

Sistema de GC/MS Agilent Inert Plus con fuente HydroInert

Aplicación del H₂ como gas portador a los análisis de GC/MS en condiciones reales

Introducción

Dado el encarecimiento y la presión a los que se ve sometido el mercado del helio (He), los laboratorios están buscando una alternativa más sostenible al helio y planteándose la posibilidad de utilizar hidrógeno (H₂) como gas portador. Las ventajas del hidrógeno en la cromatografía de gases (GC) son ampliamente conocidas, ya que se puede generar en el laboratorio de forma poco costosa, ofrece cromatografías más rápidas y permite analizar un mayor número de muestras. Dado que el hidrógeno es un gas reactivo, pueden producirse, y, de hecho, tienen lugar reacciones de hidrogenación y de cloración en el espectrómetro de masas con fuente de ionización por impacto electrónico (EI). Estas reacciones pueden complicar el uso de hidrógeno como gas portador en muchas aplicaciones. La fuente extractora con nuevo diseño de los sistemas de GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus y GC/MS de triple cuadrupolo Agilent 7000D/E Inert Plus evita estos problemas relativos al hidrógeno y contribuye a aumentar la eficiencia de los sistemas de GC/MS y GC/MS/MS usando hidrógeno como gas portador. La fuente HydroInert Agilent con H₂ como gas portador conserva la fidelidad del espectro de masas y permite a los usuarios seguir utilizando las bibliotecas de espectros de masas obtenidos con helio.

Transición del helio al hidrógeno

En la documentación publicada anteriormente al respecto se han debatido los factores que se deben tener en cuenta a la hora de aplicar H₂ en los análisis de GC/MS.¹ Todos ellos, y en especial los que se centran en los parámetros de GC para que la separación sea óptima, siguen siendo válidos con la fuente HydroInert en los sistemas de espectrometría de masas Inert Plus. Aunque el helio es el mejor gas portador para GC/MS, se ha desarrollado la fuente HydroInert para funcionar con hidrógeno como gas portador, la mejor alternativa al helio cuando este no se encuentre disponible.

Algunos de los factores que hay que tener en cuenta se resumen en la lista abreviada que se ofrece a continuación:

- Se recomienda encarecidamente el uso de tubos de acero inoxidable con H₂. Si únicamente se dispone de tubos de cobre, instale líneas nuevas de cobre. Se encuentra disponible un kit de instalación de conectores y tubos de acero inoxidable con la referencia 19199S.
- Utilice siempre filtros de gas, especialmente con los generadores de H₂. Se recomienda instalar una trampa universal grande Agilent (para humedad, O₂ e hidrocarburos) para H₂ (referencia RMSH-2-SS) y un purificador de gases Agilent para el gas portador (la referencia del kit CP17976, que incluye una base, o la referencia CP17973 del filtro de gas portador de repuesto si ya se dispone de base).
- Reduzca la temperatura del inyector cuando trabaje con compuestos sensibles o emplee la inyección en modo splitless en frío con el inyector multimodal, siempre que sea posible.

- La viscosidad del hidrógeno es menor que la del helio, lo que provoca una presión de entrada inferior. Se recomienda lo siguiente:
 - cambiar las dimensiones de la columna o
 - aumentar el flujo de gas portador.
- Los flujos de gas portador óptimos varían en función de la bomba, dado que la capacidad de bombeo del hidrógeno es inferior a la del helio.
 - Intervalo óptimo: 0,5-1,0 ml/min.
 - Flujo máximo recomendado para la bomba turbomolecular: 2,0 ml/min.
- Utilice métodos de flujo constante.
- En los sistemas de GC/MS/MS con hidrógeno no se utiliza ningún gas de inactivación (helio). Elimine las tuberías de helio de la parte posterior del módulo de control neumático electrónico (EPC) y establezca el gas de inactivación en 0,00 ml/min en cualquiera de los métodos de GC/MS/MS.

Será necesario aplicar ciertos cambios en la mayoría de los casos; además, se debe asignar tiempo para las actualizaciones necesarias de los procedimientos normalizados de trabajo (PNT) y para la validación de métodos.

Fuente HydroInert

La fuente HydroInert, que se muestra en la figura 1, es una innovadora fuente basada en el diseño de la fuente extractora Agilent. La fuente HydroInert es una sencilla conversión de las fuentes de EI extractora o Inert Plus, en los sistemas tanto de cuadrupolo simple (GC/MSD Agilent 5977B o 5977C) como de triple cuadrupolo (GC/MS de triple cuadrupolo Agilent 7000D o 7000E). No mezcle las piezas de la fuente HydroInert con las piezas de la fuente extractora, ya que ello puede provocar resultados no previstos o no deseados, especialmente cuando se utiliza hidrógeno como gas portador.



Figura 1. Fuente HydroInert Agilent.

Por lo general, debería haber una nota sobre la hidrogenación o la dechloración de ciertas clases de compuestos cuando se utiliza H₂ con los sistemas de GC/MS, junto con una explicación acerca de la necesidad de crear bibliotecas de compuestos internas o una aclaración que indicase que es posible que las puntuaciones de coincidencia con la biblioteca del NIST o con otras bibliotecas de espectros obtenidos con helio no funcionen del todo bien con el espectro de masas obtenido con hidrógeno. Sin embargo, la fuente Hydrolnert es más inerte al H₂ y el espectro de masas conserva las características habituales que se observan en el espectro de masas obtenido con helio.

A continuación, se ofrece un ejemplo importante de las ventajas que ofrece la fuente Hydrolnert con nitrobenzono. En un experimento con una fuente extractora con lente de extracción de 3 mm, se utilizó hidrógeno como gas portador para analizar un compuesto orgánico semivolátil (SVOC). El nitrobenzono era uno de los compuestos presentes en la mezcla (referencia SVM-122-1). Se sabe que los nitrocompuestos son susceptibles a la hidrogenación cuando están expuestos al calor, el hidrógeno y las superficies metálicas; todos estos factores están presentes en la fuente extractora. La hidrogenación del nitrobenzono (peso molecular [MW] 123 *m/z*) da lugar a la anilina (MW 93 *m/z*). Al revisar el espectro de masas en el pico del cromatograma de corriente iónica total (TIC) de la fuente extractora con H₂ como gas portador, se observó el espectro de masas que se muestra en la Figura 2A. Hay una abundancia elevada de la *m/z* de 93 y reducida de la *m/z* de 123, lo que indica una transformación del nitrobenzono a anilina en la fuente; se confirma que esto sucede en la fuente porque el espectro de masas se observa en el tiempo de retención del nitrobenzono, que está muy separado del de la anilina.

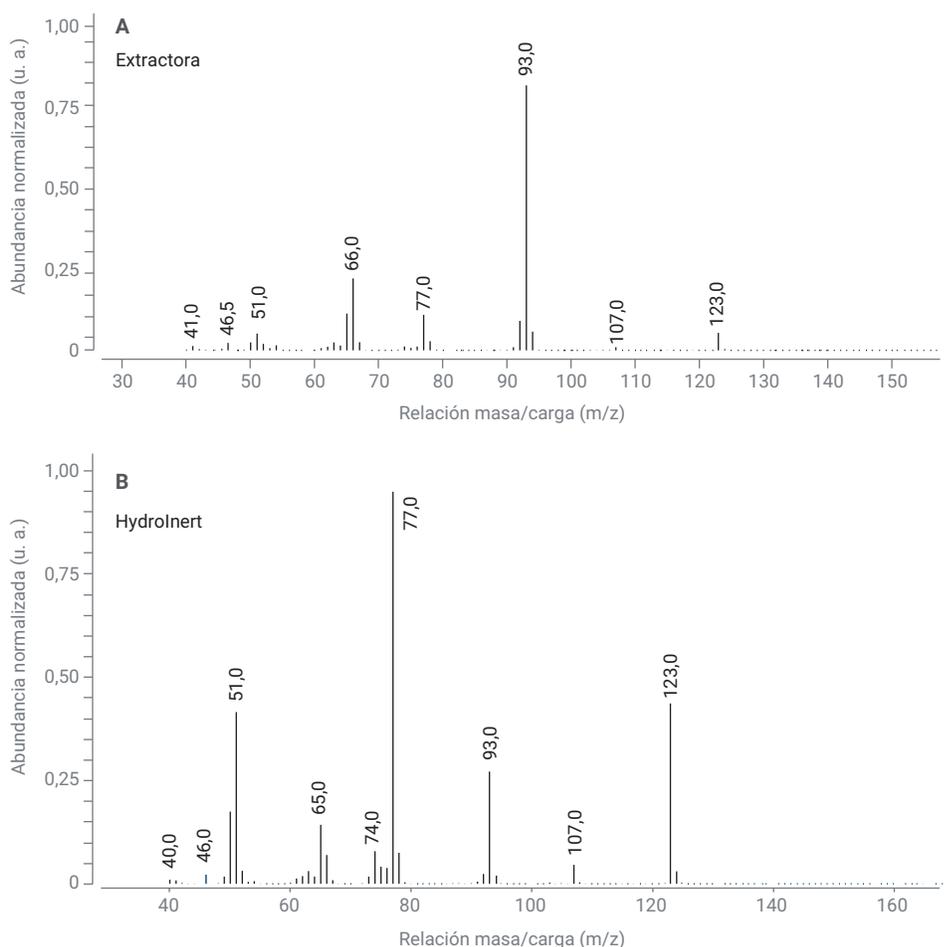


Figura 2. Espectro de masas del pico que eluye en el tiempo de retención del nitrobenzono con hidrógeno como gas portador en (A) fuente extractora con lente de extracción de 3 mm, que muestra la hidrogenación a la anilina con el ion abundante con una *m/z* de 93, y (B) fuente Hydrolnert Agilent, que muestra un espectro de masas mejorado correlacionado con el del nitrobenzono.

Para realizar la comparación, se analizó la misma mezcla con nitrobenzono en una fuente Hydrolnert (con una lente de extracción de 9 mm), donde se observa la distribución prevista de 123 *m/z* y 93 *m/z* en el espectro de masas (Figura 2B), lo que indica que el nitrobenzono ha quedado retenido en la fuente y no se ha transformado en anilina. Esta comparación también se puede realizar en los cromatogramas de iones extraídos

(EIC) que aparecen en las Figuras 3A (transformación en la fuente extractora) y 3B (retención del nitrobenzono en la fuente Hydrolnert), donde se observa una relación de 123/93 mejorada con la fuente Hydrolnert, mientras que la superposición del cromatograma de iones extraídos para la fuente extractora muestra una transformación a 93 *m/z* y una cola significativa.

Ejemplos de fidelidad del espectro de masas

El nitrobenzono es uno de los ejemplos de la fidelidad del espectro de masas que se da cuando se usa H_2 como gas portador y la fuente HydroInert. Otros nitrocompuestos también pueden presentar problemas de hidrogenación en presencia de H_2 , independientemente de si el compuesto es un pesticida, un compuesto orgánico semivolátil o cualquier otra clase de compuesto. Los compuestos clorados también se pueden dechlorar en presencia de H_2 como gas portador y de metal u otros puntos activos; el diclorodifeniltricloroetano (DDT) es un compuesto frecuente que presenta problemas de descomposición en los inyectores de GC debido al calor y a los puntos activos, como el metal, pero que también se puede ver afectado por la dechloración en una fuente en presencia de hidrógeno. Se analizó DDT usando helio como gas portador y, a continuación, con H_2 como gas portador mediante la fuente extractora y un par de columnas, para comparar los tiempos de retención que se generaban en el método con helio como gas portador. Por lo general, en el análisis de pesticidas se utilizan dos columnas para GC Agilent HP-5ms J&W Ultra Inert de 15 m x 0,25 mm, 0,25 μ m. En el caso del hidrógeno, se cambiaron las columnas por columnas para GC Agilent HP-5ms J&W Ultra Inert de 20 m x 0,18 mm, 0,18 μ m para que coincidieran los tiempos de retención y para evitar tener que restablecer numerosos tiempos de retención en un método que contenía cientos de pesticidas. A partir de los resultados con helio, el DDT eluyó a 13,04 minutos, mientras que el diclorodifenildicloroetano (DDE) eluyeron antes, a 12,44 y 12,88 minutos, respectivamente. En los resultados usando H_2 como gas portador y la fuente extractora, a 13,04 minutos se identificó DDD en lugar de DDT, tal y como se indica en la Tabla 1. Con la fuente HydroInert y el H_2 como gas portador, se identificó con precisión DDT a los 13,04 minutos, con una puntuación de coincidencia con la biblioteca de 85 (en comparación con la biblioteca NIST17.L). Esta identificación incorrecta a los 13,04 minutos con la fuente extractora (y con hidrógeno como gas

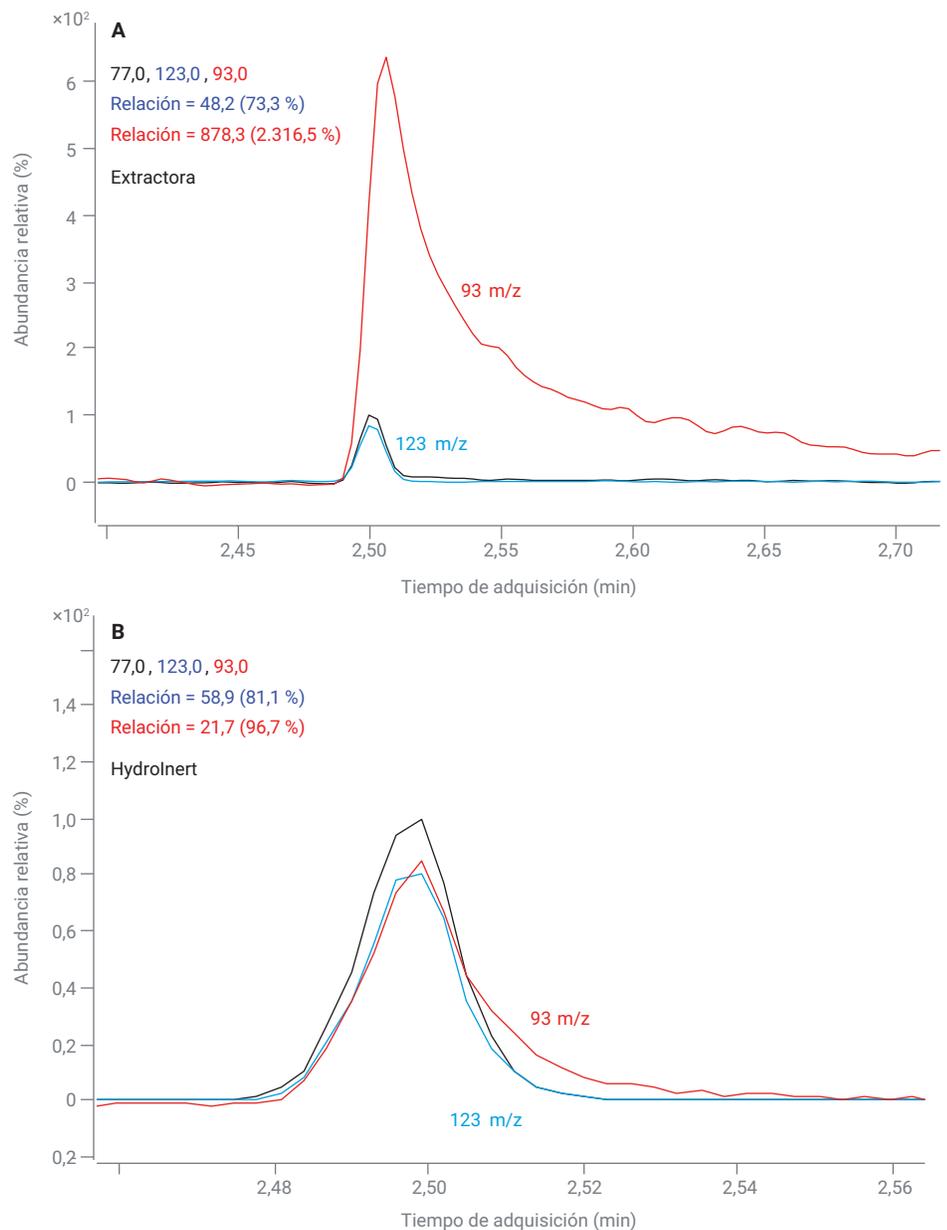


Figura 3. EIC del nitrobenzono con hidrógeno como gas portador en (A) fuente extractora con lente de extracción de 3 mm, que muestra la hidrogenación a anilina con el ion abundante con una m/z de 93, y (B) fuente HydroInert Agilent, que muestra una relación de m/z mejorada, de 123 frente a 93.

Tabla 1. Comparación de las fuentes extractora e HydroInert Agilent al emplear H_2 como gas portador en la identificación de DDT y de los productos de descomposición del DDT.

Fuente con H_2 como gas portador	Tiempo de retención (min)	Compuesto identificado	Puntuación de coincidencia con la biblioteca
Extractora	13,04	DDD	79
HydroInert	13,04	DDT	85

portador) se produjo en varios análisis, lo que indica que el DDT se estaba dechlorando en la fuente a DDD. Tanto en el sistema con fuente Hydrolnert como en el que se utiliza la fuente extractora, también se identificaron DDE y DDD en sus respectivos tiempos de retención (12,44 y 12,88 minutos), lo que demuestra que se estaba produciendo también una descomposición del DDT < 10 % en el inyector. La descomposición en el inyector no era el centro de atención de este conjunto de pruebas; con la optimización de los parámetros de inyección y del liner se puede reducir la descomposición del DDT, así como con una temperatura del inyector más baja o con el uso de una inyección en modo splitless en frío con un inyector multimodal.

Otro ejemplo de compuesto clorado se observa con el heptacloro. Con el mismo diseño experimental que con el nitrobenzeno, se instaló una fuente extractora con una lente de extracción de 3 mm en un instrumento de GC/MS de cuadrupolo simple con H₂ como gas portador, que es la lente de extracción recomendada para el análisis de pesticidas con helio. Se diluyó una mezcla de pesticidas (referencia PSM-105-A), que incluía heptacloro, a una concentración de 10 ng/μl y se añadió un conjunto de hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAH) deuterados como patrones internos. El espectro de masas procesado del heptacloro se muestra en la Figura 4A, con una comparación integral con el espectro de masas del heptacloro de la biblioteca NIST17.L. Los iones más abundantes deberían ser aquellos con una *m/z* de 272, 274, 270, 100 y 65, pero en la Figura 4A y en la Figura 5A se puede apreciar un aumento significativo de la abundancia de los iones con una *m/z* de aproximadamente 235 y 237, que hace que se encuentren entre los cinco iones más abundantes, mientras que las *m/z* de 272 y 274 desaparecen. Solo la *m/z* de 272 se sitúa entre los cinco cromatogramas de iones extraídos (EIC) más abundantes y la *m/z* de 165 contribuye de forma significativa como EIC, que debería tener una intensidad muy reducida tendiendo a nula. Además, dos de los cinco EIC, *m/z* de 66 y 272, tienen vértices de pico distintos con respecto a los otros tres. Este cambio en las regiones de elevada abundancia de la región de *m/z* de 272 a 235, un cambio en los iones de elevada abundancia, y la existencia de desajustes en los vértices de los picos indican que se han producido reacciones de

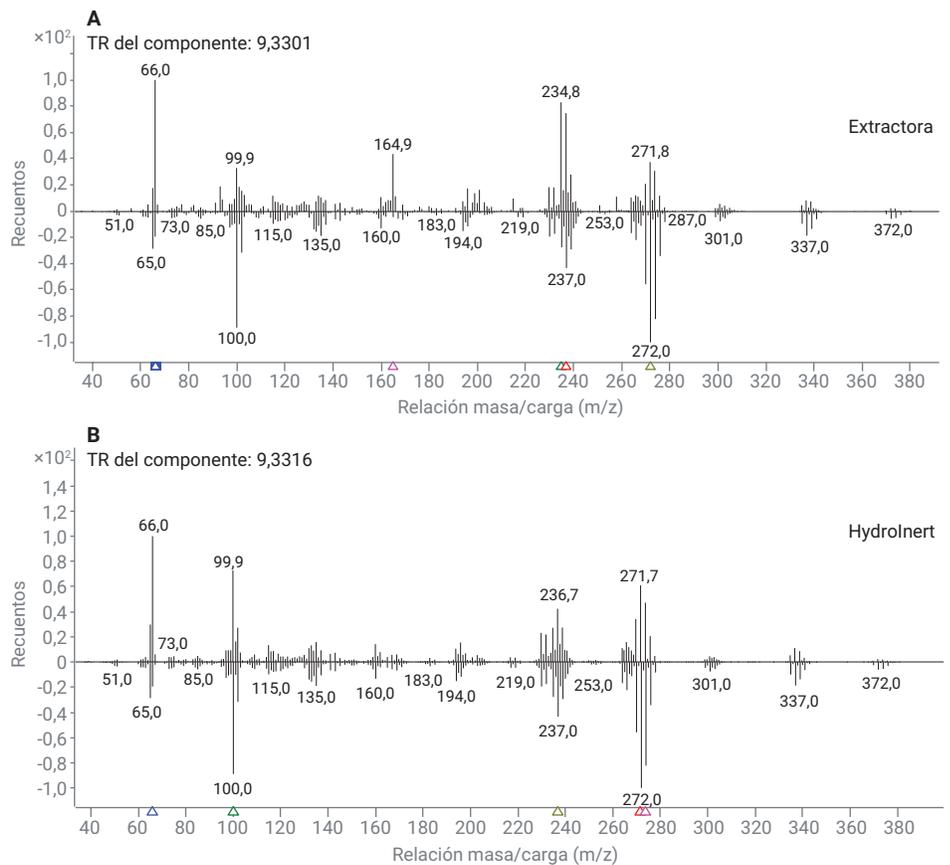


Figura 4. Comparación integral del espectro de masas procesado (parte superior) con el espectro de masas de la biblioteca, NIST17.L (parte inferior), del heptacloro con H₂ como gas portador y (A) fuente extractora con lente de extracción de 3 mm y (B) fuente Hydrolnert Agilent con lente de extracción de 9 mm.

decloración en la fuente. En comparación, los resultados obtenidos con H₂ como gas portador y los obtenidos con la fuente Hydrolnert con una lente de extracción de 9 mm se muestran en el espectro de masas extraído en la Figura 4B y los cinco EIC más abundantes aparecen en la Figura 5B. En la Figura 4B, la región de *m/z* de 272 muestra más abundancia que la región de *m/z* de 237 y hay una abundancia significativa de la *m/z* de 100, como en el caso del espectro de la biblioteca de referencia que se encuentra debajo de la comparación integral, lo que indica la conservación de los átomos de cloro. Además, los cinco EIC más importantes de los resultados obtenidos con Hydrolnert cuentan con vértices de pico alineados e incluyen tres de los iones previstos: *m/z* de 272, 274 y 100; la abundancia de los iones con una *m/z* de 237 y 270 es parecida, pero la *m/z* de 237 es ligeramente más alta y supera a la *m/z* de 270 para meterse entre los cinco más abundantes.

Ejemplos de puntuación de coincidencia con la biblioteca

Dado que la fuente Hydrolnert evita la descomposición, la hidrogenación y la decloración del compuesto en presencia de hidrógeno, es posible emplear las bibliotecas de espectros de masas registrados con helio cuando se utiliza la fuente Hydrolnert e H₂ como gas portador. Se llevaron a cabo experimentos a fin de evaluar el uso de una biblioteca general de gran volumen, como la biblioteca del NIST, utilizando helio o H₂ como gas portador con las fuentes extractora e Hydrolnert, con sus respectivas lentes de extracción de 9 mm, de la siguiente forma: una fuente extractora con helio como gas portador, una fuente extractora con H₂ como gas portador y una fuente Hydrolnert con H₂ como gas portador. Se generó una mezcla de compuestos orgánicos semivolátiles, pesticidas y aromas con un conjunto de seis PAH deuterados a una concentración de 10 ng/μl para que se analizaran en los tres experimentos con distintas fuentes con un instrumento de GC Agilent 8890 con espectrómetro de masas de cuadrupolo simple 5977 Inert Plus en modo de barrido.

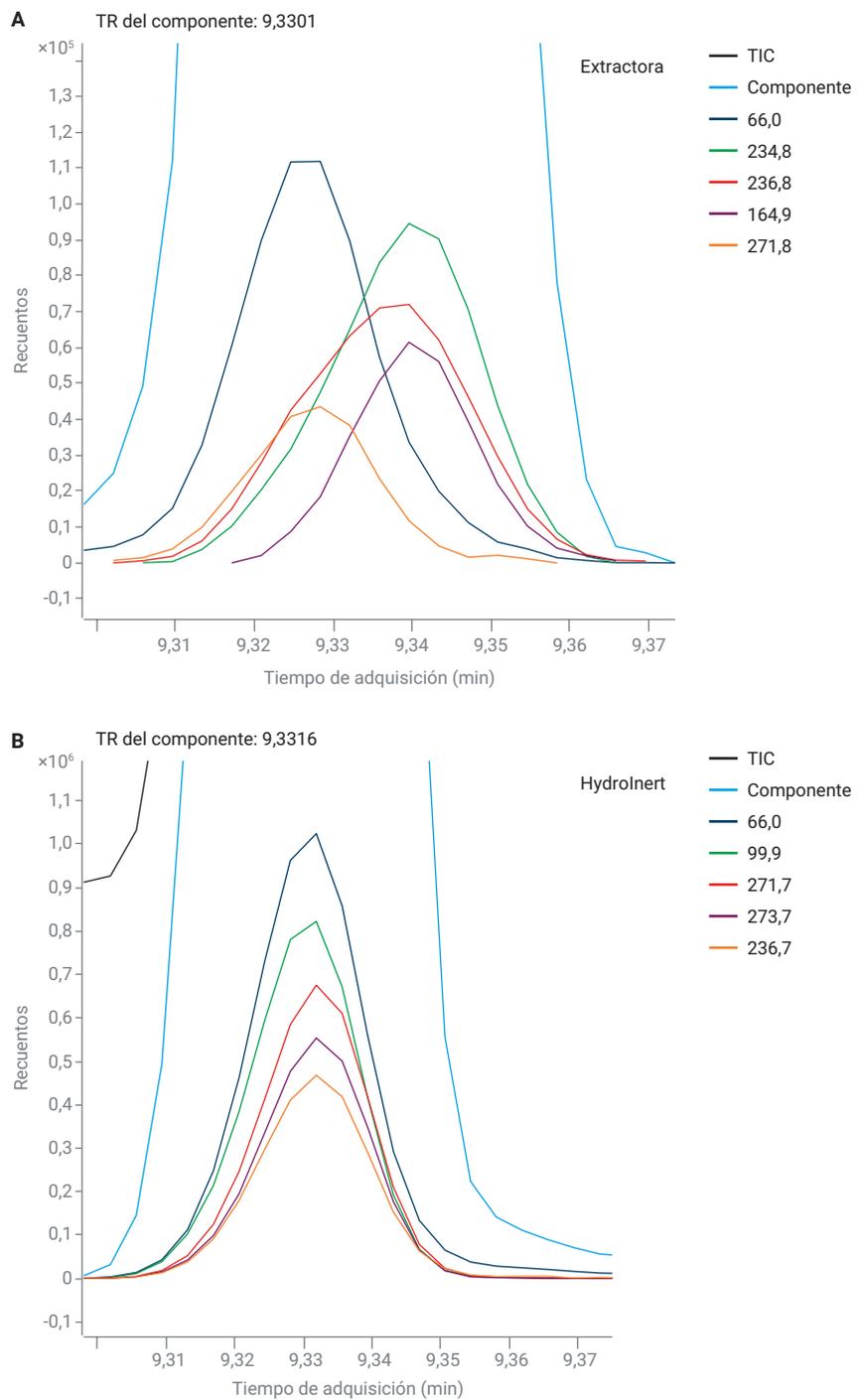


Figura 5. EIC de los cinco iones más abundantes del heptacloro con H₂ como gas portador y (A) fuente extractora con lente de extracción de 3 mm y (B) fuente Hydrolnert Agilent con lente de extracción de 9 mm.

Los datos se cargaron en el software MassHunter Unknowns Analysis de Agilent y se aplicó un método de procesamiento con la biblioteca NIST17.L para evaluar las puntuaciones de coincidencia con la biblioteca (LMS). Las LMS usando helio como gas portador con la fuente extractora de la Tabla 2 actúan como valores de referencia en la comparación con H₂ como gas portador con una fuente extractora (columna central) o con la fuente Hydrolnert (columna derecha). Todas las LMS obtenidas con la fuente Hydrolnert se encontraban dentro de un margen de 5 puntos porcentuales de las LMS obtenidas con helio, donde algunas de las LMS con la biblioteca del NIST obtenidas con la fuente Hydrolnert e H₂ fueron mejores, como en el caso del 4-nitrofenol y la bencidina. Quince de las LMS obtenidas con Hydrolnert se encontraron dentro de los dos puntos porcentuales de los datos registrados con helio y cinco LMS obtenidas con la fuente Hydrolnert fueron superiores en tres o más puntos porcentuales a las LMS obtenidas con helio, como en el caso del almizcle de abelmosco y la bencidina. La conservación de LMS altas con el H₂ como gas portador y la fuente Hydrolnert indica la conservación de grupos funcionales y la fidelidad del espectro de masas en la fuente. Sin embargo, el uso de H₂ como gas portador y la fuente extractora muestra 10 compuestos con LMS inferiores en cinco o más puntos porcentuales en comparación con las LMS obtenidas con H₂ y la fuente Hydrolnert. Algunas LMS para la fuente extractora alcanzan niveles de tan solo 70, como en el caso de la bencidina y el benzo(b)fluoranteno, lo que indica que se están produciendo la hidrogenación u otras conversiones en la fuente extractora con H₂ como gas portador. Tal y como estaba previsto, los compuestos clorados y los nitrocompuestos se ven afectados por el H₂ como gas portador y la fuente extractora, con menores puntuaciones de coincidencia con la biblioteca, como en el caso del nitrobenzoceno (LMS de 80,9), 4-nitrofenol (LMS de 83,1), pentaclorofenol (LMS de 85,4), fenitrotión (LMS de 88,3) y cetona de almizcle (LMS de 89,8). Estas puntuaciones siguen siendo relativamente elevadas, pero, a medida que las concentraciones se reducen y la identificación se torna más compleja, la transformación de los compuestos en la fuente genera más problemas. En resumen, la fuente Hydrolnert con H₂ como gas portador conserva la fidelidad del espectro de masas y permite a los usuarios seguir utilizando las bibliotecas de espectros de masas obtenidos con helio.

Tabla 2. Comparación de las LMS de una mezcla de compuestos orgánicos semivolátiles, pesticidas y aromas con una fuente extractora con helio como gas portador, una fuente extractora con H₂ como gas portador y una fuente Hydrolnert Agilent con H₂ como gas portador.

Analito	Extractorora con helio LMS	Extractorora con H ₂ LMS	Hydrolnert con H ₂ LMS
Anilina	98,6	92,3	97,7
1,4-Diclorobenceno-d ₄	96,7	94,7	97,5
Nitrobenzoceno	95,7	80,9	94,3
Ácido benzoico	93,3	87,7	97,2
Naftaleno-d ₃	96,9	93,9	97,6
Acenafteno-d ₁₀	98,3	97,3	97,8
2,4-Dinitrofenol	95,6	90,6	94,8
4-Nitrofenol	89,5	83,1	94,8
4,6-Dinitro-2-metilfenol	94,3	93,6	95,7
Pentaclorofenol	90,7	85,4	89,1
4-Aminobifenilo	96,9	95,8	97,9
Fenantreno-d ₁₀	97,7	93,3	97,2
Almizcle de abelmosco	86,6	86,3	89,5
Fenitrotión	95,6	88,3	97,0
Cetona de almizcle	95,8	89,8	98,2
Bencidina	92,6	70,1	97,5
3,3'-Diclorobencidina	97,3	89,8	95,3
Criseno-d ₁₂	96,0	84,8	93,5
Benzo[b]fluoranteno	97,8	70,1	98,4
Benzo[k]fluoranteno	97,8	96,8	98,4
Perileno-d ₁₂	94,4	79,4	93,1

Menor necesidad de limpieza de la fuente

Una de las ventajas que se han observado con el hidrógeno como gas portador es la menor necesidad de limpieza de la fuente de EI. Esta ventaja se ha observado al utilizar la fuente de iones autolimpiable Agilent Jet Clean, que introduce un flujo reducido de hidrógeno en la fuente durante el análisis o después de este.² La menor necesidad de limpieza de la fuente también se ha observado con la fuente Hydrolnert. Se llevó a cabo un conjunto de experimentos a fin de investigar la vida útil de la fuente utilizando una matriz de suelo compleja y los criterios de analitos de interés y control de calidad del método 8270 de la Agencia de Protección del Medio Ambiente (EPA) para evaluar el momento en que el sistema de GC o MS precisaba mantenimiento. Un conjunto de experimentos empleó helio como gas portador con una fuente extractora

y lente de extracción de 9 mm, mientras que el otro conjunto de experimentos usó H₂ como gas portador con una fuente Hydrolnert y una lente de extracción de 9 mm (Hydrolnert). El sistema de GC/MS precisó la limpieza de la fuente tras una media de 365 inyecciones de la matriz (un total de 581 inyecciones). En el caso de la fuente Hydrolnert, se habían llevado a cabo 5200 inyecciones de la matriz cuando fallaron los criterios de aceptación de la fuente. La lente de extracción de Hydrolnert y el repeller se sustituyeron y se volvieron a sintonizar, y el sistema se recuperó hasta lograr una eficiencia aceptable. Actualmente, se recomienda sustituir la lente de extracción y el repeller si están sucios y los criterios del método no se pueden recuperar con el mantenimiento del GC. El aislante de la lente de extracción (referencia G3870-20445) también se puede reemplazar en el mismo momento, ya que los aislantes de cerámica se pueden ensuciar con el tiempo.

Sensibilidad

En función de la aplicación, la introducción de H_2 como gas portador afecta a la sensibilidad, especialmente cuando se emplean fuentes de MS existentes, como la fuente extractora. Los usuarios tienden a observar relaciones señal-ruido (S/N) inferiores y se pueden reducir los intervalos lineales de calibración o los límites de detección (LOD) superiores debido a un mayor ruido de fondo provocado por las interacciones del hidrógeno. Con la fuente HydroInert en una selección de aplicaciones concretas, se ha observado un incremento de los valores de S/N o en la abundancia de los compuestos en comparación con la fuente extractora. Por ejemplo, se analizaron compuestos orgánicos volátiles (VOC) en muestras de agua con el muestreador de

espacio de cabeza Agilent 7697A, con el sistema de GC 8890 y con el sistema de GC/MSD 5977 Inert Plus para comparar la sensibilidad y la relación S/N de la fuente extractora y de la fuente HydroInert con H_2 como gas portador. En dos compuestos de ejemplo, el bromoformo y el tetracloruro de carbono, se observan los incrementos en la abundancia y en la relación S/N en la Figura 6. En el mismo análisis, el 1,4-dioxano presentó un incremento en la abundancia con la fuente HydroInert, pero una relación S/N similar a la de los resultados obtenidos con la fuente extractora (Figura 7). No se van a obtener los mismos resultados ni mejoras en estos con todos los compuestos, matrices ni análisis, y es necesario analizar estos en una capacidad limitada antes de transferir varios instrumentos al uso de hidrógeno.

Para demostrar la sensibilidad de la fuente HydroInert con H_2 como gas portador, se suministró octofluoronaftaleno (OFN) a $10 \text{ fg}/\mu\text{l}$ (referencia 5190-0585) para realizar el ensayo de sensibilidad en un sistema de GC/MS/MS. En el sistema de GC/MS/MS con cuadrupolo en tándem, el límite de detección del instrumento (IDL) máximo permitido es de 4 fg y se consideran aptos los valores de $4,0 \text{ fg}$ o inferiores. Se llevaron a cabo cuatro conjuntos de datos de 12 inyecciones de OFN a fin de evaluar el IDL de la fuente HydroInert con H_2 como gas portador instalada en un sistema de GC 8890 y en un sistema de GC/MS de triple cuadrupolo 7000E. Los cuatro valores de IDL fueron $2,1, 4,0, 2,0$ y $3,5 \text{ fg}$, con una media de IDL de $2,9 \text{ fg}$, y todos se consideraban aptos según los criterios.

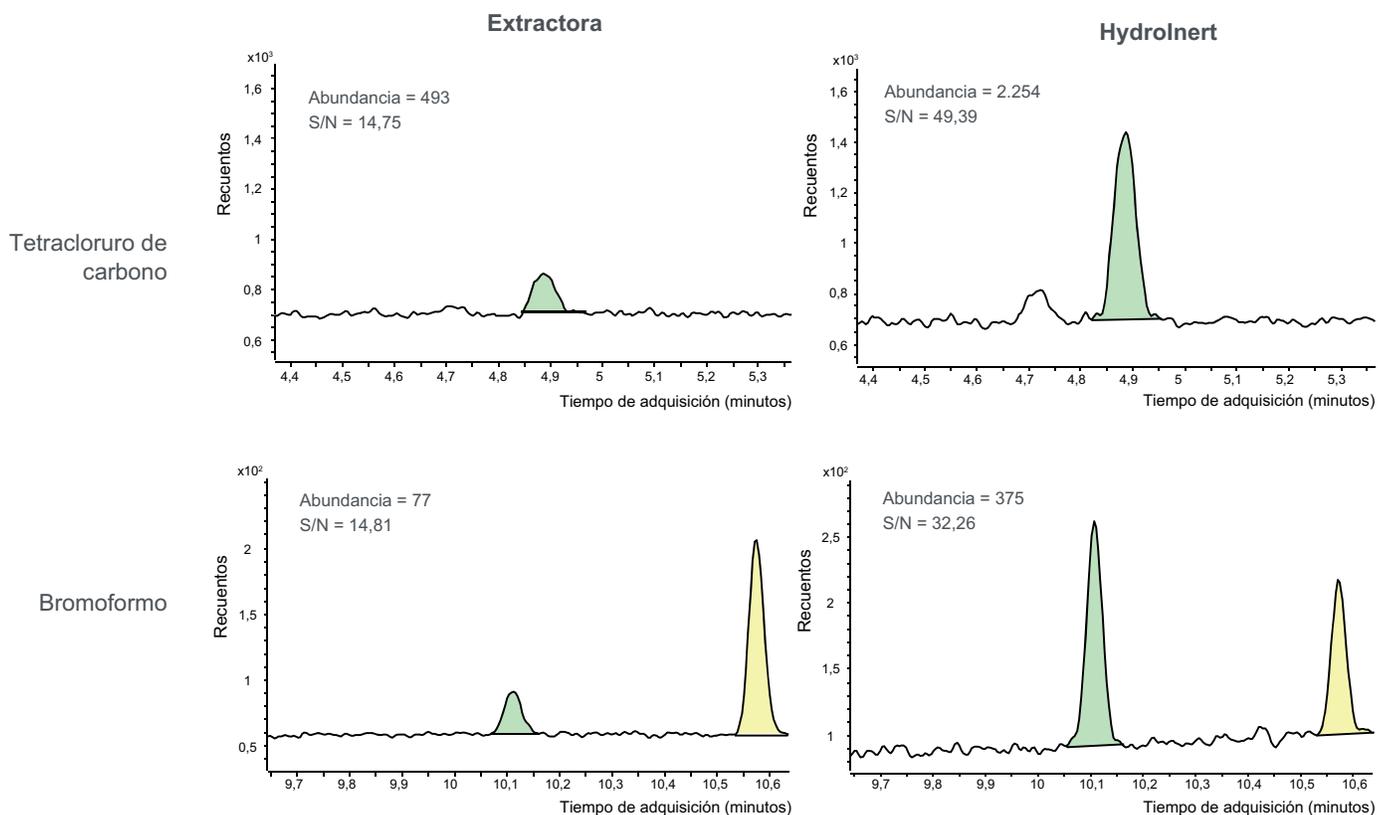


Figura 6. Comparación de los EIC del tetracloruro de carbono y el bromoformo obtenidos con la fuente HydroInert Agilent y la fuente extractora con hidrógeno como gas portador, prestando especial atención a la abundancia y a la relación señal-ruido.

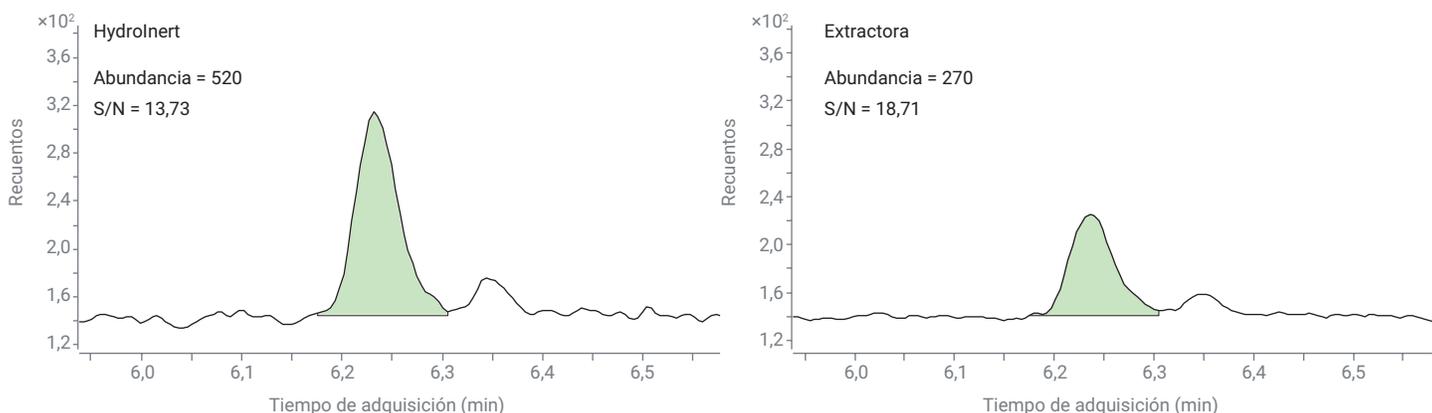


Figura 7. Comparación de los EIC del 1,4-dioxano obtenidos con la fuente Hydrolnert Agilent y la fuente extractora con hidrógeno como gas portador, prestando especial atención a la abundancia y a la relación señal-ruido.

Aplicaciones probadas

Se seleccionó un conjunto de aplicaciones a fin de evaluar los análisis por GC/MS y GC/MS/MS con la fuente Hydrolnert con H₂. En las siguientes secciones se destacan los resultados del uso de H₂ como gas portador y de la fuente Hydrolnert en el análisis de compuestos orgánicos semivolátiles, pesticidas y PAH, entre otros. A partir de los análisis, se creó la Tabla 3 para resumir los resultados obtenidos con el sistema

Hydrolnert Inert Plus en comparación con el sistema Inert Plus al utilizar H₂ como gas portador. Los resultados se consideraron "inaceptables" cuando el espectro de masas contenía cambios en la distribución de los iones fragmentarios y cuando los compuestos se identificaban erróneamente debido a la descomposición, hidrogenación o dechloración. En ciertas aplicaciones, los resultados fueron comparables con respecto a la fidelidad del espectro de masas entre el sistema de GC/MS "normal" y el sistema Hydrolnert

con sus respectivas lentes de extracción de 9 mm, como en el caso de los análisis de hidrocarburos y de PAH, y se consideraron aplicaciones "neutras". Se consideró que las aplicaciones generaban resultados "diferenciadores" cuando la fuente Hydrolnert (con H₂ como gas portador) conservaba la fidelidad en el espectro de masas y los compuestos se identificaban correctamente con una biblioteca de espectros de masas obtenidos con helio como referencia.

Tabla 3. Clases de compuestos analizados, como los compuestos de ejemplo, con la eficiencia del hidrógeno como gas portador con una fuente Inert Plus típica y una fuente Hydrolnert Agilent.

Clase de compuesto	Compuestos de ejemplo	H ₂ como gas portador + fuente de GC/MS normal	H ₂ como gas portador + fuente Hydrolnert
Nitrocompuestos	Nitrobenzono, fenitrotión, etalfuralin	Inaceptable	Diferenciador
Compuestos altamente clorados	DDT, endrina, heptacloro, compuestos BHC, pentaclorofenol	Inaceptable	Diferenciador
PAH	Benzo(b)fluoranteno, benzo(g,h,i)perileno, fluoranteno	Neutro	Neutro
Alcanos > C ₂₄	Tetracosano (C ₂₄), octatriacontano (C ₃₈)	Neutro	Neutro
Pesticidas	Deltametrina, fipronil, permetrina, captán	Inaceptable	Diferenciador
Aromas y saborizantes	Cetona de almizcle, almizcle de abelmosco, linalool	Inaceptable	Diferenciador
Compuestos orgánicos volátiles	1,4-dioxano, triclorometano, bromodichlorometano	Neutro	Diferenciador

- Se indicó "Inaceptable" cuando no hubo fidelidad del espectro de masas o se observó una identificación errónea del compuesto.
- Se indicó "Neutro" cuando los resultados fueron similares a los de un sistema de GC/MS normal con la fuente Hydrolnert en presencia de hidrógeno como gas portador.
- Se indicó "Diferenciador" cuando la fuente Hydrolnert conservó la fidelidad del espectro de masas y se identificaron correctamente los compuestos con una biblioteca de espectros obtenidos con helio como referencia.

Hidrocarburos

Es posible evaluar los puntos fríos y la actividad de un sistema de GC/MS con una «escalera» de hidrocarburos desde el *n*-decano (C₁₀) hasta el *n*-octatriacontano (C₃₈), en la que los compuestos de alto peso molecular presentan una forma del pico deficiente y una cola significativa (> 2,0), especialmente cuando se emplea H₂ como gas portador. Concretamente, en la comparación entre la fuente extractora existente y la fuente Hydrolnert, el factor de cola de cada uno de los picos de hidrocarburos de cadena lineal se tuvo que revisar para verificar que la fuente Hydrolnert no presentara una peor forma del pico. El cromatograma de corriente iónica total obtenido con Hydrolnert se muestra en la Figura 8A y el cromatograma de corriente iónica total obtenido con la fuente extractora existente para los hidrocarburos se muestra en la Figura 8B. La comparación entre los cromatogramas de corriente iónica total muestra una cola de pico significativa con la fuente extractora con H₂ como gas portador, que comienza en C₂₂ (con un factor de cola de 1,27), se incrementa hasta alcanzar un factor de cola de 2,1 con C₂₆ y continúa aumentando hasta una cola extrema con C₃₈ (factor de cola de 10,2). Entretanto, los datos del cromatograma de corriente iónica total obtenido con la fuente Hydrolnert muestra una forma del pico mejorada con factores de cola que oscilan entre 0,6 y 0,9, siendo el factor de cola ideal 1,0. La forma del pico mejorada con la fuente Hydrolnert y el H₂ como gas portador indican estabilidad térmica y menor actividad en el espectrómetro de masas en comparación con la fuente extractora existente con H₂ como gas portador.

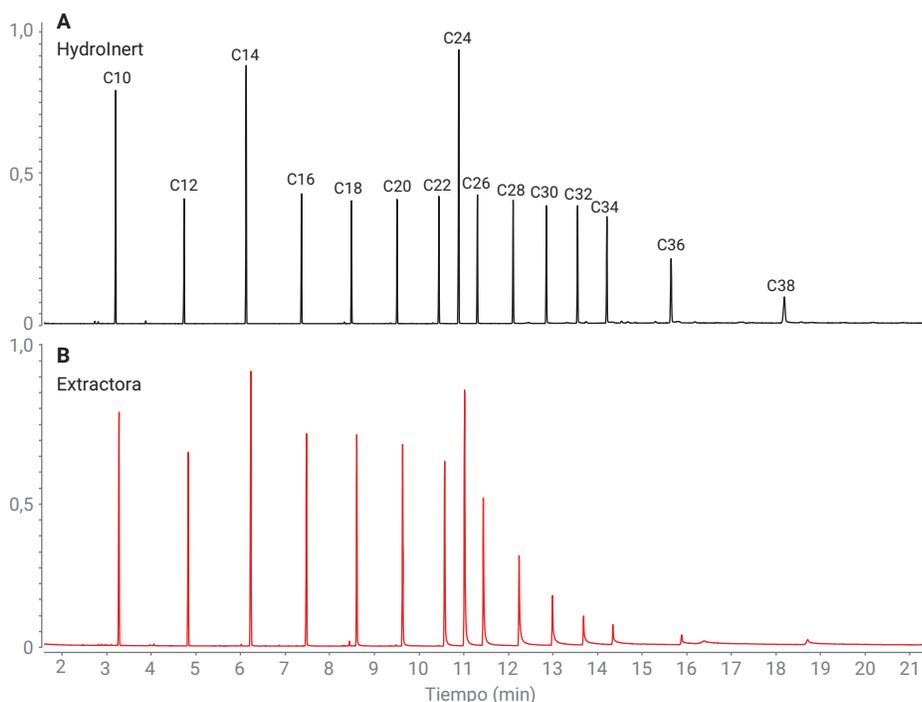


Figura 8. TIC de hidrocarburos de cadena lineal desde el *n*-decano (C₁₀) al *n*-octatriacontano (C₃₈) para reflejar de forma visual la cola observada (o la ausencia de esta) al utilizar hidrógeno como gas portador con (A) la fuente Hydrolnert Agilent y (B) la fuente extractora existente.

Análisis de compuestos semivolátiles: EPA 8270 y PAH

El método 8270 de la EPA de Estados Unidos (versiones 8270D y 8270E) contiene una lista de más de 200 compuestos que se consideran aptos para su análisis por GC/MS en extractos de residuos sólidos, suelos, aire y agua.^{3,4} El método 8270 contiene compuestos orgánicos semivolátiles que pertenecen a diferentes clases de analitos, desde ácidos, bases y compuestos neutros hasta PAH. Se analizaron analitos del método 8270 de la EPA para conocer el abanico de aplicaciones y el límite de la fuente Hydrolnert, debido al amplio abanico de clases de compuestos y de usos en aplicaciones de laboratorio. La mezcla de cribado que aparece en la Tabla 2 se compone de muchos compuestos semivolátiles que se encuentran en la lista del método 8270 de la EPA, que muestra la retención de los fragmentos previstos en los espectros de masas con LMS elevadas cuando se comparan con una biblioteca de espectros obtenidos con helio, como la del NIST. Además, en la Figura 10 se comparan

la fuente extractora (en la parte superior) y la fuente Hydrolnert (en la parte inferior) con una mezcla de 68 SVOC y PAH con H₂ como gas portador y se observa una forma del pico mejorada con la fuente Hydrolnert con respecto a la fuente extractora.

Uno de los componentes esenciales del método 8270 de la EPA es el criterio de sintonización asociado con las relaciones iónicas de la decafluorotrietilfosfina (DFTPP). Se ha probado el método 8270 de la EPA con el sistema de GC/MS/MS, empleando el algoritmo etune como sintonización recomendada (hecho que se ha señalado en una nota de aplicación anterior).⁵ En el caso del sistema de GC/MS de cuadrupolo simple, se emplearon los criterios de relación iónica de la DFTPP que aparecen en la Tabla 3 de los métodos 8270E y 8270D de la EPA para poner a prueba la fuente Hydrolnert con H₂ como gas portador.^{3,4} El método 8270D de la EPA contiene más criterios de relación iónica que el método 8270E de la EPA, lo que se refleja en la tabla de criterios del método 525 de la EPA. En la Tabla 4 se resumen las abundancias relativas de las relaciones iónicas de la DFTPP a 25 ng/μl, los criterios del método y si las abundancias relativas que se habían medido se ajustaban a los

criterios; todas las abundancias relativas medidas se consideraban aptas según los criterios de relación iónica tanto del método 8270E como del método 8270D.

La sensibilidad y el mantenimiento de los factores de respuesta (FR) son dos consideraciones importantes habituales tanto en los sistemas de cuadrupolo simple como en los de triple cuadrupolo cuando se va a pasar del análisis con helio al análisis con hidrógeno como gas portador. En la Tabla 5 se enumeran los FR del método 8270E de la EPA de la Tabla 4 (criterios de orientación), los FR de un análisis por GC/MS con helio como gas portador, los FR del análisis por GC/MS con fuente HydroInert e hidrógeno como gas portador y los FR del análisis por GC/MS/MS con fuente HydroInert e hidrógeno como gas portador. Todos los sistemas de análisis emplearon lentes de extracción de 9 mm, correspondientes al tipo de fuente (por ejemplo, la fuente HydroInert contenía una lente de extracción HydroInert de 9 mm). Los FR del método 8270E de la EPA de la Tabla 4 son criterios orientativos y no son requisitos para que el método sea aceptable, pero lo ideal es que los FR sean parecidos a estos valores orientativos. En el caso del análisis por GC/MS con helio, hay dos compuestos con FR por debajo de los criterios orientativos: hexacloroetano y N-nitroso-di-*n*-propilamina. En el caso del análisis por GC/MS con HydroInert y H₂, hay cinco compuestos adicionales con FR por debajo de los criterios orientativos, de los que cuatro se encuentran dentro de un margen de 0,1 puntos. Por ejemplo, los criterios orientativos indican un FR para el bis(2-cloroetil)éter de 0,7, mientras que el valor de FR del sistema de GC/MS HydroInert con H₂ fue de 0,6. En el caso del análisis por GC/MS/MS con HydroInert e H₂, hubo otros 15 compuestos con FR por debajo de los obtenidos con el sistema de GC/MS con helio, pero el sistema de GC/MS/MS ofrece la posibilidad de analizar valores de concentración más bajos, de hasta 20 pg/μl, cuando el intervalo de calibración normal es de 100 pg/μl a 100 ng/μl. Con respecto a la sensibilidad, se analizaron 96 compuestos en una aplicación previa para el método 8270 de la EPA con helio como gas portador en un sistema de GC/MS.⁶ En la comparación de estos compuestos con el mismo conjunto

Tabla 4. Iones de DFTPP, criterios de abundancia del método 8270D y 8270E^{3,4} de la EPA abundancia relativa medida y resultado de cumple/no cumple la abundancia relativa.

Masa seleccionada (m/z)	Criterios de abundancia de iones	Abundancia relativa medida	Cumple/ No cumple
51	* Del 10 al 80 % de la m/z de 198	11,4 %	Cumple
68	< 2 % de la m/z de 69	1,7 %	Cumple
69	Presente	27,2 %	Cumple
70	< 2 % de la m/z de 69	1,0 %	Cumple
127	* Del 10 al 80 % de la m/z de 198	31,1 %	Cumple
197	< 2 % de la m/z de 198	0,1 %	Cumple
198	Pico base o presente * o > 50 % de la m/z de 442	73,7 %	Cumple
199	Del 5 al 9 % de la m/z de 198	7,4 %	Cumple
275	Del 10 al 60 % del pico base	29,2 %	Cumple
365	> 1 % del pico base	3,5 %	Cumple
441	< 150 % de la m/z de 443 * presente, pero < 24 % de 442	86,4 % * 16,7 %	Cumple
442	Pico base o presente * o > 50 % de la m/z de 198	100 % (pico base)	Cumple
443	Del 15 al 24 % de la m/z de 442	23,4 %	Cumple

* Denota la diferencia del requisito del método EPA 8270D del requisito del método EPA 8270E.

Tabla 5. Factores de respuesta (FR) de una selección de compuestos del método 8270E de la EPA (Tabla 4 en el método de la EPA)⁴, análisis por GC/MS de cuadrupolo simple con helio como gas portador, análisis por GC/MS de cuadrupolo simple con fuente HydroInert Agilent e H₂ como gas portador y análisis por GC/MS/MS con cuadrupolo en tándem, fuente HydroInert e H₂ como gas portador.

Compuesto	Factor de respuesta (FR) del método 8270E de la EPA ⁴	FR con helio GC/MS	FR con GC/MS HydroInert y H ₂	FR con GC/MS/MS HydroInert y H ₂
Acenafteno	0,9	1,3	1,1	0,2
Acenaftileno	0,9	1,9	1,4	0,1
Acetofenona	0,01	1,2	0,4	1,0
Antraceno	0,7	1,1	1,0	0,9
Benzo(a)antraceno	0,8	1,4	1,5	1,0
Benzo(a)pireno	0,7	1,2	0,9	0,9
Benzo(b) fluoranteno	0,7	1,4	1,2	1,2
Benzo(g,h,i)perileno	0,5	1,1	1,0	1,3
Benzo(k)fluoranteno	0,7	1,2	1,2	1,3
bis(2-Cloroetoxi)metano	0,3	0,4	0,3	0,7
bis(2-Cloroetil)éter	0,7	0,8	0,6	0,5
bis(2-Etilhexil)ftalato	0,01	0,8	0,5	0,2
4-Bromofenil fenil éter	0,1	0,3	0,2	0,2
Butilbencilftalato	0,01	0,6	0,3	0,1
4-Cloroanilina	0,01	0,4	0,4	0,6
4-Cloro-3-metilfenol	0,2	0,3	0,2	0,4
2-Cloronaftaleno	0,8	2,4	1,0	0,8
2-Clorofenol	0,8	0,8	0,7	0,5
4-Clorofenil fenil éter	0,4	0,7	0,5	0,3
Criseno	0,7	1,2	1,1	0,4
Dibenz(a,h)antraceno	0,4	1,1	1,0	0,2
Dibenzofurano	0,8	1,7	1,5	1,4

empleando la fuente HydroInert e H₂ como gas portador (también GC/MS), sólo en cinco compuestos se observó un intervalo lineal más estrecho: hexaclorobutadieno, 2,6-dinitrotolueno, dietilftalato, 2,4-dinitrotolueno y pentaclorofenol, donde los tres primeros fueron menores en un valor de concentración, empezando en 200 pg/μl en lugar de en 100 pg/μl y el intervalo de calibración del 2,4-dinitrotolueno fue de 0,1 a 75 ng/μl en el análisis con HydroInert e H₂. El intervalo de concentraciones del pentaclorofenol comienza en 500 pg/μl con el análisis por GC/MS con HydroInert y H₂ en lugar de en 100 pg/μl. En el caso del ácido benzoico, el análisis con HydroInert y H₂ como gas portador presentó el mismo intervalo de calibración, de 0,8 a 100 ng/μl, que con el helio como gas portador. El H₂ como gas portador con la fuente HydroInert conserva la sensibilidad, dado que la mayoría de los compuestos semivolátiles que se analizaron se pueden observar normalmente con helio como gas portador.

Compuesto	Factor de respuesta (FR) del método 8270E de la EPA ⁴	FR con helio GC/MS	FR con GC/MS HydroInert y H ₂	FR con GC/MS/MS HydroInert y H ₂
Di- <i>n</i> -butilftalato	0,01	1,3	0,8	0,8
3,3'-Diclorobencidina	0,01	0,5	0,4	0,1
2,4-Diclorofenol	0,2	0,3	0,2	0,4
Dietilftalato	0,01	1,4	1,0	0,6
Dimetilftalato	0,01	1,4	1,0	0,8
2,4-Dimetilfenol	0,2	0,3	0,3	0,4
4,6-Dinitro-2-metilfenol	0,01	0,2	0,1	0,01
2,4-Dinitrofenol	0,01	0,2	0,1	0,02
2,4-Dinitrotolueno	0,2	0,4	0,2	0,03
2,6-Dinitrotolueno	0,2	0,3	0,2	0,03
Di- <i>n</i> -octilftalato	0,01	1,3	0,8	0,4
Fluoranteno	0,6	1,2	1,2	0,4
Fluoreno	0,9	1,3	1,2	1,4
Hexaclorobenceno	0,1	0,3	0,3	0,4
Hexaclorobutadieno	0,01	0,2	0,2	0,4
Hexaclorociclopentadieno	0,05	0,3	0,1	0,03
Hexacloroetano	0,3	0,2	0,1	0,14
Indeno(1,2,3- <i>cd</i>)pireno	0,5	1,2	1,2	1,0
Isoforona	0,4	0,6	0,4	0,3
2-Metilnaftaleno	0,4	0,7	0,7	1,7
2-Metilfenol	0,7	0,7	0,6	0,5
4-Metilfenol	0,6	1,0	0,3	0,7
Naftaleno	0,7	1,1	1	0,9
2-Nitroanilina	0,01	0,4	0,23	0,05
3-Nitroanilina	0,01	0,3	0,18	0,03
4-Nitroanilina	0,01	0,3	0,21	0,13
Nitrobenzeno	0,2	0,3	0,2	0,3
2-Nitrofenol	0,1	0,2	0,11	0,1
4-Nitrofenol	0,01	0,2	0,14	0,05
N-Nitroso-di- <i>n</i> -propilamina	0,5	0,4	0,4	0,03
N-Nitrosodifenilamina	0,01	2,05	0,9	2,3
2,2'-Oxibis-(1-cloropropano)	0,01	0,45	0,54	0,03
Pentaclorofenol	0,05	0,18	0,1	0,1
Fenantreno	0,7	1,2	1,1	1,1
Fenol	0,8	0,9	0,7	0,3
Pireno	0,6	1,3	1,2	0,4
1,2,4,5-Tetraclorobenceno	0,01	0,38	0,31	0,23
2,3,4,6-Tetraclorofenol	0,01	0,36	0,17	0,07
2,4,5-Triclorofenol	0,2	0,3	0,3	0,2
2,4,6-Triclorofenol	0,2	0,3	0,2	0,2

En la Figura 9 se observa otro ejemplo de la retención del intervalo lineal, en la comparación del intervalo lineal del nitrobenzeno con helio como gas portador (Figura 9A en la parte superior) y con H₂ como gas portador y la fuente Hydrolnert (Figura 9B en la parte inferior). Las RSD porcentuales del FR promedio son significativamente parecidas entre los resultados obtenidos con helio e H₂ con la fuente Hydrolnert, con una RSD del 6,33 % con el helio y una RSD del 6,59 % con el H₂ como gas portador y la fuente Hydrolnert.

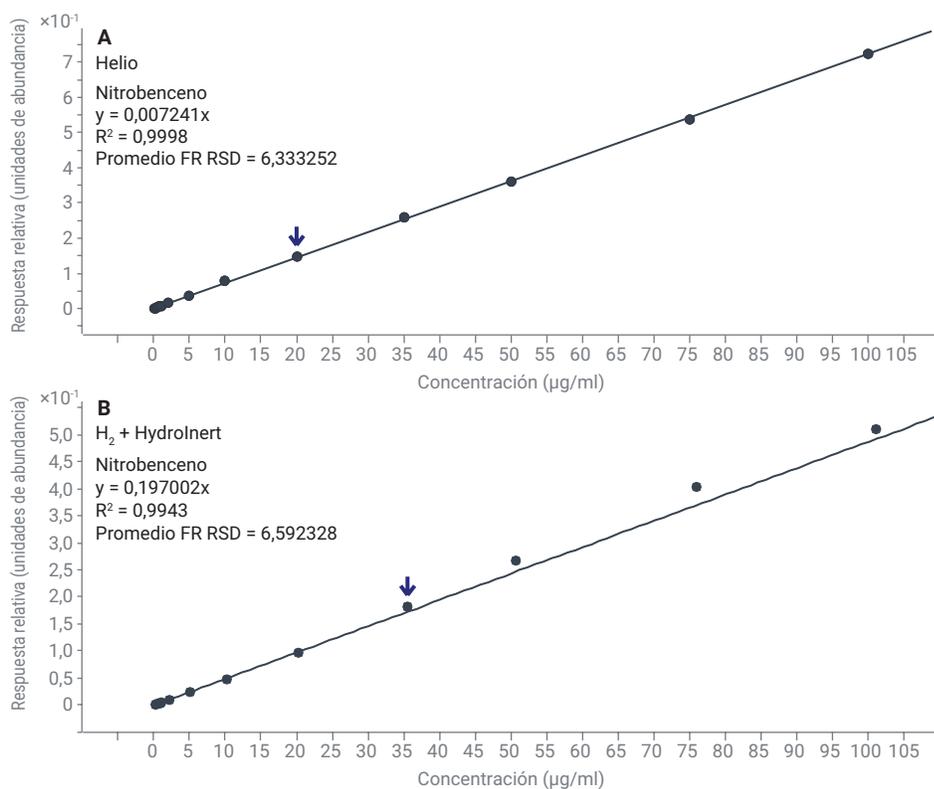


Figura 9. Intervalo lineal del nitrobenzeno (de 0,1 a 100 ng/µl) obtenido con un sistema de GC/MS con (A) helio y (B) H₂ como gas portador con la fuente Hydrolnert Agilent.

Los PAH son una clase de compuestos que han pasado a analizarse con H₂ en los sistemas de GC/MS y GC/MS/MS, dado que son hidrocarburos aromáticos muy estables.⁷ También se han analizado con la fuente Hydrolnert. Con el uso de la fuente Hydrolnert y el H₂ como gas portador, se ha observado una mejor forma del pico y mayor resolución en comparación con la fuente extractora con el mismo método y condiciones del gas portador, tal y como se muestra en las Figuras 10 y 11. Esto era más obvio con los PAH que eluyen más tarde, como el benzo(b)fluoranteno, el benzo(k)fluoranteno y el benzo(g,h,i)perileno (Figura 11).

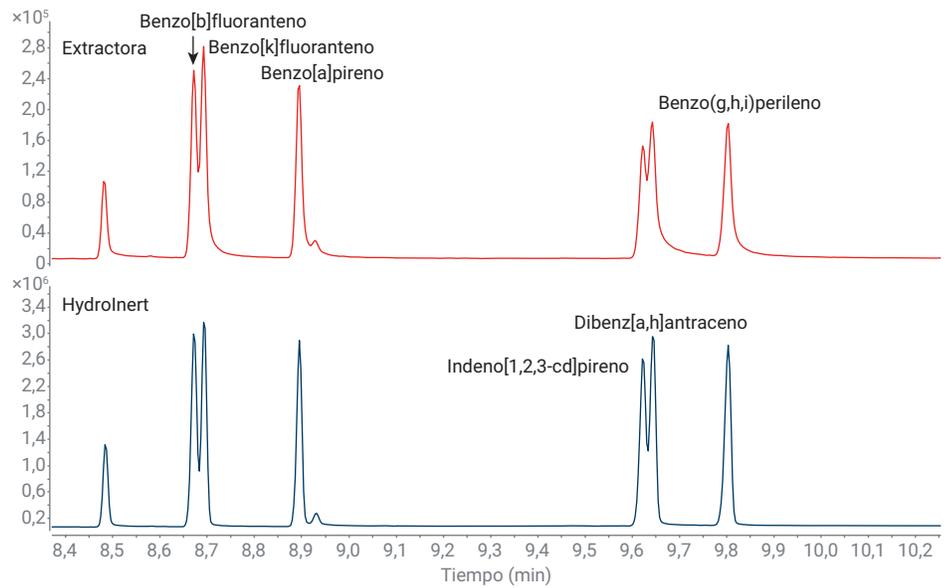


Figura 11. Ampliación de la región PAH de elución más tardía para comparar la forma del pico y la resolución de estos compuestos cuando se utiliza H₂ como gas portador con una fuente extractora y una fuente Hydrolnert Agilent a una concentración de 50 ng/μl.

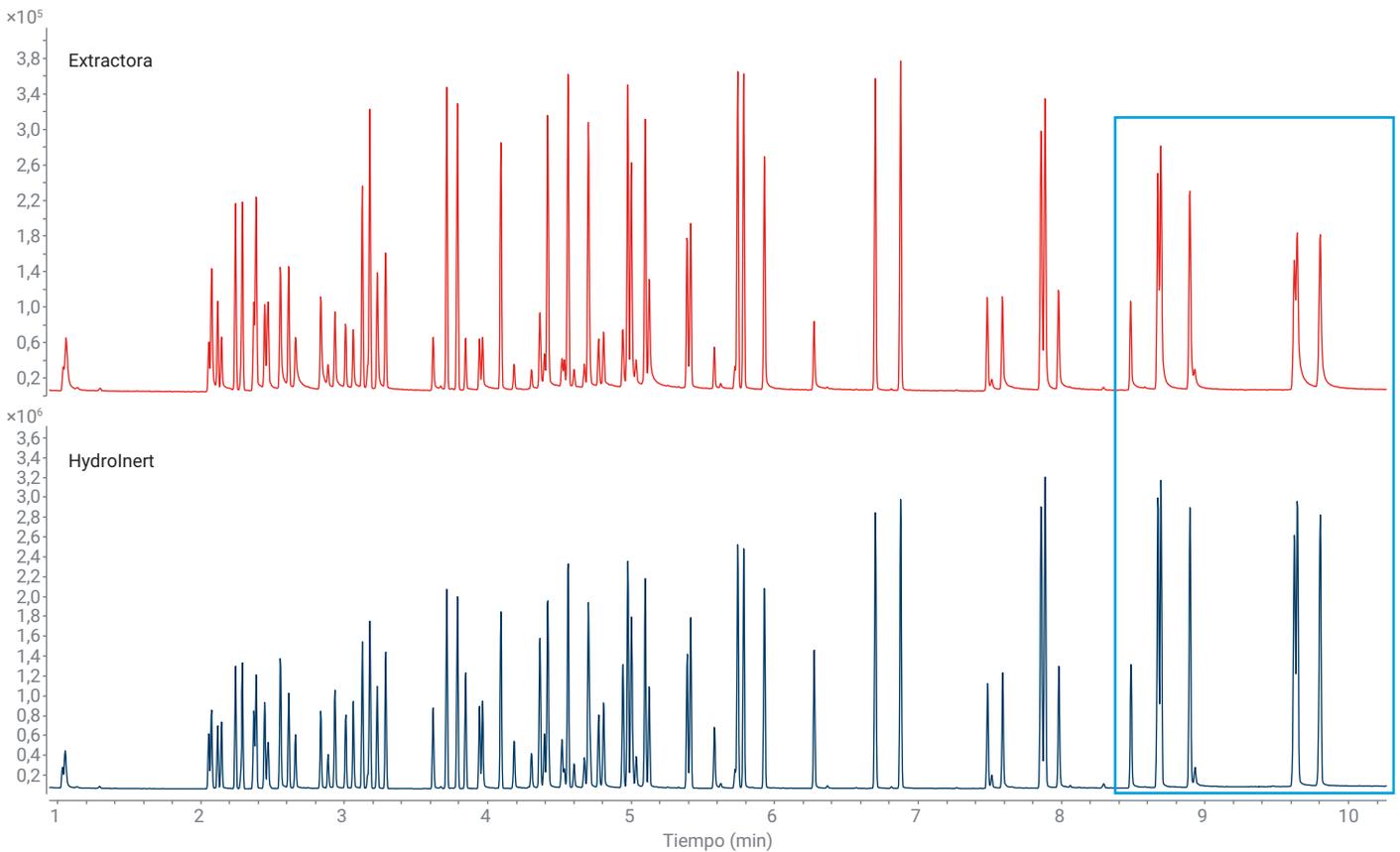


Figura 10. Comparación de la forma del pico y la resolución con H₂ como gas portador con una fuente extractora y una fuente Hydrolnert Agilent en un conjunto de 68 analitos de interés del método 8270 de la EPA a una concentración de 50 ng/μl.

Análisis de pesticidas

En el caso del análisis de pesticidas, se configuró un retroflujo en mitad de la columna en un sistema de GC 8890 y un sistema de GC/MS de triple cuádrupolo 7000E con dos columnas para GC HP-5ms Ultra Inert de 20 m × 0,18 mm y 0,18 μm conectadas a través de una Ultimate Union purgada (PUU) de Agilent y con H₂ como gas portador y fuente Hydrolnert. Esta configuración de columna con H₂ como gas portador permitió el uso de la base de datos Agilent de transiciones en modo de monitorización de reacciones múltiples (MRM) y tiempos de retención para pesticidas y contaminantes medioambientales (P&EP), que originalmente se había obtenido con un diseño de columna para GC HP-5ms Ultra Inert de 15 × 15 m (0,25 mm × 0,25 μm) con helio como gas portador. La configuración de 20 × 20 m tenía el tiempo de retención bloqueado. Se analizaron varios conjuntos de patrones de pesticidas para evaluar el espectro de masas de diferentes clases de compuestos que se observan habitualmente en el análisis de pesticidas, como los nitrocompuestos y los compuestos altamente clorados. Entre otros ejemplos de pesticidas de estas mezclas se encuentran la deltametrina, el etalfuralin, el fipronil, la ciflutrina, la permetrina, el captán, el paratión, la endrina y el heptacloro. Las mezclas de pesticidas se analizaron con H₂ como gas portador con una fuente Inert Plus y una lente de extracción de 3 mm, la lente que se recomienda para el análisis de trazas de pesticidas con helio, y con una fuente Hydrolnert con una lente de extracción de 9 mm. La primera ronda de análisis se llevó a cabo en modo de barrido para conocer si se conservaban los perfiles de fragmentación para ciertos pesticidas al usar H₂ como gas portador, si cambiaba la abundancia iónica o si se identificaban nuevos iones producto en ambas fuentes. El etalfuralin contiene dos grupos nitro y se pueden observar mejor los cambios en los iones más abundantes cuando se superponen los cinco EIC más importantes. La comparación de las fuentes se muestra en la Figura 12. Los cinco iones de mayor abundancia en el etalfuralin, según el espectro de masas registrado con helio, tienen *m/z* de 55, 276, 56, 316 y 292.

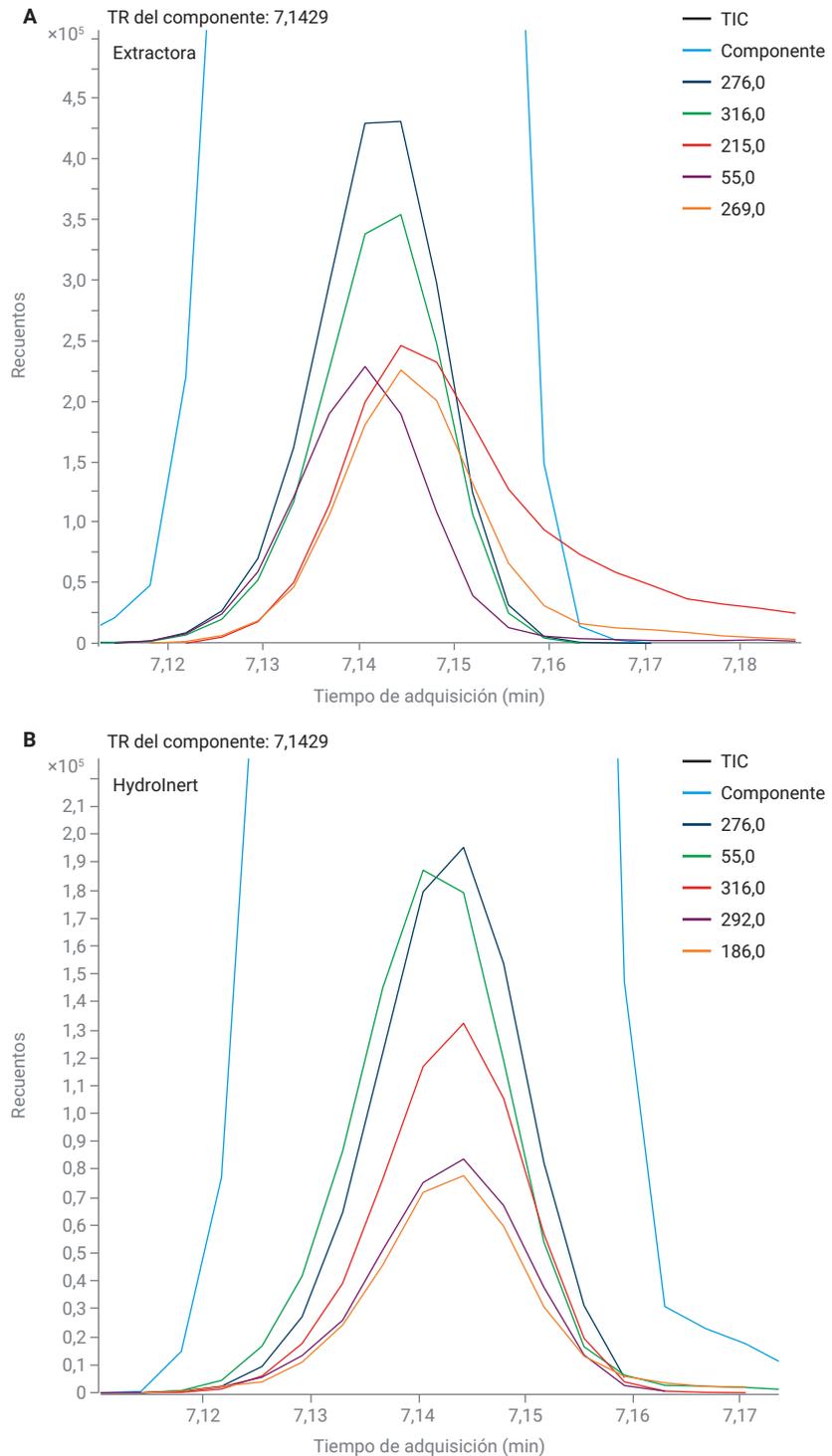


Figura 12. EIC de los cinco iones más abundantes del etalfuralin con H₂ como gas portador y (A) fuente extractora con lente de extracción de 3 mm y (B) fuente Hydrolnert Agilent con lente de extracción de 9 mm.

Si los grupos nitro se hidrogenan en la fuente, el espectro de masas contendrá una contribución significativa del m/z de 269, que no se refleja como ion importante en el espectro de masas de referencia obtenido con helio. En el caso de H_2 como gas portador y fuente extractora (Inert Plus), en la Figura 12A aparecen los cinco iones más abundantes, entre los que se encuentran los que tienen una m/z de 269 y 215, lo que indica hidrogenación en la fuente; también se observa una reorganización de los iones más abundantes, en los que la m/z de 55 pasa a ser la cuarta más abundante, con un incremento en la clasificación de la m/z de 316 m/z y la inclusión de la m/z de 215, cuya contribución es pequeña con respecto al espectro normal obtenido con helio. En comparación, en la Figura 12B del mismo experimento con la fuente HydroInert no aparece la m/z de 269 en los cinco iones más abundantes, lo que indica que no hay hidrogenación. La conservación

de la abundancia de iones prevista con la fuente HydroInert en presencia de H_2 permite que quienes desarrollen el método puedan emplear las mismas transiciones en modo de MRM o los mismos iones en modo de monitorización de iones seleccionados (SIM) y que el cambio al hidrógeno como gas portador precise menos tiempo.

Otro ejemplo de las diferencias entre la fuente extractora y la fuente HydroInert con H_2 como gas portador se observa con la deltametrina. La deltametrina es uno de los pesticidas con una estructura de ciano(4-fenoxifenil)metil-2,2-dimetilciclopropanocarboxilato; los compuestos de esta clase tienen grupos funcionales diferentes después de la estructura del ciclopropano. Estos compuestos también comparten un punto de escisión en el enlace C-O del grupo éster con un fragmento principal asociado a la m/z de 209, una estructura

de *m*-fenoxifenilacetoniitrilo. Este fragmento con una m/z de 209 aparece habitualmente en el espectro de masas de la deltametrina, pero con menor abundancia. Se revisaron los resultados de la deltametrina obtenidos mediante adquisición por barrido en el software MassHunter Unknowns Analysis y, en ciertos casos, no se identificó la deltametrina en el tiempo de retención típico de 18,17 minutos con la fuente extractora. En su lugar, se identificó el *m*-fenoxifenilacetoniitrilo, tal y como se muestra en la Figura 13A, con una gran abundancia de la m/z de 209 y sin abundancia del ion con una m/z de 253. En otros análisis con la fuente extractora, sí se identificó la deltametrina (Figura 13B), pero con LMS en el intervalo de 70-80 y con una gran abundancia de la m/z de 209. En la Figura 13C, se identificó la deltametrina con LMS de entre 91 y 94 y el espectro de masas procesado fue notablemente parecido al del espectro de la biblioteca del NIST (obtenido con helio) de la parte inferior.

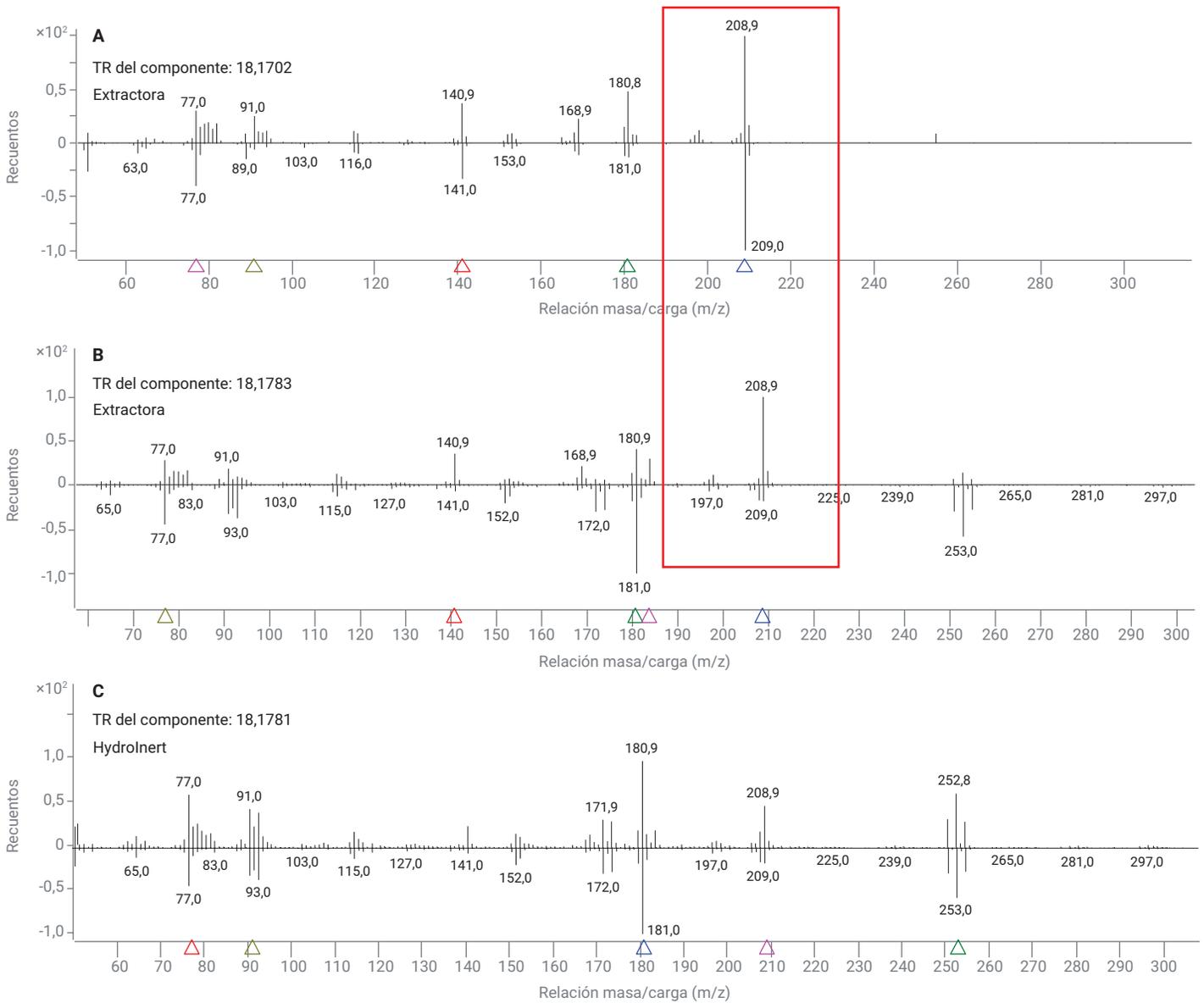


Figura 13. Comparación integral del espectro de masas procesado (parte superior de cada subfigura) con el espectro de masas de la biblioteca, NIST17.L (parte inferior de cada subfigura), de la deltametrina con H₂ como gas portador y (A) fuente extractora con lente de extracción de 3 mm, análisis 1, (B) fuente extractora con lente de extracción de 3 mm, análisis 2 y (C) fuente Hydrolnert Agilent con lente de extracción de 9 mm.

Compuestos orgánicos volátiles (VOC)

En el caso de los compuestos orgánicos volátiles, se recomienda una lente de extracción HydroInert de 6 mm, pero también se puede emplear una lente de extracción HydroInert de 9 mm. Se desarrolló un método para la identificación y la cuantificación rápidas de compuestos volátiles en concentraciones del orden de pocos $\mu\text{g/l}$ en muestras de agua. La combinación del muestreador de espacio de cabeza Agilent 8697, el sistema de GC 8890 y el sistema de GC/MSD 5977C, con H_2 como gas portador y la nueva fuente de EI HydroInert, ofrecen esta capacidad para varios compuestos volátiles

en agua. El enfoque con espacio de cabeza suele ofrecer una alternativa más sencilla al muestreo con purga y trampa si las normativas locales lo permiten. Los datos que aparecen en la Figura 14 se obtuvieron en modo de barrido a fin de hacer un cribado amplio con confirmación por espectro, dado que es posible determinar concentraciones más bajas de los compuestos de interés seleccionados con la adquisición en modo SIM. La identificación de los cuatro trihalometanos con sus iones más abundantes previstos demuestra la capacidad de la fuente HydroInert de evitar la deshalogenación en presencia de H_2 como gas portador. Además, la Tabla 6 muestra las LMS de la comparación de los espectros procesados con los espectros de la biblioteca del NIST. Las puntuaciones

de coincidencia de 80 y superiores indican la excelente retención del perfil de fragmentación normal al usar H_2 como gas portador con la fuente HydroInert, con respecto al espectro de masas de la biblioteca del NIST, que se ha obtenido con helio.

Tabla 6. Puntuaciones de coincidencia con la biblioteca del NIST obtenida con helio para una selección de trihalometanos en concentraciones bajas ($\mu\text{g/l}$) analizados con H_2 como gas portador y la fuente HydroInert Agilent.

	Tiempo de retención (minutos)	LMS NIST
Triclorometano	2,107	93
Bromodichlorometano	2,792	86
Dibromoclorometano	3,526	88
Tribromometano	4,267	80

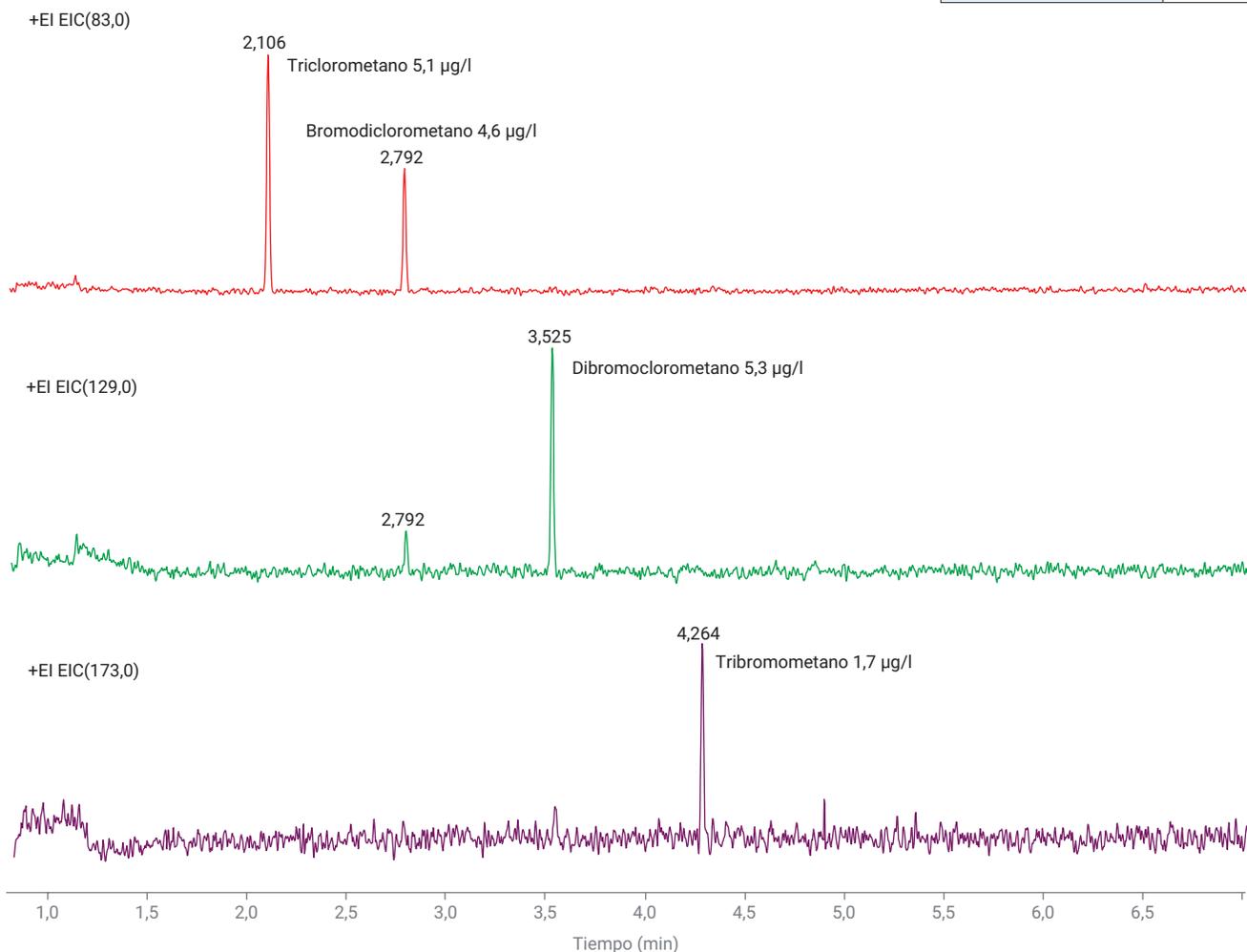


Figura 14. Cromatogramas de iones extraídos (EIC) de la m/z de 83, 129 y 173 con identificación y cuantificación de cuatro trihalometanos mediante análisis con un sistema de GC/MS con espacio de cabeza con H_2 como gas portador y fuente HydroInert Agilent.

Kits de actualización HydroInert y conjunto completo de la fuente

En la Figura 15 aparece un diagrama despiezado de una fuente HydroInert montada, con las piezas específicas de HydroInert marcadas en color morado (piezas 17, 12, 3, 4, 10 y 9 si se miran de izquierda a derecha en la figura). Además, el elemento número 16 (el conjunto de bloque calentador de la fuente), es especial para la fuente HydroInert y tiene grabado "H₂" en el anverso para indicar que la fuente HydroInert, que es compatible con H₂ como gas portador, se encuentra instalada en ese momento en un espectrómetro de masas. El resto del gráfico es igual que el que se observa con una fuente Inert Plus (o extractora). En la Tabla 7 figuran las piezas asociadas con cada número de la Figura 15. Las piezas 11, 13, 14 y 15 se introducen en la parte frontal del bloque calentador y no se muestran de forma individual en esta figura.

También se encuentran disponibles el conjunto completo de la fuente HydroInert (referencia G7078-67930) y el kit de actualización para GC/MSD HydroInert (referencia 5505-0083) para el sistema de GC/MSD Agilent 5977A con fuente extractora y el sistema de GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus. La fuente completamente montada está lista para instalarla en el espectrómetro de masas sin tener que intercambiar piezas de una fuente ya existente, algo necesario con el kit de actualización para GC/MSD HydroInert. Todas las piezas que se enumeran en la Tabla 8 están incluidas en el kit de actualización para GC/MSD HydroInert. La fuente HydroInert no es compatible con modelos anteriores de espectrómetros de masas, como el sistema de GC/MSD Agilent de la serie 5975 ni con las fuentes de acero inoxidable o inertes.

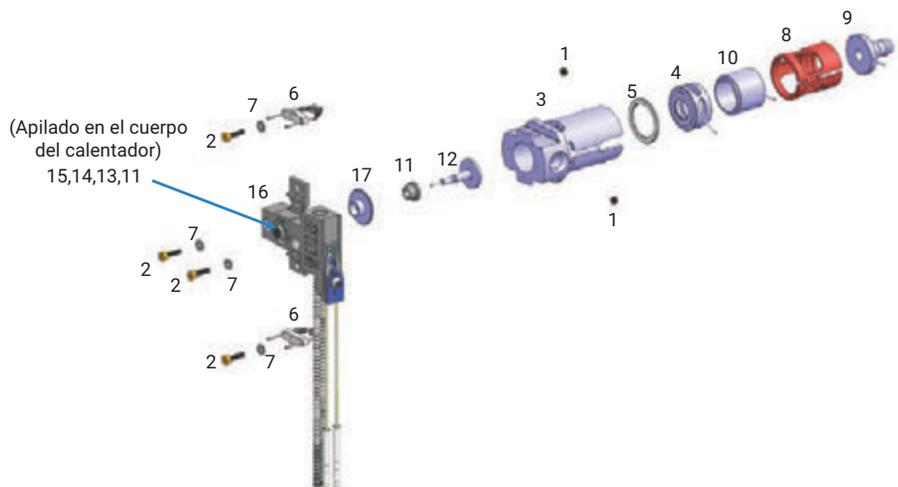


Figura 15. Despiece de una fuente HydroInert Agilent montada.

Tabla 7. Lista de piezas de una fuente HydroInert Agilent completamente montada para un sistema de GC/MS Agilent Inert Plus.

Número de artículo (Figura 15)	Nombre de la pieza	Referencia
1	Tornillos de fijación	G3870-20446
2	Tornillos	G3870-20021
3	Cuerpo de la fuente extractora*	G7078-20903
4	Lente de extracción de 9 mm*	G7078-20909
5	Aislante de la lente de extracción	G3870-20445
6	Filamento	G7005-60061
7	Arandela de resorte Arandela plana	3050-1301 3050-0982
8	Aislante de la lente	G3870-20530
9	Lente de entrada*	G7078-20904
10	Lente de enfoque de iones*	G7078-20905
11	Aislante de repeller	G1099-20133
12	Repeller*	G7078-20902
13	Arandela plana	3050-0891
14	Arandela de resorte Belleville	3050-1301
15	Tuerca de repeller	0535-0071
16	Conjunto de sensor/calentador de EI con H ₂ *	G7078-60910
17	Inserto*	G7078-20901

* Piezas específicas de HydroInert.

Se encuentran disponibles el conjunto completo de fuente Hydrolnert (referencia G7006-67930) y el kit de actualización para GC/MS de triple cuadrupolo Hydrolnert (referencia 5505-0084) para los sistemas de GC/MS de triple cuadrupolo Agilent 7000C/D existentes. Todas las piezas que se enumeran en la Tabla 9 están incluidas en el kit de actualización para GC/MSD de triple cuadrupolo Hydrolnert. Si el usuario cuenta ya con un sistema de GC/MS de triple cuadrupolo Inert Plus 7000C o 7000D, puede adquirir un kit de actualización para GC/MS de triple cuadrupolo Hydrolnert que incluye las piezas del espectrómetro de masas Hydrolnert que aparecen en la Figura 15, salvo la lente de entrada, que es una lente de entrada ampliada, diseñada específicamente para los sistemas de cuadrupolo en tándem.

Si se van a conservar varias fuentes en el laboratorio, las piezas de Hydrolnert se deben guardar por separado de las del resto de las fuentes, y deben estar con el conjunto de sensor/calentador de H₂ para que se pueda identificar fácilmente que se ha instalado una fuente (Hydrolnert) compatible con H₂ en el sistema de MS. Además, las piezas de triple cuadrupolo se deben almacenar por separado de las del cuadrupolo simple, dado que las lentes de entrada tienen diferentes longitudes y no se pueden intercambiar.

Tabla 8. Kit de actualización para GC/MSD Hydrolnert Agilent para los sistemas de GC/MSD 5977A Agilent con fuente extractora, GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus o GC/MSD 5977C Agilent, cuyas referencias y números de artículo se indican en la Figura 15.

Número de artículo (Figura 15)	Nombre de la pieza	Referencia
No está disponible	Actualización de GC/MSD Hydrolnert	5505-0083
17	Inserto*	G7078-20901
12	Repeller*	G7078-20902
3	Cuerpo de la fuente extractora*	G7078-20903
9	Lente de entrada*	G7078-20904
10	Lente de enfoque de iones*	G7078-20905
4	Lente de extracción de 9 mm*	G7078-20909
16	Conjunto de sensor/calentador de EI con H ₂ *	G7078-60910
No está disponible	Cable, lente de extracción	G7000-60827
11	Aislante de repeller (2 unidades)	G1099-20133

* Piezas específicas de Hydrolnert.

Tabla 9. Kit de actualización para GC/MS de triple cuadrupolo Hydrolnert Agilent para los espectrómetros de masas de triple cuadrupolo Agilent 7000C/D/E, cuyas referencias y números de artículo se indican en la Figura 15.

Número de artículo (Figura 15)	Nombre de la pieza	Referencia
No está disponible	Actualización de GC/TQ Hydrolnert	5505-0084
17	Inserto*	G7078-20901
12	Repeller*	G7078-20902
3	Cuerpo de la fuente extractora*	G7078-20903
9**	Lente de entrada ampliada*. **	G7006-60926
10	Lente de enfoque de iones*	G7078-20905
4	Lente de extracción de 9 mm*	G7078-20909
16	Conjunto de sensor/calentador de EI con H ₂ *	G7078-60910
No está disponible	Cable, lente de extracción	G7000-60827
11	Aislante de repeller (2 unidades)	G1099-20133

* Piezas específicas de Hydrolnert.

** Las lentes de entrada ampliadas para el sistema de MS/MS Hydrolnert son más largas que las lentes de entrada del sistema de MS de cuadrupolo simple.

Conclusión

La fuente HydroInert Agilent con H₂ como gas portador ofrece una alternativa más sostenible al helio como gas portador y contribuye a aumentar la eficiencia del H₂ como gas portador en los análisis por GC/MS y GC/MS/MS. La innovadora fuente se suministra completamente montada o formando parte de un kit de actualización para los sistemas de GC/MS y GC/MS/MS ya existentes. En cuanto a eficiencia, la fuente HydroInert conserva la fidelidad de los espectros de masas y permite al usuario seguir utilizando las bibliotecas de espectros de masas obtenidas con helio.

Referencias

1. Agilent EI GC/MS Instrument Helium to Hydrogen Carrier Gas Conversion, *Agilent Technologies user guide*, número de publicación 5994-2312EN, **2020**.
2. Quimby, B. et al. In-Situ Conditioning in Mass Spectrometer Systems, *Patente de Estados Unidos 8.378.293*, 19 de febrero, **2013**.
3. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Método 8270D. *Agencia de Protección del Medio Ambiente de Estados Unidos*, Revisión 4, febrero de **2007**.
4. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Método 8270E. *Agencia de Protección del Medio Ambiente de Estados Unidos*, Revisión 4, junio de **2018**.
5. Churley, M.; Quimby, B.; Andrianova, A. A Fast Method for EPA 8270 in MRM Mode Using the 7000 Series Triple Quadrupole GC/MS, nota de aplicación Agilent Technologies, número de publicación 5994-0691EN, **2019**.
6. Smith Henry, A. Analysis of Semivolatile Organic Compounds with Agilent Sintered Frit Liner by Gas Chromatography/Mass Spectrometry, nota de aplicación Agilent Technologies, número de publicación 5994-0953EN, **2019**.
7. Andrianova, A.; Quimby, B. Optimized PAH Analysis Using Triple Quadrupole GC/MS with Hydrogen Carrier, nota de aplicación Agilent Technologies, número de publicación 5994-2192EN, **2020**.

www.agilent.com

DE97431848

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
Impreso en EE. UU., 21 de junio de 2022
5994-4889ES