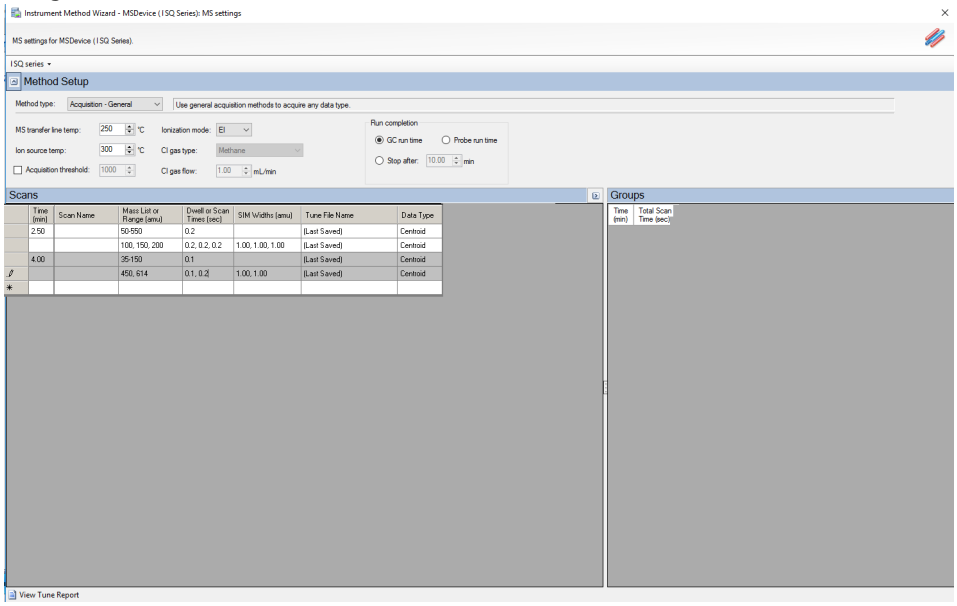
    b. **Probe Run Time** (Duración del ciclo de la sonda): seleccione esta opción si tiene un controlador de sonda instalado y desea que el ciclo del sistema ISQ finalice una vez que termine el ciclo de la sonda.

    c. **Stop After** (Detener después de): seleccione esta opción para definir el número de minutos que durará el ciclo del sistema ISQ 7610. El final del ciclo puede ser entre 0 y 1000 minutos. Esta opción le permite detener la adquisición cuando todos los compuestos de interés se hayan eluido, pero el cromatógrafo de gases sigue a una temperatura elevada para mantener la columna limpia. Le recomendamos que seleccione esta opción, ya que ahorra tiempo de quemadura en el filamento.

    Nota En el modo de adquisición temporizada, el ciclo se detiene cuando el sistema ISQ 7610 ha completado la adquisición de la muestra final en el método. Estos ajustes no aplican en este caso.

33. En el panel **Scans** (Barridos), haga clic en una fila de barrido para introducir la información de barrido.

Figura 100. Introducción de la información de barrido



Nota Si alguna de las siguientes columnas que se mencionan a continuación no se muestra en el panel **Scans** (Barridos), puede hacer clic con el botón derecho del ratón sobre un encabezado para mostrarlas. También puede reorganizar las columnas haciendo clic en el encabezado de cada una de ellas y arrastrando hacia la izquierda o hacia la derecha.

a. La columna **Time (min)** (Tiempo [minutos]) se utiliza para definir el momento en el que el sistema ISQ 7610 comenzará a adquirir datos una vez que se pone en marcha el cromatógrafo de gases. Lo habitual es configurar el tiempo de demora necesario para que el disolvente penetre en la columna antes de que comience una adquisición.

   Como ejemplo, en este método, el barrido del rango de masa de entre 50 y 550 Da se llevará a cabo en 0,2 segundos. El análisis de tres masas de SIM distintas, de 100, 150 y 200 Da respectivamente, comenzará en el mismo momento; cada masa se analizará durante 0,2 segundos. El barrido completo y los barridos de SIM simultáneos comenzarán 2,5 minutos tras el inicio del ciclo del cromatógrafo de gases. El usuario recibirá un conjunto completo de barridos cada 0,816 segundos.

   Transcurridos 4 minutos del ciclo del cromatógrafo de gases, el barrido habrá cambiado por completo. El rango de barrido completo será de entre 35 y 150 Da y el barrido se llevará a cabo cada 0,1 segundos. Las dos masas de SIM serán de 450 y 614 Da; el barrido de estas se llevará a cabo cada 0,1 y 0,2 segundos, respectivamente. Estos barridos se repetirán cada 0,312 segundos hasta que el ciclo del cromatógrafo de gases se haya completado.

   Todos estos barridos utilizan el último archivo de ajuste que se haya guardado en el instrumento.

b. La columna **Mass List or Range (amu)** (Rango o lista de masas [Da]) indicará al sistema ISQ 7610 qué masas debe analizar durante el barrido. En el modo de barrido completo, introduzca la masa inicial y la masa final separadas por un guion. En modo de SIM, introduzca uno o varios valores de masa en este campo (si son varios, deben ir separados por una coma). Debe introducir cada rango de barrido completo en una línea nueva.

Nota Cada una de las líneas de cada barrido debe contener únicamente un rango de barrido completo o masas de SIM individuales. No mezcle varios tipos de barrido en una misma línea.

c. En el modo de SIM, la columna **Dwell or Scan Times (sec)** (Tiempos de permanencia o barrido [segundos]) define la cantidad de tiempo (en segundos) en que el instrumento ISQ 7610 analiza la masa de iones de SIM. Si está activado el modo de barrido completo, la columna **Dwell or Scan Times (sec)** (Tiempos de permanencia o barrido [segundos]) determina el tiempo de duración de cada barrido. Este valor deberá definirse para llevar a cabo entre 5 y 20 barridos a lo largo del pico del cromatógrafo de gases. Si el número de barridos es insuficiente, el área del pico del cromatógrafo de gases será demasiado impreciso. Si hay demasiados barridos, la señal del instrumento ISQ 7610 perderá precisión. El valor predeterminado es 0,2 s.

d. La columna **Tune File Name** (Nombre de archivo de ajuste) selecciona el archivo de ajuste que se usará en este barrido. Este debe ser el archivo de ajuste automático que haya creado según el apartado Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610. También puede usar un archivo de ajuste especial para cada barrido.

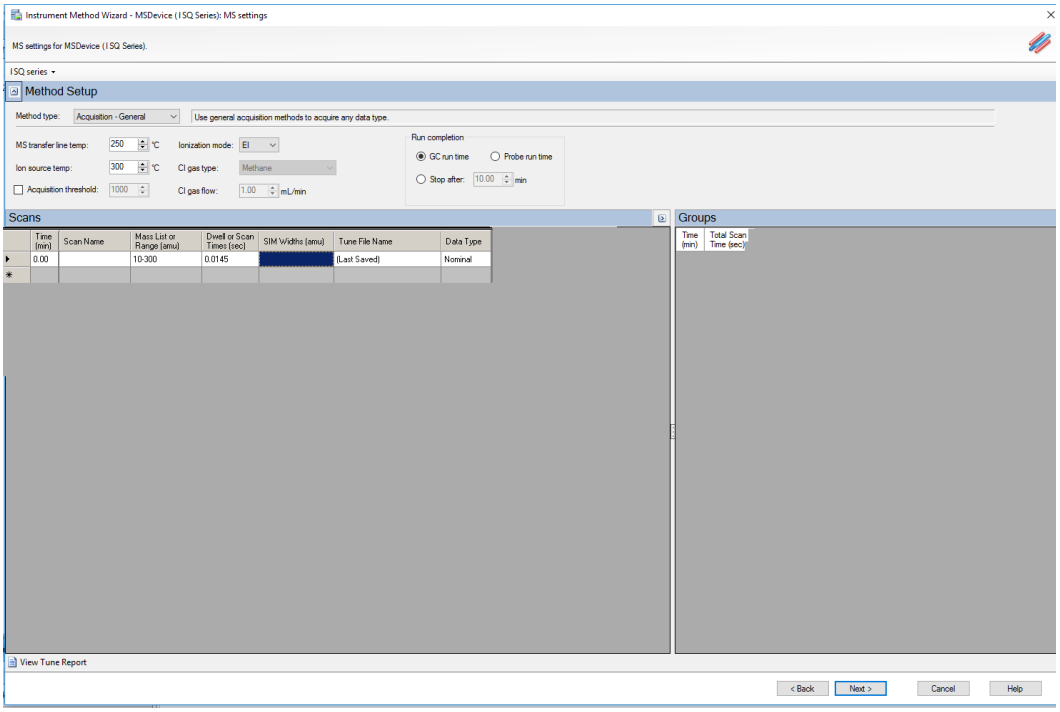
e. La columna **Scan Name** (Nombre de barrido) contiene una descripción del barrido. El nombre puede usarse como etiqueta para indicar el compuesto que se utiliza con el barrido.

f. La columna **SIM Widths** (Anchos de SIM) define el rango de anchura de la ventana SIM. El rango de valores puede estar entre 0,01 y 10. El valor predeterminado es de 1 Da, lo que significa que el instrumento recogerá todos los iones de la masa de SIM con un valor de ±0,5 Da. Cuanto más estrecho sea el ancho de SIM, más específico será el resultado.

g. La columna **Ion Polarity** (Polaridad de iones) se utiliza exclusivamente si está usando el modo CI (ionización química), que es el único modo que permite generar iones positivos y negativos. En el modo EI, el valor de esta columna configurarse siempre como **Positive** (Positiva).

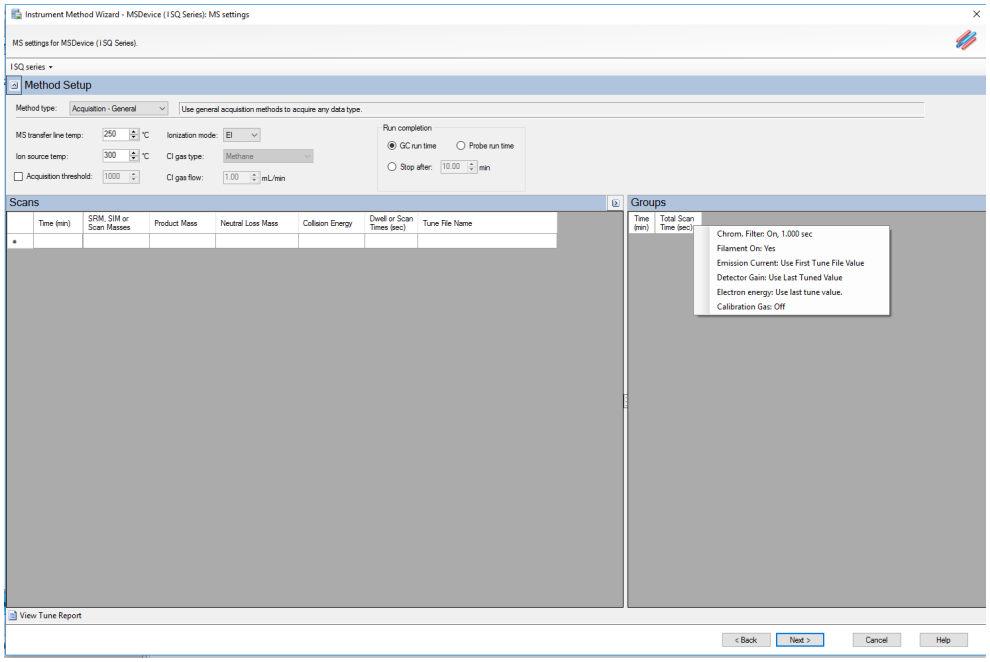
h. La columna **Data Type** (Tipo de datos) determina si desea recoger espectros de masa de **perfil**, **centroides** o **nominales**. Los espectros de masas centroides son los más habituales, ya que son los que utilizan la mayoría de las bibliotecas y los que generan archivos de datos más pequeños. Los espectros de masas de perfil proporcionan picos espectrales de masa más detallados y esto genera un gran archivo de datos que contiene detalles que un espectro centroide no contiene. Cuando desee llevar a cabo un barrido rápido (hasta 20.000 Da/s), seleccione **Nominal** de la lista desplegable en **Data Type** (Tipo de datos).

Figura 101. Selección de los espectros de masas nominales



34. En el panel **Groups** (Grupos), revise la información de cada fila. A medida que crea barridos en el panel **Scans** (Barridos), se muestra automáticamente la información en el panel Groups (Grupos).

Nota Si alguna de las columnas que se mencionan a continuación no se muestra en el panel **Groups** (Grupos), puede hacer clic con el botón derecho del ratón para mostrarla. También puede reorganizar las columnas haciendo clic en el encabezado de cada una de ellas y arrastrando hacia la izquierda o hacia la derecha.



a. La columna **Time** (Hora) muestra el momento en el que el espectrómetro de masas ISQ 7610 comenzará a adquirir este grupo concreto de barridos una vez que se ponga en marcha el cromatógrafo de gases.

b. La columna **Total Scan Time** (Tiempo total de barrido) indica la suma de todos los barridos en cada segmento. El tiempo total de barrido también incluye el tiempo de estabilización que ocurre entre barridos. En este método, que comienza transcurridos 2,5 minutos del ciclo del cromatógrafo de gases, se genera un conjunto de barridos completo cada 0,816 segundos. Transcurridos 4 minutos del inicio del ciclo del cromatógrafo de gases, el barrido habrá cambiado por completo. A partir de ese momento, los barridos se repetirán cada 0,412 segundos hasta que se complete el ciclo del cromatógrafo de gases.

c. La columna **Chrom Filter On** (Filtro cromatográfico activado) activa el filtro cromatográfico. Este filtro optimiza los datos espectrales a medida que se adquieren y posiblemente puede aumentar la relación señal-ruido, multiplicándola por 2 o más. El filtro cromatográfico resulta especialmente útil cuando se adquieren al menos cuatro barridos completos a lo largo de un pico del cromatógrafo de gases. Normalmente, este ajuste suele dejarse activado.

d. Utilice la columna **Chrom Filter Peak Width** (Ancho del pico del filtro cromatográfico) para definir el ancho del pico de manera que coincida con el ancho del pico del cromatógrafo de gases (en segundos). Si el ancho del pico que se define es demasiado amplio, es posible que se reduzca la intensidad de la luz. El valor predeterminado es 1 s.

e. La columna **Filament On** (Filamento activado) activa y desactiva el filamento en el segmento seleccionado. Al desactivar el filamento, se prolonga su vida útil y la fuente de iones se mantiene limpia más tiempo. Sin embargo, no se recogerá ningún dato. Utilice esta columna si se han eluido algunos de sus analitos antes del pico de disolvente. Para conservar el filamento, puede crear un segmento que lo desactive durante el pico de disolvente.

f. Utilice la columna **Emission Current** (Corriente de emisión) para definir la corriente de emisión que se utilizará durante la adquisición. Para obtener una estabilidad y un rendimiento analítico óptimos, utilice la corriente de emisión a la que se ha ajustado el sistema. Sin embargo, si desea utilizar una corriente de emisión distinta, desactive la casilla de verificación **Use Tune File Emission Current** (Usar corriente de emisión de archivo de ajuste) e introduzca el valor deseado en la columna **Emission Current (µA)** (Corriente de emisión [µA]). Una corriente de emisión alta hará que aumente la producción de iones, pero la interacción de demasiados iones en la fuente puede provocar la degradación de la resolución y la señal.

g. La columna **Last Tuned Detector Gain** (Usar última ganancia de detector ajustada) indica que desea usar la ganancia de detector definida en el archivo de AutoTune del sistema ISQ 7610 o definirla y realizar su barrido con el ajuste manual. Si no necesita utilizar la ganancia definida en el archivo de AutoTune del sistema ISQ 7610, puede definir la ganancia manualmente. Las ganancias más altas generan señales más amplias, pero pueden acortar la vida útil del detector cuando se detectan muestras concentradas.

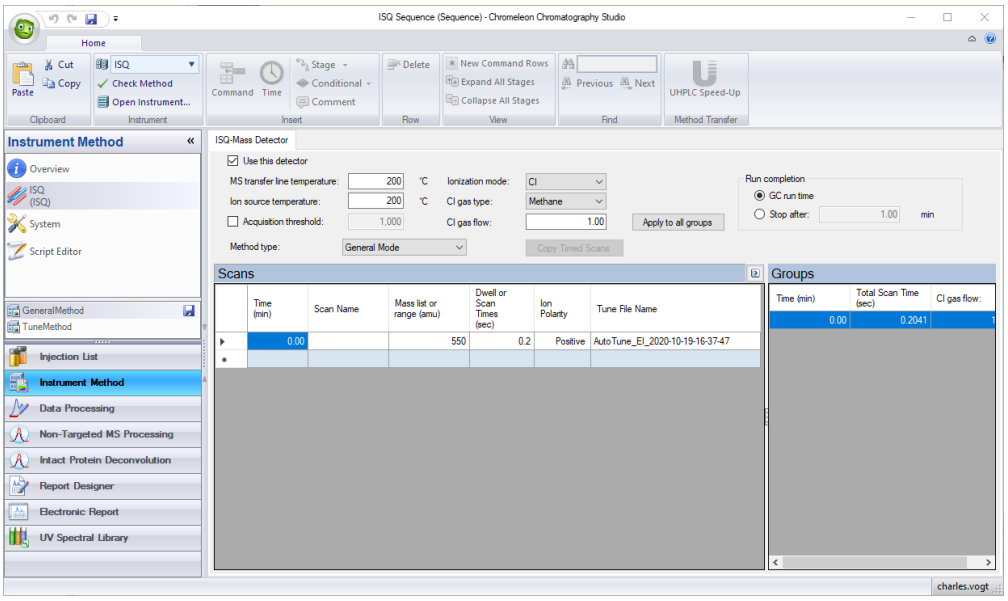
h. Utilice la columna **CI Gas Flow** (Caudal de gas de CI) para definir la velocidad del caudal del gas reactivo. Recuerde definir el caudal de gas de CI en la columna Groups (Grupos), así como en la parte superior del editor de métodos. El valor único de la parte superior del método se enviará al inicializar el espectrómetro de masas con el método.

i. Utilice la columna **CI Gas Type** (Tipo de gas de CI) para definir el tipo de gas que se conecta a uno o a ambos puertos de gas de CI (A o B). Asegúrese de que el gas que haya asignado a un puerto esté efectivamente conectado al puerto, ya que cada gas de CI tiene una calibración específica de caudal y viscosidad del gas.

j. La columna **Cal Gas** (Gas de calibración) activa el gas de calibración durante un ciclo. Este ajuste puede resultar útil a la hora de confirmar que el sistema está generando iones y almacenando correctamente los datos en el disco. De forma habitual, el ajuste está desactivado, pero puede dejar que penetre un nivel bajo de gas de calibración en la fuente si selecciona la opción EI (Ionización por impacto de electrones). Si tiene un módulo de gas de calibración de doble caudal, puede seleccionar CI para que penetre más gas.

35. (Solo para métodos con el modo **Acquisition-Timed** [Adquisición-Temporizada]) En el panel **Instrument Settings** (Ajustes del instrumento), siga estos pasos:

Figura 102. Ajustes del instrumento para el modo de adquisición temporizada



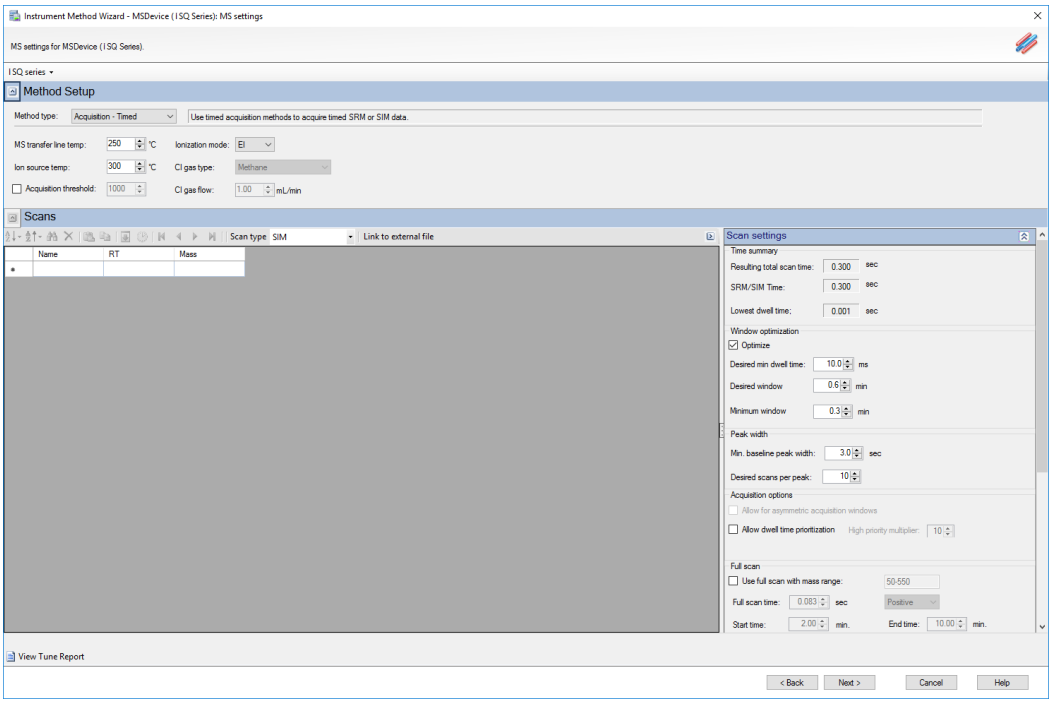
a. Utilice el grupo **Tune File** (Archivo de ajuste) para seleccionar el archivo de ajuste que se usará en este barrido. Si está utilizando la ionización por impacto de electrones (EI), solo estará disponible el menú desplegable **Tune File(+)** (Archivo de ajuste [+]). Si está utilizando la ionización química (CI) negativa, seleccione un archivo de ajuste del menú desplegable **Tune File(-)** (Archivo de ajuste [–]). Seleccione **AutoTune_NCI** para utilizar el archivo de ajuste automático de CI negativa más reciente que haya creado según el Capítulo 3, «Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610». Si está utilizando CI positivas, seleccione un archivo de ajuste del menú desplegable **Tune File(+)** (Archivo de ajuste [+]). Seleccione **AutoTune_PCI** para utilizar el archivo de ajuste automático de CI positiva más reciente que haya creado según el Capítulo 3, «Ajuste del espectrómetro de masas ISQ 7610». De manera predeterminada, el software escogerá el archivo de ajuste de **AutoTune_NCI** o **AutoTune_PCI** que haya creado más recientemente.

b. En el grupo **Detector Gain** (Ganancia de detector), defina la ganancia del detector. Seleccione la opción **Use last tuned detector gain** (Usar última ganancia de detector ajustada) para indicar que desea usar la ganancia de detector definida en el archivo de AutoTune del sistema ISQ 7610. Si no necesita utilizar la ganancia definida en el archivo de AutoTune del sistema ISQ 7610, puede definir la ganancia manualmente. Las ganancias más altas generan señales más amplias, pero pueden acortar la vida útil del detector o saturar el electrómetro con un nivel de señal demasiado elevado cuando se detectan muestras concentradas. Para definir manualmente la ganancia del detector, seleccione la opción **Use Specified Detector Gain** (Usar ganancia del detector especificada) e introduzca el valor deseado en el cuadro de ganancia del detector.

c. Utilice el grupo **Emission Current** (Corriente de emisión) para definir la corriente de emisión que se utilizará durante la adquisición. Para obtener una estabilidad y un rendimiento analítico óptimos, utilice la corriente de emisión a la que se ha ajustado el sistema. Sin embargo, si desea utilizar una corriente de emisión distinta, seleccione la opción **Use Specified Emission Current** (Usar corriente de emisión especificada) e introduzca un valor en el cuadro **Emission Current (µA)** (Corriente de emisión [µA]). Una corriente de emisión alta hará que aumente la producción de iones, pero la interacción de demasiados iones en la fuente puede provocar la degradación de la resolución y la señal. El margen de error es de ±0,5 µA.

36. Según corresponda, utilice las opciones del grupo **Scan Settings** (Ajustes de barrido) para definir más detalladamente la configuración de su método.

Figura 103. Ajustes de barrido para el modo de adquisición temporizada



a. La sección **Time Summary** (Resumen de tiempo) registra el tiempo de barrido total resultante, el tiempo de SIM y el tiempo de permanencia más bajo de su método. Estos valores son solo a título informativo, pero no pueden editarse.

   i. El valor de **Resulting Total Scan Time** (Tiempo de barrido total resultante) corresponde al ancho del pico de la línea de base dividido entre el número de puntos deseados a lo largo del pico. Estos valores deben actualizarse si los criterios de su método no coinciden con los valores predeterminados.

   ii. El valor de **SIM** (SIM) corresponde a la duración total de todos los barridos de SIM para cada compuesto de la lista. Este valor coincidirá con el tiempo de barrido total a menos que el método contenga también un evento de barrido completo.

iii. El valor del campo **Lowest Dwell Time** (Tiempo de permanencia más bajo) es el tiempo de permanencia más bajo alcanzado por los ajustes del método. Cuando se activa la casilla de verificación **Optimize** (Optimizar), si el tiempo de permanencia más bajo es considerablemente inferior al tiempo de permanencia solicitado, significa que se ha alcanzado el intervalo mínimo; por otro lado, si el tiempo de permanencia más bajo es considerablemente más alto que el tiempo de permanencia solicitado, significa que se ha alcanzado el intervalo requerido.

b. El panel **Window Optimization** (Optimización del intervalo) permite acceder a los ajustes de optimización del intervalo. Cuando se activa la casilla de verificación junto a la opción Optimize (Optimizar), los intervalos de adquisición se configurarán automáticamente según el intervalo de adquisición y el tiempo de permanencia objetivos definidos en este panel. Para los métodos de SIM complejos, esta opción garantizará la creación de un método que permita alcanzar los barridos solicitados por pico.

   Detalles del algoritmo: si se activa la casilla de verificación **Optimize** (Optimizar), los intervalos de adquisición de SIM del método se definen con el valor del ajuste **Desired Window** (Intervalo deseado) a menos que el valor configurado para **Desired Min Dwell Time** (Tiempo de permanencia mínimo deseado) no pueda cumplirse con el número de barridos definido en **Desired Scans Per Peak** (Barridos deseados por pico). Si esto ocurre, los intervalos de adquisición se reducirán hasta que se cumpla el **tiempo de permanencia mínimo deseado** o hasta que se alcance el **intervalo mínimo**. Si se alcanza primero el **intervalo mínimo**, el **tiempo de permanencia mínimo** se reduce hasta un valor que permita alcanzar el valor de **Requested Scans Per Peak** (Barridos requeridos por pico). Si el tiempo de permanencia mínimo absoluto del instrumento, que es 0,5 ms, se alcanza antes de que se obtengan los puntos solicitados en el pico, el valor del campo **Minimum Window** (Intervalo mínimo) se reduce hasta que se alcanzan los criterios del campo **Desired Scans Per Peak** (Barridos deseados por pico) o el intervalo mínimo absoluto permitido en el instrumento, que es 0,24 minutos. En este caso, que es muy poco frecuente, deberá reducir el valor de **Desired Scans Per Peak** (Barridos deseados por pico), aumentar el valor de **Min Baseline Peak Width** (Ancho mínimo del pico de la línea de base) o reducir el número de transiciones contenidas en su método para poder guardarlo.

   Configuración: la casilla de verificación **Optimize** (Optimizar) no está activada de forma predeterminada. Cuando se activa la casilla de verificación Optimize (Optimizar), puede ajustar la configuración en el panel para optimizar el método. Cuando la casilla de verificación no está activada, deberá introducir manualmente los intervalos de adquisición. Los valores predeterminados del optimizador de intervalos deben devolver resultados razonables al aplicarse en métodos normales. Los valores predeterminados son los siguientes:

   Desired Min Dwell Time (Tiempo de permanencia mínimo deseado): 10 ms

   Desired Window (Intervalo deseado): 0,6 min

   Minimum Window (Intervalo mínimo): 0,3 min

- Cambie el tiempo de permanencia mínimo en el campo **Desired Min Dwell Time** (Tiempo de permanencia mínimo deseado). Si su método tiene muchas transiciones, le recomendamos reducir el tiempo de permanencia mínimo deseado. Tenga en cuenta que cuanto mayores sean los intervalos de adquisición de su método, menor será el tiempo de permanencia medio.
- Cambie el valor del intervalo de adquisición deseado en el campo **Desired Window** (Intervalo deseado). El intervalo deseado es la cantidad de tiempo durante el que se llevará a cabo el barrido en busca de una transición alrededor de un tiempo de retención determinado que garantice la observación de un compuesto. Se puede definir un intervalo deseado de entre 0,24 y 5 minutos. Deberá ser lo suficientemente amplio para que una alteración del tiempo de retención no provoque que se pierdan compuestos. Si los tiempos de retención del compuesto del método son dudosos, incluya tiempo adicional en este intervalo. Tenga en cuenta que, cuanto más prolongado sea el tiempo de permanencia de los compuestos, más estrechos resultarán los intervalos de adquisición.
- Cambie el valor del intervalo de adquisición mínimo en el campo **Minimum Window** (Intervalo mínimo). Se puede definir un intervalo mínimo de entre 0,24 y 5 minutos. Este intervalo es el periodo de tiempo mínimo durante el que deberá llevarse a cabo el barrido en busca de una transición alrededor de un tiempo de retención determinado que garantice la observación de un compuesto. Defina el intervalo mínimo en el valor mínimo que permita evitar que los tiempos de retención del compuesto queden fuera del intervalo de adquisición.

Nota Si se alcanza el límite de tiempo de permanencia y el intervalo mínimo aceptable queda por debajo del límite de 0,24 minutos, el método presentará un error y deberá usarse una lista más corta.

c. En el grupo **Peak Width** (Ancho de pico), puede cambiar el ancho mínimo del pico de la línea de base y los barridos deseados por cada pico. Estos valores se utilizan para calcular el tiempo total de barrido, que incluye el tiempo de SIM y el tiempo de barrido completo. El valor mínimo del ancho del pico de la línea de base debe ser, aproximadamente, el tiempo de pico cromatográfico más corto de su análisis.

d. En el grupo **Full Scan** (Barrido completo), puede indicar si debe llevarse a cabo un barrido completo con SIM. El rango de masa, la duración del barrido y las horas de inicio y finalización del ciclo pueden definirse una vez que se haya seleccionado el botón Use Full Scan with Mass Range (Usar barrido completo con rango de masa). El tiempo de barrido completo reducirá el tiempo de SIM sin que aumente el tiempo de barrido total. Si solo desea usar el barrido completo para parte de su método, puede introducir la hora de inicio y de finalización del barrido completo.

e. En el grupo **Acquisition Options** (Opciones de adquisición), active la casilla de verificación **Allow for Asymmetric Acquisition Windows** (Permitir intervalos de adquisición asimétricos) para añadir tiempo adicional al inicio o al final de un intervalo de adquisición sin que afecte otros intervalos y periodos del barrido.

Cuando seleccione esta opción, las columnas Pre-width (Anchura previa) y Post-width (Anchura posterior) se añadirán a su método. Introduzca los tiempos adicionales en estas columnas.

Nota Esta opción solo está disponible cuando la optimización de métodos no está activa.

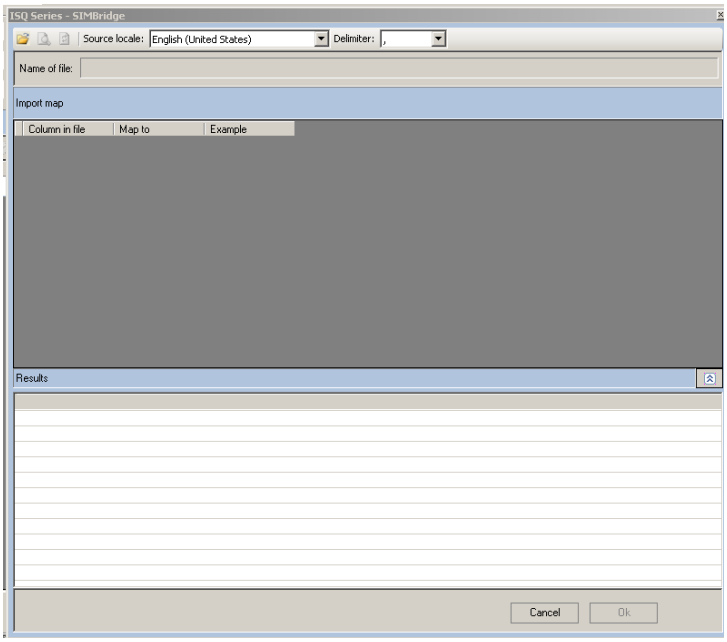
Active la casilla de verificación **Allow Dwell Time Prioritization** (Permitir priorización del tiempo de permanencia) para aumentar los tiempos de permanencia de los barridos seleccionados. Las opciones disponibles para cada barrido son Normal o High (Alta). Si se da prioridad alta a un barrido, el tiempo de permanencia aumentará en el valor que introduzca en el cuadro High Priority Multiplier (Multiplicador de alta prioridad).

f. Si desea crear un vínculo a un método externo, seleccione la casilla de verificación **Link to External File** (Vincular a un archivo externo). Puede vincular un archivo de método .csv o .xml.

Nota Para editar los barridos desde el editor de métodos del instrumento ISQ 7610, desactive la casilla de verificación **Link to External File** (Vincular a un archivo externo).

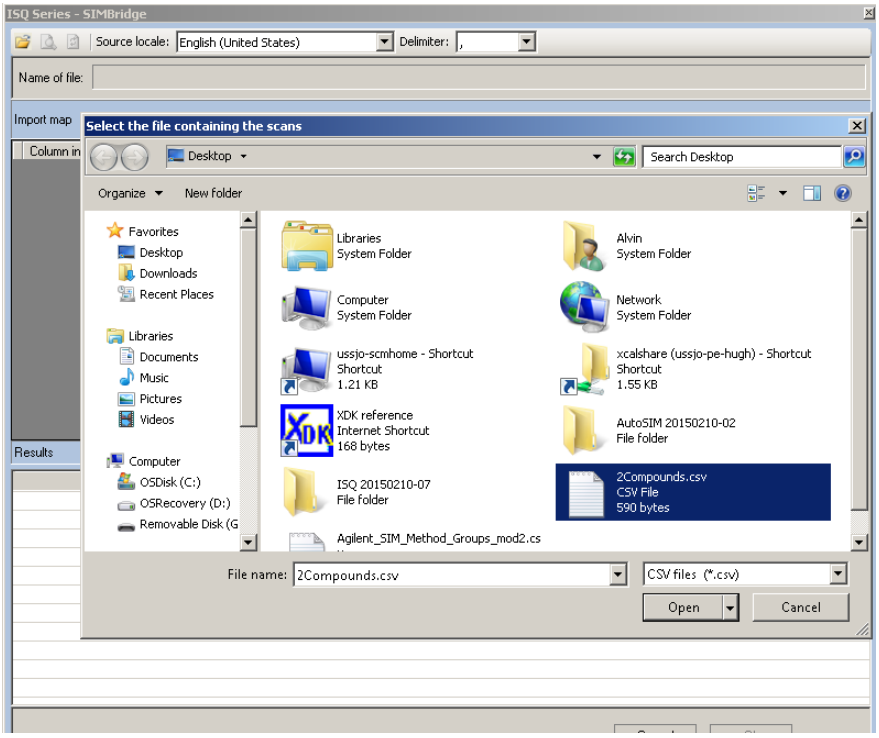
g. Una vez que haya hecho clic en **Link to External File** (Vincular a un archivo externo), se abre el cuadro de diálogo **SIMBridge**. Escoja el idioma del archivo de método del menú desplegable **Source Locale** (Localización de la fuente).

Figura 104. Configuración del idioma de fuente de los archivos de método mediante SIMBridge



h. Busque el archivo.

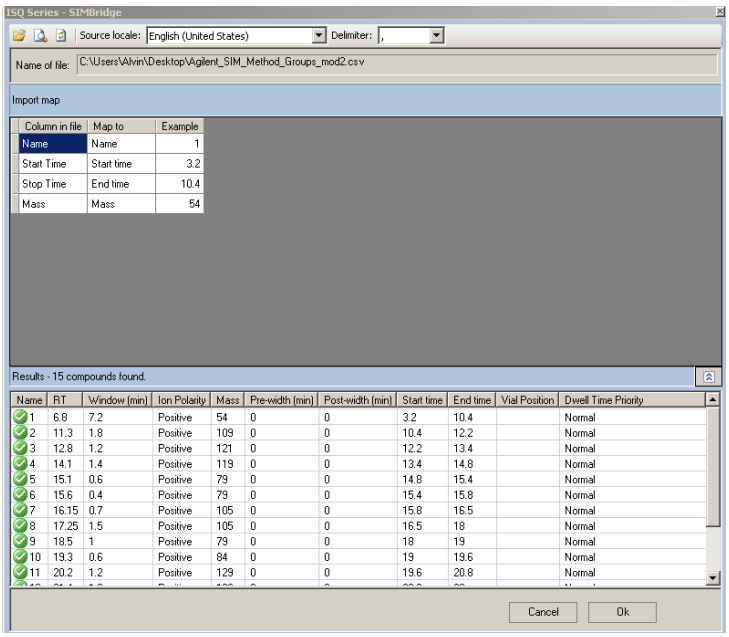
Figura 105. Vinculación a un archivo externo mediante SIMBridge



i. Haga clic en **Open** (Abrir) para abrir el método en SIMBridge.

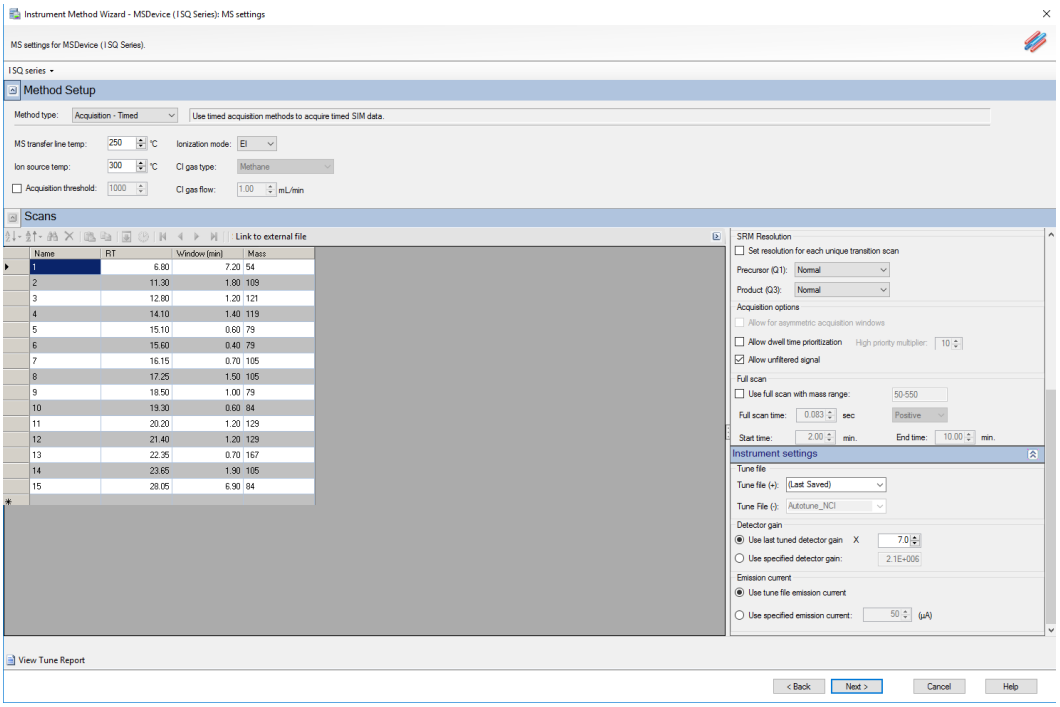
j. Si es necesario, cambie los encabezados de método en el archivo original para que coincidan con los del editor de métodos. Una vez que se valide el método, aparecerá una marca de verificación verde.

Figura 106. Modificación de los encabezados de método en SIMBridge



k. Haga clic en **Open** (Abrir) y se abrirá el método externo en el editor de métodos.

Figura 107. Visualización de un archivo vinculado en el editor de métodos



l. Introduzca el nombre del analito en la columna **Name** (Nombre) (que hace referencia al nombre del analito) o, en el archivo externo, introduzca el nombre del analito en la primera columna. También puede hacer clic en esta ventana con el botón derecho del ratón para buscar un analito dentro de su método. Esta función resulta útil si necesita editar un analito en un método complejo.

m. En la columna **RT** (Tiempo de retención), introduzca el tiempo de retención para los métodos de SIM. El tiempo de retención es el tiempo que tarda un analito de pasar desde el puerto de entrada de la columna hasta el detector.

n. En la columna **Window (min)** (Intervalo [minutos]), defina el tiempo de adquisición. Los intervalos de adquisición más cortos aumentan la sensibilidad, pero pueden hacer que se pierda el pico si son demasiado breves. Cambiar el tamaño del intervalo solo afecta la sensibilidad si reduce el número de compuestos que se analizan en un segmento. Si los intervalos no se superponen, no verá ninguna mejora a la hora de reducir el tiempo de adquisición.

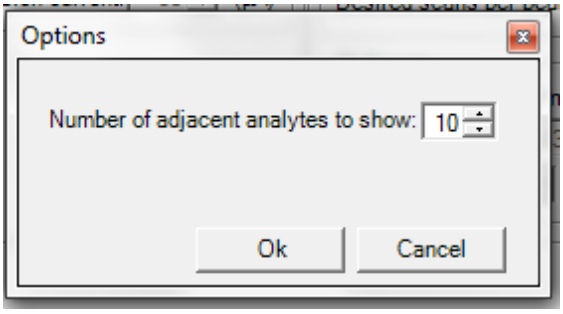
o. En la columna **Mass** (Masa), introduzca la masa del ion que desea supervisar.

p. Utilice la columna **Ion Polarity** (Polaridad de iones) si está usando el modo de CI para indicar al instrumento que genere iones positivos o negativos. Utilice esta columna solo si está usando el modo de CI. En el modo de EI, el valor de esta columna debe configurarse siempre como **Positive** (Positiva).

q. Puede determinar el número de analitos adyacentes que se mostrarán en su método mediante la casilla de verificación **Number of Adjacent Analytes to Show** (Número de analitos adyacentes que se mostrarán) que se encuentra en el cuadro de diálogo **Options** (Opciones), al que se accede a través del menú principal del sistema **ISQ 7610**. Consulte la Figura 78. Consulte el número de analitos que se han definido en la vista **Show Analysis** (Mostrar análisis).

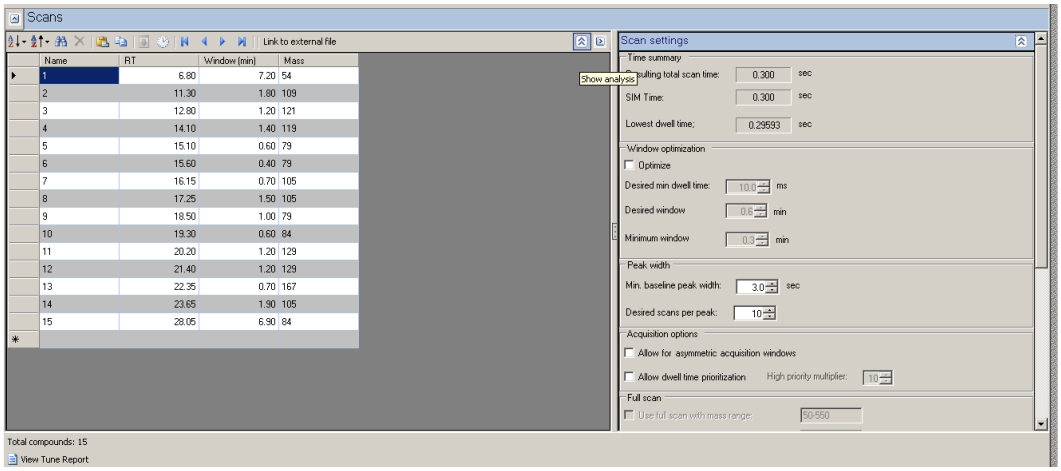
Los ajustes que se introduzcan en esta columna son únicamente con fines de visualización, pero no afectarán el proceso de adquisición.

Figura 108. Cuadro de diálogo Options (Opciones)



r. Haga clic en **Show Analysis** (Mostrar análisis) (consulte la Figura 79) para validar su método. Aparecerá un gráfico con todos los nombres de los analitos, ordenados según el tiempo de inicio de cada uno.

Figura 109. Acceder a la función Show Analysis (Mostrar análisis)



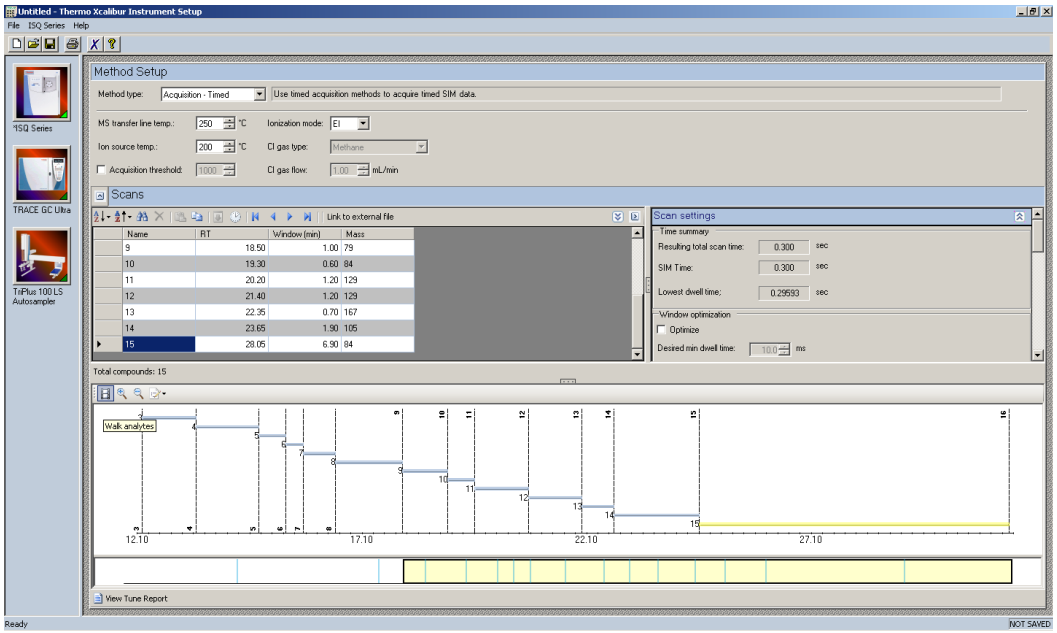
s. Utilice la ventana de intervalo desplazable situado en la parte inferior de la pantalla para ver los tiempos de retención esperados de todos sus analitos. Ajuste el tamaño de la ventana para ver más analitos arrastrando hacia afuera uno de los lados del rectángulo. Si se reduce el tamaño de la ventana de intervalo desplazable, se mostrarán menos analitos en el gráfico. Si se aumenta el tamaño de la ventana de intervalo desplazable, se mostrarán más analitos de su método. Si el número de tiempos de retención de los analitos que se está examinando es superior a 50, aparecerá una muestra de los analitos espaciados uniformemente en la ventana.

También puede hacer clic en el icono que muestra una cinta de película para ver todos los analitos: al seleccionar dicho icono, el software reproducirá de forma automática la lista completa de todos los analitos. Puede hacer clic de nuevo en el mismo icono en cualquier momento para detener el proceso.

Sugerencia Si los intervalos de SIM tienen demasiado contenido y no logran alcanzar el tiempo total de barrido en el tiempo de permanencia mínimo, el evento se marcará en color rojo. Esta advertencia indica que no hay tiempo suficiente en el segmento para llevar a cabo un barrido de todos los eventos. En este caso, el método no validará o se guardará y aparecerá un icono de advertencia junto al título de los barridos. Para resolver esto, reduzca el número de compuestos que se superponen o modifique los tiempos de los intervalos. Cuando las barras de los picos se marcan en color naranja, se trata de una advertencia que indica que el número de barridos del pico será inferior al deseado.

Además, si su lista contiene compuestos duplicados, en la zona central de una de las barras de picos duplicadas aparecerá un patrón de cruces naranjas en lugar del color blanco habitual. Elimine uno de los compuestos duplicados para evitar posibles problemas en los análisis de datos.

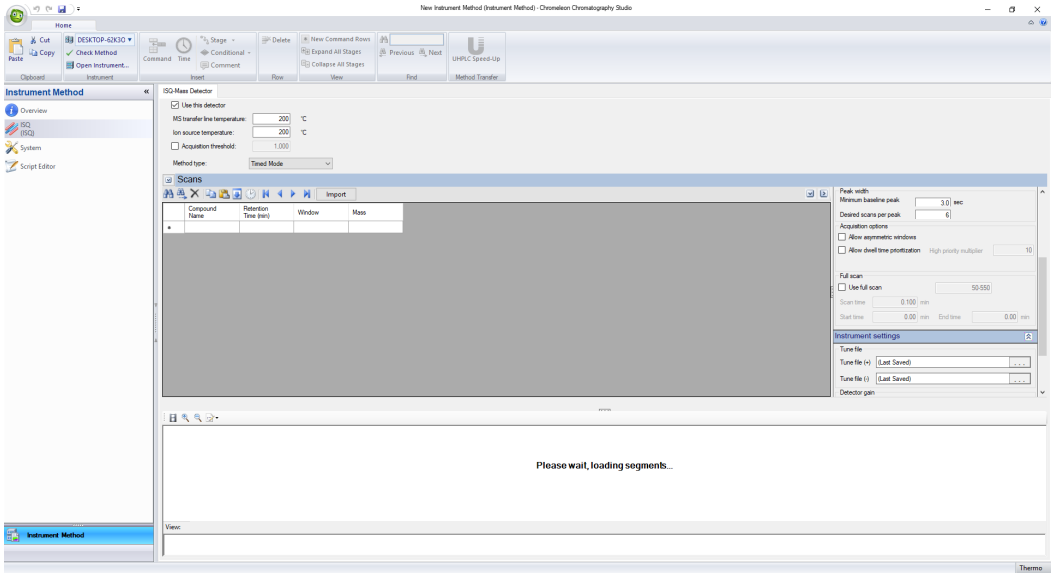
Figura 110. Validación de métodos



37. Para importar otro método de MS, seleccione **Import** (Importar). Consulte la Figura 81.

Nota De esta forma, solo se importará la parte del método correspondiente a la espectrometría de masas. Debe definir los parámetros del cromatógrafo de gases y del muestreador automático.

Figura 111. Importación de métodos



38. Seleccione **Import** (Import) **| Import Timed Scans** (Importar barridos temporizados) para importar archivos .csv o .xml de métodos previos. El software solo cargará los archivos que tengan un formato válido. Si su archivo no es válido, recibirá un mensaje de error y no podrá importar el archivo al editor de métodos.

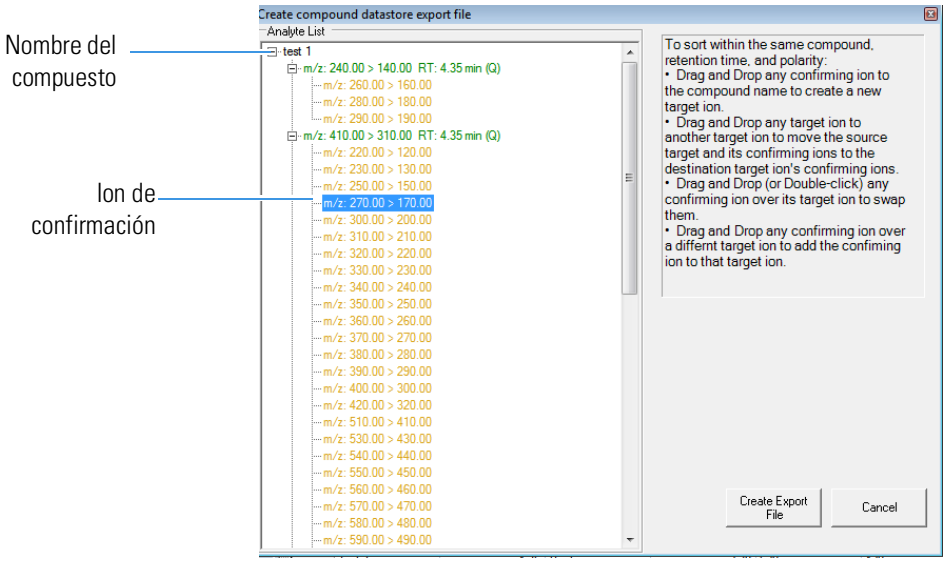
> **Sugerencia** Exporte una lista de barridos temporizados para ver un ejemplo de formato válido.

39. Seleccione **Import** (Importar) **| Append Timed Scan from File** (Anexar barridos temporizados de archivo) para añadir barridos de los métodos anteriores al final de la lista de barridos abierta. Como se ha mencionado anteriormente, se deben importar archivos de formato .csv o .xml. El software solo cargará los archivos que tengan un formato válido. Si su archivo no es válido, recibirá un mensaje de error y no podrá importar el archivo al editor de métodos.

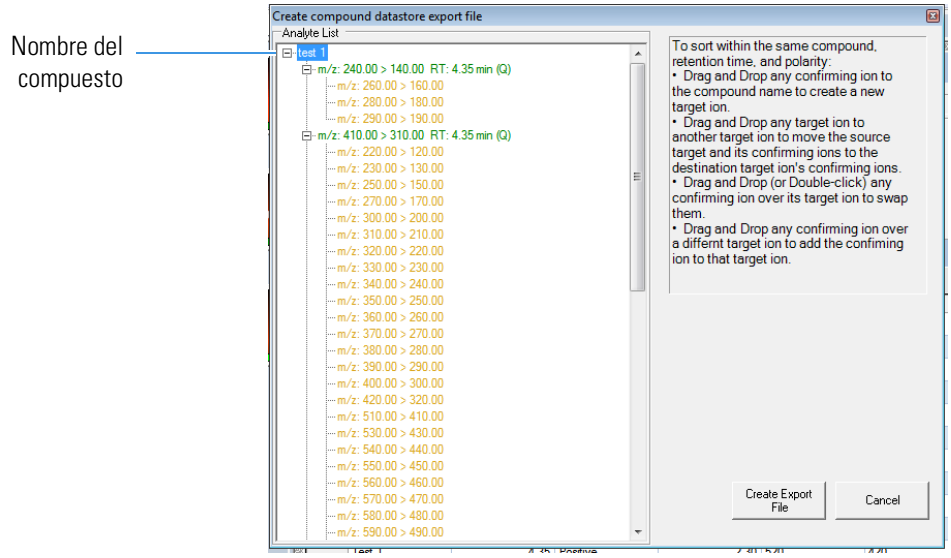
40. Seleccione **Import** (Importar) **| Export Timed Scans** (Exportar barridos temporizados) para exportar su método como archivo .csv. Si prefiere editar sus métodos desde una aplicación de hojas de cálculo, deberá usar esta opción.

41. Seleccione **Import** (Importar) **| Create Compound Data Store Export File** (Crear archivo de exportación del almacén de datos de compuestos) para preparar su archivo para el almacén de datos de compuestos en la aplicación TraceFinder.

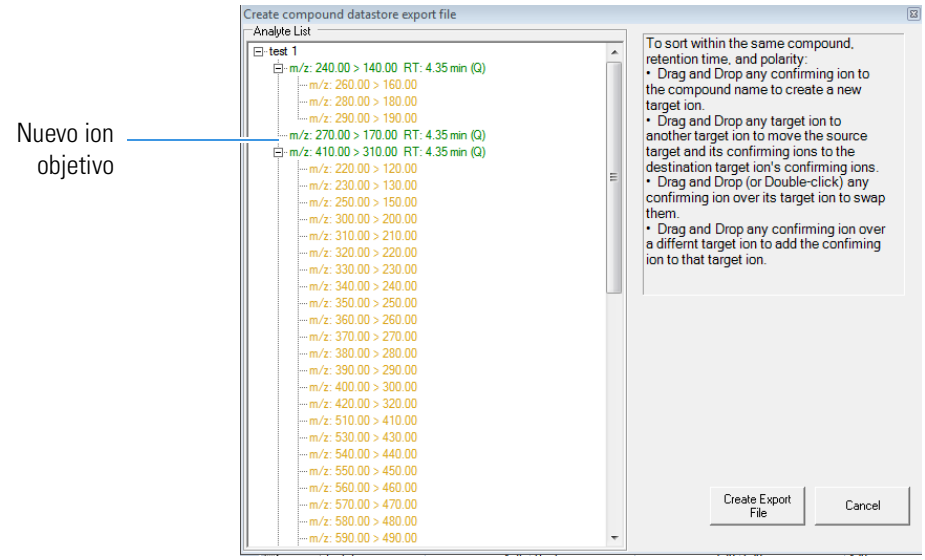
    a. Para crear un nuevo ion objetivo de la lista de iones de confirmación con tiempos de retención idénticos para un compuesto, seleccione el ion de confirmación de interés.



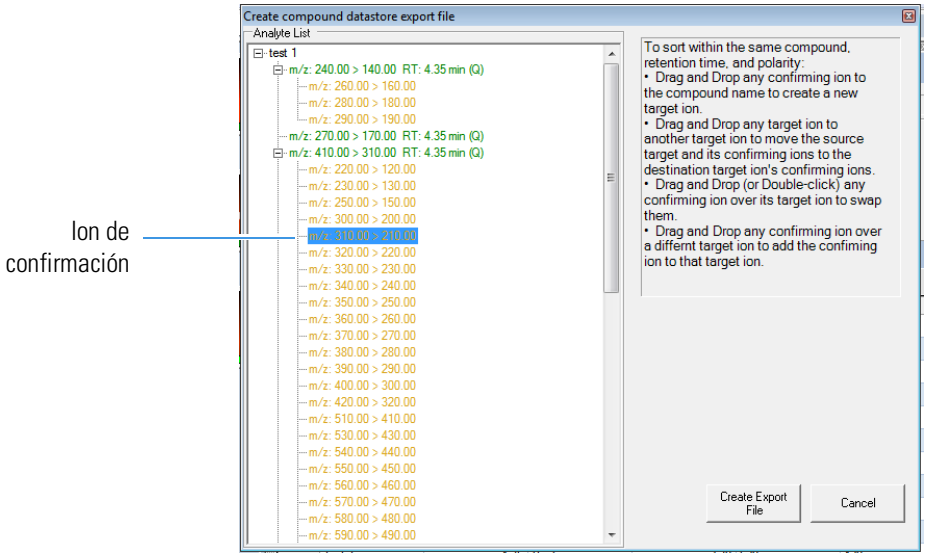
b. Arrastre el ion de confirmación hasta el nombre del compuesto situado en la parte superior de la lista.



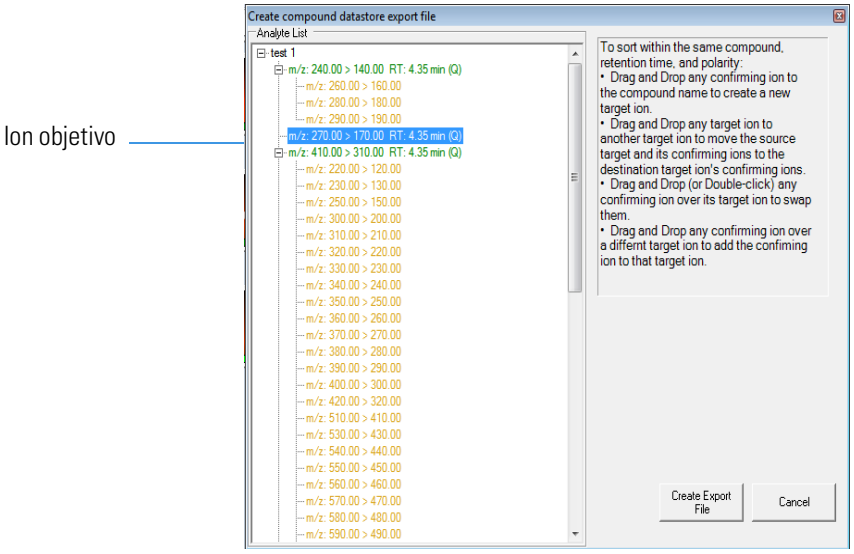
c. El ion de confirmación aparece ahora en la lista como ion objetivo.



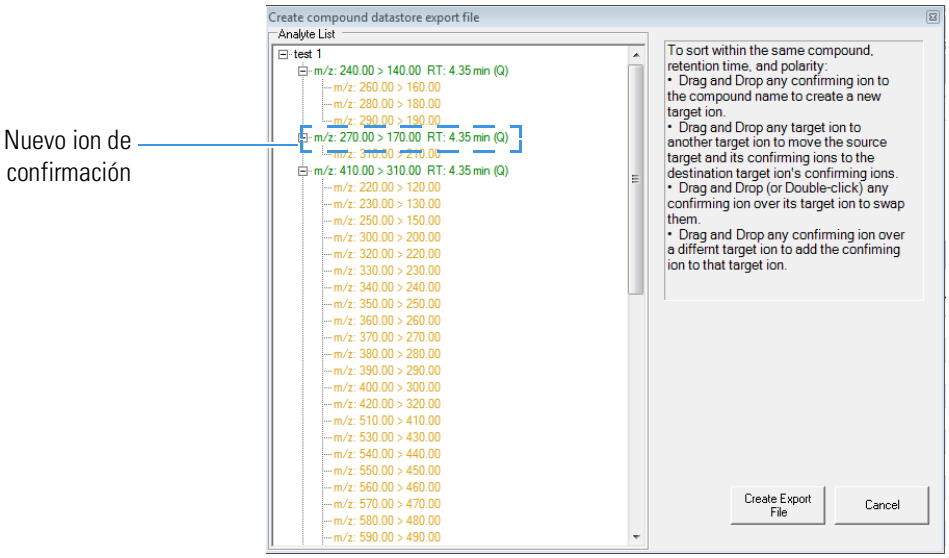
d. Para añadir un nuevo ion de confirmación a un ion objetivo de la lista, seleccione el ion de confirmación de interés.



e. Arrastre el ion de confirmación y sitúelo debajo del ion objetivo de su interés.



f. El ion de confirmación aparece ahora en la lista bajo el ion de cuantificación seleccionado.

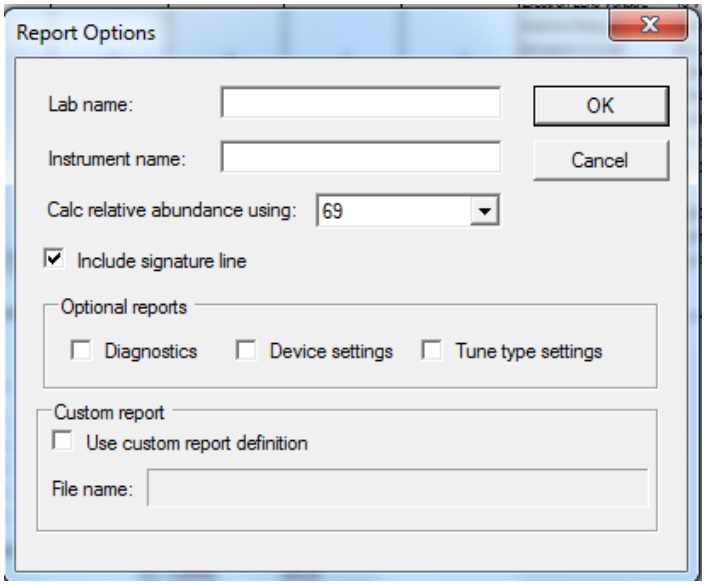


g. Haga clic en **Create Export File** (Crear archivo de exportación) una vez que haya creado su lista de iones para exportarla a la base de datos de compuestos del software TraceFinder.

42. Seleccione **Import** (Importar) **| Create Segment List From Timed Scan List** (Crear lista de segmentos a partir de la lista de barridos temporizados) para importar un método de adquisición general.

43. Seleccione **Import** (Importar) **| View Tune Report** (Ver informe de ajustes) para ver el informe de ajustes más reciente que utilizará el método. Seleccione **Report Options** (Opciones de informe) para abrir el cuadro de diálogo de opciones del informe (consulte la Figura 82) y añadir la información de identificación al informe de ajustes.

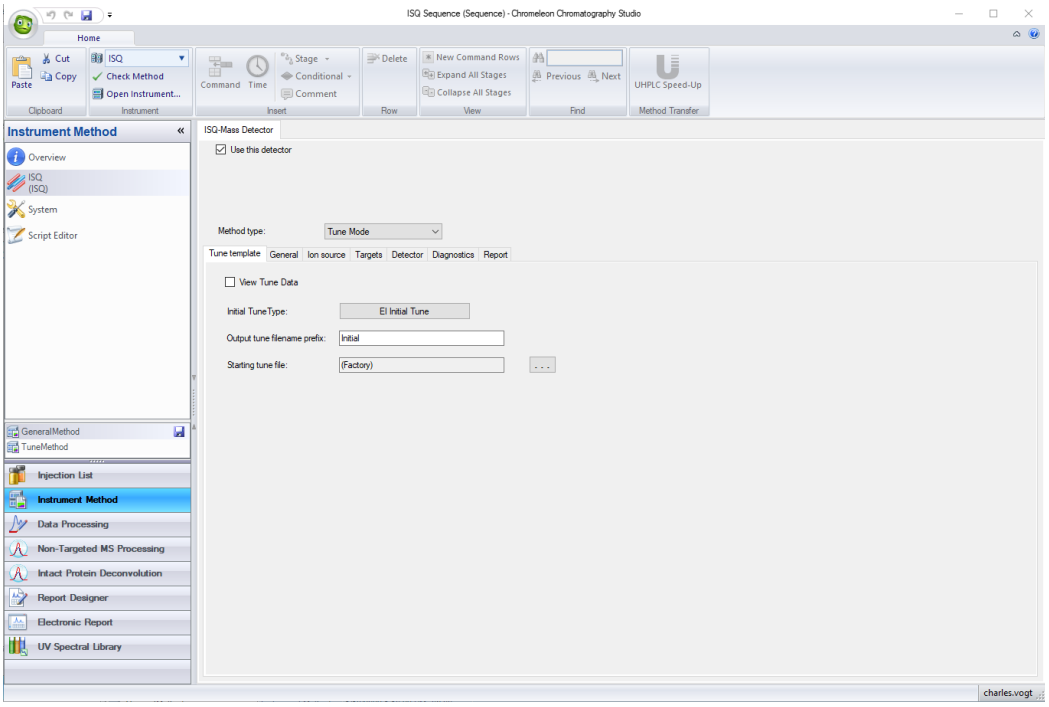
Figura 112. Configuración de las opciones del informe de ajustes



44. El método de **ajuste** permite llevar a cabo un ajuste desde el editor de métodos.

    a. En el menú desplegable del campo **Method Type** (Tipo de método), seleccione **Tune Mode** (Modo de ajuste). Consulte la Figura 113.

Figura 113. Selección de un método de modo de ajuste



    b. En **Tune Template** (Plantilla de ajuste), defina los siguientes parámetros:

        i. Active la casilla de verificación **View Tune Data** (Ver datos de ajuste) para ver los datos de ajuste.

ii. **Initial Tune Type** (Tipo de ajuste inicial): Seleccione un tipo de ajuste para usarlo como plantilla. De esta manera, se rellenarán todas las demás opciones con el mismo contenido que en uno de los tipos de ajuste integrados. Las opciones pueden modificarse de forma manual según sea necesario para crear el método de ajuste deseado.

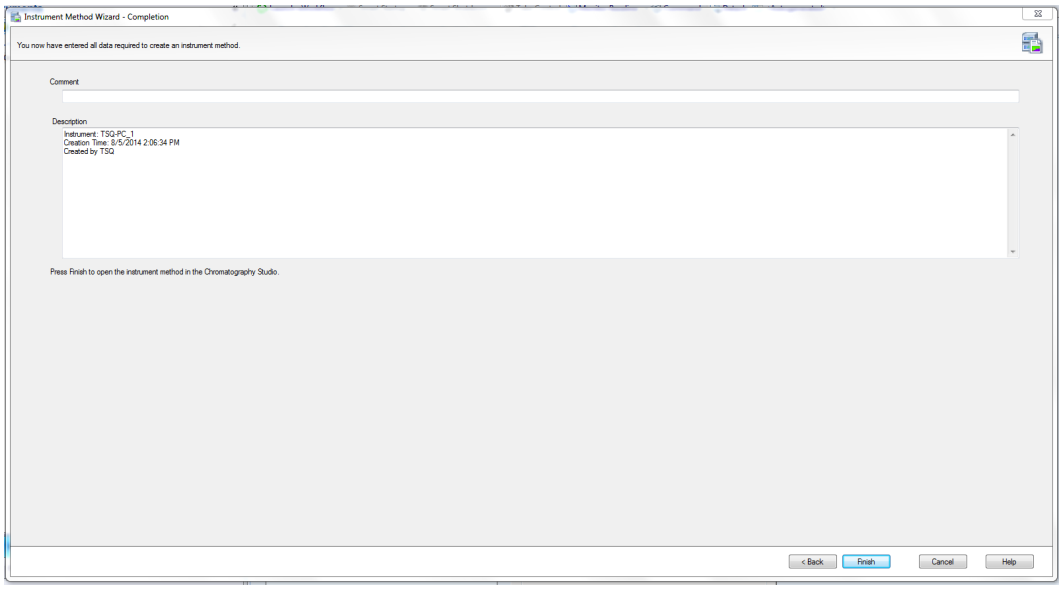
iii. **Output Tune Filename Prefix** (Prefijo del nombre de archivo del ajuste del puerto de salida): El valor predeterminado es AutoTune (Ajuste automático).

iv. **Starting Tune File** (Archivo de ajuste inicial): De manera predeterminada, se utilizará el último ajuste guardado.

c. Defina los parámetros de ajuste restantes del método de ajuste como se describe en el apartado «Para modificar un ajuste automático en el software Chromeleon» en la página 219.

45. Haga clic en **Next** (Siguiente). Se abre la página **Instrument Method Wizard - Completion** (Asistente del método del instrumento - Finalización). Consulte la Figura 114.

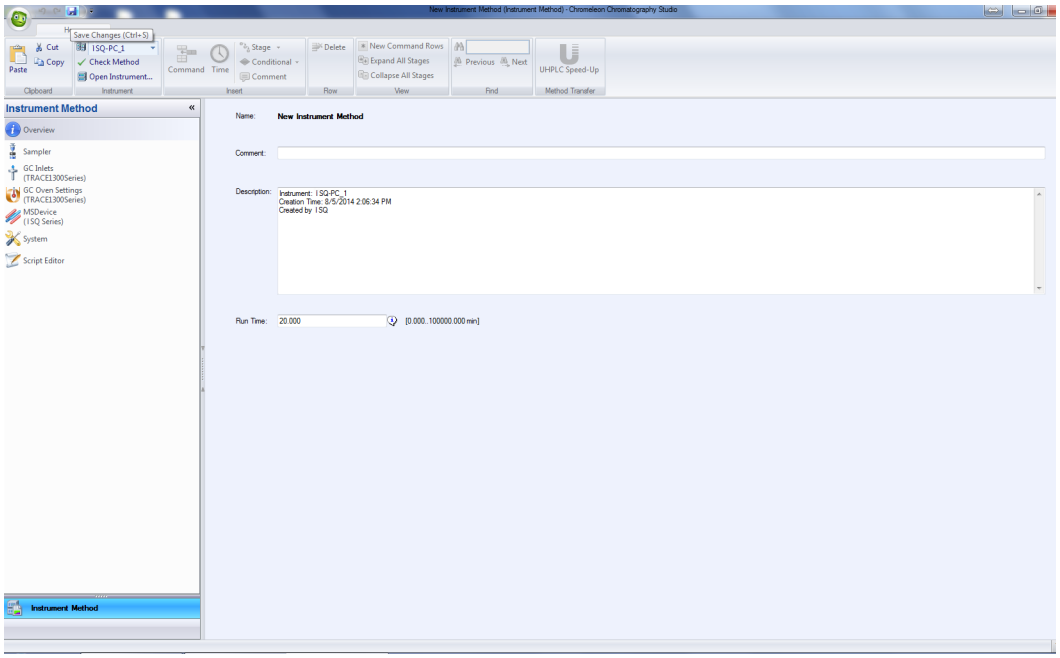
Figura 114. Instrument Method Wizard – Completion (Asistente del método de instrumento - Finalización)



46. Introduzca comentarios o notas para su método y haga clic en **Finish** (Finalizar).

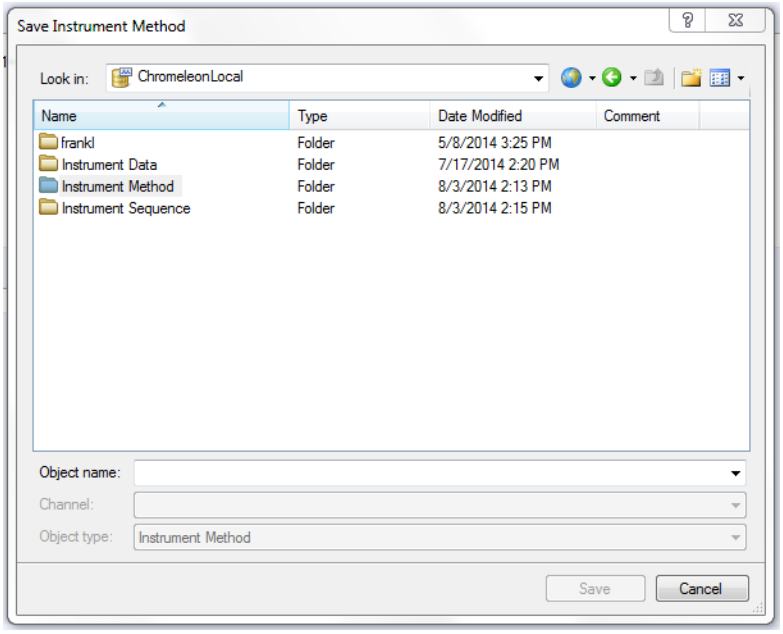
47. Se abre la ventana New Instrument Method (Instrument Method) (Nuevo método de instrumento [Método de instrumento]) de Chromeleon Chromatography Studio. Haga clic en el icono **Save** (Guardar) para guardar el método. Consulte la Figura 81.

Figura 115. Guardado de métodos



48. Se abre el cuadro de diálogo **Save Instrument Method** (Guardar método del instrumento). Guarde el método en **Chromeleon Local** (Almacenamiento local de Chromeleon) **> Instrument Method** (Método del instrumento). Consulte la Figura 116.

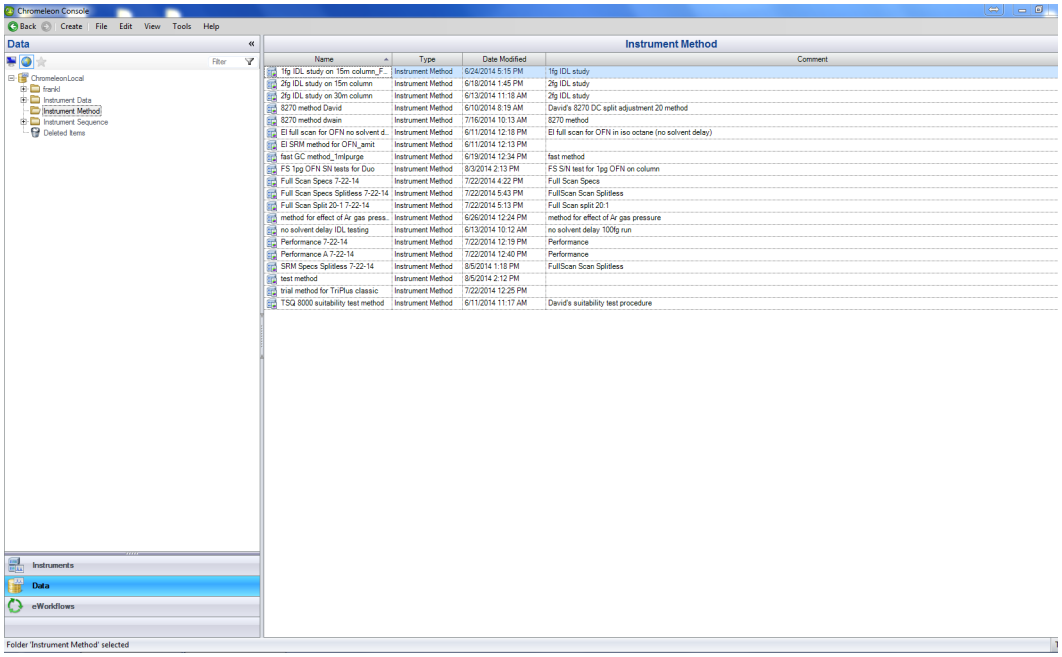
Figura 116. Búsqueda de la carpeta del método del instrumento



49. Introduzca el nombre del método en el campo **Object Name** (Nombre del objeto) y haga clic en **Save** (Guardar). El método se ha guardado.

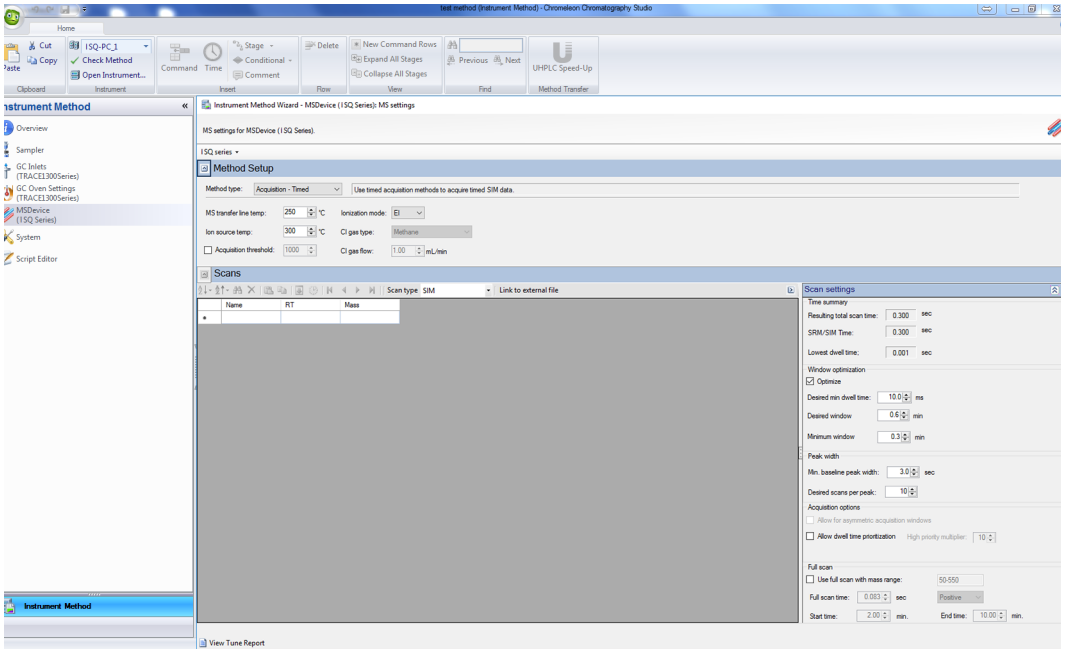
50. Puede ver todos los métodos de instrumento del sistema abriendo la consola de Chromeleon y seleccionando la opción **Data** (Datos) del panel izquierdo del menú. Consulte la Figura 117.

Figura 117. Visualización de todos los métodos del instrumento



51. Para editar un método, selecciónelo de la lista. El método se abre en Chromatography Studio. Consulte la Figura 118.

Figura 118. Edición de un método



52. Seleccione un dispositivo del menú izquierdo y edite los parámetros correspondientes como se describe en este capítulo.

5

Uso de AutoSIM

En este capítulo se describe el uso de la función de software AutoSIM para configurar y procesar un estudio de iones con monitorización de iones seleccionados (Selected Ion Monitoring, SIM). En este capítulo se proporcionan las instrucciones para configurar y ejecutar cada estudio, así como los pasos para importar la lista resultante de iones de SIM al editor de métodos del sistema ISQ 7610 y acceder a ella para el uso diario.

Nota Configure los métodos del cromatógrafo de gases y el muestreador automático en el editor de métodos del sistema ISQ 7610 antes de desarrollar el método de AutoSIM.

Índice

- Determinar los iones de SIM
- Importación de transiciones al editor de métodos
- Determinar los iones de SIM en Chromeleon
- Importación de transiciones al editor de métodos del instrumento de Chromeleon

Determinar los iones de SIM

La finalidad de un estudio de AutoSIM consiste en seleccionar los iones de SIM. Una vez que haya asignado nombres a los compuestos e introducido los números de vial y los tiempos de retención, AutoSIM le indica al sistema ISQ 7610 llevar a cabo un análisis de barrido completo en los compuestos.

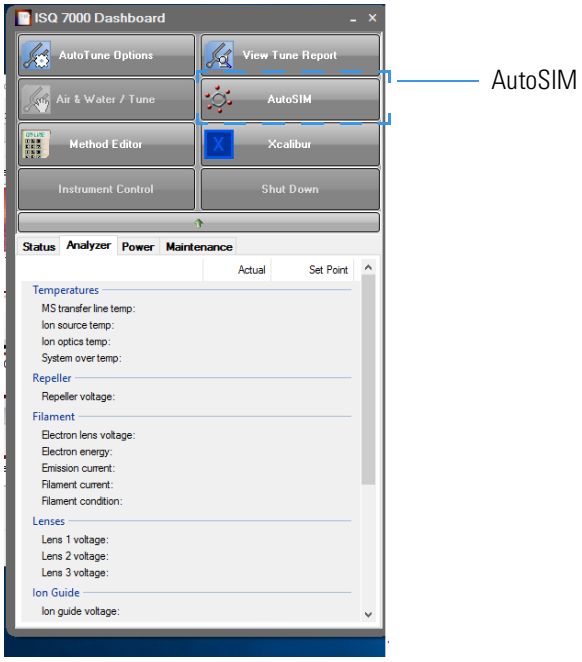
Una vez finalizado el análisis de barrido completo, AutoSIM muestra los picos cromatográficos resultantes y los espectros de barrido completo. A continuación, proporciona ajustes opcionales para clasificar los resultados de los iones de SIM.

Nota Deberá contar con estándares de concentración de rango medio (500 pg/µl-10 ng/µl) antes de configurar el método de AutoSIM.

❖ Para determinar los iones de SIM en AutoSIM

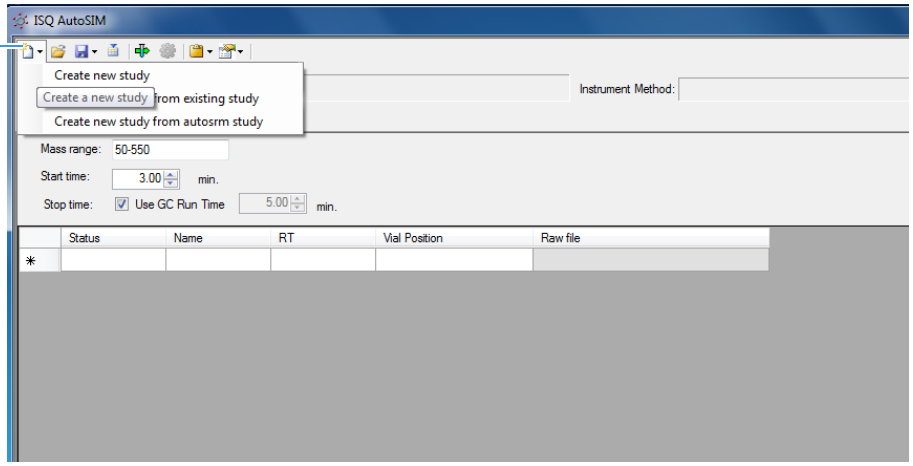
1. Haga clic en el botón **AutoSIM**, en el panel del sistema ISQ 7610, para abrir la función AutoSIM. Consulte la Figura 119.

Figura 119. Acceso a AutoSIM en el panel del sistema ISQ



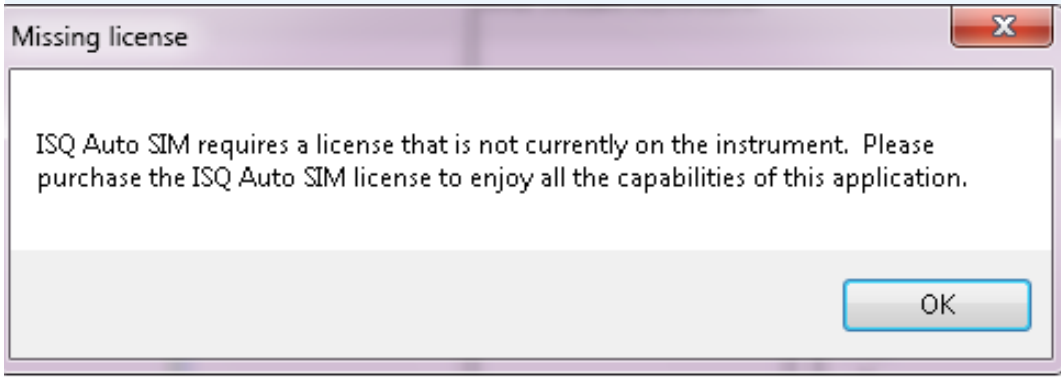
2. Haga clic en el icono Create a New Study (Crear nuevo estudio) de la izquierda para crear un nuevo estudio.

Figura 120. Nuevo estudio de AutoSIM



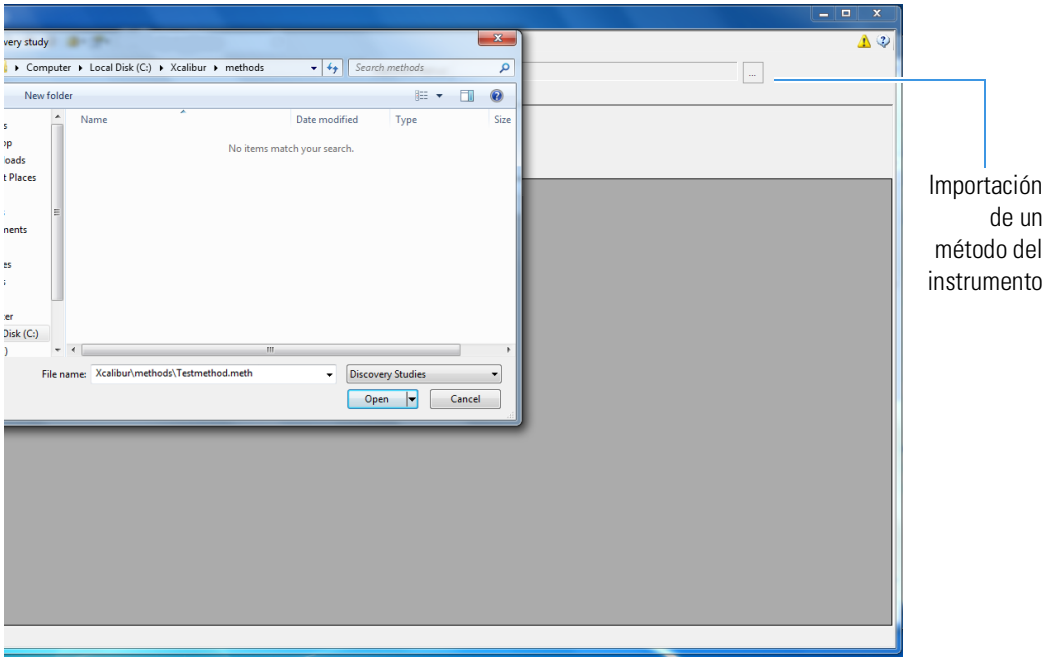
3. Se abre la ventana New study (Nuevo estudio).

Nota Si en algún momento aparece el mensaje de error que se muestra a continuación, diríjase a «Actualización del software» en la página 277 y siga las instrucciones para obtener la licencia de software.



4. Establezca un vínculo al archivo de método guardado del instrumento (el que creó mediante el editor de métodos) haciendo clic en el icono de los tres puntos situado junto a la ventana Instrument Method (Método del instrumento). AutoSIM usará los parámetros del cromatógrafo de gases y el muestreador automático de este archivo de método. Consulte la Figura 121.

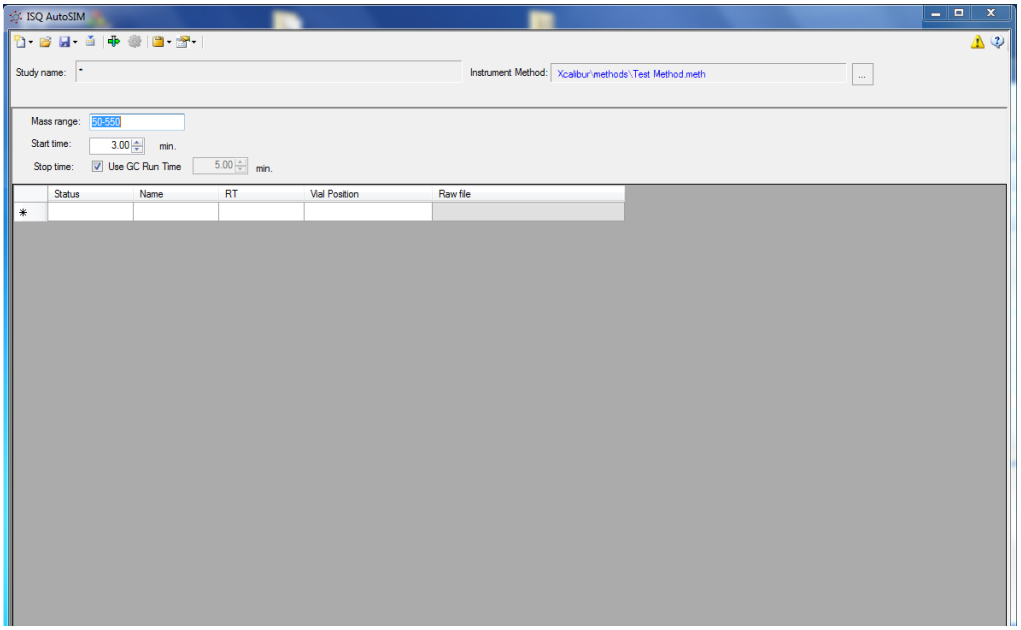
Figura 121. Recuperación de un método del instrumento



5. Seleccione un archivo de método de instrumento y haga clic en Open (Abrir).
6. Puede definir el intervalo de masas, la hora de inicio y la hora de parada. Consulte la Figura 122.

Los cambios que lleve a cabo en su método de espectrómetro de masas prevalecerán sobre los ajustes del editor de métodos.

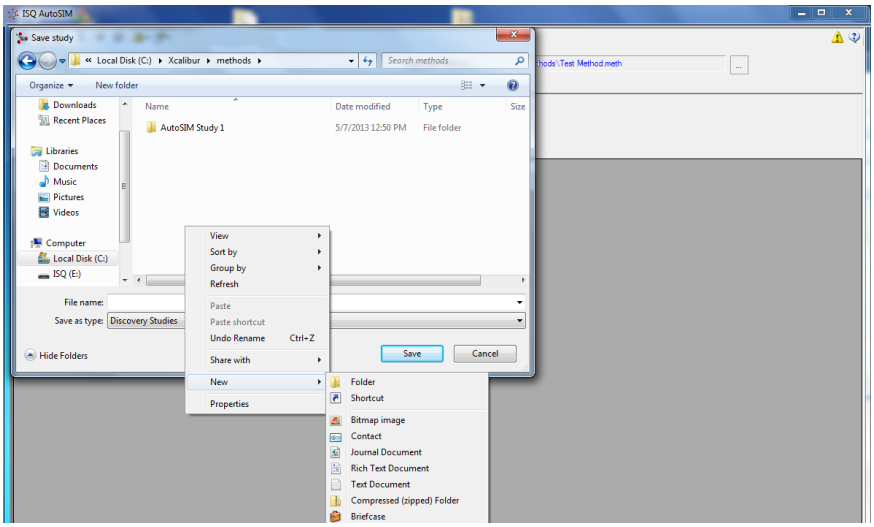
Figura 122. Ajuste de la configuración



7. Introduzca el nombre del compuesto, el tiempo de retención aproximado y el número de vial de cada compuesto que desee optimizar. Si ya dispone de un método para procesar los datos de barrido completo, puede importar los compuestos desde un archivo externo. Los nombres y los tiempos de retención aparecerán en la lista de compuestos y su ion primario de cuantificación se mostrará en el cuadro de filtro de masas una vez que se adquieran los datos del barrido completo.
8. Guarde el estudio.

Sugerencia Cree una carpeta para todos los archivos asociados al estudio de AutoSIM. De lo contrario, los archivos de los resultados del estudio se acumularán en la carpeta general del método del instrumento. Consulte la Figura 123.

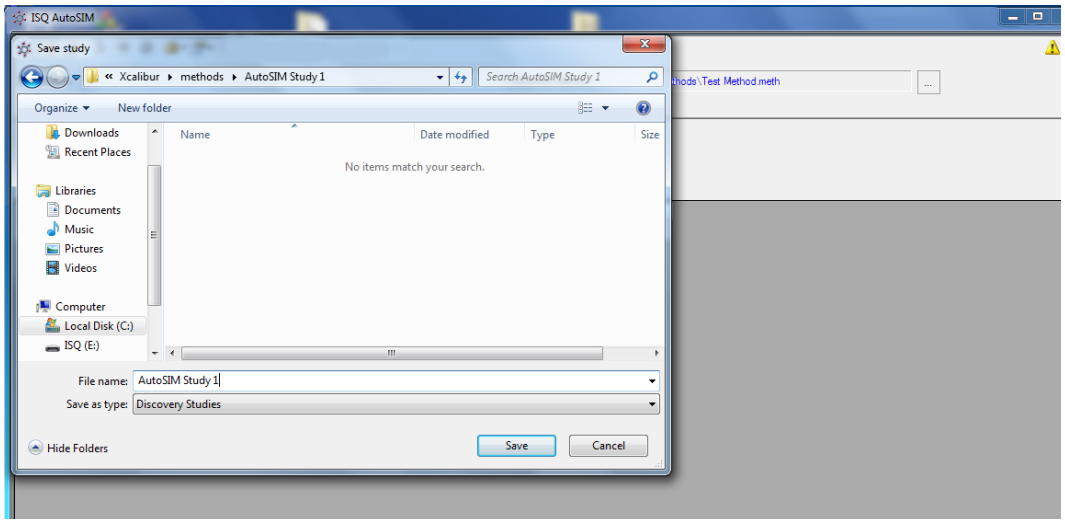
Figura 123. Creación de una carpeta del estudio de AutoSIM



9. Abra la carpeta.
10. Asigne un nombre al archivo del estudio.
11. Guárdelo en la carpeta correspondiente. Consulte la Figura 124.

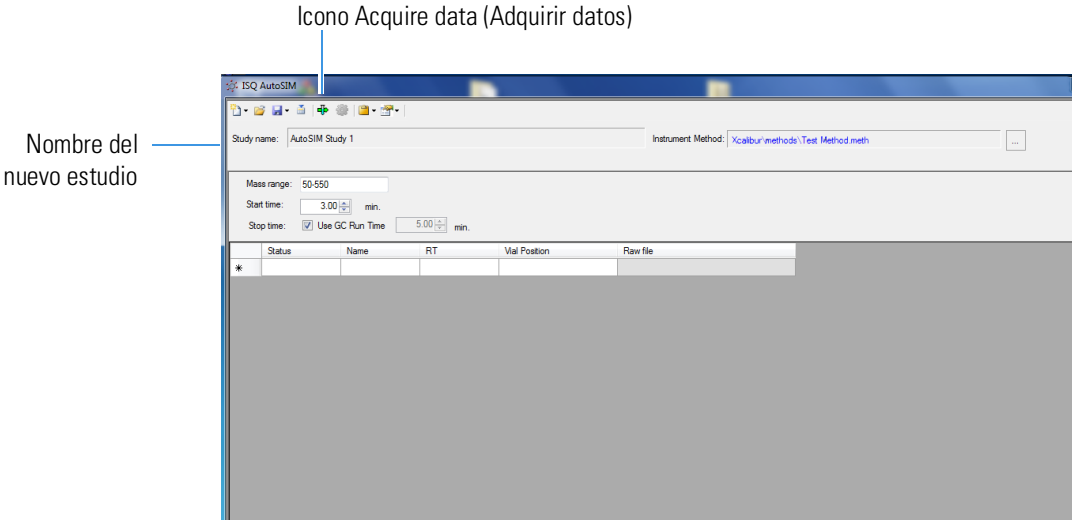
Nota Todos los archivos generados por AutoSIM, incluidos los archivos de datos sin procesar, se guardarán en la misma carpeta en la que guarde el archivo del estudio. Para simplificar el flujo de trabajo, cree una carpeta específica para su estudio.

Figura 124. Guardado de un estudio de AutoSIM



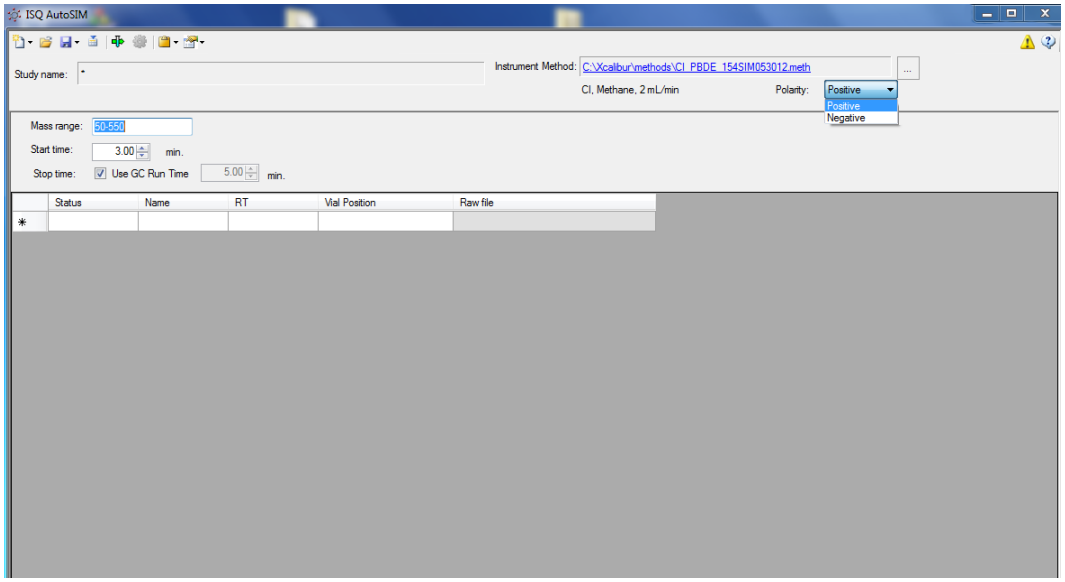
12. Se cierra la ventana de Windows Explorer.
13. El nombre del estudio de AutoSIM será el que haya asignado. Consulte la Figura 125.

Figura 125. Recopilación de datos de adquisición



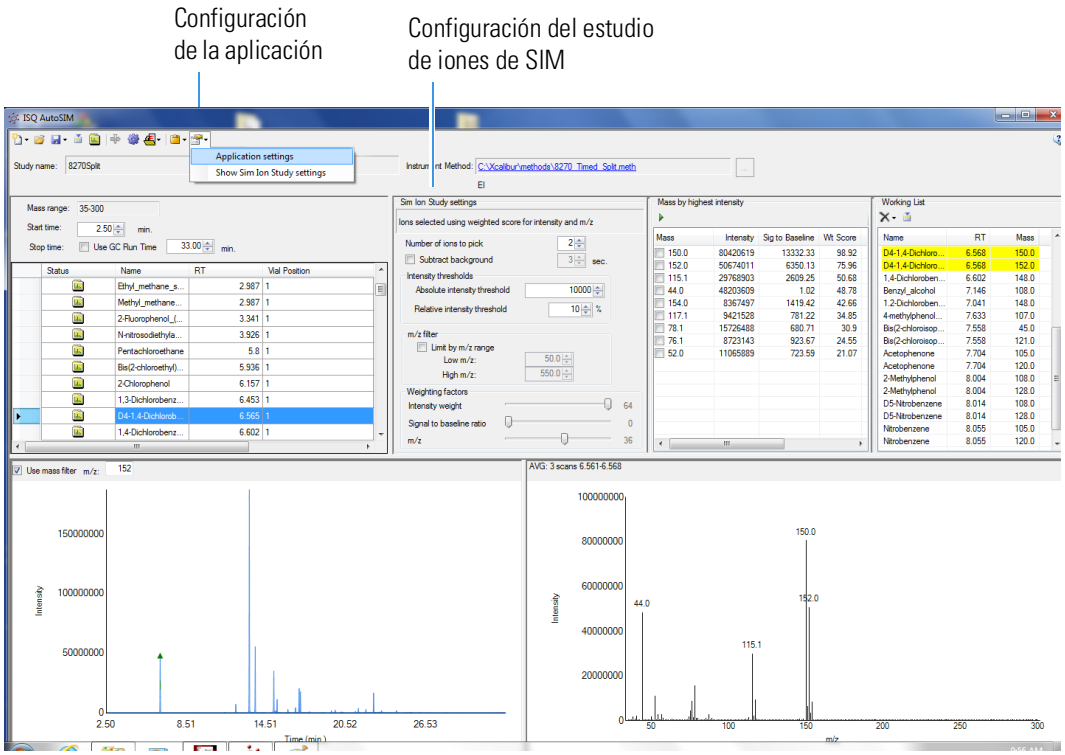
14. (Solo en el caso de CI) Si está ejecutando un estudio de ionización química (Chemical Ionization, CI), seleccione **Positive** (Positiva) o **Negative** (Negativa) del menú desplegable **Polarity** (Polaridad). Consulte la Figura 126.

Figura 126. Configuración de la polaridad de iones en un método de CI



15. Para acceder a las opciones de la configuración del ion de SIM, haga clic en el icono **Application settings** (Configuración de la aplicación) y seleccione **Sim Ion Study settings** (Configuración del estudio de iones de SIM) para abrir el cuadro correspondiente. Consulte la Figura 127.

Figura 127. Configuración de la aplicación y configuración del estudio de iones de SIM



16. De manera predeterminada, los iones de SIM se clasifican según su máxima intensidad. En el cuadro SIM Ion Study Settings (Configuración de estudio de iones de SIM), puede seleccionar los iones de SIM a partir de los siguientes criterios.

    a. **Number of Ions to Pick (Número de iones a elegir)**: permite seleccionar el número de iones de SIM que se elegirán para cada compuesto.

    b. **Subtract Background (Sustraer fondo)**: si activa esta casilla, se sustraerá el fondo del espectro. La sustracción del fondo puede reducir el ruido de la línea de base automáticamente del pico seleccionado. Esto le ayudará a identificar los compuestos objetivo, definir las intensidades e incluso reducir el sangrado de la columna. Si la sustracción automática de fondo no es adecuada (es decir, debido a picos coeluyentes), podrá optar por sustraer manualmente el fondo de cada compuesto por separado haciendo clic en el botón derecho del ratón sobre el cromatograma y, a continuación, resaltando el barrido o los barridos que se usarán para la sustracción.

    c. **Intensity Thresholds (Umbrales de intensidad)**: le permite escoger distintos niveles de intensidad.

        i. **Absolute Intensity Threshold (Umbral de intensidad absoluta)**: define el rango de intensidad en el que deben estar todos los iones antes de que se seleccionen como candidatos de iones de SIM. Todos los iones deben tener una intensidad superior a esta para que se puedan seleccionar como candidatos de iones de SIM.

ii. **Minimum Intensity Threshold (Umbral de intensidad mínima)**: define la intensidad mínima de un ion que será candidato a formar parte de la lista de iones de SIM. Los iones deben contar con una abundancia relativa igual o superior a este porcentaje para que se seleccionen como candidatos de iones de SIM.

d. **Limit by *m/z* Range (Limitar por rango de m/z)**: active esta casilla de verificación y defina el *m/z* bajo y el *m/z* alto para limitar la lista de selección de iones de SIM a determinadas masas dentro del intervalo de barrido definido.

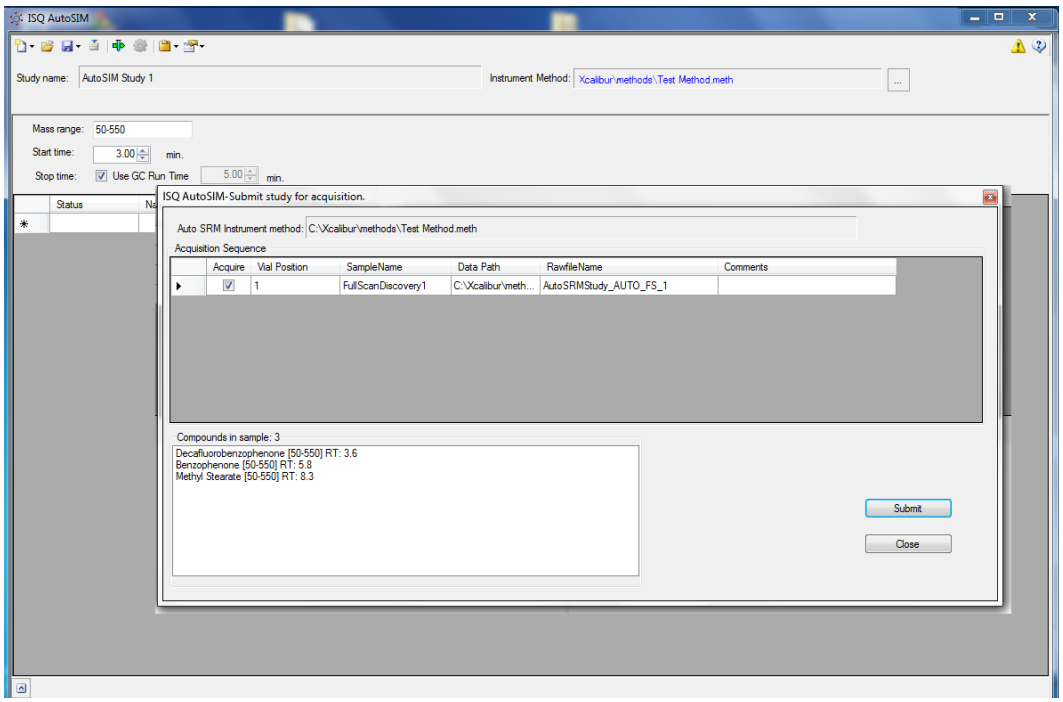
e. **Weighting Factors (Factores de ponderación)**: utilice las barras de desplazamiento y las casillas de verificación para definir los valores que desea proporcionar a cada configuración de estudio de iones de SIM.

17. Haga clic en el icono **Acquire data** (Adquirir datos) para analizar sus muestras. Consulte la Figura 125.

Nota AutoSIM calcula el número de inyecciones necesarias según la lista de compuestos y las posiciones de los viales que haya asignado.

18. Se abre la ventana Submit Study for Acquisition (Enviar estudio a adquisición). Consulte la Figura 128.

Figura 128. Enviar un estudio a la fase de adquisición



19. Haga clic en **Submit** (Enviar) para enviar las muestras al instrumento.

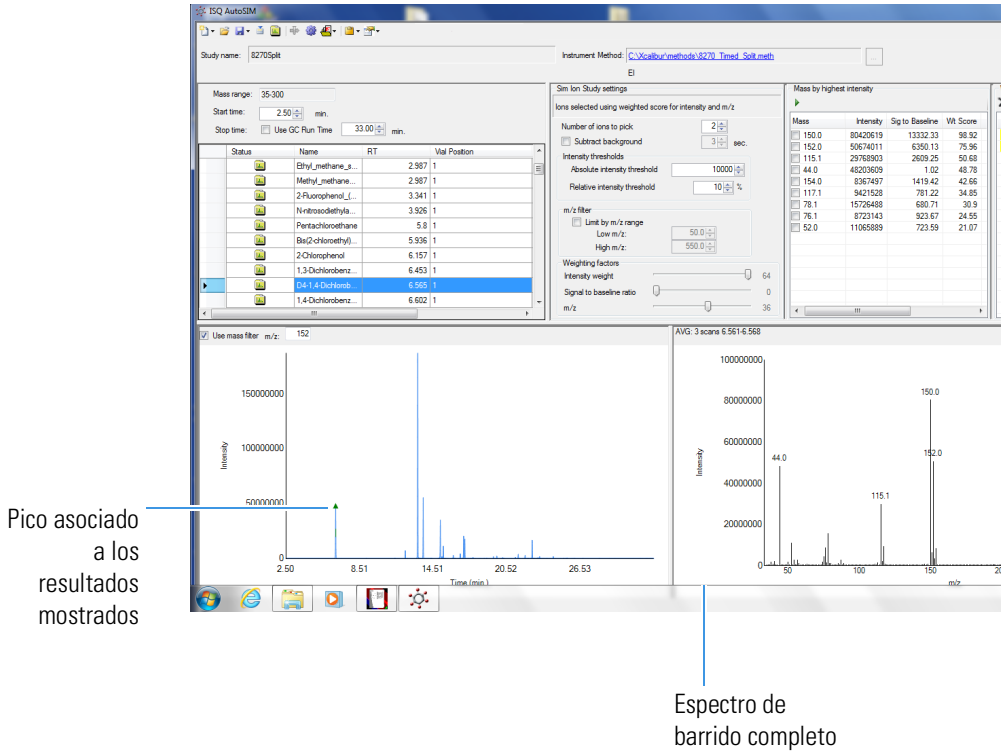
    Una vez que las muestras hayan terminado de procesarse, el software analizará los datos.

20. Los resultados se muestran en la ventana de AutoSIM. Consulte la Figura 129.

Los resultados que aparecen corresponden al pico que está cubierto con un triángulo verde. El panel Mass by Highest Intensity (Masa por máxima intensidad) contiene una lista de los iones de máxima intensidad en el tiempo de retención indicado.

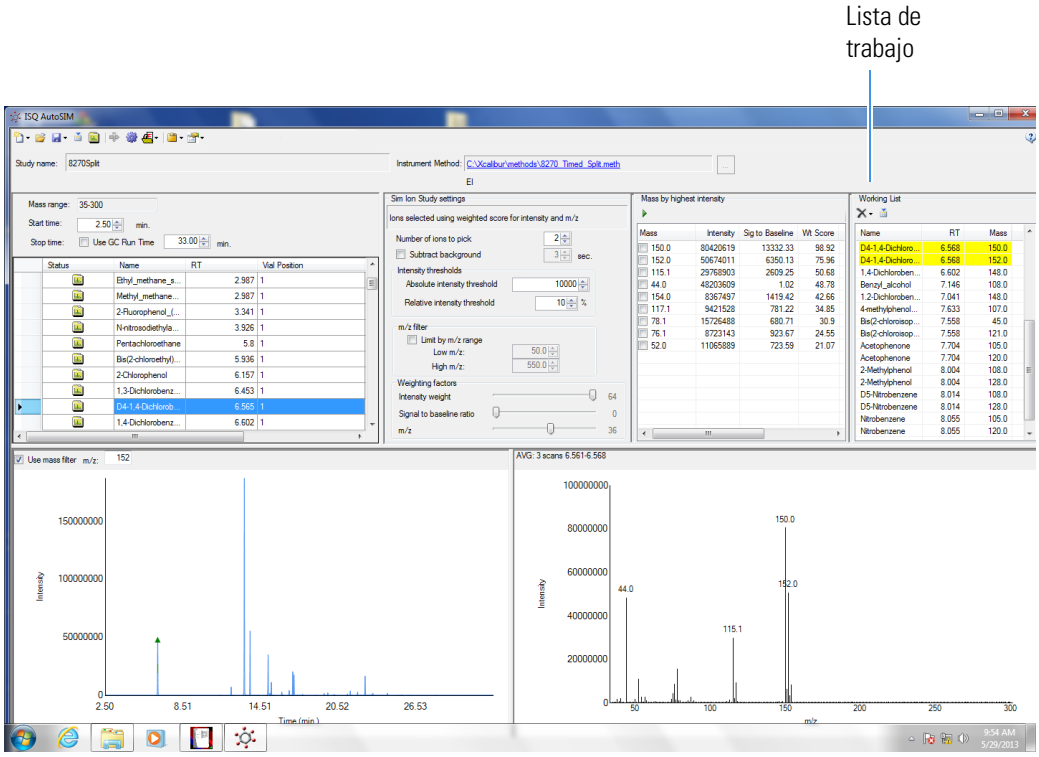
Nota La sustracción del fondo actualiza los iones del panel Mass by Highest Intensity (Masa por máxima intensidad).

Figura 129. Resultados del estudio en AutoSIM



21. Active la casilla de verificación situada junto a los iones de SIM que desea enviar a la lista de trabajo.
22. Haga clic en el icono de la flecha verde para transferir los iones de SIM que haya seleccionado a la lista de trabajo. Consulte la Figura 130.

Figura 130. Selección de iones de SIM

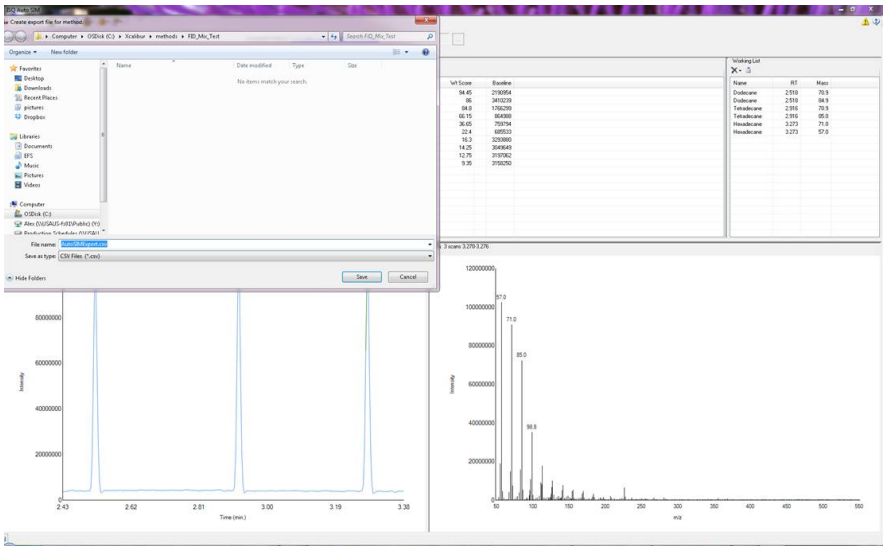


23. Repita este proceso para todos los compuestos.

Nota Puede seleccionar los iones de SIM activando la casilla de verificación situada junto a cada elemento en la lista de masas o enviándolos directamente a la lista de trabajo haciendo doble clic sobre el ion en la ventana de espectros.

24. Una vez que haya seleccionado todos los iones de SIM, vaya a **File** (Archivo) **| Save As** (Guardar como) y exporte el estudio de iones de SIM como archivo .csv. Consulte la Figura 131.

Figura 131. Exportar el estudio de iones de SIM

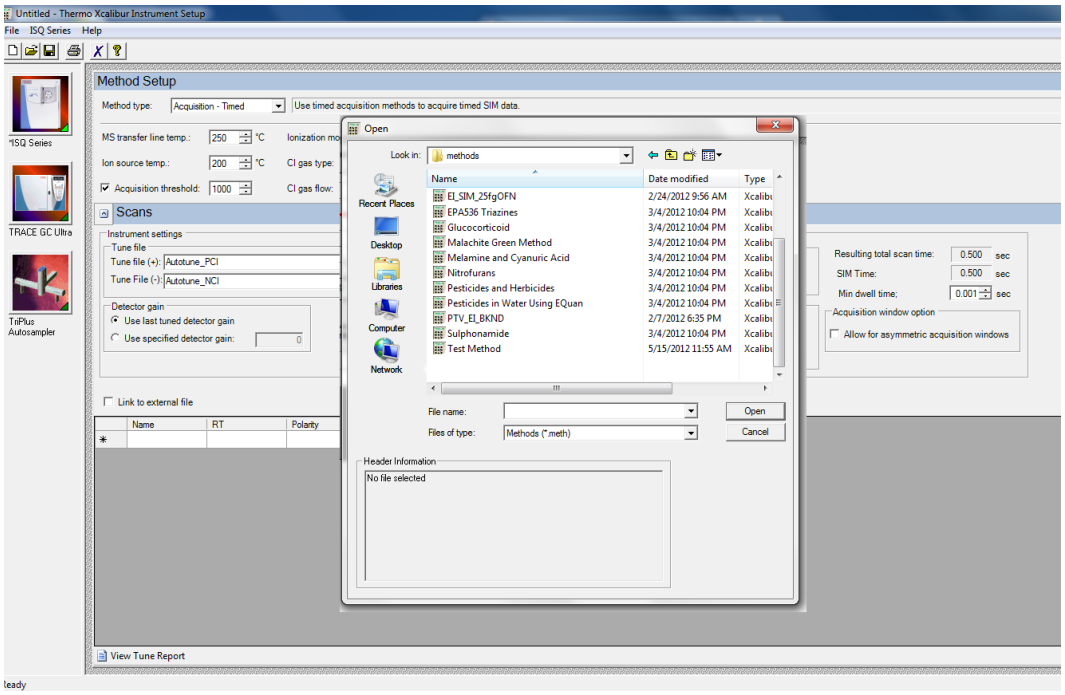


Importación de transiciones al editor de métodos

❖ **Para importar la lista de transiciones que ha creado en AutoSIM**

1. Abra el editor de métodos en el panel del sistema ISQ.
2. Abra su método en Xcalibur. Consulte la Figura 132.

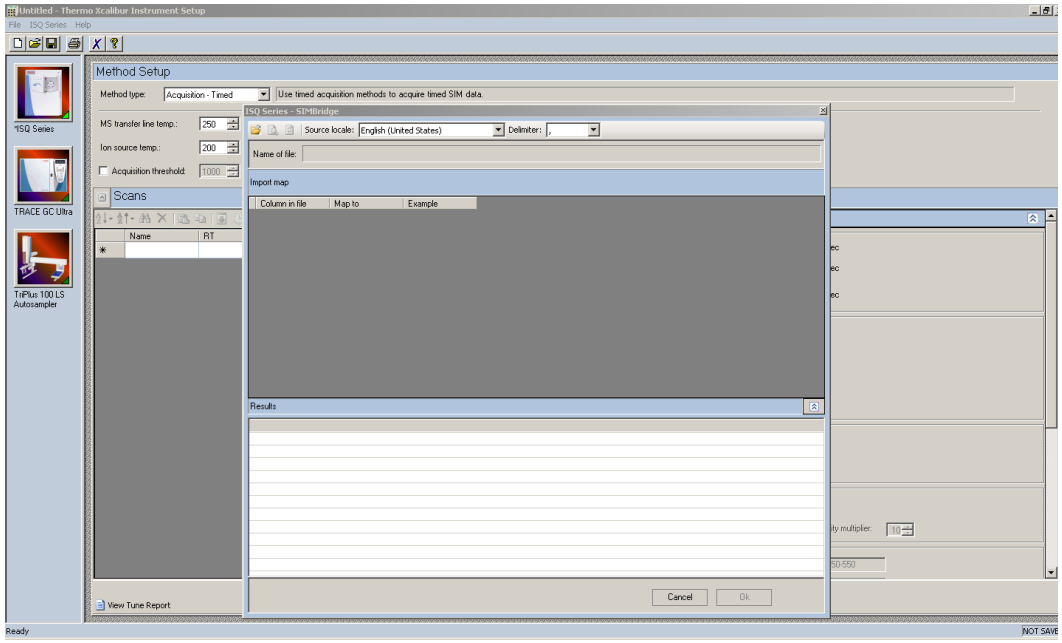
Figura 132. Apertura de Instrument Method (Método del instrumento) en Xcalibur



3. Si tiene el método deseado abierto en AutoSIM, haga clic en **Link to External File** (Enlazar a archivo externo) en el editor de métodos del sistema ISQ 7610 para abrir el método.

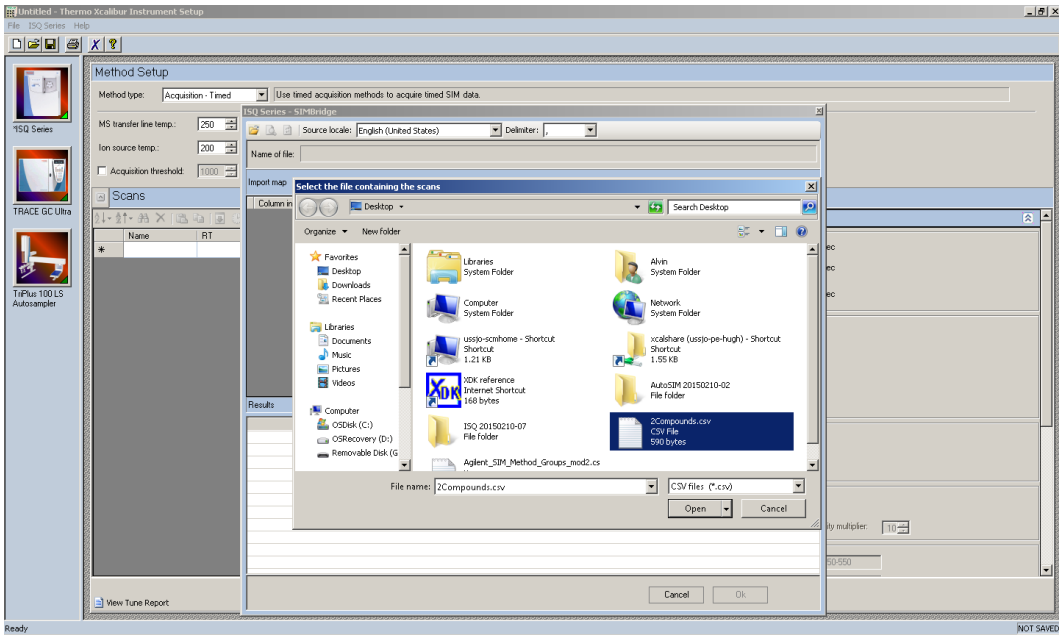
   a. Una vez que haya hecho clic en **Link to External File** (Vincular a un archivo externo), se abre el cuadro de diálogo **SIMBridge**. Escoja el idioma del archivo de método del menú desplegable **Source Locale** (Localización de la fuente).

Figura 133. Configuración del idioma de fuente de los archivos de método mediante SIMBridge



   b. Busque el archivo.

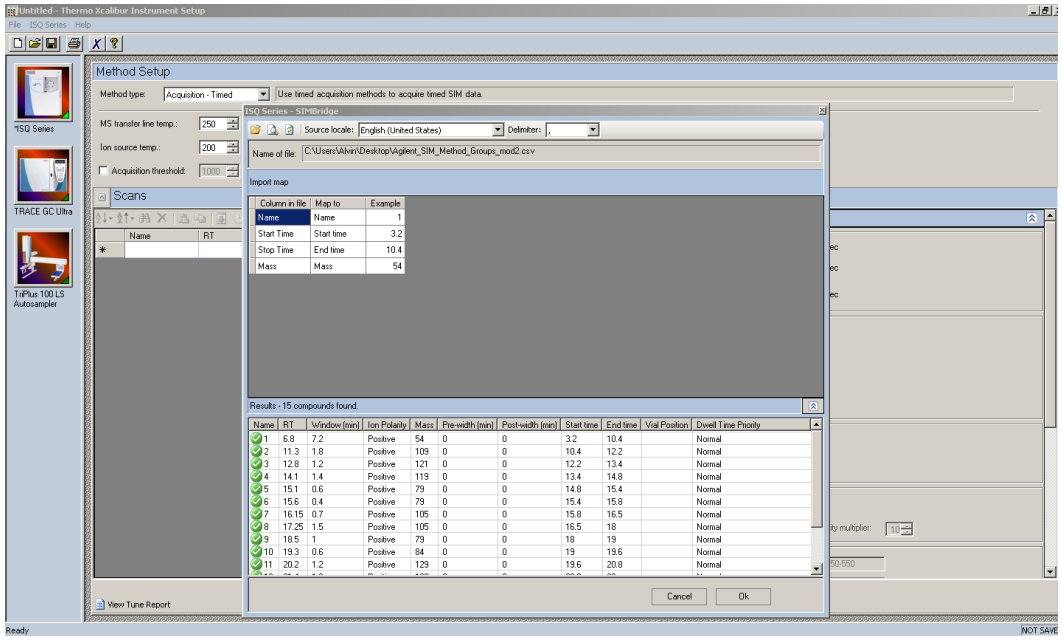
Figura 134. Vinculación a un archivo externo mediante SIMBridge



c. Haga clic en **Open** (Abrir) para abrir el método en SIMBridge.

d. Si es necesario, cambie los encabezados de método en el archivo original para que coincidan con los del editor de métodos. Una vez que se valide el método, aparecerá una marca de verificación verde.

Figura 135. Modificación de los encabezados de método en SIMBridge



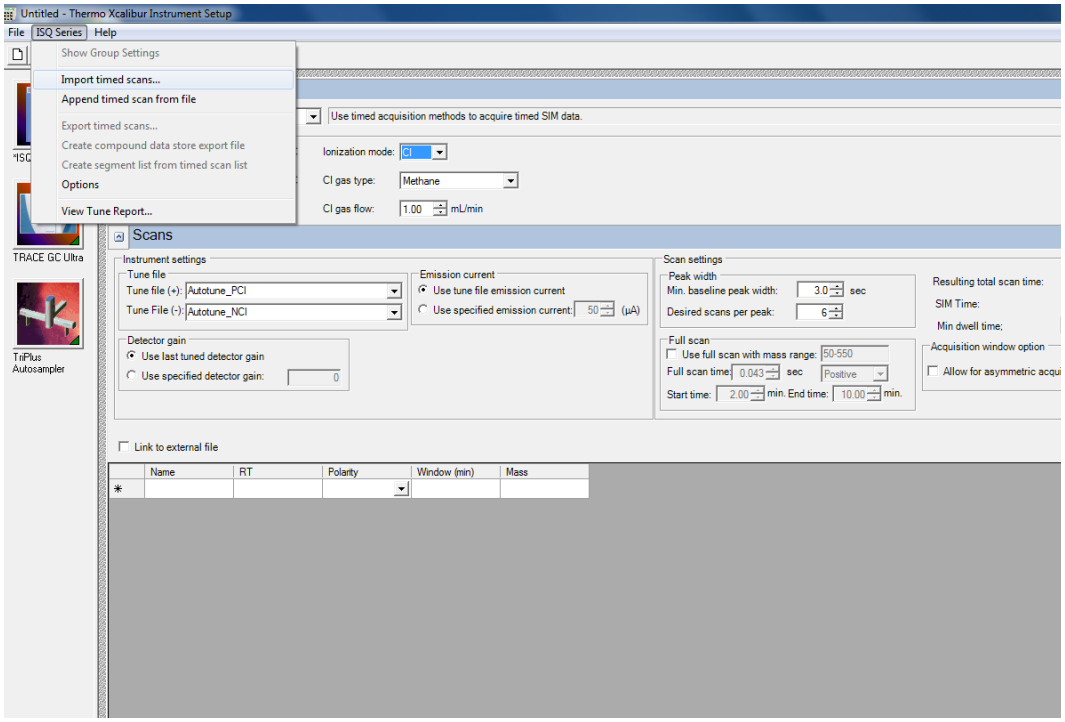
e. Haga clic en **Open** (Abrir) y se abrirá el método externo en el editor de métodos.

4. Haga clic en el icono del sistema ISQ 7610 en el panel lateral del editor de métodos.

5. Seleccione Acquisition-Timed (Adquisición-Temporizada) en el menú desplegable Method Type (Tipo de método).

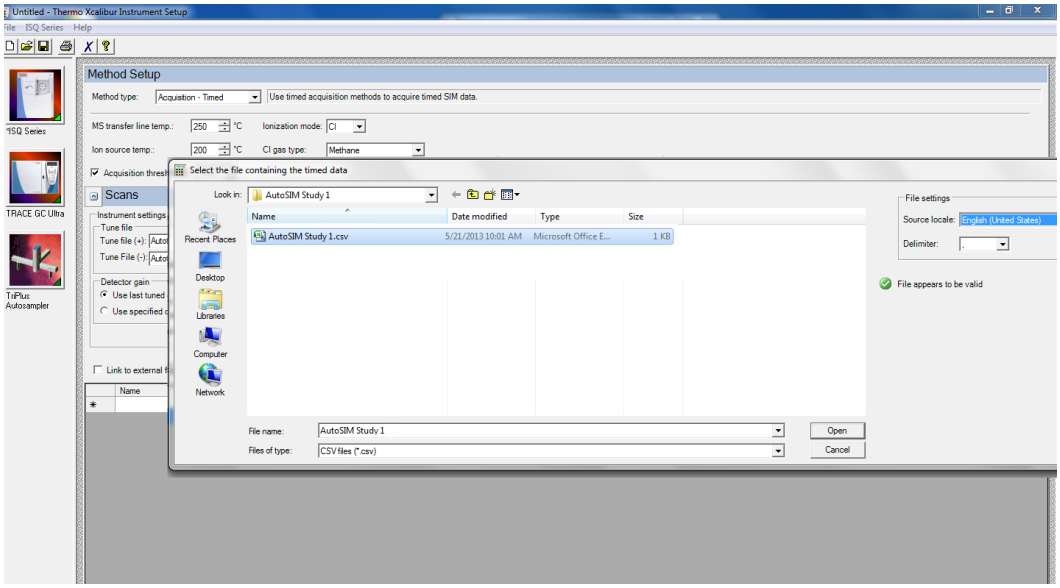
6. En el menú superior, seleccione **ISQ 7610 | Import Timed Scans** (Importar barridos temporizados). Consulte la Figura 136.

Figura 136. Selección del método Acquisition-Timed (Adquisición-Temporizada)



7. Vaya a la ubicación en la que guardó el archivo .csv que creó en AutoSIM. El software le indicará si el archivo .csv es válido. Consulte la Figura 137.

Figura 137. Vinculación a un archivo .csv externo



8. Haga clic en **Show analysis** (Mostrar análisis) y revise la lista importada de compuestos.
9. Configure los ajustes de barrido según sea necesario. Para obtener más información, consulte el apartado «Creación de métodos» en la página 67.

10. Una vez que esté conforme con su método, guárdelo.
11. Procese un conjunto de muestras para comprobar que el método satisface sus necesidades.

Determinar los iones de SIM en Chromeleon

La finalidad de un estudio de AutoSIM consiste en seleccionar los iones de SIM. Una vez que haya asignado nombres a los compuestos e introducido los números de vial y los tiempos de retención, AutoSIM le indica al sistema ISQ 7610 llevar a cabo un análisis de barrido completo en los compuestos.

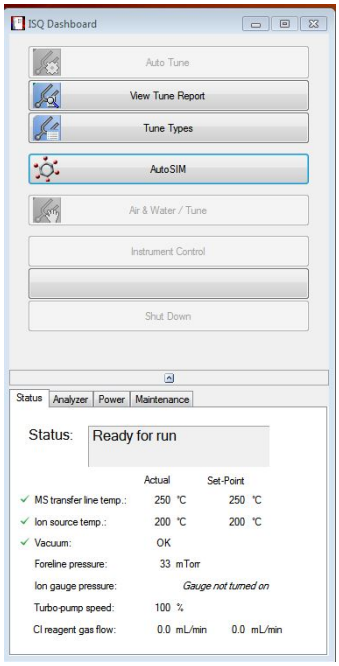
Una vez finalizado el análisis de barrido completo, AutoSIM muestra los picos cromatográficos resultantes y los espectros de barrido completo. A continuación, proporciona ajustes opcionales para clasificar los resultados de los iones de SIM.

Nota Deberá contar con estándares de concentración de rango medio (500 pg/µl-10 ng/µl) antes de configurar el método de AutoSIM.

❖ Para determinar los iones de SIM en AutoSIM

1. Haga clic en el botón AutoSIM, en el panel del sistema ISQ, para abrir la función AutoSIM. Consulte la Figura 119.

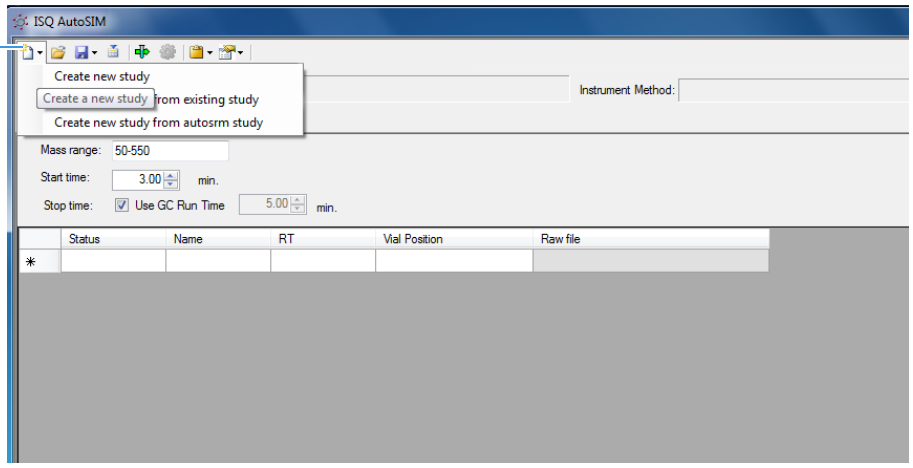
Figura 138. Acceso a AutoSIM en el panel del sistema ISQ



Nota Si la función User Management (Administrador de usuarios) está habilitada en Chromeleon, se abrirá el cuadro de diálogo de inicio de sesión cuando inicie AutoSIM. Introduzca los datos correspondientes en los campos User Name (Nombre de usuario) y Password (Contraseña) de Chromeleon para continuar.

2. Haga clic en el icono Create a New Study (Crear nuevo estudio) de la izquierda para crear un nuevo estudio.

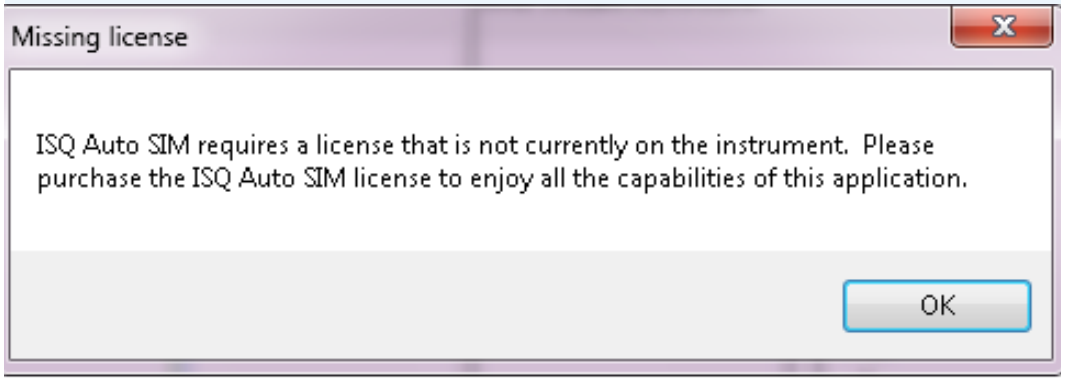
Figura 139. Nuevo estudio de AutoSIM



Icono Create a New Study (Crear nuevo estudio)

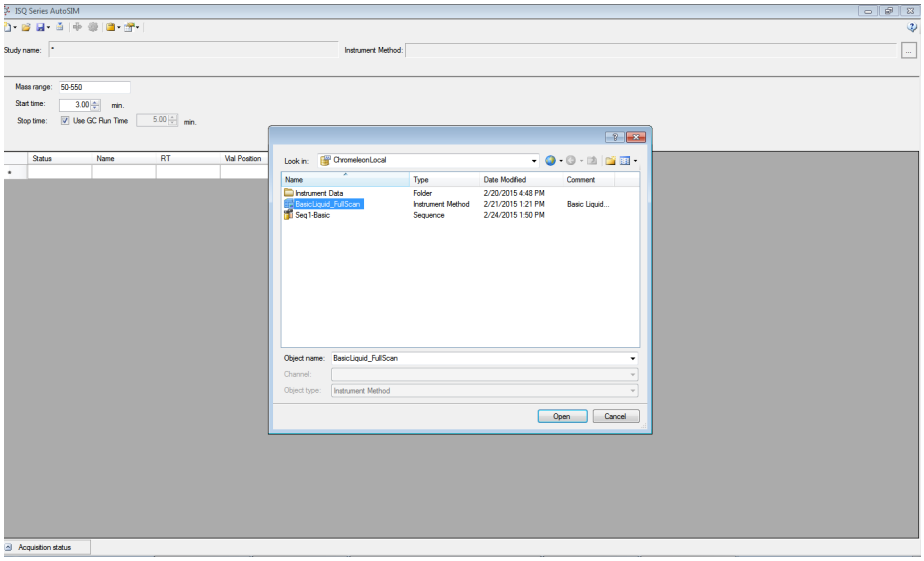
3. Se abre la ventana New study (Nuevo estudio).

Nota Si en algún momento aparece el mensaje de error que se muestra a continuación, diríjase a «Actualización del software» en la página 277 y siga las instrucciones para obtener la licencia de software.



4. Establezca un vínculo al archivo de método guardado del instrumento (el que creó mediante el editor de métodos del instrumento de Chromeleon) haciendo clic en el icono de los tres puntos situado junto a la ventana Instrument Method (Método del instrumento). Consulte la Figura 121.

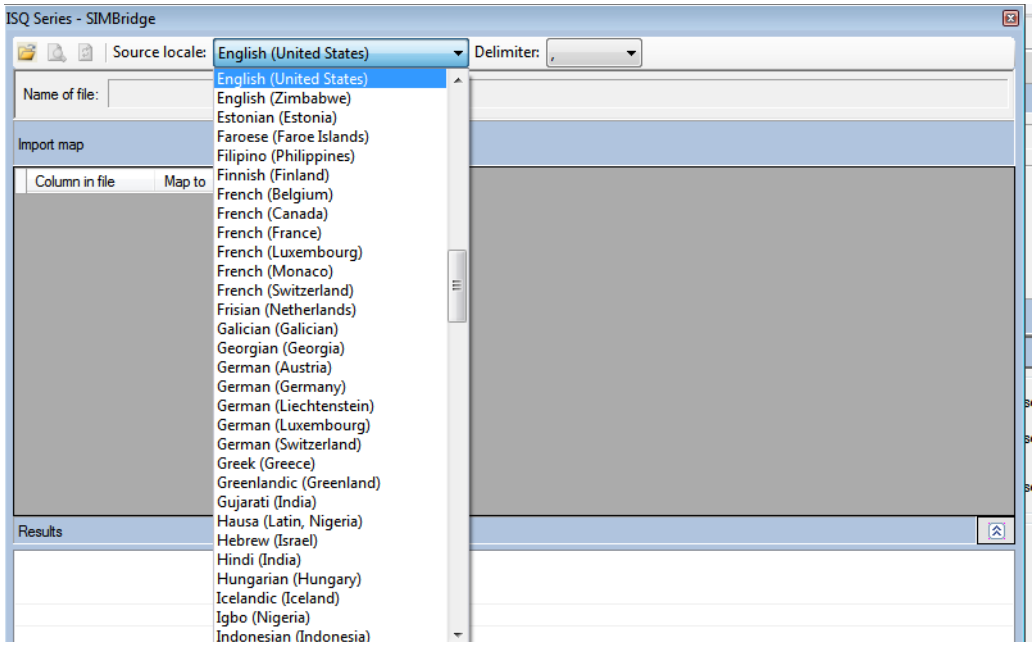
Figura 140. Recuperación de un método del instrumento



5. Si importa un archivo creado en otro sistema, deberá hacer clic en el icono Import (Importar). En caso contrario, seleccione un archivo de método del instrumento y haga clic en Open (Abrir).

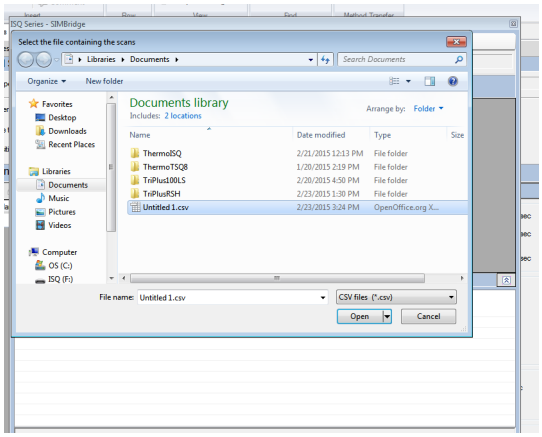
6. Se abrirá el cuadro de diálogo **SIMBridge**. Escoja el idioma del archivo de método del menú desplegable **Source Locale** (Localización de la fuente). Consulte la Figura 141.

Figura 141. Configuración del idioma de fuente de los archivos de método mediante SIMBridge



7. Haga clic en el icono File (Archivo). Se abre el cuadro de diálogo **Select the File Containing the Scans** (Seleccionar el archivo que contiene los barridos). Busque el archivo. Consulte la Figura 142.

Figura 142. Vinculación a un archivo externo mediante SIMBridge



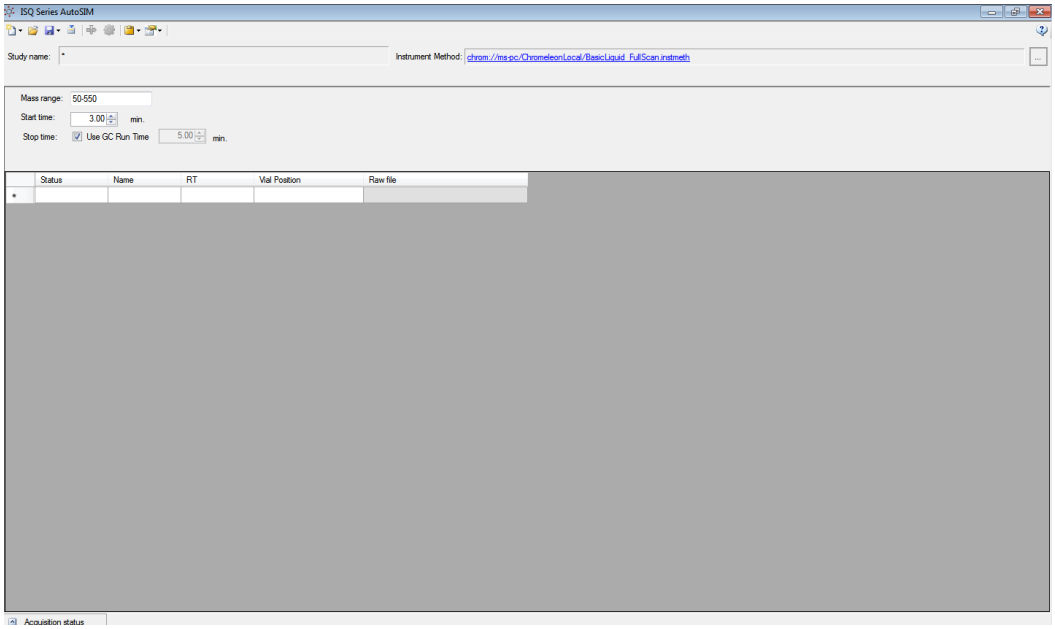
8. Haga clic en **Open** (Abrir) para abrir el método en SIMBridge.

9. Si es necesario, cambie los encabezados de método en el archivo original para que coincidan con los del editor de métodos. Una vez que se valide el método, aparecerá una marca de verificación verde.

10. Se abrirá el método en AutoSIM. AutoSIM usará los parámetros del cromatógrafo de gases y el muestreador automático de este archivo de método. Puede definir el intervalo de masas, la hora de inicio y la hora de parada. Consulte la Figura 122.

    Los cambios que lleve a cabo en su método de espectrómetro de masas prevalecerán sobre los ajustes del editor de métodos.

Figura 143. Ajuste de la configuración

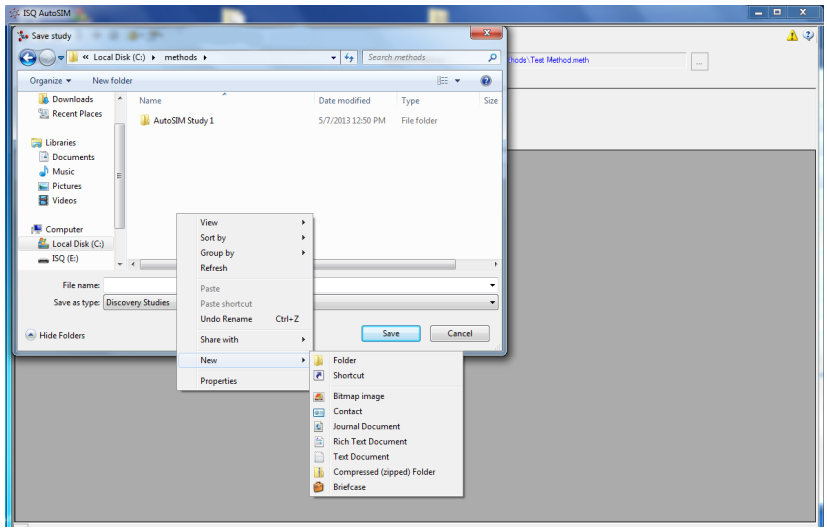


11. Introduzca el nombre del compuesto, el tiempo de retención aproximado y el número de vial de cada compuesto que desee optimizar. Si ya dispone de un método para procesar los datos de barrido completo, puede importar los compuestos desde un archivo externo. Los nombres y los tiempos de retención aparecerán en la lista de compuestos y su ion primario de cuantificación se mostrará en el cuadro de filtro de masas una vez que se adquieran los datos del barrido completo.

12. Guarde el estudio.

Sugerencia Cree una carpeta para todos los archivos asociados al estudio de AutoSIM. De lo contrario, los archivos de los resultados del estudio se acumularán en la carpeta general del método del instrumento. Consulte la Figura 123.

Figura 144. Creación de una carpeta del estudio de AutoSIM



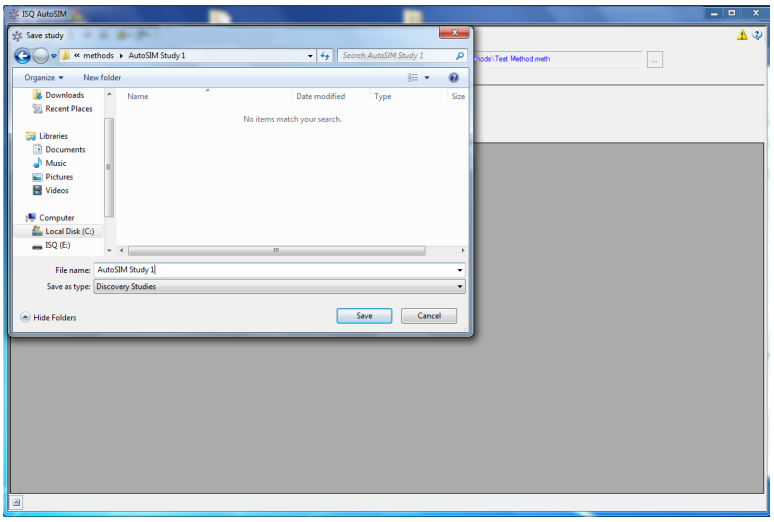
13. Abra la carpeta.

14. Asigne un nombre al archivo del estudio.

15. Guárdelo en la carpeta correspondiente. Consulte la Figura 124.

Nota Todos los archivos generados por AutoSIM, incluidos los archivos de datos sin procesar, se guardarán en la misma carpeta en la que guarde el archivo del estudio. Para simplificar el flujo de trabajo, cree una carpeta específica para su estudio.

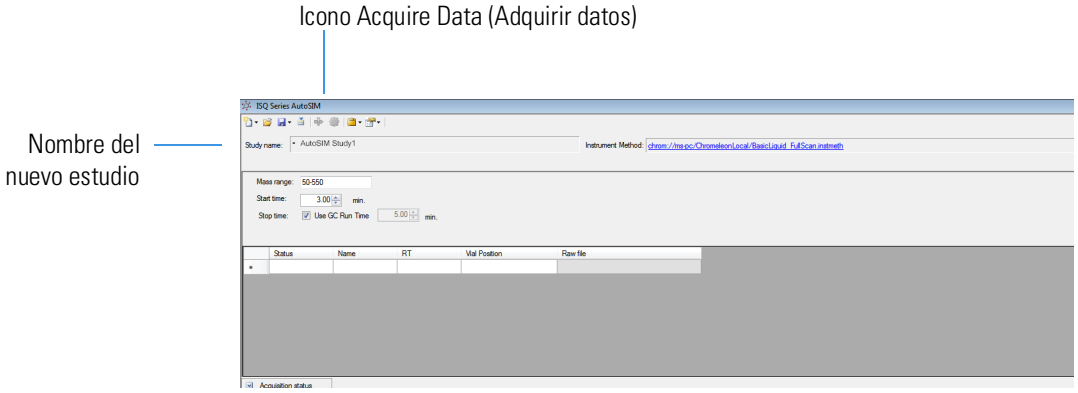
Figura 145. Guardado de un estudio de AutoSIM



16. Se cierra la ventana de Windows Explorer.

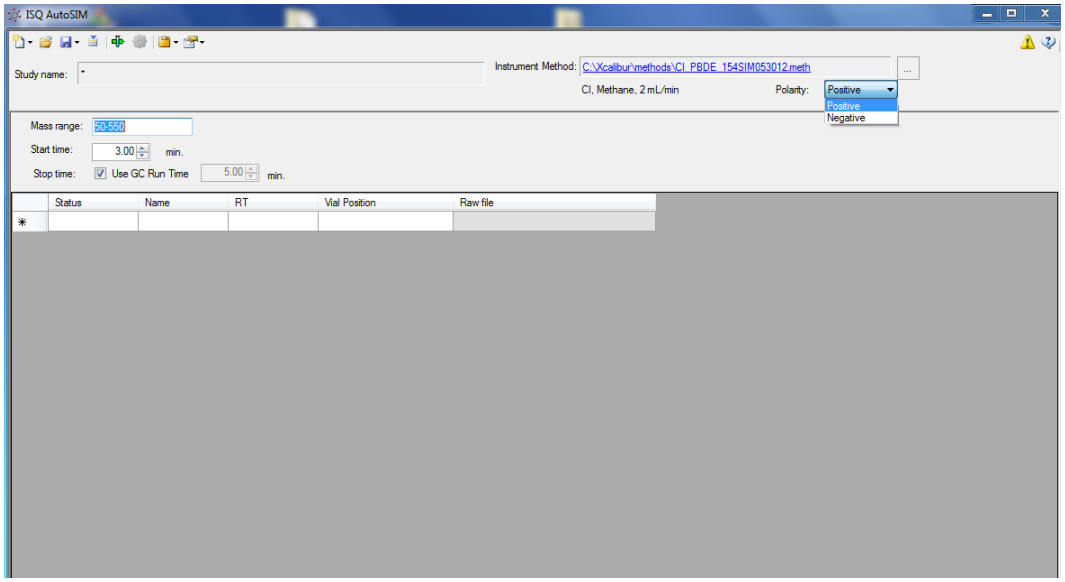
17. El nombre del estudio de AutoSIM será el que haya asignado. Consulte la Figura 125.

Figura 146. Recopilación de datos de adquisición



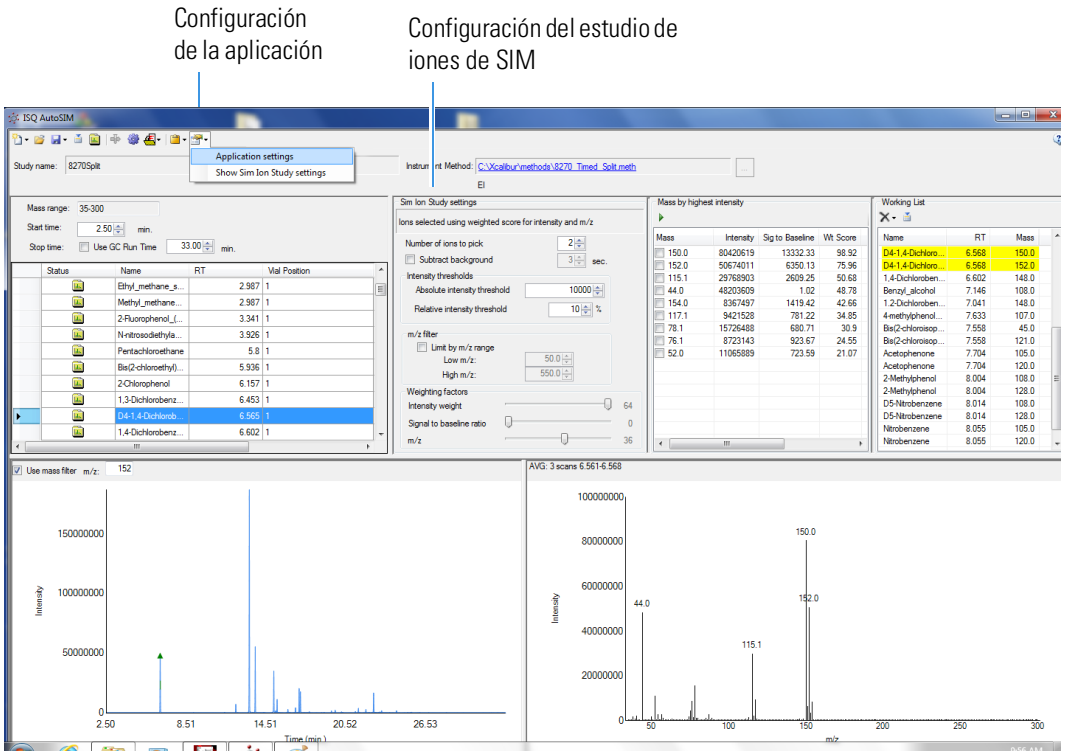
18. (Solo en el caso de CI) Si está ejecutando un estudio de ionización química (Chemical Ionization, CI), seleccione **Positive** (Positiva) o **Negative** (Negativa) del menú desplegable **Polarity** (Polaridad). Consulte la Figura 126.

Figura 147. Configuración de la polaridad de iones en un método de CI



19. Para acceder a las opciones de la configuración del ion de SIM, haga clic en el icono **Application settings** (Configuración de la aplicación) y seleccione **Sim Ion Study settings** (Configuración del estudio de iones de SIM) para abrir el cuadro correspondiente. Consulte la Figura 127.

Figura 148. Configuración de la aplicación y configuración del estudio de iones de SIM



20. De manera predeterminada, los iones de SIM se clasifican según su máxima intensidad. En el cuadro SIM Ion Study Settings (Configuración de estudio de iones de SIM), puede seleccionar los iones de SIM a partir de los siguientes criterios.

    a. **Number of Ions to Pick** (Número de iones a elegir): permite seleccionar el número de iones de SIM que se elegirán para cada compuesto.

    b. **Subtract Background** (Sustraer fondo): si activa esta casilla, se sustraerá el fondo del espectro. La sustracción del fondo puede reducir el ruido de la línea de base automáticamente del pico seleccionado. Esto le ayudará a identificar los compuestos objetivo, definir las intensidades e incluso reducir el sangrado de la columna. Si la sustracción automática de fondo no es adecuada (es decir, debido a picos coeluyentes), podrá optar por sustraer manualmente el fondo de cada compuesto por separado haciendo clic en el botón derecho del ratón sobre el cromatograma y, a continuación, resaltando el barrido o los barridos que se usarán para la sustracción.

    c. **Intensity Thresholds** (Umbrales de intensidad): le permite escoger distintos niveles de intensidad.

        i. **Absolute Intensity Threshold** (Umbral de intensidad absoluta): define el rango de intensidad en el que deben estar todos los iones antes de que se seleccionen como candidatos de iones de SIM. Todos los iones deben tener una intensidad superior a esta para que se puedan seleccionar como candidatos de iones de SIM.

        ii. **Minimum Intensity Threshold** (Umbral de intensidad mínima): define la intensidad mínima de un ion que será candidato a formar parte de la lista de iones de SIM. Los iones deben contar con una abundancia relativa igual o superior a este porcentaje para que se seleccionen como candidatos de iones de SIM.

d. **Limit by *m/z* Range** (Limitar por rango de m/z): active esta casilla de verificación y defina el *m/z* bajo y el *m/z* alto para limitar la lista de selección de iones de SIM a determinadas masas dentro del intervalo de barrido definido.

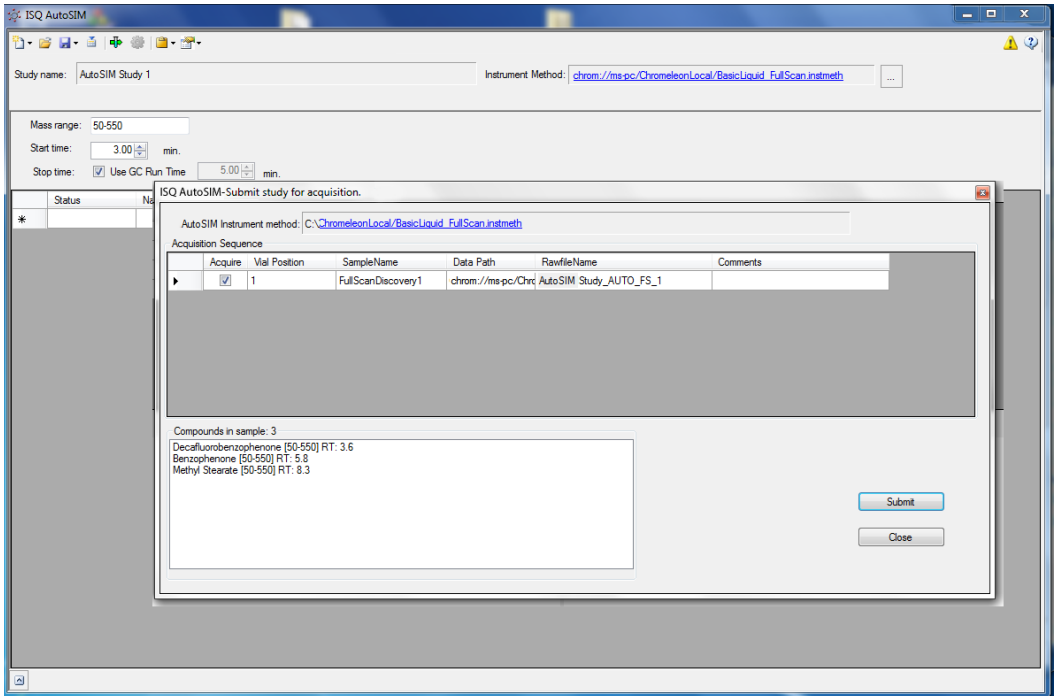
e. **Weighting Factors** (Factores de ponderación): utilice las barras de desplazamiento y las casillas de verificación para definir los valores que desea proporcionar a cada configuración de estudio de iones de SIM.

21. Haga clic en el icono **Acquire data** (Adquirir datos) para analizar sus muestras. Consulte la Figura 125.

Nota AutoSIM calcula el número de inyecciones necesarias según la lista de compuestos y las posiciones de los viales que haya asignado.

22. Se abre la ventana Submit Study for Acquisition (Enviar estudio a adquisición). Consulte la Figura 128.

Figura 149. Enviar un estudio a la fase de adquisición



23. Haga clic en **Submit** (Enviar) para enviar las muestras al instrumento.

El estudio de AutoSIM se añadirá a la cola de secuencia de Chromeleon. Chromeleon llevará a cabo una comprobación para confirmar que el instrumento está listo para funcionar y que el método del instrumento no tiene ningún error. Si dicha comprobación tiene un resultado válido, se iniciará el ciclo.

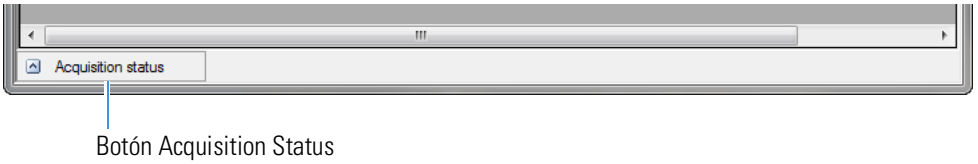
Nota Si el ciclo no se inicia automáticamente una vez que haya hecho clic en Submit (Enviar), revise los mensajes de la comprobación de Chromeleon que aparecen en el panel de resumen de adquisiciones del cuadro de diálogo Submit (Enviar). Cierre el cuadro de diálogo Submit (Enviar), corrija los errores y vuelva a enviar el estudio.

Si aparece el siguiente mensaje de la comprobación: «The instrument is currently in "Hold" condition» (El instrumento se encuentra actualmente en espera), siga estos pasos para reactivarlo:

- En el panel Acquisition Status (Estado de adquisición) que se describe a continuación, haga clic en el botón **Command** (Comando).
- En la ventana Command (Comando), haga clic en el icono System (Sistema). En la lista Properties (Propiedades), seleccione **HoldMode** (Modo «En espera») **Off** (Desactivado) y pulse la tecla INTRO.

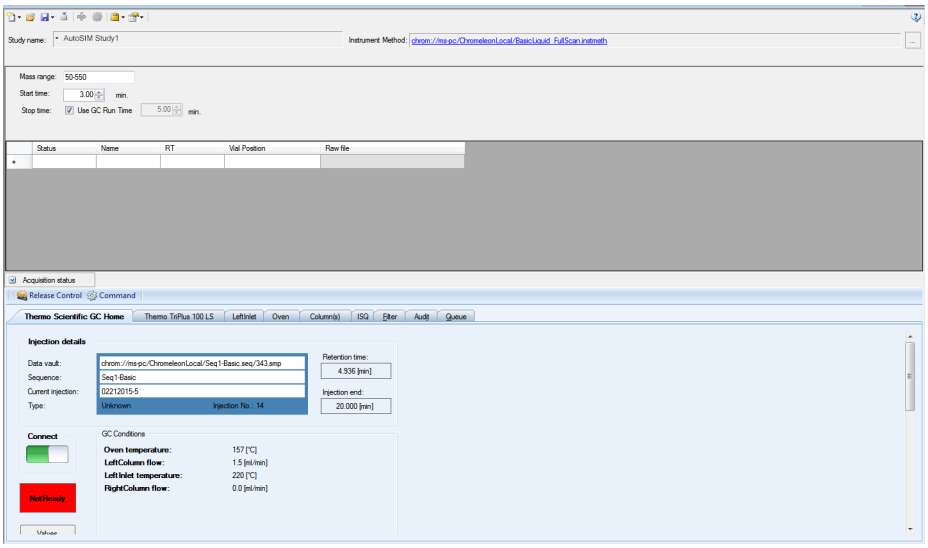
24. En el panel Acquisition Status (Estado de adquisición), aparecerá información relativa al estado del instrumento en uso. Si el panel no se muestra, pulse el botón **Acquisition status** (Estado de adquisición). Consulte la Figura 150.

Figura 150. Visualización del panel Acquisition Status (Estado de adquisición)



El panel contiene un conjunto de ePaneles de Chromeleon que puede usar para monitorizar el estado de las inyecciones de AutoSIM. Consulte la Figura 151. También puede utilizar este conjunto de ePaneles para monitorizar los dispositivos configurados en el instrumento y para ver el estado de la cola de secuencia de Chromeleon. Para obtener más detalles sobre los conjuntos de ePaneles de Chromeleon, consulte la sección de ayuda de Chromeleon.

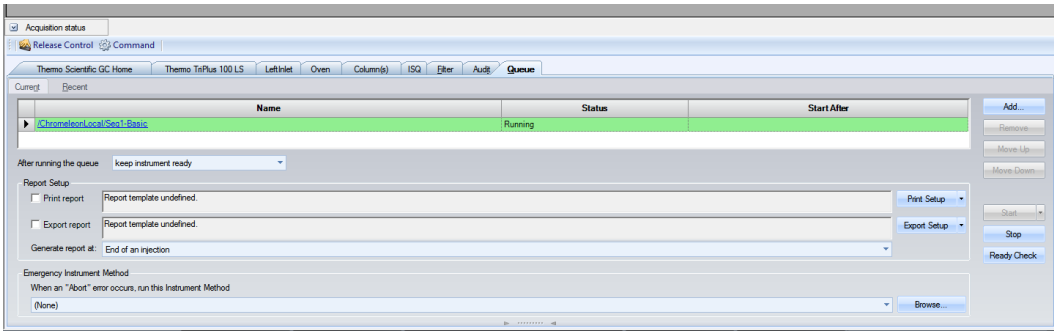
Figura 151. Ver el estado del instrumento en el ePanel Home (Inicio)



25. Para obtener una vista general del estado del ciclo, haga clic en la pestaña **Home** (Inicio). Para monitorizar o controlar un dispositivo configurado (espectrómetro de masas, detector, horno, etcétera), haga clic en la pestaña correspondiente al dispositivo.

26. Para ver el estado de la cola, detenerla o iniciarla, haga clic en la pestaña **Queue** (Cola). Consulte la Figura 152.

Figura 152. Ver el estado de la cola en el ePanel Queue (Cola)



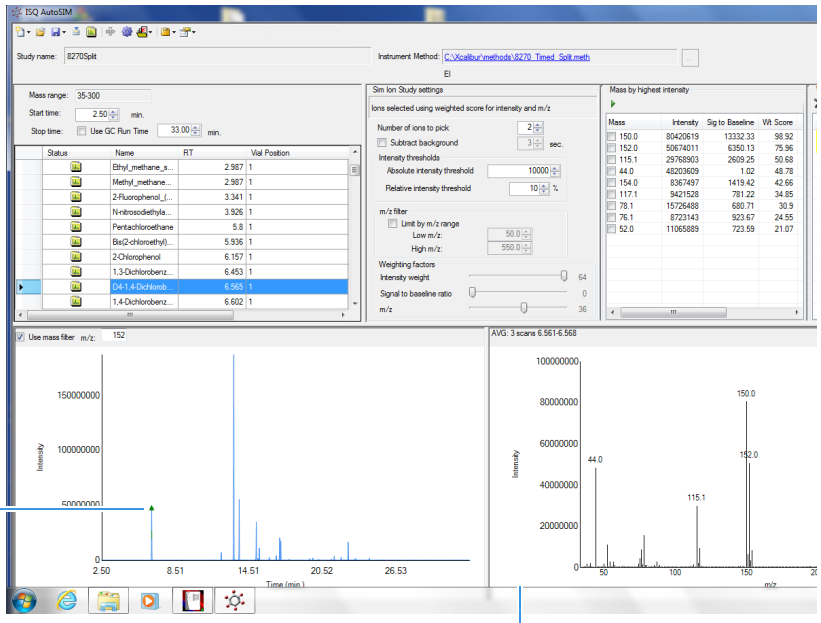
Una vez que las muestras hayan terminado de procesarse, el software analizará los datos.

27. Los resultados se muestran en la ventana de AutoSIM. Consulte la Figura 129.

    Los resultados que aparecen corresponden al pico que está cubierto con un triángulo verde. El panel Mass by Highest Intensity (Masa por máxima intensidad) contiene una lista de los iones de máxima intensidad en el tiempo de retención indicado.

> **Nota** La sustracción del fondo actualiza los iones del panel Mass by Highest Intensity (Masa por máxima intensidad).

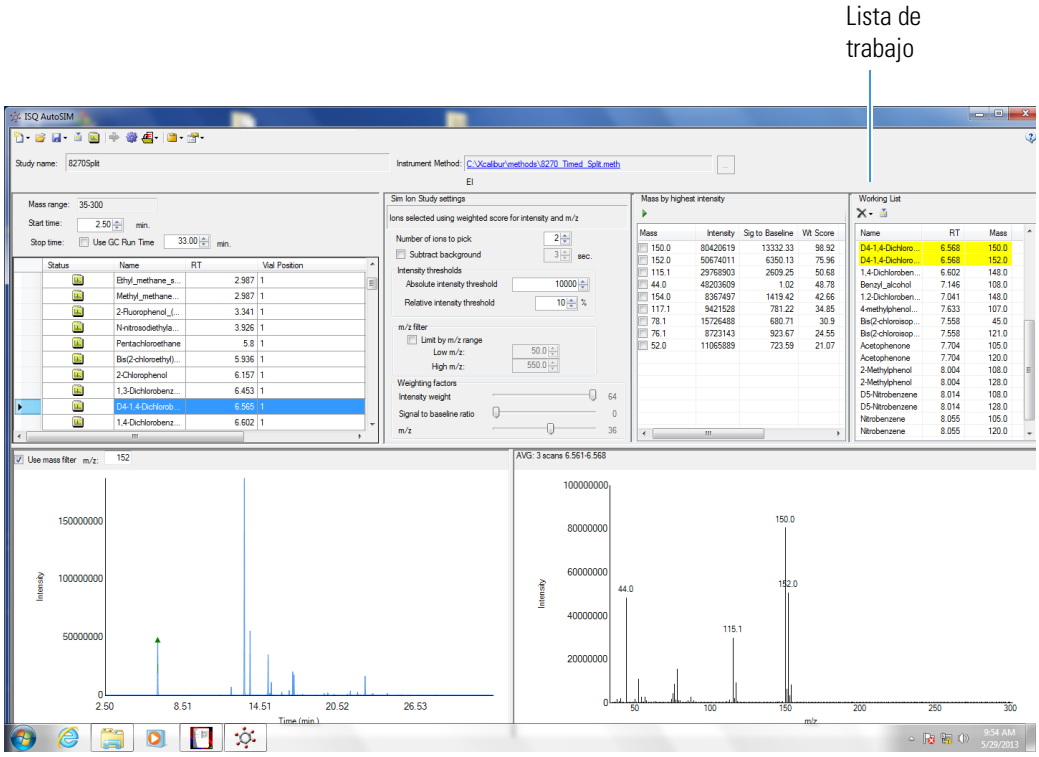
Figura 153. Resultados del estudio en AutoSIM



28. Active la casilla de verificación situada junto a los iones de SIM que desea enviar a la lista de trabajo.

29. Haga clic en el icono de la flecha verde para transferir los iones de SIM que haya seleccionado a la lista de trabajo. Consulte la Figura 130.

Figura 154. Selección de iones de SIM

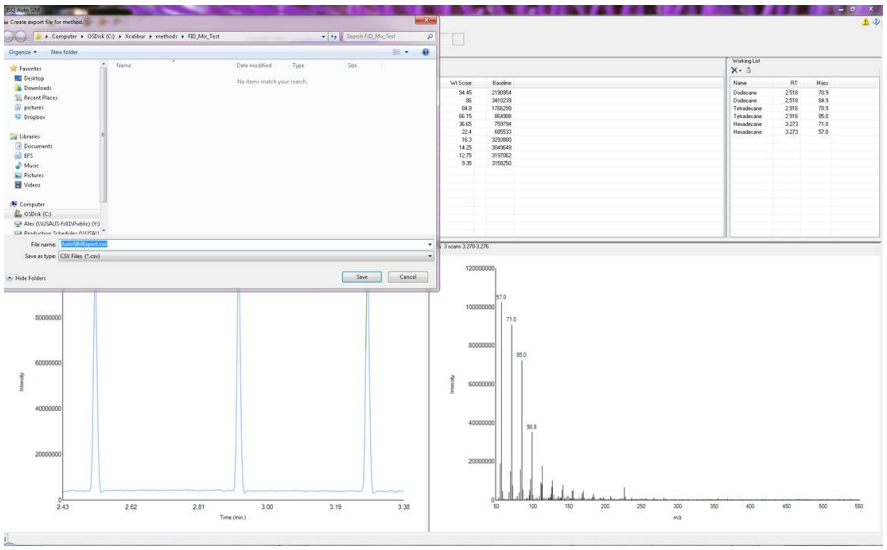


30. Repita este proceso para todos los compuestos.

Nota Puede seleccionar los iones de SIM activando la casilla de verificación situada junto a cada elemento en la lista de masas o enviándolos directamente a la lista de trabajo haciendo doble clic sobre el ion en la ventana de espectros.

31. Una vez que haya seleccionado todos los iones de SIM, vaya a **File** (Archivo) **| Save As** (Guardar como) y exporte el estudio de iones de SIM como archivo .csv. Consulte la Figura 131.

Figura 155. Exportar el estudio de iones de SIM



Importación de transiciones al editor de métodos del instrumento de Chromeleon

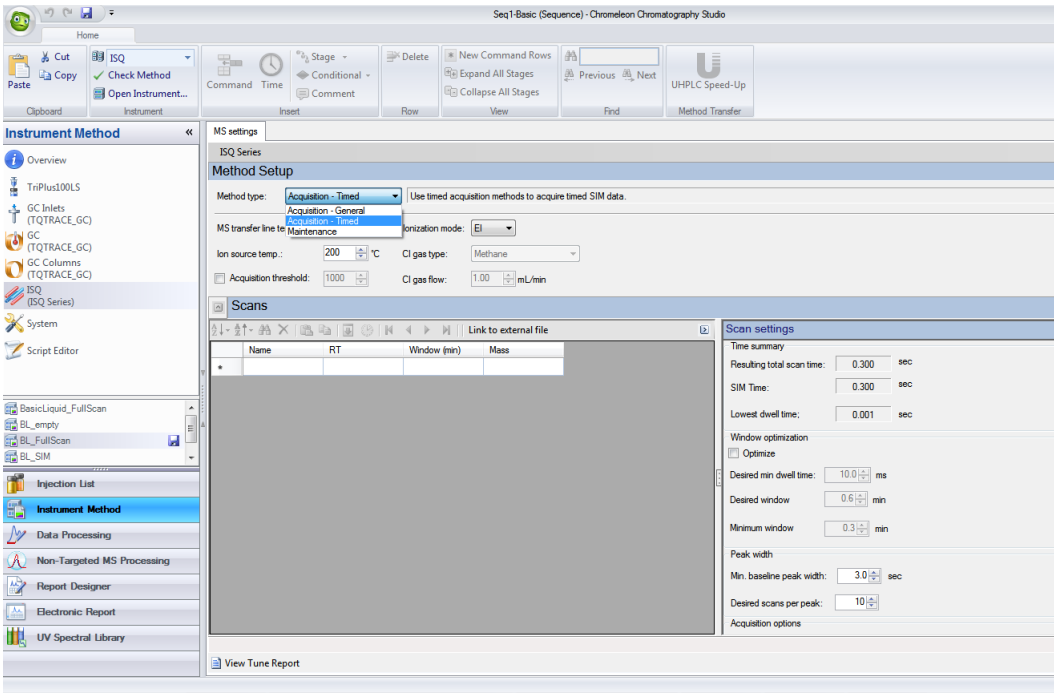
❖ **Para importar la lista de transiciones que ha creado en AutoSIM**

1. Abra el editor de métodos del instrumento de Chromeleon.

Sugerencia Haga clic en el enlace del cuadro Instrument Method (Método del instrumento) en AutoSIM para abrir Chromeleon.

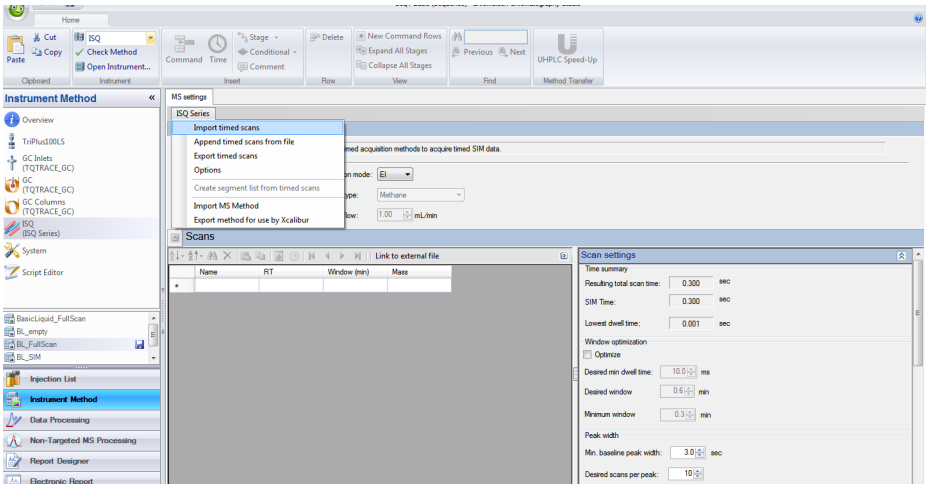
2. Seleccione el tipo de método **Acquisition–Timed** (Adquisición-Temporizada).

Figura 156. Apertura de Instrument Method (Método del instrumento) en Xcalibur



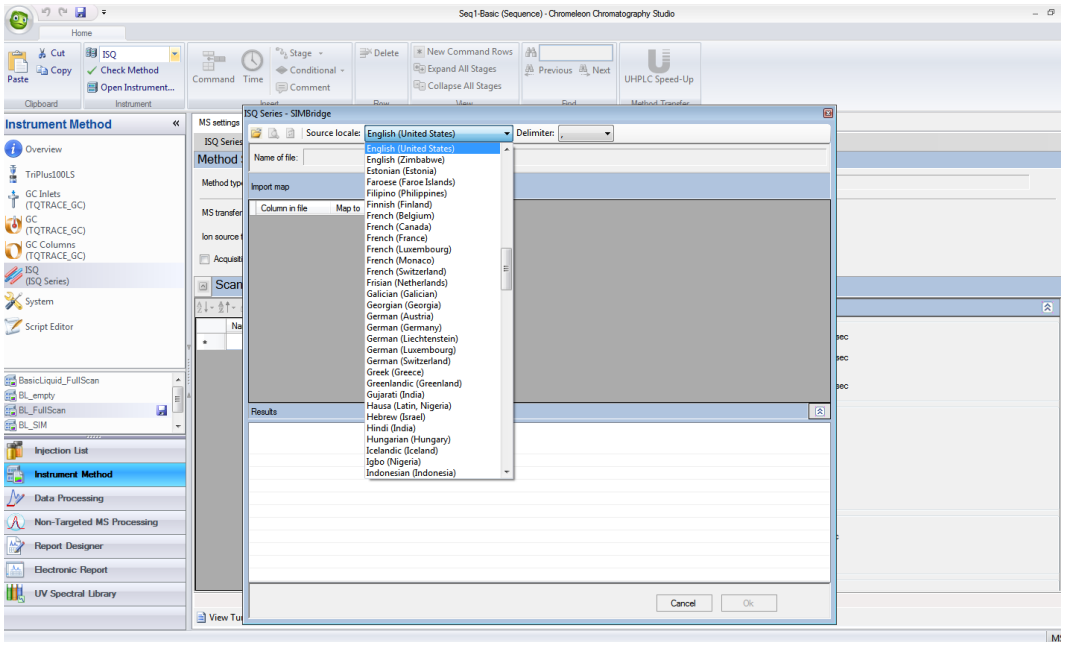
3. En el panel **MS Settings** (Configuración del MS), seleccione **ISQ 7610 > Import Timed Scans** (Importar barridos temporizados).

Figura 157. Importación de barridos temporizados



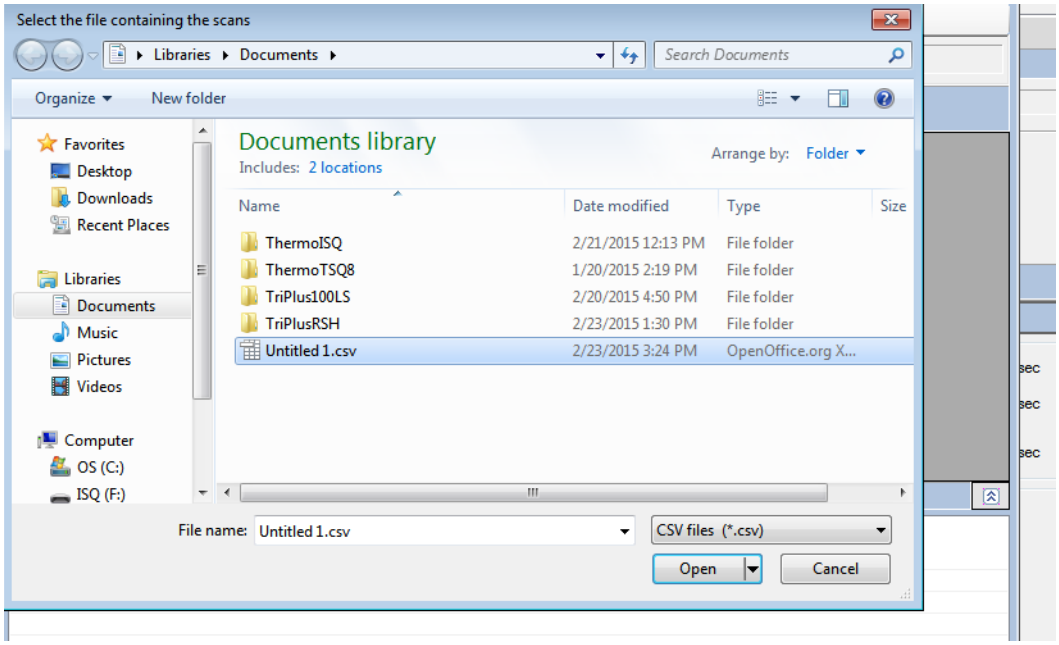
4. Se abrirá el cuadro de diálogo **SIMBridge**. Escoja el idioma del archivo de método del menú desplegable **Source Locale** (Localización de la fuente).

Figura 158. Configuración del idioma de fuente de los archivos de método mediante SIMBridge



5. Busque el archivo.

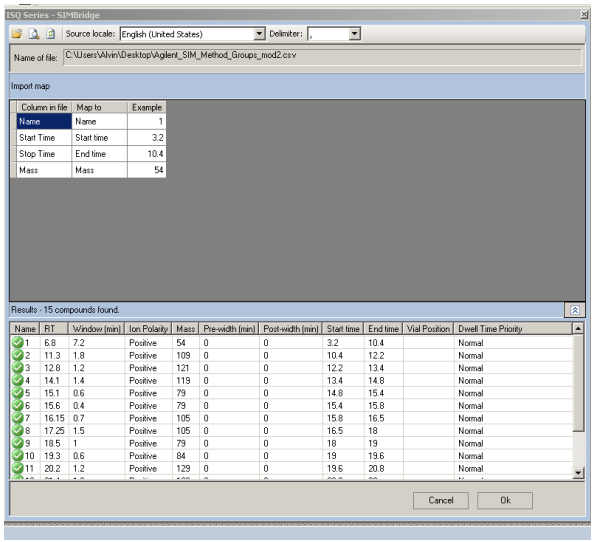
Figura 159. Vinculación a un archivo externo mediante SIMBridge



6. Haga clic en **Open** (Abrir) para abrir el método en SIMBridge.

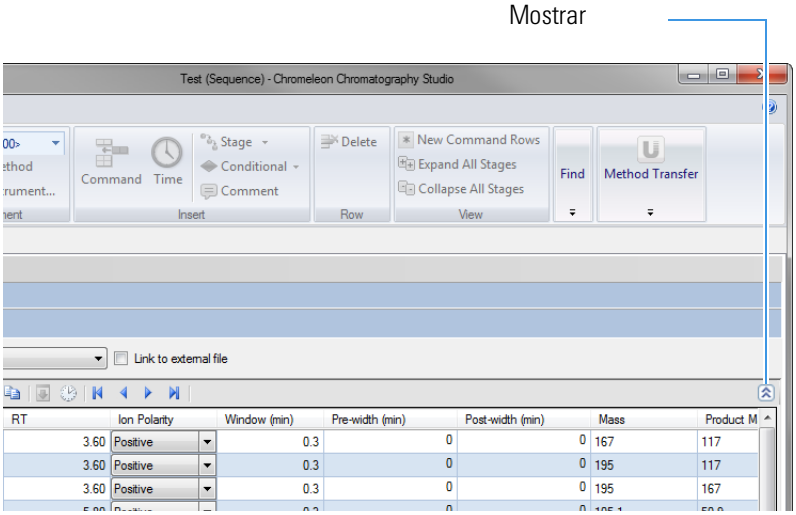
7. Si es necesario, cambie los encabezados de método en el archivo original para que coincidan con los del editor de métodos. Una vez que se valide el método, aparecerá una marca de verificación verde.

Figura 160. Modificación de los encabezados de método en SIMBridge



8. Haga clic en **Open** (Abrir) y se abrirá el método externo en el editor de métodos del instrumento de Chromeleon.
9. Haga clic en el icono del sistema ISQ 7610 en el panel lateral del editor de métodos.
10. Haga clic en **Show analysis** (Mostrar análisis) y revise la lista importada de compuestos.

Figura 161. Selección de la opción Show analysis (Mostrar análisis)



11. Configure los ajustes de barrido según sea necesario. Para obtener más información, consulte el apartado «Creación de métodos» en la página 67.
12. Una vez que esté conforme con su método, guárdelo.
13. Procese un conjunto de muestras para comprobar que el método satisface sus necesidades.

6

Análisis de muestras

En este capítulo se describe cómo preparar una muestra y ejecutar una secuencia.

Índice

- Preparación de la muestra
- Ejecución de una secuencia en el software Xcalibur
- Ejecución de una secuencia en el software Chromeleon

Preparación de la muestra

El objetivo principal de la preparación de las muestras es reducir la cantidad de contaminantes no deseados en una muestra o aumentar la fiabilidad de la detección de determinadas sustancias mediante muestras. Por ello, es importante que prepare sus muestras de forma que aumente la abundancia relativa de los compuestos que desee analizar y reduzca la abundancia relativa de aquellos que no son de su interés. Consulte el procedimiento de funcionamiento estándar (SOP) del laboratorio para obtener información sobre el método de preparación de una muestra concreta.

Existen distintos disolventes que se utilizan para disolver diferentes compuestos. Es fundamental que escoja un disolvente que disolverá los compuestos que desea analizar. A la hora de disolver la muestra, el disolvente debe ser compatible con la fase estacionaria de la columna del cromatógrafo de gases.

Una vez que la muestra esté preparada, puede transferirla a un vial sellado para, posteriormente, inyectarla en el cromatógrafo de gases. Es importante utilizar un vial sellado para que el disolvente no se evapore y la concentración de la muestra no varíe.

Ejecución de una secuencia en el software Xcalibur

Una vez que haya preparado las muestras, puede usar Xcalibur para procesarlas. Xcalibur utiliza una secuencia (tareas del sistema ISQ 7610) para preparar los instrumentos para la adquisición de datos, monitorizar la inyección y controlar la recogida de datos del cromatógrafo de gases/espectrómetro de masas.

Se puede usar una secuencia para adquirir datos a partir de una muestra o para preparar el sistema para las tareas de mantenimiento.

❖ Para ejecutar una nueva secuencia de procesamiento de muestras

1. Haga doble clic en el icono del software Xcalibur del escritorio del ordenador.
2. En la ventana Xcalibur Roadmap (Hoja de ruta de Xcalibur), haga clic en el icono **Sequence Setup** (Configuración de la secuencia).

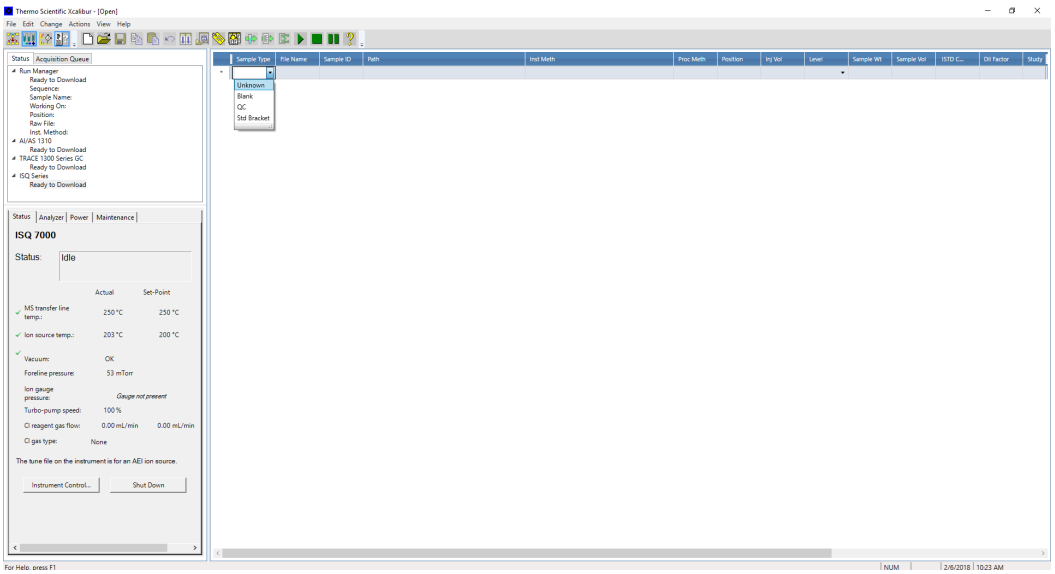
Figura 162. Configuración de secuencias en Xcalibur



3. En la ventana **Sequence Setup** (Configuración de la secuencia), haga clic en la primera fila de la columna **Sample Type** (Tipo de muestra) y seleccione un tipo de muestra del menú desplegable. Si está desarrollando un método analítico, seleccione Unknown (Desconocido). Los otros tipos de muestras requieren un método de cuantificación.

Nota Para abrir una secuencia existente, puede seleccionar **File** (Archivo) **| Open** (Abrir) del menú principal o hacer clic en el icono y buscar la secuencia.

Figura 163. Introducir el tipo de muestra



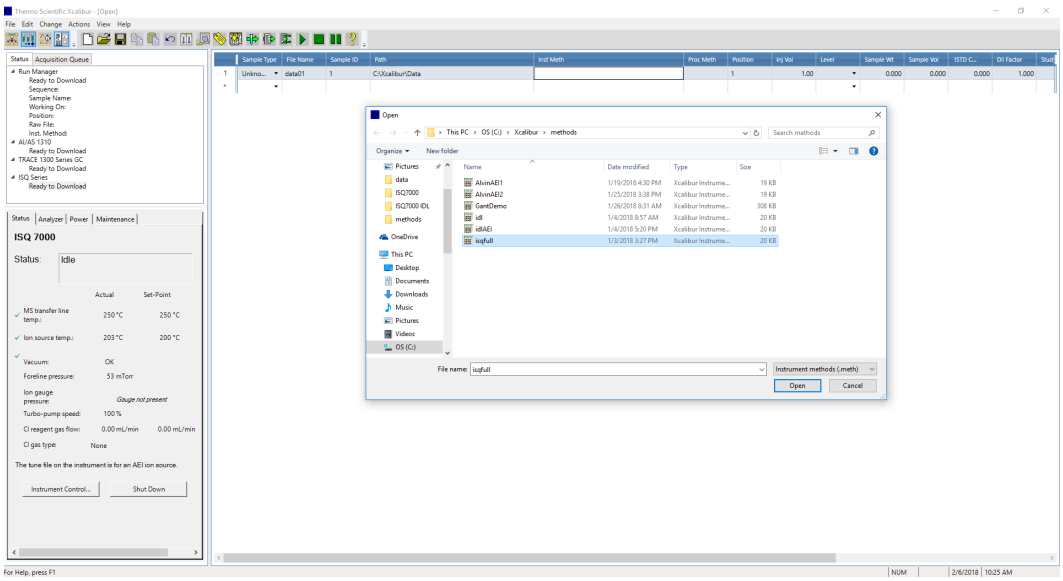
Una vez que haya seleccionado el tipo de muestra, aparecerá automáticamente cierta información predeterminada en algunas de las columnas restantes. También puede hacer clic con el botón derecho del ratón en el campo para eliminar, copiar o pegar contenido, así como para añadir y eliminar filas.

Nota Si no aparecen algunas de las columnas que se mencionan aquí, puede añadirlas seleccionando **Change** (Cambiar) **| Column Arrangement** (Organización de columnas) en el menú principal.

4. Haga clic en la primera fila de la columna **File Name** (Nombre de archivo) e introduzca un nombre de archivo para su primer archivo de datos. Si hace doble clic en el campo, podrá buscar un archivo de datos sin procesar en el ordenador. También puede hacer clic con el botón derecho del ratón en el campo para eliminar, copiar o pegar contenido, buscar el archivo de datos sin procesar o añadir y eliminar filas.

Nota El nombre del archivo no puede contener ningún espacio.

Figura 164. Nombrar un archivo

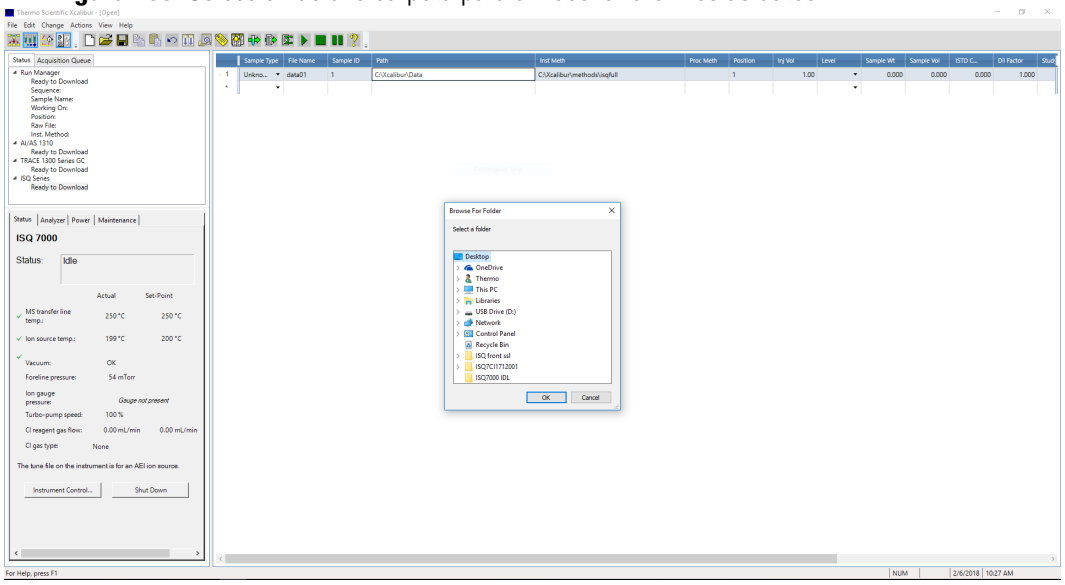


Sugerencia Puede hacer doble clic en el campo **File Name** (Nombre de archivo) y buscar un archivo sin procesar en su ordenador.

5. Haga clic en la columna **Sample ID** (ID de la muestra), que suele contener el número de la muestra. Ya que está desarrollando su método, lo habitual es que no tenga muchas muestras, por lo que en este campo no tiene que introducir ningún dato. También puede hacer clic con el botón derecho del ratón en el campo para eliminar, copiar o pegar un número, así como para añadir y eliminar filas.

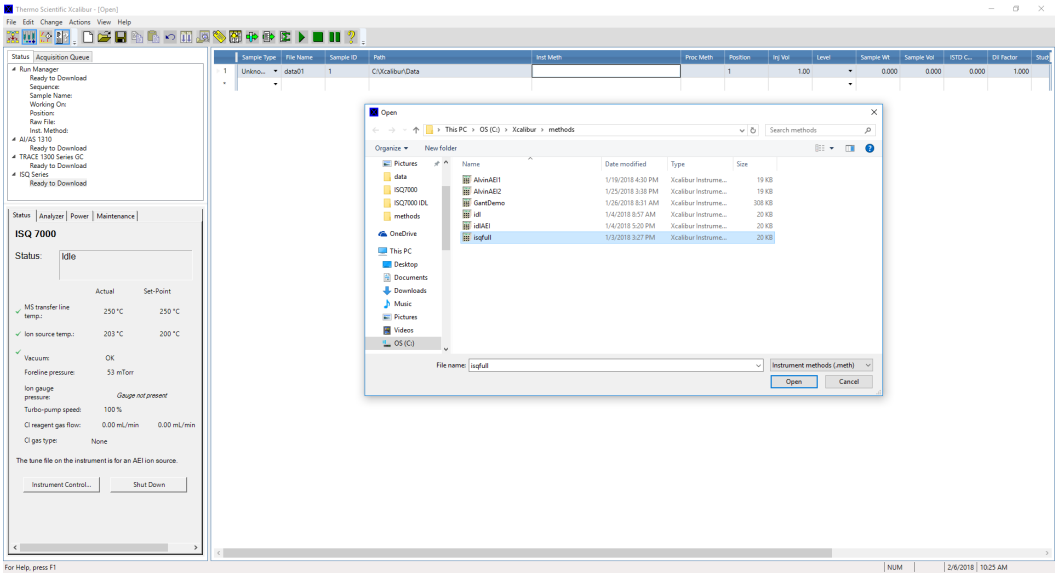
6. Haga doble clic en la primera fila de la columna **Path** (Ruta) y seleccione la carpeta en la que desea guardar los archivos de datos. También puede hacer clic con el botón derecho del ratón en el campo para eliminar, copiar o pegar contenido, buscar una carpeta en el ordenador, o añadir y eliminar filas.

Figura 165. Selección de una carpeta para almacenar archivos de datos



7. Haga doble clic en la primera fila de la columna **Instrument Method** (Método del instrumento) y diríjase a la carpeta que contiene el método del instrumento. Seleccione el método del instrumento y haga clic en el botón **Open** (Abrir). También puede hacer clic con el botón derecho del ratón en el campo para eliminar, copiar o pegar contenido, buscar una carpeta en el ordenador, o añadir y eliminar filas.

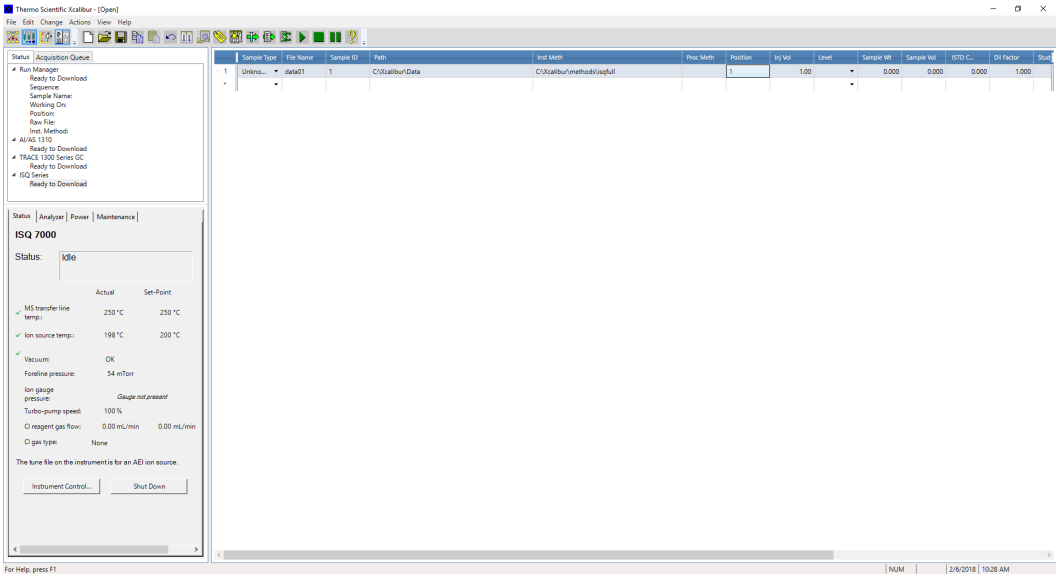
Figura 166. Apertura de una carpeta de método del instrumento



8. Haga clic en la columna **Processing Method** (Método de procesamiento), que suele contener la ruta al método de procesamiento. Está desarrollando su método y el método de procesamiento se crea una vez que finaliza la creación.

9. Haga clic en la primera fila de la columna **Position** (Posición) y, si está utilizando un muestreador automático, introduzca el número de vial de la muestra. También puede hacer clic con el botón derecho del ratón en el campo para eliminar, copiar o pegar contenido, así como para añadir y eliminar filas.

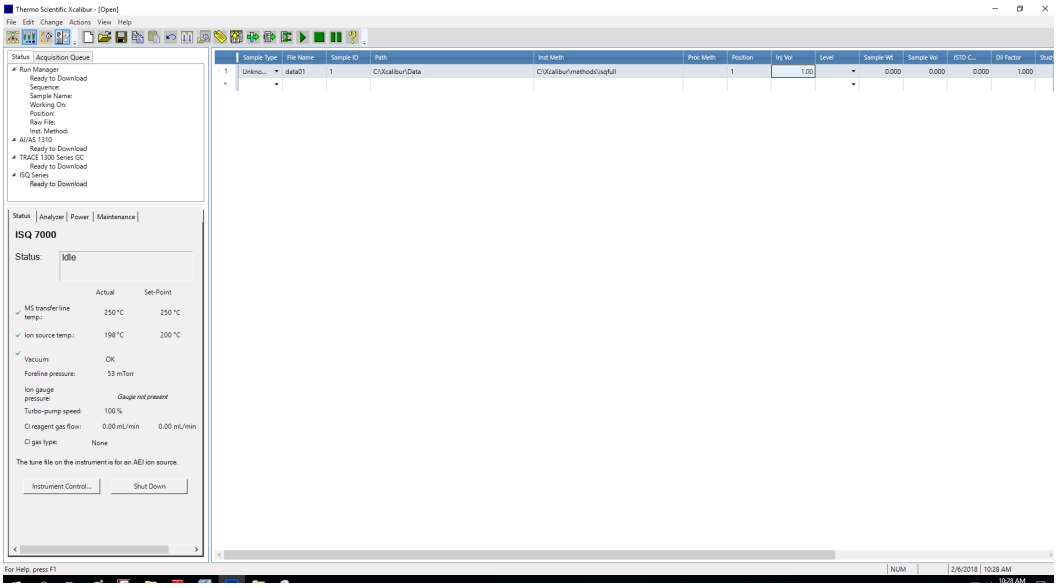
Figura 167. Introducir la posición del vial de la muestra



10. Haga clic en la primera fila de la columna **Injection Volume** (Volumen de inyección) y, si está utilizando un muestreador automático, introduzca la cantidad de muestra que se inyectará. También puede hacer clic con el botón derecho del ratón en el campo para eliminar, copiar o pegar contenido, así como para añadir y eliminar filas.

Nota Las series AI/AS 1300 no utilizan este campo, sino que emplean un volumen de inyección del método del instrumento. Los muestreadores automáticos TriPlus y TriPlus RSH deben configurarse para leer este valor.

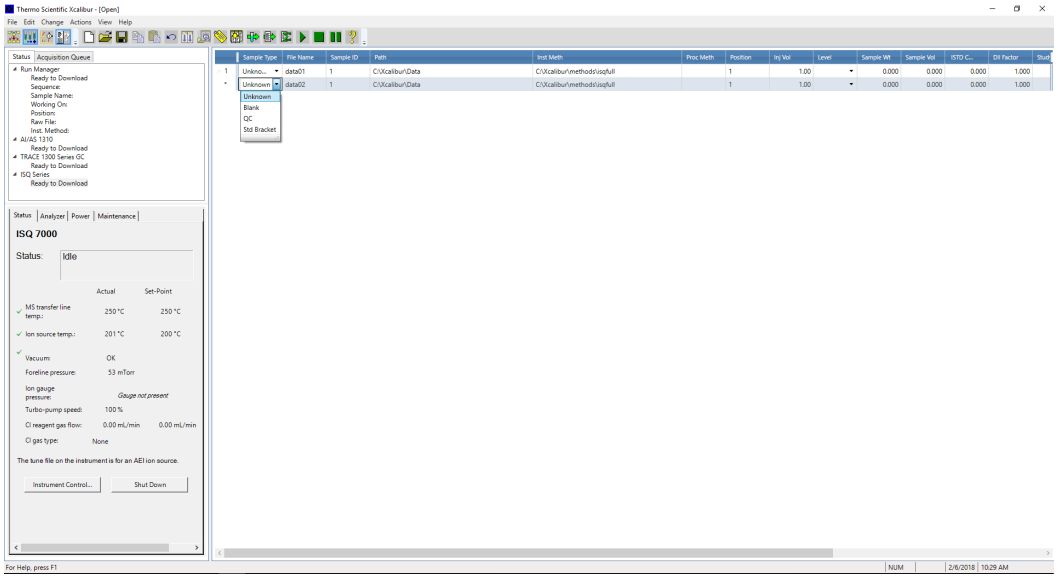
Figura 168. Configuración del volumen de la inyección



11. Haga clic en la columna **Level** (Nivel), la cual solo se utiliza cuando dispone de un método de procesamiento. Como aún está desarrollando el método, no tiene ningún método de procesamiento definido.

12. Ahora que ha configurado una fila de su secuencia, puede parar o seguir añadiendo tareas. Haga clic en la siguiente fila y repita los pasos 2-10 para cada tarea adicional de la secuencia. Recuerde que puede hacer clic con el botón derecho del ratón en la mayoría de los campos para añadir más filas a medida que avanza.

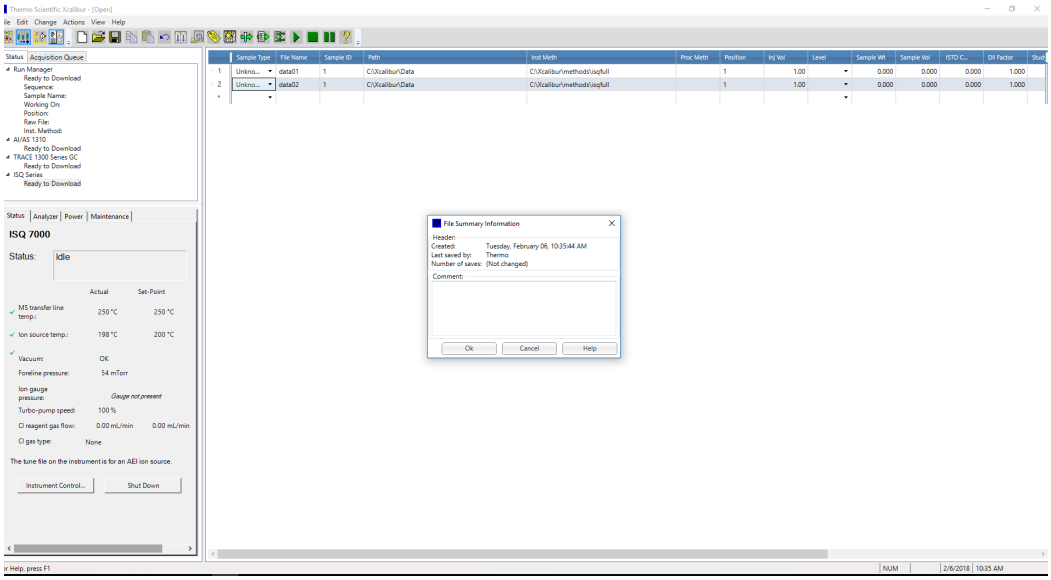
Figura 169. Añadir tareas de configuración de la secuencia adicionales



13. Una vez que haya creado una secuencia para todas las muestras, seleccione **File** (Archivo) | **Save** (Guardar) o haga clic en el icono para guardar la secuencia.

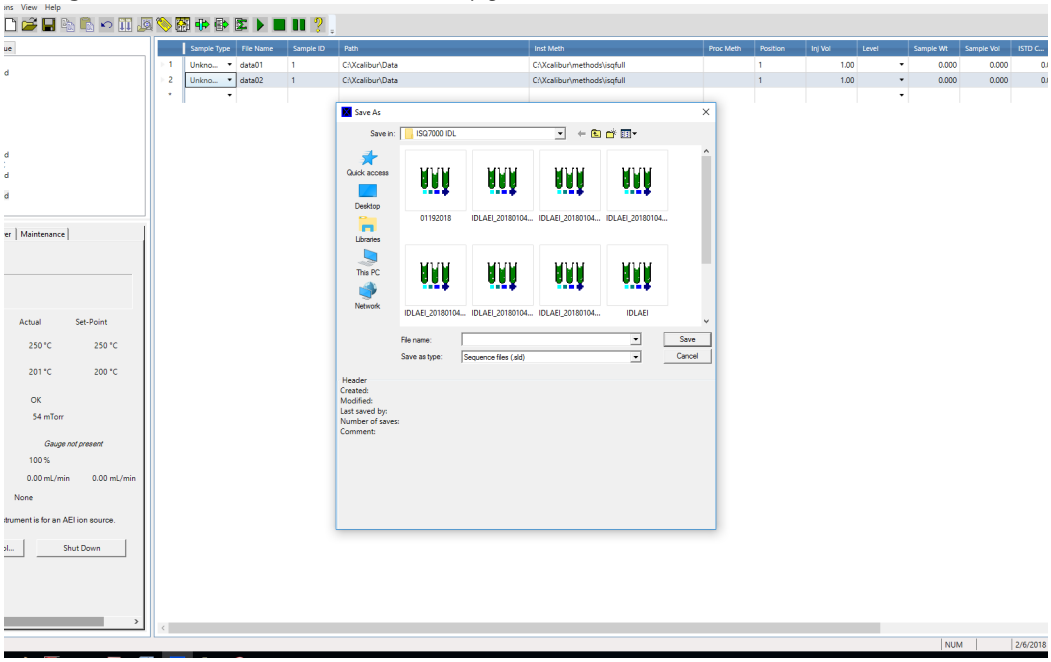
14. Introduzca un comentario y haga clic en **OK** (Aceptar).

Figura 170. Introducir un comentario sobre la secuencia



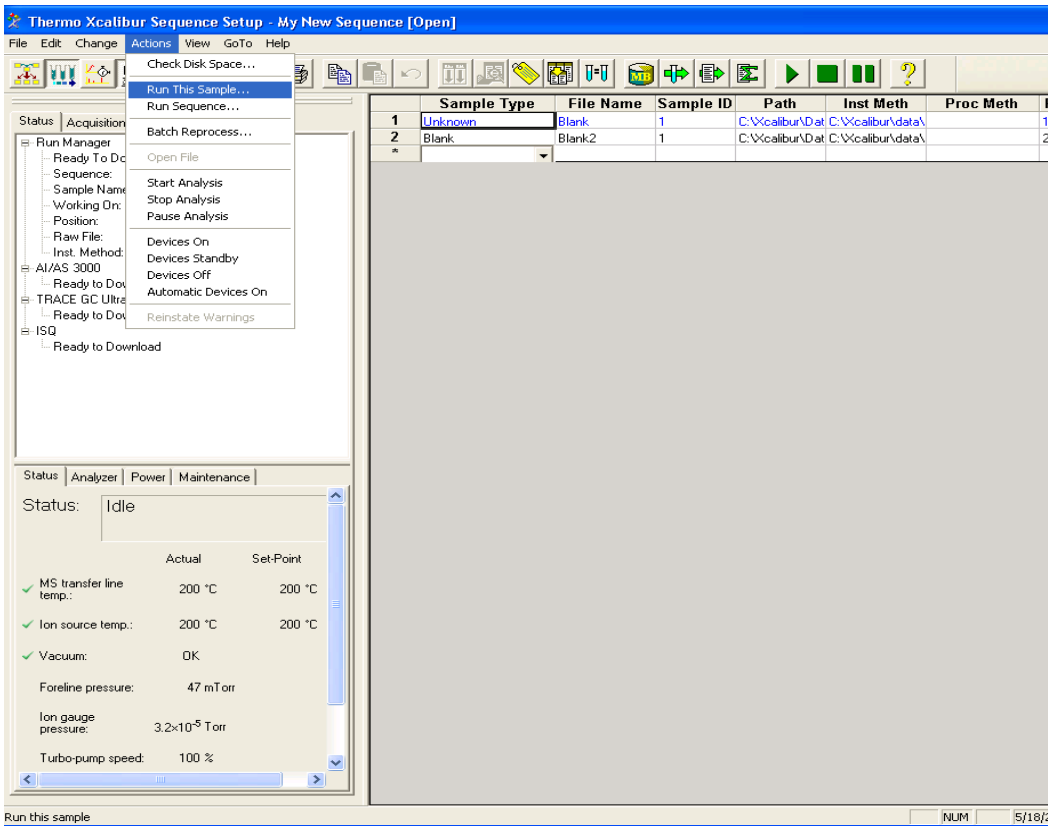
15. Introduzca el nombre de la secuencia y haga clic en el botón **Save** (Guardar).

Figura 171. Introducción de un nombre y guardado de la secuencia



16. Haga clic en la fila que desea elegir y seleccione **Actions** (Acciones) **| Run This Sample** (Procesar esta muestra) en el menú principal. También puede hacer clic en el icono de la barra de herramientas principal.

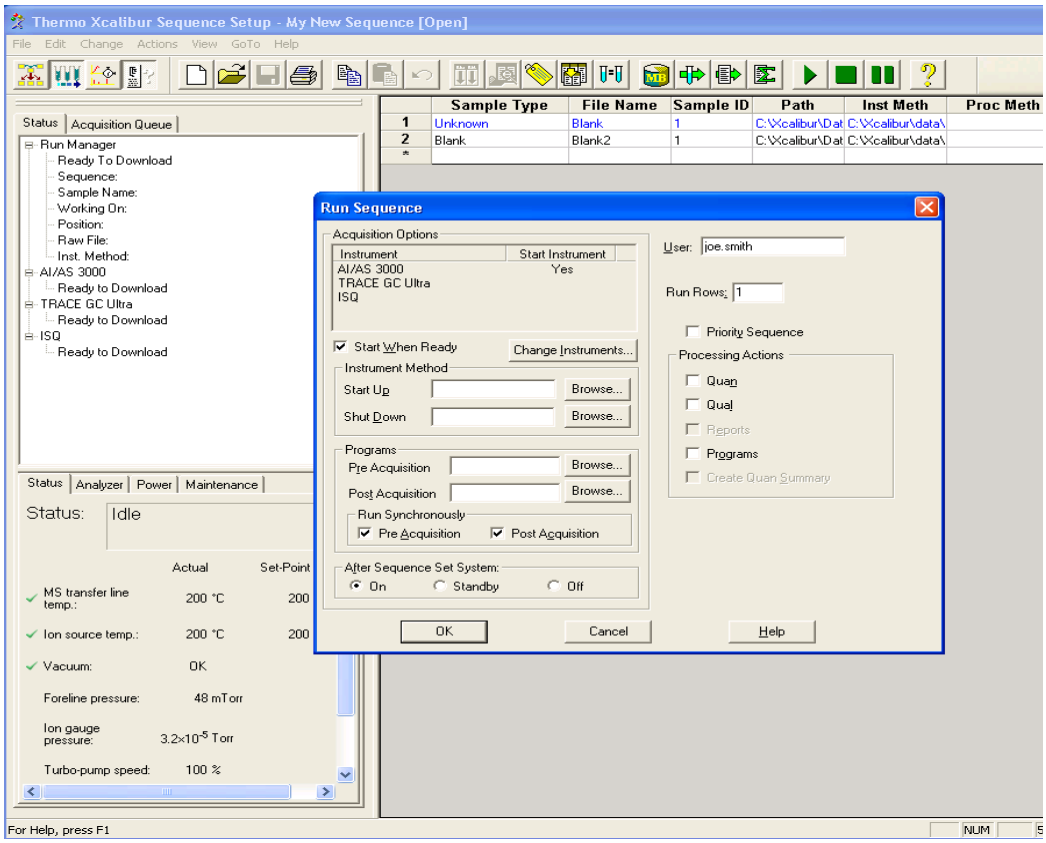
Figura 172. Selección de una fila de muestras para procesarlas



Para ejecutar la secuencia completa, seleccione **Actions** (Acciones) **| Run Sequence** (Ejecutar secuencia) del menú principal. También puede hacer clic en el icono de la barra de herramientas principal.

17. En la ventana **Run Sequence** (Ejecutar secuencia), personalice la forma en la que quiere que se ejecute la secuencia.

Figura 173. Personalizar la ejecución de una secuencia



a. Active la casilla de verificación **Start When Ready** (Iniciar cuando esté listo) para ejecutar la secuencia cuando los instrumentos estén listos.

b. Haga clic en el botón **Change Instruments** (Cambiar instrumentos) y utilice las columnas **In Use** (En uso) y **Start Instrument** (Iniciar instrumento) para definir los instrumentos que se están usando y el instrumento que definirá el inicio de la secuencia. A continuación haga clic en el botón **OK** (Aceptar).

> **Nota** Si está llevando a cabo una inyección manual, anule la sección del muestreador automático en las columnas **In Use** (En uso) y **Start Instrument** (Iniciar instrumento). Una vez que haya llevado a cabo la inyección, pulse el botón Start (Iniciar) del cromatógrafo de gases.

> **Nota** Aunque no se estén usando ni el cromatógrafo de gases ni el muestreador automático, pueden impedir que se inicie la secuencia si no están listos. Si el muestreador automático o el cromatógrafo de gases no están encendidos o no están listos, retire la unidad del dispositivo de la configuración del instrumento antes de iniciar una secuencia que no utiliza el dispositivo.

c. En el grupo **Instrument Method** (Método del instrumento), puede buscar la secuencia que se utilizará al poner en marca o apagar el instrumento.

d. En el grupo **Programs** (Programas), puede buscar los ejecutables de acciones en los campos **Pre-Acquisition** (Antes de la adquisición) y **Post-Acquisition** (Después de la adquisición). Estos cambios se utilizan para ejecutar automáticamente los métodos de procesamiento una vez que se haya completado la adquisición de datos. Ya que está desarrollando el método, no tendrá un método de procesamiento definido en este campo.

e. Configure el grupo **Run Synchronously** (Ejecutar de forma sincronizada):

- **Pre-Acquisition** (Antes de la recopilación)**:** active esta casilla de verificación para que la acción ejecutable se lleve a cabo antes de que los datos se adquieran o desactívela para que la acción ejecutable se lleve a cabo en paralelo a la adquisición de los datos.
- **Post-Acquisition** (Después de la recopilación)**:** active esta casilla de verificación para que la acción ejecutable se lleve a cabo después de que los datos se adquieran o desactívela para que la acción ejecutable se lleve a cabo en paralelo a la adquisición de los datos.

f. Configure el grupo **After Sequence Set System** (Tras el sistema de conjunto de secuencias):

- **On** (Activado)**:** seleccione esta opción para dejar el instrumento totalmente listo tras la adquisición.
- **Standby** (En suspensión)**:** seleccione esta opción para dejar el instrumento totalmente listo tras la adquisición.
- **Off** (Desactivado)**:** seleccione esta opción para desactivar el espectrómetro de masas ISQ 7610 desactivando los calentadores, la bomba turbomolecular y la bomba de prevacío inicial.

> **IMPORTANTE** Si está utilizando el hidrógeno como gas portador y utiliza este ajuste, desactive manualmente el cromatógrafo de gases una vez que se completa la secuencia.

g. En el campo **User** (Usuario), puede cambiar su nombre de usuario. El nombre de usuario será, de forma predeterminada, el nombre que se usó para iniciar sesión en el ordenador.

h. En el campo **Run Rows** (Ejecutar filas), introduzca las filas que se ejecutarán en la secuencia. Cada valor debe estar separado por un guion.

i. Active la casilla de verificación **Priority Sequence** (Secuencia prioritaria) si esta secuencia tiene prioridad sobre otras. Si hay otra secuencia ejecutándose, este ajuste colocará su secuencia prioritaria por delante.

j. En el grupo Processing Actions (Acciones de procesamiento), seleccione **Quan** (Cantidad), **Qual** (Calidad), **Reports** (Informes), **Programs** (Programas) o **Create Quan Summary** (Crear resumen cuantitativo). Ya que, de momento, está desarrollando su método, puede omitir este ajuste.

> **Nota** La casilla de verificación **Reports** (Informes) solo se habilitará si selecciona la casilla de verificación **Qual** (Calidad). Las casillas de verificación **Reports** (Informes) y **Create Quan Summary** (Crear resumen cuantitativo) solo se habilitará si selecciona la casilla de verificación **Quan** (Cantidad).

18. Haga clic en **OK** (Aceptar) para ejecutar la muestra o la secuencia y almacenar los datos en el ordenador.
19. En la ventana **Save As** (Guardar como), seleccione la ubicación del ordenador donde se guardará la secuencia. A continuación haga clic en el botón **Save** (Guardar).
20. Una vez que se complete la secuencia, podrá comenzar a explorar los datos.

Ejecución de una secuencia en el software Chromeleon

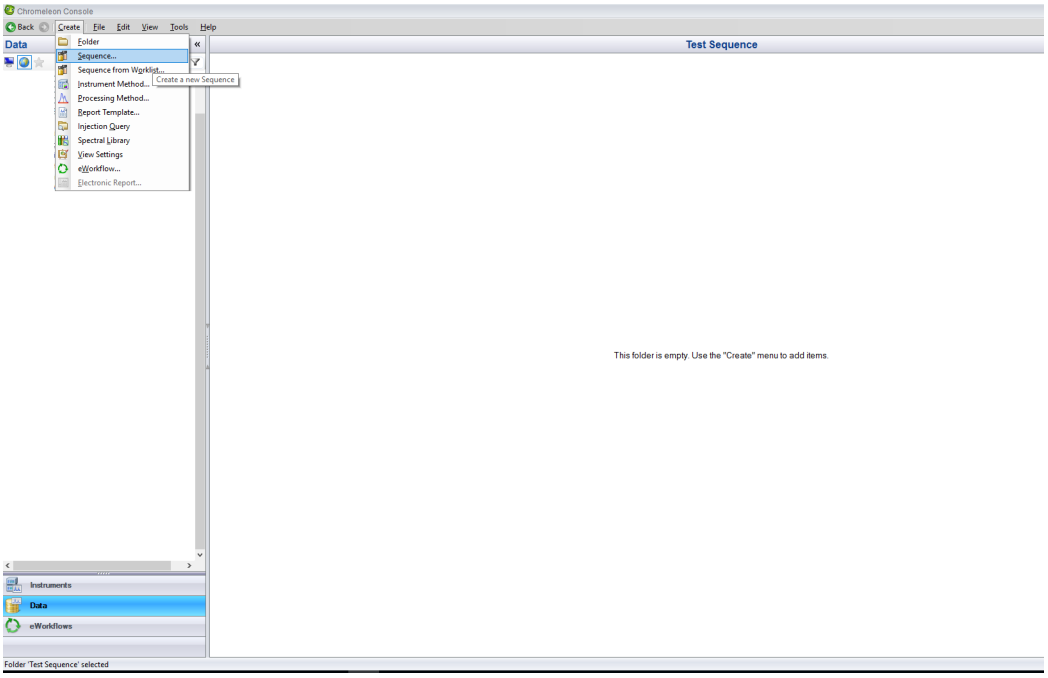
Una vez que haya preparado las muestras, podrá usar el software Chromeleon para procesarlas. Chromeleon utiliza una secuencia para preparar los instrumentos para la adquisición de datos, supervisar la inyección y controlar la recogida de datos del cromatógrafo de gases/espectrómetro de masas.

Se puede usar una secuencia para adquirir datos a partir de una muestra o para preparar el sistema para las tareas de mantenimiento.

❖ Para ejecutar una nueva secuencia de procesamiento de muestras

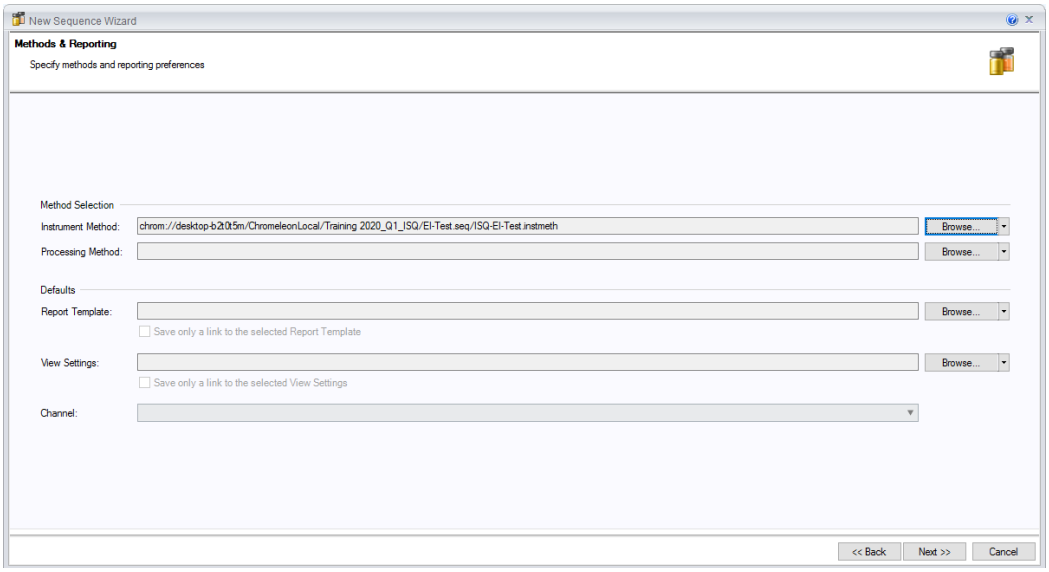
1. Abra el software Chromeleon en su ordenador.
2. En la consola de Chromeleon, haga clic en **Create** (Crear) **> Sequence** (Secuencia).

   Figura 174. Configuración de secuencias en Chromeleon



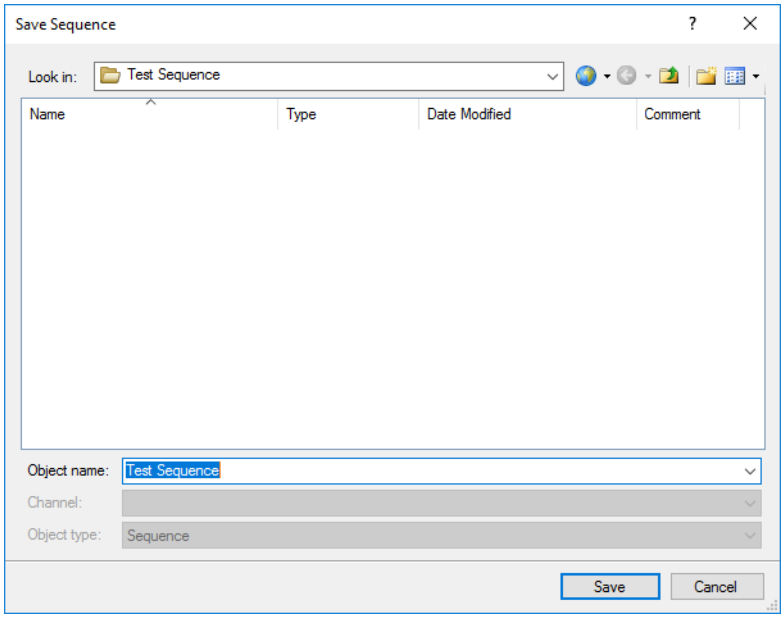
3. Se abre el **New Sequence Wizard** (Asistente de nueva secuencia). Haga clic en **Next** (Siguiente) para avanzar por el asistente hasta que se abra la página **Methods & Reporting** (Métodos e informes). Busque un método de instrumento y selecciónelo para la secuencia.

Figura 175. Selección de un método de instrumento



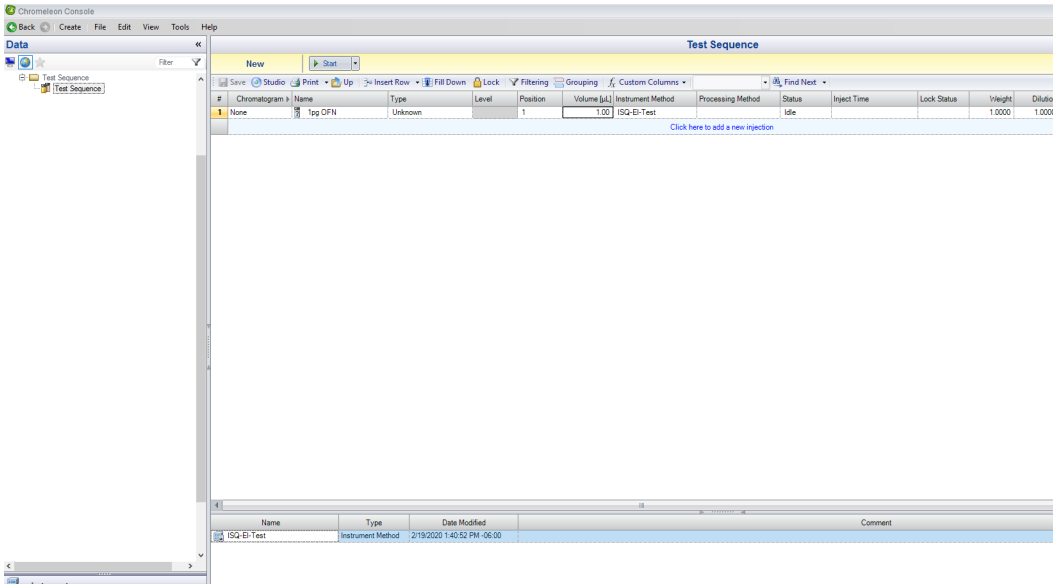
4. Haga clic en **Next** (Siguiente) y avance por el asistente; por último, haga clic en **Finish** (Finalizar). Especifique un nombre para la secuencia y guárdela.

Figura 176. Introducción de un nombre y guardado de la secuencia



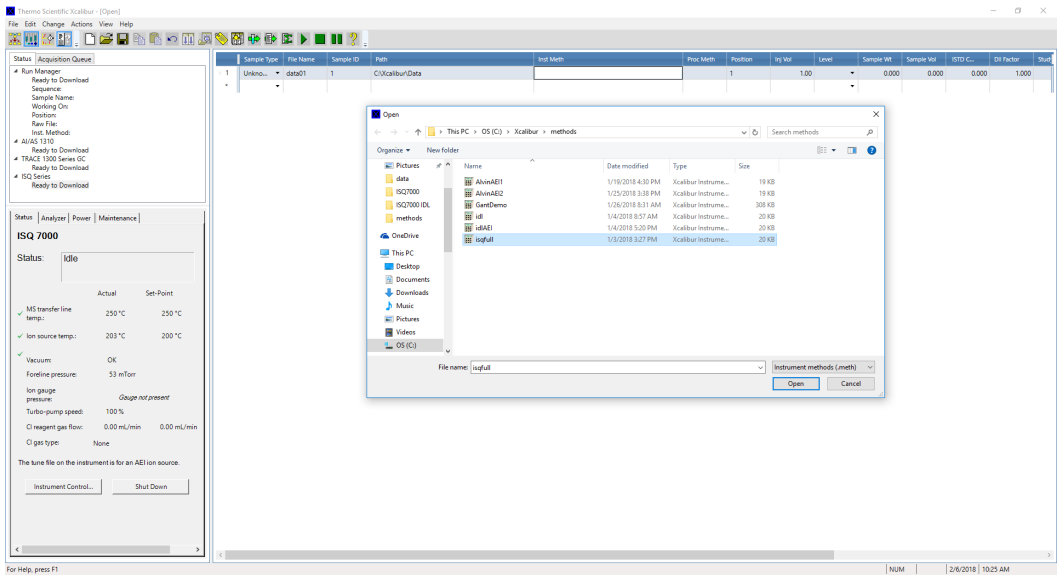
5. La secuencia se abre en la consola de Chromeleon. Cambie el volumen de inyección y la posición del vial en caso necesario y haga clic en **Start** (Iniciar).

Figura 177. Selección de una carpeta para almacenar archivos de datos



6. Haga doble clic en la primera fila de la columna **Instrument Method** (Método del instrumento) y diríjase a la carpeta que contiene el método del instrumento. Seleccione el método del instrumento y haga clic en el botón **Open** (Abrir). También puede hacer clic con el botón derecho del ratón en el campo para eliminar, copiar o pegar contenido, buscar una carpeta en el ordenador, o añadir y eliminar filas.

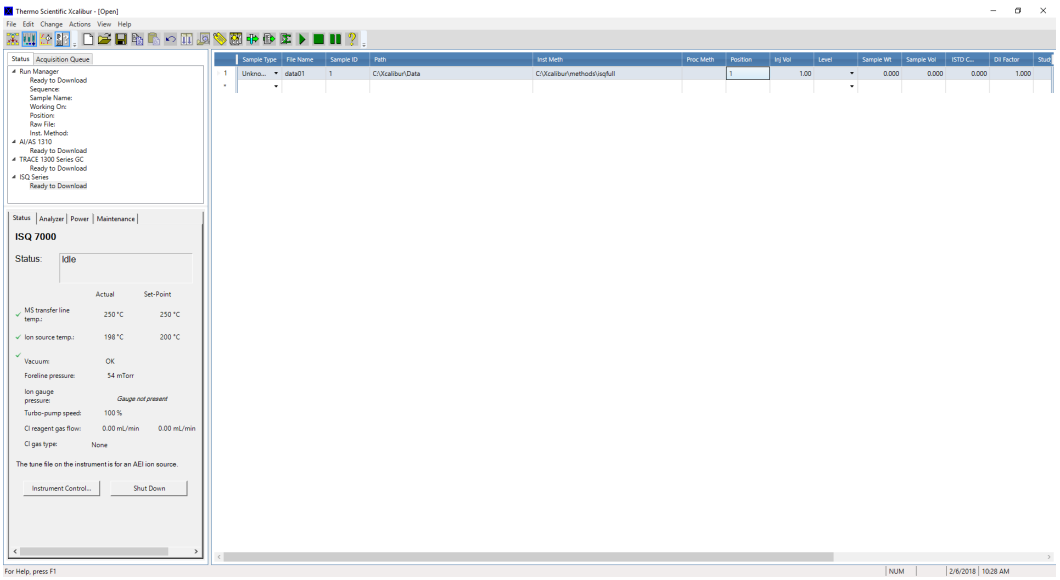
Figura 178. Apertura de una carpeta de método del instrumento



7. Haga clic en la columna **Processing Method** (Método de procesamiento), que suele contener la ruta al método de procesamiento. Está desarrollando su método y el método de procesamiento se crea una vez que finaliza la creación.

8. Haga clic en la primera fila de la columna **Position** (Posición) y, si está utilizando un muestreador automático, introduzca el número de vial de la muestra. También puede hacer clic con el botón derecho del ratón en el campo para eliminar, copiar o pegar contenido, así como para añadir y eliminar filas.

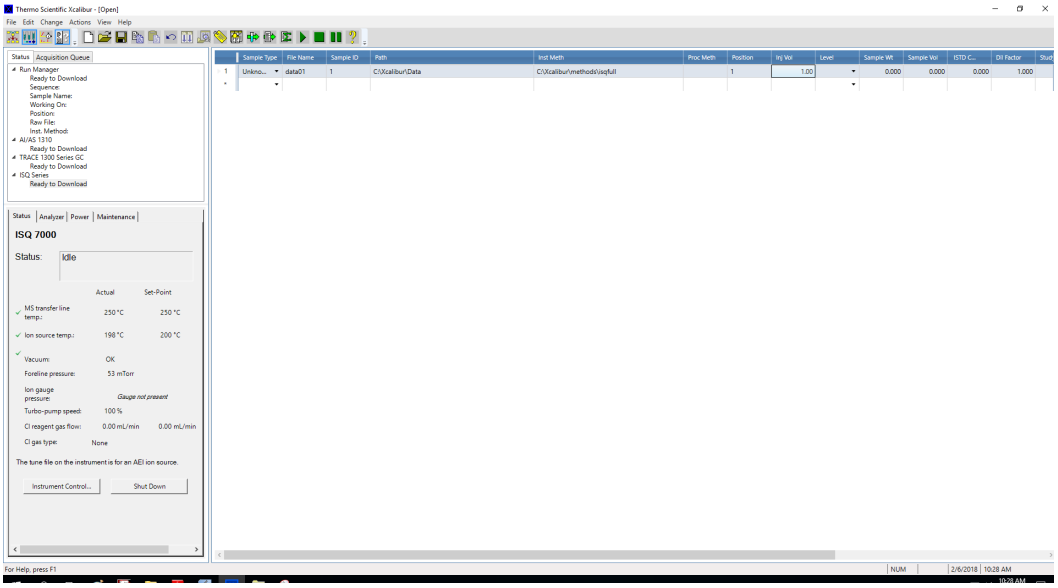
Figura 179. Introducir la posición del vial de la muestra



9. Haga clic en la primera fila de la columna **Injection Volume** (Volumen de inyección) y, si está utilizando un muestreador automático, introduzca la cantidad de muestra que se inyectará. También puede hacer clic con el botón derecho del ratón en el campo para eliminar, copiar o pegar contenido, así como para añadir y eliminar filas.

> **Nota** Las series AI/AS 1300 no utilizan este campo, sino que emplean un volumen de inyección del método del instrumento. Los muestreadores automáticos TriPlus y TriPlus RSH deben configurarse para leer este valor.

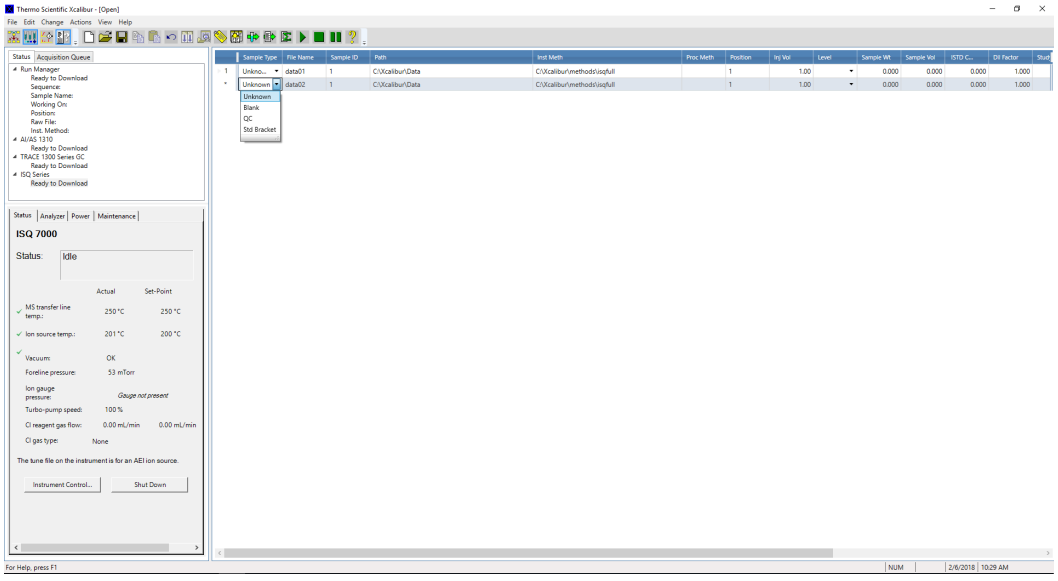
Figura 180. Configuración del volumen de la inyección



10. Haga clic en la columna **Level** (Nivel), la cual solo se utiliza cuando dispone de un método de procesamiento. Como aún está desarrollando el método, no tiene ningún método de procesamiento definido.

11. Ahora que ha configurado una fila de su secuencia, puede parar o seguir añadiendo tareas. Haga clic en la siguiente fila y repita los pasos 2-10 para cada tarea adicional de la secuencia. Recuerde que puede hacer clic con el botón derecho del ratón en la mayoría de los campos para añadir más filas a medida que avanza.

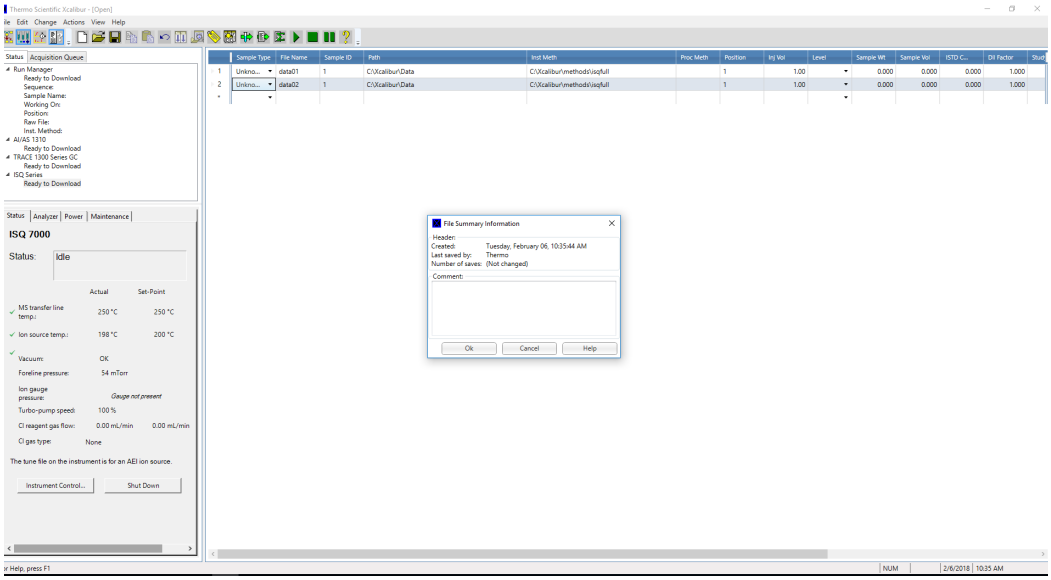
Figura 181. Añadir tareas de configuración de la secuencia adicionales



12. Una vez que haya creado una secuencia para todas las muestras, seleccione **File** (Archivo) | **Save** (Guardar) o haga clic en el icono para guardar la secuencia.

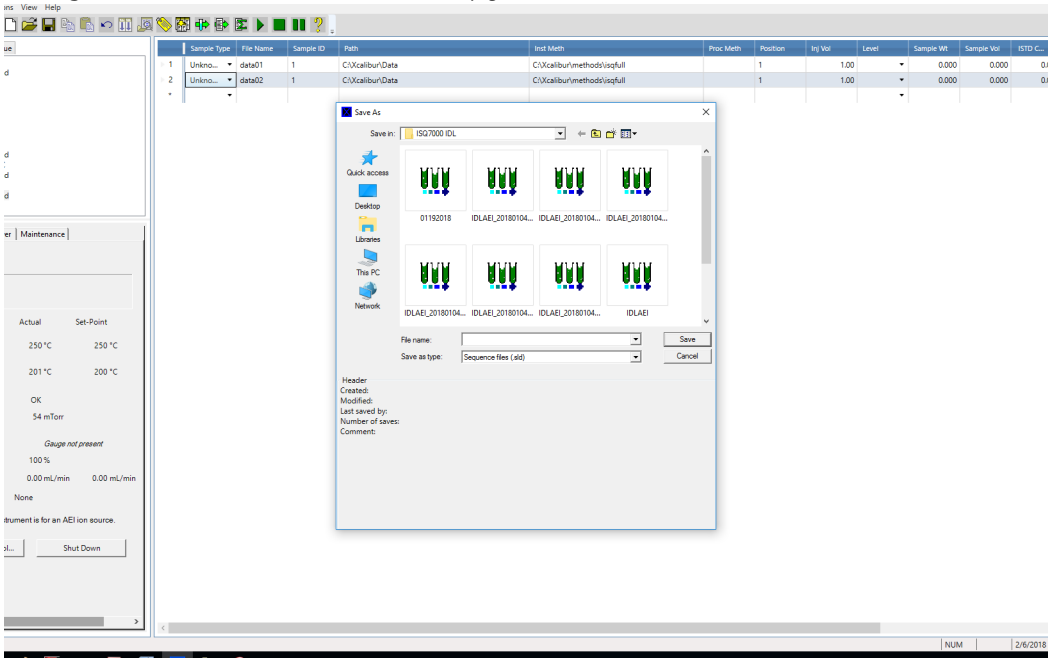
13. Introduzca un comentario y haga clic en **OK** (Aceptar).

Figura 182. Introducir un comentario sobre la secuencia



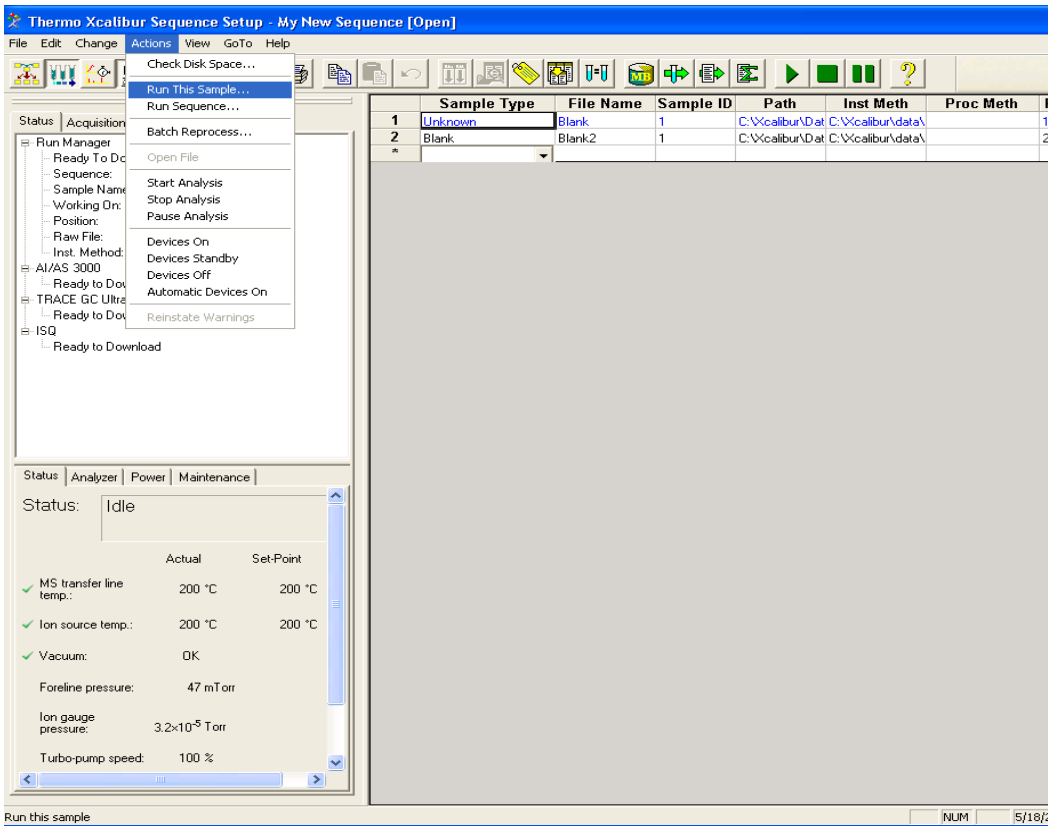
14. Introduzca el nombre de la secuencia y haga clic en el botón **Save** (Guardar).

Figura 183. Introducción de un nombre y guardado de la secuencia



15. Haga clic en la fila que desea elegir y seleccione **Actions** (Acciones) **| Run This Sample** (Procesar esta muestra) en el menú principal. También puede hacer clic en el icono de la barra de herramientas principal.

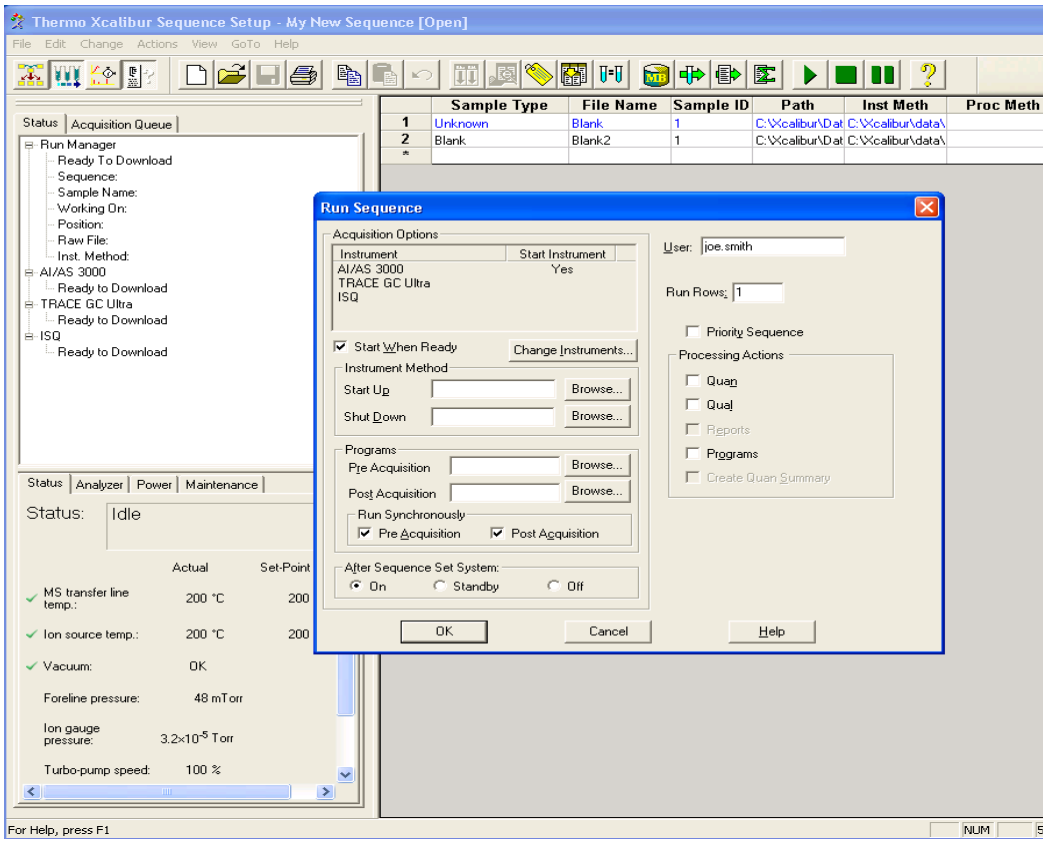
Figura 184. Selección de una fila de muestras para procesarlas



Para ejecutar la secuencia completa, seleccione **Actions** (Acciones) **| Run Sequence** (Ejecutar secuencia) del menú principal. También puede hacer clic en el icono de la barra de herramientas principal.

16. En la ventana **Run Sequence** (Ejecutar secuencia), personalice la forma en la que quiere que se ejecute la secuencia.

Figura 185. Personalizar la ejecución de una secuencia



a. Active la casilla de verificación **Start When Ready** (Iniciar cuando esté listo) para ejecutar la secuencia cuando los instrumentos estén listos.

b. Haga clic en el botón **Change Instruments** (Cambiar instrumentos) y utilice las columnas **In Use** (En uso) y **Start Instrument** (Iniciar instrumento) para definir los instrumentos que se están usando y el instrumento que definirá el inicio de la secuencia. A continuación haga clic en el botón **OK** (Aceptar).

> **Nota** Si está llevando a cabo una inyección manual, anule la sección del muestreador automático en las columnas **In Use** (En uso) y **Start Instrument** (Iniciar instrumento). Una vez que haya llevado a cabo la inyección, pulse el botón Start (Iniciar) del cromatógrafo de gases.

> **Nota** Aunque no se estén usando ni el cromatógrafo de gases ni el muestreador automático, pueden impedir que se inicie la secuencia si no están listos. Si el muestreador automático o el cromatógrafo de gases no están encendidos o no están listos, retire la unidad del dispositivo de la configuración del instrumento antes de iniciar una secuencia que no utiliza el dispositivo.

c. En el grupo **Instrument Method** (Método del instrumento), puede buscar la secuencia que se utilizará al poner en marca o apagar el instrumento.

d. En el grupo **Programs** (Programas), puede buscar los ejecutables de acciones en los campos **Pre-Acquisition** (Antes de la adquisición) y **Post-Acquisition** (Después de la adquisición). Estos cambios se utilizan para ejecutar automáticamente los métodos de procesamiento una vez que se haya completado la adquisición de datos. Ya que está desarrollando el método, no tendrá un método de procesamiento definido en este campo.

e. Configure el grupo **Run Synchronously** (Ejecutar de forma sincronizada):

- **Pre-Acquisition** (Antes de la recopilación): active esta casilla de verificación para que la acción ejecutable se lleve a cabo antes de que los datos se adquieran o desactívela para que la acción ejecutable se lleve a cabo en paralelo a la adquisición de los datos.
- **Post-Acquisition** (Después de la recopilación): active esta casilla de verificación para que la acción ejecutable se lleve a cabo después de que los datos se adquieran o desactívela para que la acción ejecutable se lleve a cabo en paralelo a la adquisición de los datos.

f. Configure el grupo **After Sequence Set System** (Tras el sistema de conjunto de secuencias**)**:

- **On** (Activado): seleccione esta opción para dejar el instrumento totalmente listo tras la adquisición.
- **Standby** (En suspensión): seleccione esta opción para dejar el instrumento totalmente listo tras la adquisición.
- **Off** (Desactivado): seleccione esta opción para desactivar el espectrómetro de masas ISQ 7610 desactivando los calentadores, la bomba turbomolecular y la bomba de prevacío inicial.

> **IMPORTANTE** Si está utilizando el hidrógeno como gas portador y utiliza este ajuste, desactive manualmente el cromatógrafo de gases una vez que se completa la secuencia.

g. En el campo **User** (Usuario), puede cambiar su nombre de usuario. El nombre de usuario será, de forma predeterminada, el nombre que se usó para iniciar sesión en el ordenador.

h. En el campo **Run Rows** (Ejecutar filas), introduzca las filas que se ejecutarán en la secuencia. Cada valor debe estar separado por un guion.

i. Active la casilla de verificación **Priority Sequence (Secuencia prioritaria)** si esta secuencia tiene prioridad sobre otras. Si hay otra secuencia ejecutándose, este ajuste colocará su secuencia prioritaria por delante.

j. En el grupo Processing Actions (Acciones de procesamiento), seleccione **Quan** (Cantidad), **Qual** (Calidad), **Reports** (Informes), **Programs** (Programas) o **Create Quan Summary** (Crear resumen cuantitativo). Ya que, de momento, está desarrollando su método, puede omitir este ajuste.

Nota La casilla de verificación **Reports** (Informes) solo se habilitará si selecciona la casilla de verificación **Qual** (Calidad). Las casillas de verificación **Reports** (Informes) y **Create Quan Summary** (Crear resumen cuantitativo) solo se habilitará si selecciona la casilla de verificación **Quan** (Cantidad).

17. Haga clic en **OK** (Aceptar) para ejecutar la muestra o la secuencia y almacenar los datos en el ordenador.

18. En la ventana **Save As** (Guardar como), seleccione la ubicación del ordenador donde se guardará la secuencia. A continuación haga clic en el botón **Save** (Guardar).

Una vez que se complete la secuencia, podrá comenzar a explorar los datos.

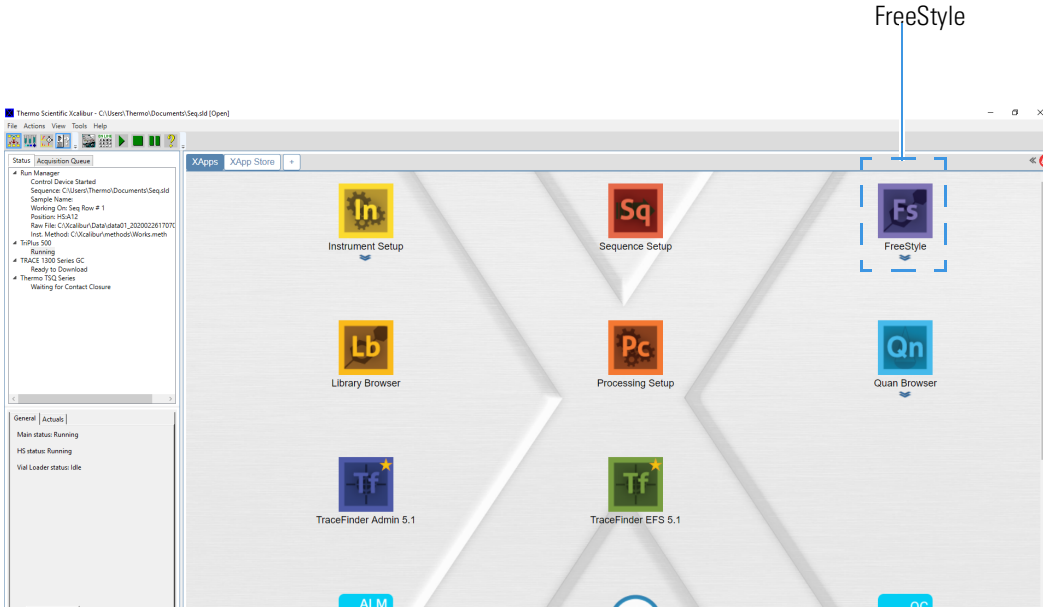
Evaluación de los datos

Una vez que haya adquirido los datos, deberá revisarlos para comprobar que los picos tienen una forma adecuada y que el área de pico es lo suficientemente amplia para satisfacer sus necesidades. La función FreeStyle de Xcalibur le permite visualizar cromatogramas y espectros a partir de archivos sin procesar o archivos de resultados de procesamiento cualitativo. Los datos de esta sección hacen referencia a un ciclo de cualificación de un instrumento que se ha llevado a cabo en la fábrica. Este mismo ciclo, con 1 pg de octafluoronaftaleno, lo ha llevado a cabo un técnico del servicio de asistencia en su laboratorio. Otros compuestos tendrán iones y tiempos de retención distintos.

❖ **Para ver los datos en FreeStyle:**

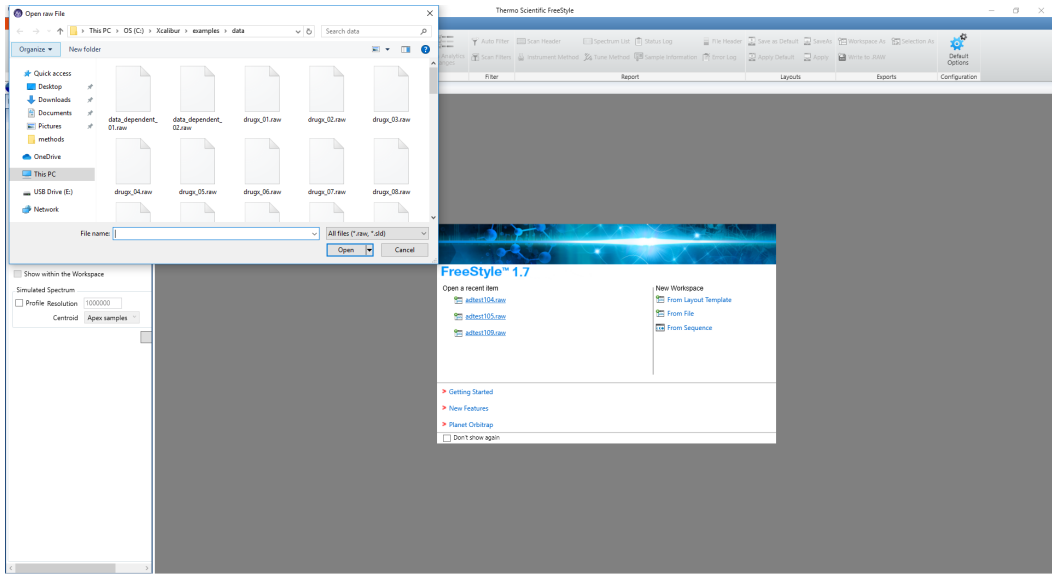
1. Haga doble clic en el icono del software **Xcalibur** del escritorio del ordenador.
2. En la ventana Xcalibur Roadmap (Hoja de ruta de Xcalibur), haga clic en el icono **FreeStyle**.

Figura 186. Hoja de ruta de Xcalibur



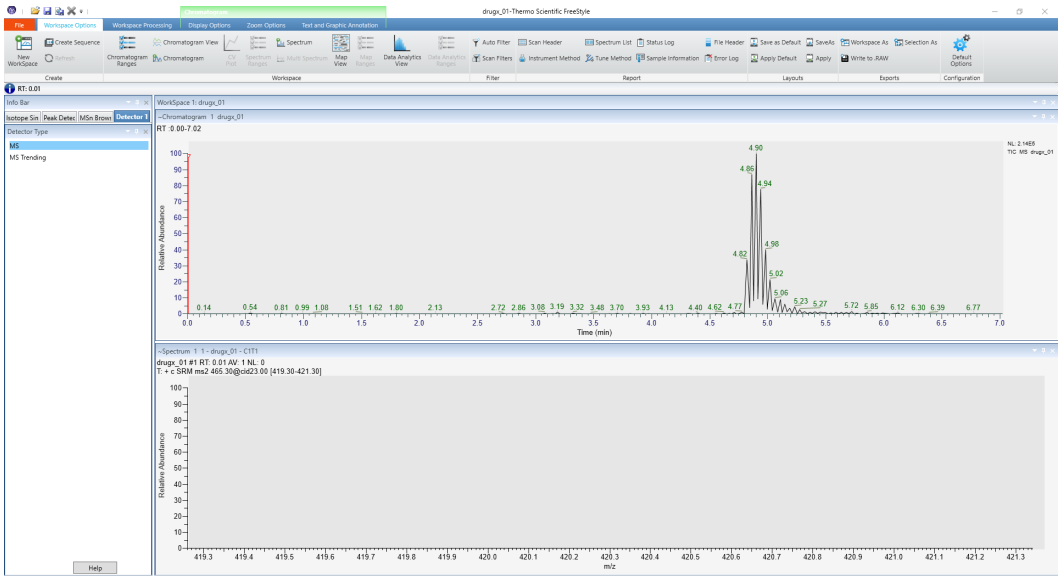
3. En FreeStyle, seleccione el icono New Workspace (Nueva área de trabajo).
4. Seleccione los archivos sin procesar que ha ejecutado en la secuencia y haga clic en **Open** (Abrir).

Figura 187. Selección del archivo sin procesar



5. El cromatograma se muestra en el panel superior de la ventana y los espectros en el panel inferior.

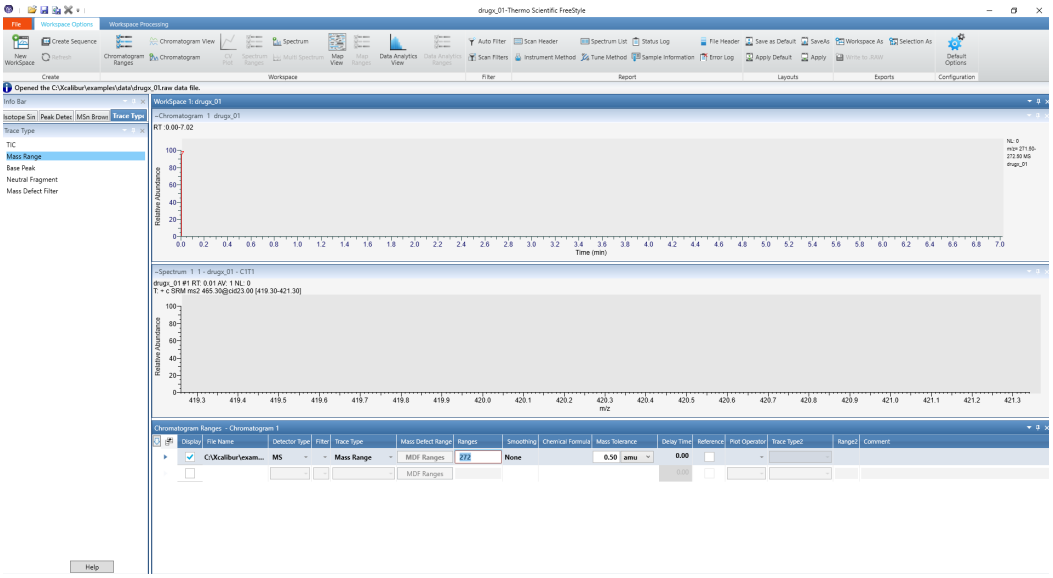
Figura 188. Visualización del cromatograma



6. Haga clic en el icono Chromatoram Ranges (Intervalos de cromatograma) en el menú superior para abrir el panel en la parte inferior de la ventana.

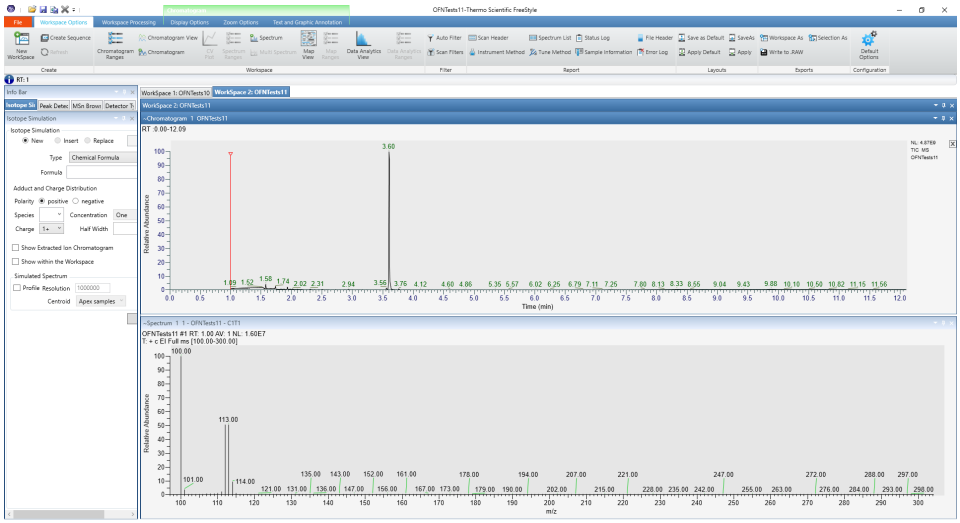
7. Seleccione Trace Type (Tipo de traza) > Mass Range (Intervalo de masa) e introduzca el intervalo de masa para el compuesto. En el caso del octafluoronftaleno (OFN), que tiene un ion dominante en *m/z* 272, seleccione un intervalo de masa que contenga solo este ion. Al eliminar todas las masas que no genera el compuesto en concreto, es más fácil localizar y cuantificar el área de pico de la cromatografía de gases.

Figura 189. Selección del rango de masas



Al mostrarse solo el ion de *m/z* 272, significa que el OFN está en un tiempo de retención aproximado de 3,60 minutos.

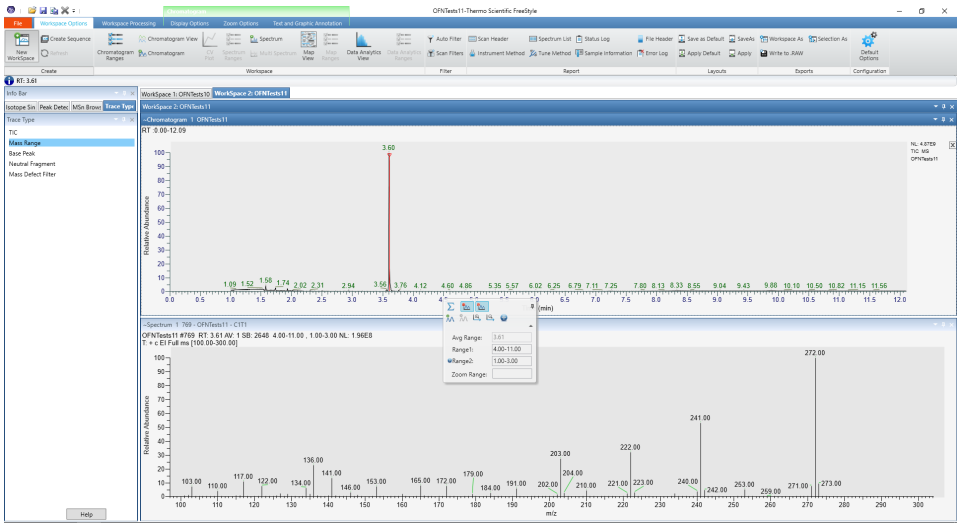
Figura 190. Determinar los tiempos de retención



Haga clic con el botón izquierdo del ratón sobre el pico para acercar el zoom y analizar más detalladamente los datos. También puede trazar con el ratón una línea sobre el pico para acercar el zoom. Otra manera de hacerlo es volver al panel **Chromatogram Ranges** (Intervalos del cromatograma) e introducir manualmente el intervalo de tiempo que desea mostrar.

El barrido completo muestra los iones del OFN (en las relaciones de masa carga [*m/z*] 222, 241 y 272) con más claridad que si no se lleva a cabo la sustracción de fondo.

Figura 191. OFN en barrido completo con sustracción de fondo



Sin sustracción de fondo, el barrido completo se mostraría como el gráfico que aparece a continuación.

Figura 192. OFN en barrido completo sin sustracción de fondo



8. Hay muchas otras formas de cambiar la forma en que se muestran los datos en el software FreeStyle. Para obtener más detalles, consulte la ayuda en línea del software FreeStyle.

8

Optimización de métodos

Si no ha obtenido los resultados que esperaba mediante su método, utilice las sugerencias que se incluyen en este capítulo para realizar algunos cambios y obtener mejores resultados.

Índice

- Modificación de la separación cromatográfica
- Determinación de la forma óptima para realizar inyecciones
- Mejorar la forma en que se preparan las muestras
- Modificación de la velocidad de barrido
- Reducción del rango de masas
- Ajuste de la temperatura de la línea de transferencia
- Modificación de un ajuste automático

Modificación de la separación cromatográfica

Las formas de pico se definen mediante las condiciones cromatográficas. Si un pico es demasiado ancho, demasiado estrecho o no es lo suficientemente simétrico, la forma más eficaz de mejorar el método consiste en modificar las condiciones cromatográficas. En primer lugar, modifique el caudal del gas portador o las temperaturas de los hornos del cromatógrafo de gases (la temperatura inicial, el tiempo de espera inicial, la rampa de temperatura, la temperatura final de la rampa y el tiempo de espera a la temperatura final). Estas temperaturas pueden ajustarse para cada rampa.

Tenga en cuenta que los cambios en el horno dependen enormemente de la naturaleza de los compuestos que está analizando. En un punto concreto, la temperatura del horno del cromatógrafo de gases debe estar por encima del punto de ebullición de los compuestos que desea detectar. Si la temperatura del horno del cromatógrafo de gases no está en el punto de ebullición, los compuestos no se volatizarán y quedarán inmóviles. Los cambios en la velocidad de la rampa generalmente se utilizan para separar picos de coelución.

Determinación de la forma óptima para realizar inyecciones

Algunas veces, la forma de mejorar los resultados de los datos consiste en ajustar la manera en que se traspasan las muestras de la aguja a la columna. Algunas de las acciones que puede probar son modificar el método del muestreador automático, inyectar una cantidad distinta de líquido, ajustar el caudal o la temperatura del puerto inyector o cambiar la velocidad de la inyección. También puede probar el uso de una aguja caliente o fría para la inyección. En algunos casos, se pueden obtener mejores resultados si se ajusta el inserto del puerto de inyección. (Para obtener instrucciones detalladas, consulte la guía del usuario del muestreador automático).

Mejorar la forma en que se preparan las muestras

Aunque la preparación de las muestras supone una gran inversión de tiempo y dinero al proceso general de análisis, trabajar con un método más definido puede ayudarle a obtener mejores resultados. Puede probar la extracción de la muestra en un disolvente que aumente la solubilidad de los analitos de interés sin aumentar la del resto de los compuestos. Si su método lo permite, intente cambiar de disolvente.

También puede usar o modificar la fase de un cartucho de extracción en fase sólida, lo que le proporciona resultados similares a los que se obtienen al cambiar un disolvente. Puede notar una mejora en su forma de preparar las muestras con la modificación del tipo de cartucho que esté utilizando.

Modificación de la velocidad de barrido

La precisión de los datos depende de la exactitud con la que defina el pico cromatográfico. De forma general, se obtiene una buena precisión llevando a cabo un muestreo diez veces en el pico cromatográfico. Si aumenta la velocidad de barrido, aumentará también el número de veces que se realiza el muestreo en el pico. Sin embargo, si aumenta demasiado la velocidad de barrido, podría producirse ruido de fondo en el espectro de la masa, lo que disminuye la precisión analítica. Para optimizar la velocidad de barrido, seleccione una velocidad que le proporcione entre 8 y 12 puntos de análisis en un pico cromatográfico.

Reducción del rango de masas

Al reducir el rango de masas, se analizarán directamente los compuestos de su interés. Sin embargo, si se está analizando un gran número de compuestos que tienen una amplia gama de fragmentos de masa, se recomienda trabajar con un rango de masas amplio. Para reducir el rango de masas, configure los parámetros de barrido con valores más bajos. Si trabaja con un rango de masas más pequeño, se reducirá la velocidad de barrido, pero se obtendrán los mismos muestreos del pico cromatográfico. Al desglosar su método de espectrometría de masas en grupos, puede crear ajustes de espectrometría de masas específicos para cada compuesto a fin de optimizar los datos.

Ajuste de la temperatura de la línea de transferencia

Si la temperatura de la línea de transferencia es demasiado baja, los compuestos menos volátiles podrían quedar atascados en la línea de transferencia y no llegar a la fuente de iones. Por otra parte, si la línea de transferencia está demasiado caliente, podría dañar la columna o provocar la descomposición térmica de los compuestos que esté analizando. En líneas generales, la temperatura de la línea de transferencia debe estar 10 °C por encima del punto de ebullición más alto de los compuestos de interés, pero nunca por encima de la temperatura máxima de funcionamiento seguro de la columna. Aumente también la temperatura de la fuente para mejorar la respuesta de los compuestos con un punto de ebullición elevado y evitar que el sangrado de la columna y los compuestos matrices ensucien la fuente de iones.

Nota La temperatura de la línea de transferencia y de la fuente de iones debe ser similar para que esta última no se contamine.

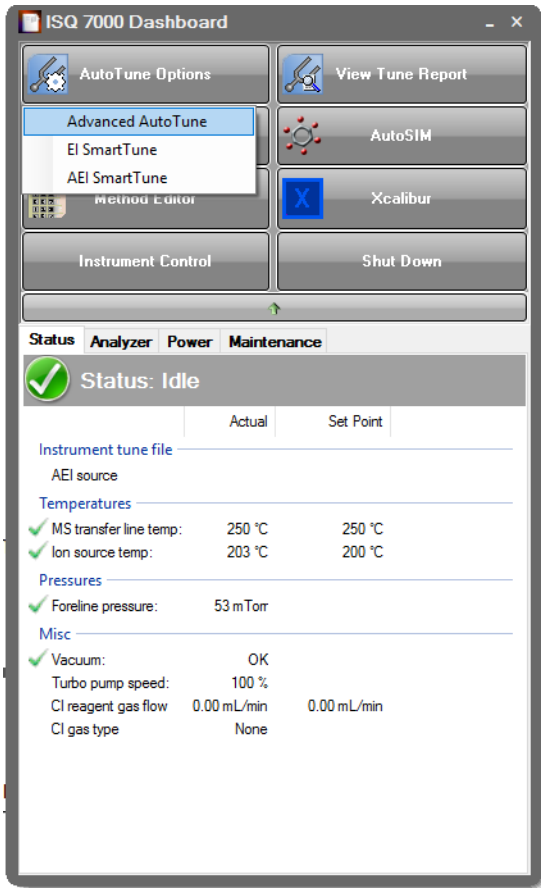
Modificación de un ajuste automático

AutoTune de ISQ 7610 es una función que utiliza determinados parámetros en los tipos de ajuste para optimizar el rendimiento del sistema al generar un archivo de ajuste.

❖ Para modificar un ajuste automático en el software Xcalibur

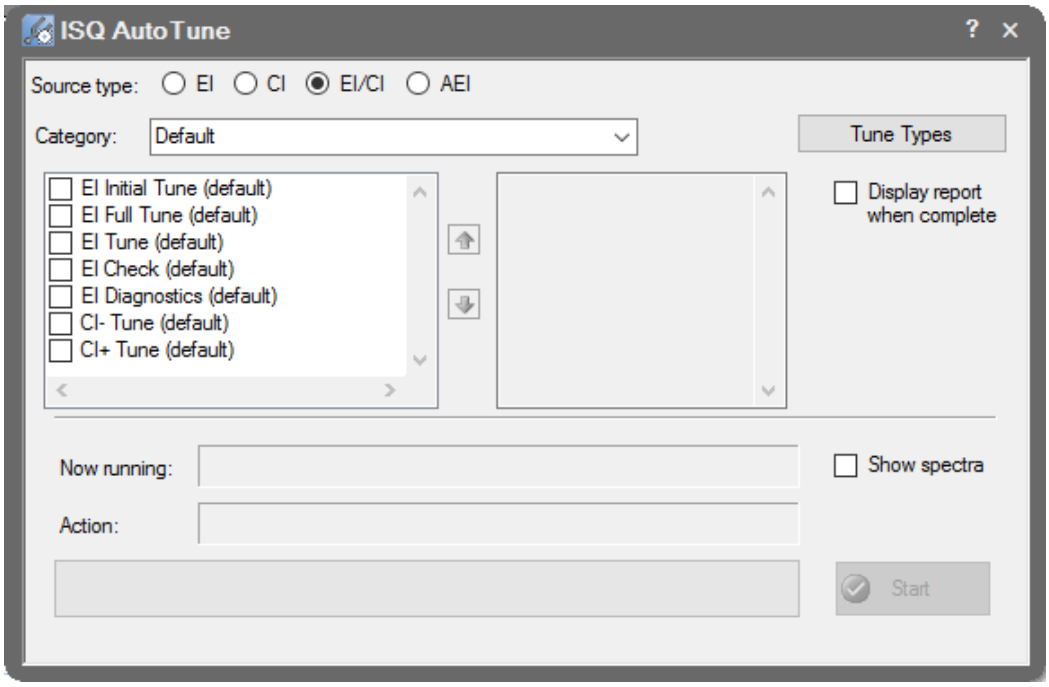
1. Seleccione **AutoTune Options** (Opciones de AutoTune) **| Advanced AutoTune** (AutoTune avanzado) en el panel del sistema ISQ 7610. Consulte la Figura 193.

   Figura 193. Acceder al editor de tipos de ajuste desde el panel del sistema ISQ 7610



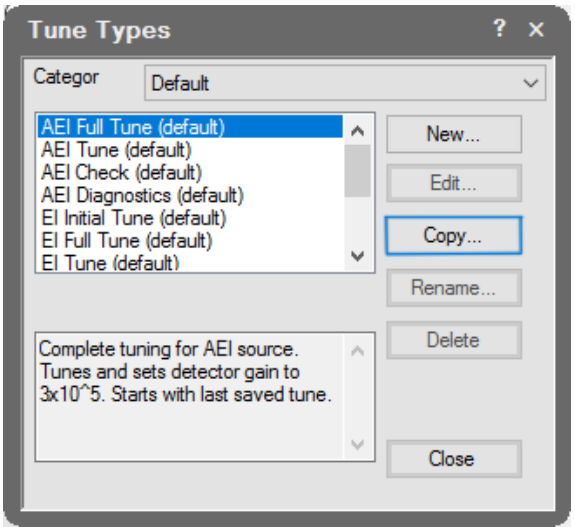
2. Se abre la función ISQ AutoTune. Haga clic en **Tune Types** (Tipos de ajuste). Consulte la Figura 194.

Figura 194. Acceder al editor de tipos de ajuste desde la función AutoTune del sistema ISQ 7610



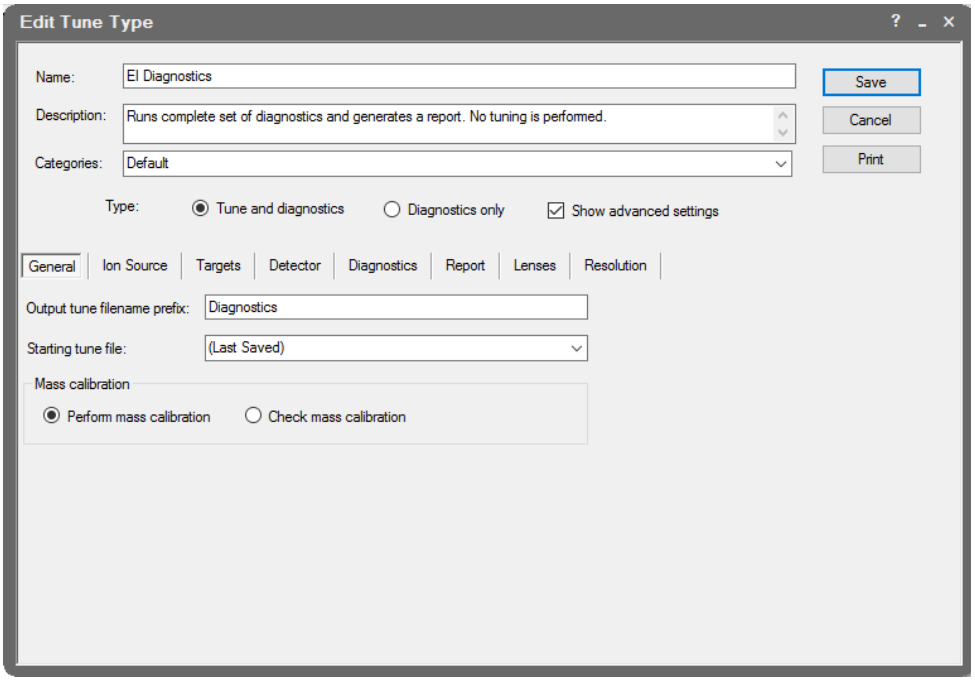
3. En el cuadro de diálogo Tune Types (Tipos de ajuste), seleccione el tipo de ajuste que desea editar y haga clic en el botón **Copy** (Copiar). Consulte la Figura 195.

Figura 195. Uso del cuadro de diálogo Tune Types (Tipos de ajuste)



4. Configure las opciones en la pestaña **General**. Consulte la Figura 196.

Figura 196. Configuración de las opciones de la pestaña General



- **Name** (Nombre): utilice este campo para introducir un nombre para el tipo de ajuste.
- **Description** (Descripción): utilice este campo para introducir detalles o anotaciones sobre el tipo de ajuste.
- **Type** (Tipo): seleccione **Tune and Diagnostics** (Ajuste y diagnóstico) para ejecutar un ajuste de lentes con un diagnóstico, o bien seleccione **Diagnostics Only** (Solo diagnóstico) si está creando una prueba de diagnóstico.
- **Output Tune Filename Prefix** (Prefijo del nombre de archivo de ajuste de salida): utilice este campo para introducir un prefijo que se añadirá al título del informe de ajustes. Por ejemplo, si habitualmente ejecuta informes BFB, puede introducir las siglas «BFB» en este campo para distinguirlo de otros informes que genere.
- **Starting Tune File** (Archivo de ajuste inicial): utilice este menú desplegable para seleccionar un archivo de ajuste en el que se basará el tipo de ajuste:

Nota Si selecciona un archivo de ajuste con un nombre que solo tenga un prefijo en lugar de un archivo de ajuste con una marca de fecha y hora, el archivo de ajuste más reciente con ese nombre de prefijo se cargará al inicio de cada ajuste.

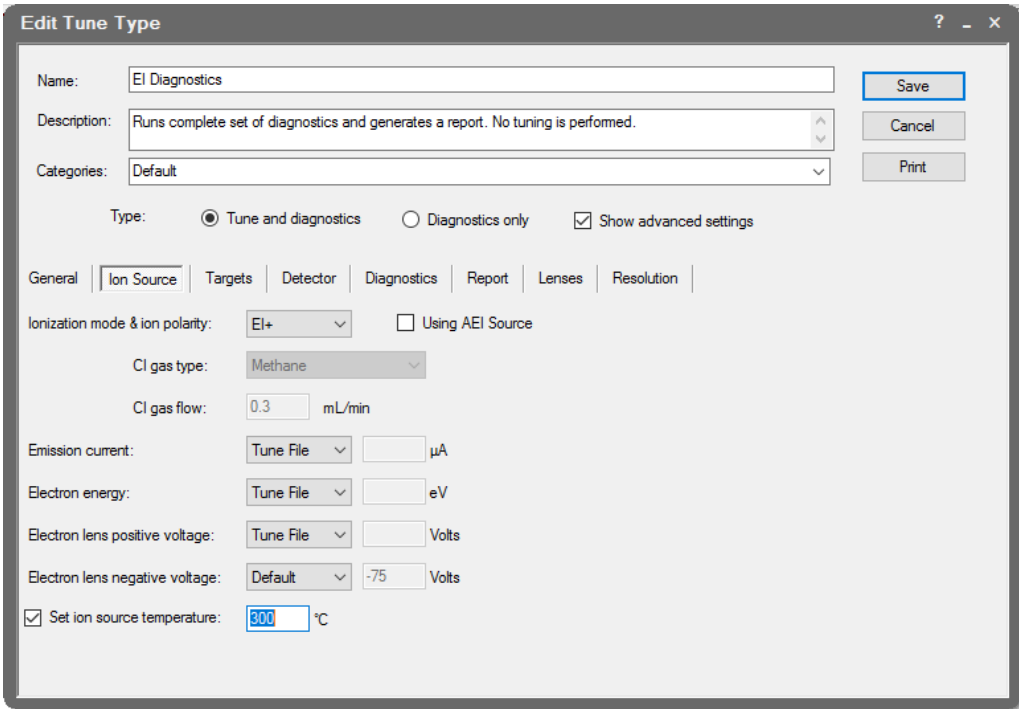
  - Seleccione **Factory** (Fábrica) para usar un archivo predeterminado con valores de fábrica e iniciar el ajuste del instrumento con una fuente de iones limpia.
  - Seleccione **Last Saved** (Último guardado) para usar el archivo del ajuste automático más reciente guardado en el instrumento que haya dado un buen resultado. También puede cargar un archivo de ajuste y guardarlo en el instrumento como último archivo de ajuste guardado mediante el *Ajuste manual del sistema ISQ 7610*.

– Si tiene un archivo de ajuste fiable que desee usar como prueba para un nuevo archivo de ajuste, selecciónelo.

- **Perform Mass Calibration** (Ejecutar calibración de masa): seleccione este botón para habilitar el sistema y recalibrar todas las masas durante un ajuste.
- **Check Mass Calibration** (Comprobación de calibración de masa): seleccione este botón para permitir al sistema confirmar que la calibración de la masa es correcta en lugar de llevar a cabo una calibración de la masa.

5. Configure las opciones en la pestaña **Ion Source** (Fuente de iones). Consulte la Figura 197.

Figura 197. Configuración de las opciones de la fuente de iones



- **Ionization Mode & Ion Polarity** (Modo de ionización y polaridad de iones): utilice este menú desplegable para seleccionar un modo:
  – Seleccione **EI+** para llevar a cabo un ajuste en modo de ionización de electrones (EI).
  – Seleccione **CI+** para llevar a cabo un ajuste en modo de ionización química (CI) e iones positivos.
  – Seleccione **CI–** para llevar a cabo un ajuste en modo de ionización química (CI) e iones negativos.
- **Using AEI Source** (Usar fuente de AEI): active esta casilla de verificación si tiene una fuente de AEI instalada.

- **CI Gas Type** (Tipo de gas de CI): (esta opción solo está activada si selecciona CI+ o CI–). Utilice este menú desplegable para seleccionar un tipo de gas; asegúrese de seleccionar el gas reactivo conectado al sistema y el puerto de gas adecuado. Por lo general, se utiliza metano para la ionización química positiva (CI+). El uso de otros gases puede alterar la eficacia y la energía del proceso de ionización.

Nota A la hora de modificar el puerto de gas o los tipos de gas de CI, habrá un retardo de dos minutos mientras se purga el gas reactivo. Durante este tiempo, se mantendrá encendida la luz que indica que el sistema está ocupado. Debe esperar a que se apague la luz para poder usar el software del sistema ISQ 7610.

- **CI Gas Flow** (Caudal de gas de CI): (opción habilitada cuando selecciona un tipo de gas de CI). Utilice este campo para introducir el caudal del gas de CI.
- **Emission Current** (Corriente de emisión): permite definir la corriente de emisión que utiliza para ejecutar ajustes subsecuentes, pero no la corriente de emisión que se utiliza para la adquisición de datos. Si se reduce la corriente de emisión, se puede ampliar el tiempo que transcurre entre la limpieza necesaria de la fuente de iones y la sustitución del filamento, y se prolonga la vida útil del detector.
  - **Tune File** (Archivo de ajuste): seleccione esta opción para usar el valor del archivo de ajuste seleccionado en la pestaña General.
  - **Default** (Valor predeterminado): seleccione esta opción para usar la corriente de emisión predeterminada, que es de 50 µA para los sistemas de EI y de 10 µA para los sistemas de AEI.
  - **Custom** (Valor personalizado): seleccione esta opción si desea utilizar una corriente de emisión distinta del valor predeterminado para aumentar o disminuir la sensibilidad del instrumento. Defina el ajuste con el mismo valor que usará para el análisis. El uso de corrientes de emisión por encima de 100 µA puede generar demasiados iones en la fuente y degradar la resolución.

a. **Electron Energy** (Energía de electrones): utilice este campo para indicar la energía de los electrones que emitirá el filamento para ampliar la vida útil de este.

- **Default** (Valor predeterminad**o):** seleccione esta opción para usar la energía de electrones predeterminada, que es de 70 eV para la fuente de iones de EI y de 50 eV para la fuente de iones de AEI.
- **Tune File** (Archivo de ajuste): seleccione esta opción para usar el valor del archivo de ajuste seleccionado en la pestaña General.
- **Custom** (Valor personalizado): seleccione esta opción para definir la energía de los electrones emitidos por el filamento. Con la modificación de la energía de los electrones, se afectará la eficacia de ionización y la fragmentación de la muestra. Este valor suele definirse en 70 V en el caso de la fuente de iones de EI porque las bibliotecas de EI estándar se basan en haces de electrones de 70 eV.

Nota Evite reducir la energía de los electrones a menos de 45 eV en AutoTune. Es posible que el compuesto de calibración no esté lo suficientemente ionizado para llevar a cabo los ajustes o para la calibración a niveles bajos de energía de electrones.

b. **Electron Lens Positive Voltage** (Tensión positiva de la lente electrónica): permite a los electrones penetrar en el volumen de iones.

- **Default** (Valor predeterminado): seleccione esta opción para usar la tensión positiva predeterminada de la lente electrónica, que es de 5 V.
- **Tune File** (Archivo de ajuste): seleccione esta opción para usar el valor empleado para el archivo de ajuste seleccionado en la pestaña **General**.
- **Custom** (Personalizado): seleccione esta opción si no desea usar el valor predeterminado para el ajuste. El valor predeterminado de la tensión positiva de la lente electrónica es 5 V. Debe definir el ajuste con el mismo valor que usará para el análisis. Este valor afecta la manera en que el haz de electrones se dirige hacia la fuente. Si modifica la energía del electrón a un valor distinto de 70 eV, este valor también cambiará. Esta tensión siempre debe estar, como mínimo, 45 V por encima de la tensión que se aplica al filamento para que el software del instrumento permita que el filamento se active. La tensión aplicada al filamento es la misma que la energía de los electrones, pero con el signo contrario. Puede definirse un valor entre 0 y 150 V.

Nota Cuando utilice la fuente de AEI, la lente actuará como repelente de iones, por lo que, si se define un valor superior, será más difícil superar los ajustes de resolución. No se recomienda utilizar valores por encima de 7-10 V para la fuente de AEI.

- **Electron Lens Negative Voltage** (Tensión negativa de la lente electrónica): este campo se utiliza para permitir a los electrones penetrar en el volumen de iones.
  - **Default** (Valor predeterminado): seleccione esta opción para usar la tensión negativa predeterminada de la lente electrónica, que es de –75 V.
  - **Tune File** (Archivo de ajuste): seleccione esta opción para usar el valor empleado para el archivo de ajuste que haya seleccionado en la pestaña General.
  - **Custom** (Personalizado): seleccione esta opción si no desea usar el valor predeterminado para el ajuste. El valor predeterminado de la tensión negativa de la lente electrónica es –75 V. Defina el ajuste con el mismo valor que usará para el análisis. Este valor afecta la manera en la que se evita que los electrones penetren en la fuente de iones cuando no les corresponde. Si modifica la energía del electrón a un valor distinto de 70 eV, este valor también cambiará. Asegúrese de que el valor de esta tensión es, como mínimo, 5 V inferior a la tensión aplicada al filamento.

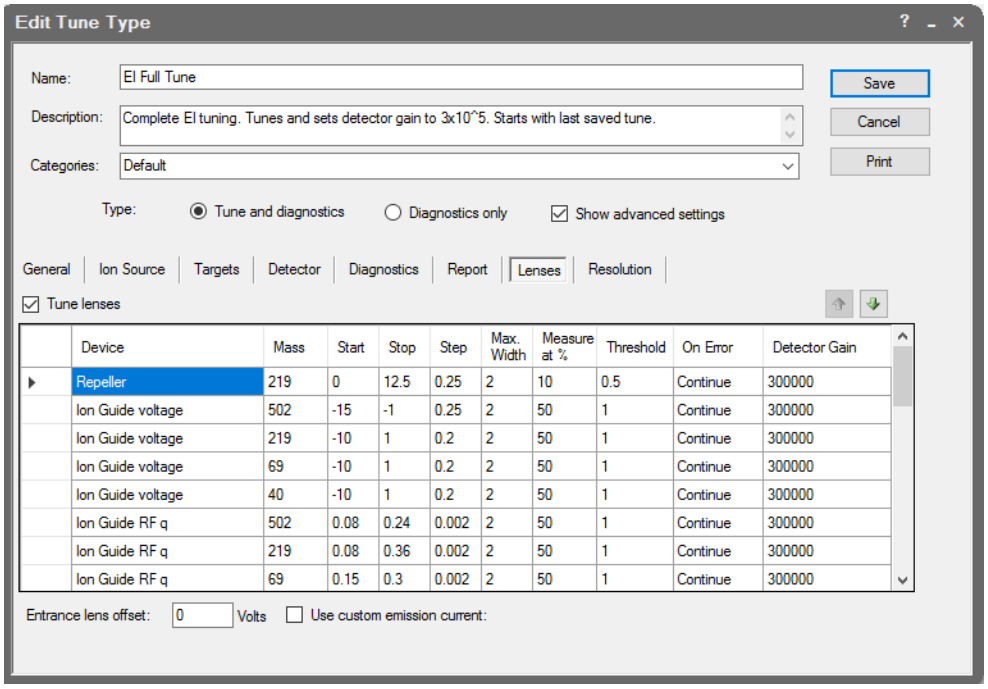
- **Set Ion Source Temperature** (Definir la temperatura de la fuente de iones): active esta casilla de verificación para habilitar el campo del valor de la temperatura. A continuación, introduzca un valor entre 0 y 350 °C (el valor predeterminado es 200 °C). La temperatura óptima viene determinada por la estructura molecular y el peso de los compuestos que se están analizando. Los compuestos más pesados requieren temperaturas más elevadas. Deberá establecer una temperatura lo más elevada posible para que la fuente de iones se mantenga limpia y para conservar el grado de sensibilidad adecuado.

> **Sugerencia** Si ajustará regularmente los valores entre cada ejecución de conjuntos de muestras, puede reducir los tiempos de espera hasta que las temperaturas se equilibran. Para ello, defina las temperaturas de ajuste a la misma temperatura que utiliza en el método de adquisición.

6. Configure las opciones en la pestaña **Lenses** (Lentes). El ajuste de la lente conforma la parte principal del algoritmo de ajuste. En esta sección, puede elegir qué componentes ajustar, qué masa optimizar para el ajuste, cuál es el rango de valores permitidos, cómo moverse por este rango, cuánto debe cambiar la señal para que se seleccione un nuevo valor y qué debe hacerse (si es que puede hacerse algo) respecto de la resolución del pico y otros errores que puedan surgir. Consulte la Figura 198.

Nota Active la casilla de verificación **Advanced Settings** (Ajustes avanzados) para acceder a la pestaña **Lenses** (Lentes).

Figura 198. Configuración de las opciones de la pestaña Lenses (Lentes)



- **Device** (Dispositivo): seleccione del menú desplegable el componente que desee ajustar, según la configuración del resto de las columnas.

- **Repeller** (Repelente): seleccione esta opción para ajustar la forma en la que el repelente expulsa los iones fuera de la región de ionización. La tensión que se aplica a este componente ejercerá un gran efecto sobre la energía del haz de iones, que, a su vez, influirá en gran medida sobre la resolución y la intensidad. Mientras menor sea dicha tensión, mayor será la resolución. Sin embargo, una tensión más alta evita que los iones lleguen a la superficie del repelente, lo que proporciona una mejor solidez. Los valores habituales están entre 0 y 5 V. Si el sistema está sucio, el repelente podría necesitar ajustarse a 12,5 V. No lo ajuste por encima de dicho valor.
- **Lens 1** (Lente 1): seleccione esta opción para controlar la lente 1, que es la primera de las tres lentes que atraviesa el ion al salir de la región de ionización. Estas tres lentes actúan como un elemento de enfoque que permite aumentar al máximo la intensidad del haz de iones que entra en la guía de iones. Este campo suele definirse entre –35 y –50 V.
- **Lens 2** (Lente 2): seleccione esta opción para controlar la lente 2, que es la segunda de las tres lentes que atraviesa el ion al salir de la región de ionización. Estas tres lentes actúan como un elemento de enfoque que permite aumentar al máximo la intensidad del haz de iones que entra en la guía de iones. Este campo suele definirse entre 0 y –15 V en el modo de EI. En el modo de CI, la tensión óptima suele estar entre 0 y –30 V.
- **Lens 3** (Lente 3): seleccione esta opción para controlar la lente 3, que es la última de las tres lentes que atraviesa el ion al salir de la región de ionización. Estas tres lentes actúan como un elemento de enfoque que permite aumentar al máximo la intensidad del haz de iones que entra en la guía de iones. El valor de este campo suele ser similar a la tensión de la lente 1.
- **Ion Guide DC** (CC de guía de iones): seleccione esta opción para controlar la tensión de desbalance de CC de la guía de iones. Puede ayudar a enfocar los iones en el cuadrupolo y eliminar el ruido neutro. La tensión de este componente depende de la masa por lo que debe definirse a varias masas distintas. Normalmente, este campo se define en un valor entre +1 y –15 V, según la masa del ion.
- **Ion Guide RF** (RF de guía de iones): seleccione esta opción para controlar la tensión de RF de la guía de iones. Puede ayudar a enfocar los iones en el cuadrupolo y eliminar el ruido neutro. La tensión de este componente depende de la masa por lo que debe definirse a varias masas distintas. Normalmente, este campo se define en un valor entre 0 y +5 V, según la masa del ion.
- **Q1:** seleccione esta opción para controlar la tensión que hace que los iones entren en el cuadrupolo. La tensión que se aplica a este componente ejercerá un gran efecto sobre la energía del haz de iones, que, a su vez, influirá en gran medida sobre la resolución y la intensidad. Mientras menor sea dicha tensión, mayor será la resolución. Sin embargo, mientras mayor sea la tensión, más iones entrarán en los cuadrupolos, lo que da lugar a una mejor señal. Este campo suele definirse entre 0 y –5 V.

  - **Resolution** (Resolución): seleccione esta opción para ajustar la relación de la tensión de RF y CC de los cuadrupolos para crear la resolución requerida para el análisis. Puede definir el ancho de pico deseado a una masa determinada. También puede definir si el ancho se medirá a 10 % o 50 % de la altura del pico. Ya que no se utiliza ninguna tensión de CC estática, los valores de inicio, fin e incremento no aplican.

- **Mass** (Masa): seleccione del menú desplegable el ion que se utilizará para el ajuste.
- **Start** (Inicio): utilice este campo para introducir la tensión de inicio del ajuste. La tensión de inicio debe ser siempre inferior a la tensión de parada. Por ejemplo, –35 es menor que 0.
- **Start** (Inicio): utilice este campo para introducir la tensión final del ajuste.
- **Step** (Incremento): utilice este campo para introducir el incremento del rango de ajuste. Por ejemplo, si ajusta un rango de 0-50 en incrementos de 10 V, en el campo **Step** (Incremento) debe introducir «10».

Nota Si los valores de inicio y fin coinciden, el dispositivo se definirá en dicho valor e ignorará el valor del incremento. Es posible que detecte que en algunos ajustes se definen los dispositivos con un valor antes de ajustarlos en otra línea. Esto se lleva a cabo porque los dispositivos de rampa no permiten que el ajuste se ejecute a valores más altos a los que se han configurado para masas superiores en el mismo dispositivo.

- **Max Width** (Ancho máximo): utilice este campo para introducir el ancho máximo del ion permitido durante el ajuste.
- **Measure at %** (Medición en %): seleccione del menú desplegable en qué puntos del pico (en %) desea medir el ancho máximo.
  - **10:** seleccione esta opción para medir el ancho a 10 % de la altura del pico.
  - **50:** seleccione esta opción para medir el ancho a 50 % de la altura del pico.
- **Threshold** (Umbral): utilice este campo para introducir el cambio de intensidad que debe ocurrir cuando el ajuste seleccione una nueva tensión. Por ejemplo, si define este campo en 1,1, el ajuste no seleccionará una nueva tensión para ese componente a menos que la intensidad sea el 110 % de la intensidad anterior. Si define este campo en 1, cada vez que la nueva tensión tenga una intensidad superior a la anterior, el ajuste seleccionará la nueva intensidad.

Nota Si se selecciona un valor inferior a 1 para los dispositivos con rampa, el valor del ajuste retrocede y reduce la energía hasta que se detecta la intensidad inferior. Por ejemplo, si ajusta este valor 0,8, se seleccionará el valor del dispositivo con menos energía que el valor del dispositivo con la máxima capacidad de respuesta que genera una intensidad más cercana a 80 % de la intensidad máxima.

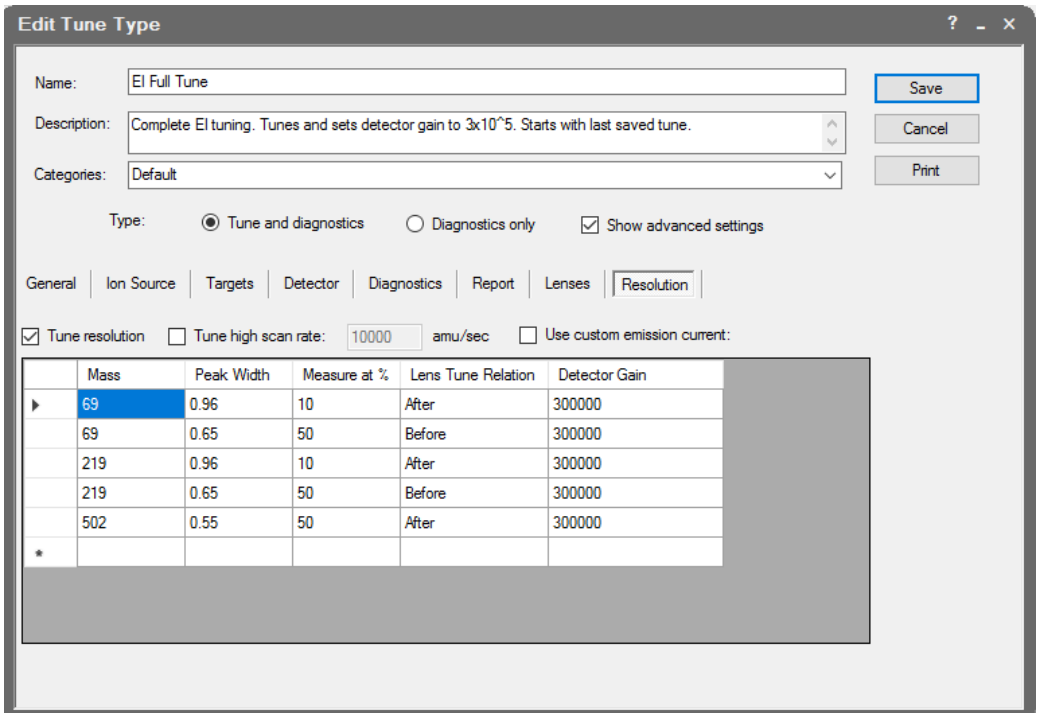
- **On Error** (En caso de error): utilice este menú desplegable para seleccionar cómo se gestionarán los posibles errores que surjan durante el ajuste.
  - **Fail** (Fallo): seleccione esta opción para detener el ajuste cuando ocurra un error o si ninguno de los puntos de ajuste coincide con los criterios.
  - **Continue** (Continuar): seleccione esta opción para permitir que el ajuste continúe con el siguiente dispositivo cuando ocurre un error.

7. Haga clic en la pestaña **Resolution** (Resolución) para configurar la resolución del ajuste. Puede ajustar la resolución durante un ajuste de lente o ajustar directamente la resolución.

Nota Active la casilla de verificación **Advanced Settings** (Ajustes avanzados) para acceder a la pestaña **Resolution** (Resolución).

- **Tune Resolution** (Resolución de ajustes): seleccione esta opción para ajustar únicamente la resolución. Esta resolución ajustará el sistema a velocidades de barrido de 100 y 1000 Da/s. También puede ajustarlo a una velocidad de barrido superior. Consulte la Figura 199.

Figura 199. Configuración de la resolución de ajustes

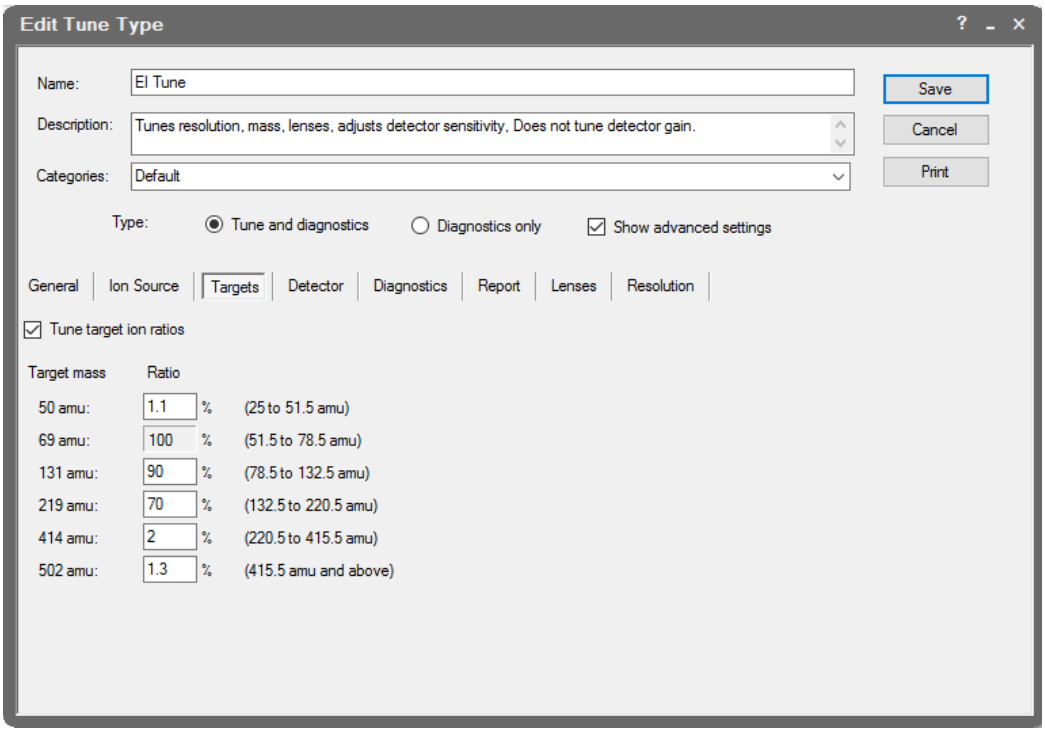


- **Mass** (Masa): seleccione del menú desplegable el ion que se utilizará para el ajuste.
- **Peak Width** (Ancho de pico): utilice este campo para introducir el ancho de pico objetivo.
- **Measure at %** (Medición en %): seleccione del menú desplegable en qué puntos del pico (en %) desea medir el ancho del pico objetivo.
  - **10:** seleccione esta opción para medir el ancho a 10 % de la altura del pico.
  - **50:** seleccione esta opción para medir el ancho a 50 % de la altura del pico.

- **Lens Tune Relation** (Correlación de ajuste de lente): utilice este menú desplegable para definir los parámetros de ajustes de resolución antes o después del ajuste de una lente.
  - **Before and After** (Antes y después): seleccione esta opción para utilizar los mismos parámetros de resolución antes y después del ajuste de una lente.
  - **Before** (Antes): seleccione esta opción para utilizar los parámetros de resolución antes del ajuste de la lente.
  - **After** (Después): seleccione esta opción para utilizar los parámetros de resolución después del ajuste de la lente.
- **Tune High Scan Rate** (Ajustar velocidad alta de barrido): active esta casilla de verificación para ajustar la resolución a una velocidad alta, además de las velocidades de barrido predeterminadas de 100 y 1000 Da/s.

8. Haga clic en la pestaña **Targets** (Elementos objetivo) para configurar cómo desea ajustar las relaciones de iones objetivo. El ajuste de elementos objetivo se utiliza para definir la forma en que se configura el instrumento ISQ 7610 para cumplir con los requisitos normativos. Consulte la Figura 200.

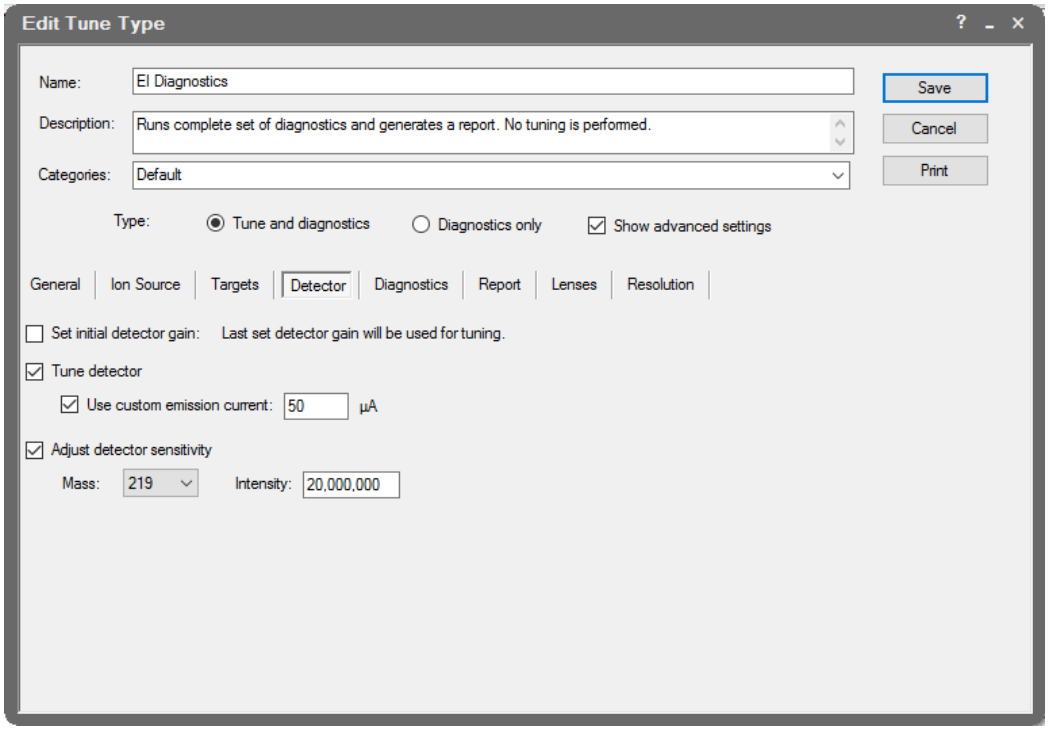
Figura 200. Configuración de las relaciones de iones objetivo



- **Tune Target Ion Ratios:** (Ajustar relaciones de iones objetivo): active esta casilla de verificación para ajustar las relaciones según los resultados obtenidos a partir de una inyección del compuesto de referencia.

9. Configure las opciones en la pestaña **Detector**. Consulte la Figura 201.

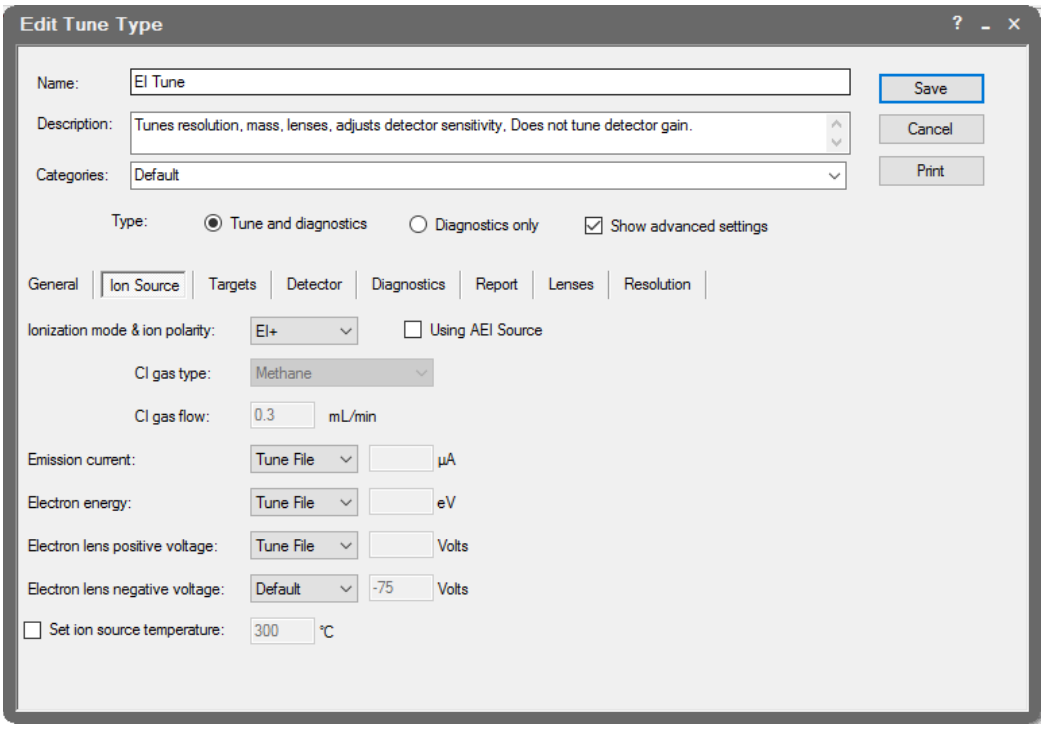
Figura 201. Configuración de las opciones de la pestaña Detector



- **Initial Detector Gain** (Ganancia del detector inicial): seleccione esta opción para definir la ganancia real del multiplicador de electrones. La ganancia corresponde al número de electrones generados por cada ion que colisiona contra el detector. Por lo general, se establece en 1×10^5 y 3×10^5 electrones por ion. Las ganancias que se encuentran por encima de esta cifra generan más electrones por ion, pero tanto la señal del ion del analito como la del ion de ruido de fondo serán más intensas. También puede establecer valores de ganancia inferiores, lo que hará que disminuya la intensidad de la señal. Además, con la definición de un valor inferior, aumentan las posibilidades de que no se detecte un ion determinado. A medida que se consume la vida útil del multiplicador de electrones, aumenta la tensión requerida para una ganancia dada. Según la carga de la muestra y si el sistema está correctamente sellado y no presenta fugas (el oxígeno daña el detector), es posible que no tenga que llevar a cabo este ajuste con demasiada frecuencia.
- **Tune Detector** (Ajustar detector): active esta casilla de verificación para ajustar el detector.
- **Adjust Detector Sensitivity** (Ajustar sensibilidad del detector): active esta casilla de verificación para ajustar el detector de manera que genere un recuento de área uniforme de un ion del gas de calibración para el informe de ajustes. Dado que la intensidad del gas de calibración varía según la presión atmosférica y la temperatura del laboratorio, esta opción da lugar a variaciones más amplias en los ciclos analíticos en comparación con los que se obtienen si se utiliza una ganancia de detector fija.
  - **Mass** (Masa): utilice este menú desplegable para seleccionar la masa de gas de calibración que desea usar.
  - **Intensity** (Intensidad): utilice este campo para introducir la intensidad que desea ver en el informe de ajustes.

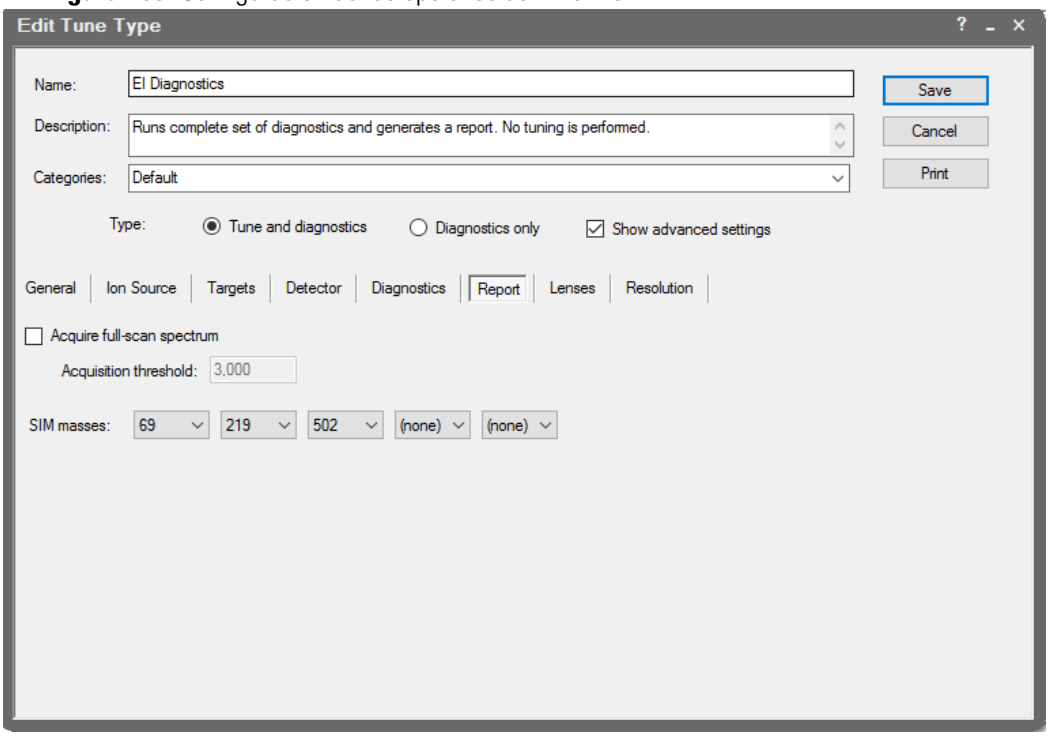
10. Haga clic en la pestaña **Diagnostics** (Diagnóstico) y seleccione una prueba para confirmar la capacidad operativa del sistema ISQ 7610. Consulte la Figura 202.

Figura 202. Acceder al diagnóstico del sistema ISQ 7610



11. Haga clic en la pestaña **Report** (Informe) para configurar cómo desea visualizar los datos. Consulte la Figura 203.

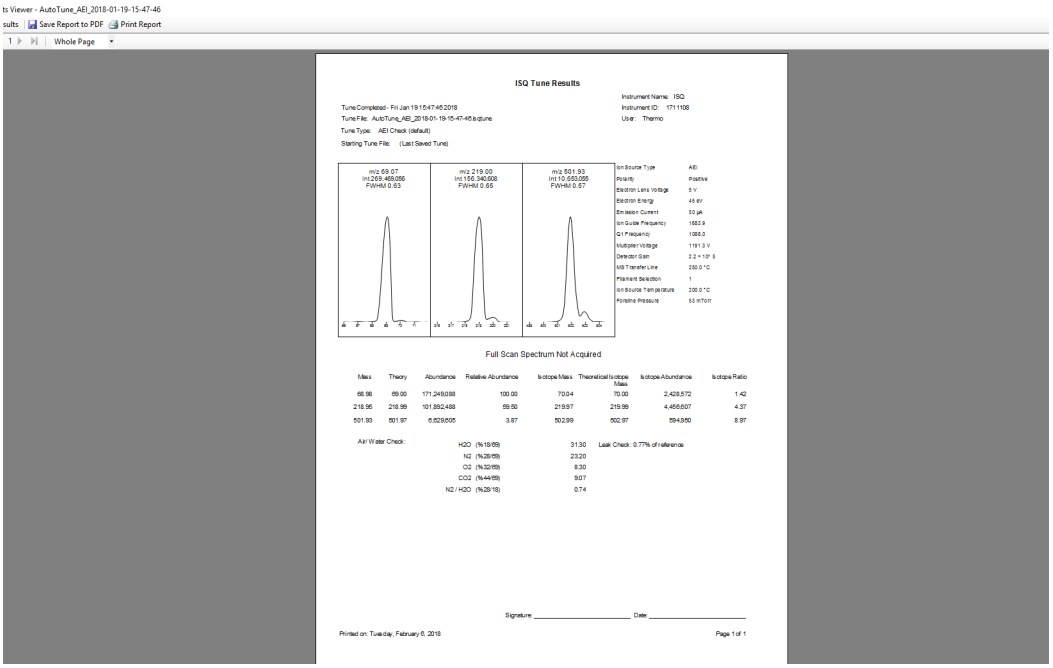
Figura 203. Configuración de las opciones del informe



- **Acquire Full-Scan Spectrum** (Adquirir espectro de barrido completo): active esta casilla de verificación para mostrar el espectro completo del informe de ajustes.
  - **Acquisition Threshold** (Umbral de adquisición): utilice este campo para introducir la altura mínima del pico para el archivo de datos. Si el pico tiene una intensidad por debajo de este umbral, no se almacenará.
  - **SIM Masses** (Masas de SIM): utilice estos menús desplegables para seleccionar las masas que se mostrarán en el informe de ajustes. Puede seleccionar hasta 5 masas, una de cada menú.

12. Una vez que haya terminado de configurar todas las pestañas, haga clic en el botón **Save** (Guardar) para guardar el tipo de ajuste. El nuevo tipo de ajuste aparecerá en la ventana **Tune Types** (Tipos de ajuste).
13. Haga clic en **Print** (Imprimir) para guardar la información del tipo de ajuste como archivo PDF o para imprimir una copia en papel de la información. Consulte la Figura 204.

Figura 204. Impresión de la información del tipo de ajuste

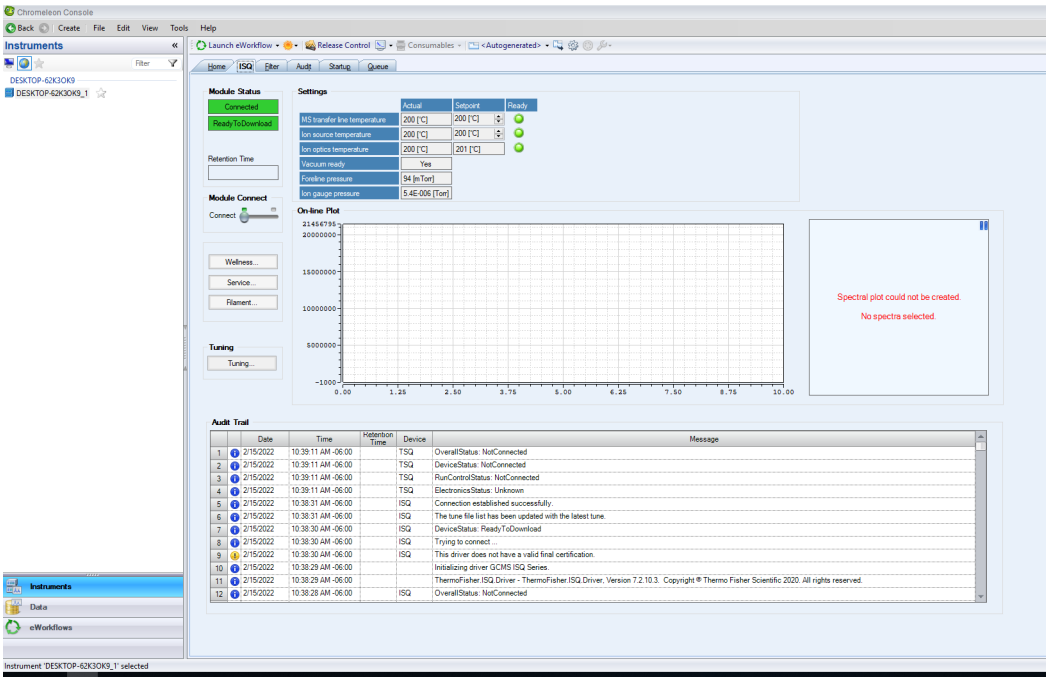


14. Haga clic en **Close** (Cerrar) para volver a la ventana Method Setup (Configuración del método). De esta manera, podrá seleccionar el tipo de archivo durante el ajuste automático.

❖ Para modificar un ajuste automático en el software Chromeleon

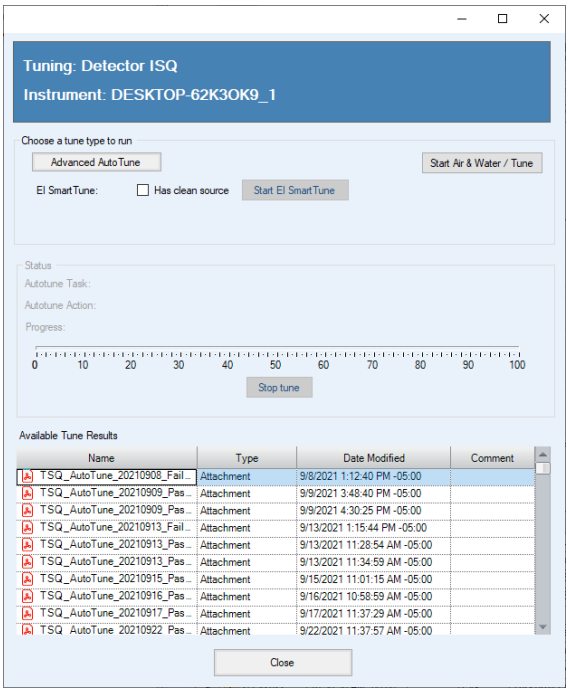
1. En el ePanel de ISQ, seleccione **Tuning** (Ajustes) | **Advanced AutoTune** (AutoTune avanzado) del panel del sistema ISQ 7610. Consulte la Figura 205.

Figura 205. Acceder al editor de tipos de ajuste desde el ePanel del sistema ISQ en el software Chromeleon



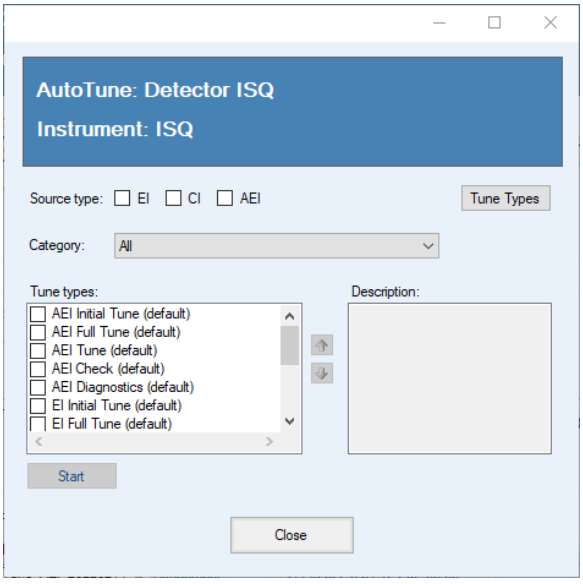
2. Se abre la ventana **Tuning: Detector ISQ** (Ajustes: Detector ISQ). Haga clic en **Advanced AutoTune** (AutoTune avanzado). Consulte la Figura 206.

Figura 206. Acceder al editor de tipos de ajuste en el software Chromeleon



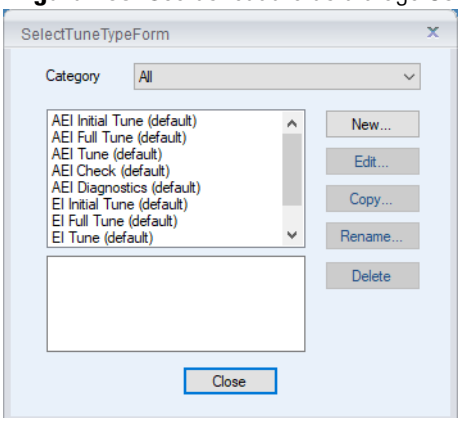
3. Se abre la ventana **AutoTune: Detector ISQ** (AutoTune: Detector ISQ). Haga clic en **Tune Types** (Tipos de ajuste). Consulte la Figura 207.

Figura 207. Acceder al editor de tipos de ajuste desde el software Chromeleon



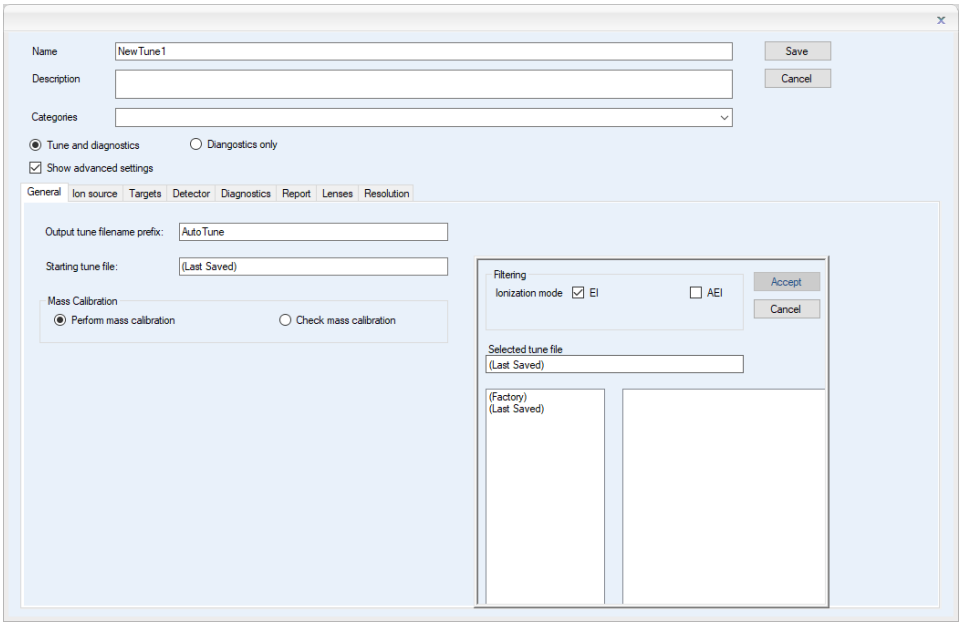
4. En el cuadro de diálogo **SelectTuneTypeForm** , seleccione el tipo de ajuste que desea editar y haga clic en el botón **Copy** (Copiar). Consulte la Figura 208.

Figura 208. Uso del cuadro de diálogo SelectTuneTypeForm



5. Configure las opciones en la pestaña **General**. Consulte la Figura 209.

Figura 209. Configuración de las opciones de la pestaña General



- **Name** (Nombre): utilice este campo para introducir un nombre para el tipo de ajuste.
- **Description** (Descripción): utilice este campo para introducir detalles o anotaciones sobre el tipo de ajuste.
- **Type** (Tipo): seleccione **Tune and Diagnostics** (Ajuste y diagnóstico) para ejecutar un ajuste de lentes con un diagnóstico, o bien seleccione **Diagnostics Only** (Solo diagnóstico) si está creando una prueba de diagnóstico.

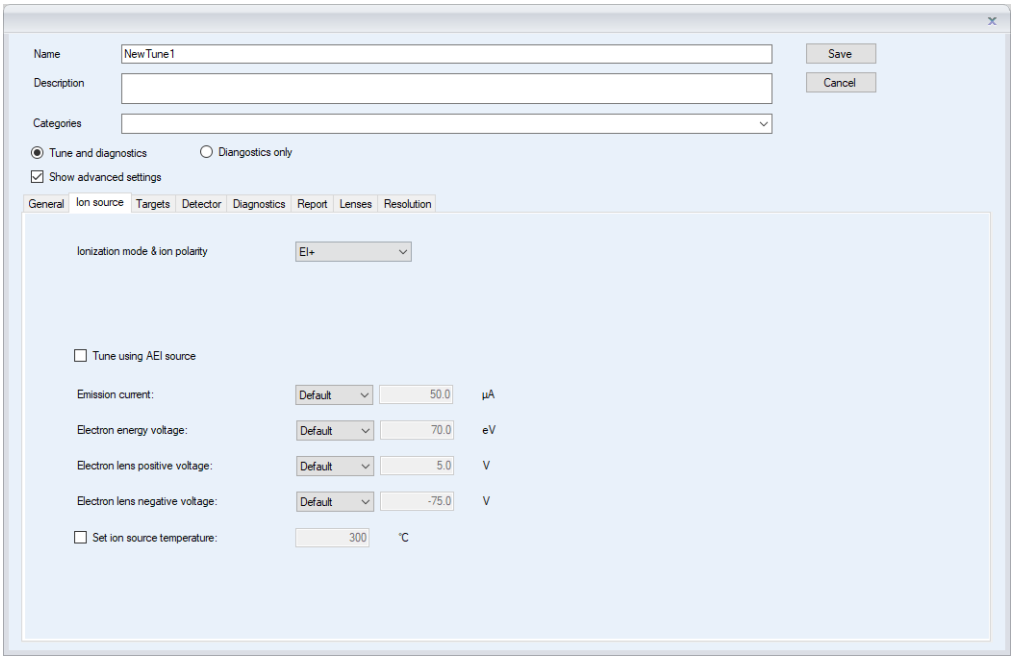
- **Output Tune Filename Prefix** (Prefijo del nombre de archivo de ajuste de salida): utilice este campo para introducir un prefijo que se añadirá al título del informe de ajustes. Por ejemplo, si habitualmente ejecuta informes BFB, puede introducir las siglas «BFB» en este campo para distinguirlo de otros informes que genere.
- **Starting Tune File** (Archivo de ajuste inicial): utilice este menú desplegable para seleccionar un archivo de ajuste en el que se basará el tipo de ajuste:

Nota Si selecciona un archivo de ajuste con un nombre que solo tenga un prefijo en lugar de un archivo de ajuste con una marca de fecha y hora, el archivo de ajuste más reciente con ese nombre de prefijo se cargará al inicio de cada ajuste.

  - Seleccione **Factory** (Fábrica) para usar un archivo predeterminado con valores de fábrica e iniciar el ajuste del instrumento con una fuente de iones limpia.
  - Seleccione **Last Saved** (Último guardado) para usar el archivo del ajuste automático más reciente guardado en el instrumento que haya dado un buen resultado. También puede cargar un archivo de ajuste y guardarlo en el instrumento como último archivo de ajuste guardado mediante el *Ajuste manual del sistema ISQ 7610*.
  - Si tiene un archivo de ajuste fiable que desee usar como prueba para un nuevo archivo de ajuste, selecciónelo.
- **Perform Mass Calibration** (Ejecutar calibración de masa): seleccione este botón para habilitar el sistema y recalibrar todas las masas durante un ajuste.
- **Check Mass Calibration** (Comprobación de calibración de masa): seleccione este botón para permitir al sistema confirmar que la calibración de la masa es correcta en lugar de llevar a cabo una calibración de la masa.

6. Configure las opciones en la pestaña **Ion Source** (Fuente de iones). Consulte la Figura 210.

Figura 210. Configuración de las opciones de la fuente de iones



- **Ionization Mode & Ion Polarity** (Modo de ionización y polaridad de iones): utilice este menú desplegable para seleccionar un modo:
  - Seleccione **EI+** para llevar a cabo un ajuste en modo de ionización de electrones (EI).
  - Seleccione **CI+** para llevar a cabo un ajuste en modo de ionización química (CI) e iones positivos.
  - Seleccione **CI–** para llevar a cabo un ajuste en modo de ionización química (CI) e iones negativos.
- **Using AEI Source** (Usar fuente de AEI): active esta casilla de verificación si tiene una fuente de AEI instalada.
- **CI Gas Type** (Tipo de gas de CI): (esta opción solo está activada si selecciona CI+ o CI–). Utilice este menú desplegable para seleccionar un tipo de gas; asegúrese de seleccionar el gas reactivo conectado al sistema y el puerto de gas adecuado. Por lo general, se utiliza metano para la ionización química positiva (CI+). El uso de otros gases puede alterar la eficacia y la energía del proceso de ionización.

Nota A la hora de modificar el puerto de gas o los tipos de gas de CI, habrá un retardo de dos minutos mientras se purga el gas reactivo. Durante este tiempo, se mantendrá encendida la luz que indica que el sistema está ocupado. Debe esperar a que se apague la luz para poder usar el software del sistema ISQ 7610.

- **CI Gas Flow** (Caudal de gas de CI): (opción habilitada cuando selecciona un tipo de gas de CI). Utilice este campo para introducir el caudal del gas de CI.
- **Emission Current** (Corriente de emisión): permite definir la corriente de emisión que utiliza para ejecutar ajustes subsecuentes, pero no la corriente de emisión que se utiliza para la adquisición de datos. Si se reduce la corriente de emisión, se puede ampliar el tiempo que transcurre entre la limpieza necesaria de la fuente de iones y la sustitución del filamento, y se prolonga la vida útil del detector.
  - **Tune File** (Archivo de ajuste): seleccione esta opción para usar el valor del archivo de ajuste seleccionado en la pestaña General.
  - **Default** (Valor predeterminado): seleccione esta opción para usar la corriente de emisión predeterminada, que es de 50 µA para los sistemas de EI y de 10 µA para los sistemas de AEI.
  - **Custom** (Valor personalizado): seleccione esta opción si desea utilizar una corriente de emisión distinta del valor predeterminado para aumentar o disminuir la sensibilidad del instrumento. Defina el ajuste con el mismo valor que usará para el análisis. El uso de corrientes de emisión por encima de 100 µA puede generar demasiados iones en la fuente y degradar la resolución.

a. **Electron Energy** (Energía de electrones): utilice este campo para indicar la energía de los electrones que emitirá el filamento para ampliar la vida útil de este.

- **Default** (Valor predeterminado): seleccione esta opción para usar la energía de electrones predeterminada, que es de 70 eV para la fuente de iones de EI y de 50 eV para la fuente de iones de AEI.
- **Tune File** (Archivo de ajuste): seleccione esta opción para usar el valor del archivo de ajuste seleccionado en la pestaña General.
- **Custom** (Valor personalizado): seleccione esta opción para definir la energía de los electrones emitidos por el filamento. Con la modificación de la energía de los electrones, se afectará la eficacia de ionización y la fragmentación de la muestra. Este valor suele definirse en 70 V en el caso de la fuente de iones de EI porque las bibliotecas de EI estándar se basan en haces de electrones de 70 eV.

Nota Evite reducir la energía de los electrones a menos de 45 eV en AutoTune. Es posible que el compuesto de calibración no esté lo suficientemente ionizado para llevar a cabo los ajustes o para la calibración a niveles bajos de energía de electrones.

b. **Electron Lens Positive Voltage** (Tensión positiva de la lente electrónica): permite a los electrones penetrar en el volumen de iones.

- **Default** (Valor predeterminado): seleccione esta opción para usar la tensión positiva predeterminada de la lente electrónica, que es de 5 V.

- **Tune File** (Archivo de ajuste): seleccione esta opción para usar el valor empleado para el archivo de ajuste seleccionado en la pestaña **General**.
- **Custom** (Personalizado): seleccione esta opción si no desea usar el valor predeterminado para el ajuste. El valor predeterminado de la tensión positiva de la lente electrónica es 5 V. Debe definir el ajuste con el mismo valor que usará para el análisis. Este valor afecta la manera en que el haz de electrones se dirige hacia la fuente. Si modifica la energía del electrón a un valor distinto de 70 eV, este valor también cambiará. Esta tensión siempre debe estar, como mínimo, 45 V por encima de la tensión que se aplica al filamento para que el software del instrumento permita que el filamento se active. La tensión aplicada al filamento es la misma que la energía de los electrones, pero con el signo contrario. Puede definirse un valor entre 0 y 150 V.

Nota Cuando utilice la fuente de AEI, la lente actuará como repelente de iones, por lo que, si se define un valor superior, será más difícil superar los ajustes de resolución. No se recomienda utilizar valores por encima de 7-10 V para la fuente de AEI.

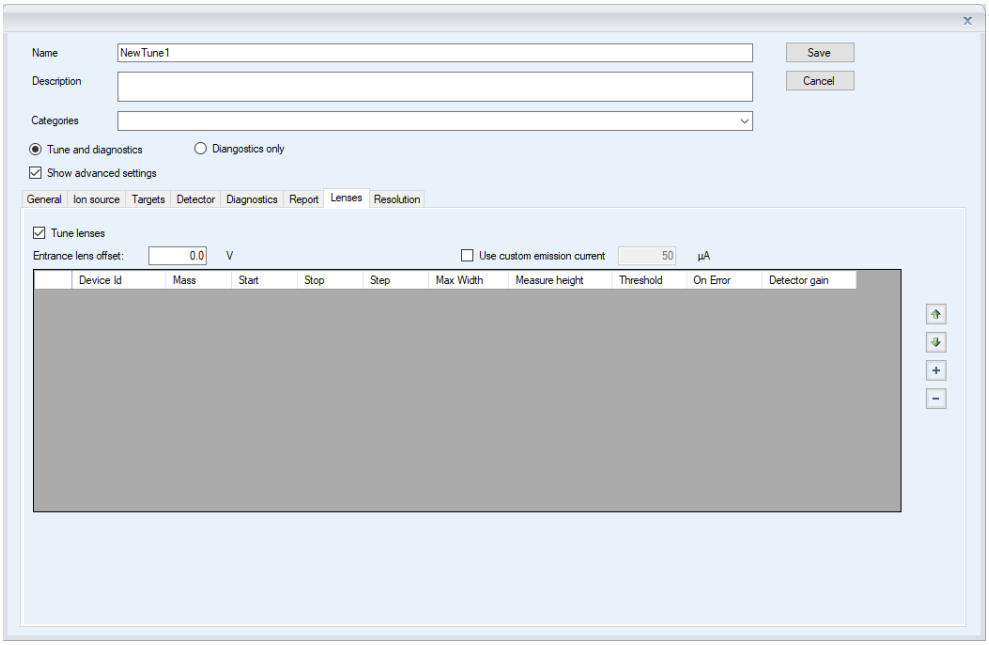
- **Electron Lens Negative Voltage** (Tensión negativa de la lente electrónica): este campo se utiliza para permitir a los electrones penetrar en el volumen de iones.
  - **Default** (Valor predeterminado): seleccione esta opción para usar la tensión negativa predeterminada de la lente electrónica, que es de –75 V.
  - **Tune File** (Archivo de ajuste): seleccione esta opción para usar el valor empleado para el archivo de ajuste que haya seleccionado en la pestaña General.
  - **Custom** (Personalizado): seleccione esta opción si no desea usar el valor predeterminado para el ajuste. El valor predeterminado de la tensión negativa de la lente electrónica es –75 V. Defina el ajuste con el mismo valor que usará para el análisis. Este valor afecta la manera en la que se evita que los electrones penetren en la fuente de iones cuando no les corresponde. Si modifica la energía del electrón a un valor distinto de 70 eV, este valor también cambiará. Asegúrese de que el valor de esta tensión es, como mínimo, 5 V inferior a la tensión aplicada al filamento.
- **Set Ion Source Temperature** (Definir la temperatura de la fuente de iones): active esta casilla de verificación para habilitar el campo del valor de la temperatura. A continuación, introduzca un valor entre 0 y 350 °C (el valor predeterminado es 200 °C). La temperatura óptima viene determinada por la estructura molecular y el peso de los compuestos que se están analizando. Los compuestos más pesados requieren temperaturas más elevadas. Deberá establecer una temperatura lo más elevada posible para que la fuente de iones se mantenga limpia y para conservar el grado de sensibilidad adecuado.

Sugerencia Si ajustará regularmente los valores entre cada ejecución de conjuntos de muestras, puede reducir los tiempos de espera hasta que las temperaturas se equilibran. Para ello, defina las temperaturas de ajuste a la misma temperatura que utiliza en el método de adquisición.

7. Configure las opciones en la pestaña **Lenses** (Lentes). El ajuste de la lente conforma la parte principal del algoritmo de ajuste. En esta sección, puede elegir qué componentes ajustar, qué masa optimizar para el ajuste, cuál es el rango de valores permitidos, cómo moverse por este rango, cuánto debe cambiar la señal para que se seleccione un nuevo valor y qué debe hacerse (si es que puede hacerse algo) respecto de la resolución del pico y otros errores que puedan surgir. Consulte la Figura 211.

Nota Active la casilla de verificación **Advanced Settings** (Ajustes avanzados) para acceder a la pestaña **Lenses** (Lentes).

Figura 211. Configuración de las opciones de la pestaña Lenses (Lentes)



- **Device** (Dispositivo): seleccione del menú desplegable el componente que desee ajustar, según la configuración del resto de las columnas.
  - **Repeller** (Repelente): seleccione esta opción para ajustar la forma en la que el repelente expulsa los iones fuera de la región de ionización. La tensión que se aplica a este componente ejercerá un gran efecto sobre la energía del haz de iones, que, a su vez, influirá en gran medida sobre la resolución y la intensidad. Mientras menor sea dicha tensión, mayor será la resolución. Sin embargo, una tensión más alta evita que los iones lleguen a la superficie del repelente, lo que proporciona una mejor solidez. Los valores habituales están entre 0 y 5 V. Si el sistema está sucio, el repelente podría necesitar ajustarse a 12,5 V. No lo ajuste por encima de dicho valor.

- **Lens 1** (Lente 1): seleccione esta opción para controlar la lente 1, que es la primera de las tres lentes que atraviesa el ion al salir de la región de ionización. Estas tres lentes actúan como un elemento de enfoque que permite aumentar al máximo la intensidad del haz de iones que entra en la guía de iones. Este campo suele definirse entre –35 y –50 V.
- **Lens 2** (Lente 2): seleccione esta opción para controlar la lente 2, que es la segunda de las tres lentes que atraviesa el ion al salir de la región de ionización. Estas tres lentes actúan como un elemento de enfoque que permite aumentar al máximo la intensidad del haz de iones que entra en la guía de iones. Este campo suele definirse entre 0 y –15 V en el modo de EI. En el modo de CI, la tensión óptima suele estar entre 0 y –30 V.
- **Lens 3** (Lente 3): seleccione esta opción para controlar la lente 3, que es la última de las tres lentes que atraviesa el ion al salir de la región de ionización. Estas tres lentes actúan como un elemento de enfoque que permite aumentar al máximo la intensidad del haz de iones que entra en la guía de iones. El valor de este campo suele ser similar a la tensión de la lente 1.
- **Ion Guide DC** (CC de guía de iones): seleccione esta opción para controlar la tensión de desbalance de CC de la guía de iones. Puede ayudar a enfocar los iones en el cuadrupolo y eliminar el ruido neutro. La tensión de este componente depende de la masa por lo que debe definirse a varias masas distintas. Normalmente, este campo se define en un valor entre +1 y –15 V, según la masa del ion.
- **Ion Guide RF** (RF de guía de iones): seleccione esta opción para controlar la tensión de RF de la guía de iones. Puede ayudar a enfocar los iones en el cuadrupolo y eliminar el ruido neutro. La tensión de este componente depende de la masa por lo que debe definirse a varias masas distintas. Normalmente, este campo se define en un valor entre 0 y +5 V, según la masa del ion.
- **Q1:** seleccione esta opción para controlar la tensión que hace que los iones entren en el cuadrupolo. La tensión que se aplica a este componente ejercerá un gran efecto sobre la energía del haz de iones, que, a su vez, influirá en gran medida sobre la resolución y la intensidad. Mientras menor sea dicha tensión, mayor será la resolución. Sin embargo, mientras mayor sea la tensión, más iones entrarán en los cuadrupolos, lo que da lugar a una mejor señal. Este campo suele definirse entre 0 y –5 V.
- **Resolution** (Resolución): seleccione esta opción para ajustar la relación de la tensión de RF y CC de los cuadrupolos para crear la resolución requerida para el análisis. Puede definir el ancho de pico deseado a una masa determinada. También puede definir si el ancho se medirá a 10 % o 50 % de la altura del pico. Ya que no se utiliza ninguna tensión de CC estática, los valores de inicio, fin e incremento no aplican.

• **Mass** (Masa): seleccione del menú desplegable el ion que se utilizará para el ajuste.

- **Start** (Inicio): utilice este campo para introducir la tensión de inicio del ajuste. La tensión de inicio debe ser siempre inferior a la tensión de parada. Por ejemplo, –35 es menor que 0.
- **Stop** (Detenido): utilice este campo para introducir la tensión final del ajuste.
- **Step** (Incremento): utilice este campo para introducir el incremento del rango de ajuste. Por ejemplo, si ajusta un rango de 0-50 en incrementos de 10 V, en el campo **Step** (Incremento) debe introducir «10».

Nota Si los valores de inicio y fin coinciden, el dispositivo se definirá en dicho valor e ignorará el valor del incremento. Es posible que detecte que en algunos ajustes se definen los dispositivos con un valor antes de ajustarlos en otra línea. Esto se lleva a cabo porque los dispositivos de rampa no permiten que el ajuste se ejecute a valores más altos a los que se han configurado para masas superiores en el mismo dispositivo.

- **Max Width** (Ancho máximo): utilice este campo para introducir el ancho máximo del ion permitido durante el ajuste.
- **Measure at %** (Medición en %): seleccione del menú desplegable en qué puntos del pico (en %) desea medir el ancho máximo.
  - **10:** seleccione esta opción para medir el ancho a 10 % de la altura del pico.
  - **50:** seleccione esta opción para medir el ancho a 50 % de la altura del pico.
- **Threshold** (Umbral): utilice este campo para introducir el cambio de intensidad que debe ocurrir cuando el ajuste seleccione una nueva tensión. Por ejemplo, si define este campo en 1,1, el ajuste no seleccionará una nueva tensión para ese componente a menos que la intensidad sea el 110 % de la intensidad anterior. Si define este campo en 1, cada vez que la nueva tensión tenga una intensidad superior a la anterior, el ajuste seleccionará la nueva intensidad.

Nota Si se selecciona un valor inferior a 1 para los dispositivos con rampa, el valor del ajuste retrocede y reduce la energía hasta que se detecta la intensidad inferior. Por ejemplo, si ajusta este valor 0,8, se seleccionará el valor del dispositivo con menos energía que el valor del dispositivo con la máxima capacidad de respuesta que genera una intensidad más cercana a 80 % de la intensidad máxima.

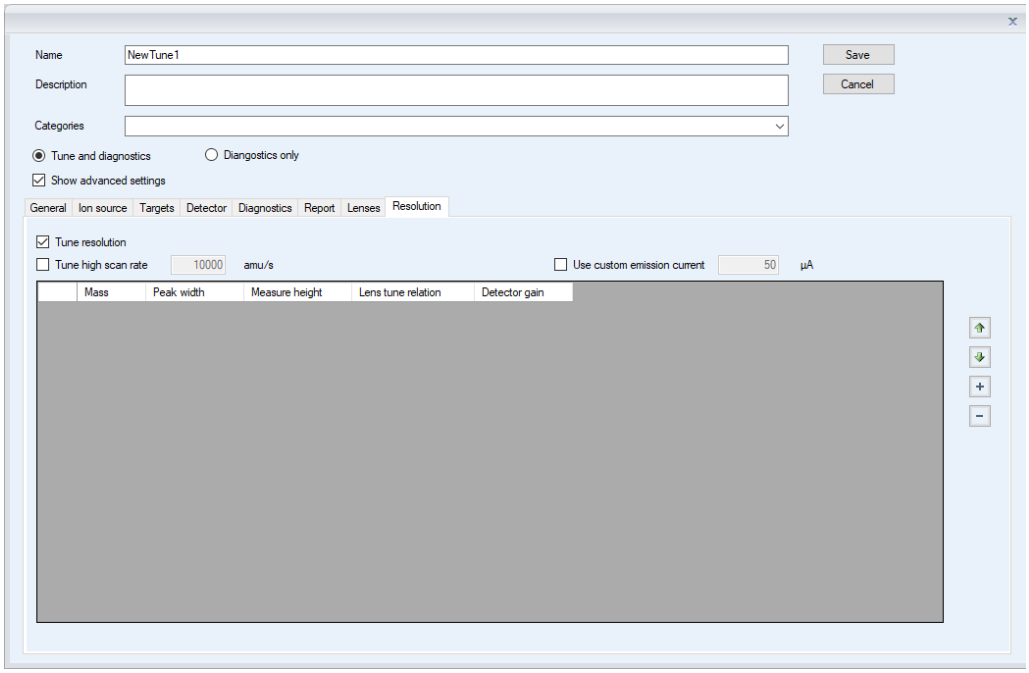
- **On Error** (En caso de error): utilice este menú desplegable para seleccionar cómo se gestionarán los posibles errores que surjan durante el ajuste.
  - **Fail** (Fallo): seleccione esta opción para detener el ajuste cuando ocurra un error o si ninguno de los puntos de ajuste coincide con los criterios.
  - **Continue** (Continuar): seleccione esta opción para permitir que el ajuste continúe con el siguiente dispositivo cuando ocurre un error.

8. Haga clic en la pestaña **Resolution** (Resolución) para configurar la resolución del ajuste. Puede ajustar la resolución durante un ajuste de lente o ajustar directamente la resolución.

Nota Active la casilla de verificación **Advanced Settings** (Ajustes avanzados) para acceder a la pestaña **Resolution** (Resolución).

- **Tune Resolution** (Resolución de ajustes): seleccione esta opción para ajustar únicamente la resolución. Esta resolución ajustará el sistema a velocidades de barrido de 100 y 1000 Da/s. También puede ajustarlo a una velocidad de barrido superior. Consulte la Figura 212.

Figura 212. Configuración de la resolución de ajustes



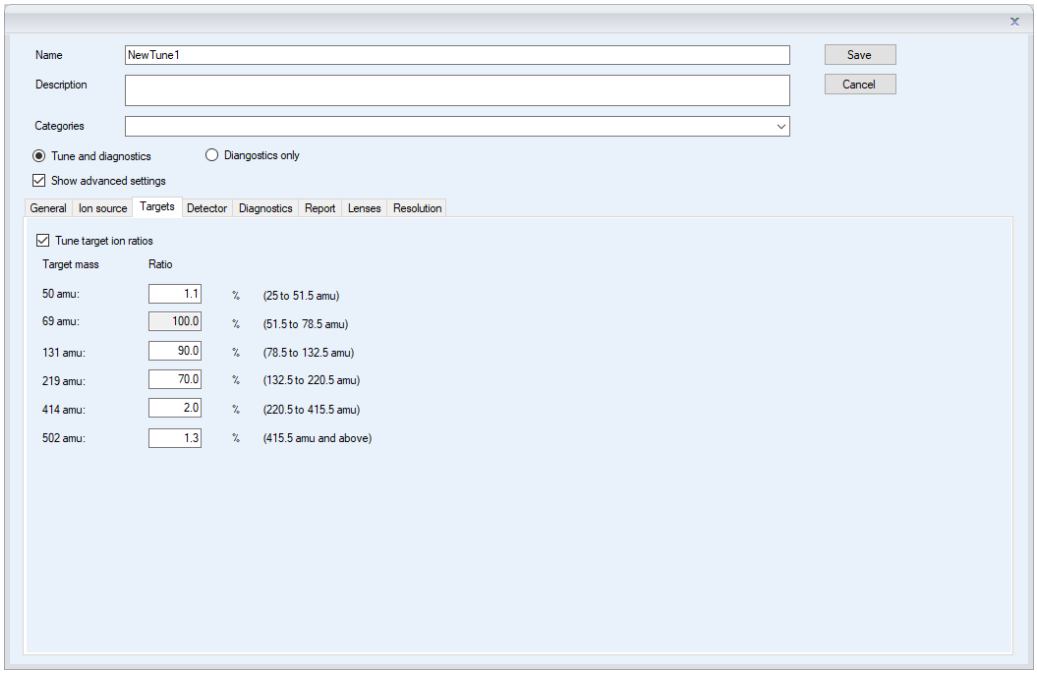
- **Mass** (Masa): seleccione del menú desplegable el ion que se utilizará para el ajuste.
- **Peak Width** (Ancho de pico): utilice este campo para introducir el ancho de pico objetivo.
- **Measure at %** (Medición en %): seleccione del menú desplegable en qué puntos del pico (en %) desea medir el ancho del pico objetivo.
  - **10:** seleccione esta opción para medir el ancho a 10 % de la altura del pico.
  - **50:** seleccione esta opción para medir el ancho a 50 % de la altura del pico.
- **Lens Tune Relation** (Correlación de ajuste de lente): utilice este menú desplegable para definir los parámetros de ajustes de resolución antes o después del ajuste de una lente.
  - **Before and After** (Antes y después): seleccione esta opción para utilizar los mismos parámetros de resolución antes y después del ajuste de una lente.

  - **Before** (Antes): seleccione esta opción para utilizar los parámetros de resolución antes del ajuste de la lente.
  - **After** (Después): seleccione esta opción para utilizar los parámetros de resolución después del ajuste de la lente.

- **Tune High Scan Rate** (Ajustar velocidad alta de barrido): active esta casilla de verificación para ajustar la resolución a una velocidad alta, además de las velocidades de barrido predeterminadas de 100 y 1000 Da/s.

9. Haga clic en la pestaña **Targets** (Elementos objetivo) para configurar cómo desea ajustar las relaciones de iones objetivo. El ajuste de elementos objetivo se utiliza para definir la forma en que se configura el instrumento ISQ 7610 para cumplir con los requisitos normativos. Consulte la Figura 213.

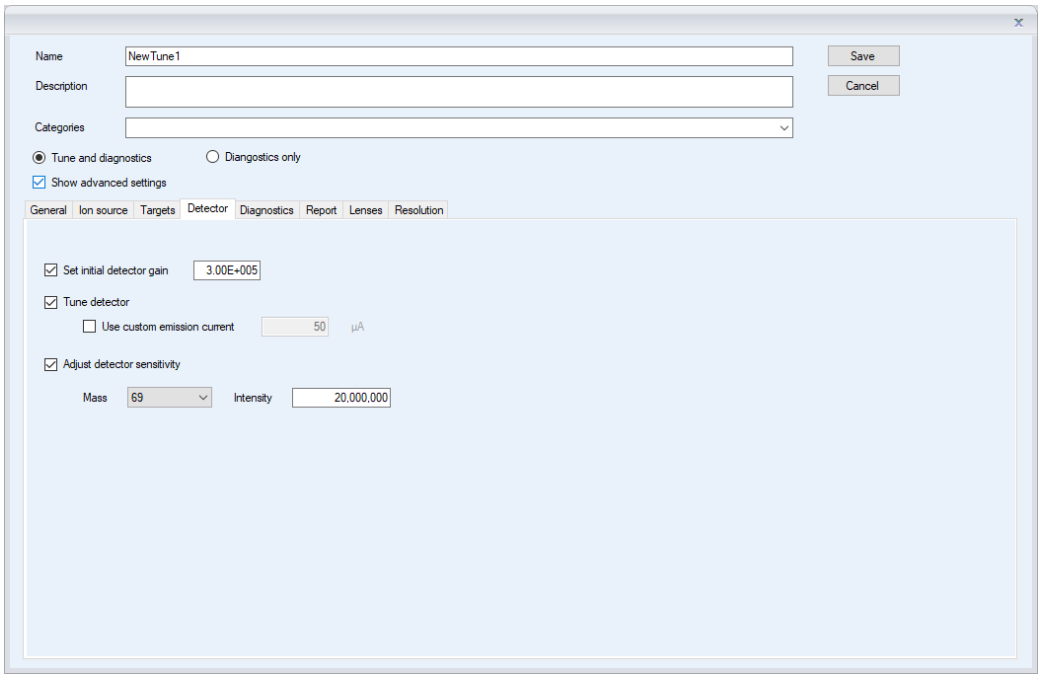
Figura 213. Configuración de las relaciones de iones objetivo



- **Tune Target Ion Ratios:** (Ajustar relaciones de iones objetivo): active esta casilla de verificación para ajustar las relaciones según los resultados obtenidos a partir de una inyección del compuesto de referencia.

10. Configure las opciones en la pestaña **Detector**. Consulte la Figura 214.

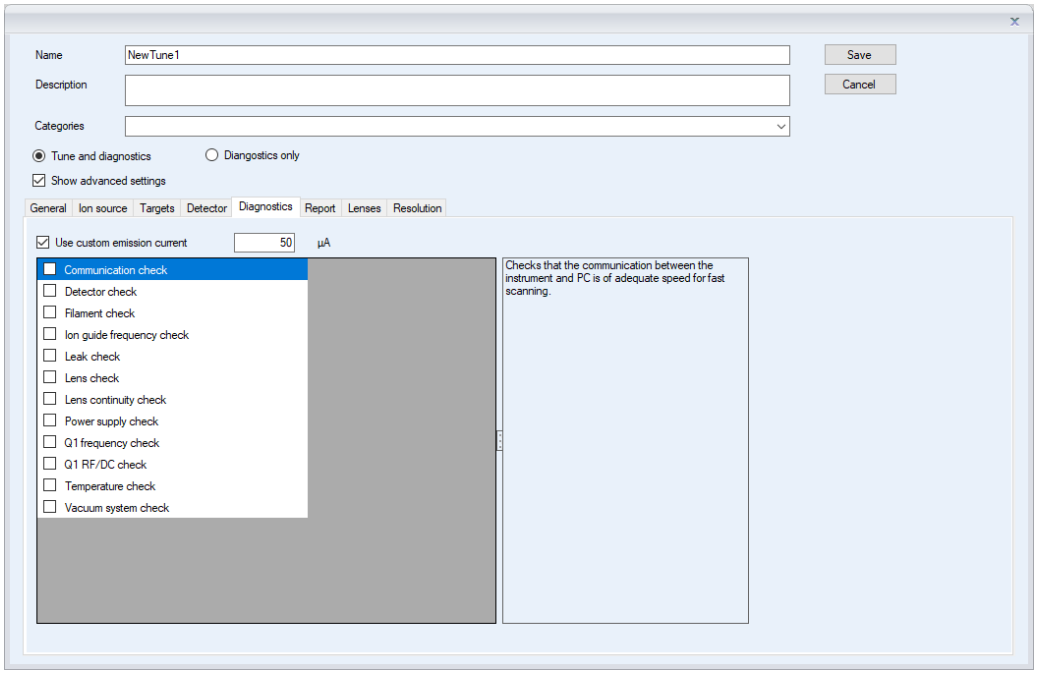
Figura 214. Configuración de las opciones de la pestaña Detector



- **Initial Detector Gain** (Ganancia del detector inicial): seleccione esta opción para definir la ganancia real del multiplicador de electrones. La ganancia corresponde al número de electrones generados por cada ion que colisiona contra el detector. Por lo general, se establece en 1×10^5 y 3×10^5 electrones por ion. Las ganancias que se encuentran por encima de esta cifra generan más electrones por ion, pero tanto la señal del ion del analito como la del ion de ruido de fondo serán más intensas. También puede establecer valores de ganancia inferiores, lo que hará que disminuya la intensidad de la señal. Además, con la definición de un valor inferior, aumentan las posibilidades de que no se detecte un ion determinado. A medida que se consume la vida útil del multiplicador de electrones, aumenta la tensión requerida para una ganancia dada. Según la carga de la muestra y si el sistema está correctamente sellado y no presenta fugas (el oxígeno daña el detector), es posible que no tenga que llevar a cabo este ajuste con demasiada frecuencia.
- **Tune Detector** (Ajustar detector): active esta casilla de verificación para ajustar el detector.
- **Adjust Detector Sensitivity** (Ajustar sensibilidad del detector): active esta casilla de verificación para ajustar el detector de manera que genere un recuento de área uniforme de un ion del gas de calibración para el informe de ajustes. Dado que la intensidad del gas de calibración varía según la presión atmosférica y la temperatura del laboratorio, esta opción da lugar a variaciones más amplias en los ciclos analíticos en comparación con los que se obtienen si se utiliza una ganancia de detector fija.
  - **Mass** (Masa): utilice este menú desplegable para seleccionar la masa de gas de calibración que desea usar.
  - **Intensity** (Intensidad): utilice este campo para introducir la intensidad que desea ver en el informe de ajustes.

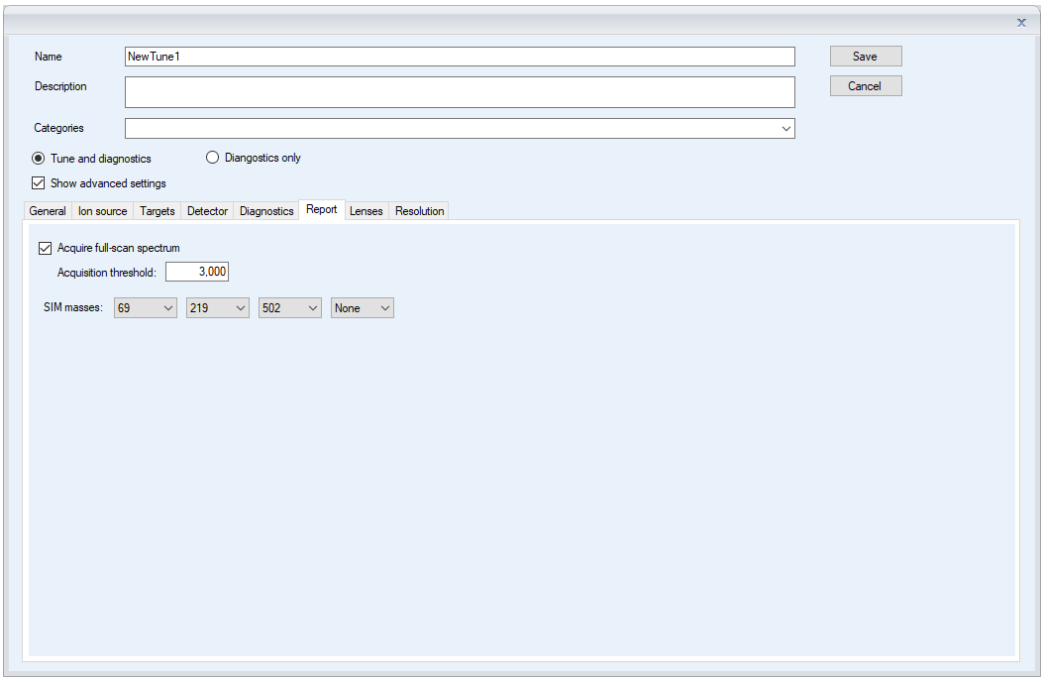
11. Haga clic en la pestaña **Diagnostics** (Diagnóstico) y seleccione una prueba para confirmar la capacidad operativa del sistema ISQ 7610. Consulte la Figura 215.

Figura 215. Acceder al diagnóstico del sistema ISQ 7610



12. Haga clic en la pestaña **Report** (Informe) para configurar cómo desea visualizar los datos. Consulte la Figura 216.

Figura 216. Configuración de las opciones del informe

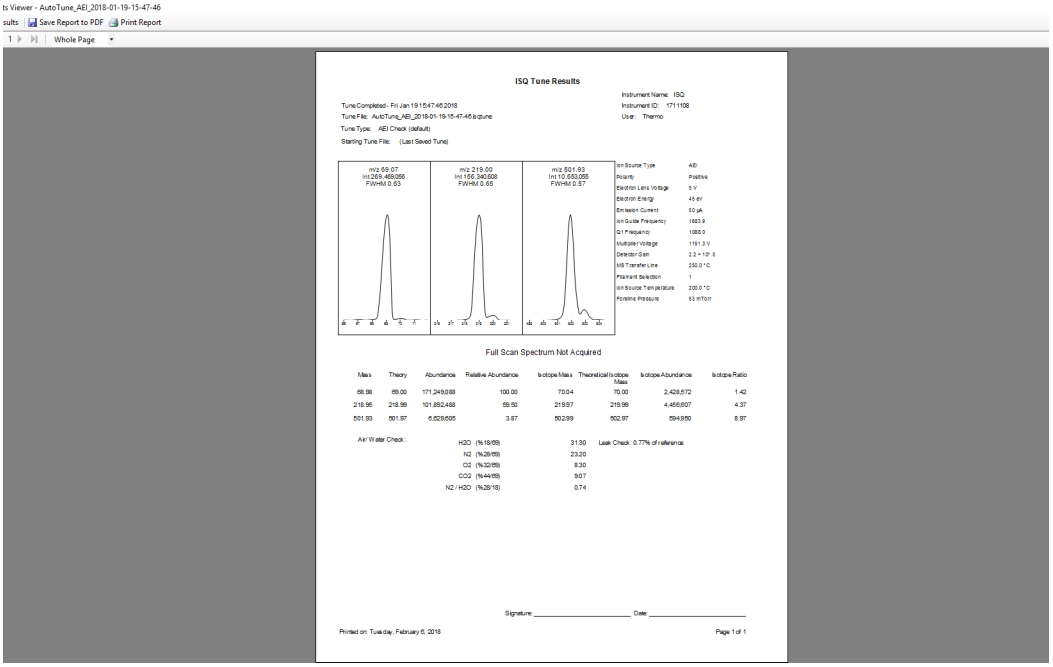


- **Acquire Full-Scan Spectrum** (Adquirir espectro de barrido completo): active esta casilla de verificación para mostrar el espectro completo del informe de ajustes.
  - **Acquisition Threshold** (Umbral de adquisición): utilice este campo para introducir la altura mínima del pico para el archivo de datos. Si el pico tiene una intensidad por debajo de este umbral, no se almacenará.
  - **SIM Masses** (Masas de SIM): utilice estos menús desplegables para seleccionar las masas que se mostrarán en el informe de ajustes. Puede seleccionar hasta 5 masas, una de cada menú.

13. Una vez que haya terminado de configurar todas las pestañas, haga clic en el botón **Save** (Guardar) para guardar el tipo de ajuste. El nuevo tipo de ajuste aparecerá en la ventana **Tune Types** (Tipos de ajuste).

14. Haga clic en **Print** (Imprimir) para guardar la información del tipo de ajuste como archivo PDF o para imprimir una copia en papel de la información. Consulte la Figura 217.

Figura 217. Impresión de la información del tipo de ajuste



15. Haga clic en **Close** (Cerrar) para volver a la ventana Method Setup (Configuración del método). De esta manera, podrá seleccionar el tipo de archivo durante el ajuste automático.

Resolución de problemas

Esta sección contiene información para ayudarle a llevar a cabo un diagnóstico de los problemas con los datos. En numerosas ocasiones, gracias a su experiencia como científico, podrá analizar los datos y detectar que existe algún problema, ya sea con el instrumento o con la muestra. En este capítulo se describen los indicios más frecuentes de posibles problemas relacionados con la línea de base, los picos o los resultados.

Índice

- Ajuste de las condiciones del instrumento para la resolución de problemas
- Barridos en los que no se detectan iones
- Comprobación del firmware del sistema ISQ 7610
- Cómo saber si el sistema requiere labores de mantenimiento
- Análisis de problemas relacionados con la línea de base
- Análisis de problemas relacionados con los picos
- Análisis de problemas relacionados con los resultados
- Reconfiguración del instrumento
- Actualización del software

Es posible que, mientras examina los datos, detecte que existe algún problema con la línea de base, los picos o los resultados. La información de esta sección le ayudarán a solucionar problemas. Si el problema está relacionado con el hardware, consulte la sección *Resolución de problemas* del *Manual del hardware ISQ 7610*.



PRECAUCIÓN RIESGO DE DESCARGA ELÉCTRICA: Siempre que sea necesario extraer una de las cubiertas del espectrómetro de masas ISQ 7610 debido a un problema, deberá apagar y ventilar el instrumento para evitar posibles daños personales.



ATTENTION RISQUE D'ÉLECTROCUTION : lorsque vous cherchez à résoudre un problème nécessitant d'enlever le couvercle de l'instrument, mettez hors tension et ventilez l'instrument pour éviter tout risque de blessure.

El primer paso para la resolución de un problema consiste en ejecutar un ajuste en el sistema ISQ 7610. Si la intensidad de iones es correcta, la forma de los picos es adecuada y no se detectan fugas de aire, primero examine el cromatógrafo de gases, el muestreador automático o el gas portador.

Si se detecta una fuga de aire, localícela y repárela. Examine cuidadosamente el casquillo de la línea de transferencia, la manilla de la válvula de ventilación, el panel frontal y el enclavamiento de vacío del instrumento ISQ 7610, así como el puerto de entrada del cromatógrafo de gases.

Si detecta que la intensidad es demasiado baja, compruebe que la compensación de vacío de gas portador está activada.

IMPORTANTE Cuando introduzca un cartucho de la fuente de iones frío tras limpiarlo o al cambiar entre modos EI y CI, la fuente de iones y la pila de lentes se dilatarán conforme se calienta el cartucho de la fuente, y esto da lugar a menudo a que el volumen de iones y las lentes acaben alejados de la parte posterior del instrumento, donde los contactos del resorte de la lente de RF se encargan de mantenerlos fijos con firmeza. Para evitar que los contactos eléctricos con las lentes sean intermitentes, deberá introducir el cartucho de la fuente de iones, esperar 30 minutos para que llegue a la temperatura objetivo, sacarlo y, a continuación, volver a introducirlo. Consulte el *Manual del hardware de ISQ 7610* para obtener instrucciones sobre la limpieza e inserción del cartucho de la fuente de iones.

Ajuste de las condiciones del instrumento para la resolución de problemas

Antes de comenzar el proceso de resolución de problemas del sistema ISQ 7610, configure el instrumento según las condiciones que se describen en esta sección para comparar detalladamente el sistema con los valores que se indican en la misma. El proceso de resolución de problemas debe llevarse a cabo en el modo de EI. Una vez que el modo de EI esté activado, compruebe las condiciones de CI, si corresponde.

IMPORTANTE Para manipular los componentes de la fuente de iones, utilice exclusivamente guantes para sala aséptica de nitrilo. Otro tipo de guantes pueden depositar contaminantes en los componentes de la fuente, lo que afecta el rendimiento del sistema. Consulte el *Manual de piezas de recambio del sistema ISQ 7610* para obtener información sobre cómo hacer pedidos.

- Limpie el cartucho de la fuente de iones. Consulte el *Manual del hardware del sistema ISQ 7610* para obtener instrucciones.

- Coloque una columna de cromatógrafo de gases de 15 m × 0,25 mm × 0.25 µm (si utiliza una columna distinta, es posible que varíen las lecturas de presión).
- Temperatura de la fuente de iones: 200 °C
- Temperatura de línea de transferencia: 250 °C
- Compensación de vacío: activada
- Caudal de columna: 1,2 ml/min
- Presión de bomba de prevacío inicial: <100 mTorr

> **Nota** La presión de la bomba de prevacío inicial depende del tiempo que se haya expuesto el interior del colector a la atmósfera, la capacidad de bombeo de la bomba turbomolecular, la longitud de la manguera de la bomba de prevacío inicial y otros criterios. Por ejemplo, si el sistema se ha expuesto recientemente a la atmósfera, el valor de la presión de la bomba de prevacío inicial será superior al valor previsto.

- Bombee el sistema. Bombee varias veces en función del tamaño de la bomba turbomolecular instalada.

> **Nota** Las lecturas de vacío no se muestran en los instrumentos ISQ 7610 que no dispongan de un medidor Convectron.

- Comprobación de aire/agua: agua (*m/z* 18/69) <240 %

Una vez que haya aplicado los ajustes que se especifican en esta sección y haya dejado que se equilibre el sistema ISQ 7610, lleve a cabo un ajuste de diagnóstico de EI, aunque no se muestren las intensidades de los iones.

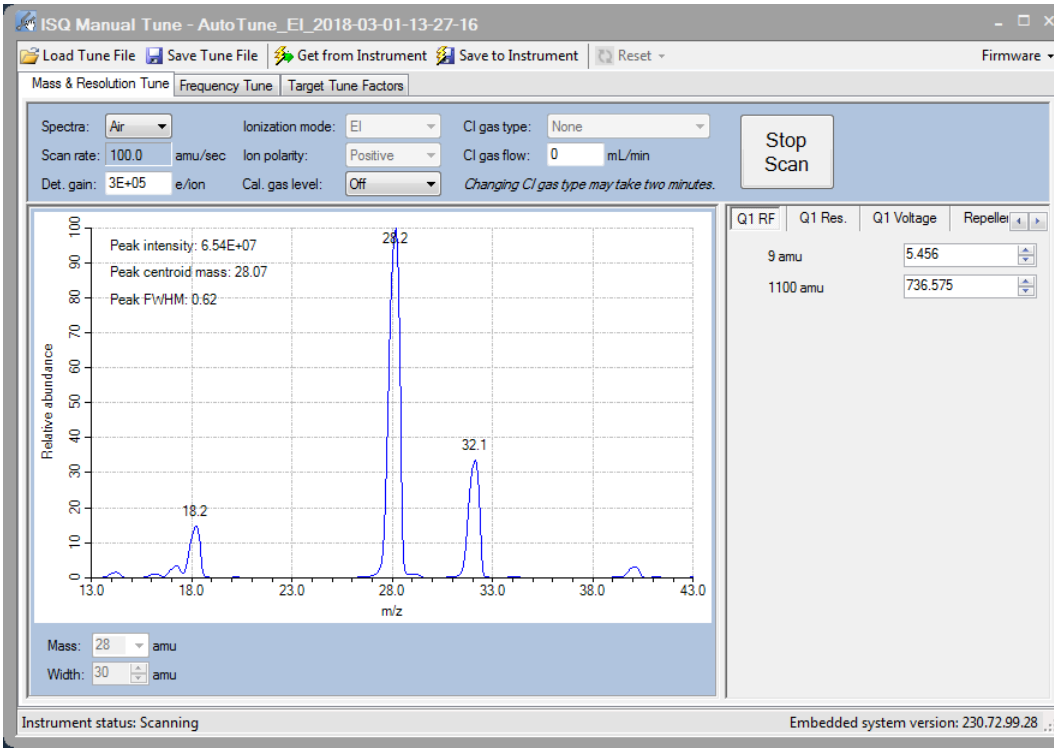
Comprobación de los espectros de aire/agua

Antes de llevar a cabo un diagnóstico adicional, compruebe los espectros de aire/agua del sistema ISQ 7610 en la función de ajuste manual de ISQ y utilice la información de esta sección para la resolución de problemas del sistema.

❖ Para comprobar los espectros de aire/agua en el sistema ISQ 7610

1. Si no está colocada, inserte la fuente de iones de EI.
2. Abra el panel de ISQ. Compruebe que todos los indicadores de estado están de color verde y que la bomba turbomolecular está a 100 %.
3. Seleccione **Air & Water/Tune** (Ajustes/Aire y agua) y compruebe el espectro de aire/agua. Consulte la Figura 218.

Figura 218. Valores habituales del espectro de aire/agua en el sistema ISQ 7610 con helio como gas portador a 1,2 ml/min



Nota Si está utilizando la fuente de AEI, es posible que los iones de fondo de aire y agua sean demasiado intensos y no puedan analizarse sin saturar el detector. No continúe con el barrido si el detector está saturado. De lo contrario, podría reducirse la vida útil de este. Anote la ganancia del detector y redúzcala (también puede consultar el último valor de ajuste utilizado en el informe de ajustes más reciente). Si la intensidad está por encima de 1×10^9, reduzca la corriente de emisión a 5 µA y disminuya la ganancia del detector para analizar los iones no saturados. Recuerde volver a configurar la ganancia del detector en el último valor de ajuste, en la función de ajuste manual, antes de ejecutar un método de muestra que utilice dicho valor de ganancia. El ajuste manual permite guardar el valor de la ganancia del detector en el instrumento de manera que pueda usarse en métodos posteriores.

Los resultados habituales (con helio como gas portador a un caudal de 1,2 ml/min) se indican a continuación:

- Ganancia del detector: 3×10^5
- Intensidad del pico: $\geq 3 \times 10^6$

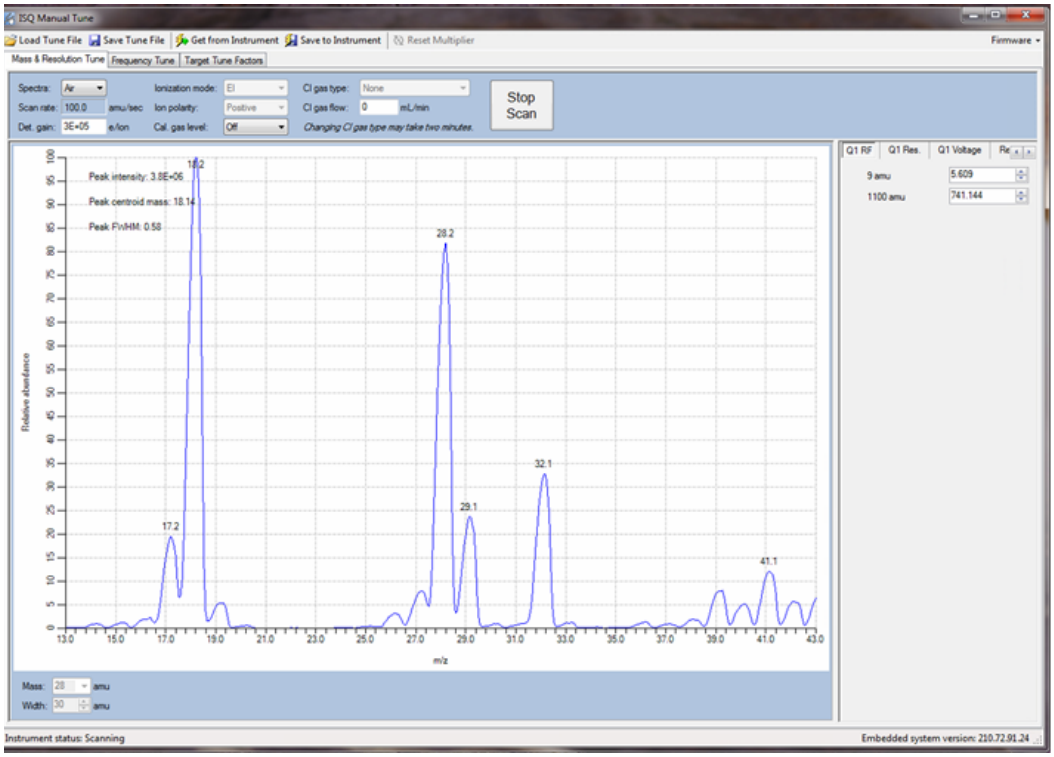
Nota La intensidad del pico varía según distintas variables, como la cantidad de agua y nitrógeno en el suministro de helio y el caudal de la columna.

- Los iones habituales presentes se muestran en las siguientes proporciones:
  - 18 (agua): presente y <300 % de N_2
  - 28 (N_2): pico de referencia (base) o >33 % de agua
  - 32 (O_2): presente y <40 % de N_2
  - 40 (argón): <10 % de N_2

> **Nota** Los iones de agua y aire no se muestran a abundancias relativas respecto del aire atmosférico. El nitrógeno es un contaminante habitual que se encuentra en el gas portador y la mayoría de los filtros no llegan a eliminarlo. Sin embargo, estos filtros de gas sí eliminan el oxígeno del helio.

4. Si se utiliza hidrógeno como gas portador, el espectro de aire/agua del sistema ISQ 7610 cambiará. En general, aparecen más picos de fondo debido al aumento de la reactividad del gas de hidrógeno con los componentes de la ruta de muestra. Consulte la Figura 219 para ver la imagen de los valores típicos de un espectro de aire/agua del sistema ISQ 7610 cuando se utiliza hidrógeno como gas portador.

Figura 219. Valores típicos de un espectro de aire/agua de un sistema ISQ 7610 con hidrógeno como gas portador



A continuación, se enumeran algunas de las condiciones que pueden ser la causa de alteraciones en el espectro de aire/agua en el instrumento ISQ 7610.

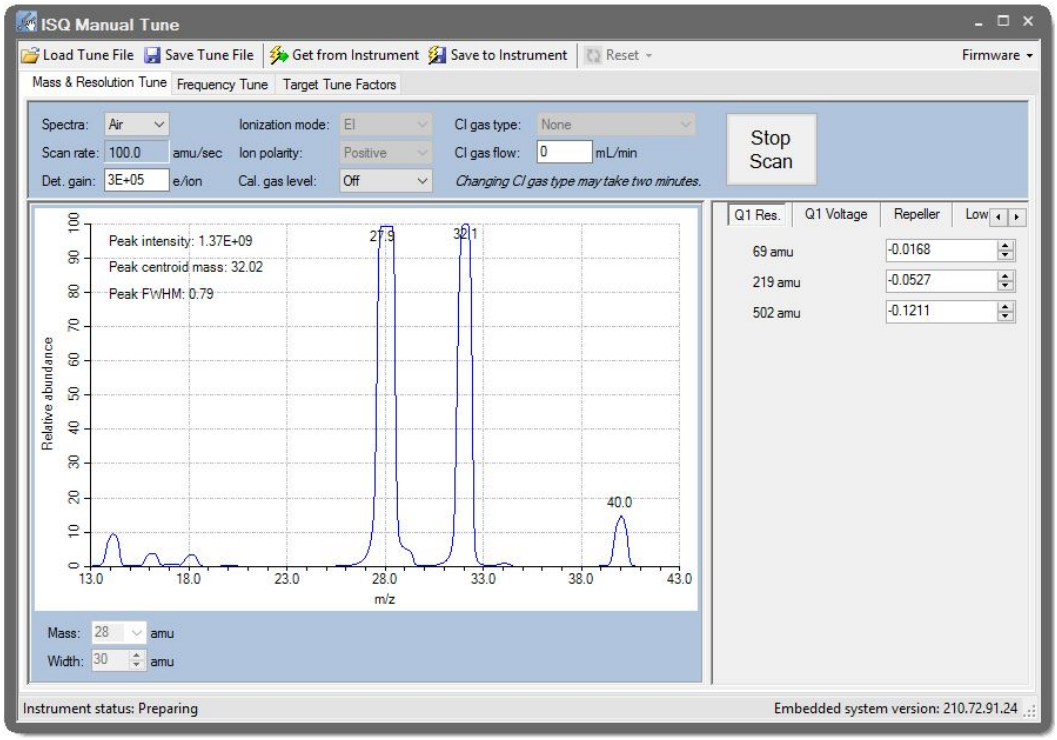
1. La ganancia estándar del detector equivale a 3e5, pero esto puede variar en función de los ajustes definidos por el usuario.
2. A medida que el instrumento bombea con el paso del tiempo, la relación de 18/28 cambia, ya que el ion de *m/z* 18 disminuye, mientras que el ion de *m/z* 28 se mantiene constante. El ion de *m/z* 28 pasa a ser, finalmente, el pico base.
3. Las alteraciones en los componentes del sistema, como la columna, la fuente de iones o el suministro de gas, afectan las distintas masas de los espectros de aire/agua.
4. La intensidad máxima puede variar según los distintos parámetros del instrumento; por ejemplo, cuando se cambia el caudal de la columna o se sustituye algún accesorio.

Si alguna de las condiciones anteriores no se cumple y se sospecha que la causa podría ser una fuga, siga las instrucciones del apartado «Se ha detectado una fuga de aire» de la sección *«Investigación de problemas de vacío»* del ***Manual del hardware del sistema ISQ 7610*** o «Cómo saber si el sistema requiere labores de mantenimiento» en la página 246.

En las siguientes imágenes se muestran los valores típicos de un espectro de aire/agua para distintos problemas habituales.

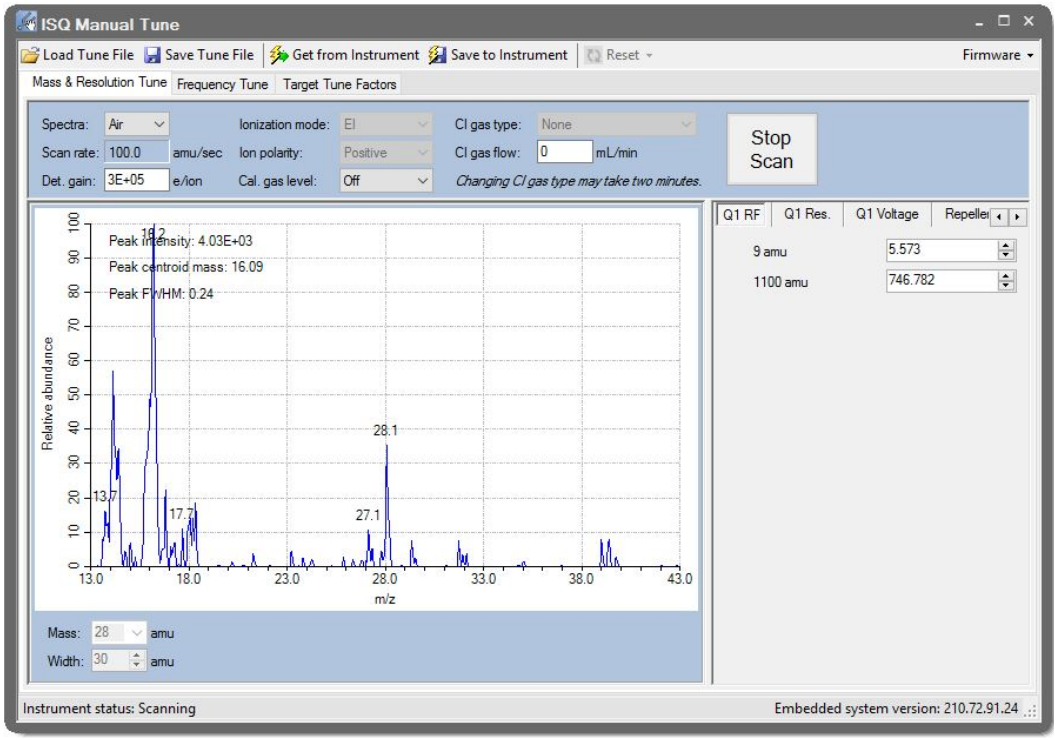
1. En la Figura 220 se muestra un ejemplo de un espectro de aire/agua de un sistema con una posible fuga de aire.

Figura 220. Valores típicos de un espectro de aire/agua de un sistema ISQ 7610 con una fuga de aire



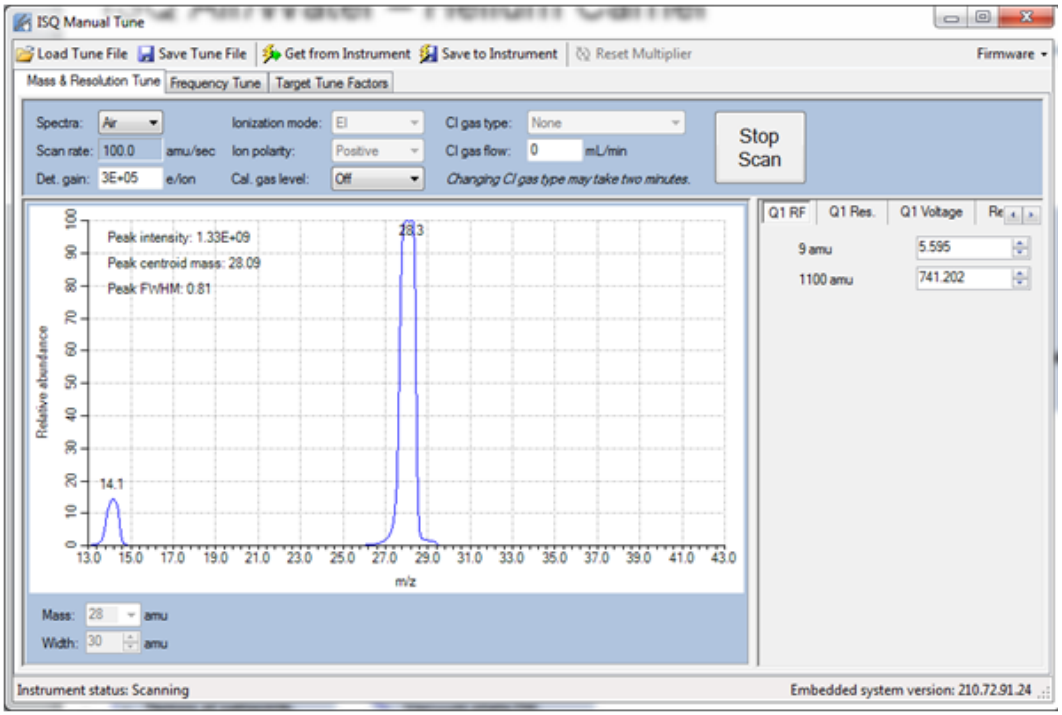
2. En la Figura 221 se muestra un ejemplo de un sistema en el que la fuente de iones se ha instalado de manera incorrecta.

Figura 221. Valores típicos de un espectro de aire/agua de un sistema ISQ 7610 con un cartucho de fuente de iones instalado de manera incorrecta



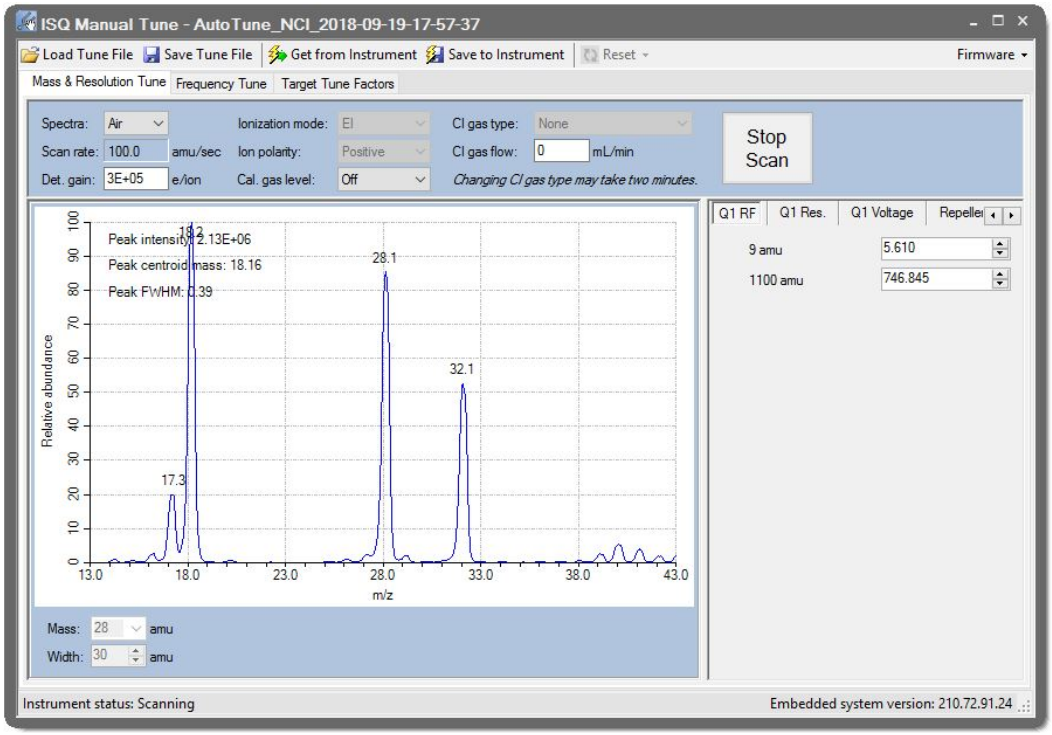
3. En la Figura 222 se muestra un ejemplo de un sistema sin caudal de columna.

Figura 222. Valores típicos de un espectro de aire/agua de un sistema ISQ 7610 sin caudal de columna



4. En la Figura 223 se muestra un ejemplo de un espectro con un archivo de ajuste de CI que se ha ejecutado con una fuente de iones de EI.

Figura 223. Valores típicos de un espectro de aire/agua de un sistema ISQ 7610 con una fuente de iones de EI ejecutada con un archivo de ajuste de CI



Barridos en los que no se detectan iones

La no detección o la detección baja de iones en un barrido puede ser consecuencia de diversos problemas. Las causas más habituales son la configuración del instrumento, el uso de archivos de ajuste erróneos o un cambio reciente en el sistema. A la hora de resolver un problema, vuelva al último cambio que se haya introducido en el sistema y examine la diferencia.

❖ **Si los barridos no muestran iones, intente realizar las siguientes soluciones:**

1. Lleve a cabo las comprobaciones de diagnóstico (tipo de ajuste solo de diagnóstico).
2. Retire y vuelva a colocar el cartucho de la fuente de iones.
3. Cambie los filamentos.
4. Confirme que el archivo de ajuste inicial es adecuado para el modo de ionización o el nivel de limpieza de la fuente.
5. Confirme que se ha insertado el volumen de iones correcto (ionización por impacto de electrones [EI] o ionización química [CI]).
6. Limpie la fuente de iones.

❖ **Si no se muestran iones en el modo de CI, intente realizar las siguientes soluciones:**

1. Confirme que se ha colocado el volumen de iones de CI.
2. Confirme que el gas reactivo está conectado y activado.
3. Confirme que se está utilizando el archivo de ajuste adecuado.
4. Cambie los filamentos.

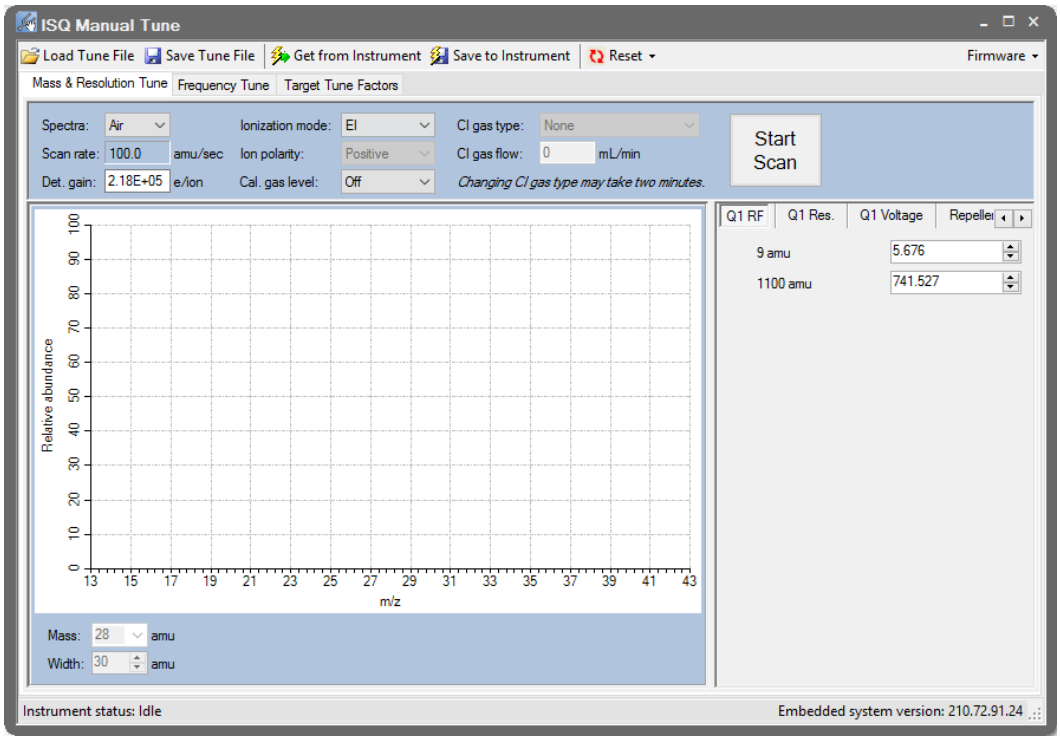
Comprobación del firmware del sistema ISQ 7610

Confirme que está utilizando la versión adecuada del firmware del instrumento ISQ 7610.

❖ **Para comprobar la versión del firmware instalado en el sistema ISQ 7610**

1. En el software Xcalibur, diríjase al panel del sistema ISQ 7610 y haga clic en **Air & Water/Tune** (Ajustes/Aire y agua). En el ePanel de ISQ del software Chromeleon, haga clic en **Tuning** (Ajustes) **| Start Air & Water/Tune** (Iniciar ajustes/Aire y agua). De esta manera, se abrirá la aplicación de ajuste manual.

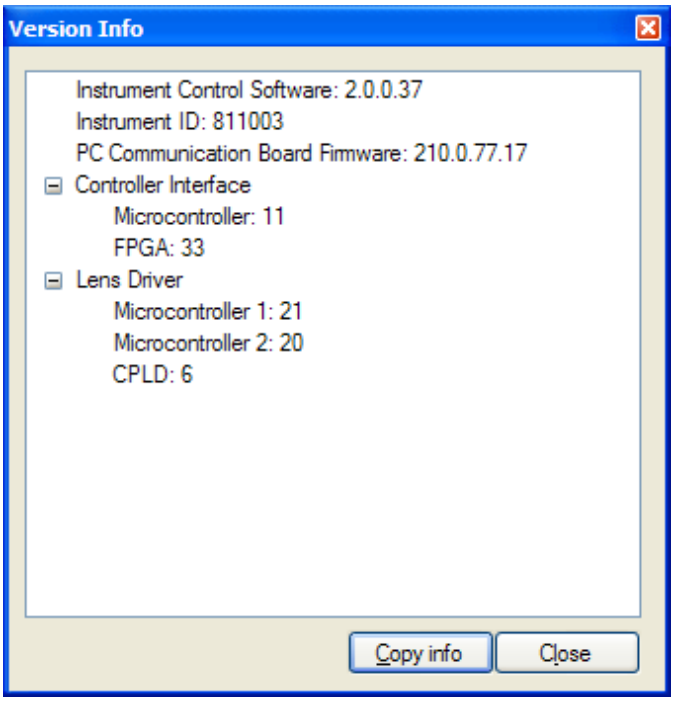
   Figura 224. Aplicación de ajuste manual de ISQ



2. Haga clic en **Firmware**, en la esquina superior derecha de la pantalla de inicio de la ventana de ajuste manual del sistema ISQ 7610.
3. Se abrirá un nuevo menú. Haga clic en **Version Info** (Información de la versión).

4. Se abrirá un cuadro de diálogo en el que se incluyen las versiones de firmware de la unidad de control, la placa controladora de las lentes y la placa de interfaz de control del instrumento ISQ 7610. Consulte la Figura 225.

Figura 225. Comprobar la versión de firmware



Nota Según la versión del software de control del instrumento de la serie ISQ que esté utilizando, es posible que no se muestre el firmware de la placa de interfaz de control y de la placa controladora de las lentes.

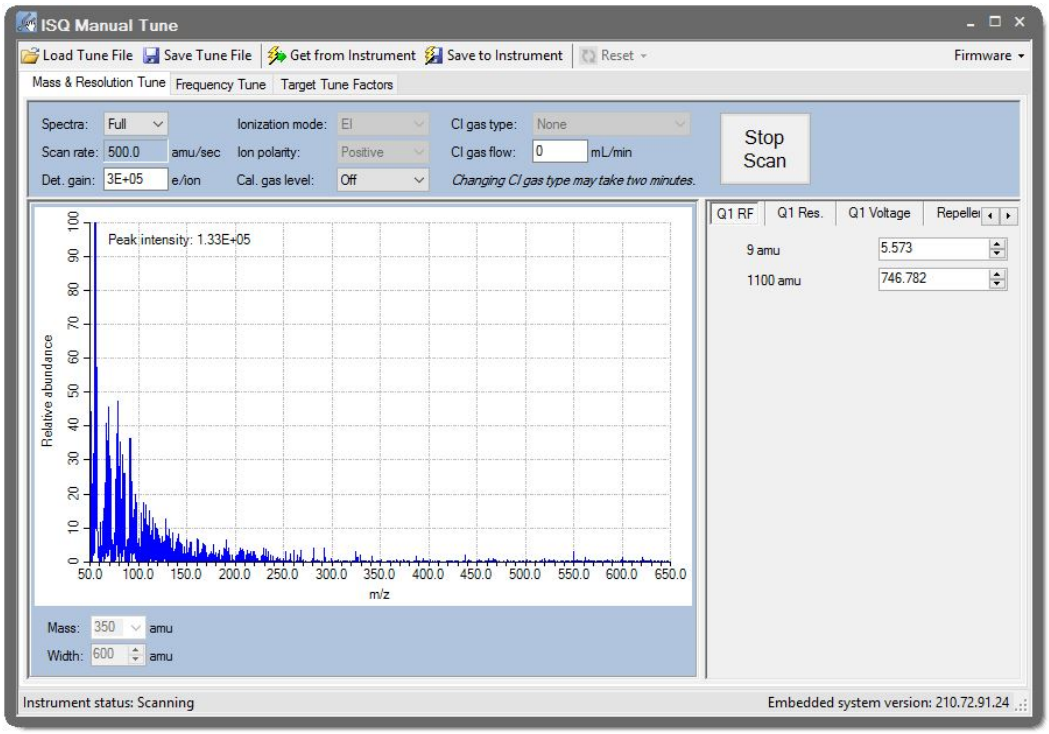
5. Haga clic en **Copy Info** (Copiar información) para copiar la información en el portapapeles de su ordenador.

6. Guarde esta información, ya que posiblemente deba usarla con el técnico de servicio de asistencia in situ de Thermo Fisher Scientific en caso de requerir asistencia telefónica.

Cómo saber si el sistema requiere labores de mantenimiento

Generalmente, el usuario detectará que el instrumento requiere labores de mantenimiento mientras analiza datos en el ordenador. En la Figura 226 se muestra un espectro de fondo de barrido completo en un sistema ISQ 7610.

Figura 226. Valores típicos de un espectro de fondo de barrido completo en un sistema ISQ 7610



Un sistema limpio típico muestra los siguientes valores:

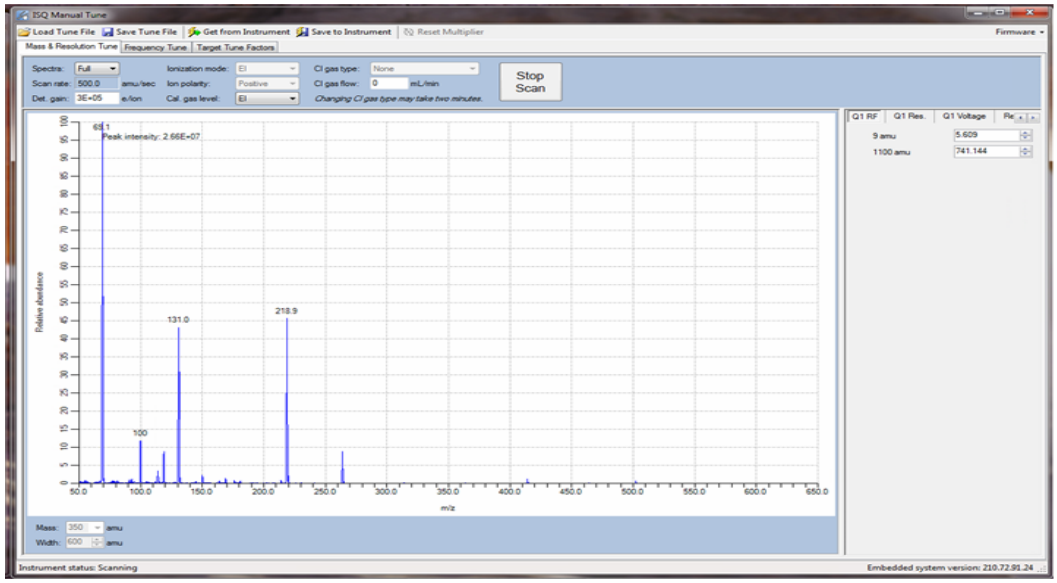
- Ganancia del detector: 3×10^5
- Intensidad máxima: $<1 \times 10^6$
- Debe haber una degradación exponencial del ruido de fondo.

> **Nota** La intensidad de los iones de fondo (ruido químico) debe disminuir cuando incrementa el valor de *m/z*.

- No debe haber ningún pico superfluo que indique contaminación.

Si ejecuta una muestra con perfluorotributilamina (PFTBA), un compuesto de ajuste, el espectro deberá mostrarse con los valores que se indican en la Figura 227 mostrada a continuación.

Figura 227. Valores típicos del espectro de perfil de gas de calibración



Un perfil de gas de calibración típico cumple con las siguientes condiciones.

- La intensidad es >8 × 10^6.

Nota La intensidad cambiará con la ganancia del detector y SmartTune ajustará la ganancia para modular la intensidad. Para determinar si un nivel de intensidad es aceptable, compárelo con la intensidad que aparece en los informes de ajustes archivados del instrumento correspondientes a cuando la fuente de iones estaba limpia.

- Los iones de *m/z* 69, 131, 219, 414 y 502 están presentes y muestran relaciones relativas correctas.
  - El ion de *m/z* 69 o de *m/z* 219 se toma como pico base.
  - *m/z* 131 y *m/z* 219 entre 30 y 100 %
  - *m/z* 414 y *m/z* 502 entre 1 y 10 %

Nota Los iones de masa alta disminuyen en la abundancia relativa a medida que aumenta la temperatura de la fuente de iones. El espectro anterior se adquirió con la fuente de iones a 200 °C y con un volumen de iones limpio.

  - *m/z* 100, 119 y 264 también están presentes y están claramente separados de cualquier ruido.

- Las asignaciones de masa son correctas. Revise el informe de ajustes para ver los valores de asignación de masas.
- No se detecta ningún pico superfluo que indique contaminación.

Algunos de los indicadores y motivos más comunes por los que el instrumento requiere tareas de mantenimiento son los siguientes:

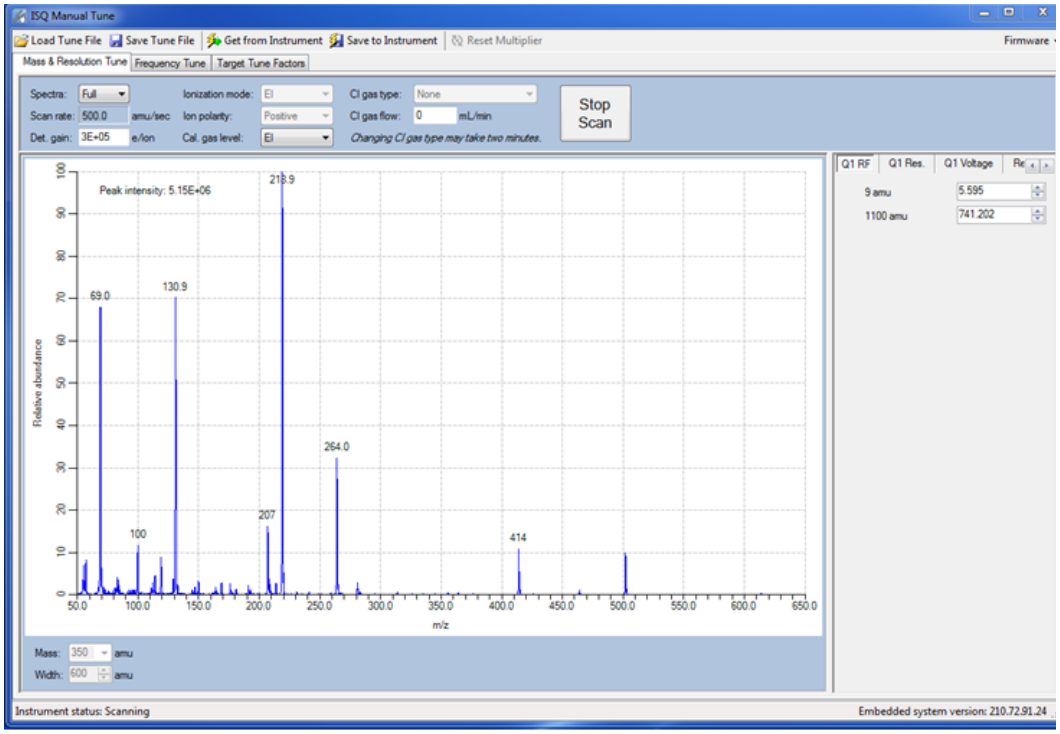
- **Contaminación:** si detecta un exceso de ruido de fondo en los espectros de masas, generalmente significa que el instrumento está contaminado. Utilice el espectro de masas de la tabla que aparece a continuación para interpretar el origen de la contaminación. Si detecta un pico de algún disolvente de limpieza, generalmente significa que el cartucho de fuente de iones se instaló antes de estar completamente seco. En la Tabla 3 se muestra una lista de contaminantes habituales.
- **Huellas:** si se muestra una serie de picos de masa en los datos separados entre sí 14 Da, significa que hay contaminación de huellas u otros hidrocarburos. Para evitar este tipo de contaminación, recuerde utilizar siempre guantes limpios sin pelusa para llevar a cabo las tareas de mantenimiento de los componentes del colector de vacío del sistema ISQ.
- **Fugas de aire:** si detecta una presión de vacío de un valor superior a la normal, o bien una sensibilidad insuficiente, generalmente es indicio de que existe una fuga de aire. Compruebe el último casquillo o la última junta tórica que haya instalado.

Tabla 3. Contaminantes habituales

Iones (*m/z*) que deben supervisarse	Compuesto	Posible fuente
13, 14, 15, 16, 17, 29, 41, 57	Metano	Gas de CI
18, 28, 32, 44 o 14, 16, 19	H_2O, N_2, O_2, CO_2 o N, O	Restos de aire y agua, fugas de aire, desgasificación de casquillos de Vespel
69, 100, 119, 131, 169, 181, 214, 219, 264, 376, 414, 426, 464, 502, 576, 614	PFTBA e iones relacionados	PFTBA (compuesto de ajuste)
31	Metanol	Disolvente de limpieza
43, 58	Acetona	Disolvente de limpieza
78	Benceno	Disolvente de limpieza
91, 92	Tolueno o xileno	Disolvente de limpieza
105, 106	Xileno	Disolvente de limpieza
151, 153	Tricloroetano	Disolvente de limpieza
149	Plastificante (ftalatos)	Uso de guantes de plástico o vinilo
Picos espaciados entre sí 14 Da	Hidrocarburos	Huellas, aceite de bombeo de la bomba de prevacío inicial u otros hidrocarburos

En la Figura 228 se muestra un espectro de perfil de PFTBA con valores atípicos.

Figura 228. Valores atípicos del espectro de gas de calibración



En la Figura 228, los resultados atípicos son los siguientes:

- La intensidad máxima es $<8 \times 10^6$ (8.000.0000).
- La señal del ion *m/z* 207 del sangrado de la columna es destacable en comparación con la de los iones de PFTBA, lo que indica que hay niveles bajos del gas de calibración.
- Se muestran varios picos bajos de contaminación.

Análisis de problemas relacionados con la línea de base

Tabla 4. Resolución de problemas relacionados con la línea de base en los datos (Hoja 1 de 2)

Comportamiento	Característica	Causa	Solución
Desviación de la línea de base	General	La fase estacionaria se ha acumulado en la columna.	Sustituya la columna o corte el extremo de esta.
		La línea de base cromatográfica es alta.	Sustituya la columna o corte el extremo de esta.
		La presión del gas portador es demasiado baja.	Compruebe si hay alguna fuga en la ruta del caudal o en el inyector. Sustituya el cilindro del gas portador si está vacío o tiene un nivel bajo. Aumente la presión si la presión máxima del inyector en el método es superior a la presión de la línea de gas portador definida por el regulador. Asegúrese de que el compensador de vacío esté activado.
		El caudal del gas portador presenta desviaciones.	Compruebe si hay alguna fuga en la ruta del caudal o en el inyector. Compruebe el tanque del gas portador.
		Se han acumulado impurezas en la columna.	Aplique un blanco de disolvente para eliminar las impurezas. Si las impurezas se mantienen tras aplicar varios blancos de disolvente: Inyecte disolvente de una fuente distinta. Cambie la jeringa, el revestimiento y el septo. Limpie el inyector. Compruebe los niveles de impureza del gas. Utilice la pureza de gas y el filtro adecuados.
	Disminución	Hay una fuga de gas portador en el sistema.	Lleve a cabo una prueba de fugas y apriete los puntos de conexión de la línea del gas portador si detecta una fuga.
		La columna se desgasifica.	Espere a que la columna se estabilice.
	Aumento	Se han acumulado impurezas en la columna.	Compruebe los niveles de impureza de la fuente de gas. Utilice la pureza de gas adecuada.
	Aumento anómalo en la línea de base cuando la temperatura del horno es alta	Se han acumulado impurezas en la columna.	Readecúe o sustituya la columna.

Tabla 4. Resolución de problemas relacionados con la línea de base en los datos, continuación (Hoja 2 de 2)

Comportamiento	Característica	Causa	Solución
Picos cromatográficos con ruido de fondo elevado	General	Hay un exceso de sangrado de columna cuando la temperatura del horno es elevada.	Reduzca la temperatura de la columna. Desgasifique la columna. Instale una columna de alta temperatura.
			Coloque filtros de oxígeno en la línea de gas portador. Compruebe si hay alguna fuga en el puerto de entrada o en las conexiones neumáticas. Utilice una pureza de gas adecuada con bajo contenido de oxígeno.
		La columna está contaminada o dañada.	Acondicione o sustituya la columna.
		La temperatura del horno excede el máximo permitido para la columna.	Reduzca la temperatura del horno al máximo permitido para la columna.
		Hay fugas en las conexiones de la columna.	Localice la fuga. Apriete las conexiones si están flojas. Sustituya el casquillo si se ha apretado en exceso.
			La temperatura de la línea de transferencia no se ha definido a un nivel suficientemente bajo.

Análisis de problemas relacionados con los picos

Tabla 5. Resolución de problemas relacionados con los picos en los datos (Hoja 1 de 4)

Comportamiento	Característica	Causa	Solución
Ensanchamiento	General	El caudal de la columna es superior al nivel óptimo.	Reduzca el caudal. Compruebe que la compensación de vacío está activada.
		El caudal de la columna es inferior al nivel óptimo.	Aumente el caudal.
		El caudal del divisor es demasiado bajo para la inyección con divisor.	Aumente el caudal a 40-50 ml/min.
		El rendimiento de la columna ha disminuido.	Lleve a cabo una prueba en la columna a una velocidad de caudal óptima.
		El inyector está sucio.	Limpie o sustituya el revestimiento.
		La fuente de iones está sucia.	Limpie la fuente de iones y ajuste el instrumento.
		La columna no está suficientemente introducida en la línea de transferencia.	La columna del cromatógrafo de gases no se introduce en la fuente del espectrómetro de masas. Utilice la herramienta de medición de la columna para confirmar la longitud de esta. Si el extremo de la columna está dentro de la línea de transferencia, una cantidad excesiva de efluente del cromatógrafo de gases entrará en contacto con la pared interna.
Picos con frente	General	La columna está sobrecargada.	Reduzca la cantidad inyectada o la concentración de analitos. Aumente la relación de división. Utilice una columna con una película más gruesa.

Tabla 5. Resolución de problemas relacionados con los picos en los datos, continuación (Hoja 2 de 4)

Comportamiento	Característica	Causa	Solución
Picos con cola	Picos de muestra	La degradación de la columna está generando actividad.	Inyecte una mezcla de prueba y evalúe la columna. Si es preciso, sustituya la columna.
		El revestimiento está sucio.	Limpie o sustituya el revestimiento.
		La fuente de iones está sucia.	Limpie la fuente de iones. Lleve a cabo el método con una mayor temperatura de fuente; asegúrese de no iniciar la ejecución de las muestras en la matriz hasta haber dejado que la fuente repose durante varias horas para alcanzar el equilibrio térmico.
		La fibra de vidrio o el revestimiento del puerto de entrada están generando actividad.	Sustituya la fibra por fibra silanizada nueva y coloque un revestimiento limpio del puerto de entrada.
		La temperatura del puerto de entrada es demasiado baja.	Aumente la temperatura del puerto de entrada.
		Las conexiones de la columna son insuficientes o están obstruidas.	Reconecte el puerto de entrada de la columna.
		La fase estacionaria no es adecuada para los compuestos objetivo.	Sustituya la columna y seleccione una fase más adecuada para el análisis.
		La temperatura final de permanencia del horno es demasiado baja.	Aumente la temperatura de la columna/el horno. No supere la temperatura máxima recomendada en la fase estacionaria.
		La temperatura de la línea de transferencia es demasiado baja.	Si se presenta un pico con cola en los compuestos de elución tardía, es probable que la temperatura de la fuente o de la línea de transferencia sea demasiado baja.
		La temperatura de la fuente es demasiado baja.	Si se presenta un pico con cola en los compuestos de elución tardía, es probable que la temperatura de la fuente o de la línea de transferencia sea demasiado baja.
		La caracterización de la columna es insuficiente.	Consulte el apartado Cambio de columna para obtener información acerca de cómo verificar el caudal de la columna y comprobar si hay fugas.

Tabla 5. Resolución de problemas relacionados con los picos en los datos, continuación (Hoja 3 de 4)

Comportamiento	Característica	Causa	Solución
Picos fantasma	General	No se ha llevado a cabo la elución completa de la muestra anterior.	Aumente la temperatura final del programa del horno o el tiempo total del ciclo. Aumente el caudal de la columna.
		El gas portador está contaminado.	Sustituya el filtro o el cilindro del gas.
		Los utensilios de vidrio del laboratorio han producido una contaminación.	Asegúrese de que los utensilios están limpios y no contienen contaminantes.
		La muestra inyectada se ha descompuesto.	Reduzca la temperatura del puerto de inyección. Utilice la técnica de inyección en columna.
		La solución de inyección contiene matriz.	Limpie adecuadamente la muestra antes de la inyección.
		Las conexiones neumáticas o el puerto de entrada están contaminados.	Retire la columna y desgasifique el puerto de entrada. Utilice un septo de alta calidad. Sustituya el filtro de ventilación del divisor. Instale un filtro de línea entre las conexiones neumáticas y el puerto de entrada.

Tabla 5. Resolución de problemas relacionados con los picos en los datos, continuación (Hoja 4 de 4)

Comportamiento	Característica	Causa	Solución
Ausencia de picos	Con línea de base o ruido de fondo	La columna está rota.	Sustituir la columna.
		El caudal de la columna es incorrecto.	Asegúrese de que los septos están correctamente sellados. Compruebe que la compensación de vacío está activada.
		Los ajustes de flujo inverso son incorrectos.	**Desactive** el flujo inverso hasta después de la inyección.
		La posición de la columna en el inyector con o sin división (S/SL) es incorrecta (demasiado alta).	Compruebe la posición de la columna.
	Sin línea de base o ruido de fondo	No hay conexión eléctrica o es insuficiente.	Compruebe las conexiones de los cables.
		El instrumento ISQ 7610 no recoge datos.	Asegúrese de que el archivo de ajuste es correcto. Compruebe que la luz que indica que el sistema está ocupado está encendida durante la adquisición. Cierre Xcalibur, abra la configuración del instrumento, pulse el botón **Reset** (Restablecer) del instrumento ISQ 7610, espere 10 segundos y cierre la configuración del instrumento.

Análisis de problemas relacionados con los resultados

Tabla 6. Resolución de problemas relacionados con los resultados en los datos (Hoja 1 de 3)

Comportamiento	Característica	Causa	Solución
Baja reproducibilidad del área de picos	General	La ganancia del detector está demasiado baja.	Vuelva a ajustar la ganancia. Aumente la tensión del multiplicador de electrones. Aumente el recuento de iones objetivo.
		La concentración no es compatible con el rango dinámico del sistema de detección.	Compruebe que la concentración de la muestra es adecuada para la espectrometría de masas.
		El cromatograma y el espectro aparecen en blanco.	Asegúrese de que el archivo de ajuste es correcto. Compruebe que la luz que indica que el sistema está ocupado está encendida durante la adquisición. Asegúrese de que el filamento no esté fundido.
		La técnica de inyección no es adecuada.	Utilice una técnica de inyección distinta.
		Los parámetros de inyección no son adecuados.	Compruebe los caudales y la temperatura de la inyección.
		La técnica de inyección de la muestra no es reproducible.	Evalúe las secuencias de preparación de las muestras. Compare los resultados con una serie de inyecciones estándar.
		Hay una fuga en la jeringa o en el septo.	Compruebe y sustituya la jeringa y el septo con regularidad.
		Hay una fuga en el puerto de inyección.	Compruebe las conexiones de la columna. Lleve a cabo una comprobación de fugas.
		La técnica de inyección no es adecuada.	Mida cuidadosamente la cantidad inyectada. Utilice una jeringa limpia de buena calidad.
		La fuente de iones está sucia.	Limpie la fuente de iones y reajuste el instrumento.
		El control de la relación o el caudal del divisor es inadecuado.	Monitorice el caudal. Sustituya el filtro de línea.

Tabla 6. Resolución de problemas relacionados con los resultados en los datos, continuación (Hoja 2 de 3)

Comportamiento	Característica	Causa	Solución
Sensibilidad insuficiente	Con aumento de los tiempos de retención	El caudal del gas portador es demasiado bajo.	Aumente el caudal del gas portador. Busque y elimine cualquier posible obstrucción en la línea de gas portador. Compruebe si el septo presenta alguna fuga. Compruebe si los casquillos de la columna o del inyector presentan alguna fuga.
	Con tiempos de retención normales	La línea de gas portador del cromatógrafo de gases presenta fugas.	Ejecute un ciclo de comprobación de fugas y repare las fugas detectadas.
		La jeringa presenta fugas durante la inyección.	Sustituya los sistemas de sellado del pistón o la jeringa, si corresponde.
		La temperatura de la inyección con divisor es demasiado baja.	Aumente la temperatura del inyector.
		La tensión no llega a la lente.	Sustituya la placa de la lente y los muelles, si están dañados. Retire los residuos o los restos de piezas rotas que haya en el colector. Lleve a cabo un ciclo de diagnóstico de comprobación de la lente. Verifique la conexión retirando o insertando la fuente de iones.

Tabla 6. Resolución de problemas relacionados con los resultados en los datos, continuación (Hoja 3 de 3)

Comportamiento	Característica	Causa	Solución
Tiempos de retención	Baja reproducibilidad	El DCC presenta desviaciones o es inestable.	Monitorice el caudal o la presión de la columna. Compruebe el controlador y sustitúyalo, si es necesario.
		La técnica de inyección no es adecuada.	Escoja una técnica de inyección adecuada para el inyector y el revestimiento que esté utilizando.
		El tamaño de vaporización de la inyección de muestra es superior al volumen del revestimiento.	Reduzca la cantidad inyectada o el volumen.
		El protocolo de enlace no está configurado de forma correcta.	Asegúrese de que el cromatógrafo de gases está inhibido por el espectrómetro de masas y que está en espera del cierre de contacto por parte del muestreador automático.
		La temperatura de la columna es inestable.	Compruebe la puerta principal del horno y la solapa de enfriamiento. Monitorice la temperatura de la columna.

Reconfiguración del instrumento

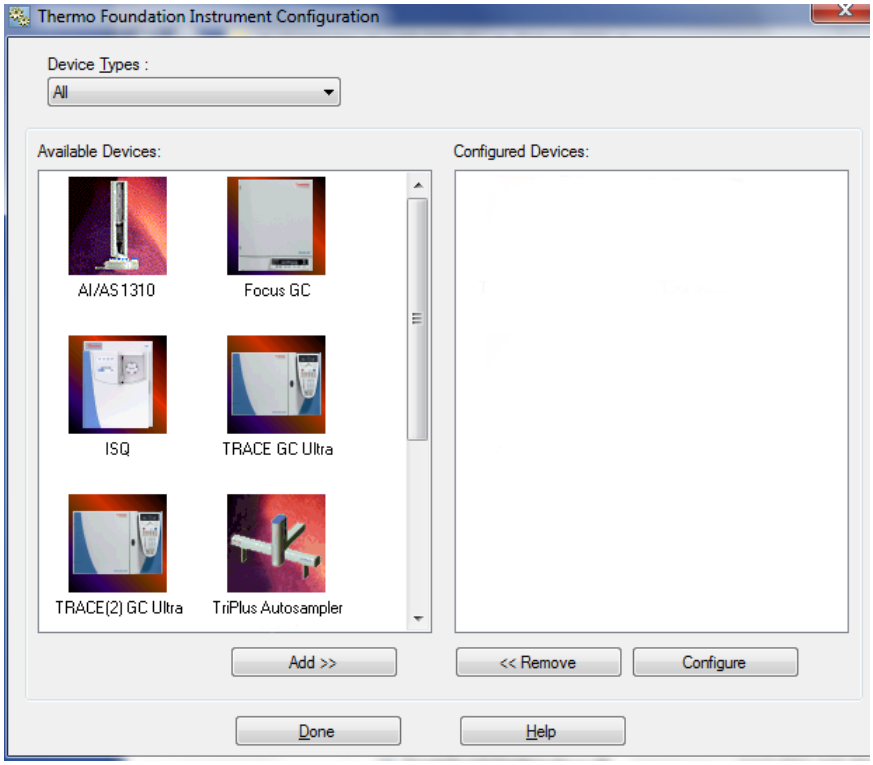
Si el instrumento pierde la comunicación con el ordenador, si ha reinstalado Xcalibur o si se está utilizando un ordenador nuevo, es posible que deba reconfigurar el instrumento ISQ 7610.

❖ Para reconfigurar el instrumento ISQ 7610

1. Si está utilizando el software Xcalibur, desde el menú Start (Inicio) del escritorio del ordenador, diríjase a **Thermo Foundation 3.1 | Instrument configuration** (Configuración del instrumento). Cuando se abra la función Instrument Configuration (Configuración del instrumento), podrá ver los iconos correspondientes a los instrumentos que ha conectado.

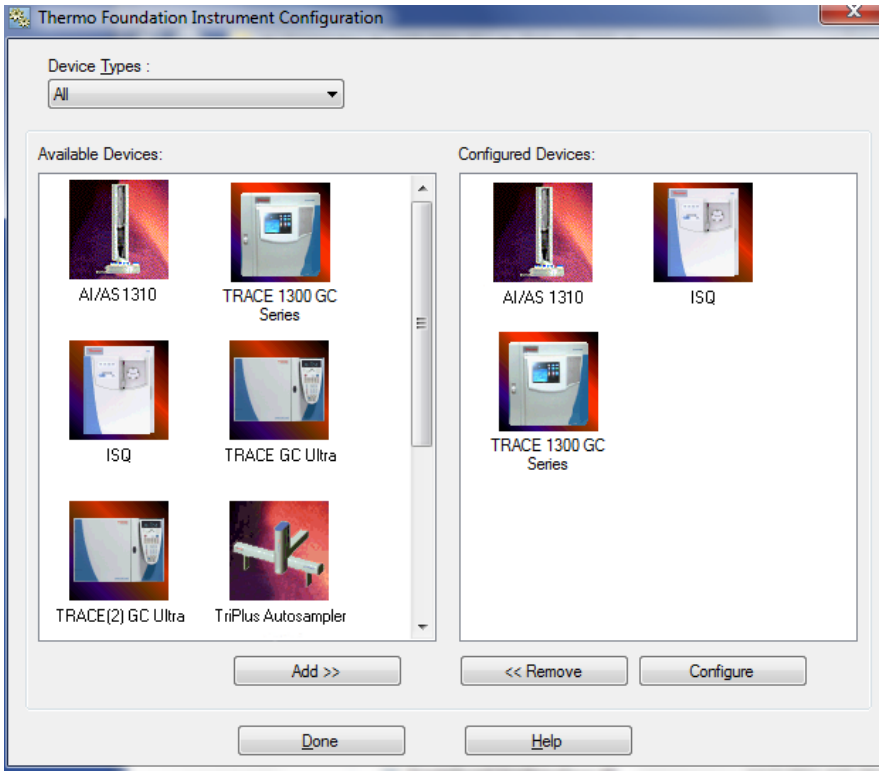
2. Haga clic en el icono del sistema ISQ 7610 (y otros instrumentos) en la columna Available Devices (Dispositivos disponibles) y, a continuación, haga clic en **Add** (Añadir) para mover el icono a la columna Configured Devices (Dispositivos configurados).

Figura 229. Búsqueda de dispositivos disponibles



3. Haga clic en cada icono de los instrumentos que desee configurar y, a continuación, haga clic en **Add** (Añadir).

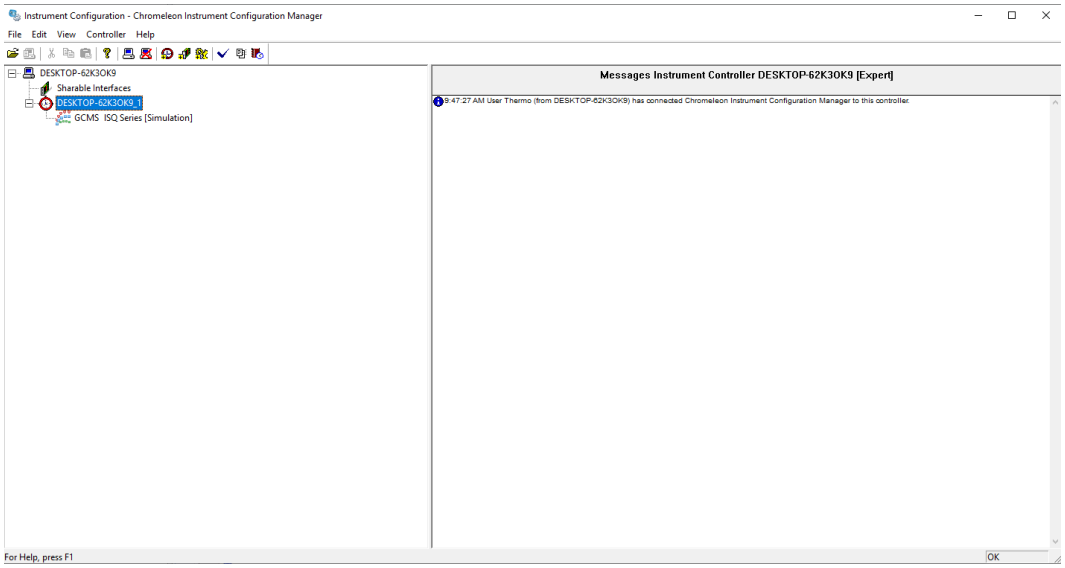
Figura 230. Adición de un dispositivo para configurarlo



4. Haga clic en **Configure** (Configurar).

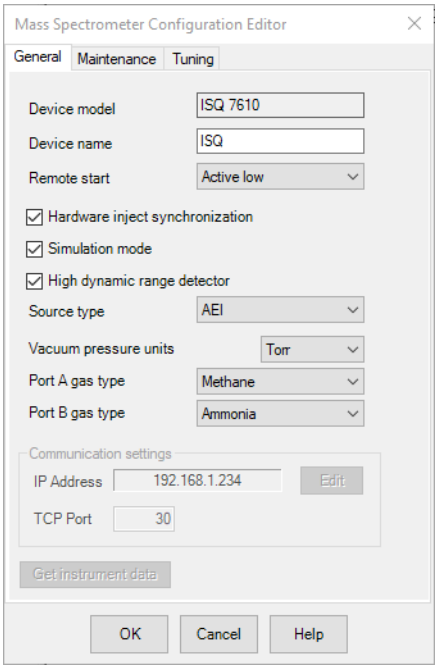
5. Si está utilizando el software Chromeleon en el sistema, haga clic en el icono Instrument Configuration Manager (Administrador de configuración del instrumento) en el escritorio para abrir el administrador de configuración del instrumento de Chromeleon. Consulte la Figura 231.

Figura 231. Apertura del administrador de configuración del instrumento de Chromeleon



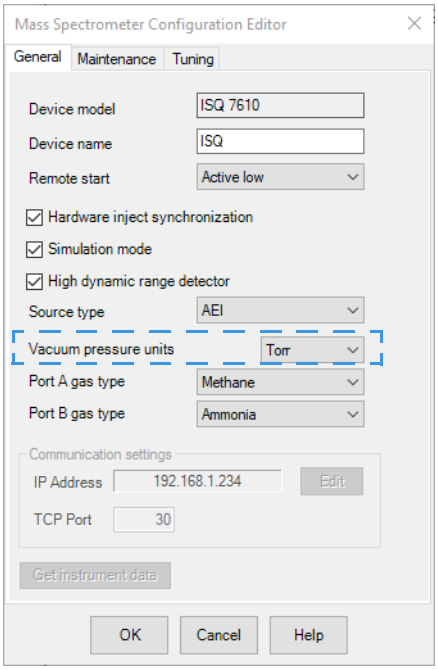
6. Haga clic en el nombre del instrumento en el panel izquierdo para abrir la ventana Mass Spectrometer Configuration Editor (Editor de configuración del espectrómetro de masas). Consulte la Figura 232.

Figura 232. Visualización de la ventana Mass Spectrometer Configuration Editor (Editor de configuración del espectrómetro de masas)



7. En la pestaña **General**, defina las unidades de presión de vacío.

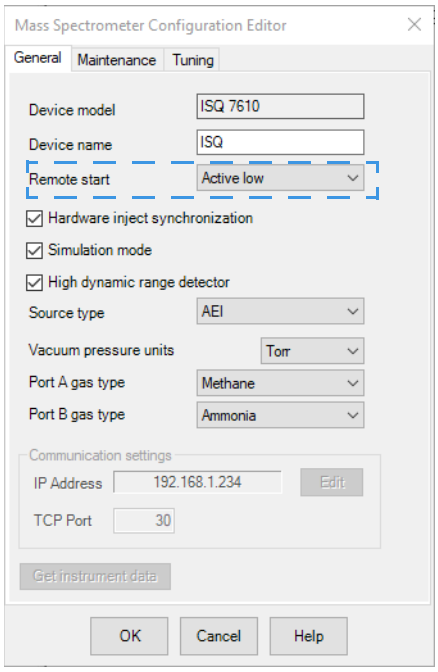
Figura 233. Definición de las unidades de presión



Nota Solo es necesario que configure las unidades de presión si tiene un medidor de ionización o un medidor Convectron instalado en el sistema. Las relecturas de estos componentes se mostrarán en las unidades definidas en esta ventana.

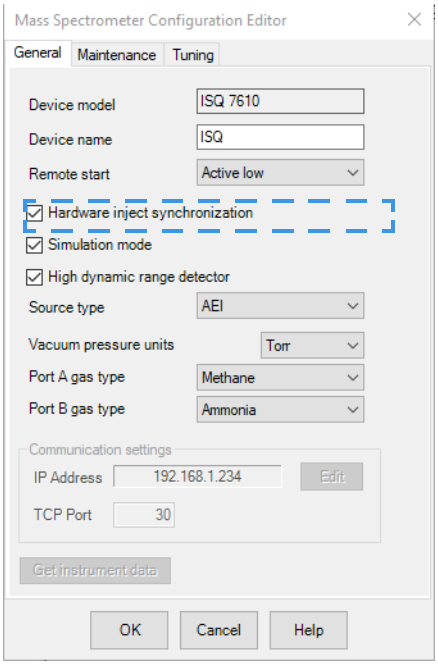
8. Defina el inicio remoto. Se utiliza para indicar al espectrómetro de masas ISQ 7610 que el cromatógrafo de gases ha iniciado un ciclo. Cuando configure el cromatógrafo de gases, podrá indicarle qué enviar al sistema ISQ 7610. En esta ventana, debe asegurarse de que el valor coincida con el que está definido en el cromatógrafo de gases. El valor predeterminado es **Active Low** (Activo bajo).

Figura 234. Configuración del inicio remoto



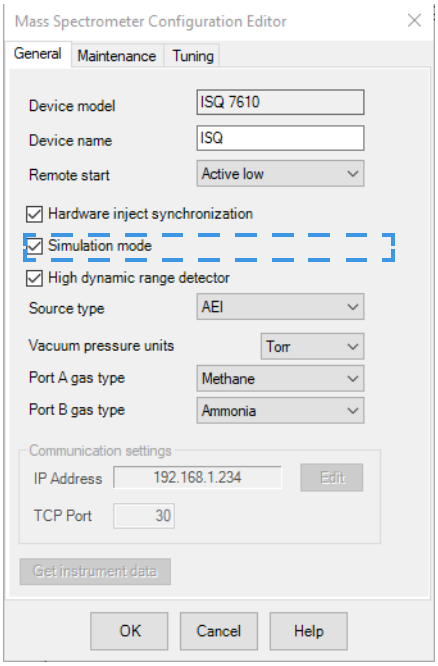
9. Active la casilla de verificación **Hardware Inject Synchronization** (Sincronización de la inyección de hardware) para configurar la inyección del instrumento con los ajustes del cromatógrafo de gases. Esta casilla está activada de forma predeterminada. Consulte la Figura 237.

Figura 235. Configuración de la sincronización de inyección del hardware



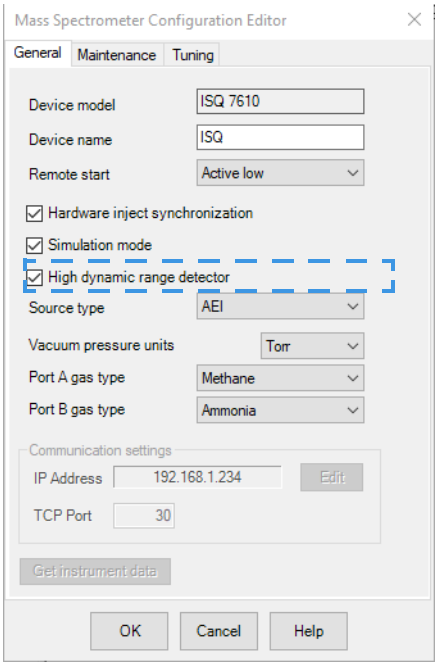
10. Si desea que el instrumento funcione en modo de simulación, active la casilla de verificación **Simulation Mode** (Modo Simulación). Consulte la Figura 236.

Figura 236. Definición del modo simulación



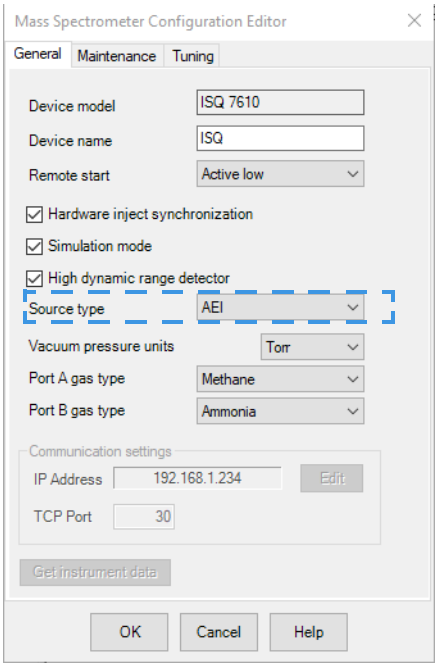
11. Si el espectrómetro de masas está equipado con un multiplicador de electrones de alto rango dinámico, active la casilla de verificación **High Dynamic Range Detection** (Detección de alto rango dinámico). Consulte la Figura 237.

Figura 237. Configuración del alto rango dinámico



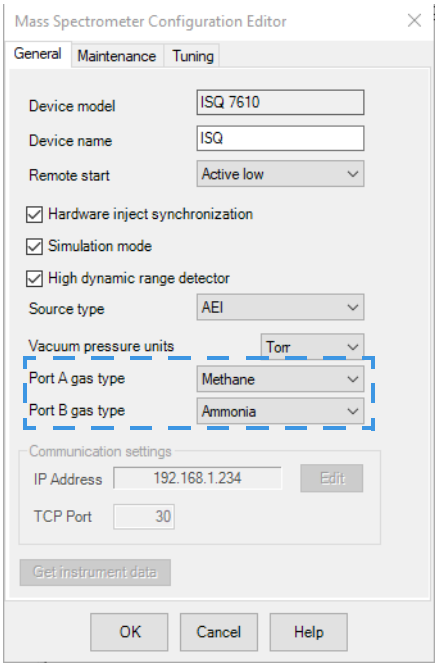
12. Configure el campo **Source Type (Tipo de fuente)**. Las opciones son EI (ionización de electrones), CI (ionización química) o AEI (ionización de electrones avanzada). Consulte la Figura 238.

Figura 238. Configuración del tipo de fuente de iones



13. Si se ha instalado una fuente de iones de CI, defina los tipos de gas de CI que esté utilizando en el campo Port A Gas Type (Tipo de gas de puerto A) o Port B Gas Type (Tipo de gas de puerto B).

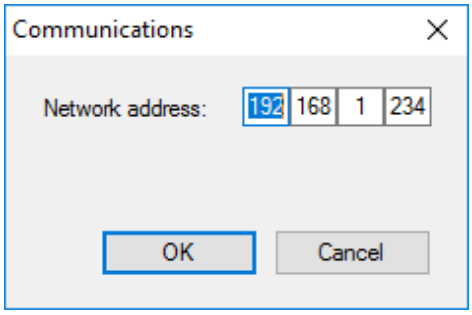
Figura 239. Configuración de los puertos de gas de CI



14. Haga clic en **Communications** (Comunicaciones) para definir la dirección IP de la red de la placa de comunicaciones y asignar un puerto TCP. Los ajustes predeterminados vienen configurados de fábrica y solo deben cambiarse tras consultar con el departamento de TI local y obtener un software especial del servicio de atención al cliente, que es necesario para reprogramar la dirección IP del instrumento. Haga clic en **Edit** (Editar) para modificar la dirección IP del instrumento.

Nota El instrumento debe estar conectado a un puerto Ethernet específico en el PC. El instrumento no puede conectarse mediante un LAN.

Figura 240. Configuración de la dirección IP de red y el puerto TCP



Hay un botón de restablecimiento de los valores de configuración detrás de la puerta delantera del sistema ISQ 7610. Mantenga pulsado dicho botón durante más de 5 segundos para restablecer el instrumento temporalmente a la dirección IP predeterminada: 192.168.1.234. Recuerde enviar una dirección IP conocida al instrumento tras restablecer la conexión con la dirección IP predeterminada.

Si se pierde la dirección IP, siga las instrucciones que aparecen a continuación para recuperar la dirección IP predeterminada anterior. Si las direcciones de red local empiezan por 192.168.1, las otras tarjetas de red del ordenador deben desactivarse o deberán desenchufarse los cables de red.

a. Abra la ventana Instrument Configuration (Configuración del instrumento) en el ordenador e introduzca en el campo Mass Spectrometer Communications (Comunicaciones del espectrómetro de masas) la dirección IP 192.168.1.234. No cierre la ventana Instrument Configuration (Configuración del instrumento)

b. Mantenga pulsado durante al menos 5 segundos el botón de restablecimiento de los valores de configuración del panel frontal, que se encuentra detrás de la puerta del espectrómetro de masas. De esta manera, el instrumento arrancará desde la memoria flash de copia de seguridad y el instrumento se comunicará con la dirección IP predeterminada original (192.168.1.234).

c. Abra la tarjeta de red del ordenador de ISQ y reconfigúrela a la dirección IP original (192.168.1.XYZ, donde XYZ no corresponde a 234).

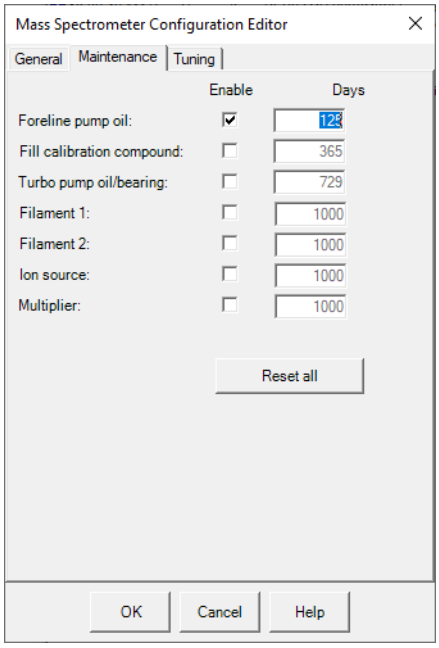
d. Pulse **OK** (Aceptar), haga clic en la tarjeta de red de ISQ con el botón derecho del ratón sobre la esquina inferior derecha del escritorio y seleccione **Repair** (Reparar).

e. Cierre la ventana Instrument Configuration (Configuración del instrumento)

15. Haga clic en la pestaña **Maintenance Intervals** (Intervalos de mantenimiento) para programar los días que transcurrirán hasta que lleve a cabo el mantenimiento del sistema de GC/MS. De manera predeterminada, los intervalos de mantenimiento del aceite de la bomba turbomolecular y de la bomba de prevacío inicial se activan automáticamente Puede monitorizar el avance de estos ajustes en el panel Status (Estado) de Xcalibur.

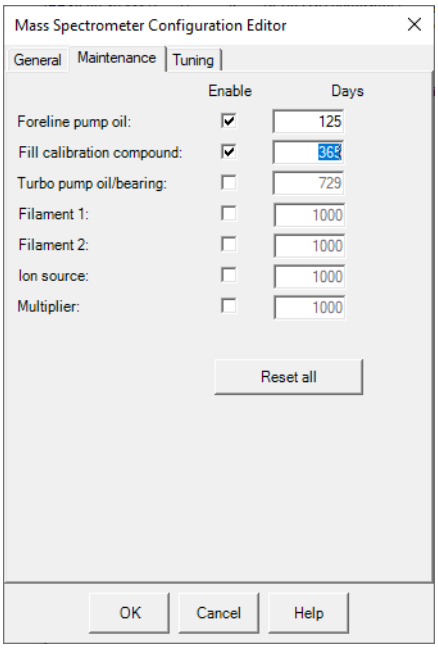
16. Marque la casilla de verificación **Foreline Pump Oil** (Aceite de bomba de prevacío inicial) para activar los intervalos de mantenimiento. A continuación, defina el plazo (en número de días) para el recordatorio de comprobación del aceite. El fabricante recomienda cambiar el aceite cada 125 días. Si utiliza gases corrosivos, como el amoníaco, deberá cambiar el aceite cada 30 días.

Figura 241. Definición del intervalo de mantenimiento del aceite de la bomba de prevacío inicial



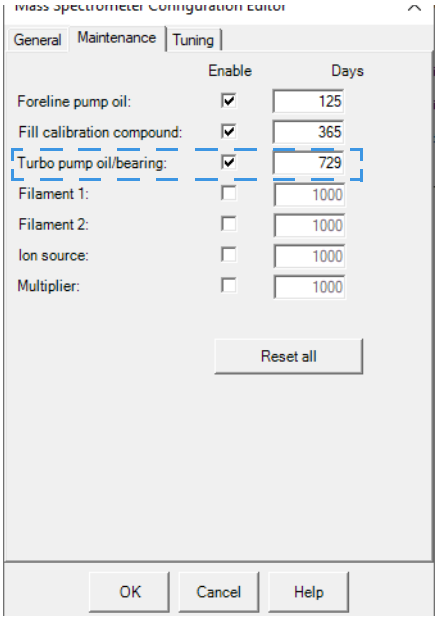
17. Marque la casilla de verificación **Fill Calibration Compound** (Rellenado de compuestos de calibración) para activar los intervalos de mantenimiento. A continuación, defina el plazo (en número de días) hasta el rellenado de los compuestos de calibración. El intervalo recomendado es de 365 días. Consulte la Figura 242.

Figura 242. Configuración del intervalo de compuestos de calibración



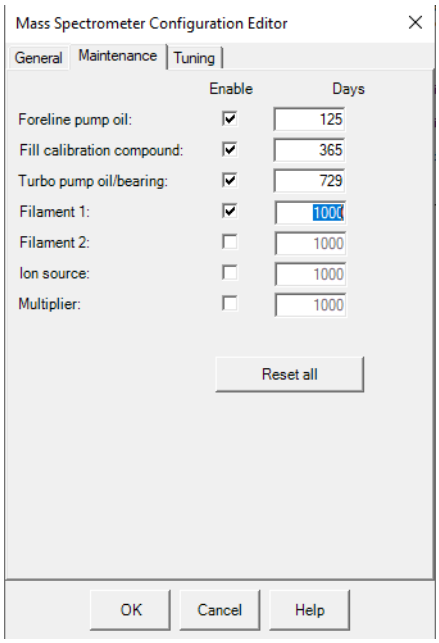
18. Marque la casilla de verificación **Turbo Pump Oil/Bearing** (Aceite de bomba turbomolecular/cojinete) para activar el recordatorio de mantenimiento. A continuación, defina el plazo (en número de días) para el recordatorio de comprobación del aceite. El fabricante recomienda cambiar el cartucho de aceite cada 730 días y el cojinete cada 1460 días. Consulte la Figura 243.

Figura 243. Configuración del recordatorio de mantenimiento del aceite de la bomba turbomolecular



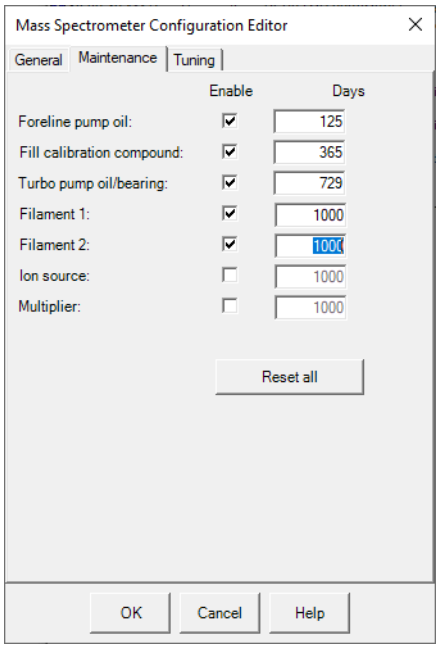
19. Marque la casilla de verificación **Filament 1** (Filamento 1) para activar el recordatorio de mantenimiento. En un sistema sin fugas, el filamento debe durar entre 30 y 360 días, dependiendo del uso. Consulte la Figura 244.

Figura 244. Configuración del recordatorio de mantenimiento del filamento 1



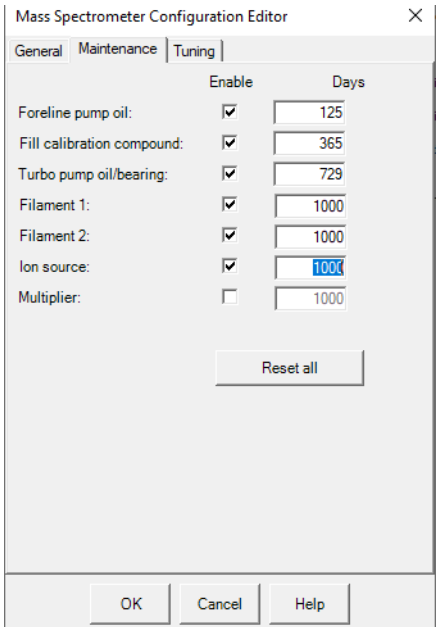
20. Marque la casilla de verificación **Filament 2** (Filamento 2) para activar el recordatorio de mantenimiento. A continuación, defina el plazo (en número de días) para el recordatorio de comprobación del filamento 2. En un sistema sin fugas, el filamento debe durar entre 30 y 360 días, dependiendo del uso. Consulte la Figura 245.

Figura 245. Configuración del recordatorio de mantenimiento del filamento 2



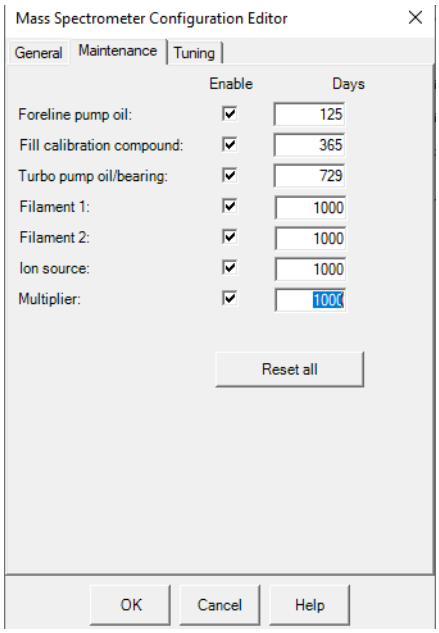
21. Marque la casilla de verificación **Ion Source (Fuente de iones)** para activar el recordatorio de mantenimiento. A continuación, defina el plazo (en número de días) para el recordatorio de comprobación de la fuente de iones. El plazo entre limpiezas depende enormemente del análisis. Deberá determinar el periodo de tiempo correcto entre cada limpieza de la fuente. Consulte la Figura 246.

Figura 246. Configuración del recordatorio de mantenimiento de limpieza de la fuente de iones



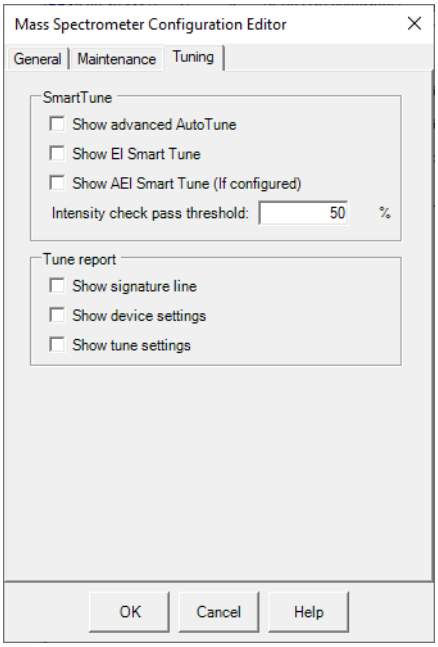
22. Marque la casilla de verificación **Multiplier** (Multiplicador) para activar el recordatorio de mantenimiento. A continuación, defina el plazo (en número de días) para el recordatorio de comprobación del multiplicador de iones. Consulte la Figura 247.

Figura 247. Configuración del recordatorio de mantenimiento del multiplicador de electrones



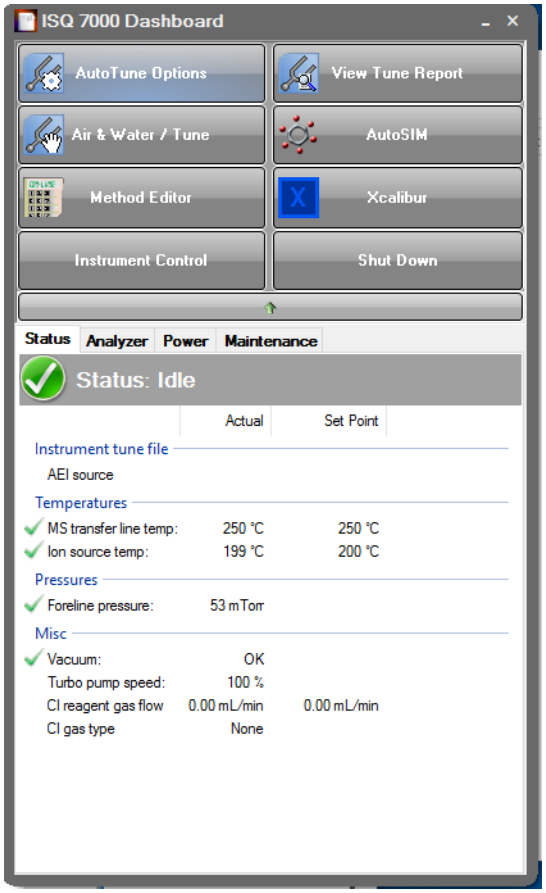
23. Haga clic en la pestaña **Tuning** (Ajuste) y utilice las casillas de verificación para habilitar **Advanced AutoTune** (AutoTune avanzado) y la aplicación **SmartTune**. También puede definir un valor para los ajustes **Intensity Check Pass Threshold** (Umbral de aprobado de la comprobación de intensidad) y **Tune Report** (Informe de ajustes). Consulte la Figura 248.

Figura 248. Configuración de los ajustes del espectrómetro de masas



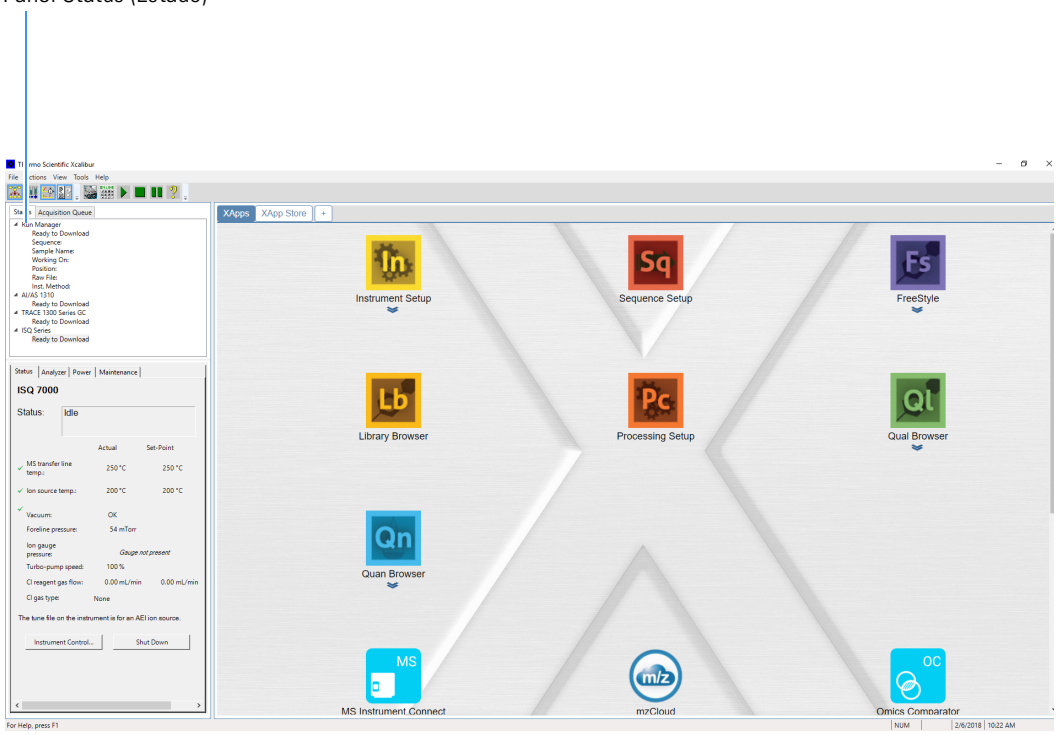
24. Haga clic en **OK** (Aceptar) para volver a la ventana principal Instrument Configuration (Configuración del instrumento) en los softwares Xcalibur y Chromeleon.
25. Haga clic en el botón **Done** (Hecho) para cerrar la función Instrument Configuration (Configuración del instrumento) en Xcalibur.
26. En el software Xcalibur, puede comprobar el estado del instrumento ISQ 7610 en la pestaña Status (Estado) del panel de ISQ. Consulte la Figura 249.

Figura 249. Comprobación del estado del instrumento ISQ 7610 en el panel de ISQ



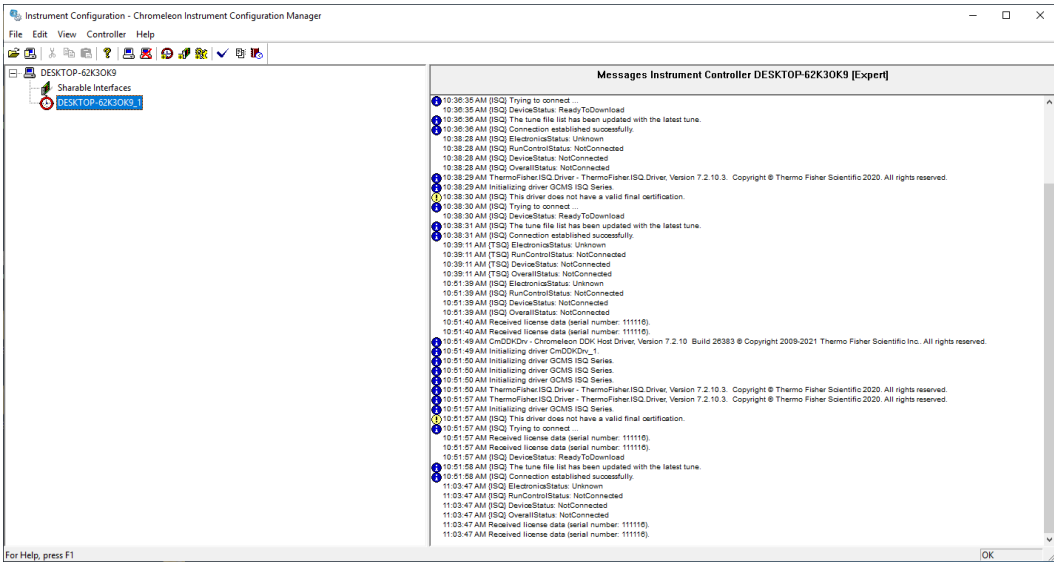
27. En el panel **Status** (Estado) de la ventana Xcalibur Roadmap (Hoja de ruta de Xcalibur), puede comprobar el estado de todos los instrumentos. Consulte la Figura 251.

Figura 250. Comprobación del estado de todos los instrumentos en Xcalibur



28. Puede ver el estado del instrumento en el software Chromeleon del panel **Messages Instrument Controller** (Controlador del instrumento de mensajes) del **Chromeleon Instrument Configuration Manager** (Administrador de configuración del instrumento Chromeleon). Consulte la Figura 251.

Figura 251. Comprobación del estado del instrumento en el software Chromeleon



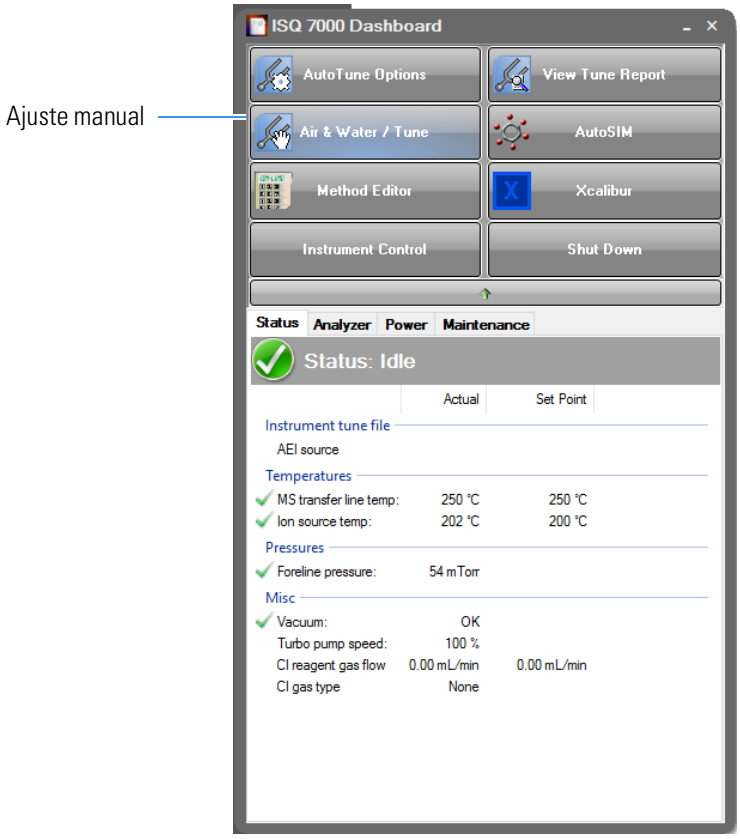
Actualización del software

Una vez que adquiera el software opcional para su sistema, recibirá una clave de producto de la fábrica. Esta clave de producto es necesaria para activar la licencia del software. Siga las instrucciones que se incluyen a continuación para introducir la clave de producto y activar el software.

Nota Consulte el *Manual de piezas de recambio de los sistemas de GC-MS de las series ISQ y TSQ* para obtener información sobre cómo realizar pedidos de actualizaciones de software.

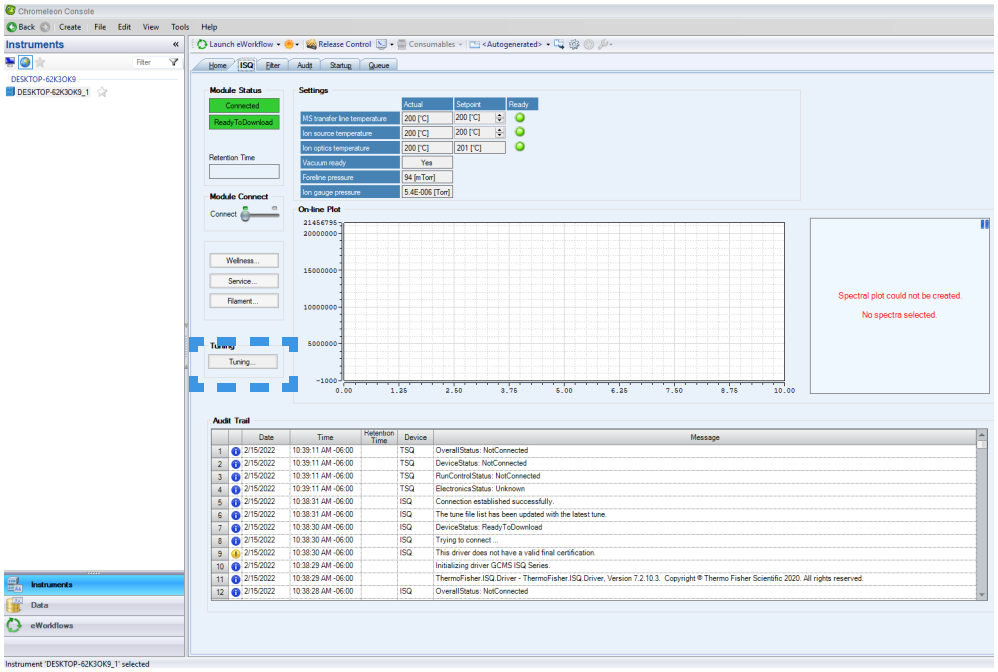
1. Si está usando el software Xcalibur, haga clic en **Air & Water/Tuning** (Ajustes/Aire y agua) en el panel del sistema ISQ 7610 para abrir la función de ajuste manual. Consulte la Figura 252.

Figura 252. Panel del sistema ISQ 7610



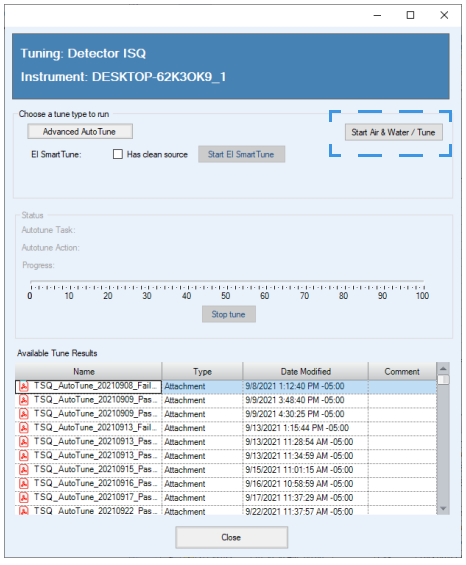
1. Si está usando el software Chromeleon, vaya a la pestaña **ISQ** de la consola de Chromeleon y haga clic en **Tuning** (Ajuste) para abrir la ventana de ajustes. Consulte la Figura 253.

Figura 253. Acceder al ajuste del sistema ISQ 7610 mediante la consola Chromeleon



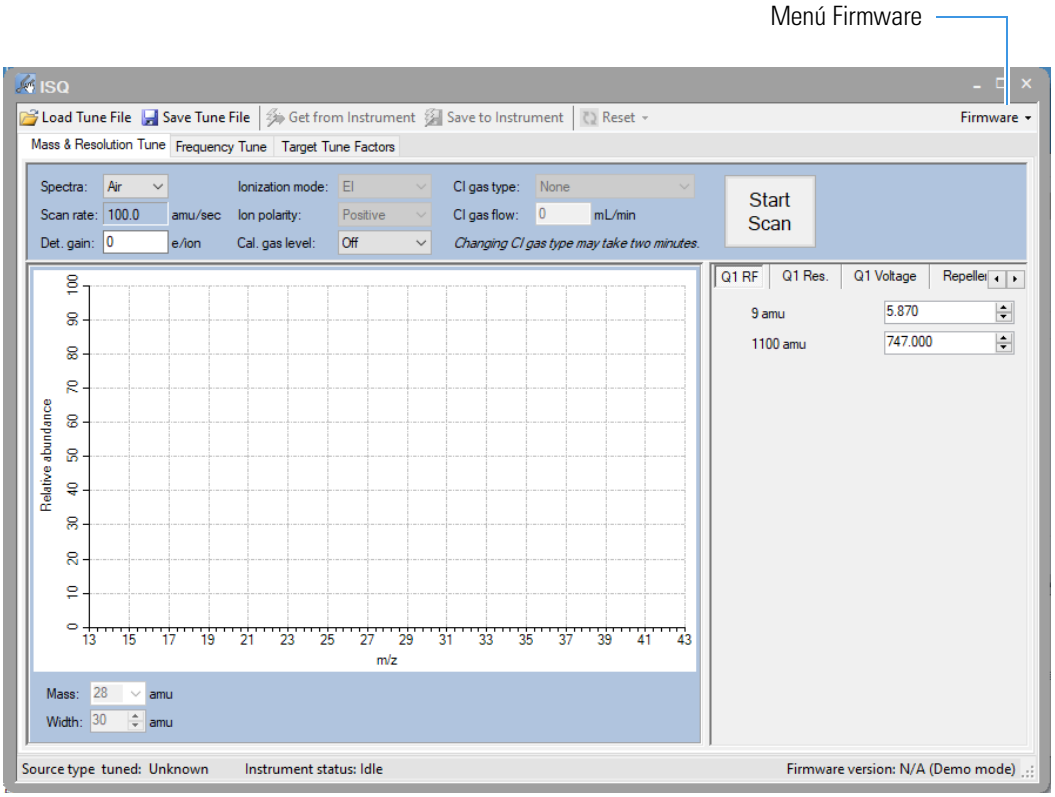
2. Se abre la ventana **Tuning: Detector ISQ** (Ajustes: Detector ISQ). Haga clic en **Start Air & Water/Tune** (Iniciar ajustes/Aire y agua). Consulte la Figura 254.

Figura 254. Apertura del ajuste manual en el software Chromeleon



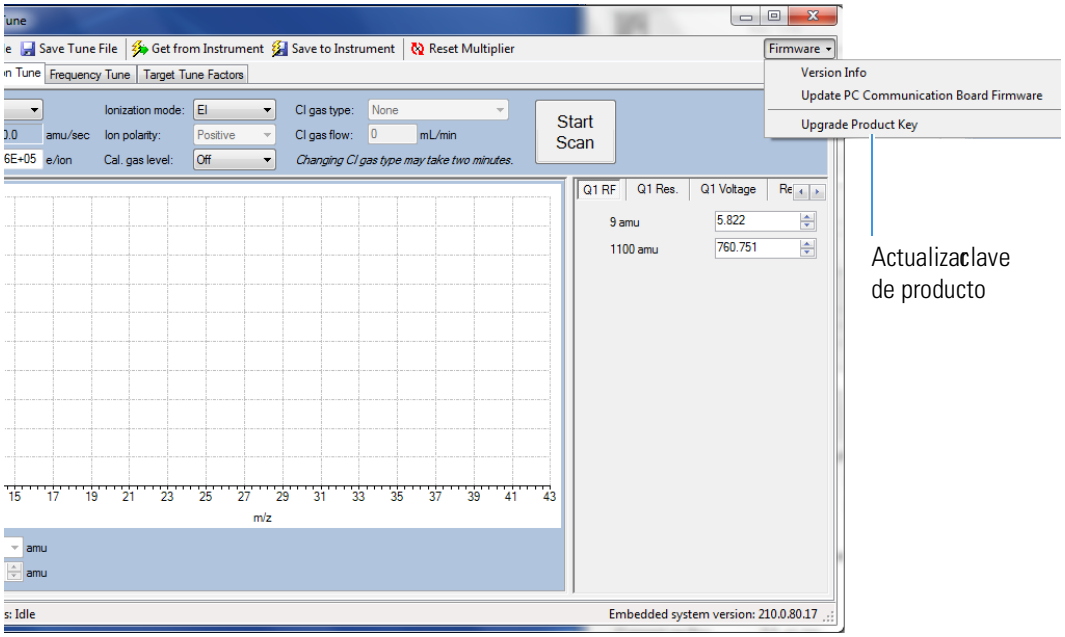
3. Se abre la aplicación **ISQ Manual Tune** (Ajuste manual de ISQ). Haga clic en **Firmware** en la parte superior derecha de la pantalla para abrir el menú de firmware. Consulte la Figura 255.

Figura 255. Pantalla de inicio del ajuste manual de ISQ



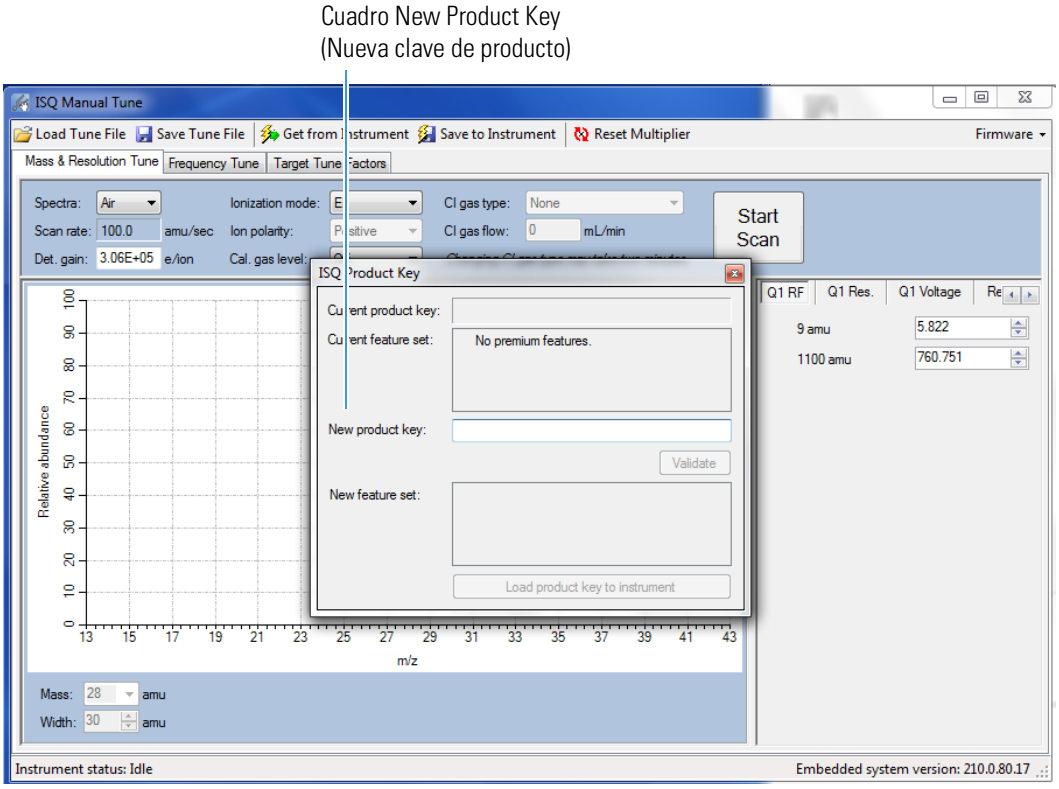
4. Se abre el menú Firmware. Seleccione **Upgrade Product Key** (Actualizar clave de producto) como se muestra en la Figura 256.

Figura 256. Selección de la opción Upgrade Product Key (Actualizar clave de producto)



5. Se abre la ventana **ISQ Product Key** (Clave de producto de ISQ). Introduzca la clave del producto en el cuadro **New Product Key** (Nueva clave de producto), como se muestra en la Figura 257.

Figura 257. Introducción de la clave de producto



Índice

A

abrir una secuencia, 175
ajuste
  tipos
    añadir, 41
ajustes
  con la función AutoTune de ISQ7000, 32–33
  uso de la función AutoTune, 32–33, 56, 279
Ajustes de AEI 43
alimentación, comprobación, 1
altura de pico, mínimo, 77, 117
archivo sin procesar, selección, 198
AutoSIM
  configuración de iones de SIM, 146, 161
  creación de métodos, 142, 156
  enviar un estudio, 148, 163
  obtención de una clave de licencia, 143, 156
  selección de iones de SIM, 150, 167
  uso, 141
AutoTune de la serie ISQ, acerca de, 32
AutoTune, modificación, 204
AutoTune, uso, 32–33, 56, 279

B

barridos, ejecución, 78, 118

C

caudal, verificación 2
columna
  comprobación para detectar fugas, 27
  temperatura, 30
compatibilidad electromagnética ix
conformidad
  FCC viii
  WEEE x
Conformidad con la directiva de CEM vii
conformidad con la directiva sobre RAEE x
contaminación, indicios, 248
contaminantes, habituales, 248
creación de métodos 67
cromatógrafo de gases
  creación de métodos, 96, 111
cromatogramas, visualización, 197
cumplimiento
  normativo vii
cumplimiento de normativas vii

D

datos centroides, acerca de, 80, 119
datos de perfil, acerca de, 80, 119
datos, comprobación, 197
diagnósticos, seleccionar pruebas para ejecutar, 216, 232
disolventes
  elección, 173
  objetivo de, 173

E

encuesta de documentación xxviii

F

FCC, conformidad viii
filamento, activado y desactivado, 82, 121
fuga, indicios, 248
fugas, comprobación de 27

G

gas
  caudal, 2
  presión del tanque, 3

H

huellas, indicios, 248

I

Indicadores luminosos
  Calentador, 4
indicadores luminosos
  Vacío, 4
indicadores luminosos de ISQ
  alimentación, 1
informes de ajustes
  configuración, 48
  impresión, 48
  informe de ejemplo, 48
ISQ
  análisis de muestras, 173
  comprobación del funcionamiento, 1
  encendido, 1
  exploración de datos, 197
  optimización de métodos, 201
  reconfiguración, 259
  resolución de problemas, 235
ISQ AutoTune, acerca de, 204
ISQ7000
  ajuste, 31
  cambio de columna, 5
  creación de métodos, 67

L

línea de base (resolución de problemas)
  desviación, 250
línea de transferencia, acerca de, 76, 116

M

mantenimiento periódico
  causas, 246
mantenimiento, ajustes, 268, 274
método del instrumento, seleccionar, 178, 188
métodos
  adquisición, 75, 116
  creación, 67
  optimización, 201
  propósito, 67
métodos de adquisición, propósito, 75, 116
modo CI, uso, 77, 117
modo de barrido completo, acerca de, 79, 119
modo de SIM, acerca de, 79, 119
modo NCI, uso, 77, 117
modo PCI, uso, 77, 117
muestras
  análisis, 173
  preparación, 173

N

nombre de usuario, acerca de, 184, 194
normas de seguridad vii

P

picos (resolución de problemas)
  ausencia, 255
  ensanchamiento, 252
  fantasma, 254
  picos con cola, 253
  picos con frente, 252
picos con cola, resolución de problemas, 253
picos fantasma, resolución de problemas, 254
preparación de muestras, 173
presión (tanque de gas portador), comprobación, 3
problemas relacionados con la línea de base, análisis, 250
problemas relacionados con los picos, análisis, 252
problemas relacionados con los resultados de datos, análisis, 256

R

rango de masas, reducción, 202
reconfiguración de ISQ, 259
resolución de problemas
  acerca de, 235
  informe de ajustes, 48
  presión del tanque del gas portador, 3
  problemas relacionados con la línea de base, 250
  problemas relacionados con los picos, 252
  problemas relacionados con los resultados, 256
  temperatura de la línea de transferencia, 76, 116
resultados (resolución de problemas)
  baja reproducibilidad del área de picos, 256
  sensibilidad insuficiente, 257
  tiempos de retención, 258

S

secuencias
  abrir, 175
  acerca de, 174, 186
  ejecución, 174
  guardar, 180, 190
  personalizar, 182, 192
  priorización, 184, 194
sensibilidad, resolución de problemas, 257
separación cromatográfica, modificación, 201
SmartTune
  uso, 49

T

tapa de la fuente 19
Tapa de la fuente con bloqueo de montaje en V 19
temperatura de la fuente de iones, 77, 117
temperatura de la fuente de iones, configuración, 77, 117, 210, 225
temperatura de la línea de transferencia, 76, 116, 203
temperatura de línea de transferencia, ajustes, 76, 116
temperatura, comprobación, 4
tensión de filamento, configuración, 208, 224
tensión del filamento, configuración, 208, 224
tiempos de retención, resolución de problemas, 258
tipo de ajuste de EI, acerca de 41
tipos de ajuste
  ajuste completo de EI, 36–37
  ajuste de CI+ 41
  ajuste de CI–, 39
  ajustes de AEI 43
tipos de gases de CI, selección, 208, 223

U

uso, 19

V

vacío, comprobación, 4
velocidad de barrido, optimización, 202
vínculo de la encuesta xxviii