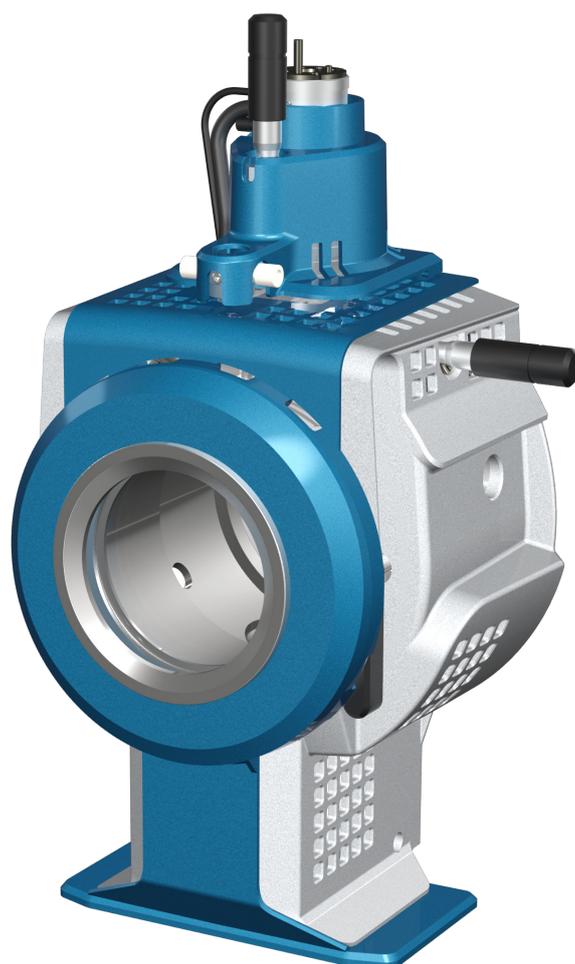


Fuente de iones IonDrive Turbo V

Guía del operador



Este documento se proporciona a los clientes que han adquirido un equipo SCIEX, para que lo usen durante el funcionamiento de dicho equipo SCIEX. Este documento está protegido por derechos de propiedad y queda estrictamente prohibida cualquier reproducción total o parcial, a menos que SCIEX lo autorice por escrito.

El software que se describe en este documento se proporciona bajo un acuerdo de licencia. Está legalmente prohibida la copia, modificación o distribución del software en cualquier medio, a menos que se permita específicamente en el acuerdo de licencia. Además, es posible que el acuerdo de licencia prohíba igualmente desensamblar, realizar operaciones de ingeniería inversa o descompilar el software con cualquier fin. Las garantías son las indicadas en ese documento.

Algunas partes de este documento pueden hacer referencia a otros fabricantes o sus productos, que pueden contener piezas cuyos nombres se han registrado como marcas comerciales o funcionan como marcas comerciales de sus respectivos propietarios. El uso de dichos nombres en este documento pretende únicamente designar los productos de esos fabricantes suministrados por SCIEX para la incorporación en su equipo y no supone ningún derecho o licencia de uso, ni permite a terceros el empleo de dichos nombres de productos o fabricantes como marcas comerciales.

Las garantías de SCIEX están limitadas a aquellas garantías expresas proporcionadas en el momento de la venta o licencia de sus productos, y son representaciones, garantías y obligaciones únicas y exclusivas de SCIEX. SCIEX no ofrece otras garantías de ningún tipo, expresas o implícitas, incluyendo, entre otras, garantías de comercialización o adecuación para un fin específico, ya se deriven de un estatuto, cualquier tipo de legislación, uso comercial o transcurso de negociación; SCIEX rechaza expresamente todas estas garantías y no asume ninguna responsabilidad, general o accidental, por daños indirectos o derivados del uso por parte del comprador o por cualquier circunstancia adversa derivada de este.

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

Las marcas comerciales o marcas registradas aquí mencionadas, incluidos sus correspondientes logotipos, son propiedad de AB Sciex Pte. Ltd. o sus respectivos propietarios, en Estados Unidos y algunos otros países (consulte sciex.com/trademarks).

AB Sciex™ se usa bajo licencia.

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



AB Sciex Pte. Ltd.

B1k33, #04-06 Marsiling Industrial Estate Road 3

Woodlands Central Industrial Estate, Singapore 739256

Tabla de contenido

Capítulo 1: Precauciones y limitaciones de funcionamiento	6
Precauciones y riesgos de funcionamiento.....	6
Precauciones químicas.....	7
Fluidos seguros para el sistema.....	8
Condiciones de laboratorio.....	9
Condiciones medioambientales seguras.....	9
Especificaciones de rendimiento.....	9
Uso y modificación del equipo.....	9
Capítulo 2: Descripción general de la fuente de iones	11
Modos de ionización.....	11
Modo ESI.....	11
Modo APCI.....	12
Componentes de la fuente de iones.....	13
Sondas.....	14
Sonda TurbolonSpray.....	14
Sonda APCI.....	15
Conexiones de gas y electricidad.....	16
Circuito detector de fuente de iones.....	16
Sistema de escape de la fuente.....	17
Capítulo 3: Instalación de la fuente de iones	19
Preparación de la instalación.....	19
Instalación de la sonda.....	20
Conexión del tubo de la fuente de iones.....	21
Instalación de la fuente de iones en el espectrómetro de masas.....	21
Requisitos de la entrada de muestra.....	23
Comprobación de fugas.....	23
Capítulo 4: Optimización de la fuente de iones	24
Introducción de muestras.....	24
Método.....	24
Caudal.....	25
Optimización de la sonda TurbolonSpray.....	25
Caudal y temperatura de la fuente de iones.....	26
Configuración del sistema para un conector en forma de T para infusión.....	26
Optimización de la posición de la sonda TurbolonSpray.....	27
Optimización de los parámetros de la fuente de iones y del gas y la tensión.....	29
Procedimientos de optimización de la fuente (SCIEX OS).....	30
Optimización de la temperatura del calentador turbo.....	32

Tabla de contenido

Sugerencias de optimización	32
Capítulo 5: Mantenimiento de la fuente de iones	34
Calendario de mantenimiento recomendado	35
Fuente de iones IonDrive™ Turbo V	36
Extracción de la fuente de iones	38
Limpieza de las superficies de la fuente de iones	38
Limpieza de la sonda	39
Extracción de la sonda	39
Sustitución del electrodo	40
Sustitución de la aguja de descarga de corona	42
Sustitución del tubo de muestra	44
Almacenamiento y manipulación	44
Capítulo 6: Solución de problemas de la fuente de iones	45
Apéndice A: Principios de funcionamiento: fuente de iones	49
Modo de ionización por electropulverización	49
Modo APCI	50
Región de ionización de APCI	53
Apéndice B: Tensiones y parámetros de la fuente	55
Parámetros de la sonda TurbolonSpray	55
Parámetros de la sonda APCI	56
Descripciones de parámetros	57
Posición de la sonda	59
Composición de los disolventes	59
Potencial de desagrupación	60
Apéndice C: Optimización de la fuente de iones (software Analyst/Analyst TF)	61
Optimización de la sonda TurbolonSpray	61
Configuración del sistema	62
Preparación del sistema	62
Configuración de las condiciones iniciales	62
Optimización de sonda APCI	63
Configuración del sistema	64
Preparación del sistema	64
Configuración de las condiciones iniciales	64
Optimización de los parámetros de la fuente y del gas	65
Ajuste de la posición de la aguja de descarga de corona	65
Optimización de la posición de la sonda APCI	66
Optimización de la corriente nebulizante	68
Optimización de la temperatura de la sonda APCI	68
Apéndice D: Glosario de símbolos	69

Contacto	75
Formación del cliente.....	75
Centro de aprendizaje en línea.....	75
Soporte SCIEX.....	75
Ciberseguridad.....	75
Documentación.....	75

Precauciones y limitaciones de funcionamiento

1

Nota: Lea cuidadosamente todas las secciones de esta guía antes de manejar el sistema.

Esta sección contiene información relacionada con la seguridad general. También describe los riesgos posibles para el sistema y las advertencias, así como las precauciones que se deben tener en cuenta para minimizar los peligros.

Para obtener información sobre los símbolos y convenciones utilizados en el entorno del laboratorio, en el sistema y en esta documentación, consulte la sección: [Glosario de símbolos](#).

Precauciones y riesgos de funcionamiento

Para obtener información sobre normativas y seguridad del espectrómetro de masas, consulte el documento *Guía de usuario del sistema*.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. No utilice la fuente de iones si no dispone de los conocimientos y la formación adecuados para utilizar, recoger y evacuar los materiales tóxicos o nocivos que se emplean con la fuente de iones.



¡ADVERTENCIA! Peligro por superficies calientes. Deje que la fuente de iones IonDrive Turbo V se enfríe durante al menos 90 minutos antes de iniciar cualquier procedimiento de mantenimiento. Algunas superficies de la fuente de iones y la interfaz de vacío se calientan durante su funcionamiento.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de perforación, peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Deje de usar la fuente de iones si la ventana está agrietada o rota y póngase en contacto con un representante del servicio técnico (FSE) de SCIEX. Cualquier material tóxico o nocivo introducido en el equipo estará presente en la salida de escape de la fuente. El escape del equipo se debe expulsar de la sala. Deseche los objetos afilados siguiendo los procedimientos de seguridad establecidos del laboratorio.



¡ADVERTENCIA! Peligro de toxicidad química. Utilice equipo de protección individual, incluidos una bata de laboratorio, guantes y gafas de seguridad, para evitar la exposición de la piel o los ojos.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. En caso de derrame de sustancias químicas, revise las fichas técnicas para conocer las instrucciones específicas. Compruebe que el sistema se encuentre en estado Standby antes de limpiar un derrame cercano a la fuente de iones. Utilice el equipo de protección individual adecuado y toallitas absorbentes para contener el derrame y deséchelas según lo dispuesto por las normativas locales.



¡ADVERTENCIA! Peligro medioambiental. No elimine los componentes del sistema como residuos urbanos sin clasificar. Siga las normativas locales de eliminación de componentes.



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Evite el contacto con las altas tensiones aplicadas a la fuente de iones durante el funcionamiento. Ponga el sistema en el estado Standby antes de ajustar el tubo de muestra u otros equipos cerca de la fuente de iones.

Precauciones químicas



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Determine si se precisa descontaminación antes de proceder a la limpieza o el mantenimiento. Si se han utilizado con el sistema materiales radiactivos, agentes biológicos o sustancias químicas tóxicas, el cliente debe descontaminar el sistema antes de la limpieza o el mantenimiento.



¡ADVERTENCIA! Peligro medioambiental. No elimine los componentes del sistema como residuos urbanos sin clasificar. Siga las normativas locales de eliminación de componentes.



¡ADVERTENCIA! Riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Conecte correctamente los tubos de drenaje al espectrómetro de masas y a la botella de drenaje de escape de la fuente para evitar fugas.

- Determine qué productos químicos se han utilizado en el sistema antes de su reparación o mantenimiento habitual. Para conocer las precauciones de higiene y seguridad que deben seguirse con respecto a los productos químicos, consulte el documento: *Ficha técnica*. Para obtener información sobre el almacenamiento, consulte el documento: *Certificado de análisis*. Para buscar una *ficha técnica* o un *certificado de análisis* de SCIEX, vaya a sciex.com/tech-regulatory.
- Utilice siempre el equipo de protección personal adecuado, incluidos guantes no empolvados, gafas de seguridad y una bata de laboratorio.

Nota: Se recomienda el uso de guantes de nitrilo o neopreno.

- Trabaje en zonas bien ventiladas o en las que se disponga de una campana extractora.

Precauciones y limitaciones de funcionamiento

- Siempre que trabaje con materiales inflamables, evite cualquier fuente de ignición, como el isopropanol, el metanol y otros disolventes inflamables.
- Adopte las precauciones pertinentes al utilizar y eliminar sustancias químicas. Existe el riesgo de sufrir lesiones personales si las sustancias químicas no se manipulan ni eliminan como es debido.
- Evite que las sustancias químicas entren en contacto con la piel durante los procedimientos de limpieza y lávese las manos después de utilizarlas.
- Asegúrese de que todas las mangueras de escape estén conectadas correctamente y de que todas las conexiones funcionen según el modo en que fueron diseñadas.
- Recoja todo el líquido que se haya derramado y deséchelo como residuo peligroso.
- Debe cumplir las normativas locales de manipulación, almacenamiento y eliminación de materiales de riesgo biológico, tóxicos y radiactivos.

Fluidos seguros para el sistema

Los siguientes fluidos se pueden utilizar de forma segura con el sistema.



PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. No utilice ningún otro fluido hasta que SCIEX confirme que no representa ningún riesgo. Esta lista no es una lista completa.

- **Disolventes orgánicos**
 - Acetonitrilo de grado LC-MS; hasta el 100 %
 - Metanol de grado LC-MS; hasta el 100 %
 - Isopropanol de grado LC-MS; hasta el 100 %
 - Agua de grado LC-MS o superior; hasta el 100 %
 - Tetrahidrofurano; hasta el 100 %
 - Tolueno y otros disolventes orgánicos; hasta el 100 %
 - Hexanos; hasta el 100 %
- **Tampones**
 - Acetato de amonio; menos de 100 mM
 - Formato de amonio; menos de 100 mM
 - Fosfato; menos del 1 %
- **Ácidos y bases**
 - Ácido fórmico; menos del 1 %
 - Ácido acético; menos del 1 %
 - Ácido trifluoroacético (TFA); menos del 1 %
 - Ácido heptafluorobutírico (HFBA); menos del 1 %

- Amoníaco/hidróxido de amonio; menos del 1 %
- Ácido fosfórico; menos del 1 %
- Trimetilamina; menos de un 1 %
- Trietilamina; menos de un 1 %

Condiciones de laboratorio

Condiciones medioambientales seguras

El sistema está diseñado para funcionar con seguridad en estas condiciones:

- Interiores
- Altitud: hasta 2000 m (6560 ft) sobre el nivel del mar
- Temperatura ambiente: de 5 °C (41 °F) a 40 °C (104 °F)
- Humedad relativa: del 20 % al 80 %, sin condensación
- Fluctuaciones de tensión de la alimentación: ± 10 % de la tensión nominal
- Sobretensiones transitorias: hasta los niveles de categoría de sobretensión II
- Sobretensiones temporales de la alimentación
- Grado de contaminación 2

Especificaciones de rendimiento

El sistema está diseñado para cumplir las especificaciones en estas condiciones:

- Temperatura ambiente de 15 °C a 30 °C (de 59 °F a 86 °F)

Con el tiempo, la temperatura debe mantenerse dentro de un intervalo de 4 °C (7,2 °F), con una velocidad de cambio de temperatura no superior a 2 °C (3,6 °F) por hora. Las fluctuaciones de temperatura ambiente que excedan estos límites pueden provocar cambios de masa en los espectros.

- Humedad relativa del 20 % al 80 %, sin condensación

Uso y modificación del equipo



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. No retire las cubiertas. Si lo hace, puede provocar lesiones o un funcionamiento incorrecto del sistema. Las cubiertas no tienen que retirarse para las tareas de mantenimiento rutinario, inspección o ajuste. Póngase en contacto con un representante del servicio técnico (FSE) de SCIEX cuando haya que hacer reparaciones en las que sea necesario quitar las cubiertas.

Precauciones y limitaciones de funcionamiento



¡ADVERTENCIA! Peligro de lesiones personales. Use las piezas recomendadas por SCIEX. El uso de piezas no recomendadas por SCIEX o el uso de piezas con una finalidad que no sea la prevista pueden poner al usuario en riesgo de sufrir lesiones o afectar negativamente al rendimiento del sistema.

Utilice el sistema en el interior de un laboratorio que cumpla con las condiciones medioambientales recomendadas en el documento *Guía de planificación del centro del espectrómetro de masas*.

Si el sistema se utiliza en un entorno o en un modo diferente a los indicados por el fabricante, esto podría afectar al rendimiento y al grado de protección que ofrece el equipo.

La modificación o uso no autorizados del sistema puede causar lesiones personales o daños en el equipo y puede anular la garantía. Se pueden generar datos erróneos si el sistema se utiliza fuera de las condiciones medioambientales recomendadas o con modificaciones no autorizadas. Póngase en contacto con un representante del servicio técnico (FSE) para obtener información sobre el mantenimiento del sistema.

Descripción general de la fuente de iones

2

La fuente de iones IonDrive Turbo V puede utilizarse para ionización por electropulverización (ESI) e ionización química a presión atmosférica (APCI).

La sonda TurbolonSpray se utiliza para el funcionamiento en modo ESI. La sonda APCI se utiliza para el funcionamiento en modo APCI.

La fuente de iones IonDrive Turbo V ha sido diseñada para proporcionar más calor y mejores desolvataciones e ionizaciones, especialmente a caudales elevados. Incluye un mayor diámetro del calentador para mejorar la ionización, un ajuste óptimo más grande y una menor variabilidad del rendimiento.

Las aplicaciones de la fuente de iones incluyen el desarrollo del método cualitativo y el análisis cualitativo y cuantitativo.

Los procedimientos de instalación se pueden realizar en los siguientes sistemas:

- Sistemas TripleTOF 6600 y 6600+
- Sistemas QTRAP y SCIEX Triple Quad

En esta guía, el software que controla el espectrómetro de masas se denomina software de control. El software de control varía en función del espectrómetro de masas utilizado. Consulte la siguiente tabla.

Tabla 2-1: Espectrómetros de masas y software de control

Espectrómetro de masas	Software
Sistemas SCIEX Triple Quad 6500 y 6500+	Software Analyst o software SCIEX OS
Sistemas QTRAP 6500 y 6500+	Software Analyst
Sistemas TripleTOF 6600 y 6600+	Software Analyst TF

Modos de ionización

Modo ESI

ESI produce iones de fase gaseosa de los analitos en una muestra al aplicar una alta tensión sobre el efluente de muestra que pasa a través de una aguja. Con ayuda del flujo de gas calentado, ESI produce iones con carga única o múltiple en condiciones relativamente suaves de forma que sean adecuados para un amplio rango de compuestos, incluidas pequeñas moléculas, como fármacos o pesticidas, y moléculas de mayor tamaño como péptidos, proteínas y otros biopolímeros. La sensibilidad depende de las propiedades

Descripción general de la fuente de iones

químicas del analito, el caudal del gas, la temperatura, la tensión y la composición de la fase móvil.

La técnica de ionización por electropulverización (ESI) es lo suficientemente suave como para usarla con compuestos lábiles, tales como péptidos, proteínas y fármacos termolábiles. También funciona con caudales de entre 5 µl/min y 3000 µl/min y vaporiza disolventes 100 % acuosos a 100 % orgánicos.

Consulte la sección [Modo de ionización por electropulverización](#).

Modo APCI

El modo APCI es apto para lo siguiente:

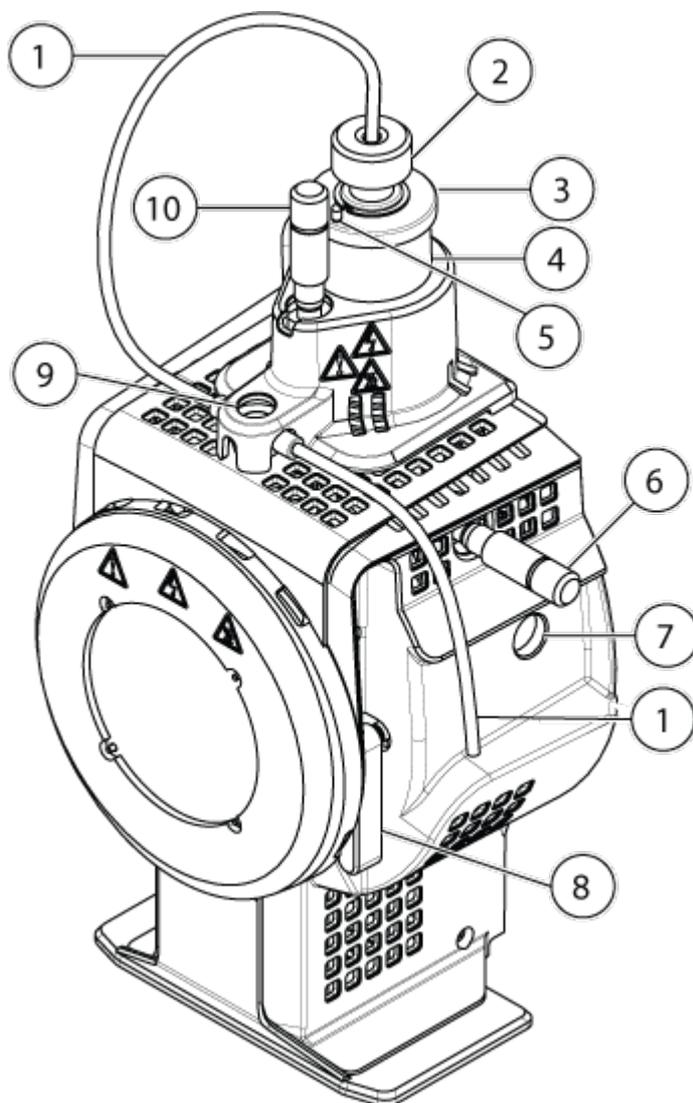
- La ionización de compuestos que no forman inmediatamente iones en una solución. Suelen ser compuestos no polares.
- La creación de espectros de APCI simples para experimentos de LC-MS/MS.
- Los análisis de alto rendimiento de muestras complejas y sucias. Es menos sensible a los efectos de la supresión de iones.
- La rápida introducción de muestras mediante inyección de flujo con o sin una columna de LC.

La técnica APCI se puede utilizar para compuestos volátiles y termolábiles con una mínima descomposición térmica. La rápida desolvatación y vaporización de las gotas y los analitos arrastrados reduce la descomposición térmica y conserva la identidad molecular para la ionización mediante la aguja de descarga en corona. Los tampones son fácilmente tolerados por la fuente de iones sin una contaminación significativa y la vaporización intermitente del efluente pulverizado permite que el 100 % del agua se utilice. La sonda puede aceptar todo el efluente, sin dividirlo, con caudales de entre 200 µl/min y 3000 µl/min (a través de una columna de calibre ancho).

Consulte la sección [Modo APCI](#).

Componentes de la fuente de iones

Figura 2-1: Componentes de la fuente de iones



Elemento	Descripción
1	Tubo de muestra
2	Tuerca de ajuste del electrodo
3	Anillo de retención
4	Torre de sondeo
5	Tornillo de ajuste de la aguja de descarga de corona
6	Micrómetro empleado para colocar la sonda en el eje horizontal a fin de ajustar la sensibilidad de la fuente de iones

Descripción general de la fuente de iones

Elemento	Descripción
7	Puerto con ventana
8	Uno de los dos pestillos de la fuente que fijan la fuente de iones al espectrómetro de masas
9	Unión de conexión a tierra. No se ve debajo de la cubierta de la fuente de iones.
10	Micrómetro empleado para colocar la sonda en el eje vertical a fin de ajustar la sensibilidad de la fuente de iones

Sondas

Las sondas TurbolonSpray y APCI proporcionan diversas opciones para probar muestras. Seleccione la sonda y el método más adecuados para el compuesto de la muestra.

Tabla 2-2: Especificaciones de la fuente de iones

Especificación	Sonda TurbolonSpray	Sonda APCI
Rango de temperatura	Desde temperatura ambiente hasta 750 °C, en función del flujo de líquido	Desde temperatura ambiente hasta 750 °C, en función del flujo de líquido
Entrada de flujo de líquido	5 µl/min a 3000 µl/min	200 µl/min a 3000 µl/min
Gas de fuente de iones 1 / gas de fuente de iones 2	Consulte el documento del espectrómetro de masas <i>Guía de planificación del centro</i>	

El software del espectrómetro de masas determina la sonda que está instalada y permite emplear los controles de usuario correspondientes. Todos los datos que se adquieren mediante el uso de la fuente de iones se identifican con una abreviatura que hace referencia a la sonda empleada para adquirir los datos (TIS para la sonda TurbolonSpray y HN para la sonda APCI).

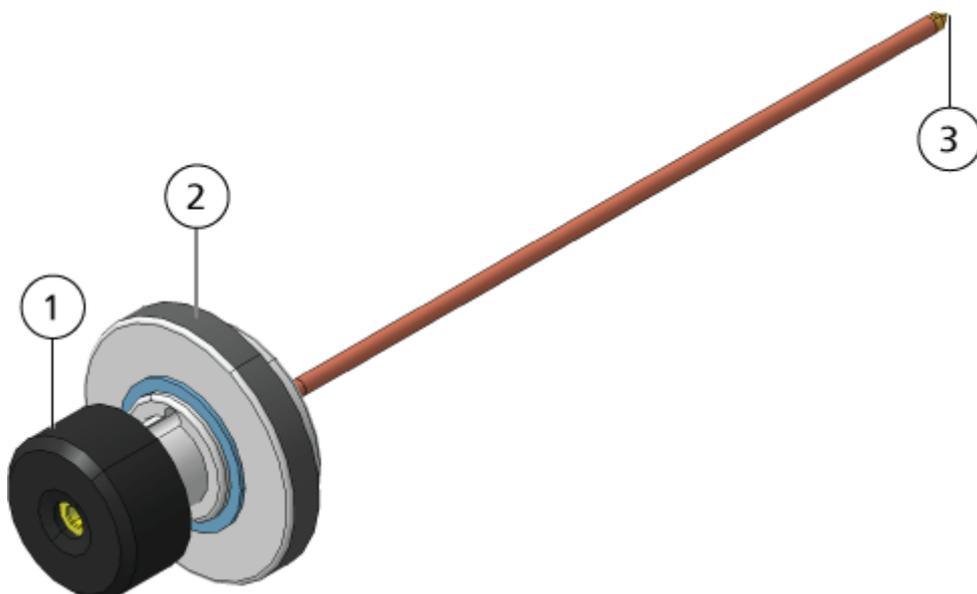
Sonda TurbolonSpray

La sonda TurbolonSpray está compuesta por un tubo de acero inoxidable con un diámetro exterior (DE) de 300 µm (0,012 pulgadas). Está situada en el centro con los dos calentadores turbo colocados en un ángulo de 45 grados a ambos lados. Las muestras introducidas a través de la sonda TurbolonSpray se ionizan en el tubo mediante la aplicación de alta tensión (**IonSpray Voltage** en el software Analyst, **IonSpray Voltage Floating** en el software Analyst TF o **Spray voltage** en SCIEX OS). Después se nebulizan mediante un chorro de aire grado cero caliente, seco de los calentadores turbo, creando un vapor de pequeñas gotas de alta carga. La combinación de efluentes de la fuente de iones y el gas seco caliente procedente del turbo pulverizador se proyecta en un ángulo de 90 grados a la ruta iónica. Consulte la sección [Principios de funcionamiento: fuente de iones](#).



¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. Las puntas de los electrodos están muy afiladas.

Figura 2-2: Piezas de la sonda TurbolonSpray



Elemento	Descripción
1	Tuerca de ajuste del electrodo (cuello negro) que ajusta la extensión de la punta del electrodo
2	Anillo de retención que sujeta la sonda a la torre de sondeo del alojamiento de la fuente de iones
3	Punta del electrodo a través de la cual las muestras se pulverizan en la zona de entrada de muestras de la fuente de iones

Sonda APCI

La sonda APCI consta de un tubo de acero inoxidable con un diámetro interior de 100 μm (0,004 pulgadas) rodeado por un flujo de gas nebulizador (Gas 1). La corriente de muestra líquida se bombea a través del pulverizador, donde se nebuliza en un tubo cerámico que contiene un calentador. La pared interna del tubo cerámico se puede mantener a un intervalo de temperatura de entre 100 °C y 750 °C, y está supervisada por el sensor integrado en el calentador.

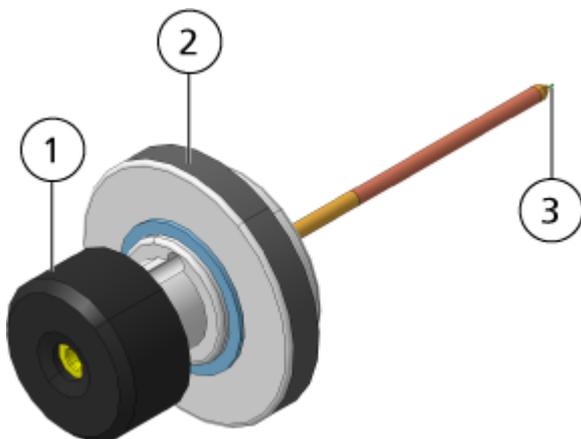
Un chorro de gas nebulizador a alta velocidad fluye por la punta del electrodo para dispersar la muestra en forma de vapor de finas partículas. Se desplaza por el calentador de vaporización cerámico hasta la región de reacción de la fuente de iones y a continuación sobrepasa la aguja de descarga de corona, donde las moléculas de la muestra se ionizan a medida que pasan a través del alojamiento de la fuente de iones. Consulte la sección [Principios de funcionamiento: fuente de iones](#).

Descripción general de la fuente de iones



¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. Las puntas de los electrodos están muy afiladas.

Figura 2-3: Piezas de la sonda APCI



Elemento	Descripción
1	Tuerca de ajuste del electrodo (cuello negro) que ajusta la extensión de la punta del electrodo
2	Anillo de retención que sujeta la sonda en la torre de sondeo
3	Punta del electrodo a través de la cual las muestras se pulverizan en la zona de entrada de muestras de la fuente de iones

Conexiones de gas y electricidad

Las conexiones eléctricas de alta y baja tensión y de gas se realizan en la placa delantera de la interfaz de vacío y se conectan internamente a través del alojamiento de la fuente de iones. Cuando la fuente de iones se instala en el espectrómetro de masas, se realizan todas las conexiones de electricidad y gas.

Circuito detector de fuente de iones

Un circuito detector de fuente de iones deshabilita la alimentación eléctrica de alta tensión del espectrómetro de masas y el sistema de escape de la fuente en los siguientes casos:

- La fuente de iones no está instalada o no se ha instalado correctamente.
- No se ha instalado una sonda.
- El espectrómetro de masas detecta un fallo de gas.
- Se ha producido un fallo de un calentador turbo.
- La fuente de iones se ha sobrecalentado.

Sistema de escape de la fuente



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Asegúrese de que el sistema de escape de la fuente esté conectado y funcionando para eliminar el escape de vapor de la muestra del entorno del laboratorio. Las emisiones del equipo deben expulsarse hacia el sistema de escape general del edificio y no se debe permitir que se expulsen hacia el espacio de trabajo del laboratorio. Para conocer los requisitos del sistema de escape de la fuente, consulte el documento *Guía de planificación del centro*.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Ventile el sistema de escape de la fuente con una campana extractora externa o un sistema de ventilación externo a fin de evitar que se liberen vapores peligrosos en el entorno del laboratorio.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Si se utiliza un sistema de LC con el espectrómetro de masas y el sistema de escape de la fuente no funciona correctamente, apague el sistema de LC hasta que la funcionalidad del sistema de escape de la fuente se haya restaurado.



¡ADVERTENCIA! Peligro de incendio. No dirija más de 3 ml/min de disolvente inflamable a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. No utilice la fuente de iones a menos que el sistema de escape de la fuente esté activado y funcionando cuando la fuente de iones y la sonda se encuentran correctamente instaladas.

Nota: Asegúrese de que todos los tubos de escape estén bien conectados para reducir el riesgo de que los vapores de escape del equipo entren en la sala.

Una fuente de iones produce tanto vapores de disolventes como de muestras. Estos vapores constituyen un posible riesgo para el entorno del laboratorio. El sistema de escape de la fuente está diseñado para eliminar de forma segura los vapores de muestras y disolventes y permitir su correcta manipulación. Una vez instalada la fuente de iones, el espectrómetro de masas no funciona a menos que el sistema de escape de la fuente esté en funcionamiento.

Un interruptor de vacío instalado en el circuito detector de escape de la fuente mide el vacío en la fuente. Si el vacío de la fuente aumenta por encima del punto de ajuste con la sonda instalada, el sistema entrará en estado de fallo de escape, es decir, estado Not Ready.

Un sistema de escape activo elimina el escape de la fuente de iones, incluidos gases y vapores de disolvente y muestra, a través de un puerto de drenaje, sin introducir ruido químico. El puerto de drenaje se conecta, a través de una cámara de drenaje y una bomba de escape de la fuente, a una botella de drenaje y, desde ahí, a un sistema de ventilación de escape suministrado por el cliente. Para obtener más información sobre los requisitos de

Descripción general de la fuente de iones

ventilación del sistema de escape de la fuente, consulte el documento: *Guía de planificación del centro* .

Nota: Examine el sistema de escape de la fuente periódicamente para asegurarse de que el tubo de escape esté intacto y de que no haya fugas del escape en la sala.

Instalación de la fuente de iones

3



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Instale la fuente de iones en el espectrómetro de masas como último paso de este procedimiento. Existe alta tensión cuando la fuente de iones está instalada.

PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. No levante ni transporte la fuente de iones con una mano. La fuente de iones está diseñada para levantarla o transportarla con dos manos, una mano a cada lado de la fuente de iones.

La fuente de iones se conecta a la interfaz de vacío y se mantiene en su posición gracias a dos pestillos de la fuente. El interior de la fuente de iones se puede observar a través de las ventanas que se encuentran en el lateral y en la parte delantera de la fuente de iones.

Cuando la fuente de iones está instalada, el software reconoce la fuente de iones y muestra su identificación.

Materiales necesarios

- Fuente de iones
- TurbolonSpray
- (Opcional) Sonda APCI
- Tubo PEEK rojo (calibre de 0,005 pulgadas)

Preparación de la instalación



¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

Sugerencia: No deseche el paquete vacío. Utilícelo para guardar la fuente de iones cuando no la esté usando.

Ajuste la tuerca de ajuste del electrodo en la sonda para desplazar la punta del electrodo dentro del tubo del electrodo. Consulte las figuras [Figura 2-2](#) y [Figura 2-3](#).

Para obtener una estabilidad y rendimiento óptimos, la punta del electrodo debe extenderse entre 0,5 mm y 1,0 mm desde el extremo de la sonda. Consulte la sección [Optimización de la posición de la sonda TurbolonSpray](#) o [Optimización de la posición de la sonda APCI](#).

Instalación de la sonda



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Asegúrese de que la fuente de iones está totalmente desconectada del espectrómetro de masas antes de continuar.



¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. No permita que la punta del electrodo que sobresale ni la aguja de descarga de corona toquen ninguna pieza del alojamiento de la fuente de iones para evitar dañar la sonda.

PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. Asegúrese de que la punta de la aguja de descarga de corona no apunte hacia la abertura si se utiliza la sonda TurbolonSpray .

Procedimientos de condiciones previas

- [Extracción de la fuente de iones.](#)

La sonda no está previamente instalada en la fuente de iones. Extraiga siempre la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de sustituir la sonda.

Nota: Si la sonda no está instalada correctamente en la fuente de iones, se desactiva el suministro de alta tensión para el espectrómetro de masas y el sistema de escape de la fuente.

1. Asegúrese de que la punta de la aguja de descarga de corona apunte lejos de la abertura de la placa de chapa. Consulte la sección [Ajuste de la posición de la aguja de descarga de corona](#).
2. Inserte la sonda en la torre. Alinee el orificio de la sonda con el tornillo de ajuste de la aguja de descarga de corona en la parte superior de la fuente de iones. Consulte la sección [Componentes de la fuente de iones](#).
3. Presione suavemente la sonda para que los contactos se acoplen con los de la torre.
4. Gire el anillo de retención sobre la sonda, presiónelo para acoplar las roscas de la sonda con las roscas de la torre y, a continuación, apriete con la mano hasta el máximo.
5. Solo para la sonda APCI, asegúrese de que la punta de la aguja de descarga de corona apunte hacia la abertura en la placa de chapa. Consulte la sección [Ajuste de la posición de la aguja de descarga de corona](#).

Conexión del tubo de la fuente de iones



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. No derive la unión de conexión a tierra. La unión de conexión a tierra proporciona una conexión a tierra entre el espectrómetro de masas y el dispositivo de introducción de muestras.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Para evitar fugas, compruebe que la tuerca del tubo de muestra está correctamente apretada antes de poner en funcionamiento este equipo.

Consulte la sección [Componentes de la fuente de iones](#).

1. Introduzca un trozo de 30 cm del tubo PEEK rojo en la tuerca del tubo de muestra.
2. Instale la tuerca del tubo de muestra en el puerto de la parte superior de la sonda y, a continuación, apriete la tuerca del tubo de muestra con las manos tanto como sea posible.
3. Conecte el otro extremo del tubo PEEK rojo a la unión de conexión a tierra en la fuente de iones.

Instalación de la fuente de iones en el espectrómetro de masas



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Instale la sonda en la fuente de iones antes de instalar la fuente de iones en el espectrómetro de masas.



¡ADVERTENCIA! Peligro de atrapamiento. Cuando instale la fuente de iones, tenga cuidado de no pillarse los dedos entre la fuente de iones y la interfaz de vacío.

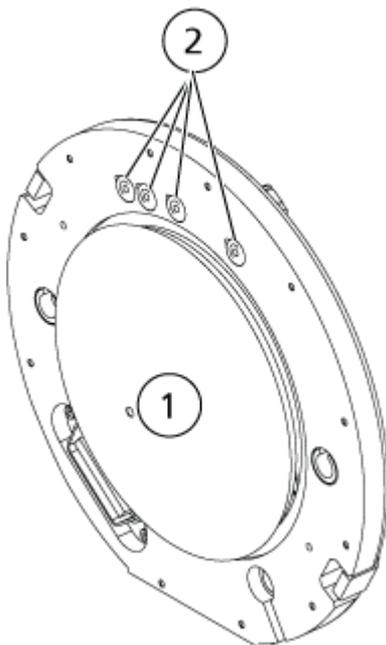
PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. No permita que la punta del electrodo que sobresale ni la aguja de descarga de corona toquen ninguna pieza del alojamiento de la fuente de iones para evitar dañar la sonda.

Nota: Si la sonda no está instalada correctamente en la fuente de iones, se desactiva el suministro de alta tensión para el espectrómetro de masas y el sistema de escape de la fuente.

Condiciones previas

- Asegúrese de que todas las juntas tóricas aparezcan en la interfaz de vacío.

Figura 3-1: Juntas tóricas en la interfaz de vacío



Elemento	Descripción
1	Placa de chapa
2	Juntas tóricas

1. Asegúrese de que los pestillos de la fuente a cada lado de la fuente de iones apunten hacia arriba, en la posición de las 12 en punto. Consulte la sección [Componentes de la fuente de iones](#).
2. Alinee la fuente de iones con la interfaz de vacío asegurándose de que los pasadores de guía de la fuente de iones estén alineados con las tomas de corriente de la interfaz de vacío.
3. Presione suavemente la fuente de iones contra la interfaz de vacío y, a continuación, gire los pestillos de la fuente de iones hacia abajo para fijar la fuente de iones en su sitio.
El espectrómetro de masas reconoce la fuente de iones y muestra la identificación de la fuente de iones en el software de control.
4. Conecte el tubo PEEK rojo del dispositivo de suministro de muestras a la unión de conexión a tierra del otro lado de la fuente de iones.

Requisitos de la entrada de muestra

- Utilice prácticas y procedimientos analíticos adecuados para minimizar los volúmenes muertos externos. La entrada de muestra transfiere la muestra líquida a la entrada de la fuente de iones sin pérdidas y con volúmenes muertos mínimos.
- Realice un filtrado previo de las muestras de forma que el tubo capilar de las entradas de muestra no quede bloqueado por partículas, muestras precipitadas o sales.
- Asegúrese de que todas las conexiones estén suficientemente apretadas para evitar fugas. No los apriete en exceso.

Comprobación de fugas



¡ADVERTENCIA! Peligro de toxicidad química. Utilice equipo de protección individual, incluidos una bata de laboratorio, guantes y gafas de seguridad, para evitar la exposición de la piel o los ojos.

Inspeccione los adaptadores y los tubos para asegurarse de que no existan fugas.

Optimización de la fuente de iones 4



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. No utilice la fuente de iones si no dispone de los conocimientos y la formación adecuados para utilizar, recoger y evacuar los materiales tóxicos o nocivos que se emplean con la fuente de iones.



¡ADVERTENCIA! Peligro de incendio. No dirija más de 3 ml/min de disolvente inflamable a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. No utilice la fuente de iones a menos que el sistema de escape de la fuente esté activado y funcionando cuando la fuente de iones y la sonda se encuentran correctamente instaladas.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de perforación, peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Deje de usar la fuente de iones si la ventana está agrietada o rota y póngase en contacto con un representante del servicio técnico (FSE) de SCIEX. Cualquier material tóxico o nocivo introducido en el equipo estará presente en la salida de escape de la fuente. El escape del equipo se debe expulsar de la sala. Deseche los objetos afilados siguiendo los procedimientos de seguridad establecidos del laboratorio.

Optimice la fuente de iones cuando cambien la composición de la fase móvil, el analito o el caudal.

Al optimizar los parámetros dependientes de la fuente de iones, introduzca la muestra con el caudal que se vaya a utilizar durante el análisis de muestras, utilizando el análisis de inyección de flujo (FIA) o el conector en forma de T para infusión como método de introducción de muestras. Optimice la posición de la fuente de iones antes de optimizar los parámetros dependientes de la fuente de iones.

El rendimiento de la fuente se ve afectado por varios parámetros. Optimice el rendimiento cuando inyecte un compuesto conocido y supervise la señal del ión conocido. Ajuste los parámetros del micrómetro, el gas y la tensión para maximizar la relación señal/ruido y la estabilidad de la señal.

Consulte la sección [Optimización de la sonda TurbolonSpray](#) o [Optimización de sonda APCI](#).

Introducción de muestras

Método

La corriente de muestra líquida se bombea a la fuente de iones mediante una bomba de LC, o bien mediante una bomba de jeringa. Si se introduce mediante una bomba de LC, la

muestra se puede inyectar directamente en la fase móvil utilizando el análisis de inyección de flujo (FIA) o el conector en forma de T para infusión, a través de una bomba de jeringa, o bien mediante una columna de separación con un inyector de bucle o un procesador de muestras automático. Si se introduce con una bomba de jeringa, la muestra se inyecta directamente en la fuente de iones. La optimización de la infusión solo se puede utilizar para la optimización de la ruta iónica y la selección de fragmentos MS/MS.

Caudal

Los caudales de la muestra los determina el sistema de LC o la bomba de jeringa. La sonda TurbolonSpray es compatible con caudales de 5 µl/min a 3000 µl/min. La sonda APCI es compatible con caudales de 200 µl/min a 3000 µl/min.

Optimización de la sonda TurbolonSpray



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Asegúrese de que el sistema de escape de la fuente esté bien conectado y que la ventilación general del laboratorio sea adecuada. Es necesaria una ventilación adecuada del laboratorio para controlar las emisiones de los disolventes y muestras y para que el funcionamiento del sistema sea seguro.



¡ADVERTENCIA! Peligro de incendio. No dirija más de 3 ml/min de disolvente inflamable a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. No utilice la fuente de iones a menos que el sistema de escape de la fuente esté activado y funcionando cuando la fuente de iones y la sonda se encuentran correctamente instaladas.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Asegúrese de que el electrodo sobresalga más allá de la punta de la sonda a fin de evitar que escapen vapores peligrosos de la fuente. El electrodo no debe estar embudido dentro de la sonda.

PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. Si el sistema de LC conectado al espectrómetro de masas no está controlado por el software, no deje desatendido el espectrómetro de masas mientras está en funcionamiento. La corriente de líquido del sistema de LC puede inundar la fuente de iones cuando el espectrómetro de masas pasa al modo de espera.

Nota: Para mantener el sistema limpio y con un funcionamiento óptimo, ajuste la posición de la sonda cuando cambie el caudal.

Sugerencia: Es más fácil optimizar la señal y la relación señal/ruido con el análisis de inyección de flujo que con las inyecciones en la columna.

Optimización de la fuente de iones

Nota: Si la tensión de la fuente de iones es demasiado alta, podría producirse una descarga de corona. En el software Analyst, es el campo **IonSpray Voltage**. En el software Analyst TF, es el campo **IonSpray Voltage Floating**. Una descarga de corona puede verse como un resplandor azul en la punta de la sonda. Produce una reducción de la sensibilidad y la estabilidad de la señal.

Caudal y temperatura de la fuente de iones

El caudal de introducción de la muestra y la composición del disolvente de la muestra pueden afectar a la temperatura óptima de la sonda TurbolonSpray. Un caudal superior o un contenido más acuoso requieren una temperatura óptima mayor.

La sonda TurbolonSpray se emplea normalmente con flujos de muestra de entre 5 y 1000 µl/min. El calor se utiliza para aumentar el índice de evaporación, lo que mejora la eficiencia de ionización y da lugar a una mayor sensibilidad. Los caudales extremadamente bajos de disolventes con alto contenido orgánico no suelen necesitar temperaturas elevadas. Consulte la sección [Tensiones y parámetros de la fuente](#).

Configuración del sistema para un conector en forma de T para infusión

Nota: Este proceso utiliza infusión de triazina como ejemplo. Para optimizar un compuesto diferente, utilícelo en el proceso de optimización.

Nota: Este proceso es para el software Analyst y SCIEX OS. Para obtener instrucciones más específicas sobre la especificación, consulte la sección [Configuración del sistema](#).

1. Asegúrese de que no haya una columna analítica en el sistema de LC.
2. Conecte el tubo de salida del procesador de muestras automático a una unión y conecte otra pieza de tubo al otro extremo de la unión. Conecte este tubo a la pieza en forma de T.
3. Conecte la salida de la pieza en forma de T a la unión de conexión a tierra del espectrómetro de masas utilizando un tubo PEEK.
4. Conecte la aguja a la jeringa de 1 ml.
5. Llene la jeringa con el volumen apropiado de dilución de infusión de triazina. Consulte el documento *Lista de comprobación de familiarización del cliente*. Asegúrese de eliminar las burbujas de aire de la jeringa.
6. Retire la aguja y conecte la jeringa al tubo PEEK de infusión.
7. Instale la jeringa en la bomba de jeringa y luego conecte el conducto de infusión a la pieza en forma de T.

Figura 4-1: Configuración del conector en forma de T para infusión



Elemento	Descripción
1	La jeringa llena con la solución del compuesto se asienta en la bomba de jeringa integrada de MS
2	La fase móvil pasa a través de la salida de la bomba de LC
3	Hasta la entrada del espectrómetro de masas

Optimización de la posición de la sonda TurbolonSpray



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Asegúrese de que el electrodo sobresalga más allá de la punta de la sonda a fin de evitar que escapen vapores peligrosos de la fuente. El electrodo no debe estar embutido dentro de la sonda.



¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

Después de optimizar la sonda ya solo necesitará pequeños ajustes. Si ha quitado la sonda, o si cambia la composición del analito, el caudal o el disolvente, repita el procedimiento de optimización.

Optimización de la fuente de iones

Consulte la sección [Componentes de la fuente de iones](#).

1. Mire a través de la ventana de la fuente de iones para ver la posición de la sonda.
2. Supervise la señal o la relación señal/ruido de los analitos en el software de control.
3. Utilice el micrómetro horizontal para ajustar la posición de la sonda con pequeños incrementos hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

La sonda se puede optimizar ligeramente a cada lado de la abertura.

Sugerencia: Ajuste la configuración del micrómetro horizontal para dirigir la pulverización de líquido de la sonda TurbolonSpray lejos de la abertura a fin de evitar su contaminación, evitar la penetración del flujo del gas de la interfaz de Curtain Gas, que puede dar lugar a una señal inestable, y evitar cortocircuitos debido a la presencia de líquidos.

4. Utilice el micrómetro vertical para ajustar la posición de la sonda con pequeños incrementos hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

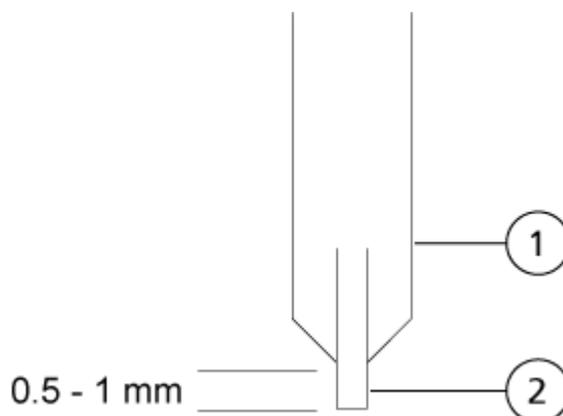
Nota: La posición vertical de la sonda depende del caudal. Con caudales más bajos, la sonda debe estar más cerca de la abertura. Con caudales más altos, la sonda debe estar más alejada de la abertura.

5. Ajuste la tuerca negra de ajuste del electrodo en la sonda para introducir el tubo del electrodo en la sonda y para extraerlo de esta (para ajustar la protrusión).

Nota: La punta del electrodo debe sobresalir entre 0,5 mm y 1,0 mm del extremo de la sonda.

El ajuste óptimo para la punta del electrodo depende del compuesto. La distancia a la que sobresale la punta del electrodo influye en la forma del cono de pulverización, y la forma del cono de pulverización afecta a la sensibilidad del espectrómetro de masas.

Figura 4-2: Ajuste de la extensión de la punta del electrodo



Elemento	Descripción
1	Sonda

Elemento	Descripción
2	Electrodo

Optimización de los parámetros de la fuente de iones y del gas y la tensión

Optimización del gas de fuente de iones 1 (gas nebulizador) para conseguir una mayor sensibilidad y estabilidad de la señal. El gas de fuente de iones 2 (gas del calentador) ayuda a evaporar el disolvente, lo que ayuda a incrementar la ionización de la muestra.

Una temperatura demasiado elevada puede provocar una vaporización prematura del disolvente en la punta de la sonda TurbolonSpray, especialmente si la sonda sobresale demasiado, lo que provoca inestabilidad en la señal y un alto ruido químico de fondo. De igual modo, un flujo de gas del calentador elevado puede producir una señal ruidosa o inestable.

Utilice la menor tensión posible de la fuente de iones sin perder la señal. En el software Analyst, es el campo **IonSpray Voltage**. En el software Analyst TF, es el campo **IonSpray Voltage Floating**. Céntrese en la señal/ruido y no solo en la señal.

Nota: Si la tensión de la fuente de iones es demasiado alta, podría producirse una descarga de corona. En el software Analyst, es el campo **IonSpray Voltage**. En el software Analyst TF, es el campo **IonSpray Voltage Floating**. Una descarga de corona puede verse como un resplandor azul en la punta de la sonda. Produce una reducción de la sensibilidad y la estabilidad de la señal.

1. Ajuste el gas de fuente de iones 1 y el gas de fuente de iones 2 en incrementos de 5 hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

Nota: El gas de fuente de iones 2 se utiliza con caudales mayores típicos en un sistema de LC y en conjunción con una mayor temperatura.

2. Aumente el caudal del gas de la interfaz de Curtain Gas hasta que la señal empiece a disminuir.

Optimización de la fuente de iones

Nota: Para evitar la contaminación, utilice el valor más alto posible para el caudal de gas de la interfaz Curtain Gas que no comprometa la sensibilidad. No establezca el caudal en un valor que sea inferior a los valores que se indican en la [Tabla 4-1](#). Esto ayuda a evitar la penetración del flujo de gas de la interfaz de Curtain Gas, que puede producir una señal ruidosa, a evitar la contaminación de la abertura y aumentar la relación señal/ruido general.

Tabla 4-1: Valores del parámetro CUR

Espectrómetro de masas	Valor inicial
Sistemas SCIEX 6500 y 6500+	30
Sistemas TripleTOF 6600/6600+	De 20 a 25, en función del caudal

3. Ajuste la tensión de la fuente de iones en incrementos de 500 V para maximizar la relación señal/ruido.

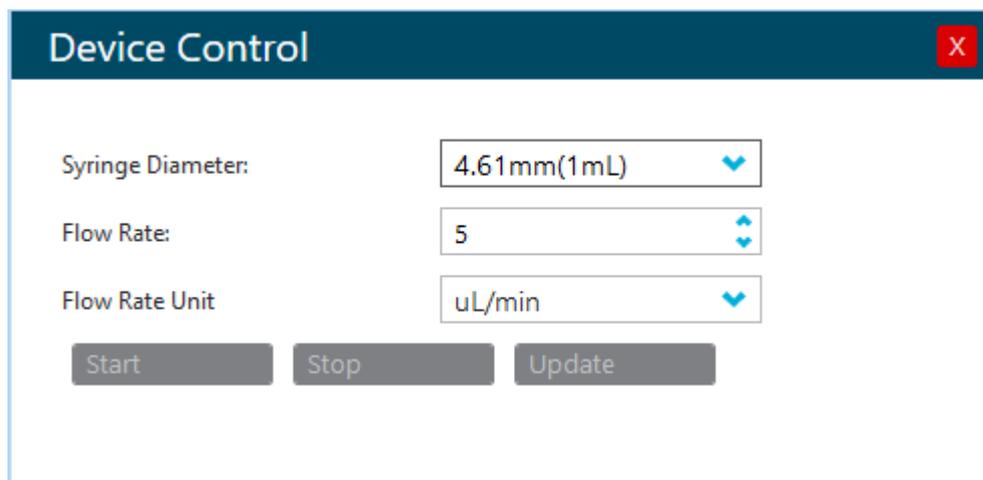
Procedimientos de optimización de la fuente (SCIEX OS)

Condiciones previas

- Configure el tubo del conector en forma de T para infusión, el conector, el espectrómetro de masas y la bomba de LC. Consulte la sección [Configuración del sistema para un conector en forma de T para infusión](#)
- Cree un nuevo método de LC utilizando los valores apropiados para la optimización. Consulte el documento: *Guía de usuario del software*.
- Cree un nuevo método de MRM utilizando los valores apropiados para la optimización. Consulte el documento: *Guía de usuario del software*.

1. En Configuration Workspace, en la página Queue, escriba un valor de **Instrument idle time** de entre 30 y 60 minutos.
2. En el panel de estado, haga clic en **Direct Device Control** para la jeringa y escriba los valores apropiados.

Figura 4-3: Cuadro de diálogo Device Control de la jeringa



3. Haga clic en **Equilibrate** y luego establezca el tiempo de equilibrado, los métodos de MS y los métodos de LC.

Nota: Elija un tiempo de equilibrado que permita que el instrumento alcance los puntos de ajuste en los métodos de MS y de LC seleccionados.

4. Haga clic en **Start**.
Asegúrese de que la jeringa se mueva libremente y que no haya fugas.
5. Haga clic en **Start** para iniciar la recopilación de datos cuando el estado del instrumento sea *Ready*.
6. Optimice los parámetros de la fuente y del gas después de que se haya adquirido un punto de referencia de MRM estable en la sección XIC del panel Data Acquisition. La protrusión y la posición de la aguja se pueden cambiar después de que los parámetros de la fuente y del gas se hayan optimizado. Los resultados de los ajustes se pueden ver en el panel Data Acquisition.
7. Para probar las condiciones de la fuente y otras composiciones de gradiente, haga clic en **Device Direct Control** junto al sistema de LC en el panel de estado. Se abre el cuadro de diálogo Device Control.
8. Ajuste los parámetros **Flow** y **Concentration** y haga clic en **OK**.
9. Haga clic en **Stop** en el panel Data Acquisition y guarde el archivo de datos haciendo clic en **Save**.
10. En la ventana MS Method, guarde los parámetros de la fuente y del gas optimizados haciendo clic en **Save**.

Sugerencia: Los parámetros optimizados suelen ser aplicables a una gran variedad de compuestos. Para mezclas más complejas, ciertos compuestos pueden requerir un valor de temperatura de la fuente o de **Spray voltage** diferente.

11. Una vez finalizada la optimización, haga clic en **Stop** en el cuadro de diálogo Device Control de la jeringa y establezca el sistema en Standby.

Optimización de la fuente de iones

El método de MS y el caudal de LC se detienen. Los parámetros de la fuente y del gas permanecen activos.

Optimización de la temperatura del calentador turbo

La temperatura óptima del calentador depende del compuesto, el caudal y la composición de la fase móvil. Cuanto mayor sea el caudal y mayor la composición acuosa, mayor será la temperatura optimizada.

Cuando optimice la temperatura de la fuente, asegúrese de que la fuente de iones está equilibrada con respecto al nuevo ajuste de la temperatura.

Nota: La temperatura optimizada para la fuente de iones Turbo V puede no ser la óptima para la fuente de iones IonDrive Turbo V porque estas fuentes tienen dos tamaños de calentador diferentes. Se recomienda volver a ajustar la temperatura para cualquier método desarrollado para una fuente de iones Turbo V para obtener niveles óptimos de sensibilidad y estabilidad. La temperatura de la fuente de iones IonDrive Turbo V suele ser inferior a la de la fuente de iones Turbo V.

Ajuste la temperatura de la fuente de iones en incrementos de entre 50 °C y 100 °C hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

Sugerencias de optimización

La optimización de la fuente de iones minimiza la necesidad de limpiar la fuente de iones y los componentes de la interfaz de vacío.

- Utilice el valor de **Source temperature** más alto posible al optimizar compuestos. Una temperatura de 700 °C es común para muchos compuestos. Las temperaturas altas ayudan a mantener limpia la fuente de iones y reducir el ruido de fondo.
- Utilice el valor más alto posible para el caudal de gas de la interfaz de Curtain Gas que no comprometa la sensibilidad. Esto lo ayudará a lo siguiente:
 - Evitar la penetración del caudal de gas para la interfaz de Curtain Gas, que puede producir una señal ruidosa.
 - Evitar la contaminación de la abertura.
 - Aumentar la relación señal/ruido general.
- Ajuste la configuración del micrómetro horizontal para alejar la pulverización de líquido de la sonda de la abertura para:
 - Evitar la contaminación de la abertura.
 - Evitar la penetración del caudal de gas para la interfaz de Curtain Gas, que podría producir una señal inestable.
 - Evitar cortocircuitos debido a la presencia de líquido.

Para ello, utilice el micrómetro vertical para elevar la sonda.

- Utilice la menor tensión posible de la fuente de iones sin perder la señal. En el software Analyst, es el campo **IonSpray Voltage**. En el software Analyst TF, es el campo **IonSpray Voltage Floating**. . Céntrese en la señal/ruido y no solo en la señal.

Mantenimiento de la fuente de iones

5

La siguiente advertencia se aplica a todos los procedimientos de mantenimiento de esta sección.



¡ADVERTENCIA! Peligro por superficies calientes. Deje que la fuente de iones IonDrive Turbo V se enfríe durante al menos 90 minutos antes de iniciar cualquier procedimiento de mantenimiento. Algunas superficies de la fuente de iones y la interfaz de vacío se calientan durante su funcionamiento.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de incendio y peligro de toxicidad química. Mantenga los líquidos inflamables lejos de las llamas y las chispas, y utilícelos solo en campanas extractoras de humos químicos ventilados o en cabinas de seguridad.



¡ADVERTENCIA! Peligro de toxicidad química. Utilice equipo de protección individual, incluidos una bata de laboratorio, guantes y gafas de seguridad, para evitar la exposición de la piel o los ojos.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. En caso de derrame de sustancias químicas, revise las fichas técnicas para conocer las instrucciones específicas. Compruebe que el sistema se encuentre en estado Standby antes de limpiar un derrame cercano a la fuente de iones. Utilice el equipo de protección individual adecuado y toallitas absorbentes para contener el derrame y deséchelas según lo dispuesto por las normativas locales.



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Evite el contacto con las altas tensiones aplicadas a la fuente de iones durante el funcionamiento. Ponga el sistema en el estado Standby antes de ajustar el tubo de muestra u otros equipos cerca de la fuente de iones.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de perforación, peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Deje de usar la fuente de iones si la ventana está agrietada o rota y póngase en contacto con un representante del servicio técnico (FSE) de SCIEX. Cualquier material tóxico o nocivo introducido en el equipo estará presente en la salida de escape de la fuente. El escape del equipo se debe expulsar de la sala. Deseche los objetos afilados siguiendo los procedimientos de seguridad establecidos del laboratorio.

PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. No levante ni transporte la fuente de iones con una mano. La fuente de iones está diseñada para levantarla o transportarla con dos manos, una mano a cada lado de la fuente de iones.

Esta sección contiene procedimientos generales de mantenimiento para la fuente de iones. Para determinar con qué frecuencia debe limpiar o realizar tareas de mantenimiento en la fuente de iones, considere lo siguiente:

- Compuestos probados
- Limpieza de las muestras y técnicas de preparación de muestras
- Cantidad de tiempo que una sonda inactiva contiene una muestra
- Tiempo de ejecución del sistema general

Estos factores pueden provocar cambios en el rendimiento de la fuente de iones, lo que indica que se requiere un mantenimiento.

Asegúrese de que la fuente de iones instalada esté totalmente sellada al espectrómetro de masas y que no haya signos de fugas de gas. Inspeccione con regularidad la fuente de iones y sus adaptadores para comprobar que no existan fugas. Limpie los componentes de la fuente de iones con regularidad para mantenerla en buen estado de funcionamiento.

PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. Utilice solo el método de limpieza y los materiales recomendados para evitar dañar los equipos.

Materiales necesarios

- Llave de boca de 0,25 pulgadas
- Destornillador de punta plana
- Metanol de grado LC-MS
- Agua desionizada de grado LC-MS
- Gafas de seguridad.
- Máscara y filtro de respiración
- Guantes no empolvados (se recomienda que sean de nitrilo o neopreno)
- Bata de laboratorio

Calendario de mantenimiento recomendado

La tabla siguiente proporciona un programa recomendado de limpieza y mantenimiento de la fuente de iones. Consulte la lista de consumibles y repuestos en el documento: *Guía de piezas y equipos*.

Sugerencia: Realice las tareas de mantenimiento regularmente para garantizar que el sistema tenga un rendimiento óptimo.

Mantenimiento de la fuente de iones

Póngase en contacto con nuestro personal de mantenimiento cualificado (QMP) para realizar el pedido de piezas consumibles y para los requisitos básicos de servicio y mantenimiento. Póngase en contacto con un representante del servicio técnico (FSE) de SCIEX para conocer el resto de los requisitos de mantenimiento y reparaciones.

Nota: Para obtener información sobre los números de referencia, consulte el documento *Guía de piezas y equipos*.

Tabla 5-1: Tareas de mantenimiento de la fuente de iones

Componente	Frecuencia	Tarea	Para obtener más información
Sondas TurbolonSpray y APCI	Según sea necesario	Examinar y sustituir	Consulte la sección: Extracción de la sonda y Instalación de la sonda .
Electrodos para las sondas TurbolonSpray y APCI	Según sea necesario	Examinar y sustituir	Consulte la sección Sustitución del electrodo .
Aguja de descarga de corona	Según sea necesario	Reemplazar	Consulte la sección Sustitución de la aguja de descarga de corona .
Calentador turbo	Según sea necesario	Reemplazar	Póngase en contacto con el personal de mantenimiento cualificado (QMP) o con un representante del servicio técnico (FSE) local.
Tubo de muestra	Según sea necesario	Reemplazar	Consulte la sección Conexión del tubo de la fuente de iones .

Fuente de iones IonDrive™ Turbo V

Algunas superficies de la fuente de iones se calientan durante su funcionamiento. Las siguientes figuras muestra las superficies que están más frías (azul y gris) y superficies que permanecen calientes durante un periodo prolongado de tiempo (rojo). No toque las superficies rojas mientras utiliza o retira la fuente de iones.

Figura 5-1: Hot Surfaces: Superficies calientes: modo ESI (Rojo = Caliente, Gris = Templado, Azul = Manejar con precaución)

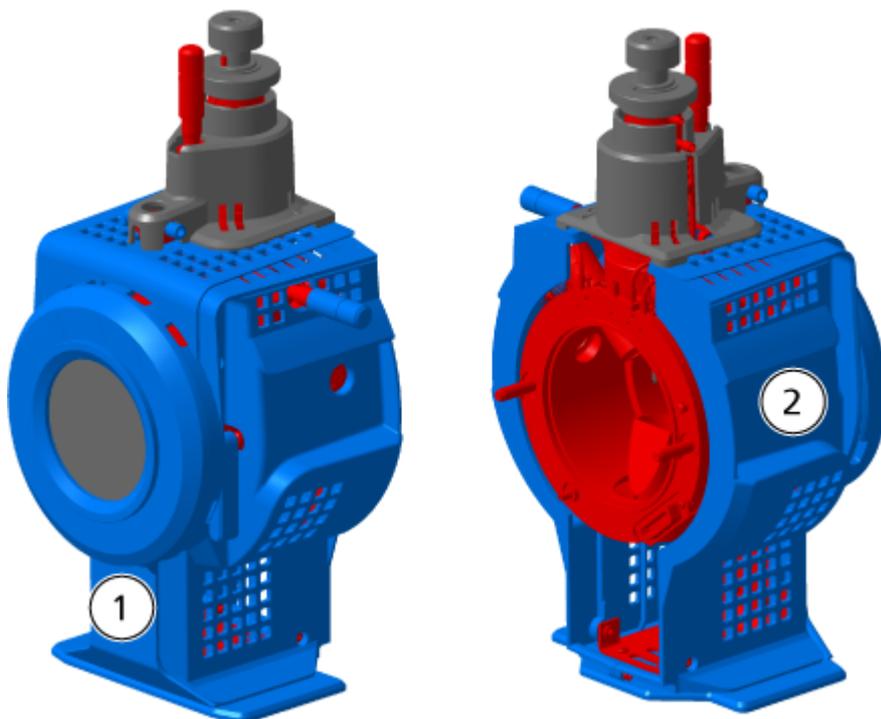
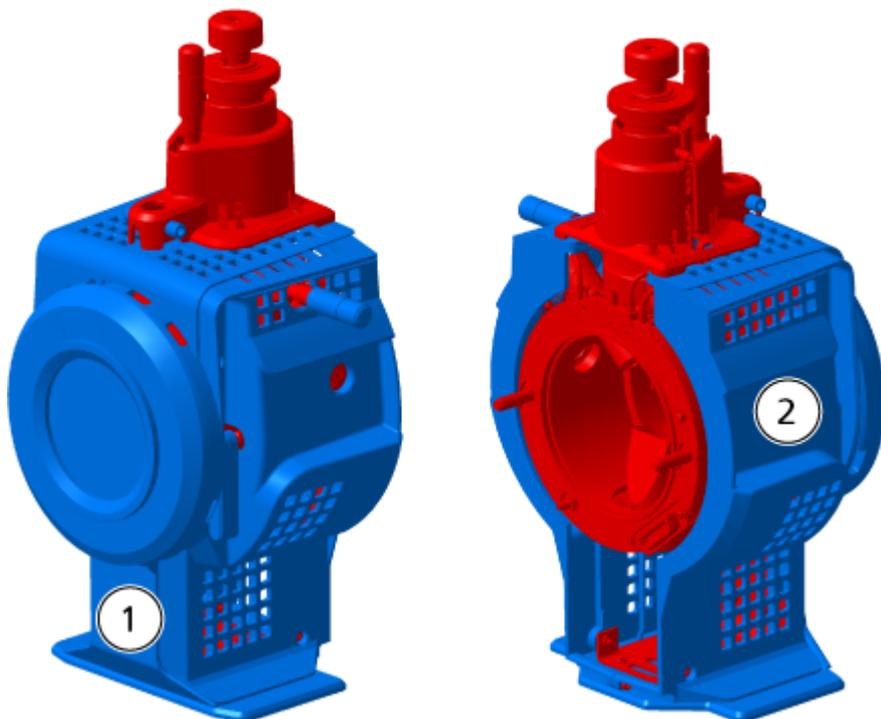


Figura 5-2: Hot Surfaces: APCI Mode (Red=Hot, Blue=Handle with Care)



Elemento	Descripción
1	Delante
2	Detrás

Extracción de la fuente de iones

Nota: El nitrógeno sigue fluyendo a una velocidad de 5,3 l/min cuando el espectrómetro de masas está apagado o la fuente de iones se retira del sistema. Para minimizar el consumo de gas nitrógeno y para mantener limpio el espectrómetro de masas cuando no se esté utilizando, deje instalada la fuente de iones en el espectrómetro y el sistema encendido.

La fuente de iones se puede extraer fácil y rápidamente sin necesidad de herramientas. Extraiga siempre la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de realizar cualquier operación de mantenimiento en la fuente de iones o de intercambiar sondas.

1. Detenga todos los análisis en curso.
2. Desconecte la corriente de muestra.
3. Ajuste el valor de **Temperature** de la fuente de iones a 0 si los calentadores están en uso.
4. (SCIEX OS) Haga clic en **Standby** () en el panel de estado.
5. Espere al menos 90 minutos para que la fuente de iones se enfríe.
6. Desconecte el tubo de muestra de la unión de conexión a tierra.
7. Gire los dos pestillos de la fuente hacia arriba, hasta la posición de las 12 en punto, para liberar la fuente de iones.
8. Separe suavemente la fuente de iones de la interfaz de vacío.

Nota: Tenga cuidado de no perder las juntas tóricas instaladas en la interfaz de vacío.

9. Coloque la fuente de iones sobre una superficie limpia y segura.

Limpieza de las superficies de la fuente de iones



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.

Procedimientos de condiciones previas
--

- | |
|---|
| <ul style="list-style-type: none">• Extracción de la fuente de iones. |
|---|

Limpie las superficies de la fuente de iones después de un derrame o cuando estén sucias.

Limpie la superficie de la fuente de iones con un paño suave y húmedo.

Limpieza de la sonda

Enjuague periódicamente la fuente de iones, independientemente del tipo de compuestos muestreado. Hágalo mediante la configuración de un método en el software de control específicamente para realizar una operación de enjuague.

1. Cambie a una fase móvil con una proporción 1:1 de agua:acetonitrilo, o bien 1:1 de agua:metanol.
2. Ajuste la posición de la sonda de modo que quede lo más lejos posible del orificio.
3. En el software de control, haga lo siguiente.
 - a. Cree un método de MS.
 - b. Ajuste la temperatura de la fuente de iones a entre 500 °C y 600 °C.
 - c. Ajuste el gas de fuente de iones 1 y el gas de fuente de iones 2 al menos a 40.
 - d. Ajuste el caudal del gas de la interfaz de Curtain Gas al valor más alto posible.
4. Espere hasta que se alcance el punto de ajuste de temperatura establecido.
5. Asegúrese de que la sonda y el tubo de muestra queden perfectamente enjuagados.

Extracción de la sonda



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.

PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. No permita que la punta del electrodo que sobresale ni la aguja de descarga de corona toquen ninguna pieza del alojamiento de la fuente de iones para evitar dañar la sonda.

Procedimientos de condiciones previas
--

- | |
|---|
| <ul style="list-style-type: none">• Extracción de la fuente de iones. |
|---|

Mantenimiento de la fuente de iones

La sonda se puede extraer fácil y rápidamente sin necesidad de herramientas. Extraiga siempre la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de cambiar las sondas o de realizar el mantenimiento de la sonda.

1. Afloje la tuerca del tubo de muestra y luego desconecte el tubo de muestra de la sonda.
2. Afloje el anillo de retención que sujeta la sonda en el alojamiento de la fuente de iones.
3. Tire suavemente de la sonda hacia arriba y sáquela de la torre.
4. Coloque la sonda en una superficie limpia y segura.

Sustitución del electrodo



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.



¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

Procedimientos de condiciones previas
<ul style="list-style-type: none">• Extracción de la fuente de iones.• Extracción de la sonda.

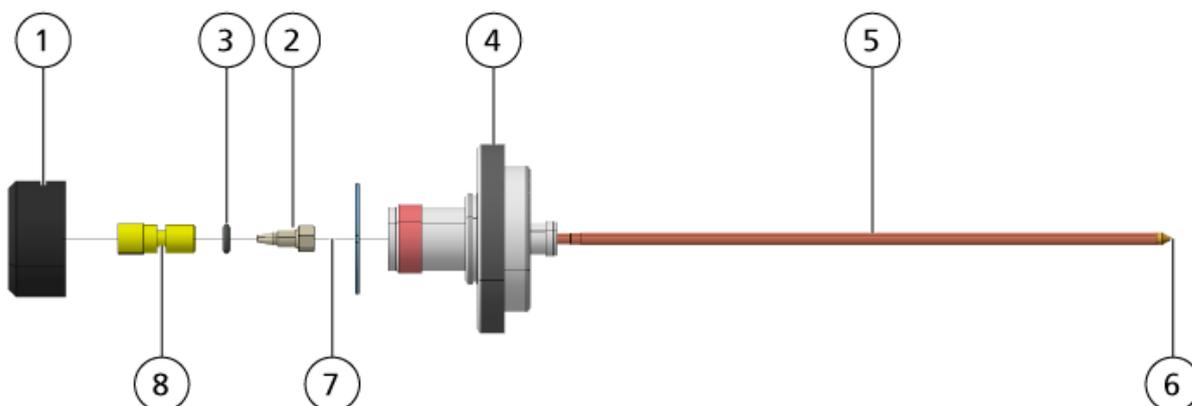
La sonda contiene un electrodo. Cambie el electrodo cuando observe un descenso del rendimiento.

Nota: Después de cambiar el electrodo, evalúe el efecto del cambio en el rendimiento del sistema.

Este procedimiento se aplica a ambas sondas.

1. Extraiga la tuerca de ajuste del electrodo y, a continuación, saque el electrodo.
2. Mientras sostiene la sonda con la punta hacia abajo, de manera que el muelle permanezca dentro de la sonda, instale un adaptador para muestras en la unión PEEK y apriete a mano.

Figura 5-3: Sonda, vista ampliada



Elemento	Descripción
1	Tuerca de ajuste del electrodo
2	Tuerca de retención de 1/4 pulgadas
3	Resorte
4	Anillo de retención
5	Tubo del pulverizador
6	Punta del electrodo
7	Tubo del electrodo
8	Unión PEEK

3. Extraiga la unión PEEK y el tubo del electrodo adjunto de la sonda.
4. Retire el adaptador para muestras de la unión PEEK.
5. Utilice la llave de boca de 0,25 pulgadas para extraer la tuerca de retención que sostiene el tubo del electrodo en la unión PEEK.
6. Extraiga el tubo del electrodo de la tuerca de retención.
7. Introduzca el nuevo tubo del electrodo en la tuerca de retención y, a continuación, en la unión PEEK.
Asegúrese de que el tubo del electrodo está tan introducido como sea posible en la unión PEEK. Si existe un hueco entre el tubo del electrodo y su emplazamiento dentro de la unión, puede producirse un volumen muerto.
8. Apriete la tuerca de retención.
No fuerce la tuerca de retención ni la apriete excesivamente, ya que el tubo podría presentar fugas.
9. Asegúrese de que el resorte esté aún dentro de la sonda y, a continuación, apriete la tuerca de ajuste del electrodo.

Mantenimiento de la fuente de iones

10. Alinee el tubo del electrodo con la abertura estrecha del tubo del pulverizador e introduzca la unión PEEK y el tubo del electrodo adherido en la sonda. Tenga cuidado de no doblar el tubo del electrodo.
11. Instale y después apriete la tuerca de ajuste del electrodo.
12. Instale la sonda. Consulte la sección [Instalación de la sonda](#).
13. Instale la fuente de iones en el espectrómetro de masas. Consulte la sección [Instalación de la fuente de iones](#).
14. Conecte el tubo de muestra. Consulte la sección [Conexión del tubo de la fuente de iones](#).
15. Ajuste la extensión de la punta del electrodo. Consulte la sección [Optimización de la posición de la sonda TurbolonSpray](#) o [Optimización de la posición de la sonda APCI](#).

Sustitución de la aguja de descarga de corona



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.



¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Manipule con cuidado la aguja. La punta de la aguja es muy afilada.

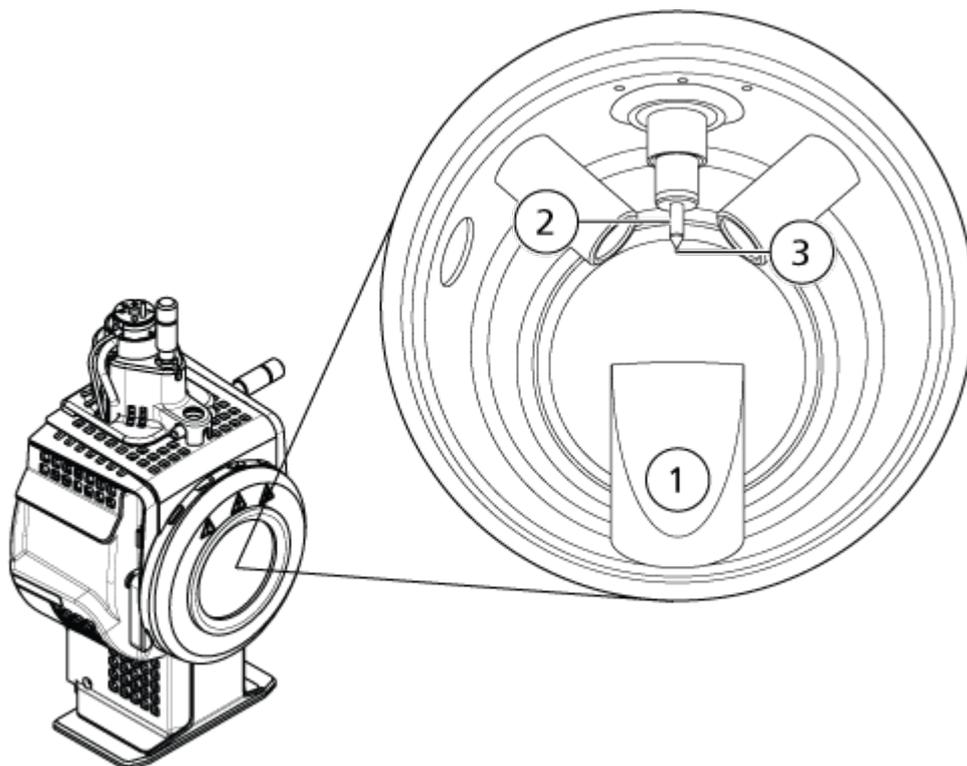
Procedimientos de condiciones previas

- [Extracción de la fuente de iones](#).
- [Extracción de la sonda](#).

Si la punta de la aguja de descarga de corona se corroe, es posible que no pueda sacarla manualmente. En ese caso, corte la punta de la aguja para sacarla y después sustituya todo el conjunto de la aguja de descarga de corona.

1. Gire la fuente de iones para que se pueda acceder al lado abierto.

Figura 5-4: Aguja de descarga de corona



Elemento	Descripción
1	Chimenea de escape
2	Manguito cerámico
3	Punta de la aguja de descarga de corona

- Mientras sostiene el tornillo de ajuste de la aguja de descarga de corona entre el dedo índice y el pulgar de una mano y la aguja de descarga de corona con la otra mano, gire la punta de la aguja de descarga de corona en sentido antihorario para aflojar y extraer con cuidado la punta. Consulte la sección [Componentes de la fuente de iones](#).
- Tire hacia abajo y con cuidado de la aguja de descarga de corona a través de la chimenea de escape para extraerla.
- Introduzca la nueva aguja a través de la chimenea de escape en el manguito cerámico hasta donde le sea posible.
- Sosteniendo una punta nueva entre el dedo índice y el pulgar de una mano y el tornillo de ajuste de la aguja de descarga de corona con la otra mano, gire la punta de la aguja de descarga de corona en sentido horario para instalar la punta.
- Inserte la sonda y, a continuación, instale la fuente de iones en el espectrómetro de masas. Consulte la sección [Instalación de la fuente de iones](#).

Sustitución del tubo de muestra



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Retire la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de iniciar este procedimiento. Siga todas las prácticas de trabajo seguro con electricidad.

Procedimientos de condiciones previas

- Detenga el flujo de muestra y asegúrese de que todo el gas restante se haya eliminado a través del sistema de escape de la fuente.
- [Extracción de la fuente de iones.](#)

Utilice el siguiente procedimiento para reemplazar el tubo de muestra si presenta un bloqueo.

1. Desconecte el tubo de muestras de la sonda y la unión de conexión a tierra.
2. Sustituya el tubo de muestras por un tubo de la longitud apropiada; corte con un cortador de tubos adecuado. Consulte la sección [Conexión del tubo de la fuente de iones](#).
3. Instale la fuente de iones. Consulte la sección [Instalación de la fuente de iones](#).
4. Inicie el flujo de muestra.

Almacenamiento y manipulación



¡ADVERTENCIA! Peligro medioambiental. No elimine los componentes del sistema como residuos urbanos sin clasificar. Siga las normativas locales de eliminación de componentes.

Requisitos ambientales para el almacenamiento y el transporte de la fuente de iones:

- Temperatura ambiental entre -30 °C y +60 °C (-22 °F y 140 °F)
- Presión atmosférica entre 75 kPa y 101 kPa
- Humedad relativa no superior al 99 %, sin condensación

Solución de problemas de la fuente de iones

6

Síntoma	Posible causa	Acción correctiva
El software de control informa de que un espectrómetro de masas ha pasado a un estado Fault.	<ol style="list-style-type: none">1. La sonda no está instalada.2. La sonda no está conectada firmemente.	<ol style="list-style-type: none">1. Instale la sonda. Consulte la sección Instalación de la sonda.2. Vuelva a instalar la sonda:<ol style="list-style-type: none">a. Extraiga la sonda. Consulte la sección Extracción de la sonda.b. Instale la sonda asegurándose de que el anillo de retención quede bien apretado. Consulte la sección Instalación de la sonda.
El software de control indica que se está utilizando una sonda específica, pero está instalada una sonda diferente.	El fusible F3 está fundido.	Póngase en contacto con un representante del servicio técnico (FSE).
La pulverización no es uniforme.	El electrodo está bloqueado.	Limpie el electrodo. Consulte la sección Sustitución del electrodo .
No se ha alcanzado la temperatura de la fuente de iones o es demasiado alta o inestable.	El calentador turbo está defectuoso.	Póngase en contacto con el personal de mantenimiento cualificado (QMP) o con un representante del servicio técnico (FSE) local.

Solución de problemas de la fuente de iones

Síntoma	Posible causa	Acción correctiva
La sensibilidad no es adecuada.	<ol style="list-style-type: none">1. Los componentes de la interfaz (extremo delantero) están sucios.2. La región del analizador contiene vapor de disolvente y otros compuestos desconocidos.	<ol style="list-style-type: none">1. Limpie los componentes de la interfaz e instale la fuente de iones.2. Optimice el caudal del gas de la interfaz de Curtain Gas. Consulte la sección Optimización de la fuente de iones.
Durante la prueba, la fuente de iones no cumple las especificaciones.	<ol style="list-style-type: none">1. La solución de prueba no se ha preparado correctamente.2. El espectrómetro de masas no ha superado las pruebas de instalación.	<ol style="list-style-type: none">1. Confirme que la solución de prueba se ha preparado correctamente.2. Si el problema no puede resolverse, póngase en contacto con el representante del servicio técnico para llevar a cabo las pruebas de instalación.

Solución de problemas de la fuente de iones

Síntoma	Posible causa	Acción correctiva
El ruido de fondo es alto.	<ol style="list-style-type: none"> 1. La temperatura de la fuente de iones es demasiado alta. 2. El caudal del gas del calentador (gas de fuente de iones 2) es demasiado alto. 3. La fuente de iones está contaminada. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Optimice la temperatura de la fuente de iones. 2. Optimice el flujo de gas del calentador. 3. Limpie o sustituya los componentes de la fuente de iones y acondicione la fuente de iones y la parte delantera: <ol style="list-style-type: none"> a. Mueva la sonda a la posición más alejada de la abertura (en vertical y en horizontal). b. Asegúrese de que el calentador de la interfaz esté encendido. c. Infunda o inyecte metanol:agua a una proporción 50:50 con un caudal de la bomba de 1 ml/min. d. En el software de control, establezca la temperatura de la fuente de iones en 650, el gas de fuente de iones 1 en 60 y el gas de fuente de iones 2 en 60. e. Ajuste el caudal del gas de la interfaz de Curtain Gas a 45 o 50. f. Adquiera datos durante 2 horas

Solución de problemas de la fuente de iones

Síntoma	Posible causa	Acción correctiva
		como mínimo o preferiblemente por la noche para obtener mejores resultados.
El rendimiento de la fuente de iones ha disminuido.	<ol style="list-style-type: none"> 1. La sonda no está optimizada. 2. La muestra no se había preparado correctamente o se ha degradado. 3. Hay una fuga en los conectores de entrada de muestras. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Optimice la sonda. Consulte la sección Optimización de la sonda TurbolonSpray o Optimización de sonda APCI. 2. Asegúrese de que la muestra se haya preparado correctamente. 3. Asegúrese de que los conectores estén apretados y sustitúyalos si las fugas continúan. No apriete demasiado los conectores. 4. Instale y optimice una fuente de iones alternativa. Si el problema persiste, póngase en contacto con un representante del servicio técnico.
Se producen arcos o chispas.	La posición de la aguja de descarga de corona es incorrecta o la punta del electrodo está dañada.	Gire la aguja de descarga de corona hacia la placa de chapa y retírela de la corriente de gas del calentador. Consulte la sección Ajuste de la posición de la aguja de descarga de corona .

Principios de funcionamiento: fuente de iones

A

Modo de ionización por electropulverización

La sonda se encuentra en el centro entre los dos calentadores turbo, que están colocados en un ángulo de 45 grados a cada lado de la sonda. La combinación de pulverización y gas seco caliente procedente los calentadores turbo se proyecta a un ángulo de 90 grados a la abertura en la placa de chapa.

Solo los compuestos que se ionizan en el disolvente líquido se pueden generar como iones de fase gaseosa en la fuente. La eficiencia y el índice de generación de iones dependen de las energías de solvatación de los iones específicos. Los iones con energías de solvatación más baja son más proclives a evaporarse que los iones con energías de solvatación más elevada.

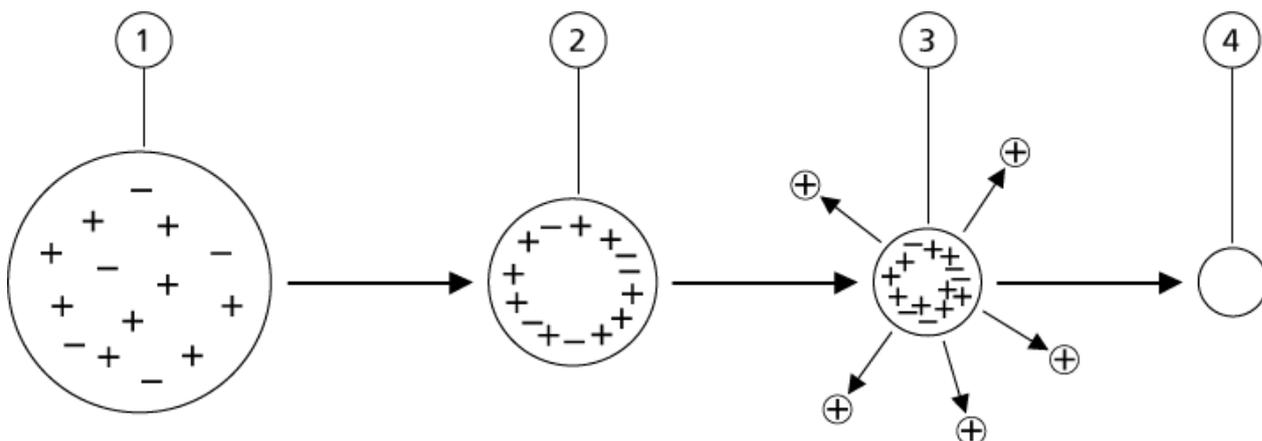
La interacción entre **IonSpray Voltage** (software Analyst), **IonSpray Voltage Floating** (software Analyst TF) o **Spray voltage** (SCIEX OS) y los calentadores turbo ayuda a centrar la corriente y aumenta el índice de evaporación de gotas, lo que da lugar a un aumento de la señal de iones. El gas caliente aumenta la eficiencia de la evaporación de iones, lo que da lugar a una mayor sensibilidad y a la capacidad de manejar flujos de muestras líquidas mayores.

Un flujo de alta velocidad de gas nebulizador comparte gotas de la corriente de muestra líquida en la entrada de **IonSpray Voltage** o . Mediante la alta tensión variable aplicada al pulverizador, la fuente de iones aplica una carga neta a cada gota. Esta carga facilita la dispersión de las gotas. Los iones de una sola polaridad son, de manera preferente, atraídos por la alta tensión a las gotas cuando se separan de la corriente líquida. No obstante, esta separación es incompleta y cada gota contiene muchos iones de ambas polaridades. En cada gota predominan iones de una determinada polaridad y la diferencia entre el número de iones cargados positivamente o negativamente da lugar a la carga neta. Solo el exceso de iones de la polaridad predominante estará disponible para la evaporación de iones y solo una fracción de estos llega a evaporarse.

La sonda puede generar iones con carga múltiple a partir de compuestos que tienen múltiples centros de carga, tales como los péptidos y los oligonucleótidos. Esto resulta útil cuando se analizan especies de elevado peso molecular, donde las múltiples cargas producen iones con una relación masa/carga (m/z) dentro del rango de masa del espectrómetro de masas. Esto permite determinaciones de peso molecular normal de los compuestos en el rango de kiloDalton (kDa).

Cada gota cargada contiene disolvente e iones positivos y negativos, pero con iones de una polaridad predominante. Consulte la figura: [Figura A-1](#). Como medio conductor, el exceso de cargas se encuentra en la superficie de la gota. A medida que el disolvente se evapora, el campo eléctrico de la superficie de la gota aumenta debido a que disminuye el radio de la gota.

Figura A-1: Evaporación de iones



Elemento	Descripción
1	La gota contiene iones de ambas polaridades, pero una de ellas predomina.
2	A medida que el disolvente se evapora, el campo eléctrico aumenta y los iones se desplazan a la superficie.
3	Con un determinado valor de campo crítico, los iones se desprenden de las gotas.
4	Los residuos no volátiles permanecen como partículas secas.

Si la gota contiene un exceso de iones y se evapora suficiente disolvente de la gota, se alcanza un campo crítico en el que los iones se desprenden de la superficie. Al final todo el disolvente se evaporará de la gota, dejando una partícula seca formada por componentes no volátiles de la solución de muestra.

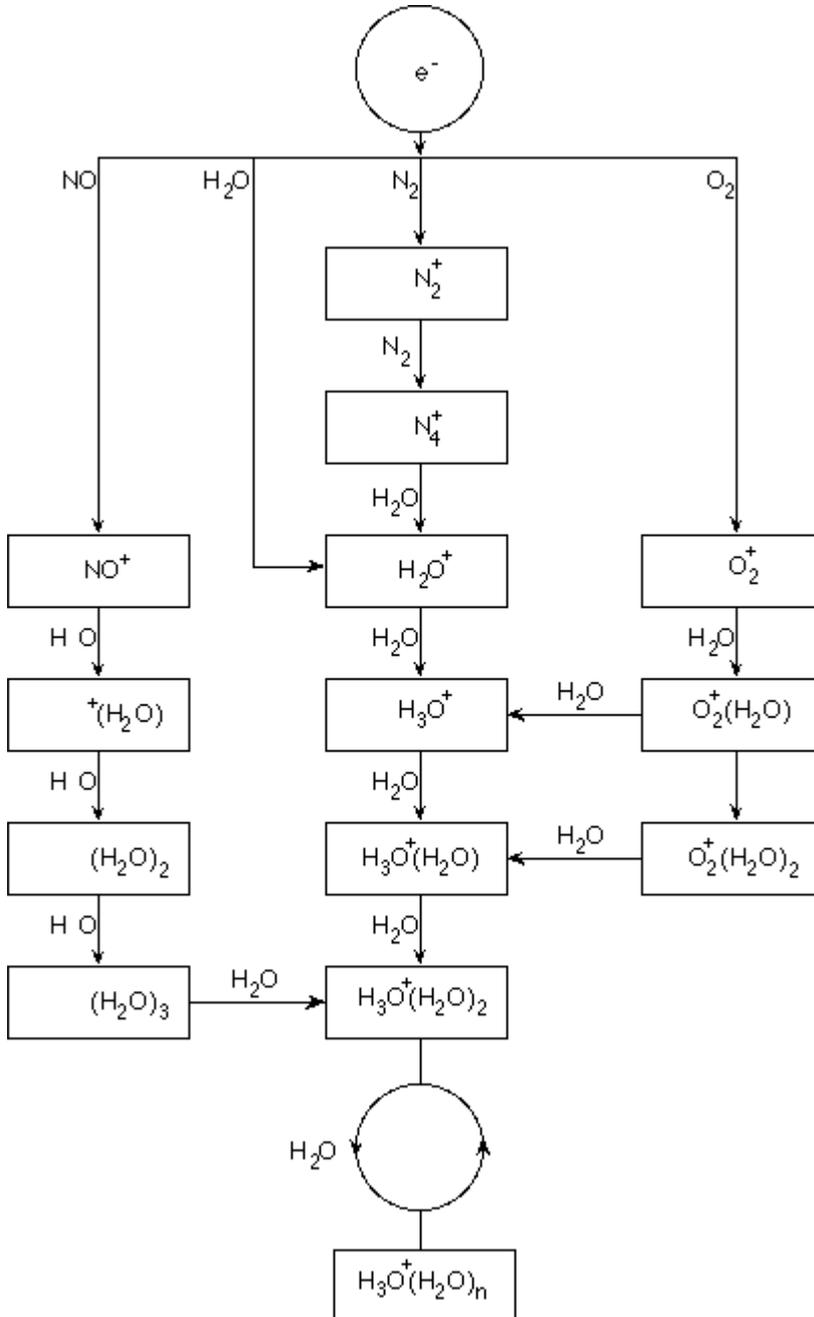
Debido a que se desconocen las energías de solvatación de la mayoría de las moléculas orgánicas, resulta difícil predecir las sensibilidades de un determinado ion orgánico para la evaporación de iones. La importancia de la energía de solvatación es evidente debido a que los surfactantes que se concentran en la superficie de un líquido se pueden detectar con mucha sensibilidad.

Modo APCI

La base para las antiguas incompatibilidades a la hora de vincular la cromatografía líquida con la espectrometría de masas surgió a partir de las dificultades para convertir moléculas relativamente no volátiles en solución líquida en un gas molecular sin inducir una descomposición excesiva. El proceso de la sonda APCI, que consiste en una nebulización sutil de la muestra en pequeñas gotas finamente dispersadas en un tubo cerámico calentado, genera una rápida vaporización de la muestra de forma que las moléculas de esta no se descompongan.

La siguiente figura muestra el flujo de reacción del proceso de la ionización química a presión atmosférica (APCI) para iones positivos reactivos, hidratos de protón, $H_3O^+[H_2O]_n$.

Figura A-2: Diagrama de flujo de la reacción APCI



Los iones primarios principales N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ , y NO^+ están formados por el impacto de los electrones creados en la corona en los principales componentes neutros del aire. Aunque NO^+ normalmente no es un componente principal del aire limpio, la concentración de esta especie en la fuente de iones se ha mejorado debido a reacciones neutras iniciadas por la descarga de corona.

Principios de funcionamiento: fuente de iones

Las muestras que se introducen a través de la sonda APCI se pulverizan, con ayuda de un gas nebulizador, en el tubo cerámico caliente. Dentro del tubo, las gotas finamente dispersadas de la muestra y el disolvente experimentan una rápida vaporización con una descomposición térmica mínima. La sutil vaporización conserva la identidad molecular de la muestra.

Las moléculas gaseosas del disolvente y la muestra se desplazan al alojamiento de la fuente de iones, donde la ionización mediante APCI se induce a través de una aguja de descarga de corona conectada al extremo del tubo cerámico. Las moléculas de la muestra se ionizan al colisionar con los iones de reactivo creados por la ionización de las moléculas de disolvente de fase móvil. Las moléculas del disolvente vaporizadas se ionizan para producir los iones de reactivo $[X+H]^+$ en polaridad positiva y $[X-H]^-$ en polaridad negativa. Consulte la figura: [Figura A-3](#). Son estos iones de reactivo los que producen los iones estables de la muestra al colisionar con las moléculas de la muestra.

Figura A-3: Ionización química a presión atmosférica

Elemento	Descripción
1	Muestra
2	Los iones primarios se crean en las proximidades de la aguja de descarga de corona
3	La ionización genera predominantemente iones de disolvente
4	Los iones de reactivo reaccionan con las moléculas de la muestra formando agrupamientos
5	Placa de chapa
6	Interfaz

x = moléculas del disolvente; M = moléculas de la muestra

Las moléculas de la muestra se ionizan mediante un proceso de transferencia de protones en polaridad positiva y mediante la transferencia de electrones o la transferencia de protones en polaridad negativa. La energía del proceso de ionización de APCI está dominada por la colisión debido a la presión atmosférica relativamente alta de la fuente de iones.

En aplicaciones de fase inversa, los iones de reactivo constan de moléculas de disolvente protonadas en polaridad positiva e iones de oxígeno solvatados en polaridad negativa. Con una termodinámica favorable, la adición de modificadores altera la composición de los iones de reactivo. Por ejemplo, la adición de modificadores o tampones de acetato pueden convertir el ion acetato $[CH_3COO]^-$ en el reactivo primario en polaridad negativa. Los modificadores de amonio pueden convertir el amoniaco protonado $[NH_4]^+$ en el reactivo primario en polaridad positiva.

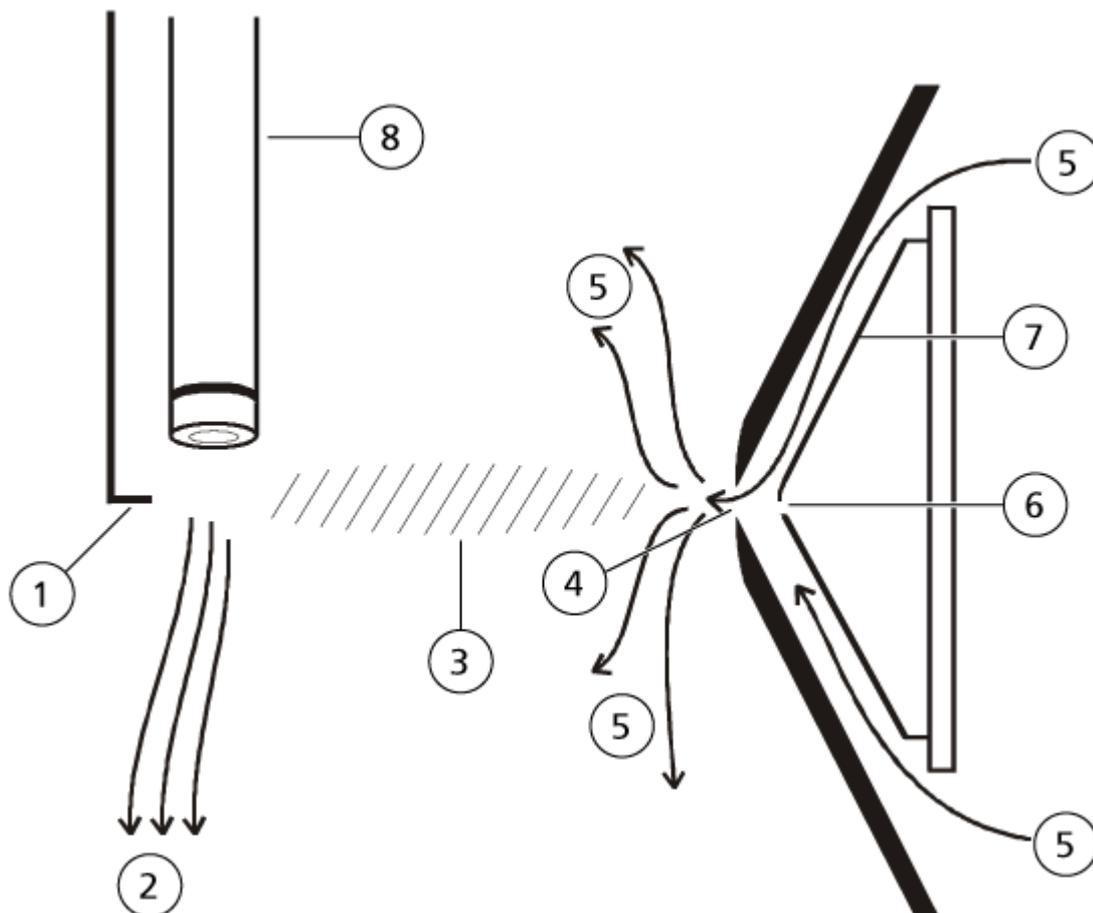
Con colisiones se consigue mantener una distribución equilibrada de ciertos iones como, por ejemplo, iones agrupados de agua protonada. La posibilidad de una fragmentación prematura de los iones de la muestra en la fuente de iones es reducida debido a la moderada influencia de las agrupaciones del disolvente en los iones de reactivo y la presión

relativamente alta del gas en la fuente. Como resultado, el proceso de ionización produce principalmente iones de producto moleculares para el análisis de masas en el espectrómetro de masas.

Región de ionización de APCI

En la figura siguiente se muestra la ubicación general del reactor ion-molécula de la sonda APCI. Las líneas inclinadas indican un reactor sin paredes. Se crea una corriente de iones de descarga de la corona de encendido automático en el rango del microamperio como resultado del campo eléctrico entre la aguja de descarga y la placa de chapa. Los iones primarios, por ejemplo, N_2^+ y O_2^+ , se crean mediante la pérdida de los electrones que se originan en el plasma en las proximidades de la punta de la aguja de descarga. La energía de estos electrones se modera mediante diversas colisiones con moléculas de gas antes de alcanzar una energía donde su sección transversal de ionización efectiva les permite ionizar moléculas neutras con eficacia.

Figura A-4: Región de ionización de APCI



Elemento	Descripción
1	Punta de la aguja de descarga

Principios de funcionamiento: fuente de iones

Elemento	Descripción
2	Flujo de muestra
3	Reactor sin paredes
4	Abertura de la placa de chapa
5	Gas para la interfaz de Curtain Gas
6	Orificio
7	Placa del orificio
8	Tubo cerámico

Los iones primarios, a su vez, generan iones intermedios que conducen a la formación de iones de muestra. Los iones de la polaridad seleccionada son arrastrados bajo la influencia del campo eléctrico en la dirección de la placa de chapa y a través de la barrera de gas hacia el analizador de masas. La totalidad del proceso de formación de iones está dominado por la colisión debido a la relativamente alta presión atmosférica de la sonda APCI. Excepto en las proximidades de la punta de la aguja de descarga, donde la fuerza del campo eléctrico es mayor, la energía transmitida a un ion por el campo eléctrico es pequeña en comparación con la energía térmica del ion.

Mediante las colisiones se consigue mantener una distribución equitativa de ciertos iones (por ejemplo, iones agrupados de agua protonada). Cualquier exceso de energía que un ion pudiera adquirir en el proceso de reacción ion-molécula está termalizado. Mediante la estabilización por colisión, muchos de los iones producto se corrigen, aunque se produzcan muchas colisiones posteriormente. La formación de iones producto e iones reactivos se rige por condiciones de equilibrio a una presión de funcionamiento (atmosférica) de 760 torr.

La sonda APCI funciona como un reactor sin paredes, ya que los iones que se desplazan de la fuente a la cámara de vacío y finalmente al detector nunca experimentan colisiones con una pared: solo colisiones con otras moléculas. Los iones también se forman fuera de la fuente de iones designada, pero no se detectan y finalmente se neutralizan al interactuar con una superficie de pared.

La temperatura de la sonda es un factor importante en el funcionamiento de la sonda APCI. Para conservar la identidad molecular, se debe establecer la temperatura con un valor lo bastante elevado como para que garantice una rápida evaporación. A una temperatura de funcionamiento lo bastante elevada, las gotas se vaporizan rápidamente de manera que las moléculas orgánicas se desorben de las gotas con una degradación térmica mínima. Sin embargo, si se establece la temperatura con un valor demasiado bajo, el proceso de evaporación será más lento y la pirolisis o descomposición puede producirse antes de que se complete la vaporización. Si se utiliza la sonda APCI con temperaturas superiores a la temperatura óptima, se puede provocar la descomposición térmica de la muestra.

Tensiones y parámetros de la fuente

B

Parámetros de la sonda TurbolonSpray

En la tabla siguiente se muestran las condiciones de funcionamiento recomendadas para la sonda TurbolonSpray en tres caudales diferentes. Para cada caudal, el caudal del gas para la interfaz de Curtain Gas deberá ser el más alto posible. La composición del disolvente empleado para la optimización fue 1:1 de agua:acetonitrilo. Estas condiciones representan un punto de partida desde el que optimizar la sonda. Utilizando un proceso iterativo, optimice los parámetros utilizando el análisis de inyección de flujo para obtener la mejor señal o señal/ruido para el compuesto de interés.

Tabla B-1: Optimización de parámetros para la sonda TurbolonSpray

Parámetros	Valores típicos			Intervalo operativo
	Bajo	Medio	Alto	
Caudal de LC	5 µl/min a 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	5 µl/min a 3000 µl/min
Gas de fuente de iones 1 (gas nebulizador)	20 psi a 40 psi	40 psi a 60 psi	40 psi a 60 psi	0 psi a 90 psi
Gas de fuente de iones 2 (gas del calentador)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi a 90 psi
IonSpray Voltage, IonSpray Voltage Floating o Spray voltage	5500 V	5500 V	5500 V	5500 V
Gas para la interfaz de Curtain Gas interface	30 psi	30 psi	30 psi	20 psi a 50 psi
Temperatura de la fuente de iones ¹	Ambiente a 200 °C	200 °C a 650 °C	400 °C a 750 °C	Hasta 750 °C

¹ Los valores óptimos de temperatura dependen en la composición de la fase móvil y el compuesto. Un contenido más acuoso requiere una temperatura mayor. Cero (0) significa que no se aplica temperatura.

Tensiones y parámetros de la fuente

Tabla B-1: Optimización de parámetros para la sonda TurbolonSpray (continuación)

Parámetros	Valores típicos			Intervalo operativo
	Bajo	Medio	Alto	
Potencial de desagrupación (DP) ²	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 70 V Negativo: -70 V	Positivo: 100 V Negativo: -100 V	Positivo: 0 V a 400 V Negativo: -400 V a 0 V
Configuración del micrómetro horizontal de la sonda	3 psi a 8 psi	3 psi a 8 psi	3 psi a 8 psi	0 a 10

Parámetros de la sonda APCI

Tabla B-2: Optimización de parámetros para la sonda APCI

Parámetro	Valor típico	Intervalo operativo
Caudal de LC	1000 µl/min	200 µl/min a 3000 µl/min
Ion source gas 1 (gas nebulizador)	30 psi	0 psi a 90 psi
Gas para la interfaz de Curtain Gas interface	30 psi	20 psi a 50 psi
Temperatura de la fuente de iones ³	400 °C	100 °C a 750 °C
Corriente nebulizante	Positivo: 3 µA Negativo: -3 µA	Positivo: 0 mA a 5 µA Negativo: -5 mA a 0 µA
Potencial de desagrupación (DP)	Positivo: 60 V Negativo: -60 V	Positivo: 0 V a 300 V Negativo: -300 V a 0 V
Configuración del micrómetro vertical de la sonda	5	Escala de 0 a 13

² Los valores de DP dependen del compuesto.

³ Los valores de temperatura dependen del compuesto.

Descripciones de parámetros

Tabla B-3: Parámetros dependientes de la fuente de iones

Parámetro	Descripción
Gas de fuente de iones 1	Controla el gas nebulizador para las sondas TurbolonSpray y APCI. Consulte la sección Principios de funcionamiento: fuente de iones .
Gas de fuente de iones 2	Controla el gas del calentador para la sonda TurbolonSpray. La mejor sensibilidad se obtiene cuando la combinación de la temperatura y el flujo de gas del calentador provoca que el disolvente de LC alcance un punto en el que esté casi todo vaporizado. Para optimizar el gas de fuente de iones 2, aumente el flujo para obtener la mejor señal o relación señal/ruido si se produce un incremento significativo en el ruido de fondo. Un flujo de gas demasiado elevado puede producir una señal ruidosa o inestable. Consulte la sección Principios de funcionamiento: fuente de iones .
Curtain gas	Controla el caudal del gas para la interfaz de Curtain Gas. La interfaz de Curtain Gas se ubica entre la placa de chapa y el orificio. Evita que el aire ambiente y las gotas de disolvente entren y contaminen la óptica iónica, al tiempo que permite dirigir los iones de muestra a la cámara de vacío mediante los campos eléctricos generados entre la interfaz de vacío y la aguja de pulverización. La contaminación de la óptica de entrada de iones reduce la transmisión Q0, la estabilidad y la sensibilidad, y aumenta el ruido de fondo. Mantenga el caudal del gas de la interfaz de Curtain Gas tan alto como sea posible sin perder sensibilidad.
Temperatura de la fuente de iones	Controla el calor aplicado a la muestra para vaporizarla. La temperatura óptima de la fuente de iones es la temperatura más baja a la que la muestra se vaporiza completamente. Optimice en incrementos de 50 °C.

Tensiones y parámetros de la fuente

Tabla B-3: Parámetros dependientes de la fuente de iones (continuación)

Parámetro	Descripción
Temperatura de la fuente de iones (sonda TurbolonSpray)	<p>Controla la temperatura del gas del calentador en la sonda TurbolonSpray.</p> <p>La mejor sensibilidad se obtiene cuando la combinación de la temperatura y el caudal del gas de fuente de iones 2 provoca que el disolvente de LC alcance un punto en el que esté casi todo vaporizado.</p> <p>A medida que el contenido orgánico del disolvente aumenta, disminuye la temperatura óptima de la sonda. Con disolventes formados al 100 % por metanol o acetonitrilo, el rendimiento de la sonda se puede optimizar a un nivel tan bajo como 300 °C. Los disolventes acuosos formados al 100 % por agua a flujos de aproximadamente 1000 µl/min requieren una temperatura de sonda máxima de 750 °C.</p> <p>Si se fija una temperatura de la fuente de iones demasiado baja, la vaporización será incompleta y se expulsarán gotas grandes y visibles al alojamiento de la fuente de iones.</p> <p>Si se fija una temperatura de la fuente de iones demasiado elevada, el disolvente se puede vaporizar prematuramente en la punta de la sonda, especialmente si la sonda se ha establecido demasiado baja (de 5 a 13).</p>
Temperatura de la fuente de iones (sonda APCI)	<p>Controla la temperatura de la sonda APCI.</p> <p>A medida que el contenido orgánico del disolvente aumenta, debe disminuir la temperatura de sonda óptima. Con disolventes formados al 100 % por metanol o acetonitrilo, el rendimiento de la sonda se puede optimizar a temperaturas tan bajas como 400 °C en caudales de 1000 µl/min. Los disolventes acuosos formados al 100 % por agua ajustados a flujos de aproximadamente 2000 µl/min requieren una temperatura de sonda mínima de 700 °C.</p> <p>Si se fija una temperatura de la fuente de iones demasiado baja, la vaporización será incompleta y se expulsarán gotas grandes y visibles al alojamiento de la fuente de iones.</p> <p>Si se fija una temperatura de la fuente de iones demasiado elevada, se produce la degradación térmica de la muestra.</p>

Tabla B-3: Parámetros dependientes de la fuente de iones (continuación)

Parámetro	Descripción
Corriente nebulizante	Controla la corriente que se aplica a la aguja de descarga de corona en la sonda APCI. La descarga ioniza las moléculas del disolvente que, a su vez, ionizan las moléculas de la muestra. En el caso de la sonda APCI, la corriente aplicada a la aguja de descarga de corona se suele optimizar en un intervalo amplio entre 1 μA y 5 μA , en polaridad positiva. Para optimizarla, comience por el valor 1 y aumente hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido. Si, cuando se aumenta la corriente, no se observan cambios en la señal, deje la corriente en la configuración más baja que proporcione la mejor sensibilidad, por ejemplo, 2 μA .
Tensión de la fuente de iones	Controla la tensión aplicada al pulverizador en la sonda TurbolonSpray, que ioniza la muestra en la fuente de iones. El valor del parámetro depende de la polaridad y afecta a la estabilidad de la pulverización y a la sensibilidad. En el software Analyst, este es el campo IonSpray Voltage . En Analyst TF es el campo IonSpray Voltage Floating y en SCIEX OS es el campo Spray voltage .
Calentador de la interfaz	Este parámetro siempre está activado. Enciende y apaga el calentador de la interfaz. Calentar la interfaz ayuda a maximizar la señal de iones y evita la contaminación de la óptica iónica. A menos que el compuesto que esté analizando sea extremadamente frágil, se recomienda al usuario que caliente la interfaz.

Posición de la sonda

La posición de la sonda puede afectar a la sensibilidad del análisis. Para obtener más información sobre cómo optimizar la posición de la sonda, consulte la sección [Optimización de la fuente de iones](#).

Composición de los disolventes

La concentración estándar del formato de amonio o el acetato de amonio es de 2 mmol/l a 10 mmol/l para iones positivos y de 2 mmol/l a 50 mmol/l para iones negativos. La concentración de los ácidos orgánicos es de entre el 0,1 % y el 0,5 % por volumen para la sonda TurbolonSpray y entre el 0,1 % y el 1,0 % por volumen para la sonda APCI .

Los disolventes empleados habitualmente son:

- Acetonitrilo
- Metanol

Tensiones y parámetros de la fuente

- Propanol
- Agua

Los modificadores empleados habitualmente son:

- Ácido acético
- Ácido fórmico
- Formato de amonio
- Acetato de amonio

Los siguientes modificadores no se utilizan habitualmente porque complican el espectro con sus mezclas de iones y combinaciones de agrupamientos. También pueden suprimir la fuerza de la señal de iones del compuesto objetivo.

- Trietilamina (TEA)
- Fosfato sódico
- Ácido trifluoroacético (TFA)
- Dodecilsulfato de sodio

Potencial de desagrupación

En general, cuanto mayor sea la tensión del potencial de desagrupación, mayor será la energía transmitida a los iones que entran en la región de análisis del espectrómetro de masas. La energía ayuda a desagrupar los iones y a reducir el ruido químico en el espectro, lo que tiene como consecuencia un aumento de la relación señal/ruido o de la sensibilidad. El aumento de la tensión por encima de las condiciones óptimas puede inducir fragmentación antes de que los iones entren en los filtros de masa, lo que comportará una reducción de la sensibilidad. En algunos casos la fragmentación es una valiosa herramienta que proporciona información estructural adicional.

Optimización de la fuente de iones (software Analyst/Analyst TF)

C

Los procedimientos de esta sección sirven para la optimización utilizando únicamente el software Analyst y Analyst TF. Para la optimización utilizando SCIEX OS, consulte la sección [Procedimientos de optimización de la fuente \(SCIEX OS\)](#).

Optimización de la sonda TurbolonSpray



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Asegúrese de que el sistema de escape de la fuente esté bien conectado y que la ventilación general del laboratorio sea adecuada. Es necesaria una ventilación adecuada del laboratorio para controlar las emisiones de los disolventes y muestras y para que el funcionamiento del sistema sea seguro.



¡ADVERTENCIA! Peligro de incendio. No dirija más de 3 ml/min de disolvente inflamable a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. No utilice la fuente de iones a menos que el sistema de escape de la fuente esté activado y funcionando cuando la fuente de iones y la sonda se encuentran correctamente instaladas.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Asegúrese de que el electrodo sobresalga más allá de la punta de la sonda a fin de evitar que escapen vapores peligrosos de la fuente. El electrodo no debe estar embutido dentro de la sonda.

PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. Si el sistema de LC conectado al espectrómetro de masas no está controlado por el software, no deje desatendido el espectrómetro de masas mientras está en funcionamiento. La corriente de líquido del sistema de LC puede inundar la fuente de iones cuando el espectrómetro de masas pasa al modo de espera.

Nota: Para mantener el sistema limpio y con un funcionamiento óptimo, ajuste la posición de la sonda cuando cambie el caudal.

Sugerencia: Es más fácil optimizar la señal y la relación señal/ruido con el análisis de inyección de flujo que con las inyecciones en la columna.

Optimización de la fuente de iones (software Analyst/Analyst TF)

Nota: Si la tensión de la fuente de iones es demasiado alta, podría producirse una descarga de corona. En el software Analyst, es el campo **IonSpray Voltage**. En el software Analyst TF, es el campo **IonSpray Voltage Floating**. Una descarga de corona puede verse como un resplandor azul en la punta de la sonda. Produce una reducción de la sensibilidad y la estabilidad de la señal.

Configuración del sistema

1. Configure la bomba de LC para administrar la fase móvil con el caudal necesario. Consulte la sección [Tensiones y parámetros de la fuente](#).
2. Conecte la unión de conexión a tierra de la fuente de iones a una bomba de LC, mediante un inyector equipado con un bucle o a un procesador de muestras automático.
3. Si utiliza un procesador de muestras automático, configúrelo para realizar varias inyecciones.

Preparación del sistema

1. Abra el software de control.
2. En la barra de navegación, en el modo **Tune and Calibrate**, haga doble clic en **Manual Tuning**.
3. Abra un método optimizado con anterioridad, o bien cree un método basado en los compuestos.
4. Si la fuente de iones se ha dejado enfriar, haga lo siguiente.
 - a. Ajuste la temperatura de la fuente de iones a 450.
 - b. Deje que la fuente de iones se caliente durante 30 minutos.

La fase de 30 minutos de calentamiento evita que los vapores de los disolventes se condensen en la sonda fría.

5. Inicie el flujo de disolvente y la inyección de muestras.

Configuración de las condiciones iniciales

1. En el Tune Method Editor, asegúrese de que esté seleccionado el **Scan Type** correcto, así como los parámetros de compuestos adecuados.
2. Escriba un valor inicial para el gas de fuente de iones 1.
En bombas de LC, utilice un valor entre 40 y 60 para el gas de fuente de iones 1.
3. Escriba un valor inicial para el gas de fuente de iones 2.
En bombas de LC, utilice un valor entre 30 y 50 para el gas de fuente de iones 2.

Nota: El gas de fuente de iones 2 se utiliza con caudales mayores típicos en un sistema de LC y en conjunción con una mayor temperatura.

4. En el campo **IonSpray Voltage (IS)** o **IonSpray Voltage Floating (ISVF)**, escriba el valor adecuado para el espectrómetro de masas.

Tabla C-1: Valores de los parámetros IS o ISVF

Espectrómetro de masas	Valor inicial
Sistemas SCIEX 6500 y 6500+	4500
Sistemas TripleTOF 6600/6600+	5500

5. Escriba el valor apropiado en el espectrómetro de masas para el caudal del gas de la interfaz de Curtain Gas.

Tabla C-2: Valores del parámetro CUR

Espectrómetro de masas	Valor inicial
Sistemas SCIEX 6500 y 6500+	30
Sistemas TripleTOF 6600/6600+	De 20 a 25, en función del caudal

6. Establezca la energía de colisión en 45.
7. Inicie la adquisición.

Optimización de sonda APCI



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Asegúrese de que el sistema de escape de la fuente esté bien conectado y que la ventilación general del laboratorio sea adecuada. Es necesaria una ventilación adecuada del laboratorio para controlar las emisiones de los disolventes y muestras y para que el funcionamiento del sistema sea seguro.



¡ADVERTENCIA! Peligro de incendio. No dirija más de 3 ml/min de disolvente inflamable a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. No utilice la fuente de iones a menos que el sistema de escape de la fuente esté activado y funcionando cuando la fuente de iones y la sonda se encuentran correctamente instaladas.



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Asegúrese de que el electrodo sobresalga más allá de la punta de la sonda a fin de evitar que escapen vapores peligrosos de la fuente. El electrodo no debe estar embutido dentro de la sonda.

Optimización de la fuente de iones (software Analyst/Analyst TF)

PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. Si el sistema de LC conectado al espectrómetro de masas no está controlado por el software, no deje desatendido el espectrómetro de masas mientras está en funcionamiento. La corriente de líquido del sistema de LC puede inundar la fuente de iones cuando el espectrómetro de masas pasa al modo de espera.

Nota: El caudal mínimo compatible con la sonda APCI es de 200 µl/min. Para obtener una lista de parámetros de la sonda APCI, consulte la sección: [Parámetros de la sonda APCI](#).

Sugerencia: Es más fácil optimizar la señal y la relación señal/ruido con el análisis de inyección de flujo que con las inyecciones en la columna.

Nota: Cuando utilice la sonda APCI, asegúrese de que la aguja de descarga de corona esté apuntando hacia la abertura.

Configuración del sistema

1. Configure la bomba de LC para administrar la fase móvil con el caudal necesario. Consulte la sección [Tensiones y parámetros de la fuente](#).
2. Conecte la unión de conexión a tierra de la fuente de iones a una bomba de LC, mediante un inyector equipado con un bucle o a un procesador de muestras automático.
3. Si utiliza un procesador de muestras automático, configúrelo para realizar varias inyecciones.

Preparación del sistema

1. Abra el software de control.
2. En la barra de navegación, en el modo **Tune and Calibrate**, haga doble clic en **Manual Tuning**.
3. Abra un método optimizado con anterioridad, o bien cree un método basado en los compuestos.
4. Si la fuente de iones se ha dejado enfriar, haga lo siguiente.
 - a. Ajuste la temperatura de la fuente de iones a 450.
 - b. Deje que la fuente de iones se caliente durante 30 minutos.

La fase de 30 minutos de calentamiento evita que los vapores de los disolventes se condensen en la sonda fría.

5. Inicie el flujo de disolvente y la inyección de muestras.

Configuración de las condiciones iniciales

1. En el Tune Method Editor, asegúrese de que esté seleccionado el **Scan Type** correcto, así como los parámetros de compuestos adecuados.

2. Ajuste el gas de fuente de iones 1 a 30.
3. En el software de control, escriba el valor apropiado en el espectrómetro de masas para el caudal del gas de la interfaz de Curtain Gas.

Tabla C-3: Valores del parámetro CUR

Espectrómetro de masas	Valor inicial
Sistemas SCIEX 6500 y 6500+	30
Sistemas TripleTOF 6600/6600+	De 20 a 25, en función del caudal

4. Configure el parámetro **Nebulizer Current** en 1.
5. En la pestaña Compound, escriba 100 en el campo **Declustering potential**.
6. Configure **CE** en 45.
7. Inicie la adquisición.

Optimización de los parámetros de la fuente y del gas

1. Ajuste el gas de fuente de iones 1 en incrementos de cinco hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.
2. Aumente el caudal de gas de la interfaz Curtain Gas hasta que la señal comience a disminuir.

Nota: Para evitar la contaminación, utilice el valor más alto posible para el caudal de gas de la interfaz Curtain Gas que no comprometa la sensibilidad. No establezca el caudal en un valor que sea inferior a los valores que se indican en la [Tabla C-4](#). Esto ayuda a evitar la penetración del flujo de gas de la interfaz de Curtain Gas, que puede producir una señal ruidosa, a evitar la contaminación de la abertura y aumentar la relación señal/ruido general.

Tabla C-4: Valores del parámetro CUR

Espectrómetro de masas	Valor inicial
Sistemas SCIEX 6500 y 6500+	30
Sistemas TripleTOF 6600/6600+	De 20 a 25, en función del caudal

Ajuste de la posición de la aguja de descarga de corona



¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Siga este procedimiento para evitar el contacto con las altas tensiones aplicadas a la aguja de descarga de corona, la placa de chapa y los calentadores.

Optimización de la fuente de iones (software Analyst/Analyst TF)

Materiales necesarios

- Destornillador de punta plana aislado

Cuando utilice la sonda APCI, asegúrese de que la aguja de descarga de corona esté apuntando hacia la abertura. Cuando utilice la sonda TurbolonSpray, asegúrese de que la aguja de descarga de corona no apunte hacia la abertura.

1. Utilice un destornillador de punta plana aislado para girar el tornillo de ajuste de la aguja de descarga de corona de la parte superior de la aguja.
2. Mire a través de la ventana de vidrio para asegurarse de que la aguja esté alineada con la punta que se dirige hacia la abertura.

Optimización de la posición de la sonda APCI



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación ionizante, riesgo biológico o peligro de toxicidad química. Asegúrese de que el electrodo sobresalga más allá de la punta de la sonda a fin de evitar que escapen vapores peligrosos de la fuente. El electrodo no debe estar embutido dentro de la sonda.

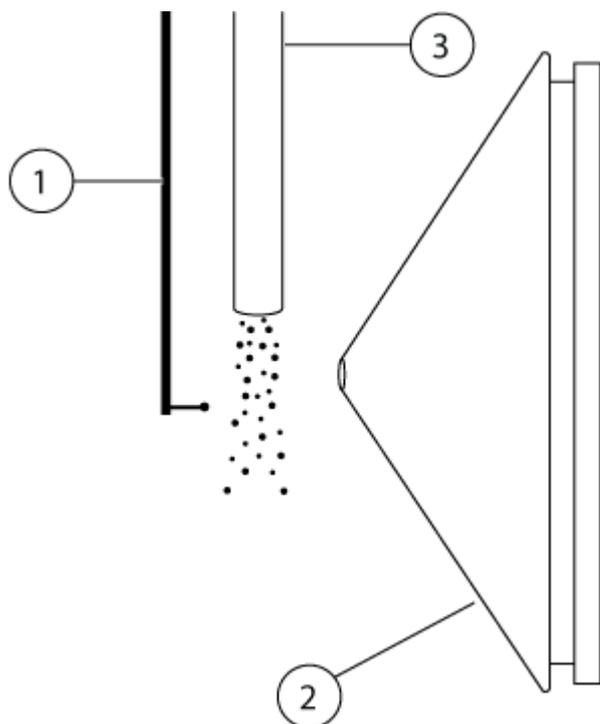


¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

Asegúrese de que la abertura de la placa de chapa no presente disolvente ni gotas de disolvente en ningún momento.

La posición de la boquilla pulverizadora afecta a la sensibilidad y la estabilidad de la señal. Ajuste la posición de la sonda solo con pequeños incrementos. En el caso de caudales más bajos, coloque la sonda más cerca de la abertura. En el caso de caudales más altos, coloque la sonda más alejada de la abertura. Después de optimizar la sonda ya solo necesitará pequeños ajustes. Si se ha quitado la sonda, o si cambia la composición del analito, el caudal o el disolvente, repita el procedimiento de optimización.

Figura C-1: Posición de la boquilla pulverizadora



Elemento	Descripción
1	Aguja de descarga de corona
2	Placa de chapa
3	Sonda APCI

1. Utilice la configuración anterior del micrómetro vertical y horizontal o defina 5 como su posición inicial.

Nota: Para que el rendimiento del espectrómetro de masas no disminuya, no pulverice directamente en la abertura.

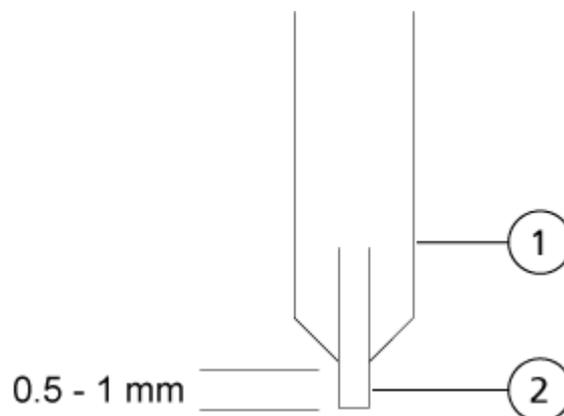
2. En el software de control, controle la señal o la relación señal/ruido de los analitos.
3. Utilice el micrómetro horizontal para ajustar la sonda con pequeños incrementos hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.
4. Utilice el micrómetro vertical para ajustar la sonda en pequeños incrementos hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.
5. Ajuste la tuerca negra de ajuste del electrodo en la sonda para introducir el tubo del electrodo en la sonda y para extraerlo de esta (para ajustar la protrusión).

Nota: La punta del electrodo debe sobresalir entre 0,5 mm y 1,0 mm del extremo de la sonda.

Optimización de la fuente de iones (software Analyst/Analyst TF)

El ajuste óptimo para la punta del electrodo depende del compuesto. La distancia a la que sobresale la punta del electrodo influye en la forma del cono de pulverización, y la forma del cono de pulverización afecta a la sensibilidad del espectrómetro de masas.

Figura C-2: Ajuste de la extensión de la punta del electrodo



Elemento	Descripción
1	Sonda
2	Electrodo

Optimización de la corriente nebulizante

La fuente de iones está controlada por corriente y no por tensión. Seleccione la corriente adecuada para el método de adquisición, independientemente de la posición seleccionada de la fuente de iones.

Comience con un valor de corriente nebulizante de 3 y, a continuación, aumentela o disminúyala para lograr la mejor señal o relación señal/ruido.

La corriente nebulizante aplicada a la aguja de descarga de corona se suele optimizar entre 1 μ A y 5 μ A en cualquier polaridad. Si no se observan cambios en la señal cuando aumenta la corriente, entonces deje la corriente en el valor más bajo que ofrezca la mejor señal o relación señal/ruido.

Optimización de la temperatura de la sonda APCI

La cantidad y el tipo de disolvente afectan a la temperatura óptima de la sonda APCI. A caudales mayores, aumenta la temperatura óptima.

Nota: Al encender la fuente de iones, sus calentadores necesitan de 1 a 2 minutos antes de ponerse en rojo, lo que indica que la fuente se está calentando.

Ajuste la temperatura de la fuente de iones en incrementos de entre 50 °C y 100 °C hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

Glosario de símbolos

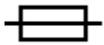
D

Nota: No todos los símbolos que aparecen en la tabla siguiente se aplican a todos los instrumentos.

Símbolo	Descripción
	Marca de conformidad con la normativa australiana. Indica que el producto cumple los requisitos de CEM de la Autoridad de medios de comunicación de Australia (ACMA, Australian Communications Media Authority).
	Corriente alterna
A	Amperios (corriente)
	Peligro de asfixia
	Representante autorizado de la Comunidad Europea
	Riesgo biológico
	Marcado CE de conformidad
	Marca cCSAus. Certifica la seguridad eléctrica del equipo para el mercado de Canadá y EE. UU.
	Número de catálogo
	Precaución. Consulte las instrucciones para obtener información sobre un posible peligro. Nota: En la documentación de SCIEEX, este símbolo identifica un riesgo de lesiones personales.

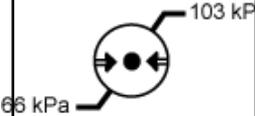
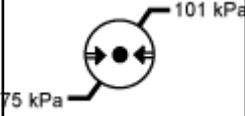
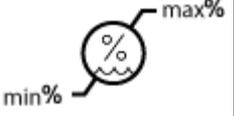
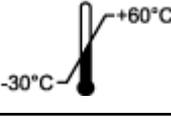
Glosario de símbolos

Símbolo	Descripción
	Etiqueta de precaución sobre el cumplimiento por China de la Directiva RoHS (restricciones a la utilización de determinadas sustancias peligrosas en aparatos eléctricos y electrónicos). El producto de información electrónica contiene ciertas sustancias tóxicas o peligrosas. El número central es la fecha del periodo de uso respetuoso con el medioambiente (EFUP) e indica el número de años naturales durante los que el producto puede estar en funcionamiento. Tras el vencimiento del EFUP, el producto debe reciclarse inmediatamente. Las flechas en círculo indican que el producto es reciclable. El código de fecha en la etiqueta o el producto indica la fecha de fabricación.
	Logotipo del cumplimiento por China de la Directiva RoHS (restricciones a la utilización de determinadas sustancias peligrosas en aparatos eléctricos y electrónicos). Este dispositivo no contiene sustancias tóxicas ni peligrosas, ni elementos que superen los valores máximos de concentración, y es un producto respetuoso con el medioambiente porque se puede reciclar y volver a utilizar.
	Consultar instrucciones de uso
	Peligro de aplastamiento
	Marca cTUVus para TUV Rheinland de Norteamérica
	Símbolo de la matriz de datos que se puede escanear con un lector de códigos de barras para obtener el identificador único de dispositivos (UDI)
	Peligro medioambiental
	Conexión Ethernet
	Peligro de explosión

Símbolo	Descripción
	Riesgo de lesiones oculares
	Peligro de incendio
	Peligro de productos químicos inflamables
	Frágil
	Fusible
Hz	Hercios
	Símbolo de seguridad internacional "Cuidado, riesgo de descarga eléctrica" (ISO 3864), también conocido como símbolo de alta tensión. Si debe retirar la cubierta principal, póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEX para evitar que se produzcan descargas eléctricas.
	Peligro por superficies calientes
	Dispositivo de diagnóstico in vitro
	Peligro de radiación ionizante
	Mantener seco. No exponer a la lluvia. La humedad relativa no debe exceder el 99 %.

Glosario de símbolos

Símbolo	Descripción
	Mantener hacia arriba
	Peligro de desgarro/corte
	Peligro de radiación laser
	Peligro de carga pesada
	Peligro magnético
	Fabricante
	Peligro de piezas móviles
	Riesgo por marcapasos. No se permite el acceso a personas con marcapasos.
	Riesgo de quedarse atrapado
	Peligro de gas a presión
	Toma de tierra de protección
	Peligro de perforación

Símbolo	Descripción
	Peligro de sustancias químicas reactivas
	Número de serie
	Peligro de toxicidad química
	Transporte y almacene el sistema a una presión de entre 66 kPa y 103 kPa.
	Transporte y almacene el sistema a una presión de entre 75 kPa y 101 kPa.
	Transporte y almacene el sistema dentro de los niveles mínimo (min) y máximo (max) de humedad relativa sin condensación.
	Transporte y almacene el sistema a una temperatura de entre $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $+45\text{ }^{\circ}\text{C}$.
	Transporte y almacene el sistema a una temperatura de entre $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $+60\text{ }^{\circ}\text{C}$.
	Conexión USB 2.0
	Conexión USB 3.0
	Peligro de radiación ultravioleta
	Marca de evaluación de conformidad del Reino Unido
VA	Voltioamperio (potencia)

Glosario de símbolos

Símbolo	Descripción
V	Voltios (voltaje)
	RAEE. No deseche el equipo como residuos urbanos sin clasificar. Peligro medioambiental
W	Vatios
	<i>aaaa-mm-dd</i> Fecha de fabricación

Contacto

Formación del cliente

- En América del Norte: NA.CustomerTraining@sciex.com
- En Europa: Europe.CustomerTraining@sciex.com
- Fuera de la UE y América del Norte, visite sciex.com/education para obtener información de contacto.

Centro de aprendizaje en línea

- [SCIEX Now Learning Hub](#)

Soporte SCIEX

SCIEX y sus representantes cuentan con un equipo de especialistas técnicos y de servicio totalmente cualificados en todo el mundo. Ellos sabrán resolver sus dudas y preguntas sobre el sistema y cualquier problema técnico que pueda surgir. Para obtener más información, visite el sitio web de SCIEX en sciex.com o póngase en contacto con nosotros de una de las siguientes formas:

- sciex.com/contact-us
- sciex.com/request-support

Ciberseguridad

Para obtener las indicaciones sobre ciberseguridad más recientes para los productos SCIEX, visite sciex.com/productsecurity.

Documentación

Esta versión del documento sustituye a todas las versiones anteriores de este documento.

Para ver este documento electrónicamente se necesita Adobe Acrobat Reader. Para descargar la última versión, vaya a <https://get.adobe.com/reader>.

Para buscar la documentación relacionada con el producto de software, consulte las notas de la versión o la guía de instalación del software que se suministra con el software.

Para localizar la documentación relacionada con los productos de hardware, consulte el DVD *Customer Reference* que se suministra con el sistema o componente.

Las últimas versiones del documento están disponibles en el sitio web de SCIEX, en sciex.com/customer-documents.

Contacto

Nota: Para solicitar una versión impresa y gratuita de este documento, póngase en contacto con sciex.com/contact-us.
