

# Fuente de iones PhotoSpray®

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 aportados 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.

AB Sciex está haciendo negocios como SCIEX.

Las marcas comerciales mencionadas en este documento son propiedad de AB Sciex Pte. Ltd. o de sus respectivos propietarios.

AB SCIEX™ se está usando bajo licencia.

© 2015 AB SCIEX



AB Sciex Pte. Ltd.  
Blk 33, #04-06  
Marsiling Ind Estate Road 3  
Woodlands Central Indus. Estate.  
SINGAPUR 739256

# Contenido

---

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Capítulo 1 Descripción general de la fuente de iones.....</b>    | <b>5</b>  |
| Precauciones y riesgos operativos.....                              | 5         |
| Componentes de la fuente de iones.....                              | 6         |
| Conducto de suministro del impurificador y tubo de muestra.....     | 8         |
| Sonda APCI.....   | 8         |
| Lámpara de luz ultravioleta.....                                    | 9         |
| Conexiones de gas y electricidad.....                               | 10        |
| Circuito detector de la fuente de iones.....                        | 11        |
| Sistema de escape de la fuente.....                                 | 11        |
| Contacto.....   | 12        |
| Documentación relacionada.....                                      | 12        |
| Asistencia técnica.....   | 12        |
| <b>Capítulo 2 Instalación de la fuente de iones.....</b>            | <b>13</b> |
| Preparación para la instalación.....                                | 13        |
| Conexiones de gases requeridas.....                                 | 14        |
| Instalación de la sonda.....  | 14        |
| Instale las conexiones de la fuente de iones.....                   | 15        |
| Conexión del tubo de la fuente de iones.....                        | 17        |
| Instalación de la fuente de iones en el espectrómetro de masas..... | 18        |
| Comprobación de fugas.....  | 19        |
| <b>Capítulo 3 Optimización de la fuente de iones.....</b>           | <b>20</b> |
| Introducción de muestras.....                                       | 20        |
| Método.....   | 20        |
| Caudal.....   | 21        |
| Requisitos de la entrada de muestra.....                            | 21        |
| Optimización de la sonda APCI.....                                  | 21        |
| Configuración del sistema.....                                      | 22        |
| Ejecución del método.....   | 22        |
| Configuración de las condiciones de partida.....                    | 22        |
| Optimización del flujo de Gas 1, Gas 2, y Curtain Gas .....         | 23        |
| Optimización de la posición de la sonda APCI.....                   | 23        |
| Optimización de la temperatura de la sonda APCI.....                | 25        |
| Ajuste la lámpara de luz ultravioleta.....                          | 25        |
| Sugerencias de optimización.....                                    | 26        |
| <b>Capítulo 4 Mantenimiento de la fuente de iones.....</b>          | <b>27</b> |
| Limpieza de las superficies de la fuente de iones.....              | 28        |
| Limpieza de las sondas.....   | 29        |
| Extracción de la fuente de iones.....                               | 29        |
| Extracción de la sonda.....   | 30        |
| Reemplazo del tubo del electrodo.....                               | 30        |
| Ajuste de la extensión de la punta del electrodo.....               | 32        |
| Limpieza de la ventana óptica de luz ultravioleta.....              | 33        |

## Contenido

---

|   |           |
|---|-----------|
| Sustitución de la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta.....     | 35        |
| Sustitución del tubo de muestra.....                                  | 36        |
| <b>Capítulo 5 Consejos de solución de problemas.....</b>              | <b>38</b> |
| <b>Apéndice A Principios de funcionamiento: fuente de iones .....</b> | <b>41</b> |
| Proceso de ionización.....  | 41        |
| Selección de impurificador.....                                       | 41        |
| Composición del eluyente y modificadores.....                         | 42        |
| Eluyente.....   | 43        |
| Modificadores.....  | 43        |
| Región de ionización.....   | 43        |
| Producción de fotoiones.....  | 44        |
| Recorrido de los fotoiones.....                                       | 45        |
| Descripción de la entrada de muestra.....                             | 45        |
| <b>Apéndice B Voltajes y parámetros de la fuente.....</b>             | <b>46</b> |
| Parámetros para la sonda APCI.....                                    | 46        |
| Descripciones de parámetros.....                                      | 47        |
| Composición de los disolventes.....                                   | 48        |
| Composición y caudal del impurificador.....                           | 49        |
| <b>Apéndice C Consumibles y repuestos.....</b>                        | <b>50</b> |
| <b>Historial de revisiones.....</b>                                   | <b>51</b> |

# Descripción general de la fuente de iones

# 1

La fotoionización a presión atmosférica ofrece un método alternativo para introducir muestras en el espectrómetro de masas. La fuente de iones PhotoSpray<sup>®</sup>, de forma similar a la sonda de ionización química a presión atmosférica estándar (APCI) y la fuente de iones Turbo V<sup>™</sup>, genera iones que representan la composición molecular de la muestra.

Desde el punto de vista de las aplicaciones, esta fuente de iones ofrece una versión más versátil de APCI, que puede admitir una mayor sensibilidad cuando se optimiza para compuestos específicos. La fuente de iones mejora también la detección de LC-MS/MS de compuestos biológicos y compuestos de baja polaridad importantes desde el punto de vista del medio ambiente.

## Precauciones y riesgos operativos

Para obtener información normativa y sobre la seguridad del espectrómetro de masas, consulte la guía de seguridad o la *Guía del usuario del sistema*.



**¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación, riesgo biológico o sustancias químicas tóxicas. Use la fuente de iones solo si dispone de los conocimientos y la formación adecuada para usar, contener y evacuar los materiales tóxicos o nocivos que se emplean con la fuente de iones.**



**¡ADVERTENCIA! Riesgo de perforación, radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Deje de usar la fuente de iones si la ventana de la misma está quebrada o rota, y póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEX. Cualquier material tóxico o nocivo introducido en el equipo estará presente en la fuente de iones y la salida de escape. Deseche los objetos afilados siguiendo los procedimientos de seguridad establecidos del laboratorio.**



**¡ADVERTENCIA! Peligro de superficies calientes. Deje que la fuente de iones se enfríe durante al menos 30 minutos antes de iniciar cualquier procedimiento de mantenimiento. Las superficies de la fuente de iones y los componentes de la interfaz de vacío se calientan durante su funcionamiento.**



**¡ADVERTENCIA! Riesgo 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.**

## Descripción general de la fuente de iones

---



**¡ADVERTENCIA!** Riesgo de radiación, material biológico, o sustancias químicas tóxicas. En caso de derrame de sustancias químicas, revise las hojas de datos de seguridad para conocer las instrucciones específicas. Detenga el derrame solo si es seguro hacerlo. Compruebe que el sistema se encuentre en modo Espera (Standby) antes de limpiar un derrame cercano a la fuente de iones. Utilice el equipo de protección individual adecuado y toallas absorbente para contener el derrame y deséchelo según lo dispuesto por las normas locales.

---



**¡ADVERTENCIA!** Peligro medioambiental. No elimine los componentes del sistema como residuos urbanos sin clasificar. Siga los procedimientos establecidos para la eliminación de componentes.

---



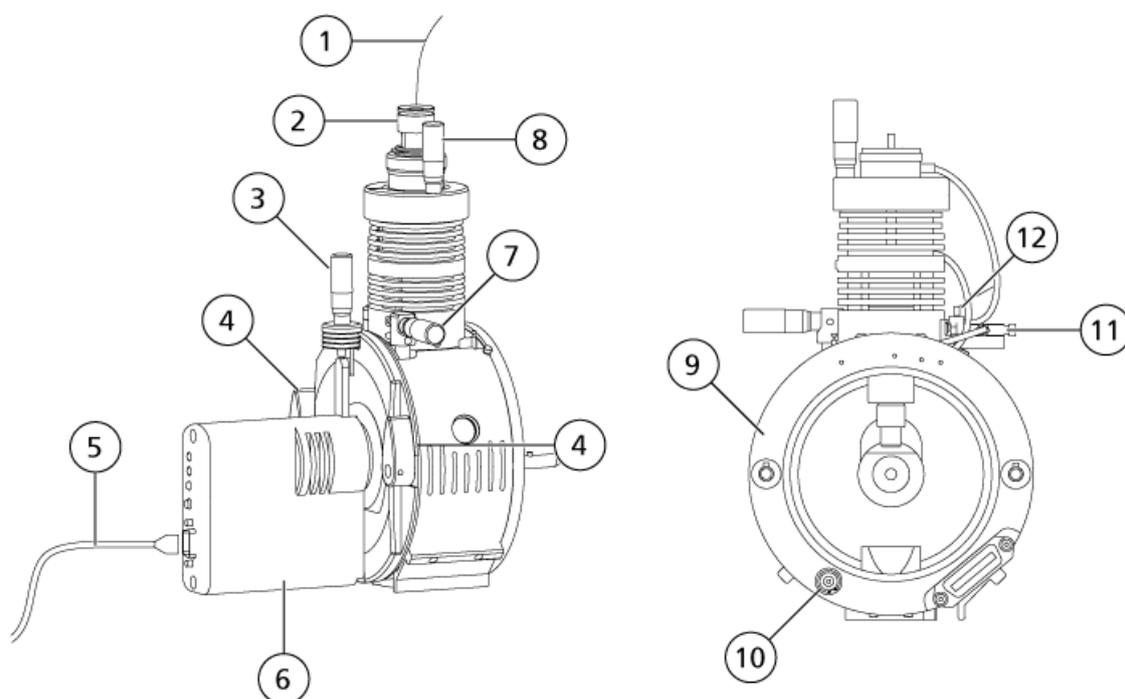
**¡ADVERTENCIA!** Peligro de descarga eléctrica. Evite el contacto con los altos voltajes aplicadas a la fuente de iones durante el funcionamiento. Ponga el sistema en el modo Espera (Standby) antes de ajustar el tubo de muestra u otros equipos cerca de la fuente de iones.

---

## Componentes de la fuente de iones

Esta fuente de iones utiliza un nebulizador térmico para vaporizar la muestra. Tras la vaporización, los constituyentes moleculares de la muestra se ionizan mediante el proceso de fotoionización, inducido por un haz continuo de radiación ultravioleta en presencia de un impurificador dentro de la caja de la fuente de iones.

Figura 1-1 Fuente de iones PhotoSpray



| Elemento | Descripción  |
|----------|--|
| 1        | Tubo de muestra  |
| 2        | Sonda APCI   |
| 3        | Micrómetro de lámpara de luz ultravioleta empleado para fijar la posición vertical en los ajustes de sensibilidad de la fuente de iones  |
| 4        | Dos pestillos de la fuente que fijan la fuente de iones al espectrómetro de masas  |
| 5        | Cable que va de la fuente de iones al espectrómetro de masas   |
| 6        | Módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta que aloja la pantalla LED de estado de la lámpara y un puerto conector de 9 pines para el cable de la fuente de iones que suministra electricidad y comunicación a dicha lámpara |
| 7        | Micrómetro de la sonda APCI empleado para colocar la sonda en el eje horizontal a fin de ajustar la sensibilidad de la fuente de iones   |
| 8        | Micrómetro de la sonda APCI empleado para colocar la sonda en el eje vertical a fin de ajustar la sensibilidad de la fuente de iones   |
| 9        | Placa de la caja de la fuente de iones, que aloja un conector de alta tensión, el conector de identidad de la fuente de iones y puertos de conexión para el suministro de electricidad y gas de la fuente de iones                   |
| 10       | Conexión de alta tensión   |

## Descripción general de la fuente de iones

| Elemento | Descripción   |
|----------|---|
| 11       | Entrada empleada para conectar el conducto de suministro de impurificador que introduce dicho impurificador en el gas nebulizador |
| 12       | Brida de cables   |

## Conducto de suministro del impurificador y tubo de muestra

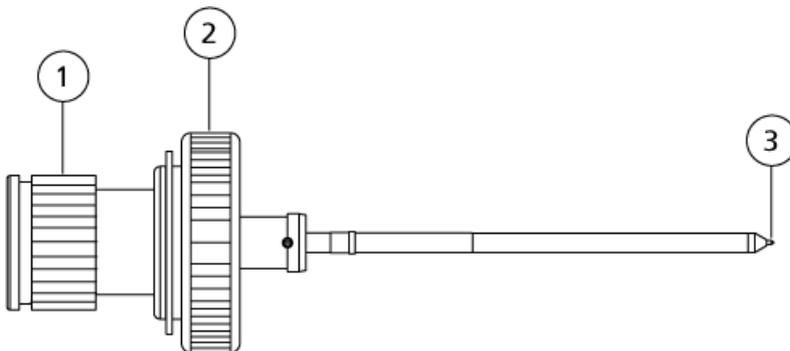
Conecte manualmente un conducto de suministro de impurificador a la entrada de impurificador para introducir este en el gas nebulizador, y conecte manualmente el tubo de muestra a la sonda. Consulte [Instale las conexiones de la fuente de iones](#).

## Sonda APCI

La sonda APCI consta de un tubo de acero inoxidable con un diámetro interior (d.i.) 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 del 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 en corona, donde las moléculas de la muestra se ionizan a medida que pasan a través de la caja de la fuente de iones. Consulte [Principios de funcionamiento: fuente de iones en la página 41](#).

Figura 1-2 Piezas de la sonda APCI

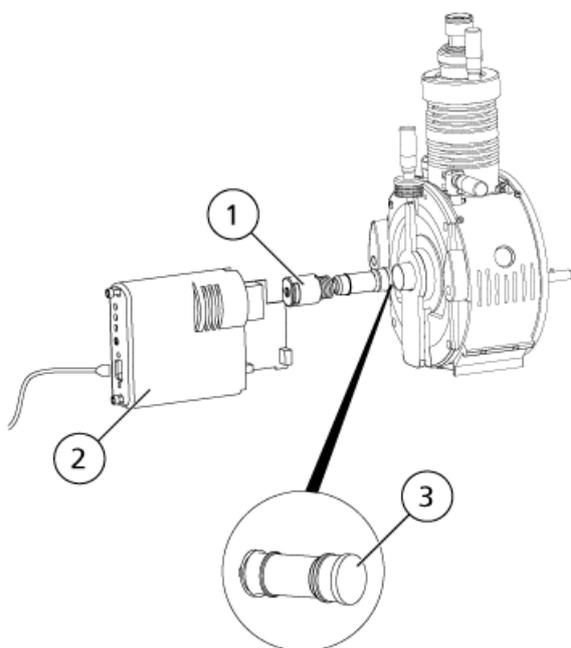


| Elemento | Descripción  |
|----------|--|
| 1        | Tuerca de ajuste del electrodo (cuello negro) que ajusta la extensión de la punta del electrodo                            |
| 2        | Anillo de retención que sujeta la sonda en la torre de sondeo  |
| 3        | Punta del electrodo a través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

## Lámpara de luz ultravioleta

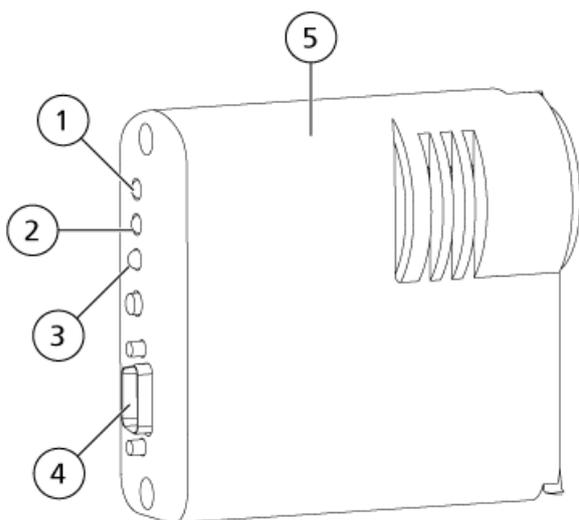
La lámpara de luz ultravioleta de fotoionización de criptón se encuentra dentro del módulo de control de dicha lámpara, que sirve para controlar la misma. Esta lámpara de luz ultravioleta ioniza las moléculas de impurificador dentro de la corriente de muestra entrante.

Figura 1-3 Lámpara de luz ultravioleta de la fuente de iones PhotoSpray



| Elemento | Descripción                     |
|----------|---------------------------------|
| 1        | Soporte de la lámpara           |
| 2        | Módulo de control de la lámpara |
| 3        | Lámpara de luz ultravioleta     |

Figura 1-4 Módulo de control de la lámpara y pantalla LED de estado



| Elemento | LED         | Color    | Descripción   |
|----------|-------------|----------|---|
| 1        | Seleccionar | Rojo     | Fault (Fallo) condición. La lámpara de luz ultravioleta podría estar encendida o apagada. Consulte <a href="#">Consejos de solución de problemas en la página 38</a> .  |
| 2        | Normal      | Verde    | El espectrómetro de masas está en modo Ready (Listo). La lámpara de luz ultravioleta está encendida.  |
| 3        | Ignición    | Amarillo | El espectrómetro de masas está en modo Standby (En espera). La lámpara de luz ultravioleta está apagada.  |
| 4        | —           | —        | Conector de 9 pines: se realizan conexiones adicionales lógicas y de baja tensión mediante el cable de la fuente de iones que se extiende desde el conector de 25 pines de la fuente en el espectrómetro de masas al conector de 9 pines. |
| 5        | —           | —        | Módulo de control de la lámpara   |

## Conexiones de gas y electricidad

Las conexiones eléctricas de alta tensión y de gas se realizan a través de la parte delantera de la placa de la interfaz y se conectan internamente mediante la caja 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.

Se realizan conexiones lógicas y de baja tensión adicionales a través del cable de la fuente de iones que se extiende desde el conector de 25 pines de la fuente en el espectrómetro de masas hasta el conector de 9 pines

en la fuente de alimentación de la lámpara de luz ultravioleta que hay instalada en la caja de la fuente de iones.

Un cable de la fuente de iones procedente del espectrómetro de masas se conecta al módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta para suministrar electricidad y comunicación desde el espectrómetro hasta la lámpara. Indicadores LED (diodos emisores de luz) en el módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta muestran el estado actual de la lámpara.

Cuando la fuente de iones se instala en el espectrómetro de masas, se realiza automáticamente la mayor parte de las conexiones de electricidad y gas. Consulte [Figura 1-1 en la página 7](#) y [Figura 1-3 en la página 9](#).

## Circuito detector de la fuente de iones

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

- La envoltura de 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.

## Sistema de escape de la fuente



---

**¡ADVERTENCIA!** Peligro de radiación, riesgo biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de usar el sistema de escape de la fuente para eliminar el escape de vapor de la muestra del entorno del laboratorio. Para conocer los requisitos del sistema de escape de la fuente, consulte la *Guía de planificación y suministros de instalación*.

---



---

**¡ADVERTENCIA!** Peligro de radiación, riesgo biológico o sustancias químicas tóxicas. Ventile el sistema de escape de la fuente mediante una campana extractora externa o un orificio de ventilación externo a fin de evitar que se liberen vapores peligrosos en el entorno del laboratorio.

---



---

**¡ADVERTENCIA!** Peligro de incendio. No dirija más de 3 ml/min de disolvente a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. Asegúrese de que el sistema de escape de la fuente está funcionando para evitar que se acumulen vapores inflamables en la fuente de iones.

---

Todas las fuentes de iones producen 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 muestra y disolvente y permitir su correcta manipulación. Una vez instalada

## Descripción general de la fuente de iones

---

La fuente de iones, el espectrómetro de masas no funcionará a menos que el sistema de escape de la fuente esté en funcionamiento.

Un interruptor de vacío montado en el circuito 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 (no preparado).

Un sistema de escape activo elimina el escape de la fuente de iones (vapor de muestra, disolvente y gases) 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 ventilación del sistema de escape de la fuente, consulte la *Guía de planificación y suministros de instalación*.

## Contacto

Asistencia de **SCIEX**

- [sciex.com/contact-us](https://sciex.com/contact-us)
- [sciex.com/support/request-support](https://sciex.com/support/request-support)

**Formación del cliente**

- En América del Norte: [NA.CustomerTraining@sciex.com](mailto:NA.CustomerTraining@sciex.com)
- En Europa: [Europe.CustomerTraining@abs-ciex.com](mailto:Europe.CustomerTraining@abs-ciex.com)
- Fuera de la UE y América del Norte, visite [www.sciex.com/education](http://www.sciex.com/education) para obtener información de contacto.

**Centro de aprendizaje en línea**

- [sciex.com/LearningPortal](https://sciex.com/LearningPortal)

## Documentación relacionada

Las guías y tutoriales del software Analyst® se instalan automáticamente con el software y están disponibles en el menú Start: **All Programs > SCIEX > Analyst**. Existe una lista completa de la documentación disponible, que se puede encontrar en la Ayuda. Para ver la Ayuda, pulse **F1**.

La documentación del espectrómetro de masas se encuentra en el *DVD de referencia del cliente* para el espectrómetro de masas.

La documentación de la fuente de iones se encuentra en el *DVD de referencia del cliente* para la fuente de iones.

## Asistencia técnica

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](https://sciex.com).

# Instalación de la fuente de iones

# 2



**¡ADVERTENCIA! Riesgo 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.**

La fuente de iones está conectada 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 puede verse a través de

Cuando la fuente de iones está instalada, el software Analyst<sup>®</sup> reconoce la fuente de iones y muestra la identificación de la fuente de iones.

**Nota:** Utilice siempre una bomba LC de impurificador independiente. El uso de una bomba de jeringa reducirá en gran medida la sensibilidad de la fuente de iones. En versiones anteriores de la fuente de iones PhotoSpray<sup>®</sup>, el impurificador se introducía en un conducto no presurizado y era suficiente una bomba de jeringa.

## Materiales necesarios

- Fuente de iones
- Sonda APCI
- Kit de consumibles de la fuente de iones

## Preparación para la instalación



**¡ADVERTENCIA! Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el tubo del 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 tapa de ajuste del electrodo negra en la sonda para desplazar la punta del electrodo dentro del tubo del electrodo.
- Asegúrese de que el conducto de suministro de impurificador y el tubo de muestra sean lo suficientemente largos para conectar la fuente de iones de forma que queden lo suficientemente sueltos para mover la caja de la fuente de iones con todas las conexiones desde el banco hasta la caja de la interfaz de vacío.
- Asegúrese de que la punta del electrodo de la sonda se ajuste a las especificaciones. Para obtener una estabilidad y rendimiento óptimos, el electrodo debe extenderse entre 0,5 mm y 1,0 mm desde el extremo de la sonda.

## Instalación de la fuente de iones

---

Esta distancia influye en la forma del cono de pulverización, que a su vez influye en la sensibilidad del espectrómetro de masas. Consulte [Ajuste de la extensión de la punta del electrodo en la página 32](#).

## Conexiones de gases requeridas

Asegúrese de que los siguientes gases estén disponibles:

- Aire cero limpio
- Nitrógeno de pureza ultra alta (UHP)

Inspeccione las siguientes conexiones de gases con el espectrómetro de masas:

- Curtain Gas™ es nitrógeno UHP.
- El gas de escape de la fuente es aire cero.
- Gas 1/Gas 2 es nitrógeno UHP.

Al utilizar nitrógeno UHP para Gas 1/Gas 2 se consigue una mayor sensibilidad que con aire cero.

Proporcione los siguientes requisitos de gas para la fuente de iones como se muestra en [Tabla 2-1](#).

**Tabla 2-1 Requisitos de gas**

| Componente  | Requisito de gas          |
|---|---------------------------|
| PhotoSpray® ion source (Fuente de iones PhotoSpray) | 12 l/min de nitrógeno UHP |

## Instalación de la sonda



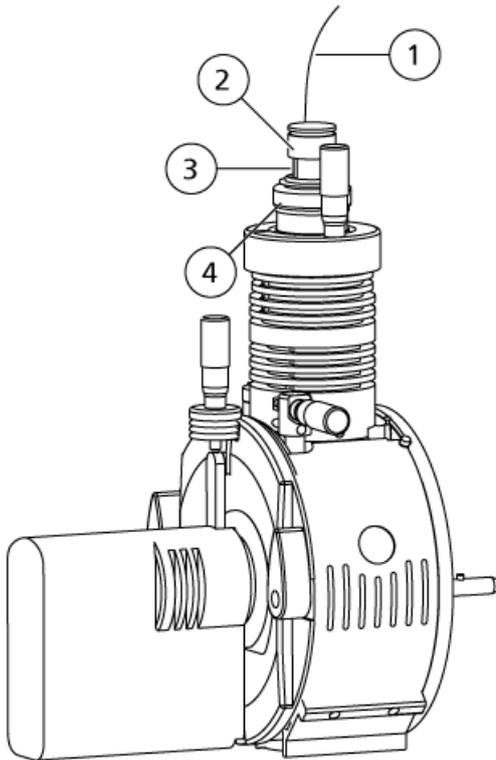
**¡ADVERTENCIA! Peligro de descarga eléctrica. Asegúrese de que la fuente de iones está totalmente desconectada del espectrómetro de masas antes de continuar.**

La sonda no está previamente instalada en la fuente de iones. Extraiga siempre la fuente de iones del espectrómetro de masas antes de cambiar de sonda. Consulte [Extracción de la fuente de iones en la página 29](#).

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. Inserte la sonda en la torre. Consulte [Componentes de la fuente de iones en la página 6](#).
2. Presione suavemente la sonda para que los contactos se acoplen con los de la torre.
3. Gire el anillo de retención sobre la sonda, presiónelo para acoplar sus roscas con las roscas de la torre y, a continuación, apriete con la mano hasta el máximo. Para apretar, utilice los dedos únicamente para evitar daños en las roscas.

Figura 2-1 Conexión del tubo de muestras



| Artículo | Descripción                    |
|----------|--------------------------------|
| 1        | Tubo de muestra                |
| 2        | Tuerca de ajuste del electrodo |
| 3        | Sonda                          |
| 4        | Anillo de retención            |

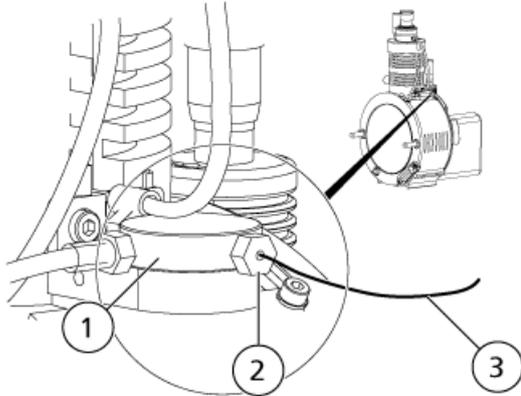
4. Instale la tuerca del tubo de muestra en el conector de la parte superior de la sonda y, a continuación, apriete la tuerca del tubo de muestra con las manos tanto como sea posible.

## Instale las conexiones de la fuente de iones

Tras instalar la sonda, instale las conexiones restantes de la fuente de iones.

1. Instale el conducto de suministro de impurificador en el capilar impurificador.
2. Enrosque la tuerca del tubo de impurificador en el adaptador de la unión y apriételos con la mano todo lo que pueda. Consulte la [Figura 2-2](#).

**Figura 2-2 Conducto de suministro de impurificador**



| Elemento | Descripción                             |
|----------|---|
| 1        | Conector de la unión                    |
| 2        | Tuerca del tubo de impurificador        |
| 3        | Conducto de suministro de impurificador |

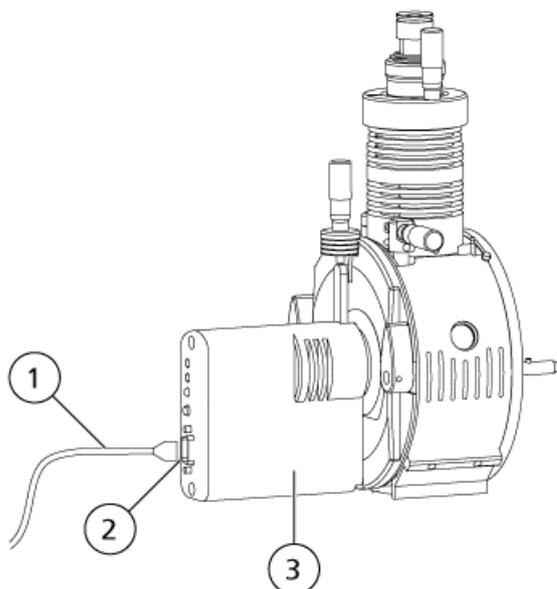
---

**PRECAUCIÓN: Posibles daños en el equipo: no desconecte el cable de origen de la fuente de iones o el espectrómetro de masas durante su uso.**

---

3. Conecte el cable de la fuente del conector de la misma en el panel de E/S del espectrómetro de masas al conector de 9 pines del módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta. Instale ambos tornillos de sujeción y apriételos con la mano todo lo que pueda. Consulte la [Figura 2-3](#).

Figura 2-3 Conector del cable de la fuente



| Elemento | Descripción                                  |
|----------|--|
| 1        | Cable de la fuente al espectrómetro de masas |
| 2        | Conector de 9 pines                          |
| 3        | Módulo de control de la lámpara              |

## Conexión del tubo de la fuente de iones



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



**¡ADVERTENCIA!** Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de que la tuerca del tubo de muestra esté correctamente apretada antes de poner en funcionamiento este equipo para evitar las fugas.

Consulte [Componentes de la fuente de iones en la página 6](#).

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 la mano tanto como sea posible.
3. Conecte el otro extremo del tubo PEEK rojo a la unión a tierra en la fuente de iones .

## Instalación de la fuente de iones en el espectrómetro de masas

---



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

---

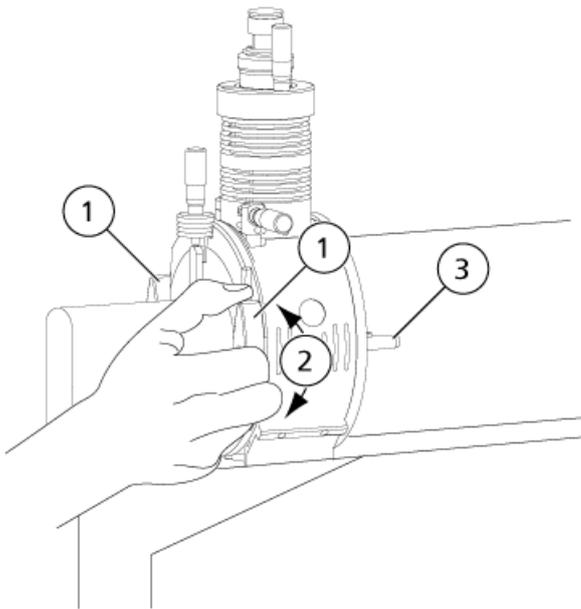
**¡Sugerencia!** Para que el rendimiento del sistema sea óptimo, utilice la placa del orificio adecuada para el sistema en cuestión. No utilice una placa del orificio de otro sistema. El número de modelo del sistema está grabado en la placa del orificio.

---

Si la sonda de la fuente de iones no se ha instalado correctamente, no estará disponible el sistema de alimentación de alta tensión.

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 [Componentes de la fuente de iones en la página 6](#).
2. Alinee la fuente de iones con la interfaz de vacío asegurándose de que los pestillos 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.

**Figura 2-4 Instalación de la fuente de iones**



| Elemento | Descripción                            |
|----------|--|
| 1        | Pestillos de la fuente                 |
| 2        | Abierto (12 en punto) y cerrado (6:30) |
| 3        | Pasadores guía (2)                     |

El espectrómetro de masas reconoce la fuente de iones y muestra la identificación de la fuente de iones en el software Analyst<sup>®</sup>.

4. Conecte el tubo del dispositivo de suministro de muestras a la unión a tierra de la fuente de iones.

## Comprobación de fugas

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

# Optimización de la fuente de iones

## 3



¡ADVERTENCIA! Peligro de radiación, riesgo biológico o sustancias químicas tóxicas. Use la fuente de iones solo si dispone de los conocimientos y la formación adecuada para usar, contener 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 a la fuente de iones. Si se sobrepasa el caudal máximo, el disolvente puede acumularse en la fuente de iones. Asegúrese de que el sistema de escape de la fuente está funcionando para evitar que se acumulen vapores inflamables en la fuente de iones.



¡ADVERTENCIA! Riesgo de perforación, radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Deje de usar la fuente de iones si la ventana de la misma está quebrada o rota, y póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEX. Cualquier material tóxico o nocivo introducido en el equipo estará presente en la fuente de iones y la salida de escape. Deseche los objetos afilados siguiendo los procedimientos de seguridad establecidos del laboratorio.

**Nota:** Si el voltaje IonSpray™ es demasiado alto, podría producirse una descarga de la corona. Esto es visible como un resplandor azul en la punta de la sonda. Una descarga de la corona producirá una reducción de la sensibilidad y la estabilidad de la señal.

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

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

## Introducción de muestras

### Método

La corriente de la 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 flujos (FIA) o el conector en forma de T para infusión, o bien mediante una columna de separación con un inyector de bucle o un procesador de muestras automático. Si se introduce mediante una bomba de jeringa, la muestra se inyecta directamente en la fuente de iones. La

optimización de la infusión se puede utilizar para la optimización de la ruta iónica y la selección de fragmentos MS/MS.

### Caudal

Los caudales de muestras se determinan por el sistema de cromatografía o por el volumen de la muestra disponible.

### Requisitos de la entrada de muestra

- Utilice las prácticas y los procedimientos analíticos apropiados para reducir al mínimo 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.
- Prefiltre 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 apriete demasiado.

## Optimización de la sonda APCI



---

**¡ADVERTENCIA!** Riesgo de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Asegúrese de que el espectrómetro de masas está correctamente ventilado 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 el funcionamiento seguro del espectrómetro de masas.

---



---

**¡ADVERTENCIA!** Peligro de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. 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 HPLC conectado al espectrómetro de masas no está controlado por el software, no deje desatendido el espectrómetro de masas mientras está en funcionamiento. El sistema de HPLC puede inundar la fuente de iones cuando el espectrómetro de masas pasa al modo de Standby (Espera).

---

Consulte [Parámetros para la sonda APCI en la página 46](#) .

---

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

---

### Configuración del sistema

1. Configure la bomba de LC para administrar la fase móvil con el caudal necesario. Consulte [Voltajes y parámetros de la fuente en la página 46](#).
2. Conecte la unión de conexión a tierra de la fuente de iones a una bomba de LC mediante.
3. Si se está utilizando un procesador de muestras automático, configure el procesador de muestras automático para realizar varias inyecciones.

### Ejecución del método

1. Inicie el software Analyst®.
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 ha dejado que la fuente de iones se enfríe, haga lo siguiente:
  - a. Configure el parámetro **Temperature (TEM) [Temperatura (TEM)]** en **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 una sonda fría.
5. Inicie la adquisición.
6. Inicie el flujo y la inyección de muestras.

### Configuración de las condiciones de partida

1. Escriba **70** en el campo **Ion Source Gas 1 (GS1)** [Gas 1 de la fuente de iones (GS1)].
2. Introduzca **20** en el campo **Ion Source Gas 2 (GS2)**.
3. En el campo **Curtain Gas (CUR)**, escriba el valor adecuado para el espectrómetro de masas.

**Tabla 3-1 Valores del parámetro CUR**

| Espectrómetro de masas            | Valor inicial |
|-----------------------------------|---------------|
| Sistemas 3200, 3500, 4000 y 4500  | 20            |
| Sistemas 5000 y 5500              | 25            |
| Sistemas 6500 y 6500 <sup>+</sup> | 30            |

4. Ajuste la **Ion Transfer Voltage** (Voltaje de transferencia de iones) a **800**.

## Optimización del flujo de Gas 1, Gas 2, y Curtain Gas™

1. Ajuste **GS2** en incrementos de cinco hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.
2. Ajuste **GS1** [Gas 2 de la fuente de iones (GS2)] en incrementos de cinco hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.
3. Aumente el parámetro **CUR** hasta que la señal comience a disminuir.

---

**Nota:** Para evitar la contaminación, utilice el valor de CUR más alto posible sin sacrificar la sensibilidad. No configure CUR por debajo de 20. Esto ayuda a evitar la penetración del flujo del Curtain Gas™, que puede producir una señal ruidosa, a evitar la contaminación de la abertura y aumentar la relación señal/ruido general.

---

## Optimización de la posición de la sonda APCI



**¡ADVERTENCIA!** Peligro de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. 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:** Posibles daños en el equipo: tenga cuidado cuando efectúe ajustes en la sonda. En algunas combinaciones de posición de la sonda y la lámpara de luz ultravioleta puede resultar difícil ajustar la posición de la sonda debido a la posición de la lámpara de luz ultravioleta, y viceversa.

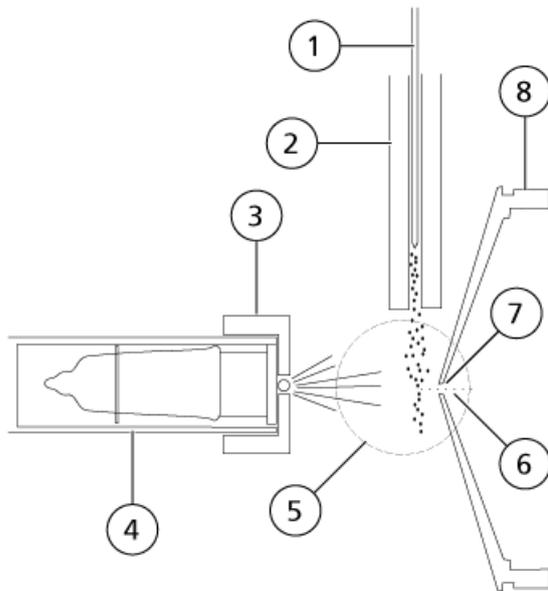
---

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 sensibilidad de la sonda únicamente 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 3-1* muestra la posición de la sonda con respecto a la lámpara de luz ultravioleta y la abertura de la placa de chapa.

**Figura 3-1 Posición de la sonda APCI**



| Elemento | Descripción                   |
|----------|-------------------------------|
| 1        | Sonda APCI                    |
| 2        | Calentador                    |
| 3        | Deflector de iones            |
| 4        | Lámpara de luz ultravioleta   |
| 5        | Región de ionización          |
| 6        | Iones                         |
| 7        | Abertura de la placa de chapa |
| 8        | Placa de chapa                |

1. Utilice como posición inicial.

---

**Nota:** Para evitar reducir el rendimiento del espectrómetro de masas, no pulverice directamente en la abertura.

---

2. Utilice el análisis de inyección de flujo (FIA) o un adaptador en forma de T para infusión para inyectar la muestra a un caudal elevado.
3. Supervise la señal en el software.
4. Utilice el micrómetro vertical para ajustar la sonda en pequeños incrementos hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

5. Ajuste la tapa negra de ajuste del electrodo en la sonda para introducir el tubo del electrodo en la sonda y para extraerlo de la misma. Para obtener una estabilidad y rendimiento óptimos, el electrodo debe sobresalir entre 0,5 y 1,0 del extremo de la sonda. Consulte [Ajuste de la extensión de la punta del electrodo en la página 32](#).

## 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.

- Ajuste el valor **TEM** en incrementos de entre 50 °C y 100 °C hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

## Ajuste la lámpara de luz ultravioleta

---

**PRECAUCIÓN: Posibles daños en el equipo: tenga cuidado cuando efectúe ajustes en la lámpara de luz ultravioleta. En algunas combinaciones de posición de la sonda y la lámpara de luz ultravioleta puede resultar difícil ajustar la posición de la sonda debido a la posición de la lámpara de luz ultravioleta, y viceversa.**

---

La posición de la lámpara de luz ultravioleta con respecto a la apertura de la placa de cortina afecta a la sensibilidad y la estabilidad de la señal. A continuación, ajuste la lámpara de luz ultravioleta en pequeños incrementos.

Para optimizar los ajustes de la fuente de iones para un compuesto determinado, pruebe varias alturas para la lámpara de luz ultravioleta y optimice el voltaje de transferencia de iones con cada nuevo ajuste de altura, para converger en el mejor ajuste de altura de la lámpara UV y de voltaje de transferencia de iones.

El ajuste de la lámpara de luz ultravioleta depende del compuesto. Repita este procedimiento de optimización si cambia el analito, el caudal o la composición del disolvente. 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.

## Optimización de la fuente de iones

---

**Nota:** El voltaje de transferencia de iones óptimo depende de la altura de la lámpara UV. Solo hay un voltaje de transferencia de iones óptimo para una altura de la lámpara UV dada, y solo una altura de la lámpara UV óptima para un voltaje de transferencia de iones dado. Después de cambiar la altura de la lámpara de luz ultravioleta, optimice el voltaje de transferencia de iones con cada nuevo ajuste de altura para converger en el mejor ajuste de altura de la lámpara de luz ultravioleta y de voltaje de transferencia de iones.

---

- Utilice el micrómetro vertical de la lámpara de luz ultravioleta para ajustar la posición vertical hasta alcanzar la mejor señal o relación señal/ruido.

## Sugerencias de optimización

- Ajuste la temperatura en el valor mínimo que produzca como resultado la vaporización completa de la muestra.  
Cuanto mayor sea el caudal de líquido o mayor la composición acuosa del disolvente, mayor será la temperatura necesaria para vaporizar el analito. Sin embargo, una temperatura demasiado elevada puede provocar la degradación térmica del compuesto.
- Utilice el mayor caudal posible del Curtain Gas™ (CUR) sin disminuir la señal. Esto le ayudará a lo siguiente:
  - Evite la penetración del flujo del Curtain Gas™ que puede producir una señal ruidosa.
  - Evitar la contaminación de la abertura.
  - Aumentar la relación señal/ruido general.Para algunos compuestos difíciles de ionizar, la intensidad de la señal se ajusta con exactitud utilizando los ajustes del Curtain Gas™, que suelen proporcionar un máximo exacto en ajustes de 45 o 50. Es muy importante ajustar el flujo del Curtain Gas cuando se optimiza para obtener la máxima sensibilidad posible.

# Mantenimiento de la fuente de iones

# 4

Las siguientes advertencias se aplican a todos los procedimientos de mantenimiento de esta sección.



**¡ADVERTENCIA!** Peligro de superficies calientes. Deje que la fuente de iones se enfríe durante al menos 30 minutos antes de iniciar cualquier procedimiento de mantenimiento. Las superficies de la fuente de iones y los componentes de la interfaz de vacío se calientan durante su funcionamiento.



**¡ADVERTENCIA!** Riesgo de incendio y sustancias químicas tóxicas. 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!** Riesgo 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!** Riesgo de radiación, material biológico, o sustancias químicas tóxicas. En caso de derrame de sustancias químicas, revise las hojas de datos de seguridad para conocer las instrucciones específicas. Detenga el derrame solo si es seguro hacerlo. Compruebe que el sistema se encuentre en modo Espera (Standby) antes de limpiar un derrame cercano a la fuente de iones. Utilice el equipo de protección individual adecuado y toallas absorbente para contener el derrame y deséchelo según lo dispuesto por las normas locales.



**¡ADVERTENCIA!** Peligro de descarga eléctrica. Evite el contacto con los altos voltajes aplicadas a la fuente de iones durante el funcionamiento. Ponga el sistema en el modo Espera (Standby) antes de ajustar el tubo de muestra u otros equipos cerca de la fuente de iones.



**¡ADVERTENCIA!** Riesgo de perforación, radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Deje de usar la fuente de iones si la ventana de la misma está quebrada o rota, y póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEX. Cualquier material tóxico o nocivo introducido en el equipo estará presente en la fuente de iones y la salida de escape. Deseche los objetos afilados siguiendo los procedimientos de seguridad establecidos del laboratorio.

## Mantenimiento de la fuente de iones

---

Esta sección contiene procedimientos generales de mantenimiento para la fuente de iones. Para determinar la frecuencia con la que se debe limpiar la fuente de iones o realizar un mantenimiento preventivo, tenga en cuenta lo siguiente:

- Compuestos probados
- Limpieza de los métodos de preparación
- Cantidad de tiempo que una sonda inactiva contiene una muestra
- Tiempo de adquisición 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 a fin de evitar dañar los equipos.**

---

### Materiales necesarios

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

## 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.**

---

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

1. Elimine la fuente de iones del espectrómetro de masa.
2. Limpie la superficie de la fuente de iones con un paño suave y húmedo.

## Limpieza de la sondas

Enjuague periódicamente la fuente de iones, independientemente del tipo de compuestos muestreado. Realice esta tarea configurando un método en el software Analyst<sup>®</sup> específicamente para realizar una operación de enjuague.

1. Cambie a una fase móvil que 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 Analyst<sup>®</sup> realice lo siguiente:
  - a. Establezca **TEM** entre **500** y **600**.
  - b. Establezca **GS1** y **GS2** al menos a **40**.
  - c. Configure **CUR** con el valor más alto posible.
  - d. Espere hasta que se alcance el punto de ajuste de **TEM**.
4. Inyecte fase móvil por el tubo y la sonda a 1 ml/min durante 10-15 minutos.
5. Asegúrese de que la sonda y el tubo de muestra queden perfectamente enjuagados.

## Extracción de la fuente de iones

---

**Nota:** Cuando el espectrómetro de masas está apagado o se quita la fuente de iones del sistema, fluyen 5,3 l/min de nitrógeno adicionales. 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 todas las exploraciones en curso.
2. Desconecte la corriente de muestra.
3. Escriba **0** en el campo **TEM** (Temperatura), si se están utilizando los calentadores.
4. Deje que la fuente de iones se enfríe durante 30 minutos como mínimo.
5. Desconecte el tubo de muestra de la unión a tierra.
6. Gire los dos pestillos de la fuente hacia arriba, hasta la posición de las 12 en punto, para liberar la fuente de iones.
7. Separe suavemente la fuente de iones de la interfaz de vacío.
8. Coloque la fuente de iones sobre una superficie limpia y segura.

## 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 en el sistema. No permita que la punta del electrodo sobresaliente o la aguja de descarga de la corona entren en contacto con ninguna pieza de la caja de la fuente de iones para evitar dañar la sonda.

---

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.

### Procedimientos de condiciones previas

- [Extracción de la fuente de iones en la página 29](#)

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 la caja de la fuente de iones.
3. Tire suavemente de la sonda hacia arriba y sáquela de la carcasa de la fuente de la torre.
4. Coloque la sonda en una superficie limpia y segura.

## Reemplazo del tubo 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 tubo del electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

---

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

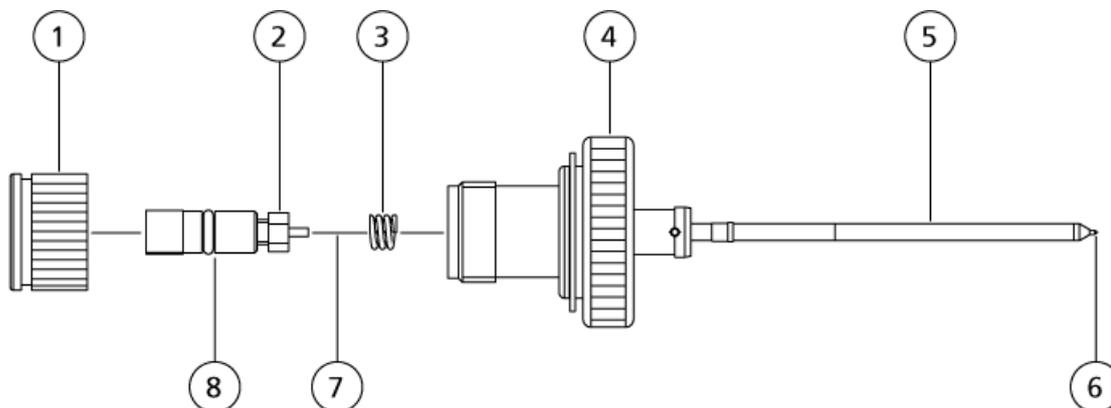
### Procedimientos de condiciones previas

- [Extracción de la fuente de iones en la página 29](#)
- [Extracción de la sonda en la página 30](#)

1. Extraiga la tuerca de ajuste del electrodo.

2. Sosteniendo la sonda con la punta hacia abajo, de forma que el resorte permanezca dentro de la sonda, retire de la misma la unión PEEK y el tubo del electrodo acoplado.

**Figura 4-1 Sonda, vista ampliada**



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

3. Utilice la llave de boca de 1/4 de pulgada para extraer la tuerca de retención que sostiene el tubo del electrodo en la unión PEEK.
4. Extraiga el tubo del electrodo de la tuerca de retención.
5. 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 esté introducido hasta el final 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.

6. Apriete la tuerca de retención.

No fuerce la tuerca de retención ni la apriete excesivamente, ya que el tubo podría presentar fugas.

7. Asegúrese de que el resorte esté aún dentro de la sonda y, a continuación, apriete la tuerca de ajuste del electrodo.
8. 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.

## Mantenimiento de la fuente de iones

---

9. Instale la sonda. Consulte [Instalación de la sonda en la página 14](#).
10. Conecte el tubo de muestra. Consulte [Conexión del tubo de la fuente de iones en la página 17](#)
11. Instale la fuente de iones en el espectrómetro de masas. Consulte [Instalación de la fuente de iones en la página 13](#).
12. Ajuste la extensión de la punta del electrodo. Consulte [Ajuste de la extensión de la punta del electrodo en la página 32](#).

## Ajuste de la extensión de la punta del electrodo

---



**¡ADVERTENCIA!** Peligro de radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. 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.

---



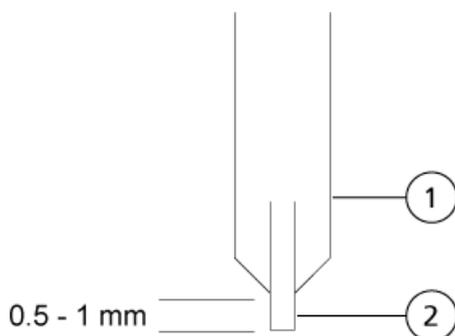
**¡ADVERTENCIA!** Peligro de perforación. Tenga cuidado al manipular el tubo del electrodo. La punta del electrodo es muy afilada.

---

Ajuste la extensión de la punta del electrodo para obtener un mejor rendimiento. El valor óptimo depende de los compuestos. 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.

- Ajuste la tapa de ajuste del electrodo negra en la parte superior de la sonda para extender o replegar la punta del electrodo. La punta del electrodo debe sobresalir entre 0,5 mm y 1,0 mm del extremo de la sonda.

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



| Elemento | Descripción |
|----------|-------------|
| 1        | Sonda       |
| 2        | Electrodo   |

## Limpieza de la ventana óptica de luz ultravioleta



¡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 superficies calientes. Deje que la fuente de iones se enfríe durante al menos 30 minutos antes de iniciar cualquier procedimiento de mantenimiento. Las superficies de la fuente de iones y los componentes de la interfaz de vacío se calientan durante su funcionamiento.

---



¡ADVERTENCIA! Riesgo 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! Riesgo de radiación, material biológico, o sustancias químicas tóxicas. En caso de derrame de sustancias químicas, revise las hojas de datos de seguridad para conocer las instrucciones específicas. Detenga el derrame solo si es seguro hacerlo. Compruebe que el sistema se encuentre en modo Espera (Standby) antes de limpiar un derrame cercano a la fuente de iones. Utilice el equipo de protección individual adecuado y toallas absorbente para contener el derrame y deséchelo según lo dispuesto por las normas locales.

---



¡ADVERTENCIA! Riesgo de perforación, radiación, material biológico o sustancias químicas tóxicas. Deje de usar la fuente de iones si la ventana de la misma está quebrada o rota, y póngase en contacto con un representante del servicio técnico de SCIEEX. Cualquier material tóxico o nocivo introducido en el equipo estará presente en la fuente de iones y la salida de escape. Deseche los objetos afilados siguiendo los procedimientos de seguridad establecidos del laboratorio.

---

**PRECAUCIÓN:** Posible daño del sistema. Utilice guantes sin empolver para manipular la lámpara UV. Las huellas dactilares sometidas a las altas temperaturas y la fuerte intensidad de los rayos UV que produce la lámpara UV en funcionamiento forman compuestos corrosivos que atacan la superficie de la lámpara UV y pueden hacer que se rompa al encenderse. Al manipular la lámpara UV, mantenga la ventana óptica de UV seca y protéjala contra la abrasión.

---

## Mantenimiento de la fuente de iones

Utilice el procedimiento siguiente para limpiar la ventana óptica de luz ultravioleta si se ha contaminado.

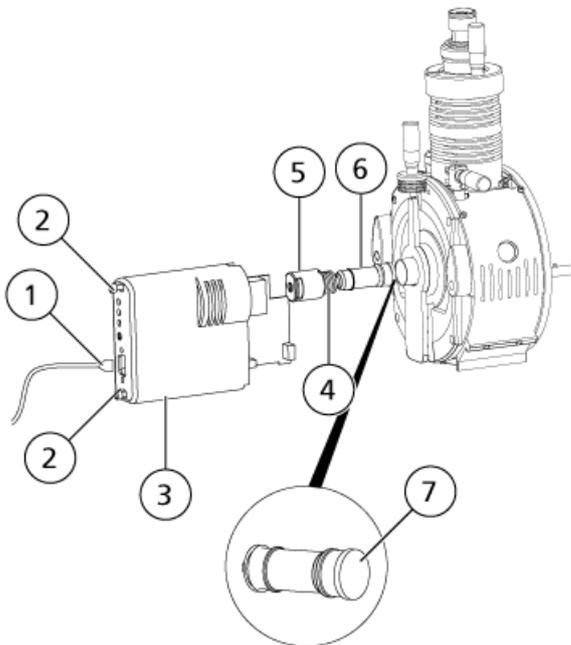
### Procedimientos de condiciones previas

- [Extracción de la fuente de iones en la página 29](#)

1. Retire los dos tornillos de sujeción y desconecte el cable de la fuente del conector de 9 pines del módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta. Consulte la [Figura 4-3](#).
2. Retire los dos tornillos de cabeza hexagonal de 4 mm.
3. Extraiga el conjunto de módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta de la fuente de iones.
4. Empuje y gire el soporte de la lámpara de luz ultravioleta, y a continuación extráigalo de la fuente de iones.
5. Extraiga la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta de la fuente de iones.

**Nota:** Manipule con cuidado la bombilla de luz ultravioleta para evitar que se rompa.

**Figura 4-3 Componentes de la lámpara de luz ultravioleta**



| Elemento | Descripción                                  |
|----------|--|
| 1        | Cable de la fuente al espectrómetro de masas |
| 2        | Tornillos de 4 mm                            |
| 3        | Módulo de control de la lámpara              |
| 4        | Resorte de compresión                        |
| 5        | Lámpara de luz ultravioleta                  |

---

| Elemento | Descripción                        |
|----------|------------------------------------|
| 6        | Soporte de la lámpara              |
| 7        | Ventana óptica de luz ultravioleta |

6. Con paños sin pelusa o hisopos de espuma, limpie la ventana óptica de luz ultravioleta con una mezcla 1:1 de metanol y agua.
7. Cuando la ventana óptica de luz ultravioleta esté limpia, vuelva a colocar la lámpara de luz ultravioleta en la fuente de iones.
8. Gire el soporte de la lámpara de luz ultravioleta dentro de la fuente de iones para fijar la bombilla de la lámpara.
9. Vuelva a colocar los dos tornillos de cabeza hexagonal de 4 mm.
10. Instale el conjunto de módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta en la fuente de iones.
11. Conecte el cable de la fuente al conector de 9 pines del módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta.
12. Enrosque ambos tornillos de sujeción y apriételes con la mano todo lo que pueda.
13. Instale la fuente de iones en el espectrómetro de masas. Consulte [Instalación de la fuente de iones en la página 13](#).

## Sustitución de la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta



**¡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 superficies calientes. Deje que la fuente de iones se enfríe durante al menos 30 minutos antes de iniciar cualquier procedimiento de mantenimiento. Las superficies de la fuente de iones y los componentes de la interfaz de vacío se calientan durante su funcionamiento.**

---

**PRECAUCIÓN:** Posible daño del sistema. Utilice guantes sin empolver para manipular la lámpara UV. Las huellas dactilares sometidas a las altas temperaturas y la fuerte intensidad de los rayos UV que produce la lámpara UV en funcionamiento forman compuestos corrosivos que atacan la superficie de la lámpara UV y pueden hacer que se rompa al encenderse. Al manipular la lámpara UV, mantenga la ventana óptica de UV seca y protéjala contra la abrasión.

---

### Procedimientos de condiciones previas

- [Extracción de la fuente de iones en la página 29](#)

Puede que tenga que cambiar la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta tras varios meses de funcionamiento continuo. Sustituya la bombilla si no se enciende cuando el usuario inicializa la fuente de iones. Para obtener información sobre la resolución de problemas con la lámpara de luz ultravioleta, consulte [Consejos de solución de problemas en la página 38](#).

1. Retire los dos tornillos de sujeción y desconecte el cable de la fuente del conector de 9 pines del módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta. Consulte la [Figura 4-3 en la página 34](#).
2. Retire los dos tornillos de cabeza hexagonal de 4 mm.
3. Extraiga el conjunto de módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta de la fuente de iones.
4. Empuje y gire el soporte de la lámpara de luz ultravioleta, y a continuación extráigalo de la fuente de iones.

---

**Nota:** Manipule con cuidado la bombilla de luz ultravioleta para evitar que se rompa.

---

5. Sustituya la lámpara de luz ultravioleta.
6. Gire el soporte de la lámpara de luz ultravioleta dentro de la fuente de iones para fijar la bombilla de la lámpara.
7. Vuelva a colocar los dos tornillos de cabeza hexagonal de 4 mm.
8. Instale el conjunto de módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta en la fuente de iones.
9. Conecte el cable de la fuente al conector de 9 pines del módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta.
10. Enrosque ambos tornillos de sujeción y apriételes con la mano todo lo que pueda.
11. Instale la fuente de iones en el espectrómetro de masas. Consulte [Instalación de la fuente de iones en la página 13](#).

## 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.

---

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

| <b>Procedimientos de condiciones previas</b> |
|--|
|--|

- |   |
|---|
| <ul style="list-style-type: none"><li>• Detenga el flujo de muestra y asegúrese de que todo el gas restante se ha eliminado a través del sistema de escape de la fuente.</li><li>• <a href="#">Extracción de la fuente de iones en la página 29</a></li></ul> |
|---|

1. Desconecte el tubo de muestras de la sonda y la unión a tierra.
2. Reemplace el tubo de muestras con un tubo de la misma longitud que el anterior.
3. Instale la fuente de iones. Consulte [Instalación de la fuente de iones en la página 13](#).
4. Inicie el flujo de muestra

# Consejos de solución de problemas

# 5

| Síntoma   | Posible causa   | Acción correctiva  |
|---|---|--|
| La lámpara de luz ultravioleta está en modo Check (Comprobación).   | Se ha producido un cortocircuito en PCB o en la lámpara de luz ultravioleta.      | Asegúrese de que la pestaña de la PCB esté bien conectada al resorte o la arandela de la lámpara de luz ultravioleta. Sustituya la lámpara de luz ultravioleta. Consulte <a href="#">Sustitución de la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta en la página 35</a> . Si no puede resolver el problema, póngase en contacto con un representante del servicio técnico. |
|   | La unidad de módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta está defectuosa. | Póngase en contacto con un representante del servicio técnico.   |
| La lámpara de luz ultravioleta permanece en modo Ignition (Ignición) durante más de 5 segundos una vez que el espectrómetro de masas ya esté listo. | Falta la señal de control. Puede que un cable de la fuente esté defectuoso.       | Compruebe que el cable de la fuente esté correctamente conectado. Si es así, cámbielo por otro.  |
|   | El espectrómetro de masas no está listo.  | Asegúrese de que el espectrómetro de masas esté listo. Reinicie el software .  |
|   | Puede que haya un pestillo abierto.   | Compruebe que todos los pestillos estén cerrados. Consulte <a href="#">Circuito detector de la fuente de iones en la página 11</a> .   |

| Síntoma   | Posible causa  | Acción correctiva  |
|---|--|--|
|   | Hay un mal contacto eléctrico en la caja de la lámpara de luz ultravioleta.              | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Extraiga la lámpara de luz ultravioleta.</li> <li>2. Compruebe si hay indicios de corrosión en el receptáculo de la lámpara de luz ultravioleta o en el electrodo superior de esta.</li> <li>3. Inspeccione las conexiones eléctricas hacia la lámpara de luz ultravioleta.</li> <li>4. Vuelva a instalar la lámpara de luz ultravioleta.</li> </ol> <p>Consulte <a href="#">Sustitución de la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta en la página 35</a>.</p> |
|   | No hay ninguna lámpara en el módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta.        | Introduzca una lámpara de luz ultravioleta en dicho módulo de control.   |
|   | La lámpara de luz ultravioleta no funciona.  | Sustituya la lámpara de luz ultravioleta.  |
|   | La unidad de módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta está defectuosa.        | Póngase en contacto con un representante del servicio técnico.   |
| La lámpara se encuentra en modo Ready (Preparado), pero no aparece ninguna señal (línea plana). | El voltaje de transferencia de iones está ajustado a menos de 500 V (en valor absoluto). | Defina un valor superior a 500 V (en valor absoluto) para el voltaje de transferencia de iones (IS).   |
|   | La ventana óptica de luz ultravioleta está sucia.  | Limpie la ventana óptica de luz ultravioleta. Consulte <a href="#">Limpieza de la ventana óptica de luz ultravioleta en la página 33</a> .   |
| Hay más de una luz parpadeando.   | La bombilla de la lámpara de luz ultravioleta está defectuosa.                           | Sustituya la lámpara de luz ultravioleta. Consulte <a href="#">Sustitución de la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta en la página 35</a> .  |
|   | El módulo de control de la lámpara de luz ultravioleta está defectuoso.                  | Póngase en contacto con un representante del servicio técnico.   |
| La señal es baja.   | El sistema de suministro de impurificador está defectuoso.                               | Compruebe el flujo de impurificador administrado a la conexión en T de entrada de impurificador.   |

## Consejos de solución de problemas

---

| Síntoma | Posible causa  | Acción correctiva   |
|---------|--|---|
|         | El potencial de desagrupación (DP) no está optimizado.         | Optimice el potencial de desagrupación (DP) para obtener la mejor señal o relación señal/ruido. Las valores óptimos pueden ser diferentes de los correspondientes a otras fuentes de iones. |
|         | La lámpara de luz ultravioleta no está colocada correctamente. | Optimice la posición vertical de la lámpara de luz ultravioleta.  |
|         | El electrodo de APCI está sucio u obstruido.                   | Limpie el electrodo. Consulte <a href="#">Reemplazo del tubo del electrodo en la página 30.</a>   |

# Principios de funcionamiento: fuente de iones

# A

## Proceso de ionización

La base para las antiguas incompatibilidades entre la cromatografía líquida y la espectrometría de masas surgió a partir de las dificultades para convertir moléculas relativamente poco volátiles (disueltas en líquido) en un gas molecular sin inducir una descomposición excesiva. La APCI y la ionización por electropulverización (ESI) son dos métodos habituales de ionización suave.

La fuente de iones PhotoSpray<sup>®</sup> es una evolución de la técnica APCI. Para iniciar el proceso de ionización, se utiliza una lámpara de luz ultravioleta, en contraposición a la descarga de corona que se utiliza en la APCI.

Las muestras que se introducen a través de la sonda del nebulizador térmico se pulverizan, con ayuda de un gas nebulizador, en la región de ionización. Dentro de la sonda, las gotas finamente dispersadas de la muestra y el disolvente experimentan una rápida vaporización con una descomposición térmica mínima.

Un impurificador, generalmente tolueno, se vaporiza también en el gas del nebulizador dentro de la cámara de la fuente. Cuando la mezcla vaporizada entra en la región de ionización, la radiación ultravioleta emitida por la lámpara ioniza las moléculas del impurificador. La muestra gaseosa y los iones moleculares del disolvente son atraídos desde la región de ionización por la diferencia de potencial entre la sonda y la placa de chapa. Consulte la [Figura A-2](#).

Los fotoiones, formados en grandes cantidades a partir del impurificador, inician una serie de reacciones ión-molécula que afectan a las moléculas del disolvente. Estas reacciones ión-molécula conducen finalmente a la formación de los analitos ionizados en la forma  $[M^+H]^+$  (por transferencia de protones) o  $[M]^+$  (por intercambio de carga), dependiendo de la naturaleza de la molécula de analito. En modo de ion negativo, los iones  $[M^-H]^-$  se forman por abstracción protónica.

La alta tasa de colisión que tiene lugar a presión atmosférica causa la carga en el fotoión para que se transfiera correctamente al analito si los parámetros termodinámicos son favorables. En general, las reacciones de transferencia de protones tienden a predominar en la fuente de iones PhotoSpray<sup>®</sup>.

Los datos de ionización termodinámica para la mayoría de los compuestos orgánicos comunes se pueden obtener desde el sitio web de NIST en <http://webbook.nist.gov/chemistry> (sin coste alguno en el momento de la publicación de este documento).

## Selección de impurificador

---

**PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. No utilice acetona como impurificador. La acetona puede provocar el deterioro del tubo de gas.**

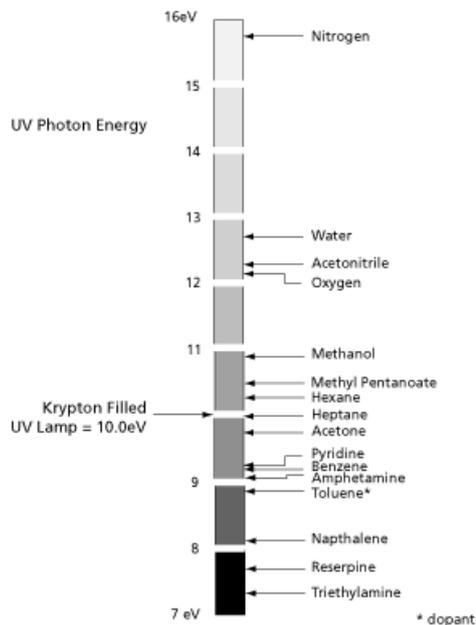
---

La producción de fotoiones mejora notablemente añadiendo un impurificador al gas nebulizador (en comparación con el gas nebulizador sin impurificador). El impurificador ideal se selecciona por las siguientes razones:

## Principios de funcionamiento: fuente de iones

- Su capacidad de someterse a fotoionización a causa de su energía de ionización favorable (justo por debajo de la energía fotónica ultravioleta a 10,0 eV). Consulte la [Figura A-1](#).
- La facilidad con la que puede vaporizarse continuamente en la corriente de gas nebulizador.
- Su disponibilidad en alto grado de pureza (preferiblemente, grado HPLC) y baja toxicidad.

**Figura A-1 Escala de energía de ionización**



El tolueno (energía de ionización de 8,83 eV) cumple todos estos requisitos, y es el impurificador preferido para la mayoría de aplicaciones de fuentes de iones PhotoSpray®. La relativamente elevada energía de recombinación y baja afinidad protónica del tolueno provoca que el fotoión de tolueno reaccione favorablemente con las muestras presentes bien por transferencia de carga o bien por transferencia de protones en la región de ionización.

## Composición del eluyente y modificadores

La composición de la fase de eluyente es un parámetro que es importante tener en cuenta cuando se desarrolla un método para la fuente de iones PhotoSpray®. Inmediatamente después de la fotoionización, la reacción de los fotoiones con las moléculas del disolvente abre un canal de reacción formando cúmulos intermedios cargados. Estos cúmulos se reorganizan rápidamente y forman cúmulos de disolvente protonados (con la liberación de moléculas de impurificador desprotonadas). A su vez, estos cúmulos de disolvente sirven de paso intermedio en la ionización del analito.

Los cúmulos de disolvente se caracterizan por un número de asociación que refleja la naturaleza y la estructura de la molécula de disolvente. Por ejemplo, hay tres moléculas de disolvente involucradas en las agrupaciones protonadas formadas con un disolvente prótico como el metanol ( $(\text{CH}_3\text{OH})_3 \text{H}^+$ ) y dos moléculas de disolvente en agrupaciones protonadas a partir de un disolvente aprótico dipolar como el acetonitrilo ( $(\text{CH}_3\text{CN})_2 \text{H}^+$ ). La protonación final de las moléculas del analito se produce por transferencia de protones desde estos cúmulos.

## Eluyente

En la cromatografía de fase inversa, un eluyente que contenga metanol y agua proporciona la mejor sensibilidad para la mayoría de muestras analíticas. La presencia de acetonitrilo en el eluyente tiende a reducir la intensidad de la señal de algunos compuestos.

Durante la cromatografía de fase normal, cuando predominan las reacciones de transferencia de carga, un eluyente completamente orgánico puede incrementar notablemente la señal analítica. Sin embargo, el uso de eluyentes de fase inversa también puede ofrecer mejoras significativas de sensibilidad. Una mezcla de isooctano y 2-propanol funciona bien en la fuente de iones PhotoSpray<sup>®</sup>. Los disolventes clorados como el cloruro de metileno y el cloroformo también son compatibles con la ionización con APPI.

## Modificadores

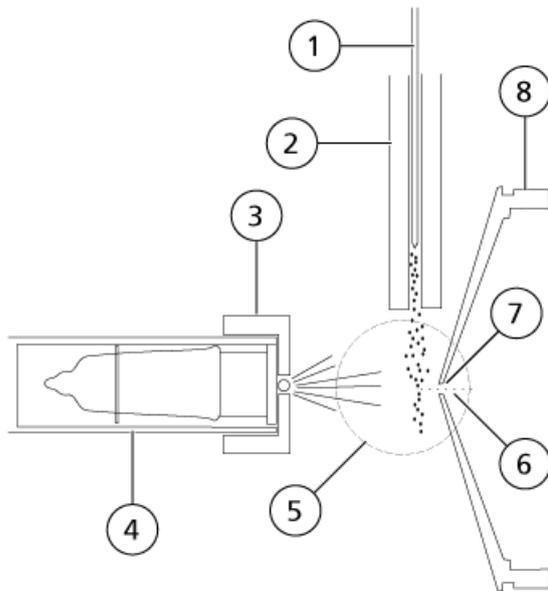
Los modificadores como el ácido fórmico, el ácido acético, el formato de amonio y el acetato de amonio se pueden utilizar en la fuente de iones PhotoSpray<sup>®</sup> aunque normalmente no suelen mejorar de forma significativa la producción de iones. Las concentraciones típicas de formato de amonio o acetato de amonio van de 2 mM a 10 mM en el caso de los iones positivos y de 2 mM a 100 mM en el caso de los negativos. La concentración de los ácidos orgánicos es de entre el 0,01 % y el 6,0 % por volumen.

Normalmente no se utilizan otros modificadores, como trietilamina, fosfato de sodio, ácido trifluoroacético y dodecil sulfato de sodio, salvo en aplicaciones específicas, ya que complican el espectro con sus mezclas y agrupaciones de iones. También pueden suprimir la señal de iones de los compuestos objetivos

## Región de ionización

*Figura A-2* muestra la región de ionización principal, indicada por el círculo discontinuo en la fuente de fotoionización. En esta región, la luz ultravioleta irradia desde la portilla de la lámpara en un ángulo recto a través de la corriente de gas nebulizador y la corriente de eluyente vaporizado.

Figura A-2 Sección transversal de la cámara de la fuente de iones PhotoSpray



| Elemento | Descripción                   |
|----------|-------------------------------|
| 1        | Sonda APCI                    |
| 2        | Calentador                    |
| 3        | Deflector de iones            |
| 4        | Lámpara de luz ultravioleta   |
| 5        | Región de ionización          |
| 6        | Iones                         |
| 7        | Abertura de la placa de chapa |
| 8        | Placa de chapa                |

## Producción de fotoiones

Los fotoiones se producen mayoritariamente a partir de moléculas de impurificador en el fase de gas de la corriente de gas nebulizador, desde la exposición directa hasta el rayo de fotones de 10,0 eV emitidos por la lámpara de criptón. Los fotoiones (que actúan como iones primarios) reaccionan a su vez con moléculas de disolvente para producir cúmulos intermedios cargados. La reacción de transferencia de fotones final se produce entre los cúmulos de disolvente protonados y las moléculas de muestra, y da como resultado la formación de iones analíticos. Otra ruta de reacción que lleva a la formación de iones con un número impar de electrones a partir de moléculas de analitos con energía de ionización baja y afinidad protónica baja implica una reacción de transferencia de carga directa desde el fotoión.

Mediante colisiones en la región ionizada, se consigue mantener una distribución equilibrada de ciertos iones. Cualquier exceso de energía que un ion pueda adquirir en el proceso de reacción ión-molécula está termalizado. La formación de iones producto e iones reactivos se rige por condiciones de equilibrio a presión atmosférica.

### Recorrido de los fotoiones

Al formarse los iones de analito en la región principal de ionización, estos son empujados hacia la abertura mediante la aplicación de un potencial de compensación entre el deflector de iones de PhotoSpray® y la placa de chapa del espectrómetro de masas. El valor óptimo de potencial de compensación es normalmente de unos pocos centenares de voltios en valor absoluto por encima de la placa de chapa (500 V con relación a tierra, con la misma polaridad que los iones que se analizan). Esto se determina tanto por la naturaleza del analito como por la distancia entre el deflector de iones y la placa de chapa.

La fuente de iones genera una corriente de iones más baja que la de APCI. Sin embargo, esta fuente de iones alcanza una sensibilidad elevada a causa, en parte, del hecho de que los iones formados en la región de ionización de campo libre pueden transferirse con un alto índice de eficiencia al espectrómetro de masas.

### Descripción de la entrada de muestra

La sonda de pulverización consiste en un tubo de acero inoxidable con un diámetro externo de 0,012 pulgadas y un pulverizador rodeado de un flujo de gas nebulizador. La corriente de muestra líquida se bombea a través del pulverizador, donde se nebuliza en un tubo cerámico que contiene un calentador integrado. Cuando la muestra líquida se bombea en el tubo cerámico, la muestra y el disolvente se vaporizan. A continuación, el vapor fluye por el tubo cerámico hasta la región de ionización en la caja de la fuente de iones.

La temperatura del calentador determina la frecuencia de vaporización de la muestra y, como resultado, el grado de descomposición térmica de la misma. La temperatura real de la muestra y el disolvente no supera la temperatura de vaporización. En otras palabras, no se produce un sobrecalentamiento importante de la muestra líquida. No obstante, al aumentar la temperatura aumenta la frecuencia de vaporización, lo que podría inducir la descomposición térmica de los iones de la muestra.

# Voltajes y parámetros de la fuente

# B

## Parámetros para la sonda APCI

En la [Tabla B-1](#) se muestran las condiciones de funcionamiento de la fuente de iones. Estas condiciones representan un punto de partida desde el que optimizar la fuente de iones. La composición del disolvente empleado para la optimización fue 1:1 de agua:acetonitrilo. Utilizando un proceso iterativo, los varios parámetros se optimizan con un análisis de inyección de flujos para obtener la mejor relación señal/ruido para el compuesto de interés.

**Tabla B-1 Optimización de parámetros para la sonda APCI**

| Parámetro   | Valor típico | Intervalo operativo |
|---|--------------|---------------------|
| Ajuste del micrómetro vertical de la lámpara      | 5            | 0 a 8.5             |
| Gas nebulizador (GS1)                             | 70*          | 20 a 90*            |
| Gas de la lámpara (GS2)                           | 10*          | 10 a 40*            |
| Curtain Gas (CUR)                                 | 10 a 20      | 25 a 50             |
| Ion Transfer Voltage (IS)                         | 1500         | 600 a 1500          |
| Temperatura (°C)                                  | 400          | 350 a 450           |
| Impurificador (tolueno) (% de caudal total)       | 10           | 10 a 15             |
| Probe horizontal micrometer setting               | 5            | 0 a 10              |
| Configuración del micrómetro vertical de la sonda | 2            | 0 a 13              |

\* Si se utiliza nitrógeno para el nebulizador y el gas de la lámpara de luz ultravioleta en vez de aire cero, mejora la sensibilidad.

## Descripciones de parámetros

| Parámetro  | Descripción   |
|--|---|
| Curtain Gas (CUR)  | <p>Controla el flujo de gas hacia la interfaz del Curtain Gas™. La interfaz del 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, por tanto, la transmisión Q0, la estabilidad y la sensibilidad, y aumenta el ruido de fondo.</p> <p>Mantenga el flujo del Curtain Gas tan alto como sea posible sin perder sensibilidad.</p>  |
| Ion Transfer Voltage (IS) [Voltaje de transferencia de iones (IS)] | <p>El voltaje de transferencia de iones óptimo depende de la altura de la lámpara UV. Solo hay un voltaje de transferencia de iones óptimo para una altura de la lámpara UV dada, y solo una altura de la lámpara UV óptima para un voltaje de transferencia de iones dado. Después de cambiar la altura de la lámpara de luz ultravioleta, optimice el voltaje de transferencia de iones con cada nuevo ajuste de altura para converger en el mejor ajuste de altura de la lámpara de luz ultravioleta y de voltaje de transferencia de iones.</p> <p>Los valores son, por lo general, notablemente inferiores a los empleados con la ESI. Por ejemplo, el voltaje de transferencia de iones debe ser de aproximadamente entre 700 V y 800 V.</p>  |
| Temperature (TEM)  | <p>Se utiliza calor para vaporizar la muestra y se pulveriza disolvente en la carcasa de la fuente de iones. Si la temperatura se ha ajustado demasiado baja, la vaporización de la muestra será incompleta y se podrá formar condensación de disolvente en la caja. Si se fija una temperatura demasiado elevada, puede inducirse la degradación térmica de la muestra.</p> <p>La temperatura óptima de la fuente de iones se ve afectada por:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• El tipo de muestra. El factor más significativo es la composición del disolvente. La temperatura óptima de la sonda disminuye a medida que aumenta el contenido orgánico del disolvente. El rendimiento de la sonda se puede optimizar a temperaturas tan bajas como 300 °C con disolventes compuestos de metanol o acetonitrilo al 100 %. Los disolventes acuosos formados al 100% por agua (con caudales de aproximadamente 0,5 µl/min) requieren una temperatura mínima de sonda de 425 °C.</li> <li>• La cantidad de la muestra. La temperatura óptima aumenta con caudales mayores. La fuente de iones normalmente se utiliza con caudales de muestra de entre 0,2 ml/min y 0,5 ml/min, pero puede utilizarse con caudales de hasta 1,5 ml/min.</li> </ul> <p>Efectúe la optimización en incrementos de 25 °C. La temperatura óptima es el ajuste más bajo que produce como resultado la vaporización completa de la muestra.</p> |

## Voltajes y parámetros de la fuente

| Parámetro              | Descripción   |
|------------------------|---|
| Ion Source Gas 1 (GS1) | Este gas se utiliza para generar una pulverización de aerosol fino. Optimice el ajuste de gas para obtener estabilidad y sensibilidad de señal. Los valores típicos oscilan entre 20 psi y 90 psi, y dependen del caudal de muestra. En general, un caudal más elevado requiere un ajuste de GS1 mayor. |
| Ion Source Gas 2 (GS2) | El gas de la lámpara de luz ultravioleta (GS2) se utiliza para proteger la ventana óptica de la lámpara UV. Los valores típicos oscilan entre 10 psi y 40 psi.  |

## Composición de los disolventes

Esta sección contiene información sobre disolventes y modificadores. La fuente de iones es compatible con las fases móviles y los tampones volátiles normalmente utilizados en LC-MS/MS, tanto en condiciones de fase inversa como en condiciones de fase normal.

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 100 mmol/L para iones negativos. La concentración de los ácidos orgánicos es de entre el 0,1% y el 6,0% por volumen.

Los disolventes de fase normal suelen utilizarse para compuestos no polares. Los compuestos polares tienen más probabilidades de disolverse en los disolventes utilizados para la cromatografía en fase inversa. Las siguientes sustancias químicas suelen utilizarse como disolventes de fase normal:

- Isooctano
- Diclorometano
- Cloroformo

Los disolventes empleados habitualmente son:

- Acetonitrilo
- Metanol
- Propanol
- Agua

Utilice modificadores químicos en el disolvente para optimizar las condiciones de muestreo. Sin embargo, en general, los modificadores químicos no ayudan en el proceso de fotoionización.

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

## Composición y caudal del impurificador

---

**PRECAUCIÓN: Posible daño del sistema. No utilice acetona como impurificador. La acetona puede provocar el deterioro del tubo de gas.**

---

El impurificador más utilizado es el tolueno. Sin embargo, también se pueden utilizar otros compuestos que resulten adecuados. Los impurificadores deben ser de la máxima calidad posible, al menos de grado HPLC. Los impurificadores de calidad inferior causan graves problemas de iones de fondo.

En general, la aproximación a la señal analítica óptica se produce asintóticamente con una caudal de infusión de impurificador correspondiente a un 10-15 % del caudal total de la fase móvil (sin división). El caudal típico de infusión es de entre 75 µl/min y 150 µl/min. El valor seleccionado durante el desarrollo del método viene dictado por la intensidad de la señal y el caudal de fase móvil necesario.

---

**Nota:** Utilice siempre una bomba de LC de impurificador. El uso de una bomba de jeringa reduce en gran medida la sensibilidad de la fuente. En versiones anteriores de la fuente de iones PhotoSpray<sup>®</sup>, el impurificador se introducía en un conducto no presurizado y era suficiente una bomba de jeringa.

---

# Consumibles y repuestos

# C

| Referencia | Descripción  |
|------------|--|
| 029031     | Resorte de compresión (para bombilla de lámpara de luz ultravioleta). Consulte <a href="#">Sustitución de la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta en la página 35</a> .  |
| 1008006    | Tapa del resorte (sujeta la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta en el interior de la caja de la fuente de iones). Consulte <a href="#">Sustitución de la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta en la página 35</a> . |
| 1002998    | Detector de fotoionización (bombilla de la lámpara de luz ultravioleta). Consulte <a href="#">Sustitución de la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta en la página 35</a> .   |
| 1009515    | Arandela de latón (para bombilla de lámpara de luz ultravioleta). Consulte <a href="#">Sustitución de la bombilla de la lámpara de luz ultravioleta en la página 35</a> .  |
| 025388     | Electrodo (para sonda APCI). Consulte <a href="#">Reemplazo del tubo del electrodo en la página 30</a> .   |
| 1009095    | Conjunto de la sonda APCI (sonda completa). Consulte <a href="#">Instalación de la sonda en la página 14</a> .   |
| 1005596    | Cable de la fuente. Consulte <a href="#">Instale las conexiones de la fuente de iones en la página 15</a> .  |

# Historial de revisiones

---

| Número de documento | Motivo del cambio                  | Fecha           |
|---------------------|------------------------------------|-----------------|
| A                   | Primera publicación del documento. | Agosto del 2015 |