

Sistema JetClean de Agilent Manual de funcionamiento

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2024

No se permite la reproducción de parte alguna de este manual bajo cualquier forma ni por cualquier medio (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

G7077-95052

Edición

Primera edición, octubre de 2024 Impreso en EE.UU.

Agilent Technologies, Inc. 5301 Stevens Creek Boulevard Santa Clara, CA 95051

Garantía

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

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de PRECAUCIÓN indica un peligro. Llama la atención 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 entienda y cumpla completamente las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de ADVERTENCIA indica un peligro. Llama la atención 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 prosiga tras un aviso de ADVERTENCIA hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

Contenido

1 Introducción

Concepto general 6

Dos modos de funcionamiento 7

¿Qué modo debería utilizar? 8

Configuración del instrumento para el funcionamiento del sistema JetClean 9

Selección del modo del sistema JetClean en MassHunter 11

2 Modo Clean Only (Solo limpieza)

Concepto 14

Concepto de la ejecución del modo Clean Only (Solo limpieza) tras un lote de muestras **18**

Concepto de la ejecución del modo Clean Only (Solo limpieza) tras el análisis de cada muestra **20**

Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Clean Only (Solo limpieza) **21**

Optimización de parámetros (valores programados) 23

Métodos predeterminados 28

Métodos predeterminados del modo Clean Only (Solo limpieza) para sistemas 7000 **28**

Métodos predeterminados del modo Clean Only (Solo limpieza) para sistemas 7010 29

Métodos predeterminados del modo Clean Only (Solo limpieza) para sistemas 597X **29**

Método de ejemplo para el modo Clean Only (Solo limpieza) 32

3 Modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

Concepto 36

Funcionamiento del sistema JetClean en el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) **38** Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) **40**

4 Resolución de problemas

Procedimiento general de resolución de problemas 44 Resolución de problemas del sistema JetClean 45

5 Hardware

Uso previsto 48 Sistemas compatibles 48 Funcionamiento y mantenimiento del sistema 49 Advertencias generales 49 Tuberías de suministro de hidrógeno 50 Precauciones relacionadas con el equipo 51 Precauciones durante el funcionamiento 52 Tuberías de hidrógeno 53 Recomendaciones generales 53 Tuberías de suministro de hidrógeno 54 Sistemas de suministro de hidrógeno 54 Conexiones de las tuberías de suministro de gas de los reguladores de presión 55 Cambio del filtro de suministro de hidrógeno 56 Sintonización de un sistema de MS serie 5975/5977 para un método del modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) 58 Sintonización de un sistema de MS de triple cuadrupolo serie 7000E/7010C para un método del modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) 59 Limpieza manual de la fuente de iones 61 Precauciones generales en el laboratorio 62

Concepto general 6

Dos modos de funcionamiento 7

¿Qué modo debería utilizar? 8

Configuración del instrumento para el funcionamiento del sistema JetClean 9

Selección del modo del sistema JetClean en MassHunter 11

El sistema JetClean de Agilent le permite aumentar sensiblemente el número de muestras que puede procesar antes de tener que limpiar de forma manual la fuente de iones. En este capítulo se resume el concepto en el que se basa el funcionamiento del sistema JetClean.

Concepto general

Concepto general

Durante el funcionamiento del sistema JetClean, se introduce una pequeña cantidad de hidrógeno en el volumen de iones de la fuente de iones mientras el filamento emite electrones, lo que genera especies de hidrógeno reactivas. Cada vez que se realiza este proceso, se elimina contaminación de la fuente de iones, siempre en función de las condiciones y la naturaleza de la contaminación. Esto ofrece las siguientes ventajas:

- Reducción del ruido de fondo (ruido químico).
- Recuperación de los límites "perdidos" de detección de compuestos.
- Reducción de las necesidades de limpieza manual.

No obstante, con el paso del tiempo y a pesar del proceso realizado por el sistema JetClean, los contaminantes menos reactivos pueden acumularse en la óptica de la fuente de iones, lo que exigirá limpiar manualmente la fuente. Mediante la aplicación meticulosa de este proceso y el uso de los parámetros del sistema JetClean, se puede conseguir que el proceso manual se tenga que realizar de forma mucho menos frecuente.

Dos modos de funcionamiento

Dos modos de funcionamiento

El sistema JetClean permite emplear dos modos distintos:

- Modo Clean Only (Solo limpieza): En este modo, el hidrógeno se introduce en el sistema una vez que las muestras se han procesado. Cuando utilice este modo, deberá crear un nuevo método que se utilizará para el proceso del sistema JetClean, mientras que los métodos existentes de procesado de muestras no sufrirán cambios.
- Modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza): En este modo, las muestras se analizan por GC/MS con una fuente de ionización por impacto electrónico (EI) y, al mismo tiempo, se introduce una pequeña cantidad de hidrógeno en el volumen de iones para eliminar o reducir los contaminantes. Cuando utilice este modo, deberá modificar los métodos de adquisición existentes para incluir un flujo reducido de hidrógeno que resulte adecuado para su aplicación.

Cada modo ofrece ventajas y desventajas en función de las variables de su sistema, incluidas las siguientes:

- Las muestras que esté procesando y su matriz y su grado de limpieza o contaminación.
- Los analitos de interés.
- Los procedimientos operativos estandarizados (SOP).
- El flujo de trabajo o los lotes de muestras existentes.

Asimismo, habrá otros aspectos que se harán evidentes a medida que se familiarice con el sistema JetClean.

¿Qué modo debería utilizar?

¿Qué modo debería utilizar?

Para decidir qué modo del sistema JetClean (Clean Only (Solo limpieza) o Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)) es el más adecuado para usted, debe considerar las variables específicas de su sistema (por ejemplo, el tipo de muestras, la eficacia de la limpieza y las características químicas del analito) y evaluar el impacto que cada modo tendrá en su flujo de trabajo.

Aunque cada situación es diferente, a continuación se indican algunos de los aspectos principales que debe tener en cuenta.

1 ¿Qué compuestos necesita analizar?

Los **compuestos polares**, así como los compuestos que contengan oxígeno, nitrógeno, azufre o fósforo, pueden reaccionar con el pequeño flujo de hidrógeno (a nivel de trazas) utilizado en el proceso del sistema JetClean y afectar a los límites de detección o a las correspondencias espectrales. En ese caso, es posible que el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) no resulte adecuado. El modo Clean Only (Solo limpieza) podría ser una mejor solución.

Por otra parte, los **compuestos no polares**, así como otros compuestos muy estables (PAH, PCB, etc.), presentarán una reactividad limitada con el hidrógeno, por lo que podrían obtenerse buenos resultados con el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza).

2 ¿Tendrá que modificar sus procedimientos operativos estandarizados?

Cuando utilice el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza), deberá modificar sus métodos analíticos de GC/MS para incluir el hidrógeno durante el análisis de muestras. Si sus métodos están integrados en SOP validados, puede que esto le exija modificar y volver a validar sus SOP.

Por otra parte, el modo Clean Only (Solo limpieza) no requiere un nuevo método de adquisición y, en función de las operaciones de su laboratorio, puede que solo sea necesario añadirlo a sus SOP de mantenimiento de sistemas. Sin embargo, es posible que los métodos de adquisición y SOP existentes no requieran cambios y que no sea necesario volver a validarlos.

Configuración del instrumento para el funcionamiento del sistema JetClean

Configuración del instrumento para el funcionamiento del sistema JetClean

Una vez que sepa qué modo va a utilizar, debe configurar su sistema según se describe a continuación.

En la vista Instrument Control (Control instrumental), seleccione
 Instrument > Configure MS Gases (Instrumento > Configurar gases de MS)
 para acceder al cuadro de diálogo Gas Control Configuration (Configuración de control de gas). (Consulte la Figura 1).

Gas Control Config	uration				
Controller Ty	/pe				
○ None					
 JetClean - El o 	nly system				
O Cl/JetClean - E	I/CI system				
Gas Configu	ration				
Channel A gas	None	Ŧ		Other	
Channel B gas	Hydrogen	Ŧ		Other	
Turn off hydrog	en gas if inactive ((min)			
		_			
			ОК	Cancel	Help



- 2 Seleccione una opción en la sección Controller Type (Tipo de controlador).
- 3 Seleccione JetClean El only system (JetClean Sistema únicamente de El) si su sistema de control de flujo no es compatible con la ionización química (Cl). Este ajuste configurará el hidrógeno como gas del canal B.

Configuración del instrumento para el funcionamiento del sistema JetClean

- 4 Seleccione CI / JetClean EI/CI system (CI/JetClean Sistema de EI/CI) si el diseño de su sistema es compatible con los sistemas de CI y JetClean. Este ajuste le permite configurar el hidrógeno como gas del canal B para usarlo en el sistema JetClean y un gas reactivo de CI en el canal A.
- 5 Configure el suministro de hidrógeno:
 - Si va a utilizar un controlador JetClean El only system (JetClean -Sistema únicamente de El), introduzca un tiempo en el campo Turn off hydrogen gas if inactive (Cortar el suministro de hidrógeno en caso de inactividad). Este es el tiempo que transcurrirá antes de cortar el suministro de hidrógeno del sistema JetClean una vez que se haya completado la ejecución del método del sistema JetClean.
 - Si va a utilizar un controlador CI / JetClean EI/CI system (CI/JetClean -Sistema de EI/CI) para el funcionamiento del sistema JetClean, seleccione el hidrógeno en el menú desplegable Channel B gas (Gas del canal B) e introduzca un tiempo en el campo **Turn off hydrogen gas if** inactive (Cortar el suministro de hidrógeno en caso de inactividad). Asegúrese de que ese tiempo sea mayor que el tiempo entre análisis por GC para que el suministro de hidrógeno permanezca activado.

Selección del modo del sistema JetClean en MassHunter

Selección del modo del sistema JetClean en MassHunter

Una vez que haya decidido qué modo va a usar y haya configurado su sistema, debe seleccionar el modo correspondiente de la forma siguiente:

- 1 Haga clic en el icono **MS Parameters** (Parámetros de MS) de la ventana **Instrument Control** (Control instrumental).
- 2 Haga clic en JetClean (JetClean). (Consulte la Figura 2).
- 3 Seleccione un modo en el menú desplegable **Operation** (Operación). (Consulte la **Figura 2**).
 - No Cleaning (Sin limpieza): El sistema JetClean permanecerá apagado. Cierre la válvula manual de cierre del suministro de hidrógeno del sistema JetClean. Si la válvula manual ha permanecido cerrada, sea cual sea el período de tiempo, habrá que purgar el controlador de flujo másico (MFC) antes de utilizarlo.
 - Clean Only (Solo limpieza): En el modo de funcionamiento Clean Only (Solo limpieza), no se analizarán muestras. Únicamente se introducirá hidrógeno en la fuente durante este período de mantenimiento. El análisis de muestras se realizará de la forma habitual, usando helio puro como gas portador. (Consulte "Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Clean Only (Solo limpieza)" en la página 21).

Selección del modo del sistema JetClean en MassHunter

 Acquire & Clean (Adquisición y limpieza): Se introducirá hidrógeno de forma continua en la muestra que llega a la fuente de iones. (Consulte "Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)" en la página 40).

Triple Quadrupole MS M	ethod Editor		
Method Acquisition Chromatograms Timed Events Instrument Curves Tune File Parame JetClean Convert to dMPM	operation sters	No Cleaning No Cleaning Clean Only Acquire & Clean	Friple cuadrupolo
SIM Real-Time Plot Ti	imed Events JetClean No Cleaning No Cleaning Clean Only Acquire & Clean	~	MSD

Figura 2 Editor de métodos: panel de selección de modo del sistema JetClean (arriba: triple cuadrupolo; abajo: MSD)

Rellene los campos de las pantallas que aparecen en la imagen según corresponda para su método. (Consulte **"Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Clean Only (Solo limpieza)"** en la página 21 y **"Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)"** en la página 40 para obtener más información).

Concepto 14

2

Concepto de la ejecución del modo Clean Only (Solo limpieza) tras un lote de muestras 18

Concepto de la ejecución del modo Clean Only (Solo limpieza) tras el análisis de cada muestra 20

Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Clean Only (Solo limpieza) 21

Optimización de parámetros (valores programados) 23

Métodos predeterminados 28

Método de ejemplo para el modo Clean Only (Solo limpieza) 32

2 Modo Clean Only (Solo limpieza) Concepto

Concepto

El modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean es independiente de la adquisición de muestras estándar y utiliza un método completamente específico y diferente de los métodos de adquisición de muestras. No tendrá que hacer modificación alguna en los métodos existentes de adquisición de muestras.

El modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean requiere hacer un estudio para determinar el número de muestras que pueden analizarse antes de tener que ejecutar el método **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean y qué parámetros se deben aplicar en el método del sistema JetClean. Habitualmente, todos los analistas observan la misma tendencia general. Cuando el sistema está limpio y no presenta fugas, las respuestas de los compuestos y los límites de detección son adecuados durante el análisis de las muestras. Llegado un cierto momento, los límites de detección comenzarán a degradarse, lo que exigirá realizar mantenimiento. Podría ser necesario sustituir el séptum y el liner, cortar la columna, apretar la férrula, etc., lo que hará que se restauren los límites de detección. El examen cuidadoso de los archivos de sintonización automática puede revelar problemas específicos de la fuente, aparte de fugas o problemas relacionados con el sistema de GC. Generalmente, ese es el momento en el que la fuente reguerirá un acondicionamiento térmico, una actualización de los factores de ganancia o una limpieza manual. Antes de que el sistema alcance este estado, el analista podría, basándose en su experiencia, aplicar un método **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean breve y poco intenso para evitar la degradación de la fuente. De hecho, el método Clean Only (Solo limpieza) del sistema JetClean puede considerarse como una herramienta adicional análoga al acondicionamiento térmico de la fuente para eliminar la contaminación. El método Clean Only (Solo limpieza) del sistema JetClean es mucho más eficaz que el acondicionamiento térmico por sí solo. La Figura 3 sirve como ilustración de la situación.

Concepto



Factor de respuesta en función del lote: condiciones de funcionamiento Figura 3 estándar

La Figura 3 en la página 15 muestra la situación analítica asociada a los resultados de respuesta de un patrón a medida que se analizan lotes de muestras de forma secuencial. De izquierda a derecha, se observa que, a medida que se van adquiriendo lotes de muestras, se produce un deterioro evidente de la respuesta (factor) desde la respuesta inicial (en el lote 0) y hasta alcanzar el sexto lote. Al llegar al sexto lote, la reducción de la respuesta es aproximadamente >20 %, lo que indica que el sistema de GC requiere mantenimiento y aparece marcado en la figura con un círculo verde (es probable que no se esté utilizando retroflujo rápido en la columna).

Tras el mantenimiento del sistema de GC, la respuesta mejora, sin llegar a alcanzar el valor anterior (10 para el lote 0). Esto significa que se ha producido una cierta degradación de la fuente y de su contribución a la respuesta.

Se adquirieron otros 6 lotes y se realizó un nuevo mantenimiento del sistema de GC (en el lote 12), y este procedimiento se repitió en los lotes 18 y 24.

Sin embargo, tras realizar el mantenimiento en el lote 24, en el lote 25 se observó una reducción de la respuesta aproximadamente >15 % respecto a la respuesta inicial, lo que se consideró inaceptable; por lo tanto, se venteó el sistema de MS y se limpió la fuente, lo que se indica mediante una marca cuadrada en el lote 26.

La respuesta prácticamente se recuperó y, gracias a que la fuente se "regeneró" mediante inyecciones continuas, regresó al valor de respuesta inicial del lote 0.

Concepto

La secuencia de lotes prosiguió, realizando el mantenimiento del sistema de GC cada 6 lotes, de forma coherente con la pérdida de respuesta; asimismo, fue necesario realizar el mantenimiento del sistema de GC y la limpieza de la fuente del sistema de MS en los lotes 50, 75, etc.

La **Figura 4** muestra la situación al igual que en el caso anterior, pero ejecutando el modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean después de cada lote.





Sigue siendo necesario realizar el mantenimiento del sistema de GC cada 6 lotes (aunque no se indica, puede apreciarse al igual que en el caso anterior). Sin embargo, el mantenimiento de los sistemas de GC y MS no es necesario hasta el lote 90; es decir, se lleva a cabo cada 90 lotes en lugar de cada 25 lotes, lo que supone una reducción sustancial de las necesidades de mantenimiento del sistema de MS. Esto ilustra lo que puede ofrecer el sistema JetClean.

Es importante señalar que esta estrategia del gráfico de control, aunque se suele aplicar, no es estrictamente correcta y a menudo induce a errores. Del mismo modo que la relación señal-ruido no es un buen indicador, esta estrategia debe sustituirse por otra que se centre en los límites de detección del método.

2 Modo Clean Only (Solo limpieza) Concepto

En función de los resultados que obtenga en los estudios de sus muestras y de la frecuencia de mantenimiento necesaria, podría implantar el modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean:

- después de analizar un lote de muestras;
- después de analizar una sola muestra (si aprecia una degradación del rendimiento justo después de adquirir esa muestra).

En la siguiente sección se describe con mayor amplitud este concepto. Las pruebas de investigación ayudarán a determinar una solución idónea para alargar el ciclo de limpieza manual de la fuente de iones a la hora de analizar tipos específicos de muestras.

Es importante ser consciente de que el sistema JetClean no sirve para reemplazar aspectos como la preparación correcta de las muestras o el mantenimiento ante problemas del sistema de GC, como fugas; asimismo, los usuarios deben valorar la implantación del retroflujo (rápido y en la columna) (kit universal de retroflujo con PCT para GC/MS (G1472A)), que ha demostrado una fiabilidad excelente a la hora de prevenir la degradación de los límites de detección de compuestos asociada a la fuente.

Concepto de la ejecución del modo Clean Only (Solo limpieza) tras un lote de muestras

Concepto de la ejecución del modo Clean Only (Solo limpieza) tras un lote de muestras

A continuación, se describe el procedimiento general que debe seguir para aplicar el modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean tras analizar un lote de muestras.

- Cree un método estándar de adquisición Clean Only (Solo limpieza) del sistema JetClean.
 Comience por el método de acondicionamiento más ligero, que se describe más adelante.
- 2 Analice las muestras de la forma habitual con su método estándar de adquisición de muestras.
- 3 Si observa pérdida de señal o ruido de fondo, lleve a cabo las tareas de resolución de problemas rutinarias estándar (mantenimiento del liner y la columna para GC, prueba de fugas, actualización del factor de ganancia, acondicionamiento térmico del analizador, sintonización automática, etc.). (Consulte "Resolución de problemas" en la página 43).
 - **a** Si tras realizar las tareas de resolución de problemas y mantenimiento rutinarias se recupera la señal o se elimina el ruido de fondo, reanude el procesado de muestras de la forma habitual.
 - **b** Si las tareas de resolución de problemas no mejoran los resultados, ejecute el método **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean.
- 4 Tras ejecutar el método **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean, analice una muestra para comprobar el grado de eficacia del sistema JetClean.
 - **a** Si los resultados mejoran de forma satisfactoria, reanude el procesado de muestras de la forma habitual.
 - b Si los resultados mejoran, pero no lo suficiente, realice ajustes muy pequeños en los valores programados del método Clean Only (Solo limpieza) del sistema JetClean y vuelva a ejecutar dicho método. (Por ejemplo, incremente la cantidad de hidrógeno añadida o el tiempo de exposición).

Concepto de la ejecución del modo Clean Only (Solo limpieza) tras un lote de muestras

c Si los resultados empeoran, puede que haya llegado el momento de hacer una limpieza manual. Esto también podría deberse a otro problema habitual de las fuentes que se han limpiado, que se abordará más adelante en este documento.

Es importante tener en cuenta que la expresión "los resultados" hace referencia a la capacidad del sistema para detectar compuestos de interés (y no solamente la señal o la relación señal-ruido), así como a consideraciones relativas a la fidelidad espectral, el ruido de fondo del sistema, etc.

Concepto de la ejecución del modo Clean Only (Solo limpieza) tras el análisis de cada muestra

Concepto de la ejecución del modo Clean Only (Solo limpieza) tras el análisis de cada muestra

Por lo general, para ejecutar el modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean después de analizar cada muestra, debería hacer lo siguiente:

- Cree un método muy corto para el modo Clean Only (Solo limpieza) del sistema JetClean, diseñado para ejecutarse después de analizar cada muestra.
- 2 Analice la muestra 1 de la forma habitual con su método normal de adquisición de muestras.
- 3 Ejecute el método del sistema JetClean.
- 4 Analice la muestra 2 de la forma habitual.
- 5 Ejecute el método del sistema JetClean.
- 6 Siga ejecutando el método del sistema JetClean y analizando muestras normales de forma alterna hasta que observe un aumento de los límites de detección.
- 7 Cuando observe ese problema, lleve a cabo las tareas de mantenimiento y resolución de problemas rutinarias estándar (prueba de fugas, actualización del factor de ganancia, acondicionamiento térmico, sintonización automática, etc.). (Consulte "Resolución de problemas" en la página 43).
 - Si los resultados mejoran, reanude el procedimiento alterno de procesado de muestras y ejecución del método del sistema JetClean conforme a lo descrito anteriormente.
 - Si los resultados no mejoran, puede que sea necesario limpiar manualmente la fuente de iones o reducir o aumentar la intensidad del método del sistema JetClean.

Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Clean Only (Solo limpieza)

Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Clean Only (Solo limpieza)

Si utiliza el modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean, acceda a los parámetros de ese modo y rellénelos según corresponda en función de su método.

- 1 Haga clic en el icono **MS Parameters** (Parámetros de MS) de la ventana **Instrument Control** (Control instrumental).
- 2 Seleccione JetClean (JetClean). (Consulte la Figura 2 en la página 12).
- 3 Seleccione la opción **Clean Only** (Solo limpieza) del menú desplegable **Operation** (Operación). (Consulte la **Figura 2** en la página 12).
- 4 Escriba los parámetros especificados por el desarrollador de métodos. (Consulte la Figura 5).
- 5 Guarde el método.

Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Clean Only (Solo limpieza)

Operation Clean Only leaning ydrogen Flow (mL/min)	~			Operation Class 0	
Operation Clean Only leaning ydrogen Flow (mL/min)	~			Operation Clean D	
lament mission (μΑ) ource Temperature (*C) uadrupole Temperature (*C) uration (min)	0.67 (Limited to steps of 0.06 2 10 230 150 1.3	66 mL/min)		Cleaning Hydrogen flow Filament	
Post Cleaning for Post Cleaning, the Source as room the temperature settings in Itabilization Duration (min)	nd Quadrupole temperatures the Tune File associated wit	are derived this method.		Source Temperature Quadrupole Temperature Duration	230 °C 150 °C 1.3 min
	Apply Ok	Reset Cano	cel Help	Post Cleaning	
				For Post Cleaning, the S derived from the temper with this method.	ource and Quadrupole temperatures are ature settings in the Tune File associated
				Stabilization Duration	10.0 min
	unit (min) adrupole Temperature (°C) adrupole Temperature (°C) ation (min) DST Cleaning r Post Cleaning, the Source a the Temperature settings in abilization Duration (min)	Apply 0k	Apply 0k Reset Cam	Apply 0k Percet Help	Based Quy 230 Care Temperature (°C) 150 adrupole Temperature (°C) 150 ation (min) 1.3 Dist Cleaning Source Temperature r Post Cleaning the Source and Quadrupole temperatures are derived m the temperature settings in the Tune File associated with this method. abilization Duration (min) 10 Duration Post Cleaning Post Cleaning For Post Cleaning Apply 0k Peset Help For Post Cleaning, the S derived from the temperature With this method Stabilization Duration Stabilization Duration

Figura 5 Modo Clean Only (Solo limpieza) del sistema JetClean

Optimización de parámetros (valores programados)

Optimización de parámetros (valores programados)

El hidrógeno puede resultar agresivo para el filamento; por este motivo, el método **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean utiliza el segundo filamento y deja el primer filamento como filamento analítico. (Durante el funcionamiento en el modo de CI, solo habrá disponible un filamento).

Para conseguir analizar el máximo número posible de muestras con un deterioro mínimo de la fuente, existen varios parámetros que puede ajustar, probar y reajustar durante el desarrollo del método **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean para obtener unos resultados óptimos. Entre esos parámetros se incluyen los siguientes:

- Tiempo
- Flujo de hidrógeno
- Emisión
- Temperatura de la fuente
- Número de muestras entre usos sucesivos del sistema JetClean
- Tipo de muestras
- Otros parámetros

Es importante obtener el mínimo flujo posible de hidrógeno y, a la vez, conseguir unos buenos resultados. En primer lugar, comience usando el ajuste mínimo que crea que será eficaz. Si los resultados no son satisfactorios, aumente el flujo y repita la prueba.

- Si el flujo de hidrógeno es demasiado pequeño, la limpieza de la fuente no será adecuada.
- Si el flujo de hidrógeno es excesivo, se producirá un "sobreacondicionamiento" de la fuente (trataremos este tema más adelante).

Al aplicar el proceso **Clean Only** (Solo limpieza), ya sea de forma manual o mediante la ejecución del método en una secuencia, se generará un archivo de datos de barrido para el proceso de acondicionamiento. Este archivo de datos contiene información útil que permitirá determinar el grado de acondicionamiento.

Optimización de parámetros (valores programados)

ΝΟΤΑ

El método debe configurarse para recoger estos datos de barrido en un intervalo adecuado para el instrumento (este aspecto se describe a continuación).

La **Figura 6** en la página 24 muestra un ejemplo de un cromatograma de iones extraídos (EIC) de un archivo de datos del modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean obtenido con un sistema 5977B con una fuente HES. Los iones extraídos con una relación de m/z de 55, 57 y 91 son ejemplos de iones que indican la contaminación de fondo: los valores de m/z de 55 y 57 corresponden a hidrocarburos, el valor de m/z de 91 corresponde a compuestos aromáticos, etc.

Como puede observar, los iones indican que no todas las especies tienen exactamente la misma cinética ni las mismas abundancias iniciales o finales. Puede determinar qué grado de tratamiento es adecuado para sus compuestos y sus análisis.

Valore la posibilidad de realizar un tratamiento leve y rápido durante unos 1,5 minutos, otro más extenso durante unos 3,5 minutos o incluso uno de mayor duración. Mediante la manipulación de los parámetros, puede utilizar períodos cortos de tratamiento para eliminar diversos grados de contaminación.





Optimización de parámetros (valores programados)

El planteamiento para estudiar estos aspectos es secuencial y se basa en la siguiente lógica.

Usando en primer lugar los parámetros predeterminados, trate una fuente contaminada y, a continuación, reanude el funcionamiento. Si los resultados son insuficientes, alargue primero la duración del tratamiento e increméntela hasta un tiempo de análisis de alrededor de 10 minutos. Llegado ese punto, la duración de los tratamientos empezará a ser demasiado larga; por lo tanto, acórtela hasta 1 o 2 minutos y duplique o triplique el flujo de hidrógeno. Continúe haciéndolo hasta que el valor programado del flujo de hidrógeno alcance alrededor de la mitad del flujo máximo recomendado para ese tipo de fuente. A continuación, reduzca el tiempo y el flujo e incremente la emisión.

El último cambio que debe aplicarse a los parámetros es el aumento de la temperatura de la fuente. Esto resulta útil para eliminar depósitos muy recalcitrantes, pero agrega tiempo al proceso, ya que la fuente debe enfriarse hasta alcanzar la temperatura de funcionamiento; por lo tanto, suele emplearse como último recurso.

Al igual que sucede en la limpieza manual estándar, existe un período de estabilización del analizador. Tras la limpieza manual, el proceso prosigue con el acondicionamiento térmico y la resintonización; sin embargo, el modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean permite otras estrategias adicionales, de las cuales la realización de inyecciones en el analizador es la que ofrece mejores resultados. En lugar de recurrir a la alternativa de usar un ajuste de tiempo de estabilización largo, se emplean un ajuste corto que se compensa mediante varias inyecciones con pesticidas) que estabilizan el sistema. Al final de este proceso y antes de analizar lotes de muestras, habrá que realizar una resintonización.

Existe la posibilidad de "sobreacondicionar" una fuente, lo que producirá colas en los picos de aquellos compuestos que no estén asociados a problemas en el sistema de GC. Tenga presentes estas circunstancias y los parámetros del modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean para evitarlas en el futuro.

La **Tabla 1** en la página 26, la **Tabla 2** en la página 26 y la **Tabla 3** en la página 27 incluyen valores predeterminados e intervalos de los parámetros importantes. Consulte estas tablas durante el desarrollo de su propio método del modo Clean Only (Solo limpieza) del sistema JetClean.

Optimización de parámetros (valores programados)

Tabla 1Intervalos de los parámetros del sistema JetClean para los sistemas 5975, 5977A/B y
7000A/B/C/D

Parámetro/ Valor programado inicial	Límite inferior	Límite superior	Comentario
Flujo de hidrógeno: modo Clean Only (Solo limpieza) 0,67 ml/min	0,13 ml/min	3,52	Los incrementos del flujo son de 0,069 Ncm ³ /min. La configuración estándar de la lente de extracción de 3 mm no debería requerir un valor superior a unos 3,5 ml/min para ningún valor programado del modo Clean Only (Solo limpieza).
Emisión (μΑ) 10 μΑ	10	35	El incremento de la emisión y el flujo es el aspecto que genera mayores efectos en la aceleración de la limpieza de la fuente. Para acortar el tiempo, incremente estos dos parámetros.
Duración (min)	1 min	120	Aunque el límite superior es alto, una ventaja del sistema JetClean es el ahorro de tiempo; por lo tanto, estudie valores más agresivos de los parámetros.
Temperatura de la fuente Utilice el ajuste del archivo de sintonización de funcionamiento.	150 °C	350 °C	En primer lugar, utilice la temperatura de la fuente del archivo de sintonización de su método de adquisición para ahorrar tiempo. Haga lo mismo para la temperatura del cuadrupolo.
Flujo de hidrógeno: modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) 0,13	0,13 ml/min	0,49 ml/min	En la mayoría de las aplicaciones, se utilizarán ajustes muy bajos para el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) (<0,5 ml/min) y el valor de este parámetro se aumentará aplicando pequeños incrementos.

Tabla 2Intervalos de los parámetros del sistema JetClean para los sistemas5977B con fuente HES y 7010 con fuente HES o HES 2.0

Parámetro/Valor programado inicial	Límite inferior	Límite superior	Comentario
Flujo de hidrógeno: solo para el modo Clean Only (Solo limpieza) 0,67 ml/min	0,13 ml/min	3,52	Los incrementos del flujo son de 0,069 Ncm ³ /min. Ningún valor programado de un método Clean Only (Solo limpieza) debe ser superior a unos 3,5 ml/min.
Emisión (μΑ) 10 μΑ	10	100	El valor máximo recomendado es de 50 µA; los valores programados bajos requerirán un cierto tiempo de estabilización.

Optimización de parámetros (valores programados)

Tabla 2Intervalos de los parámetros del sistema JetClean para los sistemas
5977B con fuente HES y 7010 con fuente HES o HES 2.0

Parámetro/Valor programado inicial	Límite inferior	Límite superior	Comentario
Duración (min) 1 min	1 min	120	Aunque el límite superior es alto, una ventaja del sistema JetClean es el ahorro de tiempo; por lo tanto, estudie valores más agresivos de los parámetros.
Temperatura de la fuente. Utilice los ajustes del archivo de sintonización de funcionamiento.	150 °C	350 °C	En primer lugar, utilice la temperatura de la fuente del archivo de sintonización de su método de adquisición para ahorrar tiempo. Haga lo mismo para la temperatura del cuadrupolo.
Flujo de hidrógeno: modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)	0,13 ml/min	0,53 ml/min	

Tabla 3Parámetros de barrido del modo Clean Only (Solo limpieza) del sistema
JetClean por instrumento y tipo de fuente

Parámetro	5975 5977A/B/C	5977B/C HES 7000A/B/C/D	7010 HES 7010 HES 2.0
• eV	70 eV	70 eV	70 eV
• Factor de ganancia [*]	1	0,2	0,2
• Modo	Barrido	Barrido/Barrido MS1	Barrido MS1
• Masa inicial [†]	29	29/45	29/45
• Masa final	300	300	300
• Tiempo/Muestras	2^5	2^5/250 ms (5)	250 ms (5)
• Umbral	25	25	25

 * El factor de ganancia debe ajustarse en función de los parámetros para mantener unos recuentos totales <10⁵ para cualquier corriente iónica (debe estar activada una función de ahorro del multiplicador de electrones (EM)). A medida que aumenten la corriente y el flujo de H₂, se incrementarán los recuentos iónicos.

Si la masa inicial aparece a un valor de m/z de 29, indicará la presencia de N₂H⁺, lo que implicará que existe flujo de H₂ y que el proceso está en funcionamiento. Después, debería incrementarse el límite inferior de masa para adaptarlo al intervalo de interés, quizá hasta un valor de m/z igual o superior a 50; no obstante, aquí se menciona un valor de 45 (por encima del CO₂).

Manual de funcionamiento del sistema JetClean de Agilent

2 Modo Clean Only (Solo limpieza) Métodos predeterminados

Métodos predeterminados

MassHunter incluye métodos que puede utilizar como punto de partida para desarrollar sus propios métodos Clean Only (Solo limpieza) del sistema JetClean. Una vez que haya instalado MassHunter, encontrará estos métodos en las ubicaciones indicadas a continuación.

Consulte la **Tabla 1** en la página 26, la **Tabla 2** en la página 26 y la **Tabla 3** en la página 27 para obtener más información y conocer los intervalos de los parámetros importantes de cada método.

Métodos predeterminados del modo Clean Only (Solo limpieza) para sistemas 7000



Métodos predeterminados del modo Clean Only (Solo limpieza) para sistemas 7010

Métodos predeterminados del modo Clean Only (Solo limpieza) para sistemas 7010



Métodos predeterminados del modo Clean Only (Solo limpieza) para sistemas 597X



Manual de funcionamiento del sistema JetClean de Agilent

Métodos predeterminados del modo Clean Only (Solo limpieza) para sistemas 597X

Estos métodos hacen referencia al archivo de sintonización, que a su vez determina qué fuentes son compatibles.

- Para fuentes de acero inoxidable, inertes o extractoras, utilice el método CleanOnly.atune.m.
- Para fuentes de CI, utilice el método CleanOnly.EI-Clsource.m.

Tabla 4 Modo Clean Only (Solo limpieza): parámetros de los métodos predeterminados

Método	Тіро	Flujo de H_2	Emisión	Filamento	Fuente	Analizador	Tiempo	Estabilización
CleanOnly.atune.m	Modo Clean Only (Solo limpieza)	0,7	20	2	230	150	1,3	10
CleanOnly.etune.m	Modo Clean Only (Solo limpieza)	0,7	20	2	230	150	1,3	10
CleanOnly.HES_Atune.m	Modo Clean Only (Solo limpieza)	0,7	10	2	230	150	1,3	10
CleanOnly.El-Clsource.m	Modo Clean Only (Solo limpieza)	0,7	20	1	230	150	1,3	10

Puede cambiar el archivo de sintonización especificado en el método.

Todos los métodos incluyen seis parámetros de monitorización del sistema de MS. Dichos parámetros son los siguientes:

- Fuente del sistema de MS
- Cuadrupolo del sistema de MS
- Operación de limpieza
- Flujo de H_2 (ml/min)
- Emisión (µA)
- Filamento

Todos los parámetros de monitorización del sistema de GC estarán desactivados, ya que dicho sistema no interviene en el método.

Métodos predeterminados del modo Clean Only (Solo limpieza) para sistemas 597X

El método de GC estará configurado en Inlet and Injection Parameters (Inyector y parámetros de invección): la opción "Other/None" (Otros/Ninguno) estará seleccionada en Sample Inlet (Inyector de muestras) y la opción "Valve/Immediate Start" (Válvula/Inicio inmediato), en Injection source (Fuente de inyección). Los métodos predeterminados que se incluyen ya incorporan esta configuración; además, cualquier otro método de adquisición (existente) que se adapte para el modo Clean Only (Solo limpieza) debe modificarse conforme a esta configuración para evitar invecciones de muestra en el modo Clean Only (Solo limpieza). El flujo de la columna y el resto de los parámetros de GC (p. ej., la línea de transferencia, la temperatura del invector, etc.) pueden permanecer inalterados. Para crear un método Clean Only (Solo limpieza) a partir de métodos existentes de GC-MS, asegúrese de hacer cambios en Inlet and Injection Parameters (Inyector y parámetros de inyección) según lo indicado anteriormente, confirmar esos cambios y, por último, guardar el método. Si el sistema de GC intenta inyectar una muestra durante la ejecución de un método Clean Only (Solo limpieza), deberá revisar esos parámetros de configuración.

Tras cargar un método, los parámetros de monitorización reflejarán el estado del instrumento en ese momento. Durante la ejecución del método, se aplicarán los parámetros de la **Tabla 4**. Los tiempos **Cleaning and Stabilization** (Limpieza y estabilización) (tiempo posterior al análisis) pueden monitorizarse consultando la sección **Retention Time Clock** (Reloj de tiempos de retención).

Método de ejemplo para el modo Clean Only (Solo limpieza)

Método de ejemplo para el modo Clean Only (Solo limpieza)

La **Figura 7** en la página 32, la **Figura 8** en la página 33 y la **Figura 9** en la página 34 muestran parámetros predeterminados de un método **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean para un instrumento de triple cuadrupolo 7000/7010 y un instrumento de MSD 5977.

Cada uno de los métodos **Clean Only** (Solo limpieza) predeterminados del sistema JetClean incluirá ajustes específicos para la combinación correspondiente de instrumento y fuente de iones.

Consulte la **Tabla 1** en la página 26, la **Tabla 2** en la página 26 y la **Tabla 3** en la página 27 para obtener más información y conocer los intervalos de los parámetros importantes de cada método.

Triple cuadrupolo

MSD

Method Acquisition Chromatograms Timed Events Instrument Curves Tune File Parameters Jac(Eean Convert to dMRM Filament Ceaning Filament Canvert 2 Convert 2	Operation Clean Only Cleaning Hydrogen flow	0.13 mL/min
Emission (µA) 10 Source Temperature (°C) 230 Quadrupole Temperature (°C) 150 Duration (min) 1.3 Post Cleaning For Post Cleaning, the Source and Quadrupole temperatures are derived from the temperature settings in the Tune File associated with this method. Stabilization Duration (min) 10	Filament Emission Source Temperature Quadrupole Temperature Duration	[limited to steps of 0.0666 mL/min] Filament 2 10 μA 230 °C 150 °C 1.3 min
Apply Dk Reset Cancel Heb	Post Cleaning For Post Cleaning, the Sou derived from the temperatury with this method. Stabilization Duration	rice and Quadrupole temperatures are re settings in the Tune File associated

Figura 7 Ejemplo de un método Clean Only (Solo limpieza) del sistema JetClean: parámetros de tratamiento

Método de ejemplo para el modo Clean Only (Solo limpieza)

thod	Tune File		Run	Time			Sc	an Segment	s					
Acquisition Chromatograms Timed Events Instrument Curves	atunes.eihs		Browse.	. Rur	time (min) Delay (min)	1		Ę	1 3 5		≁ £	16 h	C	
Tune File Parameters	Source Parameters			Tim	e Filter				Segment Name	MS1 Start Mass	MS1 End Mass	Scan Time (ms)	Data Samples	Expected ScanTime (ms)
nvert to dMRM	lon Source	El			Off			1	Background	45	300	250	6	248
	Source Temperature (°C)	230			On									
	Electron Energy Mode	Use Tune Set	ina	~ 0	Variable*									
	Electron Energy (eV)	70	-		Time (min)	Peak Width (se	9C)							
	Detector Setting													
	 Use Gain Factor 													
	O Use Delta EMV			v	Automatically \$	Subtract Baseline								
	EM Saver	Limit 1E+08		* 🗆 -	Advanced MRI	M/SIM filtering								
				* The	feature is instr	ument dependent								
Time S	Time Segments													
			n Park	5				:						
		Electror	· [+]] [.]	Coloriated										
	(min) Scan Type	Energy (eV)	EMV (V)	EMV (V)	Gain Save	ed # of lons	CanEditStartTime							
	1 .25 MS1 Scan	- 70		1045.1	.2	v								
								e.	can Daramot	ere				
								3		eis				
									Step size (amu)	0.1	2			
									Profile Data	25				
					4		47.6	1						

Figura 8 Ejemplo del editor de métodos del sistema de triple cuadrupolo: parámetros de adquisición

Método de ejemplo para el modo Clean Only (Solo limpieza)

Tune File							SIM	Real-Time Plo	Timed Events J	etClean		
HES_atune.u	u	Q	📃 Run Time		10.00 min			mla	Dural Time	Plat Ion	l shal	
Tune Type	El		Solvent Delay		0.25 min		•	74.10	100		Laber	
Tune EMV	1200		Detector Setting				*					
CI Gas Valve			I race ion L	Detection								
CI Flow	%	*	EM Setting	Gain Factor	\sim							
	Actual Setpoint		Gain Factor	0.20)							
MS Source	Current is 230	du	Applied EM Vo	ltage (V) 118	5							
MS Quad	download. 150	лу	🗹 EM Saver									
			Limit	Sum Limit 1e	8 (Default)	~						
equisition Typ	SIM	\sim										
n Time Segm	nents				1							
Time	Start Mass End Mass Th	nreshold	Scan Speed (u/s	s) Frequences) (scans/s	cy Cycle Time ec) (ms)	Step Size (m/z)						
0.	0.25 50.00 550.00	150	1,562 [N=	2] ~	2.9 34	2.63 0.1						
1 Time Segm	nents	Number	Total Dwell	Cycle	Burghainn G	ain Calculated						
1 Time Segm Time	nents Group Name	Number of lons	Total Dwell Time (ms)	Cycle Time (Hz)	Resolution F.	ain Calculated actor EMV						
1 Time Segm Time 0	nents Group Name	Number of lans 1	Total Dwell Time (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution G F	ain Calculated actor EMV 1185						
/Time Segm Time O	nents Group Name 1.25 1	Number of lons 1	Total Dwell Time (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution G F Low V	ain Calculated sctor EMV 1165						
4 Time Segm Time O	ents Group Name 3.25 1	Number of lons 1	Total Dwell Time (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution G E Low V	ain Celoulated EMV 1165						
1 Time Segm Time 0	hents Group Name 3.25 1	Number of lons 1	Total Dwell Time (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution G	ain Calculated EMV 1185						
1 Time Segm Time O	nents Group Name 1.25 1	Number of lons 1	Total Dwell Time (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution G Low V	ain Calculated sctor EMV 1185						
1 Time Segm Time 0	nerts Group Name 1.25 1	Number of lons 1	Total Dwell Time (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution F Low V	ain Calculated sctor EMV 1185						
1 Time Segm Time 0	nents Group Name 2.25 1	Number of lons 1	Total Dwell Time (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution G F. Low V	ain Calculated EMV 1195						
1 Time Segm Time 0	nerks Group Name 325 1	Number of lons 1	Total Dwell Time (ms) 100	Cycle Time (H2) 8.3333	Resolution 6 F	ain Colculated EMV 1185						
1 Time Segm Time 0	ierts Group Name 0.25 1	Number of lons 1	Total Dwell Time (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution G Low V	ain Calculated sctor EMV 1185						
1 Time Segm Time 0	nents Group Nane 125 1	Number of lons 1	Total Dwell Time (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution G E Low V	ain Calculated sctor EMV 1195						
1 Time Segmu Time 0	nerts Group Name 225 1	Number of lons 1	Total Dwell Tine (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution F Low V	ain Calculated ENV 1105						
1 Time Segm Time 0	terks Group Name	Number of lons 1	Total Dwel Time (ms) 100	Cycle Time (Hz) 8.3333	Resolution F	ain Calculated EMV 1185				οr	Cand	

Figura 9 Ejemplo del editor de métodos del sistema de MSD: parámetros de adquisición

Concepto 36

3

Funcionamiento del sistema JetClean en el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) 38

Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) 40

Concepto

Durante el funcionamiento normal sin el sistema JetClean, se depositará una cierta cantidad de contaminación en la fuente de iones cada vez que se procese una muestra. Con el paso del tiempo, la contaminación acumulada obligará a detener el sistema y a limpiar manualmente la fuente de iones.

Cuando utilice el sistema JetClean en el modo **Acquire & Clean** (Adquisición y limpieza), cada vez que analice una muestra, se introducirá una pequeña cantidad de hidrógeno en el sistema junto con ella. Una vez que el hidrógeno llegue a la fuente de iones, se producirá una reacción química en ella que eliminará una parte de la contaminación asociada a las muestras (aunque no toda). Con el tiempo, llegará un momento en el que deberá limpiar manualmente la fuente de iones. Sin embargo, gracias a la eliminación de una pequeña cantidad de contaminación de la fuente cada vez que se procese una muestra, aumentará sensiblemente el número de muestras que puede procesar antes de tener que realizar una limpieza manual completa de la fuente de iones.

Dado que este proceso requiere un método modificado de procesado de muestras, existen algunos aspectos que hay que tener en cuenta antes de aplicarlo.

- Si va a analizar compuestos no polares (es decir, que no contengan oxígeno, nitrógeno, azufre ni otros grupos muy polares) que presenten una reactividad escasa o nula con el hidrógeno, es posible que pueda integrar el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) del sistema JetClean en su flujo de trabajo.
- Si va a analizar compuestos polares (es decir, que contengan oxígeno, nitrógeno, azufre u otros grupos muy polares) que puedan reaccionar con el hidrógeno, asegúrese de que la introducción de hidrógeno le permite seguir cumpliendo los requisitos cualitativos y cuantitativos. Si no es así, podría ser más recomendable utilizar el modo Clean Only (Solo limpieza) del sistema JetClean.
- Dado que necesitará modificar su método de procesado de muestras, es posible que necesite volver a validarlo. En cambio, el modo Clean Only (Solo limpieza) no requiere modificar su método existente de procesado de muestras.

ADVERTENCIA

Si utiliza disolventes clorados en este proceso, debe asegurarse de que el retardo de los disolventes sea adecuado. Si no se eliminan los disolventes y el sistema JetClean funciona en esas condiciones, eso podría anular la garantía del sistema de GC/MS.

Compruebe cuidadosamente que se haya producido la elución o la eliminación de todo el disolvente antes de energizar el filamento. A continuación, se indican algunos ejemplos de disolventes cuya eliminación resulta crucial antes de encender el filamento:

- Diclorometano (DCIM)
- Cloroformo
- Tetracloruro de carbono
- Disulfuro de carbono

Funcionamiento del sistema JetClean en el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

Funcionamiento del sistema JetClean en el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

En general, el flujo de trabajo de procesado on-line del sistema JetClean será similar al que se describe a continuación.

- 1 Cree el método analítico **Acquire & Clean** (Adquisición y limpieza) del sistema JetClean.
 - **a** En primer lugar, utilice una fuente de iones limpia.
 - **b** Modifique su método de procesado de muestras para incluir la mínima cantidad posible de hidrógeno.
 - c Analice los patrones de la forma habitual y compruebe los resultados. Puede que sea necesario reajustar los factores de ganancia o incluso las relaciones iónicas.
 - Si los resultados obtenidos para los compuestos son satisfactorios (es decir, si las señales de los iones de los compuestos no se degradan ni se ven afectadas por nuevas interferencias iónicas y los compuestos no presentan colas ni otros problemas cromatográficos), valore incrementar el flujo de hidrógeno y volver a revisar los resultados. El objetivo es utilizar el flujo máximo de hidrógeno que no afecte a los resultados, ya que esto permitirá conseguir un acondicionamiento óptimo de la fuente.
 - Si los resultados empeoran y dejan de cumplir los criterios analíticos, y tampoco se puede añadir ningún flujo de hidrógeno durante el análisis, valore usar el modo Clean Only (Solo limpieza).
 - **d** Una vez que el método **Acquire & Clean** (Adquisición y limpieza) parezca funcionar de forma adecuada, comience a analizar muestras de la forma habitual.
- 2 Utilice el método Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) del sistema JetClean para adquirir las muestras. Continúe analizando muestras de la forma habitual mientras los resultados sean aceptables.
- 3 Si observa pérdida de señal o ruido de fondo, lleve a cabo las tareas de resolución de problemas rutinarias estándar (mantenimiento del inyector y la columna para GC, prueba de fugas, actualización del factor de ganancia, acondicionamiento térmico, sintonización automática, etc.). (Consulte "Resolución de problemas" en la página 35).

Funcionamiento del sistema JetClean en el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

4 Si las tareas de resolución de problemas no mejoran los resultados, podría ser necesario aplicar el modo Clean Only (Solo limpieza) a la fuente o realizar una limpieza manual.

Puede aumentar el flujo de hidrógeno hasta que observe efectos adversos que afecten al análisis, como espectros degradados, colas en los picos, límites de detección deteriorados, etc. Incluso con un ajuste de flujo reducido, un valor próximo a los valores mínimos admisibles (0,15, 0,21 o 0,28 ml/min) debería resultar eficaz para alargar el tiempo entre limpiezas manuales sucesivas sin que se produzca una degradación analítica sustancial.

Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

Los parámetros de limitación del flujo de hidrógeno asociados al modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) están ubicados en la pantalla que se muestra en la página siguiente.

- 1 Haga clic en el icono **MS Parameters** (Parámetros de MS) de la ventana **Instrument Control** (Control instrumental).
- 2 Cargue el método elaborado para el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) junto con el archivo de sintonización correspondiente. El flujo de hidrógeno del archivo de sintonización debe coincidir con el valor especificado en el método del sistema JetClean.
- 3 Seleccione JetClean (JetClean). (Consulte la Figura 10 en la página 41).
- 4 Seleccione Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) en el menú desplegable Operation (Operación).
- 5 Introduzca en el campo Hydrogen Flow (Flujo de hidrógeno) el valor indicado por el desarrollador de métodos. (Consulte la Figura 10 en la página 41). Dicho flujo de hidrógeno debe coincidir con el valor utilizado en el archivo de sintonización.
- 6 Guarde el método.

Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

Triple Quadrupole MS Method Edit	tor	
 Method Acquisition Chromatograms Timed Events Instrument Curves Tune File Parameters 	Operation Acquire & Clean Triple cuad Cleaning	drupolo
JetClean Convert to dMRM	Hydrogen Flow (mL/min) 0.13 (Limited to steps of 0.0666 mL/min) Note: The Acquire & Clean mode of operation introduces Hydrogen into the flow path during acquisition which will affect the characteristics of the resulting spectra. As such, any use of Acquire & Clean mode methods must be fully validated before use.	
	SIM Real-Time Plot Timed Events JetClean Operation Acquire & Clean Cleaning	MSD

Figura 10 Pantalla de limitación del flujo de hidrógeno del modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

3

Modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) Configuración de los parámetros del sistema JetClean para el modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

4 **Resolución de problemas**

Procedimiento general de resolución de problemas 44 Resolución de problemas del sistema JetClean 45

4 Resolución de problemas

Procedimiento general de resolución de problemas

Procedimiento general de resolución de problemas

Cuando la monitorización del ruido de fondo del sistema y de la intensidad o uniformidad de la señal indique que es necesario resolver algún problema, lleve a cabo estas tareas de resolución de problemas rutinarias en el orden indicado a continuación. Después de cada paso, analice una muestra para comprobar si se ha solucionado el problema.

- 1 Lleve a cabo el mantenimiento del inyector y la columna del sistema de GC.
- 2 Lleve a cabo una prueba de fugas; si existen fugas, elimínelas. Realice siempre una prueba de fugas de aire y agua antes de hacer circular hidrógeno por su sistema. Si hay alguna fuga, el hidrógeno puede provocar daños extremadamente graves.
- **3** Actualice el factor de ganancia.
- 4 Realice el acondicionamiento térmico del sistema y, a continuación, vuelva a comprobar el factor de ganancia.
- 5 Sintonice y calibre de nuevo el instrumento.

Si los pasos anteriores no resuelven los problemas, limpie manualmente la fuente de iones. Consulte el manual de funcionamiento de su sistema para obtener información sobre cómo realizar la limpieza manual de la fuente de iones.

Si los resultados obtenidos con su sistema son satisfactorios y está utilizando el modo **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean, ejecute el método **Clean Only** (Solo limpieza) del sistema JetClean y, a continuación, reanude el procesado normal de muestras.

4 Resolución de problemas

Resolución de problemas del sistema JetClean

Resolución de problemas del sistema JetClean

A la hora de configurar el sistema JetClean, asegúrese de que todas las líneas se hayan purgado adecuadamente.

Cuando vaya a utilizar el sistema JetClean en cualquiera de los modos (**Clean Only** (Solo limpieza) o **Acquire & Clean** (Adquisición y limpieza)), observe el ajuste del medidor de iones cuando el flujo esté activado.

También puede realizar un barrido con un factor de ganancia bajo para asegurarse de que esté entrando hidrógeno en la fuente de iones.

Aparte del propio ion H_2^+ , existen ciertos iones específicos con valores de m/z que indicarán la presencia de hidrógeno: 3 (H_3^+), 5 (HeH^+), 19 (H_3O^+) 29 (N_2H^+), etc. La presencia intensa del ion con un valor de m/z = 29 es un buen indicador de que hay hidrógeno en el interior de la fuente.

4

Resolución de problemas Resolución de problemas del sistema JetClean

Uso previsto 48

Sistemas compatibles 48

Funcionamiento y mantenimiento del sistema 49

Precauciones relacionadas con el equipo 51

Precauciones durante el funcionamiento 52

Tuberías de hidrógeno 53

Cambio del filtro de suministro de hidrógeno 56

Sintonización de un sistema de MS serie 5975/5977 para un método del modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) 58

Sintonización de un sistema de MS de triple cuadrupolo serie 7000E/7010C para un método del modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza) 59

Limpieza manual de la fuente de iones 61

Precauciones generales en el laboratorio 62

5 Hardware Uso previsto

Uso previsto

Utilice los productos de Agilent únicamente de la forma descrita en las guías del usuario de dichos productos. De lo contrario, podrían producirse daños en el producto o lesiones personales. Agilent no se responsabiliza de los daños causados, ya sean totales o parciales, como consecuencia del uso indebido de los productos, de las modificaciones, los ajustes o los cambios no autorizados realizados en los productos, del incumplimiento de los procedimientos descritos en las guías de usuario de los productos Agilent o de un uso de los productos que infrinja las leyes, las reglas o las normativas aplicables.

Sistemas compatibles

La instalación de campo del sistema JetClean disponible como accesorio puede realizarla un ingeniero de campo o un representante del servicio técnico de Agilent. Es compatible con sistemas de GC Agilent 8890 y 9000 con sistemas de MS con las siguientes configuraciones:

- Un sistema de MSD Agilent serie 5975 o 5977 con una bomba turbo de alto rendimiento.
- Un sistema de MS de triple cuadrupolo Agilent 7000 o 7010 con una fuente HES o HES 2.0. Todos los sistemas de triple cuadrupolo de la serie 7000 pueden actualizarse para hacerlos compatibles con el sistema JetClean.

Actualmente, el sistema de GC 8890 es el único compatible con el sistema JetClean y una fuente de CI funcionando en el modo de EI.

Funcionamiento y mantenimiento del sistema

Funcionamiento y mantenimiento del sistema

Advertencias generales

ADVERTENCIA	Antes de llevar a cabo una operación que requiera abrir la válvula de cierre del suministro de hidrógeno del sistema JetClean, habrá que realizar una prueba de fugas exhaustiva a todos los tubos, conectores y tuberías de descarga de la bomba de vacío con un detector electrónico de fugas de hidrógeno.
ADVERTENCIA	Compruebe siempre la existencia de fugas con un detector electrónico de fugas de hidrógeno después de cambiar un depósito o realizar tareas de mantenimiento en las líneas de gas. No use nunca jabón para comprobar si existen fugas en un sistema en el que se utilice hidrógeno.
ADVERTENCIA	Todos los cilindros de gas comprimido deben asegurarse a una estructura inamovible o una pared fija. Los gases comprimidos deben almacenarse y manipularse conforme a los códigos de seguridad correspondientes. Los cilindros de gas no deben colocarse en la trayectoria del escape de un horno caliente.
ADVERTENCIA	Para evitar posibles lesiones en los ojos, utilice protección ocular a la hora de usar gas comprimido.

Tuberías de suministro de hidrógeno

Tuberías de suministro de hidrógeno

En la **Figura 11** se muestran las tuberías del filtro de hidrógeno utilizado con el sistema JetClean.



Figura 11 Suministro de hidrógeno filtrado al sistema de MS

- 1 Conecte el suministro de H_2 al puerto de hidrógeno del MFC de la fuente de CI o el sistema JetClean.
- 2 Configure los gases del sistema de MS.
- 3 Ejecute el archivo de sintonización oportuno.
- 4 Seleccione la opción Valve/Immediate Start (Válvula/Inicio inmediato) en Injection Source (Fuente de inyección). No debe seleccionarse la opción GC (GC) para el inyector.

Precauciones relacionadas con el equipo

Precauciones relacionadas con el equipo

Tome las precauciones siguientes durante el funcionamiento de un sistema de GC/MS con el sistema JetClean opcional que suministra hidrógeno al sistema de MS a través de un controlador de flujo ubicado en el analizador.

ADVERTENCIA ASEGÚRESE de apretar manualmente los tornillos de ajuste superiores de las placas del lado del analizador. No los apriete excesivamente, ya que puede causar fugas de aire.

QUITE la cubierta de plástico situada sobre la ventana de vidrio de la parte frontal del analizador. En el improbable caso de una explosión, esta cubierta podría salir disparada.

Si no sigue las precauciones indicadas con anterioridad, aumentará en gran medida el riesgo de sufrir lesiones personales en caso de una explosión.

Precauciones durante el funcionamiento

Precauciones durante el funcionamiento

Cuando use hidrógeno, compruebe la existencia de fugas en el sistema para evitar posibles riesgos de incendio o explosión, de acuerdo con las normas de seguridad, higiene y medioambientales existentes a nivel local. Compruebe siempre la existencia de fugas después de cambiar un depósito o reparar las líneas de gas. Asegúrese siempre de que las líneas de venteo de la bomba previa o las líneas de purga se venteen a una campana extractora.

- Corte el suministro de hidrógeno de todas las fuentes siempre que apague el GC o el MS.
- No utilice hidrógeno como gas para la celda de colisión.
- Corte el suministro de hidrógeno en la fuente siempre que purgue el MS
- Corte el suministro de hidrógeno en la fuente siempre que las válvulas de cierre del MS estén cerradas
- Cierre el suministro de hidrógeno si se produce un fallo eléctrico.
- Si se produce un fallo eléctrico mientras el sistema GC/MS funciona sin supervisión, incluso si el sistema ha vuelto a ponerse en marcha por sí mismo:
 - a Cierre inmediatamente la fuente de suministro de hidrógeno.
 - **b** Apague el GC.
 - **c** Apague el MS y déjelo enfriar durante 1 hora.
 - **d** Elimine todas las fuentes potenciales de ignición de la habitación.
 - e Abra el colector de vacío del MS a la atmósfera.
 - f Espere al menos 10 minutos para que se disipe el hidrógeno.
 - **g** Ponga en marcha el GC y el MS de la forma habitual.

Además de la información incluida en este documento, debe leer y comprender las advertencias del manual de seguridad para el uso de hidrógeno proporcionado junto con su sistema, así como la sección de seguridad del hidrógeno del manual de funcionamiento de su sistema.

Tuberías de hidrógeno

Tuberías de hidrógeno

ADVERTENCIA

Todos los cilindros de gas comprimido deben asegurarse a una estructura inamovible o una pared fija. Los gases comprimidos deben almacenarse y manipularse conforme a los códigos de seguridad correspondientes.

Los cilindros de gas no deben colocarse en la trayectoria del escape de un horno caliente.

Para evitar posibles lesiones en los ojos, utilice protección ocular a la hora de usar gas comprimido.

Recomendaciones generales

- Debe proporcionar tuberías de acero inoxidable de 1/8 de pulgada sometidas a una limpieza previa y diversos conectores Swagelok de acero inoxidable de 1/8 de pulgada para conectar el sistema JetClean a la fuente de suministro de hidrógeno.
- Agilent recomienda decididamente usar reguladores de dos etapas para eliminar los picos de presión. Se recomienda especialmente el uso de reguladores de diafragma de acero inoxidable de flujo reducido y alta calidad.
- Aunque el montaje de válvulas de tipo todo-nada en el conector de salida del regulador de dos etapas no es esencial, resulta muy práctico. Asegúrese de que las válvulas incorporen diafragmas de acero inoxidable sin empaquetadura.
- Agilent recomienda decididamente instalar válvulas de cierre en cada conector de suministro de entrada del sistema de MS para poder aislarlo a la hora de realizar tareas de mantenimiento y resolución de problemas.
- Los dispositivos de control del flujo y la presión requieren una presión diferencial mínima de 10 psi (138 kPa) para funcionar correctamente.
- Ajuste el regulador de presión de gas para conseguir una presión de entre 20 y 25 psig en el conector del MFC.
- Monte reguladores de presión auxiliares cerca de los conectores de entrada del sistema de MS. De esta forma, garantizará que la presión de suministro se mida en el instrumento (y no en la fuente); la presión en la fuente puede ser diferente si las líneas de suministro de gas son largas o estrechas.
- No utilice nunca sellador líquido para roscas para acoplar los conectores.

Tuberías de suministro de hidrógeno

• No utilice nunca disolventes clorados para limpiar tuberías o conectores.

Consulte los detalles de nuestros kits de instalación para obtener más información.

Tuberías de suministro de hidrógeno

- Agilent recomienda usar tuberías y conectores nuevos de acero inoxidable de calidad cromatográfica si se va a utilizar hidrógeno.
- No reutilice tuberías antiguas en instalaciones nuevas o renovadas para usar hidrógeno. El hidrógeno tiende a arrastrar los contaminantes depositados en las tuberías antiguas por los gases anteriores (por ejemplo, el helio). Estos contaminantes pueden generar un ruido de fondo elevado o contaminación por hidrocarburos durante varias semanas.
- En particular, no use tuberías antiguas de cobre, ya que podrían haberse vuelto frágiles.

Sistemas de suministro de hidrógeno

Para eliminar los picos de presión, utilice un regulador de presión de dos etapas para cada cilindro de hidrógeno. Se recomienda usar reguladores de diafragma de acero inoxidable. La presión existente en la parte trasera del sistema JetClean o el módulo de flujo de CI será de unos 25 psi. (Consulte la **Figura 12**).



La configuración del filtro de purificación de gases variará en función de la aplicación.

Figura 12 Tubería de suministro del cilindro de hidrógeno

Conexiones de las tuberías de suministro de gas de los reguladores de presión

El tipo de regulador que deberá utilizar dependerá del tipo de gas y el proveedor. El catálogo de consumibles de Agilent contiene información para ayudarle a identificar el regulador correcto conforme a las directrices de la Compressed Gas Association (CGA) de EE. UU. Agilent Technologies ofrece kits de reguladores de presión que incluyen todos los materiales necesarios para instalar los reguladores de forma correcta.

Conexiones de las tuberías de suministro de gas de los reguladores de presión

Utilice cinta de PTFE para sellar las conexiones roscadas de los tubos entre la salida del regulador de presión y el conector al que vaya a acoplar la tubería de gas.

Se recomienda usar cinta de PTFE de calidad para instrumentos (número de referencia 0460-1266), de la que se han eliminado los compuestos volátiles, para todos los conectores. No utilice lubricante para tubos para sellar las roscas, ya que contiene materiales volátiles que contaminarán el tubo.

Cambio del filtro de suministro de hidrógeno

Cambio del filtro de suministro de hidrógeno

Cambie periódicamente el filtro de la línea de suministro de hidrógeno del sistema JetClean. Si el sistema está presurizado con hidrógeno, deberá evacuar el hidrógeno del filtro antes de desmontarlo.

- Cierre la válvula de cierre manual de suministro de hidrógeno ① (marcada para indicar que contiene hidrógeno) hacia el controlador de flujo másico (MFC). (Consulte la Figura 11 en la página 42).
- 2 Cierre la válvula de cierre manual ② de la entrada del filtro de suministro de hidrógeno.
- 3 En la vista Tune (Sintonización), abra la válvula de selección de hidrógeno. Al hacerlo, se evacuará el hidrógeno contenido en la válvula de cierre manual externa, el regulador de presión, el MFC, el analizador y las bombas turbo y previa.
- 4 Ventee el sistema de MS.
- Compruebe que la válvula de cierre de la salida de la línea de derivación del filtro (5) esté cerrada y quite el tapón roscado de esa válvula.
- 6 Quite el tapón de la tubería de la entrada de la bomba previa para poder acoplarla a la línea de derivación del filtro en el paso siguiente.
- 7 Conecte la válvula de salida de la línea de derivación del filtro (5) a la tubería acoplada a la entrada de la bomba previa.
- 8 Si el sistema de MS está apagado, enciéndalo y espere hasta que arranque la bomba turbo. Ahora, el sistema JetClean estará en condiciones de vacío.
- 9 En el programa de software Acquisition, vaya a la vista Tune (Sintonización) y seleccione el flujo máximo para el MFC, de tal forma que el regulador de presión y el MFC estén completamente abiertos.
- 10 Abra la válvula de cierre (5) de la línea de salida del filtro que llega a la entrada de la bomba previa. Al hacerlo, se evacuará el hidrógeno del filtro a través de la bomba previa y hacia una campana extractora del laboratorio.
- **11** Después de 10 minutos, cierre la válvula de cierre ⑤ de la línea de salida del filtro que llega a la entrada de la bomba previa.
- 12 Desmonte el filtro antiguo y sustitúyalo por uno nuevo.

Cambio del filtro de suministro de hidrógeno

- 13 Cuando la válvula de la línea de venteo (5) esté cerrada, desmonte la tubería que conecta esta válvula con la bomba previa y coloque tapones en el extremo de la tubería y en la válvula. De esta forma, nadie podrá abrir accidentalmente esta válvula y provocar la entrada directa del flujo de hidrógeno en el laboratorio.
- **14** Asegúrese de que las válvulas de cierre de venteo de la entrada del filtro ③ y la salida del filtro ④ estén cerradas.
- **15** En el programa de software Agilent MassHunter GC/MS Acquisition, vaya a la vista Tune (Sintonización) y cierre la válvula de selección de hidrógeno.
- 16 Mientras la bomba de vacío aún esté funcionando, abra las válvulas de cierre del suministro de hidrógeno de la entrada ② y la salida del filtro ①, y utilice un detector electrónico de fugas de hidrógeno para realizar una prueba de fugas en el sistema.

Sintonización de un sistema de MS serie 5975/5977 para un método del modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

Sintonización de un sistema de MS serie 5975/5977 para un método del modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

- 1 En la vista Instrument Control (Control instrumental), seleccione **MS Tune File** (Archivo de sintonización del MS) en el menú **Instrument** (Instrumento) para cargar un archivo de sintonización para el método del sistema JetClean.
- 2 Seleccione Edit Tune Parameters (Editar parámetros de sintonización) en el menú Instrument (Instrumento) para acceder al cuadro de diálogo Manual Tune (Sintonización manual).
- **3** Haga clic en la pestaña **JetClean** (JetClean) para ver las operaciones que puede realizar en el controlador de flujo másico (MFC).
- 4 Compruebe que exista vacío en el analizador y abra la válvula de cierre manual del suministro de hidrógeno del sistema JetClean.
- 5 Haga clic en Purge Gas (Gas de purga), ajuste un tiempo de purga de 300 segundos, haga clic en Apply (Aplicar) para iniciar la purga y espere a que termine la purga.
- 6 Seleccione **Hydrogen flow** (Flujo de hidrógeno), introduzca el flujo de hidrógeno adecuado para su método y haga clic en **Apply** (Aplicar) para configurar ese flujo para el MFC.
- 7 Realice una sintonización automática o manual mientras ese flujo de hidrógeno esté activo.
- 8 Guarde el archivo de sintonización.

Sintonización de un sistema de MS de triple cuadrupolo serie 7000E/7010C para un método del modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

Sintonización de un sistema de MS de triple cuadrupolo serie 7000E/7010C para un método del modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

- Haga clic en el icono MS Tune (Sintonización del MS) del panel Instrument Control (Control instrumental) para acceder a la ventana MS Tune and Maintenance (Sintonización y mantenimiento del MS). El nombre del archivo de sintonización seleccionado aparecerá en el campo Tune file (Archivo de sintonización).
- 2 Haga clic en el icono Open a Tune File (Abrir un archivo de sintonización). En el cuadro de diálogo Select Tune File (Seleccionar archivo de sintonización), elija la opción Show all available tune files (Mostrar todos los archivos de sintonización disponibles) para ver todos los archivos disponibles para ese instrumento en función de su configuración. Desplácese hasta el archivo de sintonización que desee y, a continuación, haga clic en el botón Select (Seleccionar). Al hacerlo, se cargará el archivo de sintonización y se cerrará el cuadro de diálogo.
- **3** Para transferir al instrumento los ajustes del archivo de sintonización que acaba de cargar, haga clic en el icono **Apply tune settings** (Aplicar ajustes de sintonización).
- 4 Compruebe que exista vacío en el analizador y abra la válvula de cierre manual del suministro de hidrógeno del sistema JetClean.
- 5 Seleccione Maintenance > Gas Control (Mantenimiento > Control del gas) y, a continuación, Purge gas B: Hydrogen (Gas de purga B: Hidrógeno) e introduzca un tiempo de 5 minutos.

Sintonización de un sistema de MS de triple cuadrupolo serie 7000E/7010C para un método del modo Acquire & Clean (Adquisición y limpieza)

6 Haga clic en **Start** (Iniciar) para iniciar la purga y espere hasta que esta finalice.

Tune Autotune	Instrument Status Idle		
Manual Tune Maintenance Vent/Pump Down	Gas Control		
Bakeout	Status Gas is turned off and isolation	valve is closed	
Gas Control Purge Cal Valve	H2 Flow (mL/min) 0.00		
▲ Service	Admit gas A: None (%)	20	
Power On Temperatures Diagnostic Tune	O Admit gas B: Hydrogen (mL/min)	0.00	
	Purge gas A: None (min)	10	
	Purge gas B: Hydrogen (min)	10	
	O Pump out (min)	2	
	O No flow; All valves closed.		
			Start

Figura 13 Purga de la ruta de flujo de hidrógeno

7 Seleccione **Tune > Autotune** (Sintonización > Sintonización automática) y haga clic en el icono **Gas Flow Rate** (Flujo de gas).

Gas channel (B) Hydrogen None None H2 Flow (mL/min) 0.00 0			
H2 Flow (mL/min) 0.00 0	rogen 🔻 None	(B) Hydrogen	Gas channel
	0.00	0.00	H2 Flow (mL/min)
H2 State Gas is turned off and isolation valve is clo	ed off and isolation valve is clo	Gas is turned off and	12 State

Figura 14 Introducción de los ajustes del gas

Limpieza manual de la fuente de iones

- 8 Seleccione (B) Hydrogen ((B) Hidrógeno) en Gas channel > Setting (Canal de gas > Ajuste).
- 9 Introduzca el valor deseado en el campo **Setting** (Ajuste) de **H2 Flow** (Flujo de H₂).
- 10 Haga clic en Apply (Aplicar). Se enviará al instrumento el nuevo flujo.
- **11** Haga clic en el icono **Start Full Autotune** (Iniciar sintonización automática completa) para ejecutar la sintonización automática.
- 12 Haga clic en el icono Save Tune parameters (Guardar parámetros de sintonización) para guardar el archivo de sintonización.

Limpieza manual de la fuente de iones

Consulte el manual de funcionamiento de su sistema para obtener información sobre cómo realizar la limpieza manual de la fuente de iones.

Precauciones generales en el laboratorio

Precauciones generales en el laboratorio

El uso de hidrógeno como gas portador para GC o gas reactivo en el sistema JetClean es potencialmente peligroso. El hidrógeno presenta múltiples riesgos. Algunos son generales, y otros son específicos del funcionamiento del GC o el GC/MS.

Asegúrese de leer la información incluida a continuación y la sección sobre seguridad del hidrógeno del manual de funcionamiento de sus instrumentos antes de utilizar el sistema JetClean.

- Identifique de forma inequívoca las tuberías de hidrógeno del sistema JetClean con marcas indicadoras de hidrógeno conforme a lo exigido en las normas locales.
- 2 Utilice un equipo de detección de fugas para monitorizar periódicamente si existen fugas en el sistema JetClean. Esto incluye el sistema de suministro de hidrógeno (depósito o generador), las líneas de suministro de hidrógeno hacia la entrada de gas del sistema JetClean en el sistema de MS, las tuberías del sistema del controlador de flujo másico (MFC), las tuberías del sistema de reactivos (incluidos el vial y la válvula de calibración de Cl) y la línea de transferencia hacia la cámara del analizador. Agilent recomienda decididamente usar el detector de fugas G3388B para comprobar de forma segura si existen fugas de hidrógeno.
- **3** Elimine del laboratorio todas las fuentes de ignición que sea posible (por ejemplo, llamas sin protección, dispositivos que puedan generar chispas, fuentes de electricidad estática, etc.).
- 4 Evite la emisión directa de hidrógeno a la atmósfera desde un cilindro de alta presión debido al peligro de autoignición.
- 5 Si existe algún punto de fuga en una tubería, podría producirse una llama de hidrógeno, que es invisible. Asimismo, el límite inferior de explosividad del hidrógeno es del 4 %.
- 6 Instale sensores de hidrógeno en su laboratorio en las ubicaciones recomendadas por el fabricante de los sensores.

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Octubre de 2024



G7077-95052

