

Agilent G1978A
Fuente multimodo para
los sistemas LC/MSD
G1946/G1956

Guía de configuración



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2008

No se permite la reproducción de ninguna parte de este manual cualquiera que sea su formato o soporte (incluyendo su almacenamiento y recuperación electrónicos y la traducción a idiomas extranjeros) sin el consentimiento previo por escrito de Agilent Technologies, Inc. según lo estipulado por las leyes de derechos de autor estadounidenses e internacionales.

Número de referencia del manual:

G1978-95050

Edición

Primera edición, diciembre de 2008

Impreso en EE.UU.

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

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

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

Garantía

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

Licencias sobre la tecnología

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

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

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

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

ADVERTENCIA

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

En esta guía

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

1 **Instalación**

Este capítulo explica cómo instalar la fuente de iones multimodo.

2 **Verificación**

Este capítulo explica cómo verificar la fuente de iones multimodo.

3 **Métodos**

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

Contenidos

1 Instalación

Instalación	9
Paso 1. Preparar la instalación	9
Paso 2. Comprobar las revisiones de las placas de los instrumentos	10
Paso 3. Apagar el instrumento	10
Paso 4. Cambiar los chips en las placas electrónicas (sólo un ingeniero de cliente)	11
Paso 5. Convertir de ESI, APCI o APPI a fuente multimodo	16
Paso 6. Actualizar el software con el parche G1978-10002	17
Paso 7. Comprobar las placas de los instrumentos	19
Paso 8. Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo	23
Cambiar las fuentes	24
Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo	24
Instalar la PCA de control de alto voltaje	31
Conectar los cables de la fuente multimodo	35
Retirar la fuente multimodo	39
Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI	42

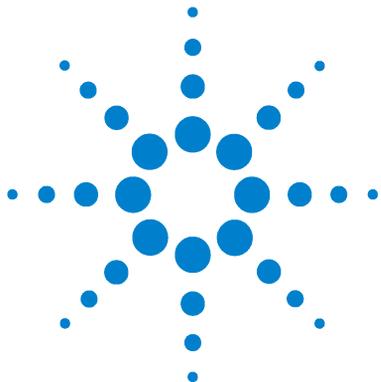
2 Verificación

Determinar la mezcla adecuada de disolvente para verificar el rendimiento	44
Preparar las pruebas de evaluación de rendimiento	45
Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo	51
Sintonización automática	57
Ejemplo de verificación multimodo	58

3 Métodos

Configurar un método para usar la fuente multimodo	60
Crear un método para el funcionamiento en modo combinado positivo/negativo	61
Crear un método para alternar entre ESI y APCI	63

Contenidos



1 Instalación

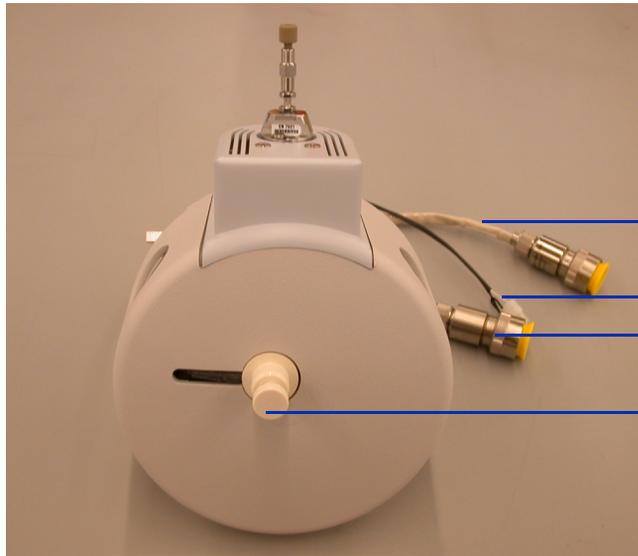
Instalación	9
Paso 1. Preparar la instalación	9
Paso 2. Comprobar las revisiones de las placas de los instrumentos	10
Paso 3. Apagar el instrumento	10
Paso 4. Cambiar los chips en las placas electrónicas (sólo un ingeniero de cliente)	11
Paso 5. Convertir de ESI, APCI o APPI a fuente multimodo	16
Paso 6. Actualizar el software con el parche G1978-10002	17
Paso 7. Comprobar las placas de los instrumentos	19
Paso 8. Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo	23
Cambiar las fuentes	24
Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo	24
Instalar la PCA de control de alto voltaje	31
Conectar los cables de la fuente multimodo	35
Retirar la fuente multimodo	39
Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI	42

Este capítulo contiene instrucciones para instalar la fuente multimodo G1978A en los instrumentos LC/MSD G1946 y G1956. (La fuente G1978B no es compatible con los instrumentos G1946/G1956.)

Las instrucciones de este manual son compatibles con la versión B.01.01 o B.01.03 de la ChemStation de los sistemas LC/MSD, con el parche de actualización G1978-10002 o superior. El CD de instalación de parches contiene las carpetas B.01.01 y B.01.03, cada una de las cuales incluye un archivo **setup.exe**. Ejecute el archivo **setup.exe** en función del número de versión de ChemStation pertinente.



1 Instalación



Alto voltaje del APCI

Cable de alto voltaje +/- 2

Cable del vaporizador

**Receptáculo de la corona
del APCI**

Instalación

Esta sección contiene instrucciones para instalar la fuente multimodo G1978A en los instrumentos LC/MSD G1946 y G1956.

Paso 1. Preparar la instalación

Antes de instalar la fuente multimodo, compruebe que dispone de los componentes y herramientas adecuados.

1 Compruebe que dispone de los siguientes componentes:

- Conjunto ESI/APCI multimodo para sistemas LC/MSD (Ref. G1978A)
- Conjunto ESI/APCI multimodo para sistemas LC/MSD (Ref. G1978-65239)
- Módulo de alto voltaje multimodo (Ref. G1978-60050)
- Kit de capacitación LCMSD MM ESI/APCI (Ref. G1978-60150)
- Kit de actualización de firmware, MM (Ref. G1978-60156)
- ChemStation B.01.01 o B.01.03 o versión superior
- Parche (Ref. G1978-10002). El parche de software se incluye en G1978A y es necesario para las versiones B.01.01 y B.01.03.

NOTA

Todos los instrumentos MSD G1946B/C/D y G1956A/B instalados antes de la comercialización de la fuente multimodo necesitarán estar en la versión B.01.01 de la ChemStation o en una versión superior para instalar el hardware, firmware, nuevos valores PID y el parche de software de la fuente multimodo.

2 Compruebe que dispone de las siguientes herramientas, suministros y componentes químicos. Los elementos de esta lista no se suministran con la fuente multimodo.

- Paños y guantes, limpios y sin pelusas
- Agua y productos orgánicos, como acetona, metanol, acetonitrilo o alcohol isopropílico, todo con calidad HPLC

1 Instalación

Paso 2. Comprobar las revisiones de las placas de los instrumentos

- Llave inglesa de ¼ pulgadas
- Destornillador Torx T10

Paso 2. Comprobar las revisiones de las placas de los instrumentos

El software permite comprobar si las placas de los instrumentos han sido actualizadas.

Placa Analyzer 3

Siga los pasos que se indican a continuación para determinar si tiene instalada una placa Analyzer 3.

- 1 En la línea de comandos de la vista Method and Run Control (Control de métodos y análisis), escriba:
 - `pat$=nvrAnRev$()`
- 2 Escriba en la línea de comandos:
 - `Print pat$`

En la línea de mensajes aparecerá la referencia correspondiente a la placa del analizador. Si la referencia es **G1946-60250**, la placa instalada será Analyzer 3. Si se visualiza un número diferente, necesitará actualizar el sistema con la placa Analyzer 3.

Placa de distribución de alimentación (PDB)

Todos los modelos G1956A/B y G1946B/C/D incorporan la placa de distribución de alimentación correcta (Ref. G1946-60002).

Paso 3. Apagar el instrumento

- Consulte las instrucciones del instrumento para su correcto apagado.

NOTA

Apague completamente el instrumento si no forma parte de una instalación conjunta. Este es el caso de los instrumentos G1946B/C/D y G1956A/B premultimodo. Estos instrumentos son considerados como actualizaciones para su uso con la fuente G1978A.

Paso 4. Cambiar los chips en las placas electrónicas (sólo un ingeniero de cliente)

Debe cambiarse el chip Main PLCC Firmware U129 de la PCA Analyzer 3 para la identificación de la fuente (nuevo, Ref. G1978-80067). También deben cambiarse dos chips de la placa de distribución de alimentación: el chip Programmed ROM MM LON U6 (nuevo, Ref. G1978-80100) y el chip EPROM U18 (nuevo, Ref. G1978-80200). Sólo es necesario realizar estos pasos la primera vez que se instala la fuente multimodo.



Figura 1 El zócalo con el punto guía para los chips U6 y U18 en la placa de distribución de alimentación (izquierda) y el zócalo con el punto guía para el chip U126 en la placa Analyzer 3 (derecha). Observe que el punto guía se sitúa en la esquina superior izquierda de la placa Analyzer y en la parte contraria (superior derecha) en la placa de distribución de alimentación

PRECAUCIÓN

Asegúrese de que el extremo plano del chip está alineado con el extremo plano del punto guía del zócalo. Una inserción incorrecta puede dañar el chip al encender el equipo. El punto guía del zócalo correspondiente a la placa de distribución de alimentación es diferente al de la placa del analizador.

No es necesario retirar completamente la placa de distribución de alimentación durante la sustitución del chip. Sin embargo, su extracción evitará que el chip o la herramienta puedan caer en el interior del instrumento.

PRECAUCIÓN

Los siguientes pasos deben ser realizados únicamente por un ingeniero de cliente de Agilent. El seguimiento incorrecto de estos pasos podría ocasionar daños en el chip al encender el equipo.

1 Instalación

Paso 4. Cambiar los chips en las placas electrónicas (sólo un ingeniero de cliente)

- 1 Verifique que el instrumento está apagado. Consulte la guía de usuario del instrumento.
- 2 Retire la PCA Analyzer 3 de la estructura.

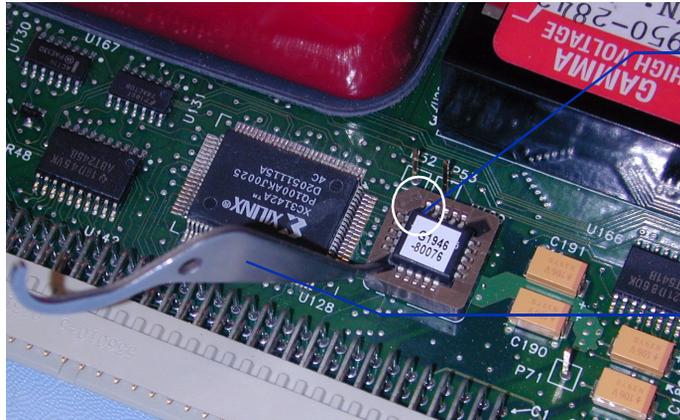


**Main PLCC Firmware,
cambio del chip de
la placa Analyzer,
Ref. G1978-80067,
Ubicación U129**

Figura 2 PCA Analyzer 3 (Ref. G1946-65250)

- 3 Utilice la herramienta para la extracción de chips que se suministra con la actualización para retirar el chip.

Paso 4. Cambiar los chips en las placas electrónicas (sólo un ingeniero de cliente)



El extremo plano del chip casado en el zócalo U129 con el punto guía en la parte superior izquierda

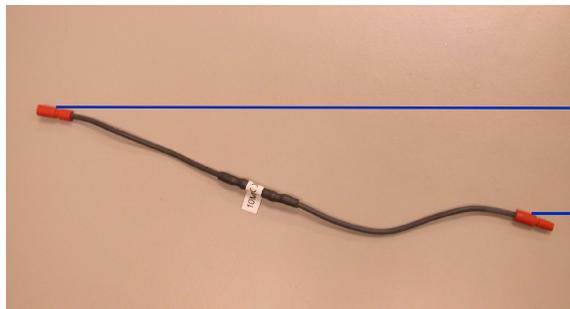
Herramienta para la extracción de chips

Figura 3 Herramienta para la extracción de chips y la PCA Analyzer 3 (Ref. G1946-65250) casada en la esquina superior izquierda

PRECAUCIÓN

Tenga cuidado al extraer el chip con la herramienta de extracción de chips. Si la herramienta se inserta demasiado lejos, el zócalo podría romperse si se fuerza.

- 4 Sustituya el chip PLD de la PCA Analyzer 3 por el suministrado en la fuente multimodo.
- 5 Con la placa del analizador todavía fuera, instale el cable de alto voltaje ACPI de 10 MΩ. Consulte [Figura 4](#).



Conecte a la fuente de alimentación del ACPI

Conecte al cable del ACPI

Figura 4 Cable de alto voltaje del ACPI de 10 MΩ (Ref. G1978-60806). En los siguientes pasos, asegúrese de que están conectados los extremos adecuados a la fuente de alimentación del ACPI y al cable del ACPI

1 Instalación

Paso 4. Cambiar los chips en las placas electrónicas (sólo un ingeniero de cliente)

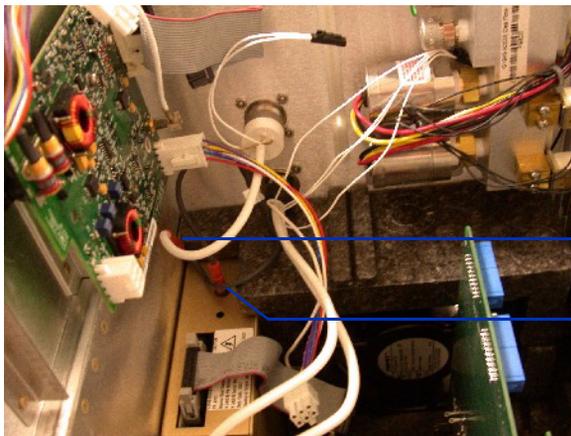
- 6 Desconecte el cable de alto voltaje del APCI de la fuente de alimentación del APCI. Consulte [Figura 5](#).



Desconecte aquí el cable de alto voltaje del APCI.

Figura 5 Desconectar el cable de alto voltaje del APCI

- 7 Instale el cable de 10 M Ω en serie con el cable de alto voltaje del APCI y vuelva a conectar a la fuente de alimentación del APCI. Consulte [Figura 6](#).



Cable de 10 M Ω conectado al cable APCI.

Cable de 10 M Ω conectado a la fuente de alimentación del APCI.

Figura 6 Cable de alto voltaje de 10 M Ω conectado al cable de alto voltaje del APCI y a la fuente de alimentación del APCI

Paso 4. Cambiar los chips en las placas electrónicas (sólo un ingeniero de cliente)

- 8 Extraiga la placa de distribución de alimentación del instrumento durante el proceso de sustitución del chip para evitar que el chip o la herramienta caigan en su interior.

NOTA

Los dos chips se pueden sustituir en la placa de distribución de alimentación sin extraer la placa del instrumento, pero tenga cuidado de no dejar caer la herramienta o el chip en el interior del instrumento.

- 9 Utilice la herramienta de extracción de chips para extraer los chips U6 y U18 de la placa de distribución de alimentación. Consulte de [Figura 7](#) a [Figura 9](#).

PRECAUCIÓN

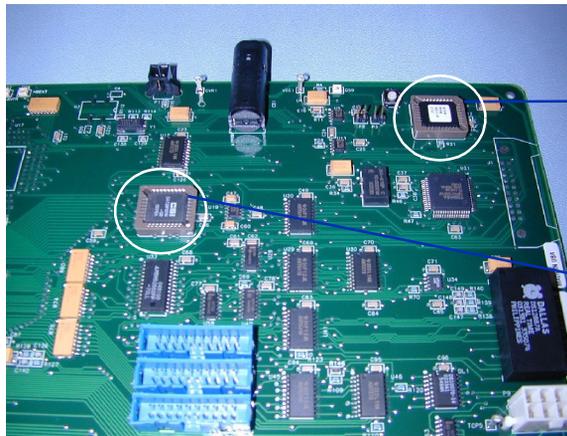
Asegúrese de que el extremo plano del chip esté alineado con el extremo plano del punto guía del zócalo. Una inserción incorrecta puede dañar el chip al encender el equipo.



Figura 7 Se deben sustituir dos chips en la placa de distribución de alimentación (Ref. G1946-65002)

1 Instalación

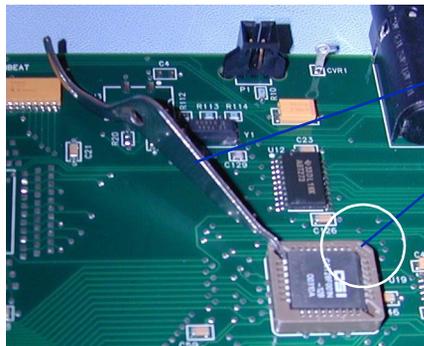
Paso 5. Convertir de ESI, APCI o APPI a fuente multimodo



El extremo plano del chip con punto de guía en la esquina superior derecha del zócalo U6 (Ref. G1978-80100)

El extremo plano del chip con punto de guía en la esquina superior derecha del zócalo U8 (Ref. G1978-80200)

Figura 8 Se deben sustituir dos chips en la placa de distribución de alimentación (Ref. G1946-65002) con punto guía en la esquina superior derecha del zócalo



Herramienta para la extracción de chips

El extremo plano del chip con punto de guía en la esquina superior derecha del Chip EPROM U18 (Ref. G1978-80200)

Figura 9 Extremo plano del chip casado en la esquina superior derecha del zócalo

10 Sustituya los dos chips en la placa de distribución de alimentación.

Puede verificar que los chips fueron sustituidos en ambas placas siguiendo los pasos de “Paso 7. Comprobar las placas de los instrumentos” en la página 19.

Paso 5. Convertir de ESI, APCI o APPI a fuente multimodo

- Siga los pasos de “Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo” en la página 24

Paso 6. Actualizar el software con el parche G1978-10002

Si está ejecutando las versiones B.01.01 o B.01.03 de la ChemStation, necesitará instalar este parche. Si está ejecutando la versión B.03.1 o versión posterior, salte este paso.

- 1 Coloque el disco de actualización de G1978-10002 en la unidad de CD.
- 2 Abra la carpeta **B.01.01** o **B.01.03** (según la versión de la ChemStation pertinente) y haga clic en **setup.exe**.

Los archivos sustituidos por el parche se volcarán en una copia de seguridad para permitir la desinstalación del parche de software.

- 3 Haga clic en **Next (Siguiente)** en la ventana Welcome (Bienvenida).
- 4 Haga clic en **Yes (Sí)** para aceptar el acuerdo de licencia.
- 5 Haga clic en **Next (Siguiente)** en la pantalla Readme (Léame).
- 6 Haga clic en **Next (Siguiente)** en el cuadro de diálogo Start Copying Files (Empezar a copiar los archivos), que le permite revisar las opciones de configuración.

NOTA

No puede seleccionar el directorio de instalación dado que está instalando un parche en el software actual de la ChemStation.

- 7 Haga clic en **Yes (Sí)** para actualizar el firmware MS.

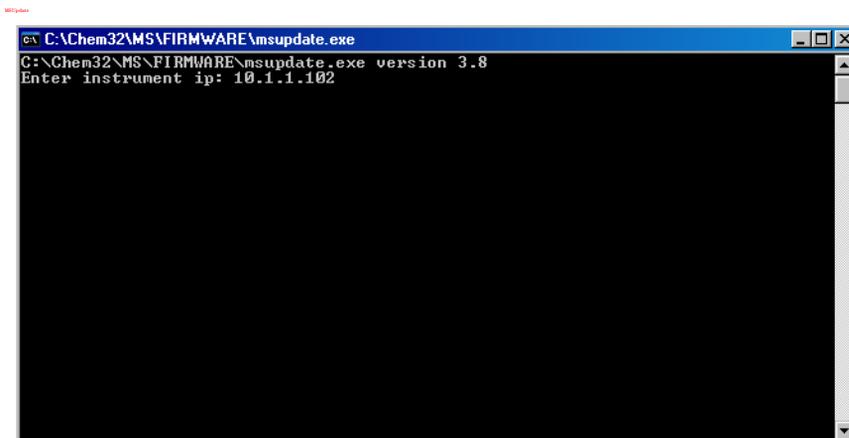
ADVERTENCIA

No interrumpa el proceso de actualización. No inicie el software de la MS ChemStation ni corte la alimentación del instrumento durante el proceso. Si interrumpe el proceso dañará el instrumento.

- 8 Introduzca la dirección IP del instrumento y escriba **yes**. Consulte [Figura 10](#).

1 Instalación

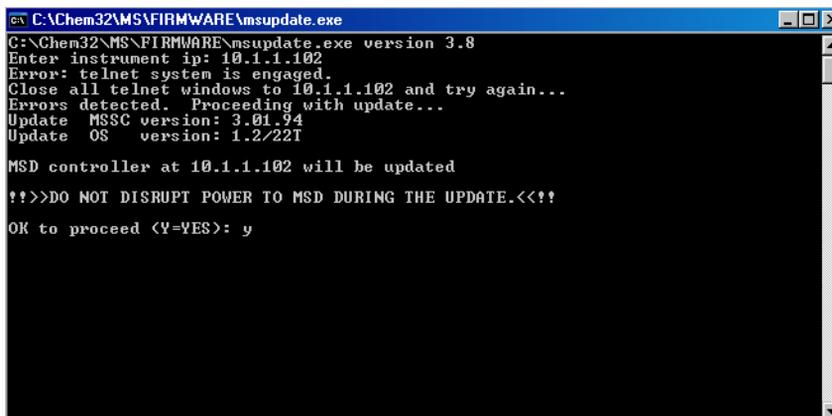
Paso 6. Actualizar el software con el parche G1978-10002



```
C:\Chem32\MS\FIRMWARE\msupdate.exe
C:\Chem32\MS\FIRMWARE\msupdate.exe version 3.8
Enter instrument ip: 10.1.1.102
```

Figura 10 Programa MSUpdate

9 Cuando el sistema le pregunte si está de acuerdo con continuar con la actualización de hardware, escriba **Y**. Consulte [Figura 11](#).



```
C:\Chem32\MS\FIRMWARE\msupdate.exe
C:\Chem32\MS\FIRMWARE\msupdate.exe version 3.8
Enter instrument ip: 10.1.1.102
Error: telnet system is engaged.
Close all telnet windows to 10.1.1.102 and try again...
Errors detected. Proceeding with update...
Update MSSC version: 3.01.94
Update OS version: 1.2/22T

MSD controller at 10.1.1.102 will be updated
??>>DO NOT DISRUPT POWER TO MSD DURING THE UPDATE.<<??
OK to proceed (Y=YES): y
```

Figura 11 Actualizar el firmware de MSD

10 Cuando se le solicite, pulse el RST del instrumento para completar el proceso de actualización.

11 Se mostrarán dos mensajes más en la ventana de comandos.

```

C:\Chem32\MS\FIRMWARE\msupdate.exe
programming data...
erasing bank 1: sector 9
programming data...
erasing bank 1: sector 10
programming data...
erasing bank 1: sector 11
programming data...
erasing bank 1: sector 12
programming data...
erasing bank 1: sector 13
programming data...
erasing bank 1: sector 14
programming data...
erasing bank 1: sector 15
programming data...
flash update complete...
value = 0 = 0x0
->
Code download complete.
5973N: Power cycle instrument to complete update process.
G1946 Series: Press instrument RSI button to complete update process.
.....
Power cycle detected. Waiting for instrument to boot...
Instrument is alive.
Waiting for instrument firmware to load.....

```

ADVERTENCIA

No interrumpa el proceso de actualización. No inicie el software de la MS ChemStation ni corte la alimentación del instrumento durante el proceso. Cuando desaparezca la ventana MSUpdate, puede iniciar el programa ChemStation.

El instrumento se habrá actualizado tras la desaparición de la ventana de comando.

Paso 7. Comprobar las placas de los instrumentos

Validar que los nuevos valores PID se cambiaron.

- 1 Inicie la ChemStation. El **pid2.mac** cambia los valores PID automáticamente al iniciar la ChemStation.
- 2 En la línea de comandos de la vista **Method and Run Control (Control de métodos y de análisis)**, escriba:
 - MSZONEPID 7

Se mostrará la siguiente información en la línea de mensajes:

P = 2500

I = 1

D = 0

I_D = 1

1 Instalación

Paso 7. Comprobar las placas de los instrumentos

Validar los cambios aplicados a los chips en la placa Analyzer 3 y en la placa de distribución de alimentación

Siga los pasos que se indican a continuación para validar que los chips de la placa Analyzer 3 (Ref. G1946-65250) y de la placa de distribución de alimentación (Ref. G1946-65002) se actualizaron para admitir la fuente multimodo. Si se ha cargado la versión B.01.01 o la versión B01.03 de la ChemStation con el disco de software de la actualización multimodo G1978-10002, la macro **mstnvr.mac** se actualizará y devolverá más información.

- 1 En la línea de comandos de la vista **Method and Run Control (Control de métodos y de análisis)**, escriba:

```
mmcheck = MMBoardUpdate()
```

- 2 Escriba el comando debajo en la línea de comandos y pulse **Intro**.

```
Print mmcheck
```

Si la variable **mmcheck** tiene valor 0, ambas placas han sido actualizadas.

Si la variable **mmcheck** tiene valor 1, una de las placas no ha sido actualizada.

Si la variable **mmcheck** tiene valor 2, ninguna de las dos placas ha sido actualizadas.

- 3 Validar todas las revisiones de chip de firmware:

- Escriba **readnvr** y pulse **Intro**.
- Escriba **shownvr** o **printnvr** y pulse **Intro**.

El siguiente informe MSDNVRAM.TXT indica que se ha cargado el firmware correcto. Compruebe las entradas marcadas en negrita para verificar los números de revisión correctos:

Paso 7. Comprobar las placas de los instrumentos

G1946 LC/MSD Instrument Configuration

9:46:07 AM 7/14/2005

```

-----
Instrument Name      : Instrument 1
Serial Number       : MS1202
Product Number      : product1                      Exp in G1946
Mfg Date            : 04/01/96                      Exp <> 04/01/96
Quad Serial Number  : quad56                       Exp <> quad56
MS Inject Valve Present : 1
-----
ChemStation Rev    : Rev. B.01.01 [164] or B.01.03 [203]
SmartCard Rev      : 3.02.01
Analyzer Board FW Rev : G1946-60250MM
PDB HW Rev         : PPHA.01.00
PDB FW Rev         : PRS2.03.00                      Exp = PRS2.02.00
PDB 68332 FW Rev   : 1.63                                           Exp = 1.58
SICB-LON HW Rev    : PRH1.00.01
SICB-LON FW Rev    : PRS1.01.01
IO Board FW Rev    : 6.2; 6.3
Turbo Pump Ctrl HW Rev : TURB1.0.00
Turbo Pump Ctrl FW Rev : PRSW1.1.02
Convect. Gauge HW Rev : 011411-102
Convect. Gauge FW Rev : PP11520109
Ion Gauge HW Rev   : 0115-27103
Ion Gauge FW Rev   : PR11616115
Log Amp ID         : LOG01,CAL
-----
Quad Frequency     : 1001200.0010
Pos Ion Quad Polarity : 0
Neg Ion Quad Polarity : 1
-----
Stdby Quad Temp    : 100
Stdby Drying Gas Temp : 300
Stdby Drying Gas Flow : 3.000
Stdby Nebulizer Press : 20.0
Stdby Vaporizer Temp : 325
-----
Quad Temp PIDs     : P=3000;I=0;D=0;ID=1
Drying Gas Temp PIDs : P=165;I=2;D=1024;ID=1
Vaporizer Temp PIDs : P=2500;I=1;D=0;ID=1          Exp = P=512;I=2;D=0;ID=1
Drying Gas Flow PIDs : P=10;I=1;D=10;ID=1         Exp = P=10;I=1;D=1;ID=1
Nebulizer Pres PIDs : P=10;I=1;D=10;ID=1
-----
Quad Temp Timeout  : 88.8
Drying Gas Temp Timeout : 12.3
Vaporizer Temp Timeout : 1.6                      Exp = 4.4
Drying Gas Flow Timeout : 13.7
Nebulizer Pres Timeout : 13.7
-----

```

1 Instalación

Paso 7. Comprobar las placas de los instrumentos

```
CDS Leak Sensor Calibration      : 0                               Exp <> 0
CDS On Purge Time                : 30
CDS Off Purge Time 1            : 75
CDS Off Purge Time 2           : 60
CDS On Delay                     : 30
```

```
-----
Mass Axis Lag D Coeff 0         : -0.0274494
Mass Axis Lag D Coeff 1         : 0.000127939
Mass Axis Lag D Coeff 2         : 2.65427e-09
```

```
-----
Std EMV                        : -----
EMV Gain Coeff 0               : 8.202345
EMV Gain Coeff 1               : -59.097311
EMV Gain Coeff 2               : 0
```

```
-----
Default Analog Out             : 0
Default Fraction Collection Relay : 0
Default Aux Relay              : 0
```

```
-----
Polarity Switching Delay       : 200
Signal Switching Delay         : 0
```

```
-----
EMF limit: Calibrant A hrs      : 0
EMF limit: Calibrant B hrs      : 0
EMF limit: Pump Oil hrs         : 0
EMF limit: Gas Conditioner hrs  : 0
EMF limit: Ion Optics hrs       : 0
EMF limit: SSV Cycles           : 0
EMF limit: EM Current           : 0
```

```
-----
Last Backup Date               : 5/5/2005 3:38:05 PM
Last Restore Date              :
NVR Macro Revision             : 1.14
```

Paso 8. Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo

Antes de utilizar el sistema, verifique su funcionamiento.

- 1 Inicie el software Agilent ChemStation.
- 2 Siga los pasos de “[Sintonización automática](#)” en la página 57.
- 3 Caliente el instrumento. Consulte la *Guía de mantenimiento multimodo*.
- 4 Siga los pasos de “[Preparar las pruebas de evaluación de rendimiento](#)” en la página 45.

NOTA

Deben utilizarse estos métodos de verificación para comprobar la sensibilidad de los instrumentos conjuntos suministrados con una fuente multimodo únicamente.

- 5 Siga los pasos de “[Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo](#)” en la página 51.

Cambiar las fuentes

Esta sección incluye tareas necesarias para cambiar la fuente del instrumento.

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo

PRECAUCIÓN

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

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

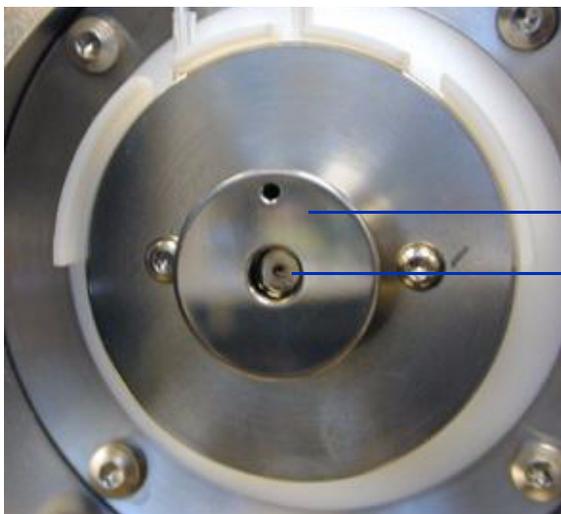
9 Desatornille y retire el protector del spray. Consulte [Figura 12](#).

ADVERTENCIA

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

ADVERTENCIA

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



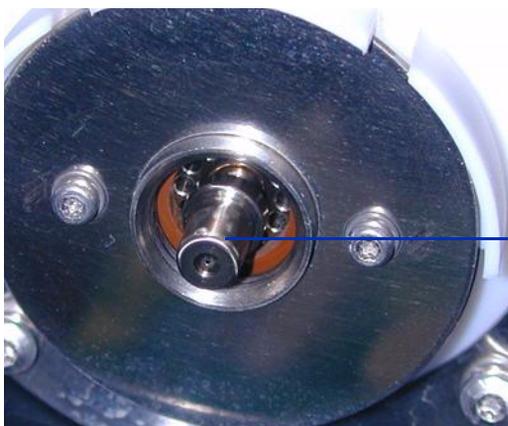
Protector del
spray estándar
Tapón del capilar

Figura 12 Protector del spray estándar y tapón del capilar para el ESI o el APCI

10 Retire el tapón del capilar. Si fuera necesario, humedezca un paño limpio con alcohol isopropílico y limpie el tapón del capilar. Consulte [Figura 13](#).

1 Instalación

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo



Tapón del capilar

Figura 13 Protector del spray retirado

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

12 Instale el nuevo protector del spray con los electrodos del spray shield. Consulte [Figura 14](#).



Figura 14 Protector del spray multimodo

13 Atornille el protector del spray multimodo en el soporte del protector del spray. Consulte [Figura 15](#)



Electrodo del spray shield en posición de 9 en punto

Electrodo del spray shield en posición de 6 en punto

Figura 15 Protector del spray multimodo instalado

NOTA

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

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



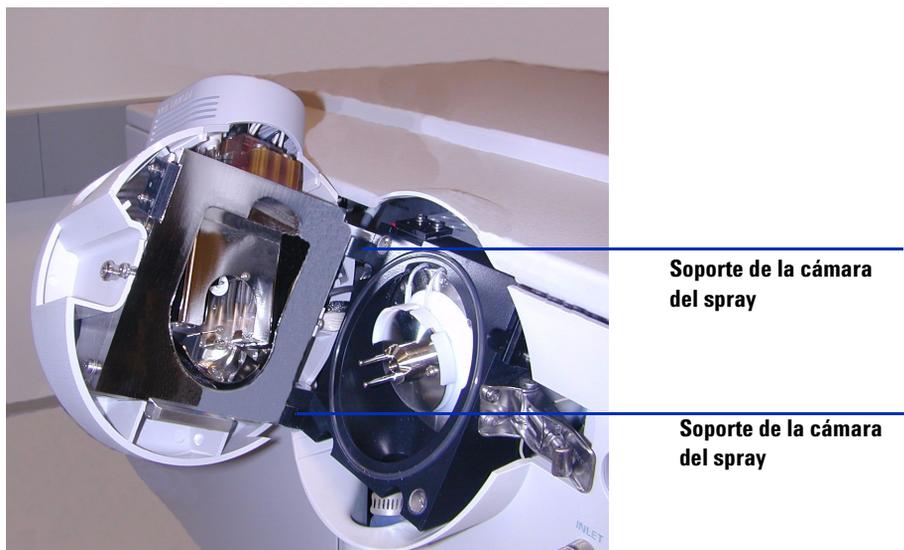
Tapa de envío

Figura 16 Cámara del spray multimodo con tapa de envío

1 Instalación

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo

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



Soporte de la cámara del spray

Soporte de la cámara del spray

Figura 17 Fuente multimodo instalada en el soporte de la cámara del spray

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



Figura 18 Sin nebulizador en la parte superior de la fuente multimodo

17 Conecte el tubo del gas del nebulizador de 1/8 pulgadas desde la estructura del sistema LC/MSD a la conexión de gas del nebulizador. Consulte [Figura 19](#).

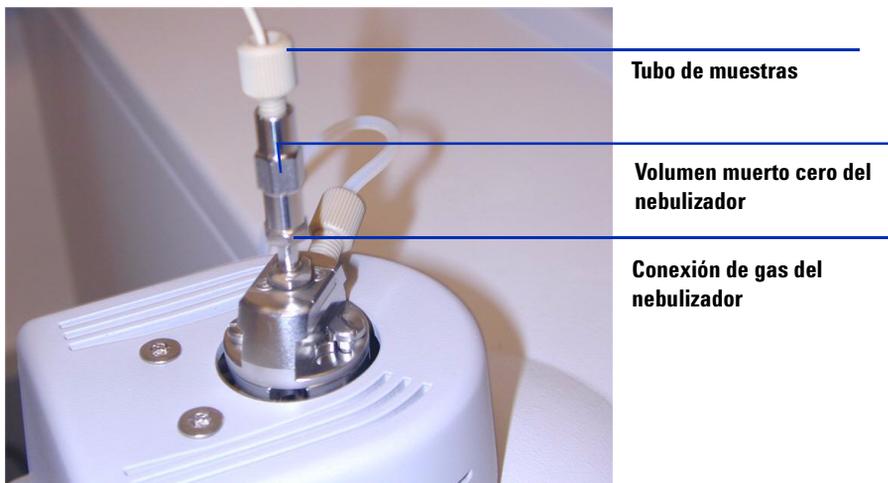


Figura 19 Nebulizador con tubo de gas conectado

18 Conecte el tubo de muestras del sistema LC/MSD al filtro de entrada de la válvula de desvío del LC/MSD. Consulte [Figura 20](#) en la página 30.

ADVERTENCIA

La válvula de desvío del Cromatógrafo de líquidos de los sistemas LC/MSD Agilent 1100 Series se integra en el sistema de seguridad del sistema G1978A. El flujo de la fase móvil del sistema LC debe estar siempre conectado al filtro de entrada de la válvula de desvío. No derive nunca la válvula de desvío ni la conecte directamente al nebulizador. Si la válvula de desvío se utiliza de forma distinta a la especificada por Agilent Technologies, la protección suministrada por dicha válvula podría verse afectada.

1 Instalación

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo

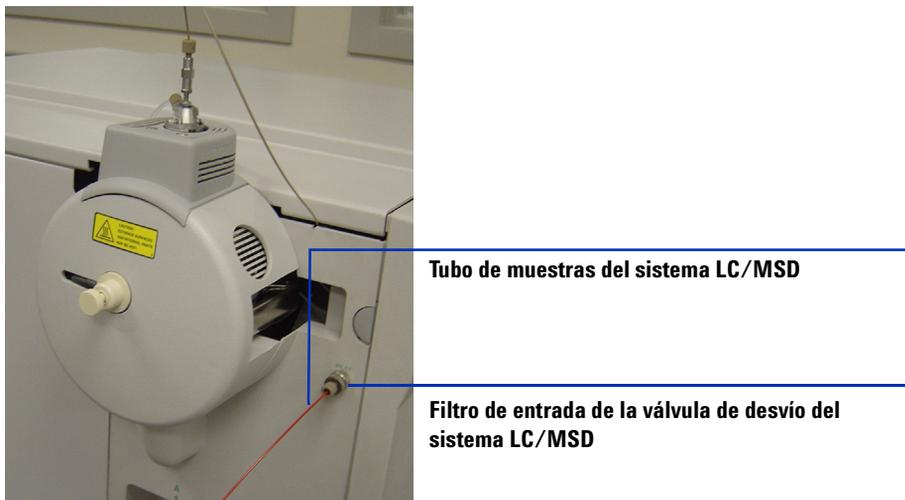


Figura 20 Tubo de muestra del sistema LC/MSD conectado al filtro de entrada del LC/MSD

- 19 Si está instalando la fuente multimodo por primera vez, siga los pasos de [“Instalar la PCA de control de alto voltaje”](#) en la página 31.
- 20 Siga los pasos de [“Conectar los cables de la fuente multimodo”](#) en la página 35.
- 21 Si está instalando la fuente por primera vez, regrese a la sección [“Paso 6. Actualizar el software con el parche G1978-10002”](#) en la página 17.

Instalar la PCA de control de alto voltaje

- 1 Retire la tapa de la fuente de alimentación de la PCA de control y alto voltaje de la fuente. Consulte [Figura 21](#).

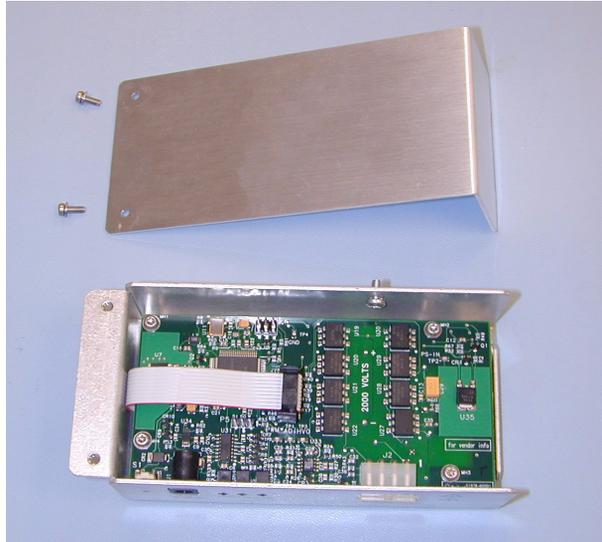


Figura 21 Retirar la tapa de la fuente de alimentación de la PCA de control y alto voltaje de la fuente

- 2 Enchufe el cable RS-232 al conector RS-232 de la fuente de alimentación de la PCA de control y alto voltaje. Consulte [Figura 22](#).

1 Instalación

Instalar la PCA de control de alto voltaje



Figura 22 Enchufar el cable RS-232

- 3 Retire la tapa frontal del instrumento, la tapa superior, la tapa de seguridad con imán y la puerta de acceso del panel lateral.
- 4 Retire el sujetacables de plástico del calentador de desolvatación; véase [Figura 23](#).



**Retire el sujetacables
de plástico**

Figura 23 Retirada del sujetacables

- Dirija el cable por debajo de la línea de gas del Sistema de suministro del calibrante. Consulte [Figura 24](#).



Línea de gas del sistema de suministro del calibrante

Dirija el cable por debajo de la línea de gas del sistema de suministro del calibrante.

Figura 24 Línea de gas del sistema de suministro del calibrante

- Enchufe la fuente de alimentación de la PCA de control y alta tensión a la estructura con el tornillo autorroscante suministrado. Consulte [Figura 25](#).



Sujete la fuente de alimentación de la PCA de control y alta tensión a la estructura

Figura 25 Sujetar la fuente de alimentación de la PCA de control y alta tensión

- Sujete la tapa de la fuente de alimentación de la PCA de control y alta tensión con los tornillos suministrados al soporte de apoyo. Consulte [Figura 26](#).

1 Instalación

Instalar la PCA de control de alto voltaje

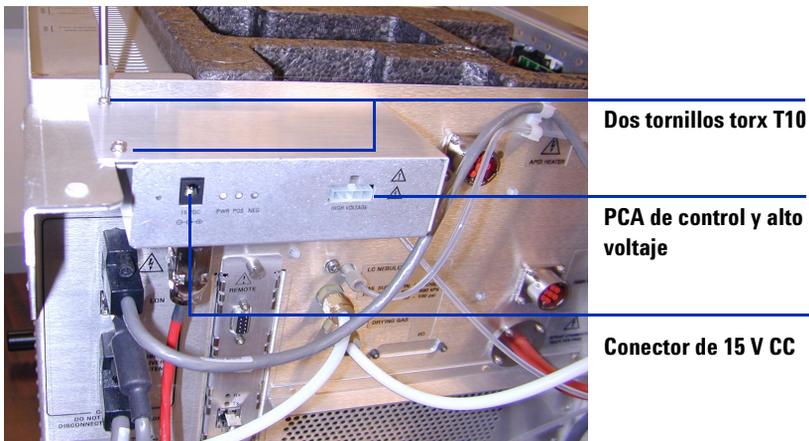


Figura 26 Sujetar a los soportes de apoyo

- 8 Si está instalando una PCA de control y alto voltaje como parte de una conversión a la fuente multimodo, regrese a **“Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo”** en la página 24.

Conectar los cables de la fuente multimodo

- 1 Conecte el cable RS-232 al conector de serie B en la interfaz Smart Card 3, situada en el lado izquierdo del chasis del instrumento. Consulte [Figura 27](#).

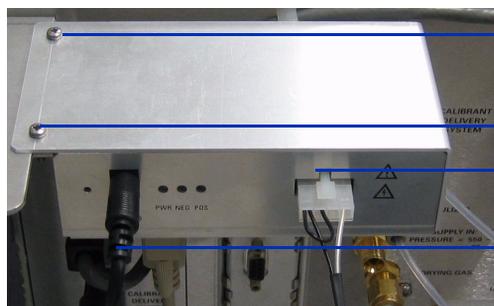


Conexión RS-232 a la PCA de control y alto voltaje

Conector de la serie B en la Smart Card

Figura 27 Conexiones de cable RS-232

- 2 Conecte la fuente de alimentación de 15 V CC a la PCA de control y alto voltaje. Consulte [Figura 28](#).



Dos tornillos torx T10

PCA de control y alto voltaje

Conexión CC de 15 V

Figura 28 PCA de control y alto voltaje

1 Instalación

Conectar los cables de la fuente multimodo

- 3 Conecte el otro extremo de la fuente de alimentación de 15 V CC a una salida 110 V CA utilizando el cable de alimentación suministrado con la fuente de alimentación CC de 15 V. Consulte [Figura 29](#).



Cable de alimentación 110 V CA

Figura 29 Cable de alimentación y fuente 15 V CC

- 4 Utilice una brida para unir el cable de alimentación de salida de 15 V (Ref. 0950-4581) al cable RS-232 del módulo de alta tensión multimodo (Ref. G1978-60050). Consulte [Figura 30](#).

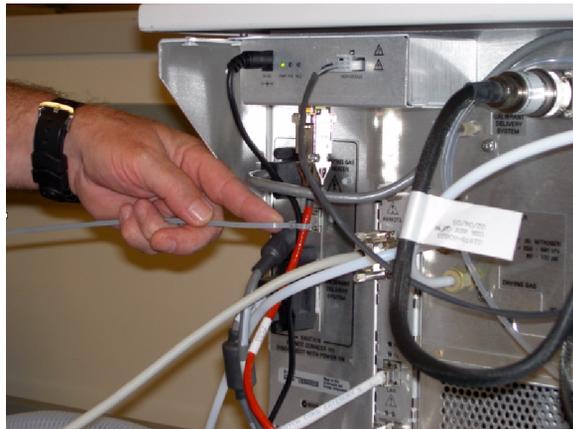


Figura 30 Brida que une el cable de alimentación al cable RS-232

- 5 Conecte los cables de la PCA de control y alto voltaje, los cables de alto voltaje del APCI y los cables del calentador del vaporizador. El conector del

calentador del APCI, el conector de alto voltaje del APCI y el conector de la PCA de control y alto voltaje se sitúan en el lateral izquierdo del chasis del instrumento. Consulte [Figura 31](#).

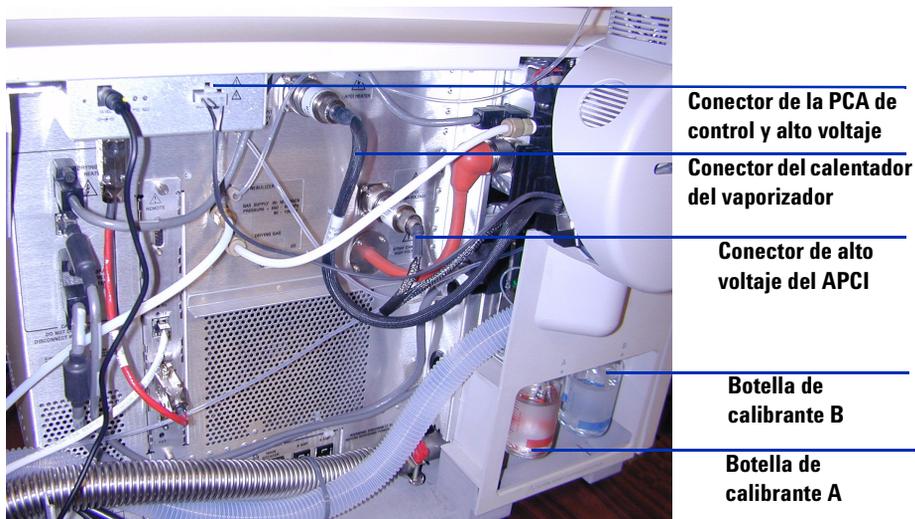


Figura 31 Conexiones del cable de la fuente multimodo

- 6 Compruebe que la botella A de la fuente multimodo del sistema de suministro del calibrante (CDS) tiene suficiente solución calibrante de PCI/APPI (100 mL) (G2432A). Consulte [Figura 31](#).
- 7 Compruebe que la botella A de la fuente multimodo del sistema de suministro del calibrante (CDS) tiene suficiente solución calibrante de ES (100 mL)(G2421A). Consulte [Figura 31](#).
- 8 Cierre la puerta del panel de servicio y verifique que todas las tapas están colocadas. Consulte [Figura 32](#).
- 9 Vuelva a la sección “Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo” en la página 24.

1 Instalación

Conectar los cables de la fuente multimodo



Figura 32 Fuente multimodo con tapas colocadas

Retirar la fuente multimodo

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

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

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

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

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

-
- 2 Espere unos 20 minutos para que la fuente se enfríe.
 - 3 Abra la puerta del servicio en el lateral izquierdo del MSD para acceder a los cables. Consulte [Figura 33](#).

1 Instalación

Retirar la fuente multimodo



Abra la puerta de servicio para acceder a los cables.

Figura 33 Instrumento con fuente multimodo instalada

- 4** Desconecte el cable del electrodo de carga de alto voltaje del ESI. Consulte [Figura 34](#).
- 5** Desconecte el cable del calentador (del vaporizador) del APCI y el cable de alto voltaje del APCI. Consulte [Figura 34](#).
- 6** Desconecte la conexión CC de 15 V del módulo de electrónica multimodo. Consulte [Figura 34](#).

NOTA

Si no retira la alimentación al módulo de electrónica multimodo, la nueva fuente se identificará como fuente desconocida.

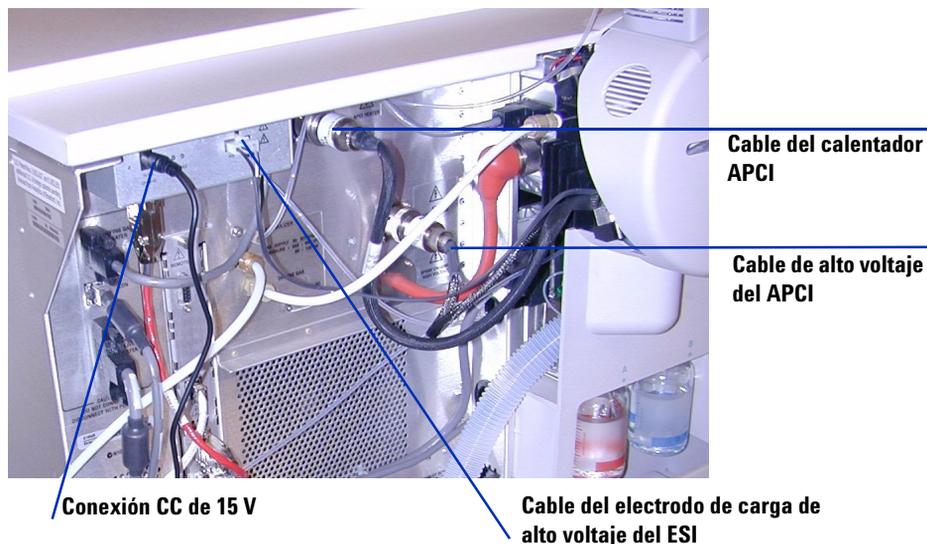


Figura 34 Instrumento con la puerta de servicio abierta

- 7 Desatornille la línea de gas del nebulizador.
- 8 Desatornille el tubo de muestras del sistema LC del nebulizador.
- 9 Abra el pestillo de la fuente y la fuente.
- 10 Retire la fuente multimodo del soporte de la cámara del spray.
- 11 Coloque la tapa de envío de la fuente sobre la fuente.
- 12 Si estaba convirtiendo desde una fuente multimodo, continúe en la sección “[Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI](#)” en la página 42.
- 13 Si estaba limpiando la fuente multimodo, continúe en la sección “[Limpiar la fuente multimodo semanalmente](#)” de la *Guía de mantenimiento*.

Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI

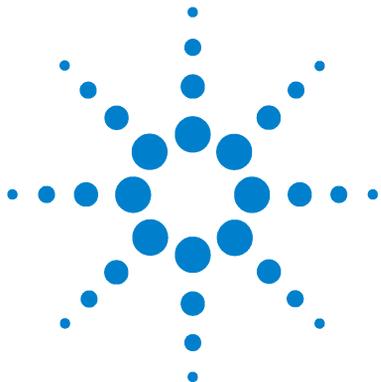
ADVERTENCIA

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

ADVERTENCIA

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

- 1 Siga los pasos de “Retirar la fuente multimodo” en la página 39.
- 2 Si la fuente que se va a instalar es una fuente del APPI, desconecte el cable de serie RS-232 de la PCA de alto voltaje multimodo del conector del puerto serie B de la Smart Card.
- 3 Desatornille y retire el protector del spray multimodo con los electrodos del spray shield.
- 4 Instale la nueva fuente y el protector estándar del spray, asegurándose de que el agujero del protector está en la posición de las doce en punto.
- 5 Para la fuente de iones del APCI y del APPI, conecte el cable del calentador del vaporizador y el cable de alto voltaje del APCI. Para la fuente del APPI, conecte el cable RS-232 al conector del puerto serie B de la Smart Card.
- 6 Para todas las fuentes, vuelva a conectar el tubo de la línea de gas del nebulizador y el tubo de muestras del sistema LC/MSD.



2 Verificación

- Determinar la mezcla adecuada de disolvente para verificar el rendimiento 44
- Preparar las pruebas de evaluación de rendimiento 45
- Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo 51
- Sintonización automática 57
- Ejemplo de verificación multimodo 58

Este capítulo incluye las tareas necesarias para verificar la fuente multimodo y validar su correcto funcionamiento.



Determinar la mezcla adecuada de disolvente para verificar el rendimiento

Se suministran disoluciones de disolvente para todos los instrumentos compatibles con la fuente multimodo. La verificación del rendimiento con reserpina sólo se puede realizar en los instrumentos G1956A y G1956B conjuntos enviados en una fuente multimodo.

Utilice la siguiente información para determinar la mezcla adecuada de disolvente en función del modelo de instrumento concreto.

Sistemas LC/MSD VL G1956A o G1946C

Se puede utilizar cualquiera de los siguientes disolventes orgánicos: metanol, isopropanol o acetonitrilo.

- Disolvente orgánico y agua al 50:50.

Sistemas LC/MSD SL G1956B o G1946B/D

- Metanol y agua al 75:25 con 5mM de formiato de amonio.

Para generar la solución de 5 mM de formiato de amonio, agregue 0,315 g de formiato de amonio a 1 litro de fase móvil de metanol y agua al 75:25 Utilice formiato de amonio con 97% de pureza o un porcentaje superior.

Para los modelos VL y SL de los sistemas LC/MSD

- Se pueda agregar hasta el 0,2% de ácido acético o 0,1% de ácido fórmico para la verificación de iones positivos. Habitualmente no es necesario, pero puede resultar beneficioso para evitar la supresión de iones resultante de contaminantes de fondo de la fase móvil.
- Utilice disolventes con calidad HPLC como mínimo. Los disolventes aceptables para la mayor parte de las aplicaciones de los sistemas LC pueden contener altos niveles de fondo que son detectables por los sistemas LC/MSD más sensibles. Asegúrese de que los disolventes del sistema LC utilizados con el sistema LC/MSD son clasificados tanto para HPLC como para análisis medioambientales, de pesticidas o GC/MS. Utilice los disolventes de pureza más alta que pueda obtener. La aceptabilidad de los disolventes debe ser determinada empíricamente.

Preparar las pruebas de evaluación de rendimiento

NOTA

Este método de verificación sólo puede ser utilizado en un instrumento conjunto que integre una fuente multimodo.

Antes de empezar, compruebe que dispone de:

- Una pipeta graduada de 1 mL, Ref. 9301-1423
- Frasco volumétrico de 50 mL (dos cada uno), Ref. 9301-1424
- Frasco volumétrico de 100 mL, Ref. 9301-1344
- Muestra de evaluación de rendimiento de iones positivos, Ref. G2423A (para ambas interfases)
- Botellas de plástico para almacenar disoluciones, Ref. 9301-1433

Los instrumentos conjuntos se distribuyen con los componentes enumerados arriba.

Las muestras de evaluación de rendimiento suministradas deben diluirse según las concentraciones requeridas para la verificación del sistema LC/MS. Consulte la sección [“Determinar la mezcla adecuada de disolvente para verificar el rendimiento”](#) para obtener más información.

NOTA

Utilice muestras diluidas en el plazo de disolución de un día. Refrigere la disolución (primera) intermedia en las botellas suministradas.

Consejos

- Enjuague las pipetas graduadas y los frascos volumétricos a fondo con agua desionizada antes, durante y después de su uso.
- Utilice material y equipo de laboratorio para preparar las muestras de evaluación de rendimiento, ya que los recipientes de cristal introducen niveles de sodio no aceptables. Enjuague siempre los viales y los tapones del inyector automático con la mezcla de disolvente utilizada para la disolución de muestras antes de rellenarlos con las muestras de verificación de rendimiento. De esta forma se minimiza cualquier fondo procedente de viales y tapones. Los viales pueden utilizarse sin tapones si se determina que los septos son una fuente de contaminación de fondo.

2 Verificación

Preparar las pruebas de evaluación de rendimiento

Tabla 1 Resumen de rendimiento del modelo G1956A VL, modo SIM

	Modo SIM MM-ES positivo	Modo SIM MM-APCI positivo
Muestra	Reserpina, 5 ng/ μ L	Reserpina, 5 ng/ μ L
Concentración tras disolución	2 pg/ μ L	2 pg/ μ L
Volumen de inyección	5 μ L	5 μ L
Cantidad total de muestra inyectada	10 pg	10 pg
Número de pedido de la muestra	G2423A	G2423A
Disolvente	50:50 orgánico/agua	50:50 orgánico/agua
Nombre del método	56VLSMES_MM.M	56VLSMCI_MM.M
Especificaciones de rendimiento	20: 1 paq-paq 100: 1 rms	10: 1 paq-paq 50: 1 rms

Tabla 2 Resumen de rendimiento del modelo G1956B SL, modo SIM

	Modo SIM MM-ES positivo	Modo SIM MM-APCI positivo
Muestra	Reserpina, 5 ng/ μ L	Reserpina, 5 ng/ μ L
Concentración tras disolución	1 pg/ μ L	1 pg/ μ L
Volumen de inyección	1 μ L	1 μ L
Cantidad total de muestra inyectada	1 pg	1 pg
Número de pedido de la muestra	G2423A	G2423A
Disolvente	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio
Nombre del método	56SLSMES_MM.M	56SLSMCI_MM.M

Tabla 2 Resumen de rendimiento del modelo G1956B SL, modo SIM

	Modo SIM MM-ES positivo	Modo SIM MM-APCI positivo
Especificaciones de rendimiento	20: 1 paq-paq 100: 1 rms	10: 1 paq-paq 50: 1 rms

Tabla 3 Resumen de rendimiento del modelo G1956B SL, modo SCAN

	Modo SCAN MM-ES positivo	Modo SCAN MM-APCI positivo
Muestra	Reserpina, 5 ng/ μ L	Reserpina, 5 ng/ μ L
Concentración tras disolución	10 pg/ μ L	10 pg/ μ L
Volumen de inyección	5 μ L	5 μ L
Cantidad total de muestra inyectada	50 pg	50 pg
Número de pedido de la muestra	G2423A	G2423A
Disolvente	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio
Nombre del método	56SLSCES_MM.M	56SLSCCI_MM.M
Especificaciones de rendimiento	20: 1 paq-paq 100: 1 rms	10: 1 paq-paq 50: 1 rms

Tabla 4 Resumen de rendimiento del modelo G1946C, modo SIM

	Modo SIM MM-ES positivo	Modo SIM MM-APCI positivo
Muestra	Reserpina, 5 ng/ μ L	Reserpina, 5 ng/ μ L
Concentración tras disolución	2 pg/ μ L	2 pg/ μ L
Volumen de inyección	5 μ L	5 μ L

2 Verificación

Preparar las pruebas de evaluación de rendimiento

Tabla 4 Resumen de rendimiento del modelo G1946C, modo SIM

	Modo SIM MM-ES positivo	Modo SIM MM-APCI positivo
Cantidad total de muestra inyectada	10 pg	10 pg
Número de pedido de la muestra	G2423A	G2423A
Disolvente	50:50 orgánico/agua	50:50 orgánico/agua
Nombre del método	MSSUPRES_MM.M	MSSUPCI_MM.M
Especificaciones de rendimiento	10: 1 paq-paq 50: 1 rms	5: 1 paq-paq 25: 1 rms

Tabla 5 Resumen de rendimiento del modelo G1946D, modo SIM y SCAN

	Evaluación del modo SIM MM-ES positivo	Evaluación del modo SIM MM-APCI positivo	Modo SCAN MM-ES positivo	Modo SCAN MM-APCI positivo
Muestra	Reserpina, 5 ng/ μL	Reserpina, 5 ng/ μL	Reserpina, 5 ng/ μL	Reserpina, 5 ng/ μL
Concentración tras disolución	1 pg/μL	1 pg/μL	10 pg/μL	10 pg/μL
Volumen de inyección	1 μL	1 μL	5 μL	5 μL
Cantidad total de muestra inyectada	1 pg	1 pg	50 pg	50 pg
Número de pedido de la muestra	G2423A	G2423A	G2423A	G2423A

Tabla 5 Resumen de rendimiento del modelo G1946D, modo SIM y SCAN

	Evaluación del modo SIM MM-ES positivo	Evaluación del modo SIM MM-APCI positivo	Modo SCAN MM-ES positivo	Modo SCAN MM-APCI positivo
Disolvente	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio	75:25 metanol/agua con 5 mM de formiato de amonio
Nombre del método	SLSIMES_MM.M	SLSIMCI_MM.M	SLSCNES_MM.M	SLSCNCI_MM.M
Especificaciones de rendimiento	10: 1 paq-paq 50: 1 rms	5: 1 paq-paq 25: 1 rms	10: 1 paq-paq 50: 1 rms	5: 1 paq-paq 25: 1 rms

Tabla 6 Resumen de rendimiento del modelo G1946B, modo SIM

	Modo SIM MM-ES positivo	Modo SIM MM-APCI positivo
Muestra	Reserpina, 5 ng/ µL	Reserpina, 5 ng/ µL
Concentración tras disolución	2 pg/µL	2 pg/µL
Volumen de inyección	5 µL	5 µL
Cantidad total de muestra inyectada	10 pg	10 pg
Número de pedido de la muestra	G2423A	G2423A
Disolvente	50:50 orgánico/agua	50:50 orgánico/agua
Nombre del método	MSSUPRES_MM.M	MSSUPCI_MM.M
Especificaciones de rendimiento	10: 1 paq-paq 50: 1 rms	5: 1 paq-paq 25: 1 rms

2 Verificación

Preparar las pruebas de evaluación de rendimiento

Fuente multimodo G1946B/C, disoluciones de modo SIM positivo

- 1 Transfiera 1 mL de reserpina de 5 ng/ μ L (Agilent G2423A) a un frasco volumétrico de 50 mL. Utilice una pipeta graduada limpia.
- 2 Diluya hasta la marca de 50 mL con disolvente orgánico y agua al 50:50.
- 3 Trasfiera 1 mL de la primera disolución a un segundo frasco volumétrico de 50 mL. Utilice una pipeta graduada limpia.
- 4 Diluya hasta la marca de 50 mL con disolvente orgánico y agua al 50:50. El resultado es la concentración final de reserpina de 2 pg/ μ l necesaria para la evaluación.
- 5 Transfiera aproximadamente 1 mL de la segunda disolución a un vial para su uso con el inyector automático del sistema LC.

Fuente multimodo SL G1956B o G1946D, disoluciones de modo SIM positivo

- 1 Transfiera 1 mL de reserpina de 5 ng/ μ L (Agilent G2423A) a un frasco volumétrico de 50 mL. Utilice una pipeta graduada limpia.
- 2 Diluya hasta la marca de 50 mL con metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio.
- 3 Trasfiera 1 mL de la primera disolución a un segundo frasco volumétrico de 100 mL. Utilice una pipeta graduada limpia.
- 4 Diluya hasta la marca de 100 mL con metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio. El resultado es la concentración final de reserpina de 1 pg/ μ l necesaria para la evaluación.
- 5 Transfiera aproximadamente 1 mL de la segunda disolución a un vial del inyector automático.

Fuente multimodo SL G1956B o G1946D, disoluciones de modo Scan positivo

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

- 4 Diluya hasta la marca de 50 mL con metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio. El resultado es la concentración final de reserpina de 10 pg/ μ l necesaria para la evaluación.
- 5 Transfiera aproximadamente 1 mL de la segunda disolución a un vial del inyector automático.

Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo

Utilice los métodos especificados abajo para verificar el rendimiento del sistema LC/MSD para la fuente multimodo adquirida con el sistema. Los métodos de verificación de rendimiento requieren un sistema LC Agilent 1100 con un inyector automático.

NOTA

Compruebe que ha introducido los parámetros de sintonización específicos. De lo contrario, puede que no sea capaz de sintonizar el sistema LC/MSD.

- Interfase de fuente multimodo G1956A, SIM positivo
- Interfase de fuente multimodo G1956A, Scan positivo
- Interfase de fuente multimodo G1956B, SIM positivo
- Interfase G1978A del modelo LC/MSD SL G1956B en modo de funcionamiento mixto
- Interfase G1978A del modelo FIA múltiple en modo de funcionamiento mixto

Métodos de carga de la Interfase de fuente multimodo G1956A, SIM positivo

- 1 Cargue el método **56VLSMES_MM.M** para el G1956A.
- 2 Edite el método para asegurarse de seleccionar el disolvente orgánico y agua al 50:50 como disolvente del sistema LC. El resto de parámetros del sistema LC se corresponden con los del método **56VLSMES_MM.M**.

2 Verificación

Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo

- 3 Realice una sintonización automática con el calibrante de la fuente multimodo APCI.

NOTA

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

NOTA

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

- 4 Coloque los viales en el inyector automático del sistema LC.
 - Posición 1: vial vacío sin tapón
 - Posición 2: vial del disolvente utilizado para la disolución (blanco de disolvente)
 - Posición 3: vial con la muestra de reserpina (2 pg/ μ L)

- 5 Ejecute el método.

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

- 6 Revise los resultados.

Cuando el método termina, se imprime un informe mostrando el porcentaje de señal/ruido correspondiente a los cinco picos blancos y los cinco picos de muestra y una media sin blanco de los picos de muestra. El objeto es verificar el funcionamiento de la fuente multimodo. Los cinco picos de ejemplo resultan visibles en el EIC.

Métodos de carga de la Interfase de fuente multimodo G1956B, Scan positivo

- 1 Cargue el método **556SLSCES_MM.M** para el G1956B.
- 2 Edite el método para asegurarse de que se utiliza metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio. El resto de parámetros del LC se corresponden con los del método **56SLSCES_MM.M**.

3 Realice una sintonización automática.**NOTA**

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

NOTA

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

4 Coloque los viales en el inyector automático del sistema LC.

- Posición 1: vial vacío sin tapón
- Posición 2: vial del disolvente utilizado para la disolución (blanco de disolvente)
- Posición 3: vial con la muestra de reserpina (10 pg/ μ L)

5 Ejecute el método.

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

6 Revise los resultados.

Cuando el método termina, se imprime un informe mostrando el porcentaje de señal/ruido correspondiente a los cinco picos blancos y los cinco picos de muestra y una media sin blanco de los picos de muestra. El objeto es verificar el funcionamiento de la fuente multimodo. Los cinco picos de ejemplo resultan visibles en el EIC.

Métodos de carga de la Interfase de fuente multimodo G1956B, SIM positivo

- 1** Cargue el método **56SLSM_MM.M** para el G1956B.
- 2** Edite el método para asegurarse de que se utiliza metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio como disolvente del sistema LC.

El resto de parámetros del LC se corresponden con los del método **56SLSMES_MM.M**.

2 Verificación

Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo

3 Realice una sintonización automática.

NOTA

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

NOTA

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

4 Coloque los viales en el inyector automático del sistema LC.

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

5 Ejecute el método.

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

6 Revise los resultados.

Cuando el método termina, se imprime un informe mostrando el porcentaje de señal/ruido correspondiente a los cinco picos blancos y los cinco picos de muestra y una media sin blanco de los picos de muestra. El objeto es verificar el funcionamiento de la fuente multimodo. Los cinco picos de ejemplo resultan visibles en el EIC.

Cargar el método FIA múltiple para la interfase G1978A en modo de funcionamiento mixto

- 1 Realice una sintonización automática si fuera necesario.

NOTA

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

NOTA

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

- 2 Cargue el método **MMCheckSL_ES.M**.
- 3 Edite el método para asegurarse de que se utiliza metanol y agua al 65:35 con ácido acético al 0,2% como disolvente del sistema LC. Guarde el método. Repita **MMCheckSL_CI.M** y **MMCheckSL_MX.M**.

NOTA

Si el instrumento es un modelo VL, sustituya los métodos **MMCheckVL_ES.M**, **MMCheckVL_CI.M** y **MMCheckVL_MX.M** para los métodos de los pasos 1 a 5.

- 4 Coloque el vial en el inyector automático del sistema LC.
Posición 21: vial con la muestra de demostración del sistema LC ESI + APCI (Ref. G1978-85000)
- 5 Configure una secuencia de método FIA múltiple.
 - a Seleccione el elemento del menú **RunControl (Ejecutar control) > Run Multiple FIA Methods... (Ejecutar métodos FIA múltiples...)**.
 - b En el cuadro de diálogo Run Multiple FIA Methods (Ejecutar métodos FIA múltiples), utilice el elemento **Group (Grupo) > Add Group (Agregar grupo)** Escriba un nombre de directorio único en el que almacenar los archivos de datos.
 - c En el cuadro de diálogo Run Multiple FIA Methods (Ejecutar métodos FIA múltiples), utilice el elemento **Methods (Métodos) > Add Method (Agregar métodos)** Seleccione **MMCheckSL_ES.M** y utilice el botón **OK (Aceptar)**.
 - d Repita el paso para agregar **MMCheckSL_CI.M**.

2 Verificación

Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo

- e Repita el paso para agregar **MMCheckSL_MX.M**.
 - f Haga clic en el campo **Data File (Archivo de datos)** del archivo de datos **MMCheckSL_ES.M**.
 - Modifique el campo **Subdirectory (Subdirectorío)** para incluir un nombre de directorio exclusivo en el que almacenar los archivos de datos.
 - Modifique el campo **Data File (Archivo de datos)** con **Multi_ES**.
 - Modifique el campo **Operator (Operador)** con el nombre de usuario o el código de identificación.
 - Haga clic en el botón **OK (Aceptar)**.
 - g Repita el proceso para el archivo de datos **MMCheckSL_CI.M**, utilizando el mismo subdirectorío, pero utilice **Multi_CI** como nombre del archivo de datos.
 - h Repita el proceso para el archivo de datos **MMCheckSL_MX.M**, utilizando el mismo subdirectorío, pero utilice **Multi_MX** como nombre del archivo de datos.
 - i Haga clic en el botón **Run (Ejecutar)** para iniciar la secuencia.
- 6 Revise los resultados. Cuando haya finalizado el último método, se imprimirá el “Multimode Verification Report” (Informe de verificación multimodo) como se muestra en “[Ejemplo de verificación multimodo](#)” en la página 58.

Sintonización automática

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

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

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

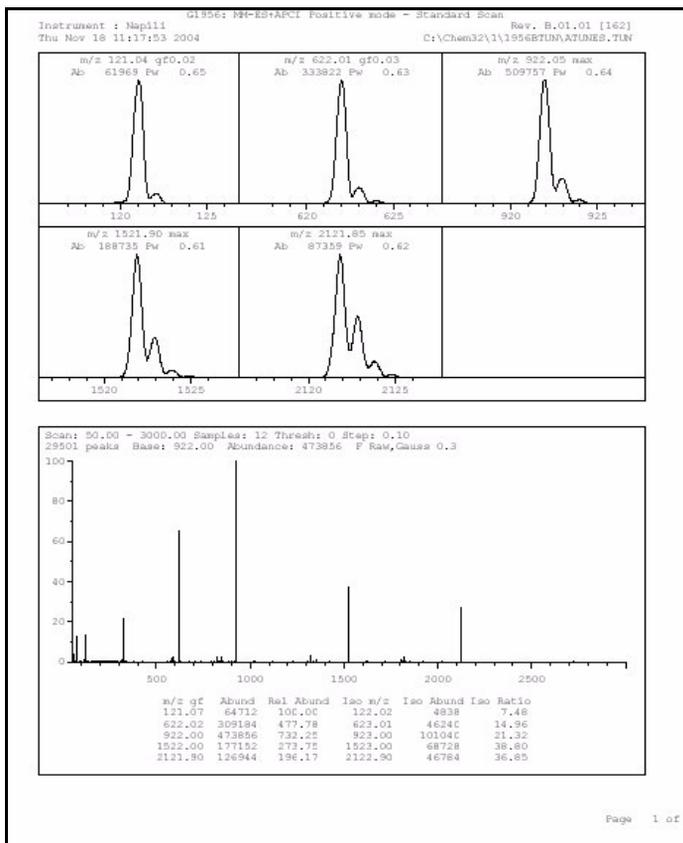


Figura 35 Informe de sintonización automática

2 Verificación

Ejemplo de verificación multimodo

Ejemplo de verificación multimodo

Multimode Ion Source Report

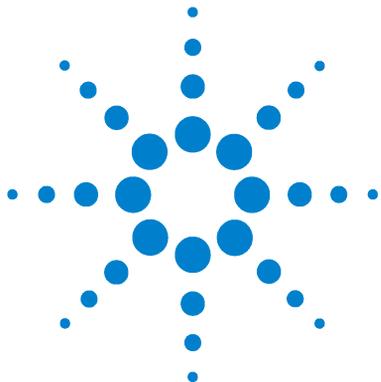
MSD type: G1956B Instrument name: Instrumen Operator name: pcoormia

Acquisition date: 23-Feb-2005
Datafiles:
ESI mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_ES.d
APCI mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_CI.d
Mixed mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_MX.d

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

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

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



3 Métodos

- Configurar un método para usar la fuente multimodo [60](#)
- Crear un método para el funcionamiento en modo combinado positivo/negativo [61](#)
- Crear un método para alternar entre ESI y APCI [63](#)

Este capítulo describe las tareas necesarias para la configuración de métodos dirigidos a la fuente multimodo.



Configurar un método para usar la fuente multimodo

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

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

ADVERTENCIA

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

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

- 1 Abra el cuadro de diálogo MSD Spray Chamber (Cámara del spray del MSD) haciendo clic en **Instrument (Instrumento) > Set Up MSD Signals (Configurar señales del MSD)** en la vista **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)**.
- 2 Seleccione **MM-ES_APCI** en la lista desplegable **Method Spray Chamber (Cámara del spray del método)**.
- 3 Compruebe que en la **Installed Spray Chamber (Cámara del spray instalada)** está seleccionada la opción **MM-ES+APCI**.
- 4 Aplique cualquier otro cambio que considere necesario para el método.
- 5 Haga clic en el botón **OK (Aceptar)**.
- 6 Abra el cuadro de diálogo Set up MSD Signals (Configurar señales del MSD) haciendo clic en **Instrument (Instrumento) > MSD Spray chamber (Cámara del spray del MSD)** en la vista **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)**.
- 7 Modifique los ajustes de forma que Signal 1 (Señal 1) tenga polaridad **Positive (Positiva)** y Signal 2 (Señal 2) tenga polaridad **Negative (Negativa)** como se ilustra en [Figura 36](#).
- 8 Aplique cualquier otro cambio que considere necesario para el método.
- 9 Haga clic en el botón **OK (Aceptar)**.

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

3 Métodos

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

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

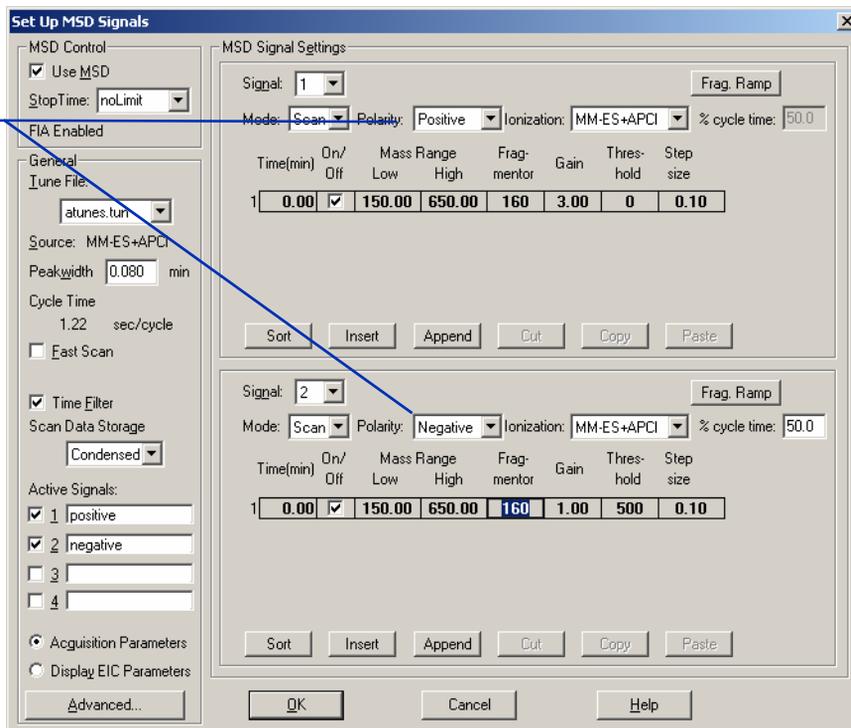


Figura 36 Cambio de polaridad positiva/negativa utilizando el cuadro de diálogo Set Up MSD Signals (Configurar señales del MSD)

Crear un método para alternar entre ESI y APCI

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

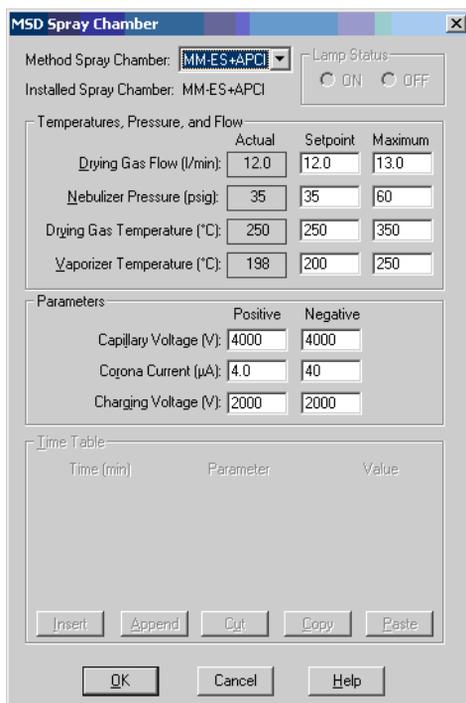


Figura 37 En Method Spray Chamber (Cámara del spray del método), seleccione MM-ES+APCI

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

3 Métodos

Crear un método para alternar entre ESI y APCI

- 6 Abra el cuadro de diálogo Set up MSD Signals (Configurar señales del MSD) haciendo clic **Instrument (Instrumento) > Set Up MSD Signals (Configurar señales del MSD)** en la vista **Method and Run Control (Control de métodos y análisis)**.
- 7 Modifique los parámetros para que Signal 1 (Señal 1) tenga como valor de **Ionization (Ionización) MM-ES** y Signal 2 (Señal 2) tenga como valor de **Ionización MM-APCI** como se ilustra en [Figura 38](#).
- 8 Aplique cualquier otro cambio que considere necesario para el método.
- 9 Haga clic en el botón **OK (Aceptar)**.

NOTA

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

Modo de ionización en
Señal 1 y Señal 2

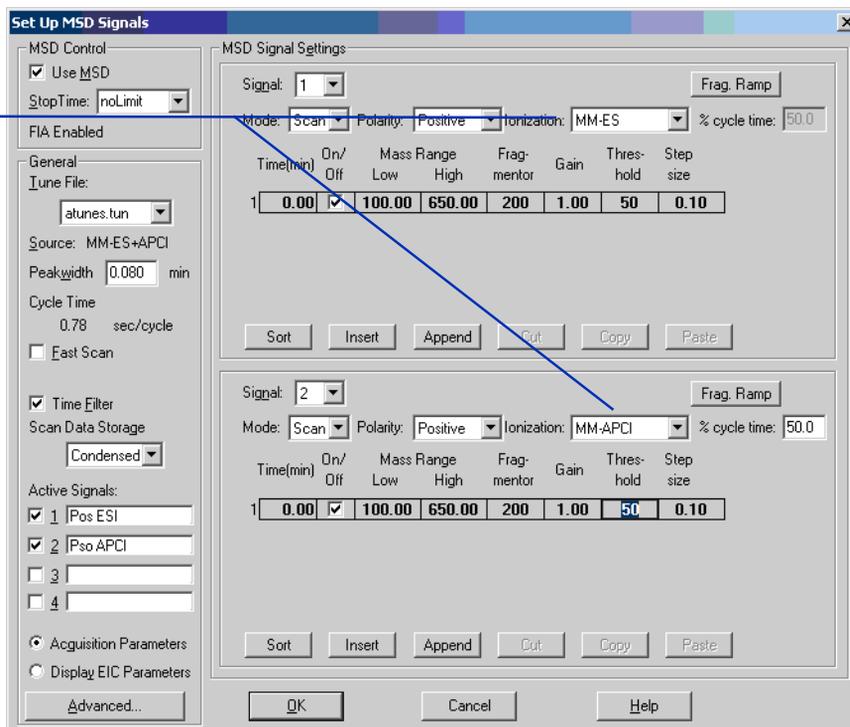


Figura 38 Cambio MM-ES y MM-APCI utilizando el cuadro de diálogo Set Up MSD Signals (Configurar señales del MSD)

3 Métodos

Crear un método para alternar entre ESI y APCI

Índice

C

componentes

- protector del spray multimodo, 26
- conversión desde ESI, APCI o APPI, 24
- convertir a ESI o APCI, 42

E

ESI

- convertir a, 42
- convertir desde, 24

F

filtro de entrada de la válvula de desvío, 29

I

instalación, 7

- actualizar el software con el parche, 17
- cambiar fuentes, 16
- cambiar los chips, 11
- comprobar las placas, 19
- comprobar las revisiones de las placas, 10
- preparar para, 9
- verificar el funcionamiento de la fuente multimodo, 23

M

método

- alternar entre ESI y APCI, 63
 - configuración básica, 60
 - modo combinado positivo/negativo, 61
- mezcla de disolvente, 44
- multimodo
- nebulizador, 29

P

preparar las pruebas de evaluación de rendimiento, 45

protector del spray para fuente multimodo, 26

S

sintonización automática, 57

T

Tubo de muestras del sistema LC/MSD, 30

www.agilent.com

En este manual

Este manual contiene las instrucciones de instalación, funcionamiento, mantenimiento y resolución de problemas de Fuente multimodo para los sistemas LC/MSD G1946/G1956 .

© Agilent Technologies, Inc. 2008

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



G1978-95050



Agilent Technologies