

Agilent G1978A Fuente multimodo para sistemas LC/MS de trampa de iones Series 6300

Guía de configuración



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:

G1978-95080

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 registrada por Microsoft Corporation en EE.UU.

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 v 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 v 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 nanoelecrospray.

1 Instalación

Este capítulo explica cómo instalar la fuente de iones multimodo. También explica cómo verificar la instalación.

2 Verificación de rendimiento

Este capítulo incluye las tareas necesarias para verificar la trampa de iones con la fuente multimodo.

3 Métodos

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

Tenga en cuenta que sólo las fuentes multimodo con interruptores térmicos son compartibles con los sistemas LC/MS de trampa de iones Agilent Series 6300. Estas fuentes se identifican con una etiqueta de serie que incluye "TS", como se muestra a continuación:



4 Guía de configuración de la Fuente multimodo para sistemas LC/MS LC/MS de trampa de iones Series 6300

9

Contenidos

1 Instalación

Instalación 8

Paso 1. Preparar la instalación 8 Paso 2. Apagar la estructura electrónica 9 Paso 3. Sustituir cualquier GELV anterior con GELV-5 y GEPS-1 con GEPS-2 Paso 4. Convertir de ESI, APCI o APPI a fuente multimodo 11 Paso 5. Instalar el software de control de trampa 6.1 12 Paso 6. Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo 12 Cambiar las fuentes 13 Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo 13

Instalar la PCA de control de alto voltaje 20 Conectar los cables de la fuente multimodo 24 Retirar la fuente multimodo 27 Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI 30

2 Verificación de rendimiento

Paso 1. Preparar la muestra32Paso 2. Adquirir datos de muestra36Paso 3. Procesar los resultados37Para ejecutar la muestra de demostración multimodo38Apagar y ventilar el instrumento41Verificar la calibración de la trampa de iones46

3 Métodos

Configurar un método para usar la fuente multimodo 59
 Crear un método para el funcionamiento en modo combinado positivo/negativo 62
 Crear un método para alternar entre ESI y APCI 63

Contenidos



Agilent G1978A Fuente multimodo para sistemas LC/MS de trampa de iones Series 6300 Guía de configuración

Instalación

Cambiar las fuentes 13
Paso 1. Preparar la instalación 8
Paso 2. Apagar la estructura electrónica 9
Paso 3. Sustituir cualquier GELV anterior con GELV-5 y GEPS-1 con GEPS-2 9
Paso 4. Convertir de ESI, APCI o APPI a fuente multimodo 11
Paso 5. Instalar el software de control de trampa 6.1 12
Paso 6. Verificar el funcionamiento de la fuente multimodo 12
Cambiar las fuentes 13
Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo 13
Instalar la PCA de control de alto voltaje 20
Conectar los cables de la fuente multimodo 24
Retirar la fuente multimodo 27
Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI 30

Este capítulo contiene instrucciones para instalar la fuente multimodo G1978A en el instrumento de trampa Agilent Series 6300 y cambiar la fuente.



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 (Ref. G1978A)
 - Fuente ESI/APCI multimodo (Ref. G1978-65439)
 - Módulo de alto voltaje multimodo (Ref. G1978-60050)
 - Kit de capacitación de trampa MM ESI/APCI (Ref. G1978-60351)
 - ChemStation B.01.03 o superior
 - Software de control de trampa 6.1

NOTA

Todos los instrumentos de trampa de la serie 6300 tienen los componentes de hardware necesarios ya instalados. Los instrumentos de la serie 6300 contienen el sistema de procesador GEPS-2 y la placa de voltaje de lente GELV-5.

- **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
 - Llave inglesa de ¼ pulgadas
 - Destornillador Torx T10

1

Paso 2. Apagar la estructura electrónica

- Siga los pasos de "Apagar y ventilar el instrumento" en la página 41.
- NOTA

La alimentación de la estructura electrónica debe estar completamente apagada si no forma parte de una instalación de la serie 6300 conjunta. Esto incluye SL, XCT, XCT Plus y XCT Ultra. Estos instrumentos serán considerados como actualizaciones para su uso con la fuente G1978A. Estos instrumentos también necesitan cambios en los códigos de identificación que no estarán disponibles en el lanzamiento de fuente multimodo G1978A en los instrumentos de trampa.

Paso 3. Sustituir cualquier GELV anterior con GELV-5 y GEPS-1 con GEPS-2

La unidad PCA de voltaje de lente GELV-5 y la nueva placa GEPS-2 son placas electrónicas necesarias para su uso con la fuente multimodo. Deberá actualizar las placas de instrumentos si tiene un instrumento de trampa anterior a la serie 6300, y si el modelo no es Ultra.





Figura 1 GELV-5 completa con la nueva placa montada en el lado izquierdo superior de la placa y la revisión GELV-5A junto al conector

Paso 3. Sustituir cualquier GELV anterior con GELV-5 y GEPS-1 con GEPS-2



Figura 2 La nueva GEPS-2 con la nueva placa

PRECAUCIÓN

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

- 1 Compruebe la estructura electrónica está apagada. Retire el imán de la tapa superior para cortar la alimentación a la estructura electrónica.
- **2** Retire la placa PCA GELV de la versión anterior de la estructura electrónica.
- **3** Con la PCA GELV-5 todavía fuera, monte el cable de voltaje del APCI de 10 M en serie con el cable de alto voltaje APCI existente.
- **4** Instale la GELV-5 y conecte todos los cables.

Paso 4. Convertir de ESI, APCI o APPI a fuente multimodo



PRECAUCIÓN Tenga cuidado al instalar la nueva GEPS-2 de forma que el conector del borde esté alineado correctamente con el conector de la interfase del espectrómetro GESI.

- 6 Monte la nueva placa del procesador GEPS-2 en el instrumento.
- 7 Sustituya la espuma y las cubiertas que retiró con anterioridad.

Paso 4. 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 13.

Paso 5. Instalar el software de control de trampa 6.1

Paso 5. Instalar el software de control de trampa 6.1

La fuente multimodo G1978A es compatible con la ChemStation versión B.01.03 o posterior con el software de control de trampa 6.1.

- 1 Quite cualquier versión anterior del software de control de trampa con la aplicación Agregar/quitar software del panel de control.
- **2** Ejecute el programa **setup.exe** en cada una de las carpetas numeradas y el archivo .bat, según los pasos numerados.
- Step 0 (IF APPLICABLE) Upgrade from A.xx.xx ChemStation to B.xx.xx
- 🚞 Step 1 Install 6300 Series Ion Trap LCMS v6.1 SW
- 🛄 Step 3 Install 6300 Series Ion Trap LCMS Supplemental Files
- 👅 Step 2 Launch 6300 Series Trap Control (online PCs only).bat
- What is included in the Supplemental Files Installation.txt

Paso 6. 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 "Verificar la calibración de la trampa de iones" en la página 46.
- 3 Siga los pasos de "Calentar la trampa iónica" en la Guía de mantenimiento.
- 4 Siga los pasos de "Paso 1. Preparar la muestra" en la página 32.

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

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 En el software de control de trampa, seleccione Shutdown (Apagar) para desactivar estos parámetros:
 - 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))
- **2** Espere a que la fuente se enfríe (cuando las temperaturas desciendan por debajo de 100).
- **3** Desconecte el tubo del gas del nebulizador de la fuente de iones actualmente instalada.
- **4** Desconecte el tubo de entrada de muestras del sistema LC/MS de trampa de iones.
- **5** 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.
- **6** Si la fuente APPI está instalada, retire el cable RS-232 Com 2 del sistema del procesador GEPS-2.
- 7 Retire la fuente de iones actualmente instalada.
- 8 Desatornille y retire el protector del spray. Consulte Figura 4.

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo

ADVERTENCIA

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

ADVERTENCIA

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



Figura 4 Protector del spray estándar y tapón del capilar para el ESI o el APCI

9 Retire el tapón del capilar. Si fuera necesario, humedezca un paño limpio con alcohol isopropílico y limpie el tapón del capilar. Consulte Figura 5.

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo



Figura 5 Protector del spray retirado.

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

11 Instale el nuevo protector del spray con los electrodos en forma de campo. Consulte Figura 6.



Figura 6 Protector del spray multimodo

12 Atornille el protector del spray multimodo en el soporte del protector del spray. Consulte Figura 7.

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo



Figura 7 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.

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



Tapa de envío

Figura 8 Cámara del spray multimodo con tapa de envío

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo



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

Figura 9 Fuente multimodo instalada en el soporte de la cámara del spray

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

Nunca use un separador del nebulizador en la fuente multimodo. El espacio del nebulizador se usa solamente para la fuente G1948A ESI estándar.



Figura 10 Sin nebulizador en la parte superior de la fuente multimodo

16 Conecte el tubo del gas del nebulizador de 1/8 pulgadas desde la estructura del sistema LC/MS de trampa de iones a la conexión de gas del nebulizador. Consulte Figura 11.

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo



Figura 11 Nebulizador con tubo de gas conectado

17 Conecte el tubo de muestras del sistema LC/MS de trampa de iones al filtro de entrada de la válvula de desvío del sistema LC/MS de trampa de iones. Consulte Figura 12 en la página 19.

ADVERTENCIA

La válvula de desvío del Cromatógrafo de líquidos de los sistemas LC Agilent Series 1100 y 1200 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.

Convertir de ESI, APCI o APPI a la fuente multimodo



- Figura 12 Tubos de muestra del sistema LC/MS de trampa de iones conectados al filtro de entrada
- **18** Si está instalando la fuente multimodo por primera vez, siga los pasos de "Instalar la PCA de control de alto voltaje" en la página 20.
- **19** Siga los pasos de "Conectar los cables de la fuente multimodo" en la página 24.

Instalar la PCA de control de alto voltaje

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 13.



- **Figura 13** 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 14.

Instalar la PCA de control de alto voltaje



Figura 14 Enchufar el cable RS-232

- **3** La tapa frontal del instrumento, la tapa superior, la tapa de seguridad con imán y la puerta de acceso del panel lateral deben estar desmontados.
- **4** Retire el sujetacables de plástico del calentador de desolvatación; véase Figura 15.



Retire el sujetacables de plástico

Figura 15 Retirada del sujetacables

Instalar la PCA de control de alto voltaje



5 Dirija el cable por debajo de la línea de gas del Sistema de suministro del calibrante. Consulte Figura 16.

Tapón blanco del sistema de suministro del calibrante

Figura 16 Línea de gas del sistema de suministro del calibrante

6 Enchufe la fuente de alimentación de la PCA de control y alta tensión a la estructura con el tornillo autorroscante suministrado. Consulte Figura 17.





7 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 18.

Instalar la PCA de control de alto voltaje



Figura 18 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 13.

Conectar los cables de la fuente multimodo

Conectar los cables de la fuente multimodo

1 Conecte el cable RS-232 al Com 2 del sistema del procesador GEPS-2, que está ubicado en el lado izquierdo del chasis del instrumento. Consulte Figura 19.



Com 2 del sistema del procesador GEPS

Figura 19 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 20.



Conexión CC de +15 V

Figura 20 PCA de control y alto voltaje

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 de +15 V CC. Consulte Figura 21.

Conectar los cables de la fuente multimodo



Figura 21 Cable de alimentación y fuente +15 V CC

4 Utilice una brida para unir el cable de alimentación de salida de +15 V CC (Ref. 0950-4581) al cable RS-232 del módulo de alta tensión multimodo (Ref. G1978-60050).

La sujeción fijará el cable de +15 V CC para evitar que se desenchufe por accidente.

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 22.



Figura 22 Conexiones del cable de la fuente multimodo

Conectar los cables de la fuente multimodo

- **6** Cierre la puerta del panel de servicio y verifique que todas las tapas están colocadas. Consulte Figura 23.

Figura 23 Fuente multimodo con tapas colocadas

1

Retirar la fuente multimodo

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

1 Desde el software de control de trampa, sitúe el instrumento en el modo Shutdown (Apagado). Este modo desactivará todas las temperaturas y flujos de gas.

ADVERTENCIA Deje que los componentes se enfríen antes de tocarlos.

ADVERTENCIA

No toque nunca las superficies de la fuente, especialmente cuando analice substancias 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 (menos de 100°C).
- **3** Abra la puerta del servicio en el lateral izquierdo del MS para acceder a los cables. Consulte Figura 24.

Retirar la fuente multimodo



Figura 24 Instrumento con fuente multimodo instalada

- **4** Desconecte el cable del electrodo de carga de alto voltaje del ESI. Consulte Figura 25.
- **5** Desconecte el cable del calentador (del vaporizador) del APCI y el cable de alto voltaje del APCI. Consulte Figura 25.
- **6** Desconecte la conexión CC de 15V del módulo de electrónica multimodo. Consulte Figura 25.

NOTA

Al cambiar a otros tipos de fuente, retire la alimentación de +15 V CC del módulo de alto voltaje multimodo. La nueva fuente se identificará como fuente desconocida si la alimentación de +15 V CC se deja conectada al módulo de alto voltaje.

Retirar la fuente multimodo



Figura 25 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.

del ESI

- **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 está convirtiendo desde una fuente multimodo a otro tipo de fuente, continúe en la sección "Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI" en la página 30.
- 13 Si está limpiando la fuente multimodo, continúe en la sección "Limpiar la fuente multimodo periódicamente" de la Guía de mantenimiento.

Convertir de multimodo a ESI, APCI o APPI

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 substancias 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 27.
- **2** Si la fuente que se va a instalar es una fuente del APPI, desconecte el cable de serie RS-232 de la PCA del Com 2 de GEPS-2.
- **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 APPI, conecte el cable RS-232 al puerto Com 2 de GEPS-2.
- **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/MS de trampa de iones.



Agilent G1978A Fuente multimodo para sistemas LC/MS de trampa de iones Series 6300 Guía de configuración

2 Verificación de rendimiento

Paso 1. Preparar la muestra 32 Paso 2. Adquirir datos de muestra 36 Paso 3. Procesar los resultados 37 Para ejecutar la muestra de demostración multimodo 38 Apagar y ventilar el instrumento 41 Verificar la calibración de la trampa de iones 46

Este capítulo incluye las tareas necesarias para verificar el rendimiento del sistema LC/MS de trampa de iones Series 6300 con la fuente multimodo.

Mezcla de disolvente adecuada para la verificación de rendimiento multimodo

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 de trampa 6310, 6320, 6330 y 6340 conjuntos enviados con una fuente multimodo.



Paso 1. Preparar la muestra

Para todos los modelos de trampa de la serie 6300 prepare una solución metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio como la fase móvil.

Se deben usar 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 de trampa de iones más sensibles. Los disolventes del sistema LC utilizados con el sistema LC/MS deben clasificarse 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.

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
- 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 de trampa de iones. Consulte la sección "Mezcla de disolvente adecuada para la verificación de rendimiento multimodo" 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.

Para la trampa de iones 6310 con fuente multimodo, dilución de modo SIM positivo

- 1 En el software ChemStation, cargue el método de sensibilidad Res_6310.m.
- **2** Use una solución de metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio como disolvente de dilución.
- **3** Cree una dilución de 1000:1 (5 pg/ μ L) en el disolvente de elución de la siguiente manera:
 - a Transfiera 1 mL de 5 ng/µL de reserpina a un frasco volumétrico de 50 mL.
 - **b** Diluya hasta la marca de 50 mL con metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio como disolvente de dilución.
 - c Trasfiera 5 mL de la primera disolución a un segundo frasco de 100 mL.
 - d Diluya hasta la marca de 100 mL con el disolvente de dilución.
 - e Transfiera 1 a 2 mL de la dilución de reserpina 5 pg/µl final a un vial de cristal y tápelo.
- **4** Coloque el vial de dilución de reserpina en la posición 2 del inyector automático.
- **5** Transfiera parte de la solución de metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio a un segundo vial para inyectarlo como blanco.
- 6 Coloque el blanco en posición 1.

Para la trampa de iones 6320 con fuente multimodo, dilución de modo SIM positivo

- 1 En el software ChemStation, cargue el método de sensibilidad Res_6320.m.
- **2** Mezcle parte de cada disolvente del depósito LC en otro contenedor con una solución de metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio para usarlo para el disolvente de dilución.
- **3** Cree una dilución de 5.000:1 (1 pg/ μ L) en el disolvente de elución de la siguiente manera:

Paso 1. Preparar la muestra

- a Transfiera 1 mL de 5 ng/µL de reserpina a un frasco de 50 mL.
- **b** Diluya hasta la marca de 50 mL con 50:50 ACN/H₂O con 0,2 % de ácido fórmico como disolvente de dilución.
- c Trasfiera 1 mL de la primera disolución a un segundo frasco de 100 mL.
- **d** Diluya hasta la marca de 100 mL con el disolvente de dilución.
- e Transfiera 1 a 2 mL de la dilución de reserpina 1 pg/µL final a un vial de cristal y tápelo.
- **4** Coloque el vial de dilución de reserpina en la posición 2 del inyector automático.
- **5** Transfiera el disolvente de dilución a un segundo vial para inyectarlo como blanco.
- **6** Coloque el blanco en posición 1.

Para la trampa de iones 6330 con fuente multimodo, dilución de modo SIM positivo

- 1 En el software ChemStation, cargue el método de sensibilidad Res_6330.m.
- **2** Mezcle parte de cada disolvente del depósito LC en otro contenedor con una solución de metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio para usarlo para el disolvente de dilución.
- **3** Cree una dilución de 50.000:1 (100 pg/ μ L) en el disolvente de elución de la siguiente manera:
 - **a** Transfiera 1 mL de 5 ng/ μ L de reserpina a un frasco de 50 mL.
 - **b** Diluya hasta la marca de 50 mL con metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio como disolvente de dilución.
 - c Trasfiera 1 mL de la primera disolución a un segundo frasco de 50 mL.
 - d Diluya hasta la marca de 50 mL con el disolvente de dilución.
 - e Trasfiera 5 mL de la primera disolución a un segundo frasco de 100 mL.
 - f Diluya hasta la marca de 100 mL con el disolvente de dilución.
 - **g** Transfiera 1 a 2 mL de la dilución de reserpina 100 pg/µl final a un vial de cristal y tápelo.
- **4** Coloque el vial de dilución de reserpina en la posición 2 del inyector automático.
- **5** Transfiera el disolvente de dilución a un segundo vial para inyectarlo como blanco.
- 6 Coloque el blanco en posición 1.

Para la trampa de iones 6340 con fuente multimodo, dilución de modo SIM positivo

- 1 En el software ChemStation, cargue el método de sensibilidad Res_6340.m.
- **2** Mezcle parte de cada disolvente del depósito LC en otro contenedor con una solución de 50:50 ACN/H2O (0,2 % ácido fórmico) para usarlo para el disolvente de dilución.
- **3** Cree una dilución de 50.000:1 (100 pg/ μ L) en el disolvente de elución de la siguiente manera:
 - **a** Transfiera 1 mL de 5 ng/ μ L de reserpina a un frasco de 50 mL.
 - **b** Diluya hasta la marca de 50 mL con metanol y agua al 75:25 con 5 mM de formiato de amonio como disolvente de dilución.
 - c Trasfiera 1 mL de la primera disolución a un segundo frasco de 50 mL.
 - d Diluya hasta la marca de 50 mL con el disolvente de dilución.
 - e Trasfiera 5 mL de la primera disolución a un segundo frasco de 100 mL.
 - f Diluya hasta la marca de 100 mL con el disolvente de dilución.
 - ${\bf g}~$ Transfiera 1 a 2 mL de la dilución de reserpina 100 pg/µl final a un vial de cristal y tápelo.
- **4** Coloque el vial de dilución de reserpina en la posición 2 del inyector automático.
- **5** Transfiera el disolvente de dilución a un segundo vial para inyectarlo como blanco.
- **6** Coloque el blanco en posición 1.

Paso 2. Adquirir datos de muestra

Paso 2. Adquirir datos de muestra

- 1 Confirme los siguientes parámetros y ajústelos para CapLC:
 - ICC está activado
 - Objetivo = 30.000 para 6310 (500.000 para 6320, 6330 y 6340)
 - Tiempo ac. máx = 300 ms
 - Presión del nebulizador = 40 psi (1100/1200 LC)
 - Presión del nebulizador = 20 psi (CapLC)
 - Flujo de gas seco = 9 L/min (1100/1200 LC)
 - Flujo de gas seco = 5 L/min (CapLC)
 - Temperatura de gas seco = 350°C (1100/1200 LC)
 - Temperatura del vaporizador = 250 (1100/1200 LC)
 - Temperatura de gas seco = 325°C (CapLC)
 - Temperatura del vaporizador = 250 (1100/1200 LC)
 - Rango de barrido de masas = 150 a 650
 - Resolución de barrido = Normal
 - Medias = 3 (1100/1200 LC)
 - Medias = 6 (CapLC)
 - Medias rodantes = 2
- 2 En Agilent ChemStation, compruebe un método de inyector siguiendo estos pasos:
 - 1 REMOTE pulso de inicio
 - 2 DRAW cantidad def. del vial 1
 - 3 INJECT
 - 4 REPEAT 6 veces
 - 5 WAIT 1.00 min
 - 6 DRAW cantidad definida del vial 2
 - 7 INJECT
 - 8 END REPEAT

3 Compruebe que la cantidad de inyección definida es 1 μl (2,5 μL para 6320, 6330 y 6340) y la temperatura del compartimiento de columna es 30°C.

La velocidad de flujo de LC para 1100 LC debería ser 400 $\mu L/min$ (y para CapLC, 20 $\mu L/min).$

- 4 Especifique la información de muestra adecuada.
- **5** Aísle la masa 609,3 (ancho 2 amu).
- **6** Ajuste Frag Amp (Amperios del fragmento) entre 0,8 y 1,2 voltios. Use el valor que proporciona los valores de señal/ruido óptimos.
- 7 Inicie la ejecución de 7 inyecciones y supervise la suma de los iones de producto 397 y 448.

Paso 3. Procesar los resultados

El método de adquisición procesa automáticamente los datos. El archivo de datos se carga automáticamente en el programa 6300 Series DataAnalysis.

- Si se necesita reprocesar:
 - a Cargue el archivo de datos en DA.
 - **b** Modifique los parámetros del método.
 - **c** Seleccione Method (Método) > Run (Ejecutar) para ejecutar un script de automatización.

El script genera un rastro cromatográfico de EIC 397;448 +All MSn, ejecuta el comando Find > Compounds - Integrate Only (Buscar > compuestos - sólo integrar) e imprime los resultados en "Sensitivity Checkout Report (P).layout".

Las especificaciones de sensibilidad son las siguientes para los seis picos de reserpina (sin promediar):

- 6310 Calculado S/N >= 50:1, 5 pg en columna
- 6320 Calculado S/N >= 50:1, 1 pg en columna
- 6330 Calculado S/N >= 50:1, 250 pg en columna
- 6340 Calculado S/N >= 50:1, 250 pg en columna

Para ejecutar la muestra de demostración multimodo

Para ejecutar la muestra de demostración multimodo

Se necesita la muestra de demostración de LC ESI + APCI en la instalación para verificar la fuente multimodo en todos los modos de funcionamiento: ESI multimodo, APCI multimodo y ESI + APCI multimodo.

- 1 En ChemStation, cargue el método Multimode_Checkout.m.
- **2** Transfiera la muestra de demostración de LC ESI + APCI (Ref. G1978-85000) a un vial (no se necesita dilución).
- **3** Coloque el vial con la muestra de demostración de LC ESI + APCI en posición 1.
- **4** Cree el disolvente A: 65/35 de metanol y agua con 0,2 % de ácido acético con un flujo de 0,400 mL/min.
- **5** Compruebe en el programa del inyector que se ejecuta la muestra de demostración FIA.

Funct	ion	Change
REM	OTE STARTPULSE	Insert
	r. 11.	Append
logram	able.	~
#	Command	Cut
2	DRAW def. amount from vial 1	Сору
3	INJECT	Paste
4	REPEAT 31 times	1 0000
5 6	WAIT 0.45 min	
7	INJECT	
8	END REPEAT	

Figura 26 Programa del inyector

- **6** Compruebe que tiene una columna Zorbax, SB-C 18, 2,1 mm x 30 mm, 3,5 um, (Ref. 873700-902, provisto con G2440CA/DA) instalada en la trampa de LC/MS.
- **7** Configure el software de control de trampa para realizar una ejecución de seis segmentos:

Para ejecutar la muestra de demostración multimodo

Segmento	Modo
1	ESI Multimodo ion positivo cristal violeta 372,2
2	ESI Multimodo ion negativo ácido 1 hexanosulfónico 165,1
3	APCI Multimodo ion positivo carbozol 168,1
4	APCI Multimodo ion negativo 9 fenatrol 193,1
5	ESI Multimodo + APC ion positivo 372,2 y 168,1
6	ESI Multimodo + APCI negativo 165,1 y 193,1

Tabla 1

- 8 Ajuste Trap Drive (Accionamiento de trampa) a Smart (Inteligente) y la masa final en 165 para todos los segmentos.
- **9** Ajuste EIC del cromatograma de trampa para todos los iones de interés: 372,2, 165,1, 168,1 y 193,1.



Figura 27 Ejecución de seis segmentos de multimodo de control de trampa

10 De los análisis de datos, cargue el archivo de datos de seis segmentos multimodo.

11 Ejecute el siguiente script:

Analysis.Compounds.Clear

Para ejecutar la muestra de demostración multimodo

- Analysis.Chromatograms.Clear
- Analysis.Chromatograms.Add daEIC, daAllMS, "372.2", daPositive
- Analysis.Chromatograms.Add daEIC, daAllMS, "165.1", daNegative
- Analysis.Chromatograms.Add daEIC, daAllMS, "168.1", daPositive
- Analysis.Chromatograms.Add daEIC, daAllMS, "193.1", daNegative
- Analysis.Chromatograms.IntegrateOnly
- · Analysis.Save
- Form.Close

El primer EIC es 372,1 en el modo mixto y ESI positivo. Debe ver al menos un 20 % de recuperación para el modo mixto.

El segundo EIC es 168,1 en el modo mixto y APCI positivo. Debe ver al menos un 20 % de recuperación.



Figura 28

El tercer EIC es 165,1 en el modo mixto y APCI positivo. Debe ver al menos un 20 % de recuperación para el modo mixto.

El cuarto EIC es 193,1 en el modo mixto y APCI negativo. Debe ver al menos un 20 % de recuperación.



Figura 29

Apagar y ventilar el instrumento

Siga estos pasos para apagar, ventilar y desconectar completamente el instrumento.

Con el software de control de trampa revisión 6.0 y superior, la ventilación y vaciado por bombeo se puede hacer desde Internet Explorer.

1 Abra Internet Explorer y diríjase a http:\ 192.168.254.10.

Apagar y ventilar el instrumento

	Agilent 6330 Ion Ti PowerPC Communication More	rap LC/MS dule Frontend	BRUKER
	Devid	ce Status	
	Firmware Revision	GE2MP-1.1.161.12	
	Compile Date/Time	Mar 31 2006 08:14:59	
Device Status	Boot Loader Revision	GE2MPBootLoader=1.0.25.0	
	Ethernet Address	00:00:AD:25:3E:10	
	Product ID		
Device Setup	Instrument ID	77718.00096	
Device	Device Type	Gemini II	
Identification	Internet Address	192.168.254.10 (from BOOTP)	
mware Undate	Subnetwork Mask	255.255.255.0 (from BOOTP)	
	Device Status	Free	
Acquisition	Current Client	not connected	
	Uptime	4d Oh 46min 9s	
kternal Trigger	GEAP Revision	GE2AP-1.2.188.31	
Configuration	GEAP Compile Date/Time	Thu Mar 23 10:28:10 2006	
	NTB Revision	1.1.42.0	
	NTB Compile Date/Time	Mon Mar 27 11:18:40 2006	
Service	MP Error Flag	unset	

Figura 30

2 Haga clic en Service (Servicio) > Vacuum System (Sistema de vacío).

Apagar y ventilar el instrumento

	PowerPC Communication Mod	ule Frontend	BRUKER
<u>Service</u>	Se	rvice	
	Intrument:	Agilent 6330 Ion Trap LC/MS	
DC ac neak Sensor	Serial Number	77718.00096	
Hour Meter	Ethernet Address:	00:00:AD:25:3E:10	
Logfile	GEIC Firmware Version	geic-2.1.226.0	
Vacuum System	GEIC Firmware Compile Dat	e: Fri Mar 31 10.10.49 2006 (V 2006 03 31)	
Value Control	Port Table Version:	20051208	
Manha	GEIC Hardware Version:	4	
PROFILEOF			10.4 2006 11:58
Standby Values			
Main Menu			

Figura 31

3 Desde la página Vacuum System (Sistema de vacío), haga clic en **Vent VacSys (Ventilar sistema de vacío)**.

Apagar y ventilar el instrumento

Service - Microsoft Internet Ex File Edit View Favorites Too	plorer Is Help		A 1	
Address A bmy //192 168 254 10/or	in/hamesenice.html	avones	Ø' 😼 🖾 🧶	T Do Links ²⁰
	Agi	lent 63	30 Ion Trap LC , nmunication Module Fronter	MS BRUKER
Service		,	Vacuum Status (cont Running	inuous)
Hour Meter	Result Value	Range	Comment	Update Continual Update
Table	passed 14.95	14.00: 16.80	GEVI +15V AI13	Dedline
Logue	parsed 74.46	69.00: 81.00	Turbopump suppy +75V AI1	Start vacsys Vent vacsys
Vacuum System	passed 95	60:200	[Hz] Turbopump Fan TPFN	Degas Restart HiVacGauge
Valve Control	passed 0	0	Ready Low Vacuum Gauge DI8	
Marker	passed 6.18	2.50: 6.50	[V] Low Vacuum Pressure AI6	
101010101	parsed 99.7	90.0: 105.0	[%] Turbopump 1 Speed AI2	On Off
Standby Values	passed 1.17	0.20: 1.90	[A] Turbopump 1 Current AI3	C Rough Pump
Main Menu	passed 97.8	90.0:105.0	[%] Turbopump 2 Speed A14	Turbo Pump 1
	passed 0.20	0.10.0.00	Dagas Status DI10	C Turbo Pump 2
	passed 1	0	Ready High Vacuum Gauge DI9	💌 💿 High Vacuum Gauge
	passed 4.06	1.50:4.90	[V] High Vacuum Pressure AI7	
	parred 1	1	Ready Vacuum System DI7	Enter Setup Authentication Code:
	parsed 4.95	0.00: 10.00	VakOK AI54	SWICH
				10.4.2006 11.59.39

Figura 32 Instrumento sin ventilar

4 Espere hasta que los dos turbos estén por debajo del 10 % de velocidad antes de continuar.

ADVERTENCIA El calentador del gas de secado y el calentador del vaporizador APCI también seguirán calientes. Espere hasta que se enfríe el instrumento antes de continuar.

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 substancias 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. **5** Cuando los dos turbos estén por debajo del 10 %, apague el interruptor de alimentación en la parte frontal y lateral del sistema LC/MS.

El instrumento automáticamente vacía por bombeo cuando los interruptores de alimentación delantero y lateral se vuelven a encender. Inicie Internet Explorer y supervise el estado de bombeo. Verificar la calibración de la trampa de iones

Verificar la calibración de la trampa de iones

No se necesitan calibraciones en la instalación. Los instrumentos ya vienen calibrados. El archivo de calibración actual se almacena en el sistema del procesador GEPS-2 del instrumento. Cuando se instala el software de control de trampa, el sistema del procesador GEPS-2 descarga el archivo yep de calibración al directorio **C:\BDalSystemData\Data\Instruments**.

Si necesita calibrar el sistema, tenga en cuenta lo siguiente:

- Las calibraciones de barrido, fragmentación y aislamiento en las trampas de la serie 6300 con la fuente multimodo se realizan en el modo APCI.
- La calibración se realiza desde la misma vista de la pestaña Calibration (Calibración) para todos los tipos de fuente.
- La mezcla de calibración usada para la fuente multimodo se llama G2432A APCI\APPI tuning mix.

Para calibrar la fuente:

1 Seleccione la lista de masas adecuada como positiva y negativa para el calibrante G2432A.

Si no hay ninguna lista de masas negativas o positivas para las masas de APCI, cree las listas de masas APCI negativas y positivas para las calibraciones multimodo.

- Haga clic en Options (Opciones) > Edit Mass List (Editar lista de masas).
- Para cada lista de masas que tenga que crear, haga clic en Sample Name (Nombre de la muestra) y añada las masas adecuadas a la lista (consulte Tabla 2 para iones positivos y Tabla 3 para iones negativos).
- Haga clic en Save (Guardar) y Close (Cerrar).
- Todos los modelos están calibrados del mismo modo con la fuente G1948A ESI estándar, excepto para el calibrante que se usa. El modo de ionización ha cambiado de ESI a APCI para las calibraciones con la fuente multimodo G1978A instalada.

- 2 Seleccione el tipo de calibración adecuada:
 - La calibración de fragmentación y aislamiento sólo son para el modo Ultra Scan (Barrido ultra).
 - La calibración de barrido se puede usar para todos los modos (incluido Ultra Scan [Barrido ultra]).
- **3** Cargue los métodos para el modo adecuado (Ultra Scan [Barrido ultra], Standard-Enhanced [Estándar mejorado], Standard-Maximum [Estándar máximo] o Extended [Ampliado]). Los métodos están ubicados en la carpeta D:\Methods\Instalation Methods.
- 4 Haga clic en el botón de opción Report (Informe) en el menú de la pestaña Calibration (Calibración). Al completar una calibración, los datos de la calibración actual se almacenan en la carpeta C:\BDalSystemData\Data\ Instruments\Agilent 6330 Ion Trap LC MS. La calibración actual está ubicada en la carpeta que tiene el nombre del instrumento y la calibración anterior se almacena en la carpeta Backup.
- **5** Haga clic en **Show Spectra (Mostrar espectros)** para ver los espectros. (consulte Figura 35).
- 6 Haga clic en Print (Imprimir) para imprimir el informe de calibración.

El informe de calibración se puede usar para validar la calibración de barrido para la asignación de masas correcta con 0,2 AMU de la masa actual cuando la calibración esté completa. La masa real y la masa observada se muestran al realizar una calibración de barrido. Consulte la figura 2. La calibración de barrido está disponible para los modos de barrido Ultra Scan [Barrido ultra], Std-Enhanced [Estándar mejorado], Std- Maximum [Estándar máximo] o Extended [Ampliado].

Otros método de calibración disponibles son Detector [Detector], Ejection Factor [Factor de eyección], Ejection Phase [Fase de eyección], Isolation [Aislamiento] y el parámetro SPS.

Verificar la calibración de la trampa de iones

	lon positivo (m/z)	Fórmula empírica	
Purina+H	121.051421	C5.H5.N4	
HP-0321+H	322.048699	C6.H19.O6.N3.P3	
HP-0622+H	622.029499	C12.H19.O6.N3.P3.F12	
HP-0921+H	922.010300	C18.H19.O6.N3.P3.F24	
fragmento	1307.969049	C25.H17.O6.N3.P3.F40	
HP-1521+H	1521.971900	C30.H19.O6.N3.P3.F48	
fragmento	1807.937049	C35.H17.O6.N3.P3.F60	
HP-2121+H	2121.933500	C42.H19.O6.N3.P3.F72	

 Tabla 2
 Iones positivos - Fórmulas empíricas de iones de calibración de G2432A APCI para MS de alta resolución

 Tabla 3
 Iones negativos - Fórmulas empíricas de iones de calibración de G2432A APCI para MS de alta resolución

	lon negativo (m/z)	Fórmula empírica
Purina-H	119.035771	C5.H3.N4
fragmento	556.001426	C10.H15.O6.N3.P3.F10
fragmento	805.985476	C15.H15.O6.N3.P3.F20
fragmento	1305.953400	C25.H15.O6.N3.P3.F40
fragmento	1805.921399	C35.H15.O6.N3.P3.F60

Las señales de iones fragmentadas son cada vez más fuertes con m/z más altos al aumentar la energía CID.

Verificar la calibración de la trampa de iones

Operate	Mode Tune	Optimize MS(n) Sample	Info Chromatogram Calibratio	in	-1	Last Run 0.00 min
Standby		Mass List 🗃	MM APCI Tuning M	ix Pos	Polarity	Trap
Shutdown Source Multimode APCI	Auto Scan Frag	Scan Calibration	Fragmentation Calibration	Isolation Calibration	Positive Negative Alternating Link Edit	ICC SmartTarget 500000 Max. Accu Time 300.00 Scan 100 to Averages 5
I Neb Gas I Dry Gas I HV	C Report	Start	Results	Detector	C Unlink Edit for Parameter Apply to all Segments	Rolling Averaging





Figura 34 La ventana de calibración mostrada en el modo de servicio. Observe que el modo de servicio debe ser realizado por un FSE de Agilent

Verificar la calibración de la trampa de iones





Scan Calibration Report					
Instrument	Agilent 6330 Ion Trap no 00096				
Operator	Administrator				
Created	2006-09-14T10:47:16-07:00				
Used Calib.	Current				
Scan Mode	Ultra Scan				
Polarity	Positive				
Actual Mass 322.05 622.29 922.01 1521.97	Observed Mass 322.05 622.28 922.01 1521.98				

2121.93

Figura 36 Un informe de ejemplo creado al seleccionar Print (Imprimir)

2121.95

Verificar la calibración de la trampa de iones



Figura 37 Espectros de barrido ultra para la calibración de la fuente multimodo en el modo APCI para iones de masa baja. Se seleccionó la pestaña Show Spectral (Mostrar espectros) y los datos aparecen en los análisis de datos

Verificar la calibración de la trampa de iones



Figura 38 Espectros de barrido ultra para la calibración de la fuente multimodo en el modo APCI para iones de masa alta. Se seleccionó la pestaña Show Spectral (Mostrar espectros) y los datos aparecen en los análisis de datos

Verificar la calibración de la trampa de iones





Detector Calibration Report 叉							
Instrument	Agilent	5330 Ion Trap no 00096					
Operator	Administrator						
Created	2006-09-14T11.0:02-07:00						
Polarity	Positive						
Mass	0.00	m/z					
Dynode	7.0	kV					
Relative gain Previous	212	%					
Relative Gain New	100	%					

Figura 40 Un informa habitual al seleccionar Print report (Imprimir informe) para la calibración del detector

Verificar la calibración de la trampa de iones



Figura 41 La calibración de ganancia de fragmentación se debe realizar después de la calibración de barrido. Se puede imprimir el informe

X	Fraç	gmentation C	alibration Rep	ort
Instrument	Agilent 6330	Ion Trap no00	096	
Operator /	Administrator			
Created 20	06-09-14T12:	45:58-07:00		
User Calib.	. Current			
Scan Mode	e Ultra Scan			
Polarity Po	sitive			
Previous		New		
Mass 121.05 322.05 622.03 922.03 1307.97 1521.97 1807.94 2121.93	- Position -17.65 -15.36 -11.55 -7.38 11.61 0.99 8.37 11.11	Mass 121.05 322.05 622.29 922.01 1521.97 2121.93	- Position -16.01 -13.47 -9.47 -4.89 4.00 12.21	

Figura 42 Un informe habitual al seleccionar Print report (Imprimir informe) para la calibración de fragmentación

Verificar la calibración de la trampa de iones





Isolatior	n Calibration	Report		
Instrument Operator A Created 20 User Calib. Scan Mode	Agilent 6330 Administrator 06-09-14T13: Current Ultra Sc	lon Trap no00(19:51-07:00 an	096	
Polarity Previous Mass 322.05 1521.97	Positive Position -6.42 -6.07	Mass 121.05 322.05 622.29 922.01 1521.97 2121.93	- Position -5.41 -5.89 -6.53 -6.53 -5.55 -4.75	

Figura 44 Un informe habitual al seleccionar Print report (Imprimir informe) para la calibración de aislamiento

Guía de configuración de la Fuente multimodo para sistemas LC/MS LC/MS de trampa de iones Series 6300 55

Verificar la calibración de la trampa de iones



Agilent G1978A Fuente multimodo para sistemas LC/MS de trampa de iones Series 6300 Guía de configuración

Métodos

3

Configurar un método para usar la fuente multimodo 59
Crear un método para el funcionamiento en modo combinado positivo/negativo 62
Crear un método para alternar entre ESI y APCI 63

Este capítulo describe los métodos de configuración de tareas para la fuente multimodo y los pasos de mantenimiento específicos del instrumento.

Para obtener más pasos de mantenimiento, consulte la *Guía de mantenimiento de la fuente multimodo G1978A*.





Figura 45

Configurar un método para usar la fuente multimodo

Configurar un método para usar la fuente multimodo

1 Desde el software de control de trampa, seleccione **Shutdown (Apagar)** y como tipo de fuente Multimode (Multimodo).

Hay tres tipos diferentes de modos para la fuente multimodo:

- Multimode ESI (ESI Multimodo)
- Multimode APCI (APCI Multimodo)
- Multimode ESI+APCI (ESI+APCI Multimodo)

Standby	Save Spectra	Scan Mode	Divert Valve		Polarity	Trap
Shutdown	Include Profile Spectra	Ultra Scan	to Source		Positive	
Source	⊙ On	C Standard Enhanced	C to Waste		C Negative	Max. Accu Time 200.00 ms
	C Auto MS(n) Prec. Selection	🔿 Standard - Maximum			Alternating	Scan 100 to 2200 m/z
ESI	C Threshold 1000	C Extended			Link Edit	Averages 5
🗖 Neb Gas 💿		Range 50-2200 m/z		Configure	O Unlink Edit	Rolling Averaging
Dry Gas	APCI	Speed 26,000 m/z /sec		Filters	for Parameter	🗆 On 🛛 No. 🔟
🗖 HV 🛛 🛛	Nan <u>o</u> ESI off-line				Apply to all	ánnlu
	NanoE <u>S</u> I on-line				Segments	. ikky
, , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	AEN	Administrat	or Time Seg	m. # 1 MS	Changed F	ore 4.55e+00 mbar High 1.35e-05 m

Figura 46

2 Seleccione el modo para el análisis que desee. En el siguiente ejemplo se ha seleccionado Multimode ESI (ESI Multimodo). La trampa puede estar en modo Standby (Reposo) al seleccionar ESI, APCI o ESI+APCI.



Figura 47

3 Establezca los parámetros de sintonización:

Configurar un método para usar la fuente multimodo

- Ajuste Nebulizer pressure (Presión del nebulizador), Drying gas flow (Flujo del gas de secado) y Drying gas temperature (Temperatura del gas de secado) en función del flujo y fase móvil del sistema LC.
- En el modo ESI, APCI o ESI + APCI Multimode, ajuste correctamente la temperatura del vaporizador para el análisis. La temperatura del vaporizador está activa durante el funcionamiento del modo ESI Multimodo, así como APCI y ESI +APCI.

Puede que desee usar la configuración de la fuente multimodo predeterminada para Multimode ESI (ESI Multimodo), Multimode APCI (APCI Multimodo) y Multimode ESI + APCI (ESI + APCI Multimodo) como parámetros iniciales.

4 Desde Tune Expert (Experto de sintonización) realice el resto de cambios necesarios para su método.

Standby		Source				Expert Parameter Setting			Polarity	Trap	
Shutdown		Capillary	2500	v	2	nA	Skimmer	40.0 V		Positive	F ICC SmartTarget 200000
•		End Plate Offset	-500	٧	73	nA	Cap Exit	103.4 V		C Negative	11 1 T 200.00
Source	C Smart	Corona +		né			0.1100	1200 14 0 100	- 1122.2 - 14	Alternating	Max. Accu Time 200.00 ms
Multimode 🔻	· Expert	Charging Volt	2000	٧			UCTUC		122.3 Vpp		Scan 100 to 2200 m/
201	in the second	Nebulizer	60.0	psi	59.9	psi	Oct 2 DC	1.70 V Lens 1	-5.0 V	Link Edit	Averages 5
🗸 Neb Gas		Dry Gas	5.0	1/min	5.0	1/min	Trap Drive	30.4 Lens 2	-60.0 V	🔿 Unlink Edit	Rolling Averaging
🗸 Dry Gas		Dry Temp	300	°C	307.9	°C			,	for Parameter	🗖 On No. 1
- HV		Vaporizer Temp	200	°C	199.9	°C		Block Voltages		- Apply to all	

Figura 48

5 Desde la lista desplegable Method (Método), haga clic en Save-6300 Series
 Trap Control Part (Guardar componente de control de trampa Series 6300).

Configurar un método para usar la fuente multimodo



Figura 49

ADVERTENCIA

La válvula de desvío del cromatógrafo líquido de las trampas Agilent Series 6300 forma parte del sistema de seguridad 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. Crear un método para el funcionamiento en modo combinado positivo/negativo

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

1 Desde el software de control de trampa, seleccione el tipo de análisis de la fuente multimodo como **Multimode ESI+APCI (ESI+APCI Multimodo)**.



Figura 50

- 2 Seleccione la polaridad como Alternating (Alterna).
- **3** Seleccione **Tune Expert (Experto de sintonización)** y ajuste el resto de parámetros de **Source (Fuente)** necesarios para el tipo de adquisición.
- 4 Guarde el componente Control de trampa del método.

El cambio de polaridad 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

Crear un método para alternar entre ESI y APCI

- **1** Desde el software de control de captación, seleccione el tipo de análisis de la fuente multimodo como **Multimode ESI (ESI Multimodo)**.
- 2 Para usar el modo ESI y APCI Multimodo de forma alterna, ajuste cada segmento a Multimode ESI (ESI Multimodo) o Multimode APCI (APCI Multimodo).
- **3** Seleccione **Tune Expert (Experto de sintonización)** y ajuste el resto de parámetros de **Source (Fuente)** necesarios para el tipo de adquisición.
- 4 Aplique cualquier otro cambio que considere necesario para el método.
- 5 Guarde el componente Control de trampa del método.

NOTA

En general, use el modo mixto (MM-ES+APCI) en lugar de alternar entre los segmentos de los modos ESI Multimodo y APCI Multimodo. Muy pocas veces se necesita saber si un compuesto responde de forma pura en los modos ESI o APCI en una escala de tiempo cromatográfica.

Crear un método para alternar entre ESI y APCI

Índice

Índice

C

componentes protector del spray multimodo, 15 conversión desde ESI, APCI o APPI, 13 convertir a ESI o APCI, 30

E

ESI convertir a, 30 convertir desde, 13

F

filtro de entrada de la válvula de desvío, 18


```
instalación, 7
actualizar el software con el parche, 12
cambiar fuentes, 11
cambiar los chips, 9
preparar para, 8
verificar el funcionamiento de la fuente
multimodo, 12
```

Μ

método alternar entre ESI y APCI, 63 configuración básica, 59 modo combinado positivo/negativo, 62 mezcla de disolvente, 31 multimodo imagen de fuente, 58 nebulizador, 18

Ρ

protector del spray para la fuente multimodo, 15

S

sintonización automática, 46

Т

tubo de muestras, 19

Índice

www.agilent.com

En este manual

Este manual contiene las instrucciones de instalación, funcionamiento, mantenimiento y resolución de problemas de Fuente multimodo para sistemas LC/MS de trampa de iones Series 6300.

© Agilent Technologies, Inc. 2008

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



G1978-95080

