

# REFUERZO DE LAS CAPACIDADES Y COMPETENCIAS RELATIVAS A LA GESTIÓN DE LOS RECURSOS HÍDRICOS EN ISLAS



## ISLHáGUA



União Europeia  
FEDER



Investimos no seu futuro

PROGRAMA  
MAC 2007 - 2013  
Cooperación Transnacional

Jefe de Fila:

Socios Canarias:

Socios Cabo Verde:

Logo  
institución/empresa





## Trucos y Consejos en Técnicas de Cromatografía de Gases-Espectrometría de Masas para el Análisis de Plaguicidas en Aguas



**Agilent Technologies**



**Francisco Conde**

Account Manager & Service Support  
**Agilent Technologies**

Octubre 2013



União Europeia  
FEDER



Investimos no seu futuro





# Agilent Technologies



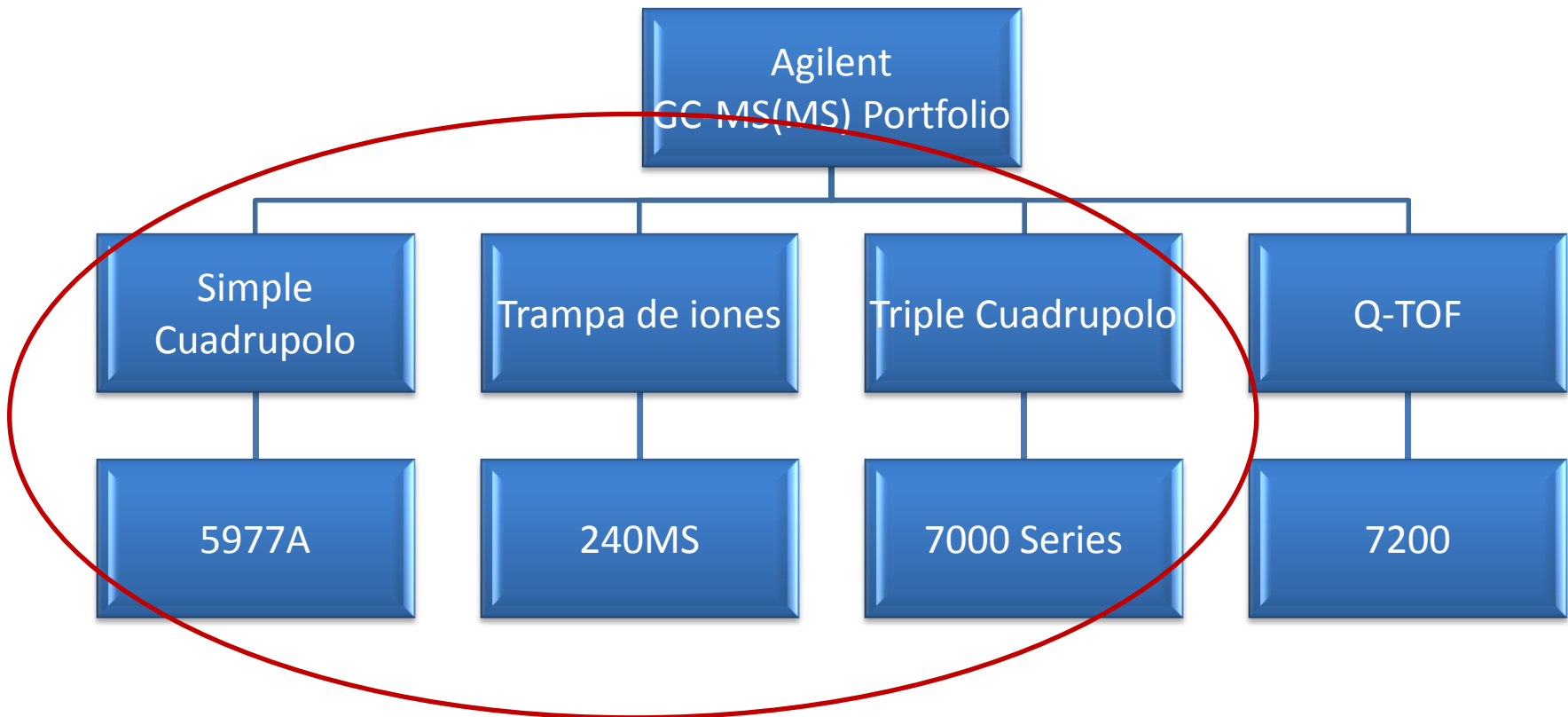
## Francisco Conde

- Técnico Especialista y Account Manager en Agilent Technologies: Cromatografía y Espectroscopía (2 años)
- Técnico Especialista y Account Manager en Varian Ibérica: Cromatografía y Espectroscopía (5 años)
- Doctor en Química Analítica por la Universidad de La Laguna
- Master en Gestión Medioambiental y Auditorías organizado por ADA-C

## Agenda

- ✓ Productos de GC-MS (MS) de Agilent Technologies
- ✓ Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas
- ✓ Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD
- ✓ Prevenir problemas en un GC-MSD
- ✓ Principales Problemas en un GC-MSD
- ✓ Consejos en el Método de GC-MSD

# Productos de GC-MS (MS) de Agilent Technologies



# Productos de GC-MS (MS) de Agilent Technologies



**Simple Cuadrupolo 5977A** –  
Matrices sencillas



**Trampa de Iones 240MS** - Pocos analitos  
contra la presencia de matriz



**Triple Cuadrupolo 7000C** – Muchos  
analitos contra la presencia de matriz

## Objetivo del Análisis por Cromatografía:

**Obtención de Resultados Cromatográficos Robustos y Fiables.**

**¿Cómo?**

### **CROMATOGRAFÍA ROBUSTA**

- 1.- Optimización de la Metodología Analítica
- 2.- Realizar un Mantenimiento Adecuado
- 3.- Disponer de una Instrumentación Óptima



## Agenda

- ✓ Productos de GC-MS (MS) de Agilent Technologies
- ✓ **Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas**
- ✓ Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD
- ✓ Prevenir problemas en un GC-MSD
- ✓ Principales Problemas en un GC-MSD
- ✓ Consejos en el Método de GC-MSD



# Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas



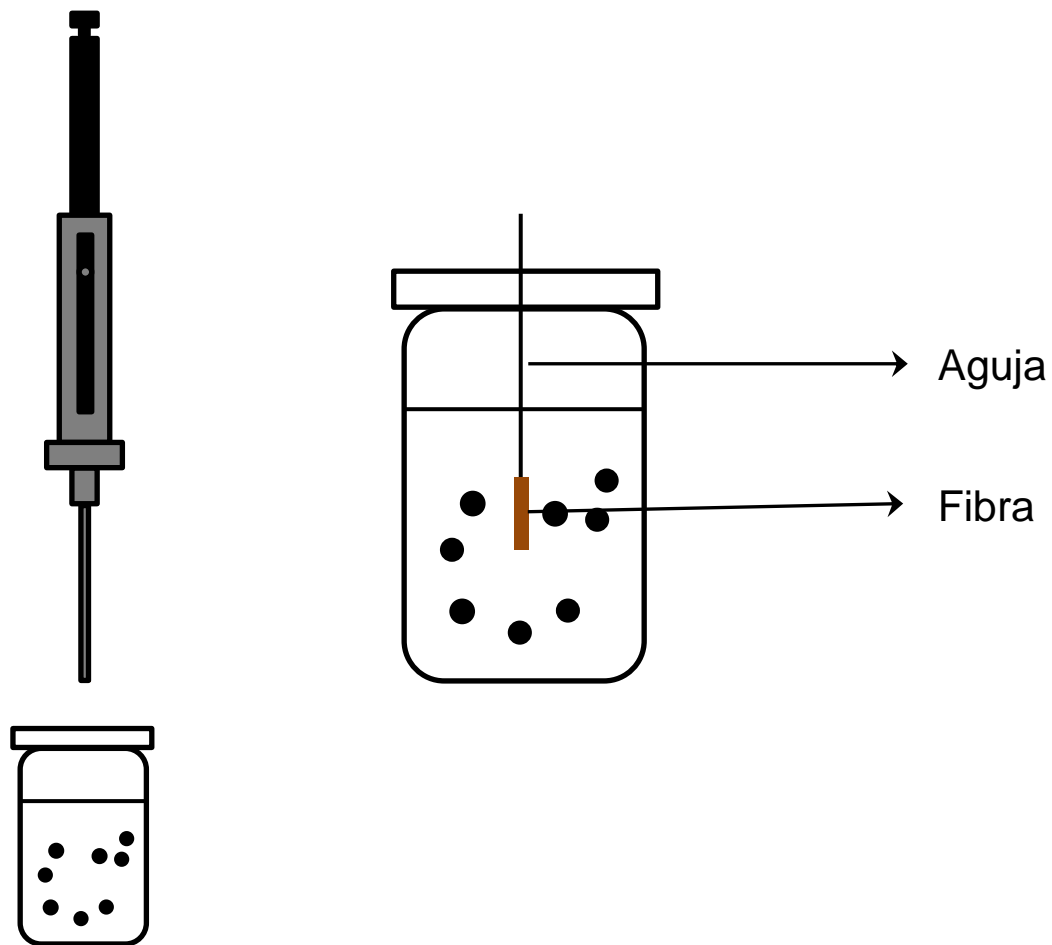
Extracción Líquido-Líquido o  
SPE – Inyección de Muestra  
Líquida



Extracción por Sorción (SPME,  
Twister) – Desorción Térmica

# Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas

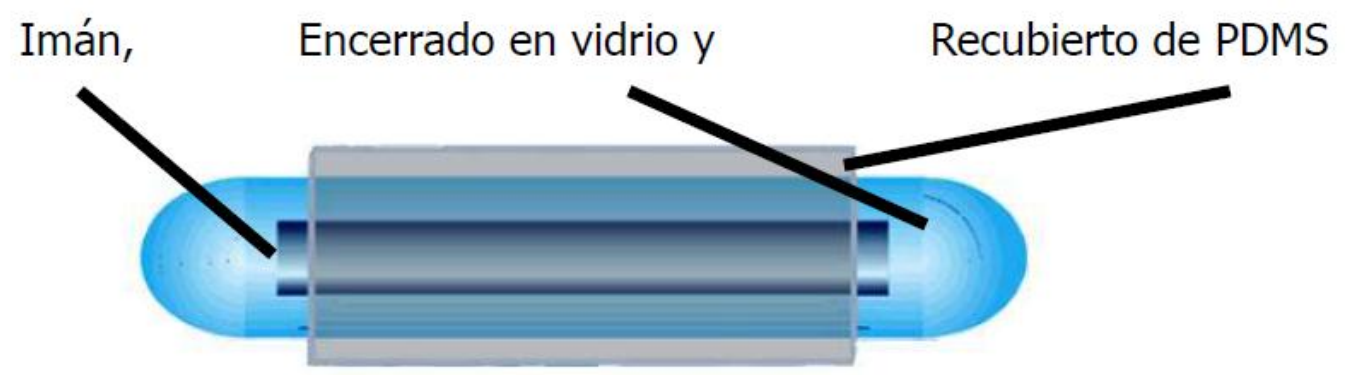
## Microextracción en Fase Sólida (SPME)



# Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas

## Stirring Bar Sorptive Extraction (SBSE) – Twister

*Extracción clásica, doble o multidesorción*



$l = 10 \text{ mm}, df = 0.5 \text{ mm}$	→	24 $\mu\text{l}$
$df = 1.0 \text{ mm}$	→	63 $\mu\text{l}$
$l = 20 \text{ mm}, df = 0.5 \text{ mm}$	→	47 $\mu\text{l}$
$df = 1.0 \text{ mm}$	→	126 $\mu\text{l}$

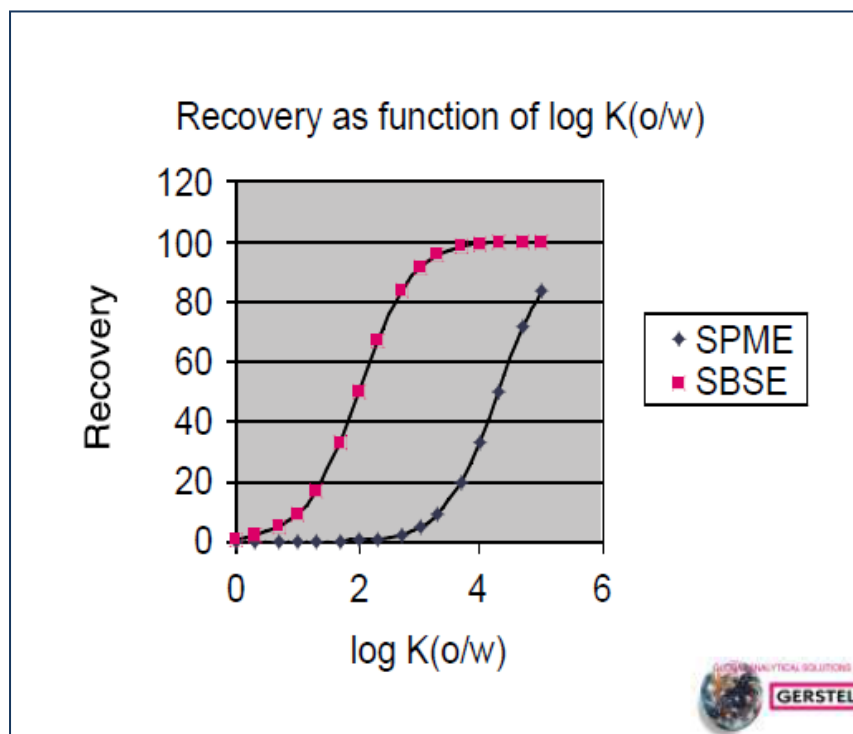
**SPME : max. 0.5  $\mu\text{l}$**

**SBSE 50-250 veces más Fase Estacionaria que SPME**

## Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas

Límites de Detección Ultra-Bajos gracias a su alto nivel de recuperación

- Volúmen típico de PDMS en SPME < 0.5  $\mu\text{L}$
- Volúmen típico de PDM en Twister > 25-125  $\mu\text{L}$

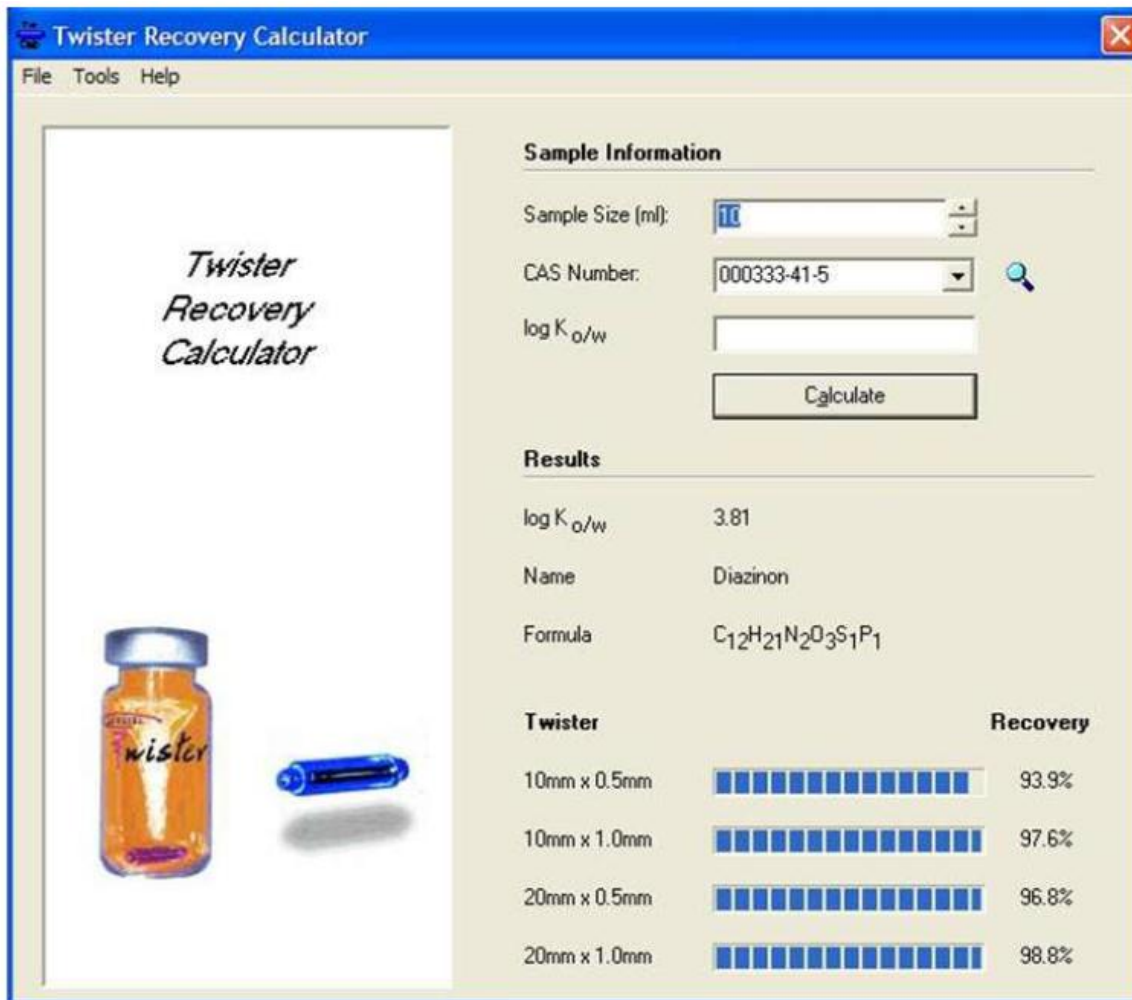


La mayor capacidad del Twister produce mayores recuperaciones si lo comparamos con SPME a medida que aumenta la polaridad

# Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas

## Twister Recovery Calculator

Log  $K_{o/w}$  > 2-2.5



Twister	Recovery
10mm x 0.5mm	93.9%
10mm x 1.0mm	97.6%
20mm x 0.5mm	96.8%
20mm x 1.0mm	98.8%



# Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas

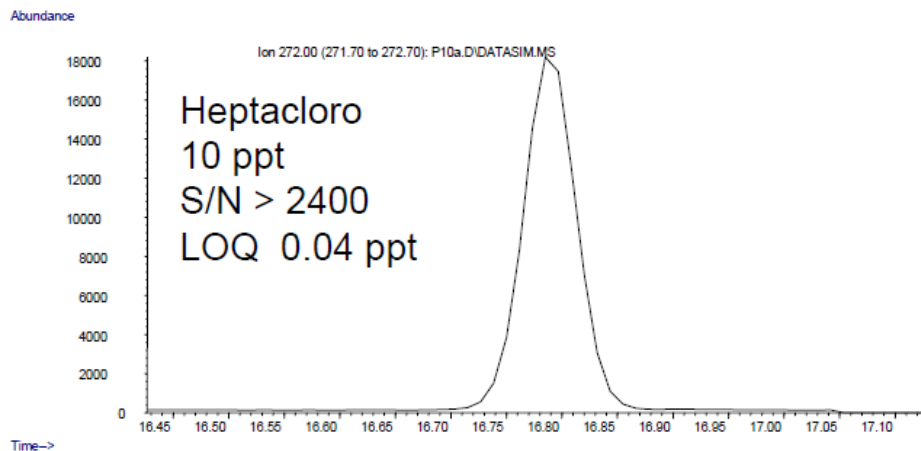
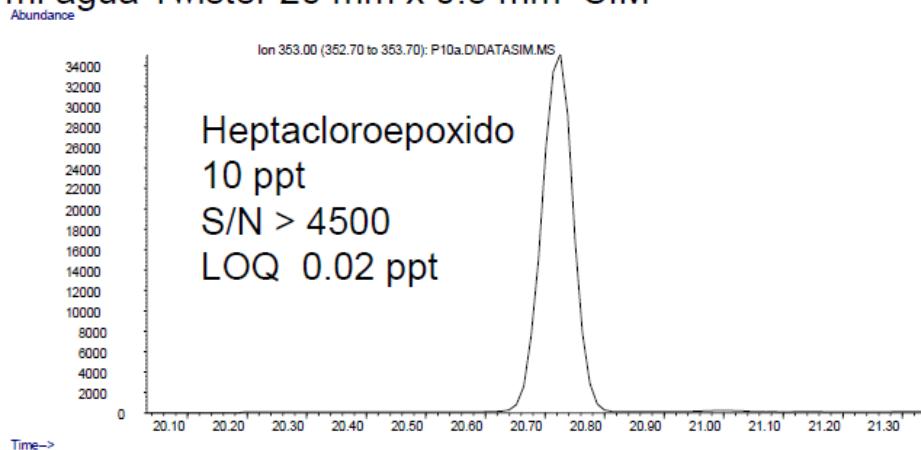
Chlorinated	Nitrogenated	Phosporous	PAH's
a-HCH	Simazine	Diazinon	Acenaphthylene
b-HCH	Atrazine	Disulfoton	Acenaphthene
Lindane	Prometon	Methyl-Parathion	Fluorene
d-HCH	Propazin	Malathion	Phenantrene
Heptachlor	Terbutilazin	Parathion	Anthracene
Aldrin	Trietazin	Ethion	Fluorantene
Heptachlor-epoxide	Ametryn	Fenthion	Pyrene
Endosulfan I	Prometryn	Chlorpyrifos	Benzo-a-anthracene
Dieldrin	Terbutryn	Chlorpyrifos-Methyl	Crisene
p,p'-DDE	Secbumeton	Demethon	Benzo-b-fluorantene
Endrin		Phorate	Benzo-k-fluorantene
Endosulfan II		Diclorvos	Benzo-a-pyrene
p,p'-DDD			Indene (1,2,3 cd) Pyrene
Endosulfan sulfate			Dibenzo-anthracene
p,p'-DDT			Benzo (g,h,i) Perylene
Endrin-cetone			
Methoxichlor			



# Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas

## Ejemplos de Análisis de Plaguicidas

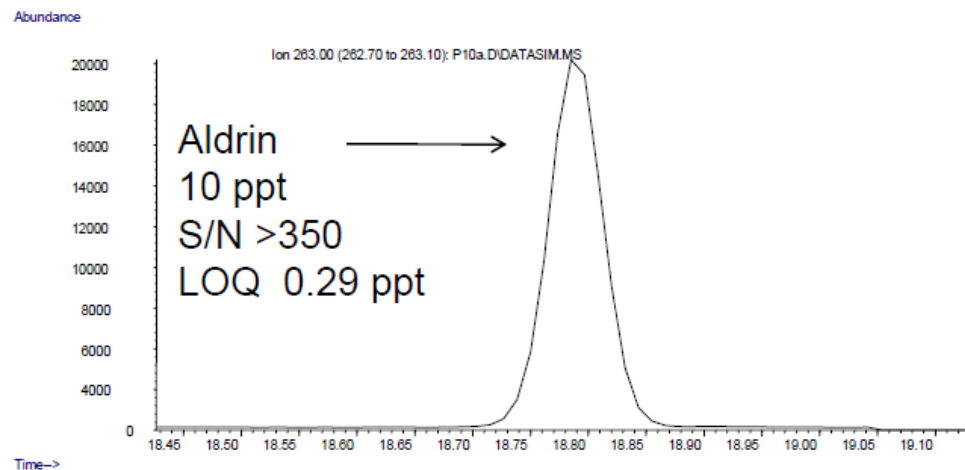
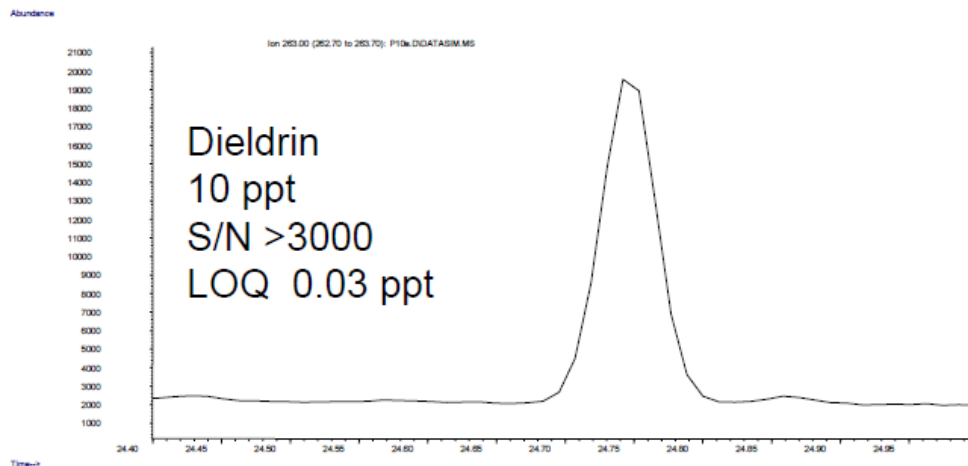
100 ml agua Twister 20 mm x 0.5 mm SIM



# Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas

## Ejemplos de Análisis de Plaguicidas

100 ml agua Twister 20 mm x 0.5 mm SIM





# Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas

## Extracción Clásica



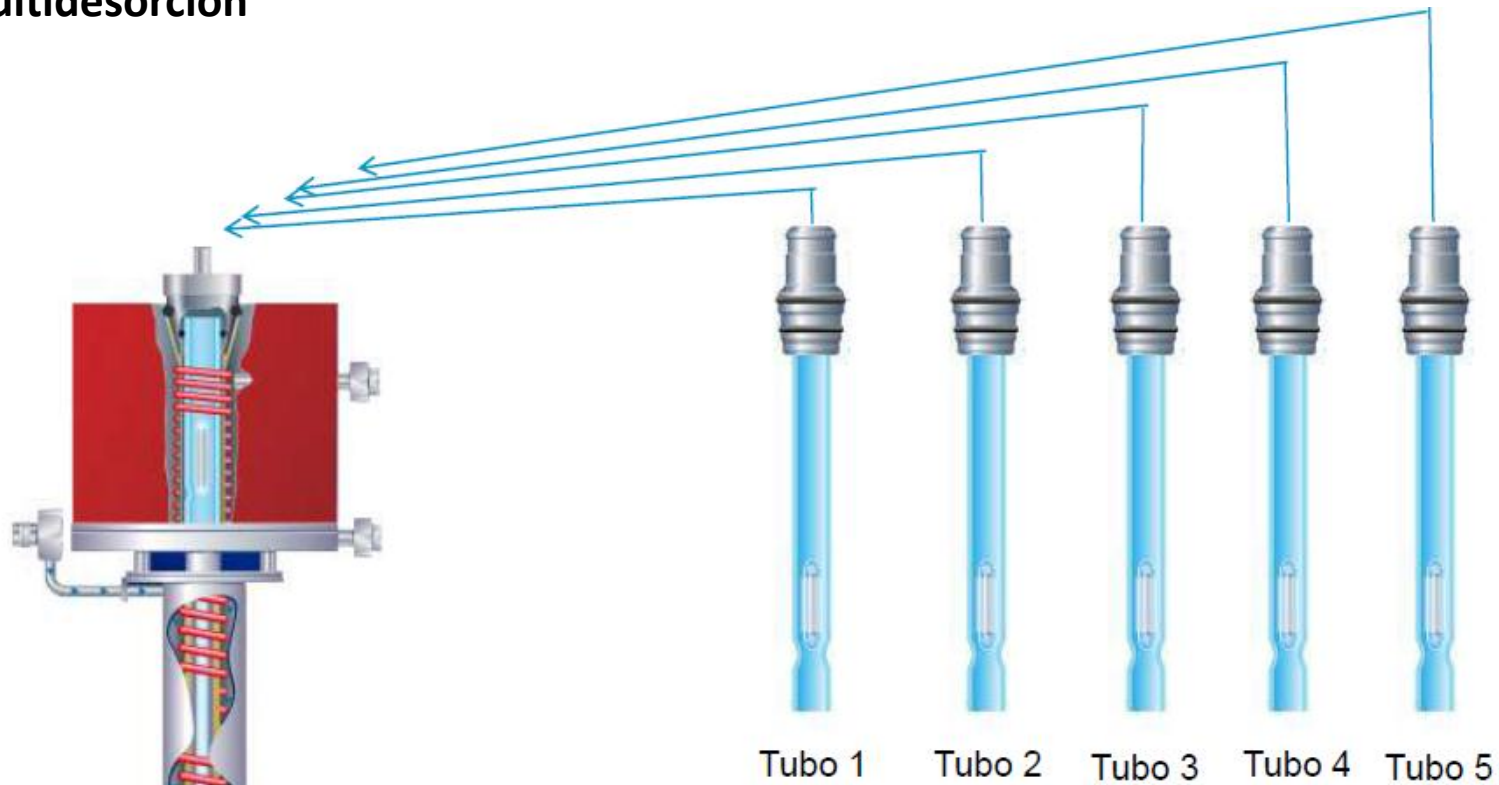
# Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas

## Extracción Doble



# Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas

## Multidesorción



5 desorciones consecutivas (o más)  
Acumuladas en el PTV  
SENSIBILIDAD 5 X

## Agenda

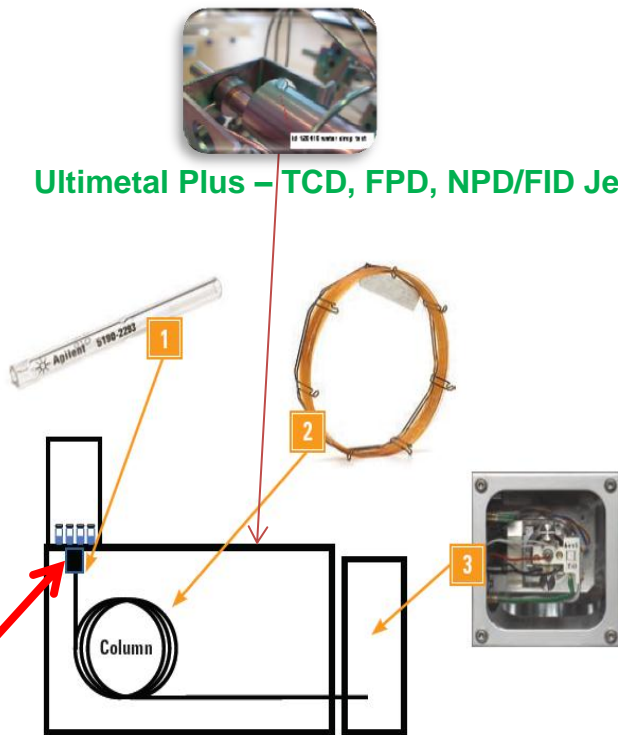
- ✓ Productos de GC-MS (MS) de Agilent Technologies
- ✓ Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas
- ✓ **Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD**
- ✓ Prevenir problemas en un GC-MSD
- ✓ Principales Problemas en un GC-MSD
- ✓ Consejos en el Método de GC-MSD

# Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD

## 7890B Inert Flow Path – Desde la inyección hasta la detección

- Los mercados demandan más sensibilidad → Nos obliga a mejorar los sistemas de detección
- La actividad de los analitos a lo largo del camino desde la entrada hasta llegar al detector → Impacta sobre la sensibilidad

Ultimetal Plus – TCD, FPD, NPD/FID Jets



- Los consumibles de Agilent **Inert Flow Path** nos dan los mejores resultados al trabajar con niveles de trazas
- Agilent como propietaria de los productos químicos de la desactivación lo aplica tanto a metales como al vidrio
- Ningun riesgo para los clientes, altamente testados siendo el mejor de su clase

New



7890B Inert Flow Path Split/Splitless Injector  
(Tratamiento de desactivación para el inyector)

# Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD

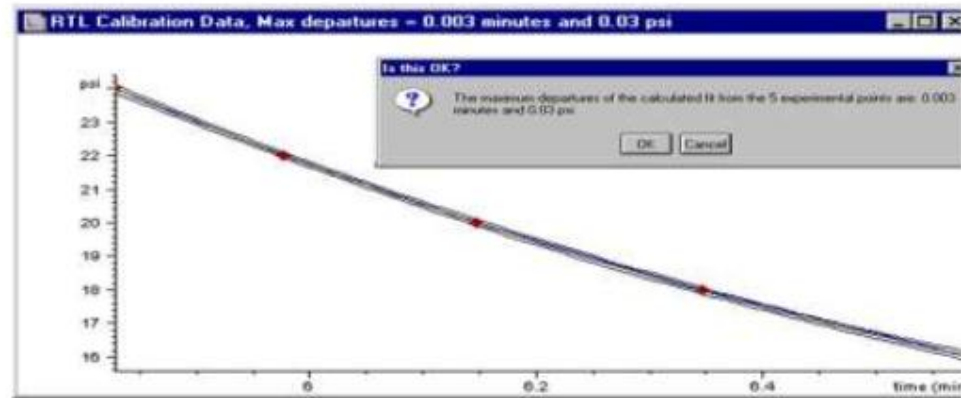
## Tecnología, Robustez, Fiabilidad y Sencillez

- Fuente extractora inerte de última generación capaz de calentarse hasta 350°C (normalmente 250-300°C)
- Cuadropolo hiperbólico de cuarzo recubierto de oro capaz de calentarse hasta 200°C (normalmente 150°C). Trampa de iones con electrodos inertes (Silchrom) con posibilidad de trabajar en modo interno, externo o híbrido
- Tecnología de Flujo Capilar (Backflush)
- Sistema RTL (bloqueo de tiempo de retención)
- Software de Deconvolución (DRS)
- Ahorro de costes con sistema integrado
- Servicio Técnico Local

# Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD

## Retention Time Locking (RTL)

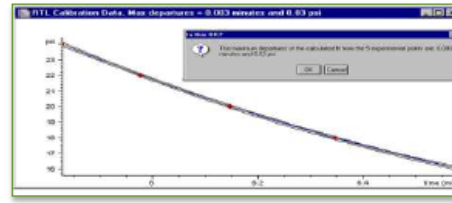
Ajustando la presión en cabeza de columna a través del Software de MassHunter gracias a la extraordinaria Precisión de ajuste del EPC (Controlador Electrónico de Presión) del Cromatógrafo Agilent 7890N (0.001 psi)



# Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD

## Retention Time Locking (RTL)

### RE-LOCK



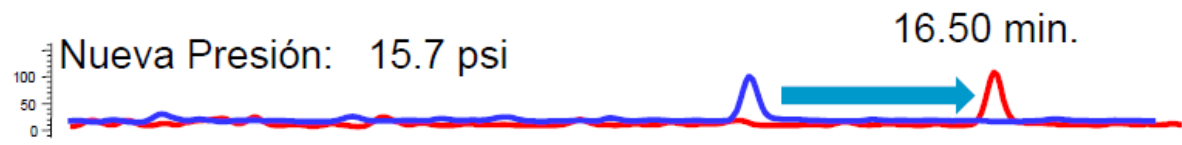
Presión original del método RTL : 16.0 psi



Después de cortar la columna...



Re-lock method



Nueva Presión: 15.7 psi



# Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD

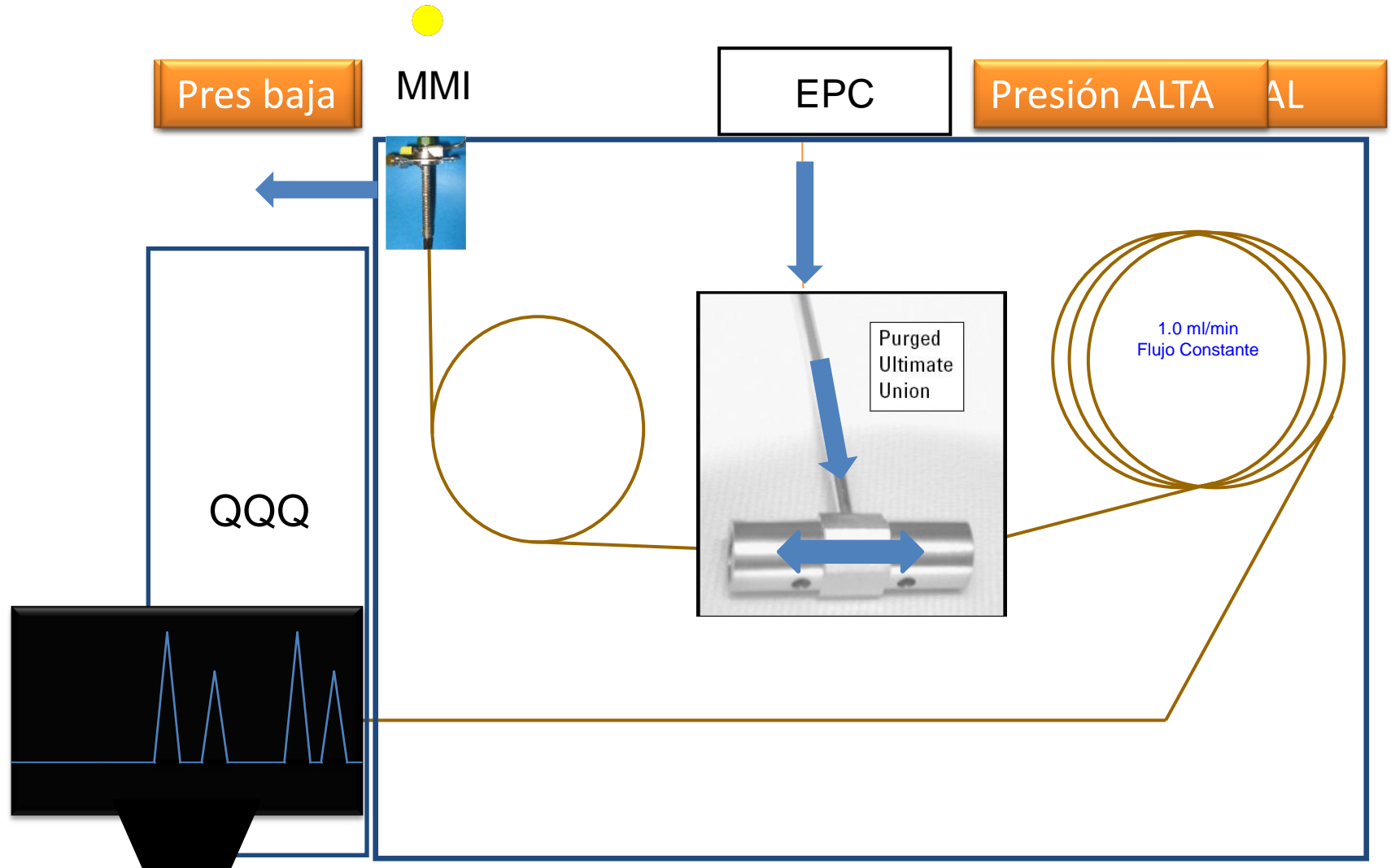
## Retention Time Locking (RTL)

### Ventajas RTL

- Transferencia rápida de métodos (GC a GC o GCMS) incluso entre laboratorios
- No se requiere actualizar los tiempos en las tablas de calibración o de iones (fácil mantenimiento de las calibraciones y métodos de adquisición)
- Identificación de compuestos desconocidos gracias a las librerías RTL
- Base de datos MRM para la puesta a punto de una manera fácil de cualquier analito
- Revisión de resultados rápida y completa

# Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD

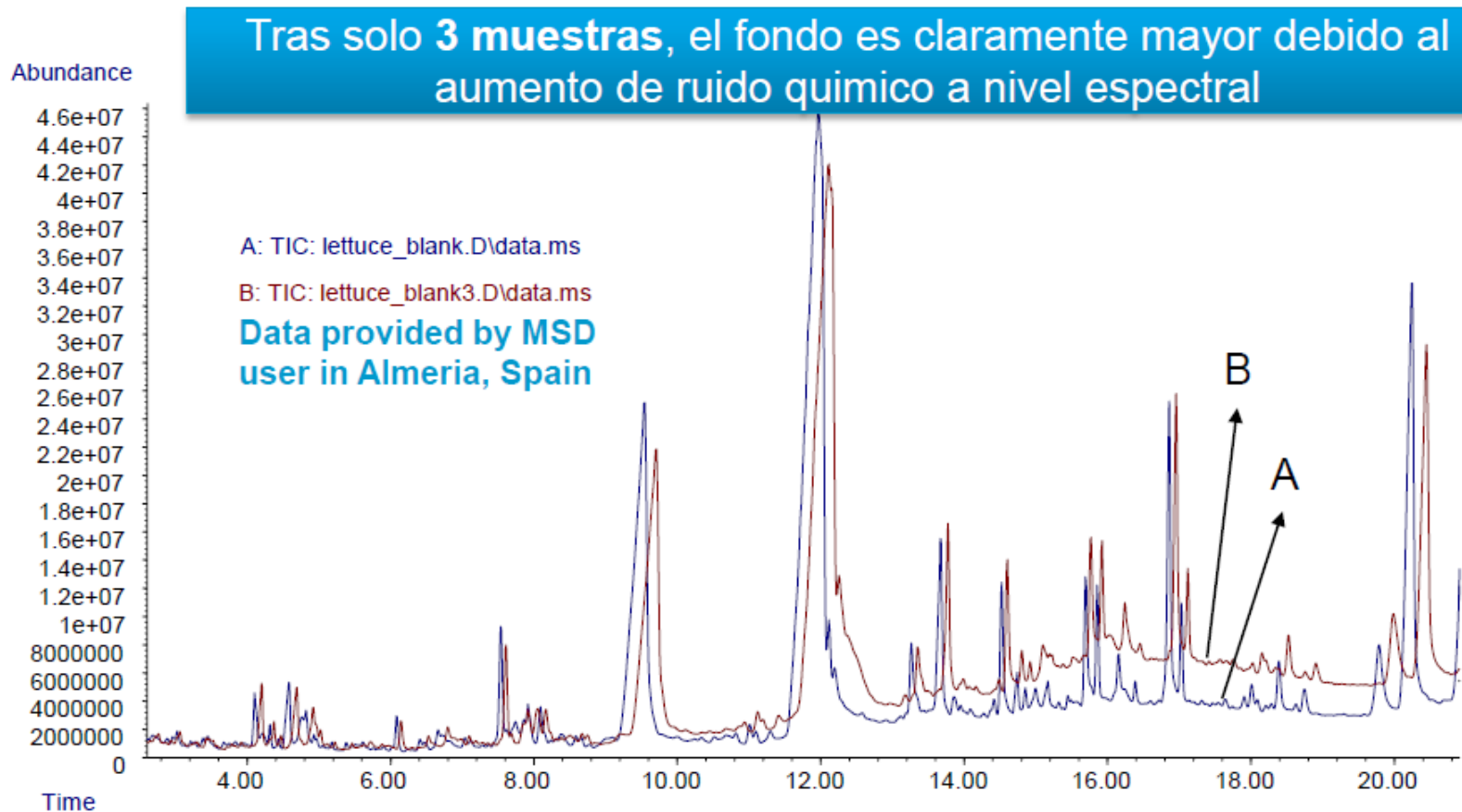
## Tecnología Flujo Capilar (Backflush)



# Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD

## Tecnología Flujo Capilar (Backflush)

# Sin opción de backflush



# Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD

## Tecnología Flujo Capilar (Backflush)

### Con opción de backflush Sin incrementos de fondo y RTs repetitivos

Abundance

4.6e+07  
4.4e+07  
4.2e+07  
4e+07  
3.8e+07  
3.6e+07  
3.4e+07  
3.2e+07  
3e+07  
2.8e+07  
2.6e+07  
2.4e+07  
2.2e+07  
2e+07  
1.8e+07  
1.6e+07  
1.4e+07  
1.2e+07  
1e+07  
8000000  
6000000  
4000000  
2000000  
0

TIC: lettuce\_10\_ppb.D\data.ms  
TIC: lettuce\_100\_ppb.D\data.ms  
TIC: lettuce\_5\_ppb.D\data.ms  
Data provided by user  
in Almeria, Spain

Tiempos de retención  
totalmente estables y  
línea de base casi libre  
de ruido químico

Time

4.00 6.00 8.00 10.00 12.00 14.00 16.00 18.00 20.00

# Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD

## Tecnología Flujo Capilar (Backflush)

### Beneficios de usar Backflush

- Menor mantenimiento
  - Contaminación de la fuente
  - Contaminación inyector
  - Contaminación columna
- Menor mantenimiento de los métodos analíticos
- Mayor duración del tiempo de vida de la columna
  - Reacondicionamiento en cada inyección
- Disminución de los tiempos de análisis
  - No es necesario subir la temperatura para eliminar compuestos pesados
- Cambios de columna sin ventear el MS
  - La EPC se encarga de suministrar flujo evitando la necesidad de apagar el MS

## Agenda

- ✓ Productos de GC-MS (MS) de Agilent Technologies
- ✓ Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas
- ✓ Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD
- ✓ **Prevenir problemas en un GC-MSD**
- ✓ Principales Problemas en un GC-MSD
- ✓ Consejos en el Método de GC-MSD

## Prevenir problemas en un GC-MSD

- **Revisar de manera rutinaria:**

Septum, Liner, Informe de autotune, Jeringa, Estado de la Columna, Aceite Bomba previa y difusora, Filtros de gases

- **Inyectar las muestras lo mas limpias y en la menor cantidad posible**
- **Evitar columnas de 320 micras y superiores**
- **Evitar grandes espesores de fase**
- **Usar patrones para verificar el funcionamiento completo del sistema**
- **Hacer mantenimientos preventivos programados**
- **Actualizar y usar registros Logbook y Tunes**

# Mantenimiento Preventivo – GC

	<i>Descripción</i>	<i>Frecuencia</i>	<i>Comentario</i>
<b>Gas Portador</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Presión</li> <li>• Filtros</li> </ul>	Diario Según necesidad (ver indicador)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pureza &gt; 99.9995% o superior</li> <li>• Usar filtros de metal o con indicador</li> </ul>
<b>Portal de Inyección</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Septum</li> <li>• Liner</li> <li>• Vitón O-ring</li> <li>• Sello de Oro</li> <li>• Filtro de Split</li> </ul>	Dependiendo del volumen y tipo de muestra	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Usar septum de bajo sangrando</li> <li>• Usar liner apropiado (ultra-inerte)</li> <li>• Sello de oro y liner sólo cambiar</li> </ul>
<b>Columnas</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tuerca de columna</li> </ul>	Según necesidad	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Acondicionar la columna antes de conectar al MSD.</li> <li>• Usar columna ultra-inerte</li> </ul>
<b>Férrulas</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Portal de Inyección</li> <li>• Línea de Transferencia</li> </ul>	Según necesidad Cuando se cambie la columna	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>NO USAR</b> férrulas de grafito en la línea de transferencia del MSD!</li> <li>• <b>NO</b> sobre –apretar las tuercas!</li> <li>• <b>USAR</b> Férrula de GRAFITO en MMI!</li> </ul>



# Mantenimiento Preventivo - MSD

	<i>Descripción</i>	<i>Frecuencia</i>	<i>Comentario</i>
<b>Autotune</b>	Sintonía	Semanal	Conservar alguno periódicamente
<b>Gas de calibración</b>	PFTBA	Según necesidad	Rellenar si es necesario. <b>NO</b> rebosar.
<b>Bomba previa o rotatoria</b>	Aceite	Semanal: chequear el nivel y apariencia Semestral: Cambio de aceite	Cambio programado
<b>Bomba Difusora</b>	Aceite	Anual	Cambiar según necesidad
<b>Simple cuadrupolo y/o trampa de iones</b>	Fuente de iones	Según necesidad	Limpiar según necesidad (sólo la fuente de iones del simple cuadrupolo y/o electrodos de la trampa de iones)
<b>EM</b>	Electromultiplicador	Según necesidad	Emplear el voltaje más bajo posible
<b>HED</b>	Dínodo de alta energía	Según necesidad	Cambiar según necesidad
<b>Filamentos</b>	Filamentos	Según necesidad	Usar "Solvent Delay" para alargar su vida



## Agenda

- ✓ Productos de GC-MS (MS) de Agilent Technologies
- ✓ Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas
- ✓ Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD
- ✓ Prevenir problemas en un GC-MSD
- ✓ **Principales Problemas en un GC-MSD**
- ✓ Consejos en el Método de GC-MSD

# Principales Problemas en un GC-MSD

## Posibles errores:

Columna mal instalada y/o cortada

Liner inapropiado para la técnica usada

Parámetros de inyección erróneos

Volumen de muestra inyectado al vaporizarse excede el volumen del liner

Temperatura inicial del horno no es óptima para hacer un buen splitless

Tiempo de splitless muy pequeño o muy grande (menos de 0.5 min. o mas de 3 min.)

Tiempo de solvent vent en PTV o MMI no optimizado

Excesivo flujo de columna para un MSD

Fuente del MSD sucia

## Consejos:

No reutilizar el sello de oro, liner, etc.

Apretar correctamente la férula en el inyector y línea de transferencia

Nunca usar férula de grafito en la línea de transferencia

Utilizar septum de bajo sangrado

Utilizar liner ultra-inerte

Utilizar columna ultra-inerte

Limpieza en todas las operaciones de mantenimiento

Muestras lo más limpias posibles e inyectar la menor cantidad posible

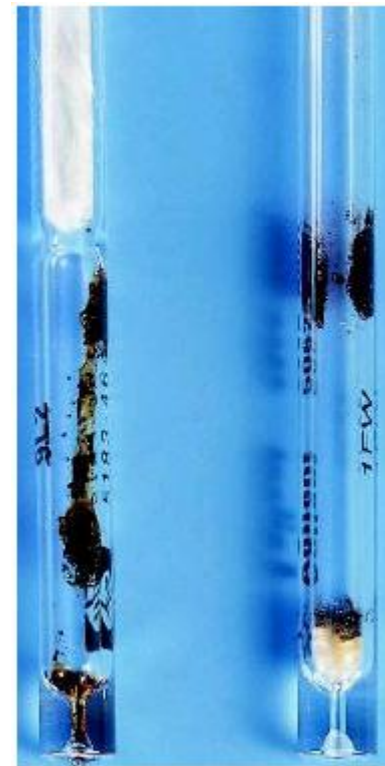
No calentar la columna por encima de su temperatura máxima

## Principales Problemas en un GC-MSD

En muchas ocasiones se culpa a la columna de los problemas cromatográficos.

A menudo, un liner sucio es el culpable. Los principales síntomas son:

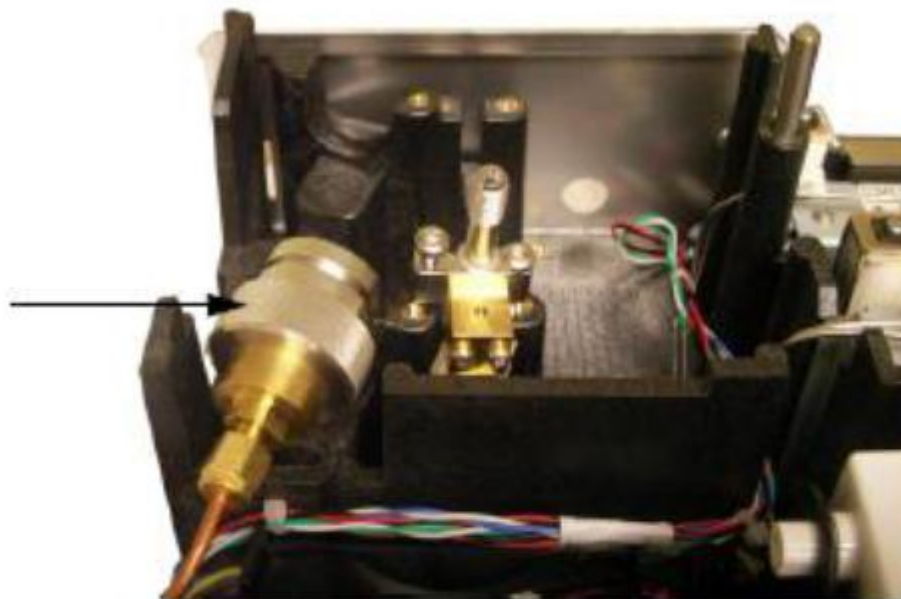
- *Picos cromatográficos no simétricos*
- *Línea base irregular*
- *Poca resolución*
- *Disminución de sensibilidad*



## Principales Problemas en un GC-MSD

Verificar el filtro de la línea de Split

Un filtro sucio puede afectar en la dirección del flujo que circula a través del inyector



7 Remove the old filter cartridge and two O-rings.



## Principales Problemas en un GC-MSD

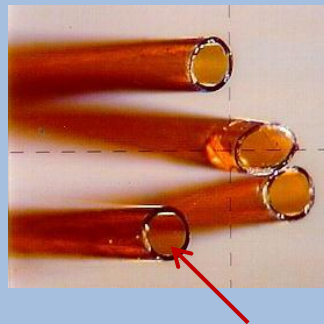
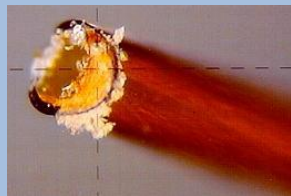
### Columna Cromatográfica

*“no es lo que tu columna puede hacer por ti, sino lo que tu puedes hacer por tu columna”*

**Acondicionar** la columna antes de usarla

**Cortar cuando se requiera** (p.e. por colas en picos)  
un trozo de cabeza de columna (p.e. 50cm). Típico  
en “splitless”. ¡Uso de RTL!

Los cortes de la columna deben ser adecuados



**Bien Cortada**

Limpiar térmicamente o con disolvente

### Causas más frecuentes columna deteriorada:

Daño físico en el recubrimiento flexible de la polyimida

Calentamiento por encima de la temperatura máxima

Oxidación (daño causado por Oxígeno en He o fuga)

Daño químico causado por las muestras

Contaminación

## Principales Problemas en un GC-MSD

<b>Problema</b>	<b>Causa Probable</b>
Baja Sensibilidad	Acondicionamiento Nivel de ruido alto Problemas de vacío Autotune
Contaminación	Muestra Gas Portador GC MS
Problemas de vacío	Fugas de aire Flujo de columna Bombas rotatorias

## Principales Problemas en un GC-MSD

### Baja Sensibilidad y Contaminación

#### Baja Sensibilidad

- *GC: Septum, linner, sello de oro, temperatura de columna, parámetros de split/splitless, jeringa, etc.*
- *MS: Revisar informes de tune, parámetros de adquisición, vacío.*

#### Contaminación

- *Conexión y estado del inyector/columna – ¡Puntos activos!*
- *Septum, sangrado de columna*
- *Disolventes de limpieza*
- *Huellas dactilares (¡guantes!)*

- Determinar la fuente de contaminación por el espectro
- Verificar el lugar de la contaminación aislando el MS del GC





## Principales Problemas en un GC-MSD

### Iones de ruido/contaminación comunes

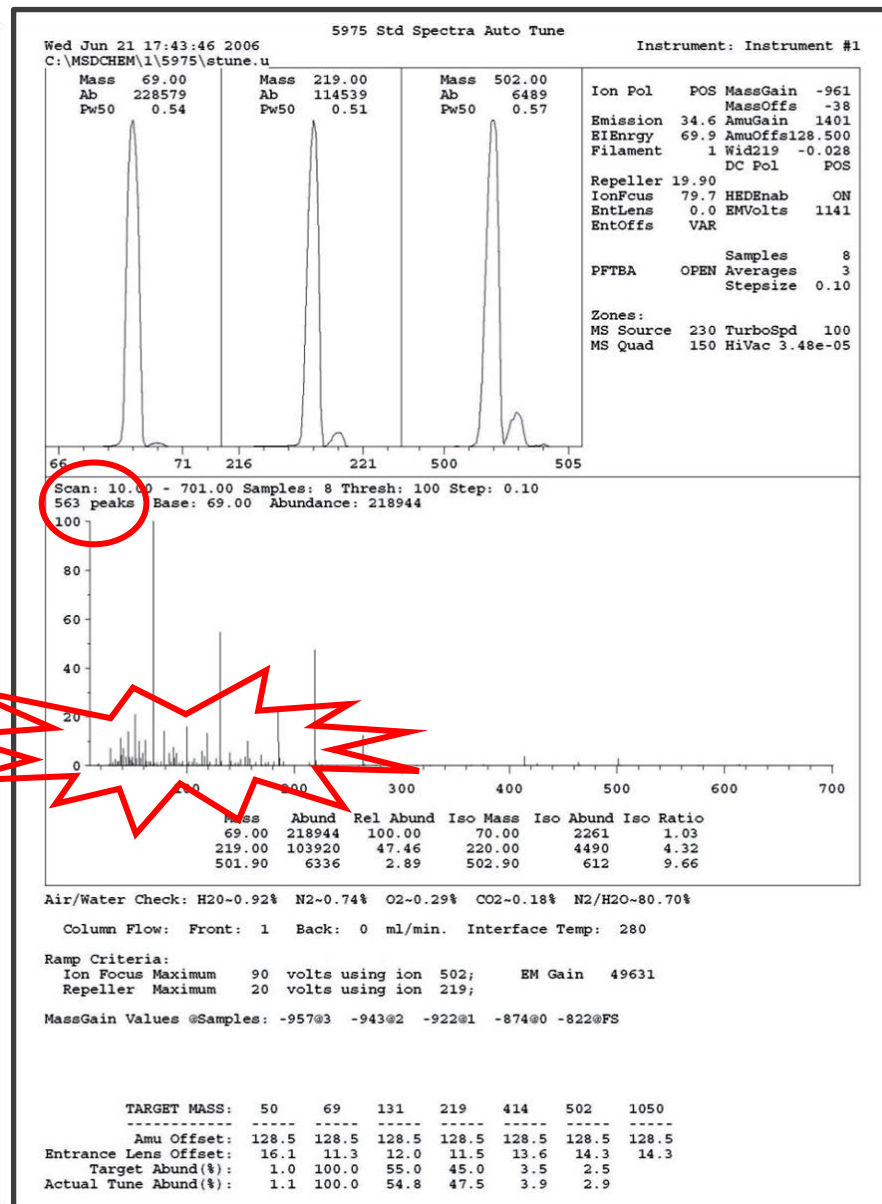
Masas	Calsificación General de Compuestos	Potential Compound Source
18,28,32,40,44	Agua, Aire, Argón, Dióxido de Carbono	Fuga del sistema
31	Metanol	Disolventes de lavado
91,92	Tolueno, Xileno	Disolventes de lavado
105,106	Xileno	Disolventes de lavado
43,58	Acetona	Disolventes de lavado
151,153	Tricloroetano	Disolventes de lavado
69	PFTBA o Aceite de la Bomba Previa	Fuga válvula calibrante o sello de la bomba
73,147,207,221, 281,295,355,429	Dimetilpolisiloxano	Septum o Fase estacionaria
77,94,115,141, 168,170,262,354,446	Aceite de la Bomba Difusora	Aceite de la Bomba Difusora
Masses 14 amu apart	Hidrocarburos	Marcas de dedos o aceite de la bomba
149	Phthalates	Plásticos de tubos, viales, capsulas, muestras



# Principales Problemas en un GC-MSD

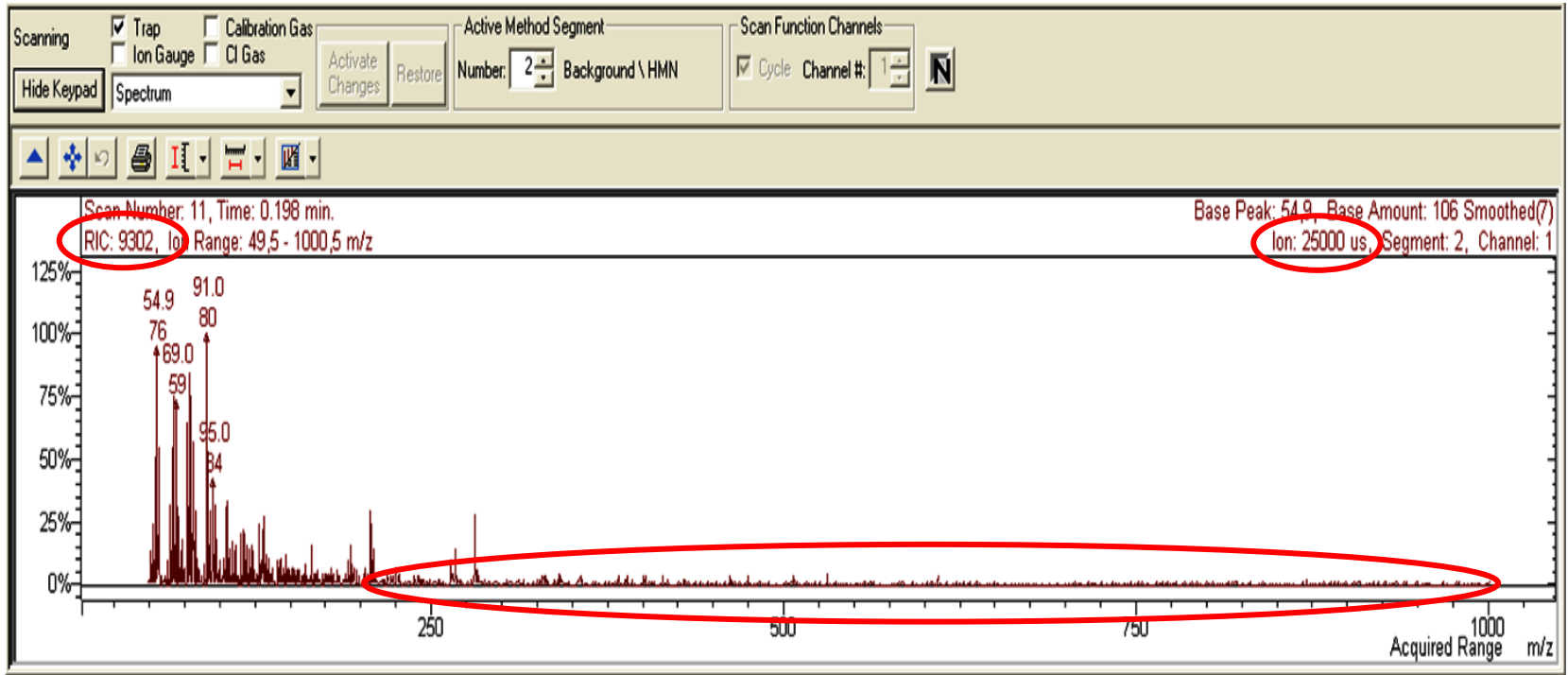
## Fuente de Iones Sucia o Contaminada (Simple Cuadrupolo)

Fuente Sucia o contaminada  
(numero de picos detectados  
muy elevado)



# Principales Problemas en un GC-MSD

## Trampa de Iones Limpia



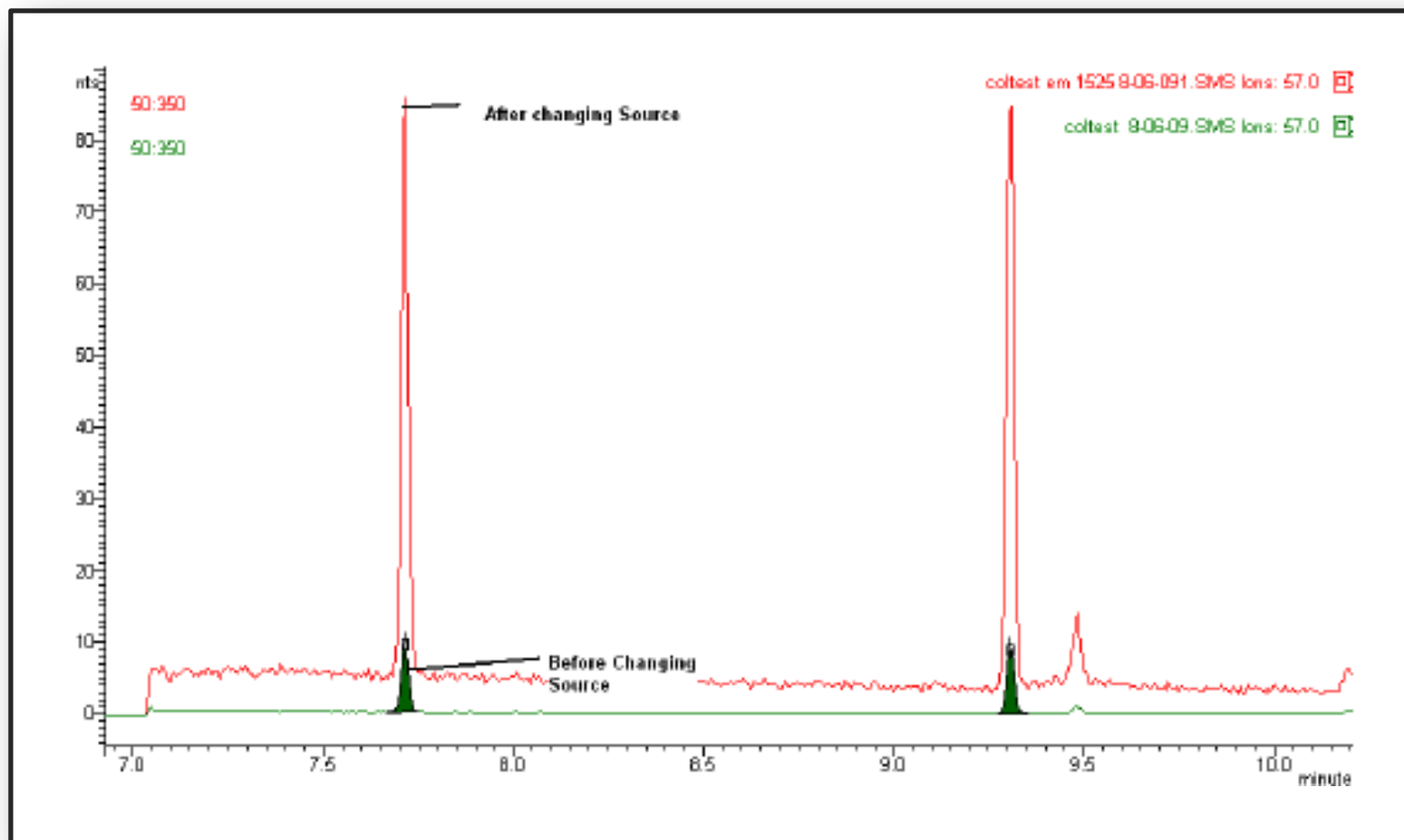
En un sistema limpio:

- Tiempo Máximo de Ionización  $\geq 20000$ -25000 useg
- TIC  $\leq 10000$ -15000

# Principales Problemas en un GC-MSD

## Trampa de Iones Sucia o Contaminada

Ejemplo: Cromatograma obtenido con gate y soporte del gate sucios (verde) y con gate y soporte del gate nuevos (rojo).



## Principales Problemas en un GC-MSD

### Fugas

La presencia de fugas en cualquier parte del GC-MSD generan multitud de problemas como pueden ser:

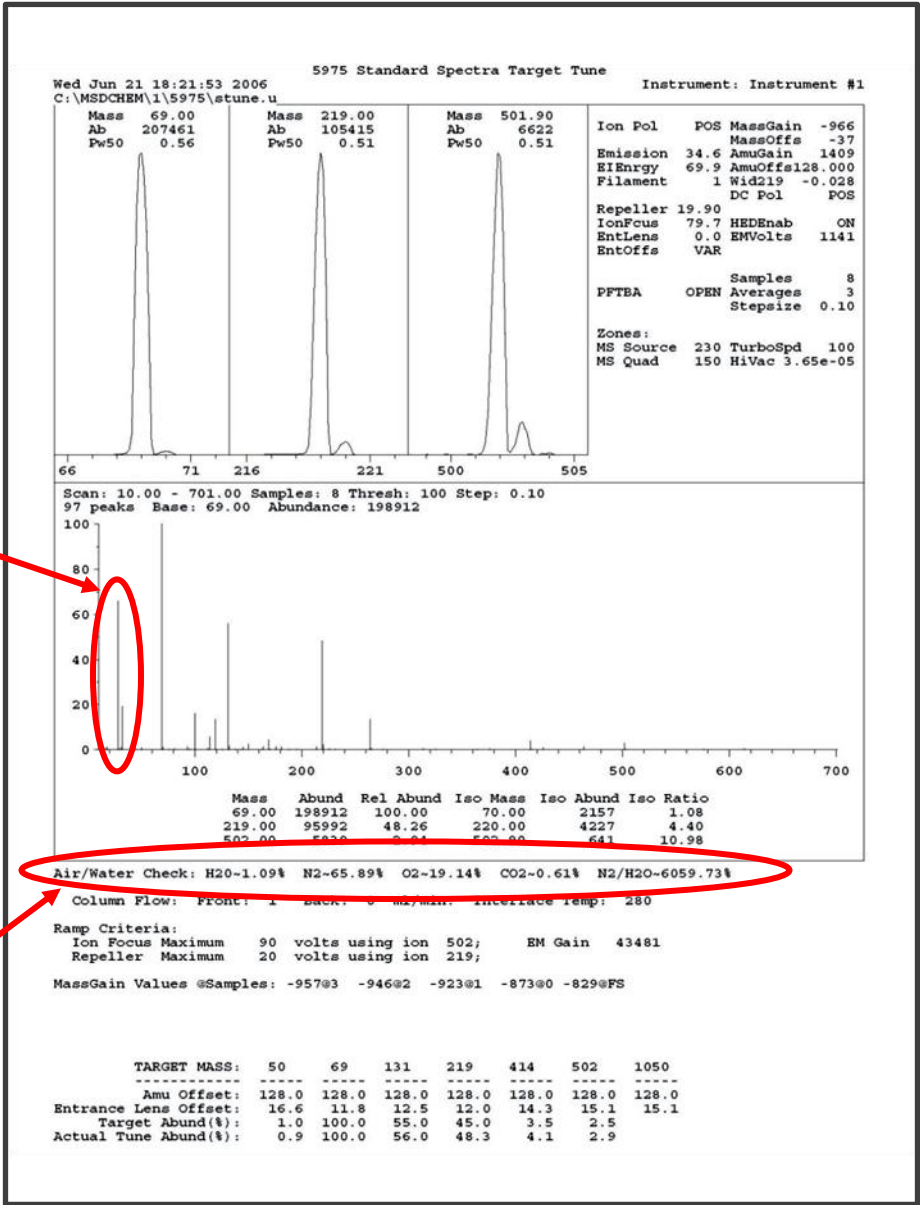
- Problemas de ruido, sensibilidad y repetitividad
- Ruptura de los filamentos
- Deterioro prematuro del Multiplicador (especialmente en un simple cuadrupolo)
- Provocan suciedad en el cuadrupolo y la fuente de iones o en los electrodos de la trampa de iones

# Principales Problemas en un GC-MSD

## Fugas (simple cuadrupolo)

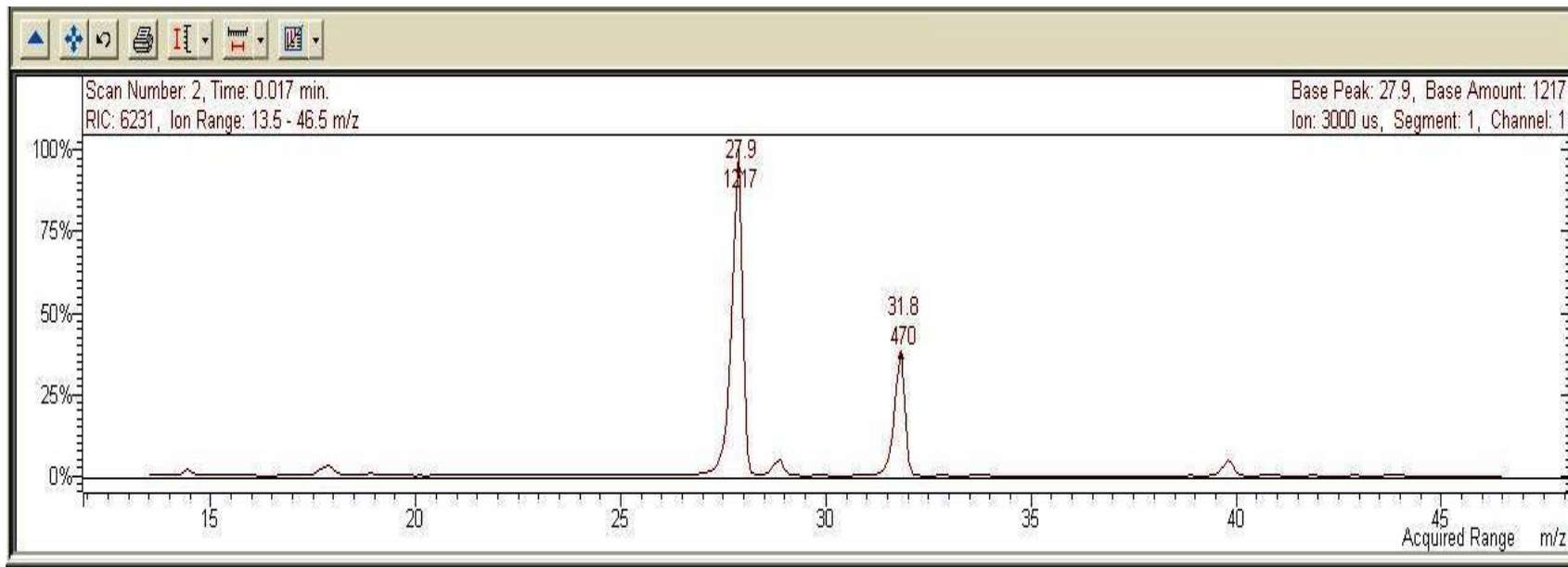
La presencia de N<sub>2</sub> (28) y O<sub>2</sub>(32) en la relación del aire confirman una fuga (entrada de aire y salida de He )

Valores típicos: H<sub>2</sub>O < 10%  
 N<sub>2</sub> < 5%  
 Condiciones cromatográficas:  
 Flujo gas portador = 1mL/min; Split = 20)



## Principales Problemas en un GC-MSD

### Fugas (trampa de iones)



En general, los valores típicos son lo siguientes :

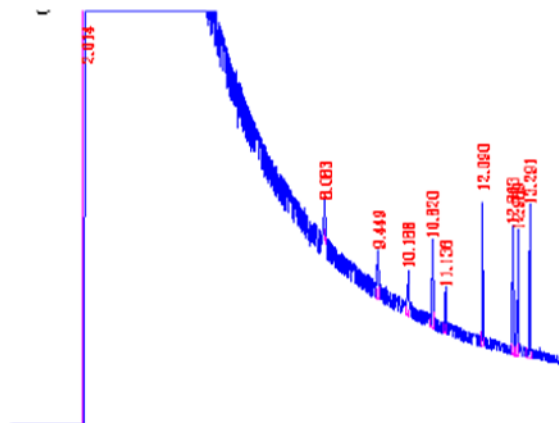
Relación  $18/19 < 50\%$  (240MS) y  $< 10-15\%$  (220MS)

Ancho de pico de la masa  $28 < 1$  m/z

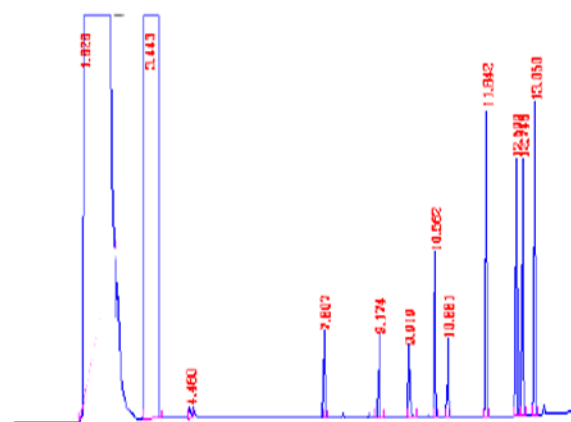
## Agenda

- ✓ Productos de GC-MS (MS) de Agilent Technologies
- ✓ Principales Técnicas de Extracción de Plaguicidas en Aguas
- ✓ Principales Aspectos a Considerar en la Elección de un GC-MSD
- ✓ Prevenir problemas en un GC-MSD
- ✓ Principales Problemas en un GC-MSD
- ✓ **Consejos en el Método de GC-MSD**

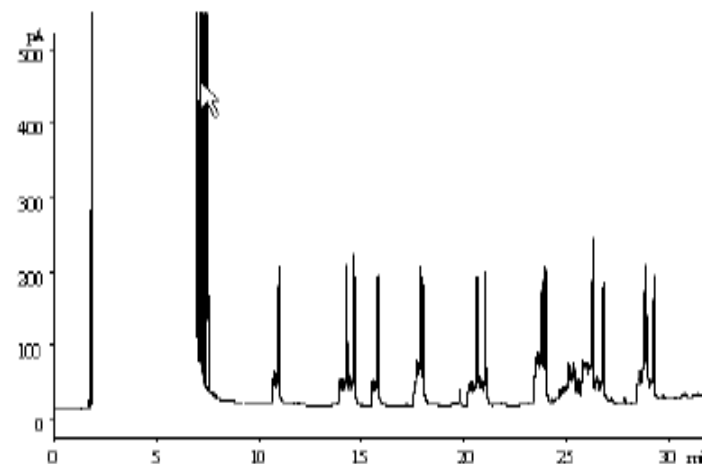




Tiempo de Splitless muy grande

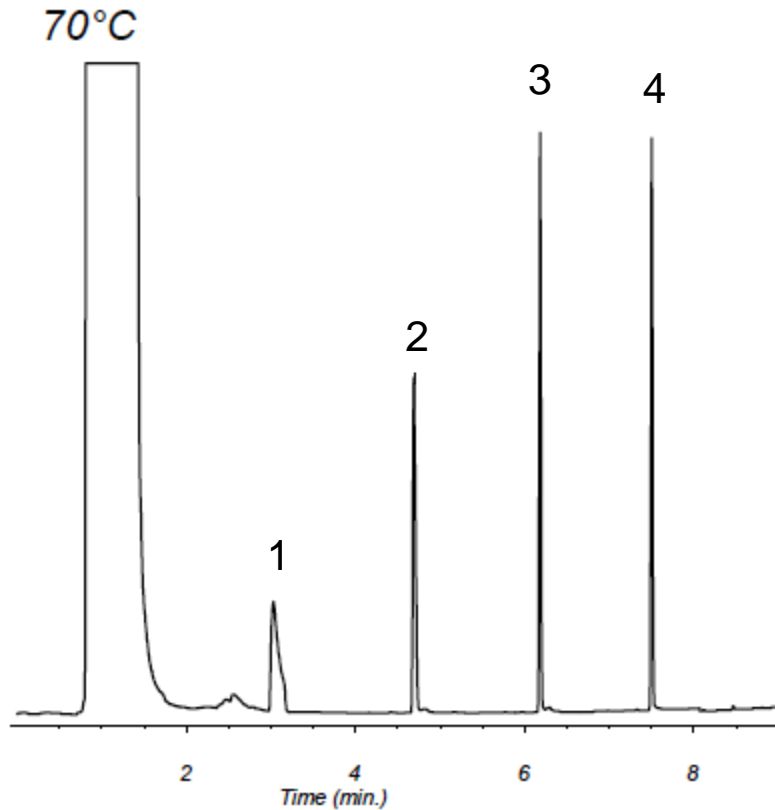


Tiempo de Splitless muy pequeño

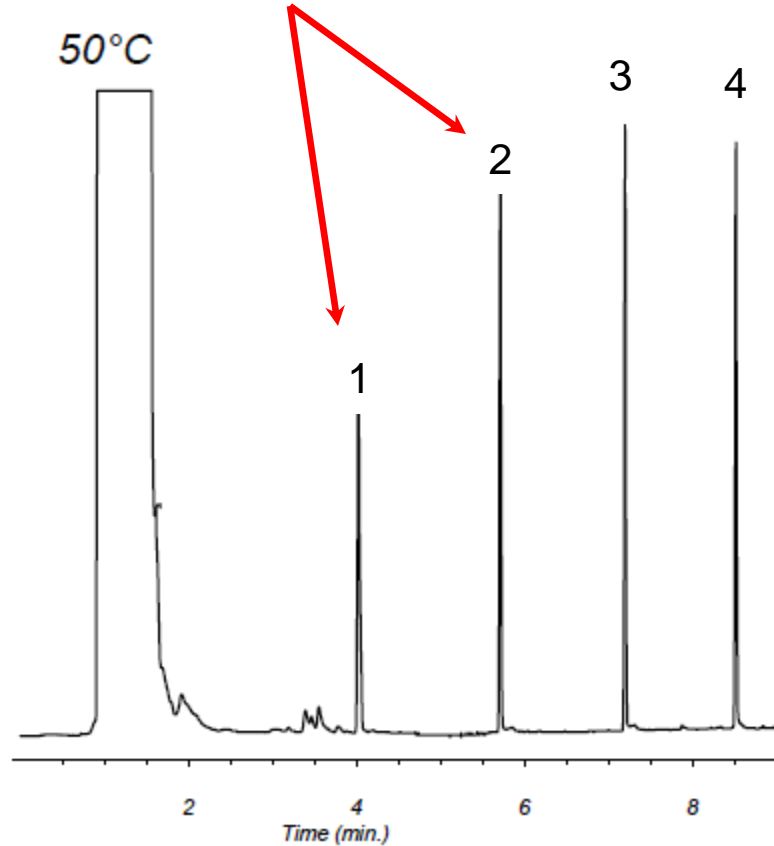


Elevado volumen de inyección

Temperatura Inicial de Columna  
Disolvente Hexano ( $T_{eb} = 68-69\text{ }^{\circ}\text{C}$ )



Efecto del disolvente



DB-1, 15 m x 0.25 mm ID x 0.25  $\mu\text{m}$   
50°C o 70 °C (0.5min) a 210°C (20°C/min). He a 30 cm/seg  
1. n-decano 2. n-dodecano 3. n-tetradecano 4. n-hexadecano

## Consejos en el Método de GC-MSD

### Selección adecuada del septum



#### Comparación del perforado del septum, con y sin guía centrada (30x aumento)



**Septum de alta temperatura sin guía centrada**  
(100 inyecciones)



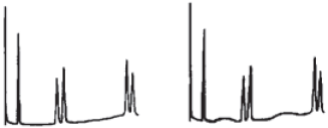


**Septum BTO con guía centrada**  
(700 inyecciones)

- El coste de un septum es despreciable frente al de una columna capilar.
- Las fugas afectan en el flujo de gas portador provocando resultados poco exactos

## Consejos en el Método de GC-MSD

### Selección adecuada del septum

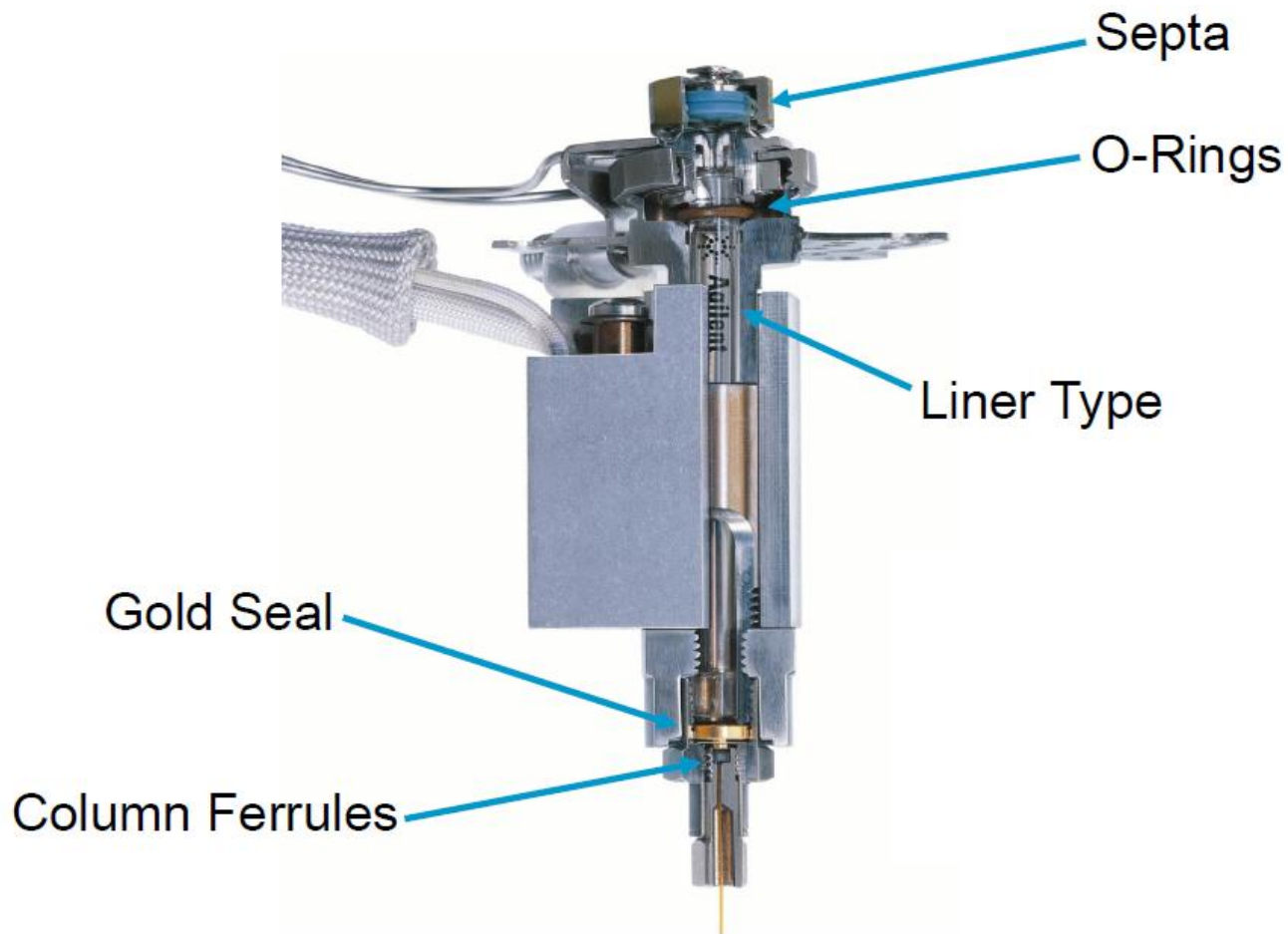


<b>Problemas de Septum</b>		
<b>Síntoma</b>	<b>Posible Causa</b>	<b>Solución</b>
<p><b>Picos Extra</b></p> 	<p>Sangrado de Septum</p>	<p>Apagar el calefactor del inyector. Si lo picos desaparecen, analizar a temperaturas más bajas o seleccionar otro septum</p>
<p><b>Cambio Línea Base</b></p> 	<p>Fuga elevada en el septum durante la inyección</p>	<p>Sustituir el septum y utilizar agujas con menor diámetro</p>
<p><b>Cambios Tiempos Retención</b></p> 	<p>Fuga de gas portador a través del septum</p>	<p>Chequear fugas. Cambiar septum y/o apretarlo</p>

## Consejos en el Método de GC-MSD

### Selección adecuada del inyector

Sistema Inerte

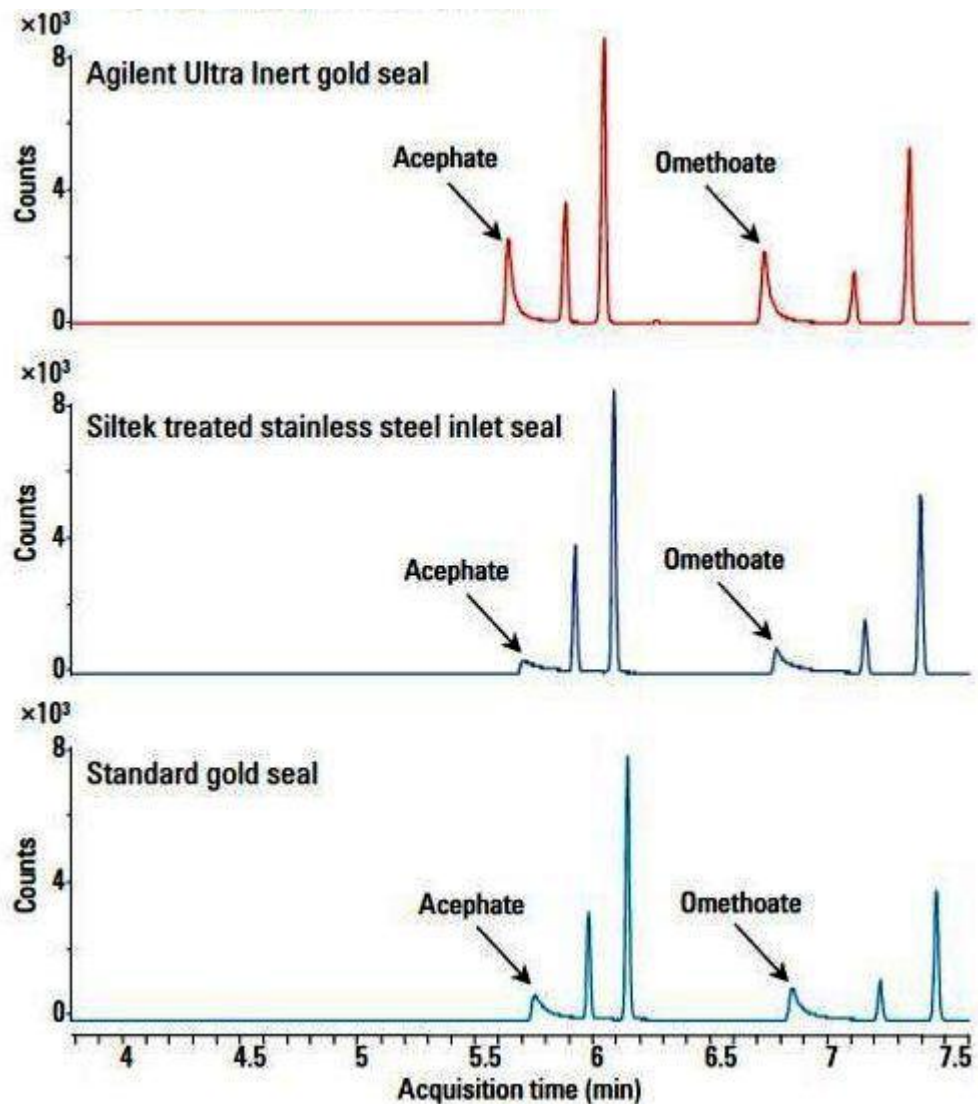


## Consejos en el Método de GC-MSD

### Selección adecuada del inyector

#### Sistema Inerte

Obtención de picos cromatográficos más estrechos y de mayor respuesta, mejorando también los parámetros de calidad de las rectas de calibrado

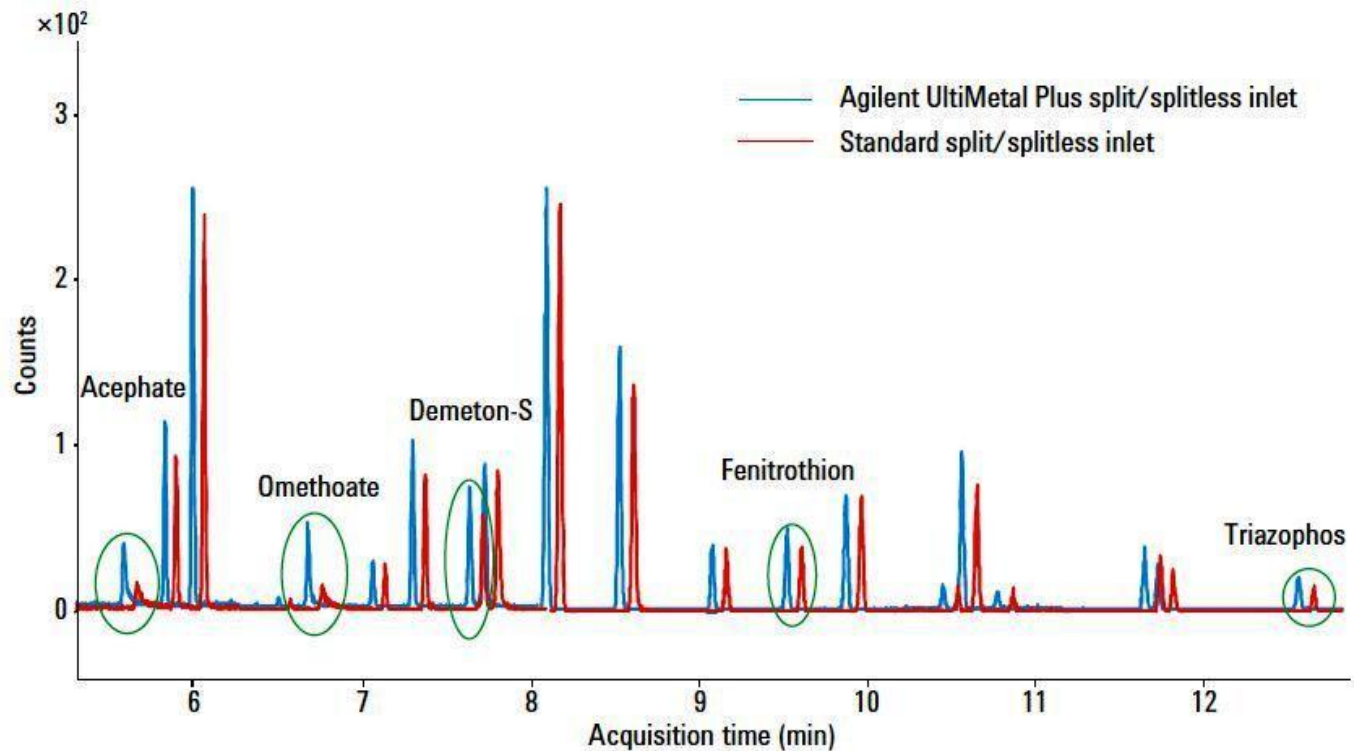


*Comparación cromatográfica del análisis de plaguicidas utilizando sello de oro inerte y estándar (Concentración de plaguicidas: 500 ug/L)*

## Consejos en el Método de GC-MSD

### Selección adecuada del inyector

#### Sistema Inerte

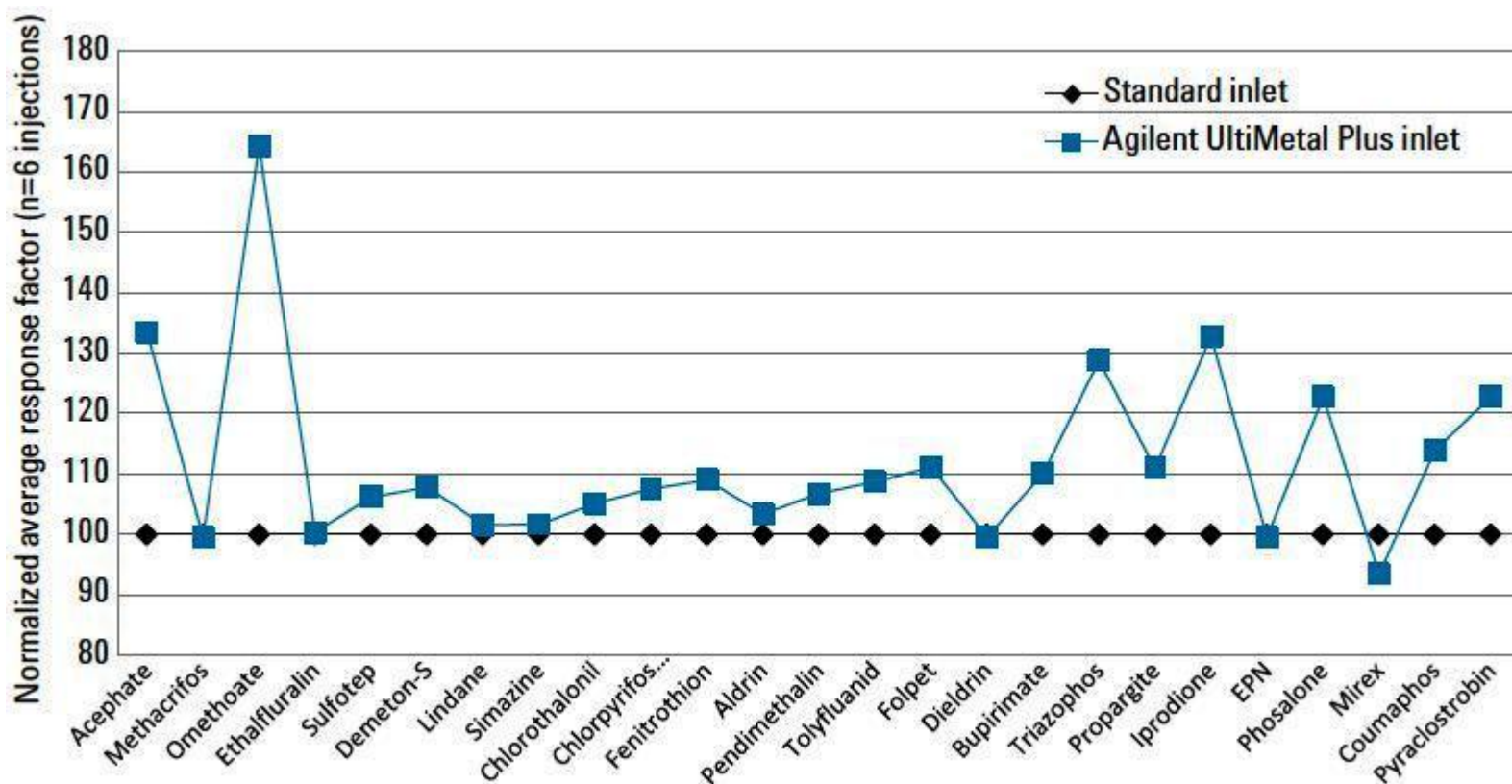


*Comparación cromatográfica del análisis de plaguicidas utilizando inyector inerte y estándar (Concentración de plaguicidas: 10 ug/L)*

## Consejos en el Método de GC-MSD

### Selección adecuada del inyector

Sistema Inerte: Aumento de Sensibilidad (> 20%)

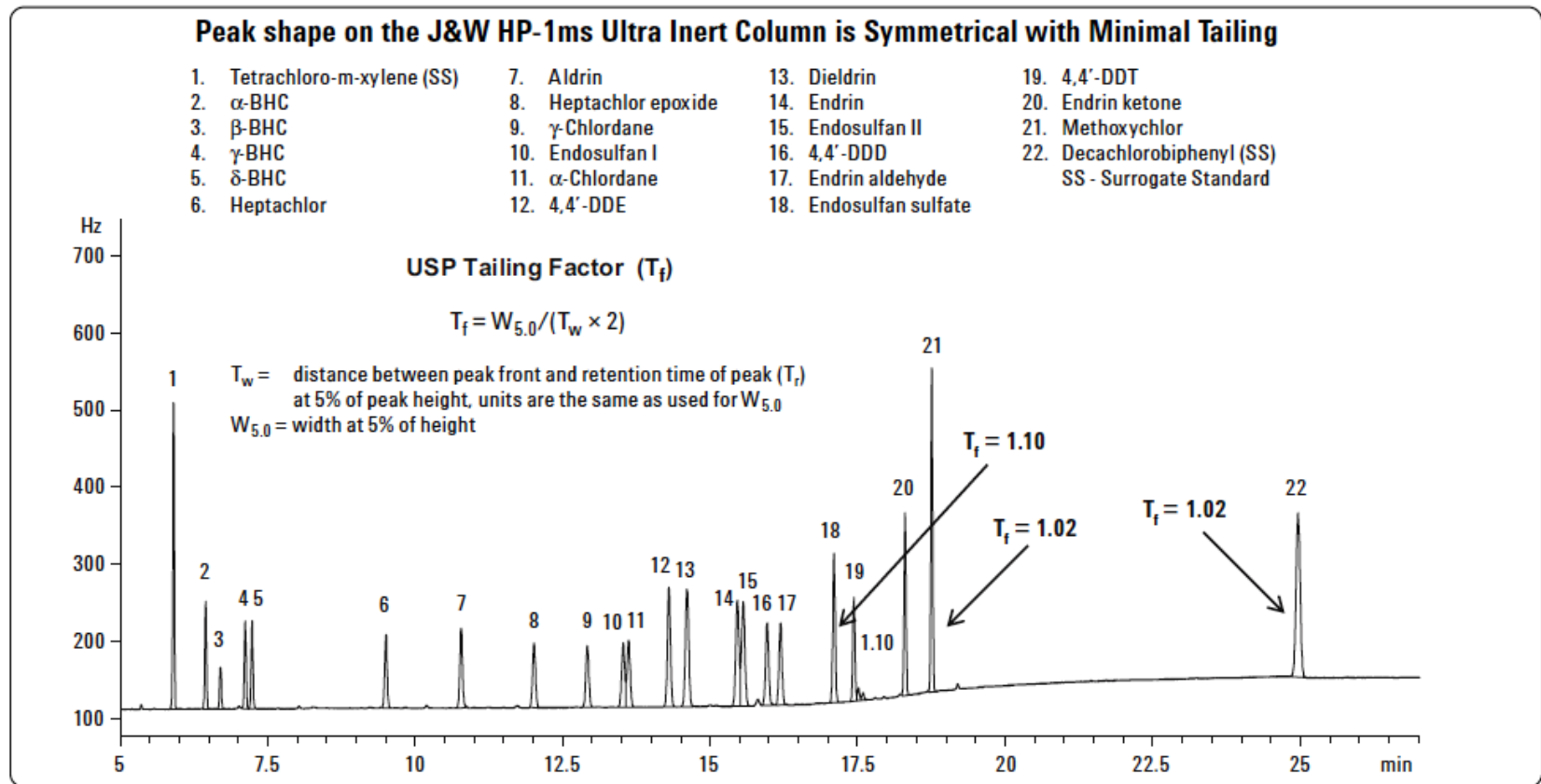




## Consejos en el Método de GC-MSD

### Selección adecuada de la columna

La utilización de columnas ultra-inertes también permite la obtención de picos cromatográficos más estrechos, con mayor respuesta y menor ruido en la línea base



## Consejos en el Método de GC-MSD

### Ejemplo: Degradación de DDT y Aldrín

Endrín y DDT son compuestos que tienden a degradarse, especialmente en el inyector. Cuando el sistema GC no es inerte presenta puntos activos que pueden iniciar la descomposición del endrín a endrín (EK) cetona y endrín aldehído (EA), y el DDT a DDE y DDD.

La mayor parte de estas reacciones tienen lugar en la superficies de los inyectores a altas temperaturas. Este proceso de degradación aumenta con los puntos activos del inyector. Por tanto, resulta de gran utilidad evaluar no sólo la eficiencia de desactivación del sistema GC, sino también la estabilidad después de varios análisis. Según el método EPA 8081B el porcentaje límite de degradación individual es inferior al 15%

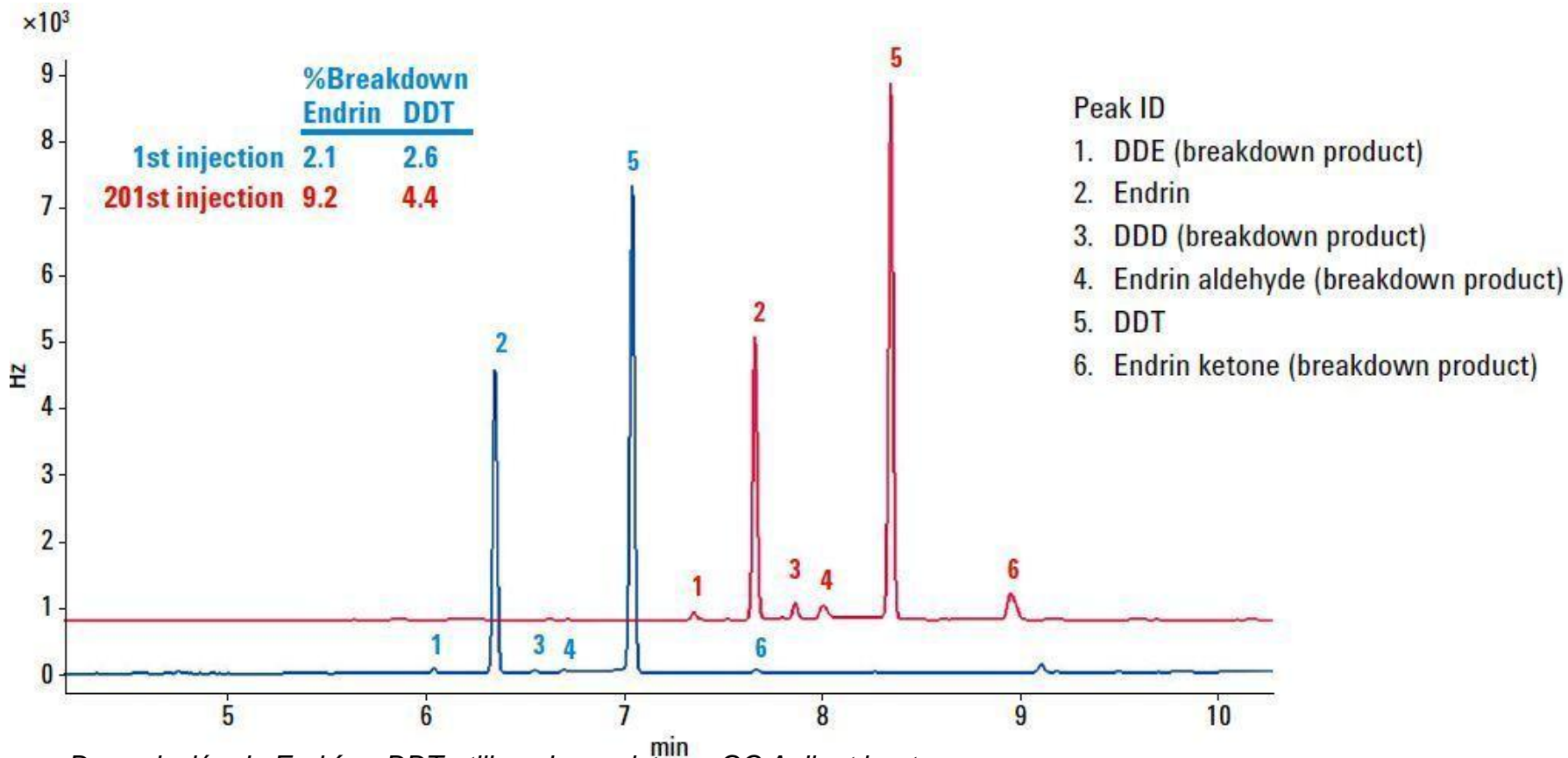
Las ecuaciones 1 y muestran el cálculo de degradación (%) del endrín y DDT:

$$\text{Degradación endrín (\%)} = ((\text{Área EA} + \text{Área EK}) / (\text{Área EA} + \text{Área EK} + \text{Área Endrín})) \times 100$$

$$\text{Degradación DDT (\%)} = ((\text{Área DDE} + \text{Área DDD}) / (\text{Área DDE} + \text{Área DDD} + \text{Área DDT})) \times 100$$

## Consejos en el Método de GC-MSD

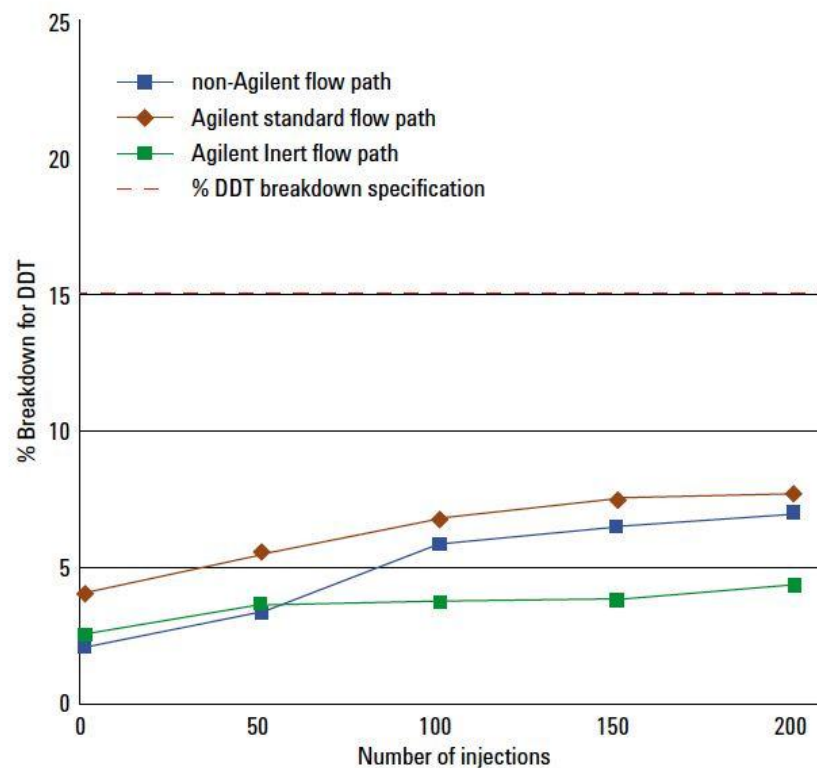
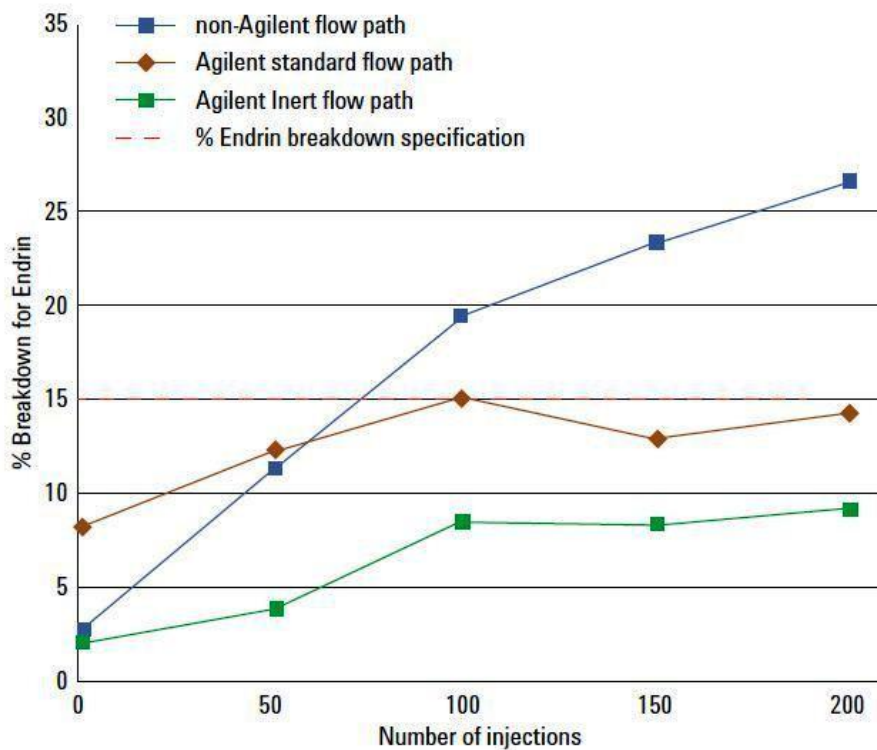
### Ejemplo: Degradación de DDT y Aldrín



Degradación de Endrín y DDT utilizando un sistema GC Agilent inerte

## Consejos en el Método de GC-MSD

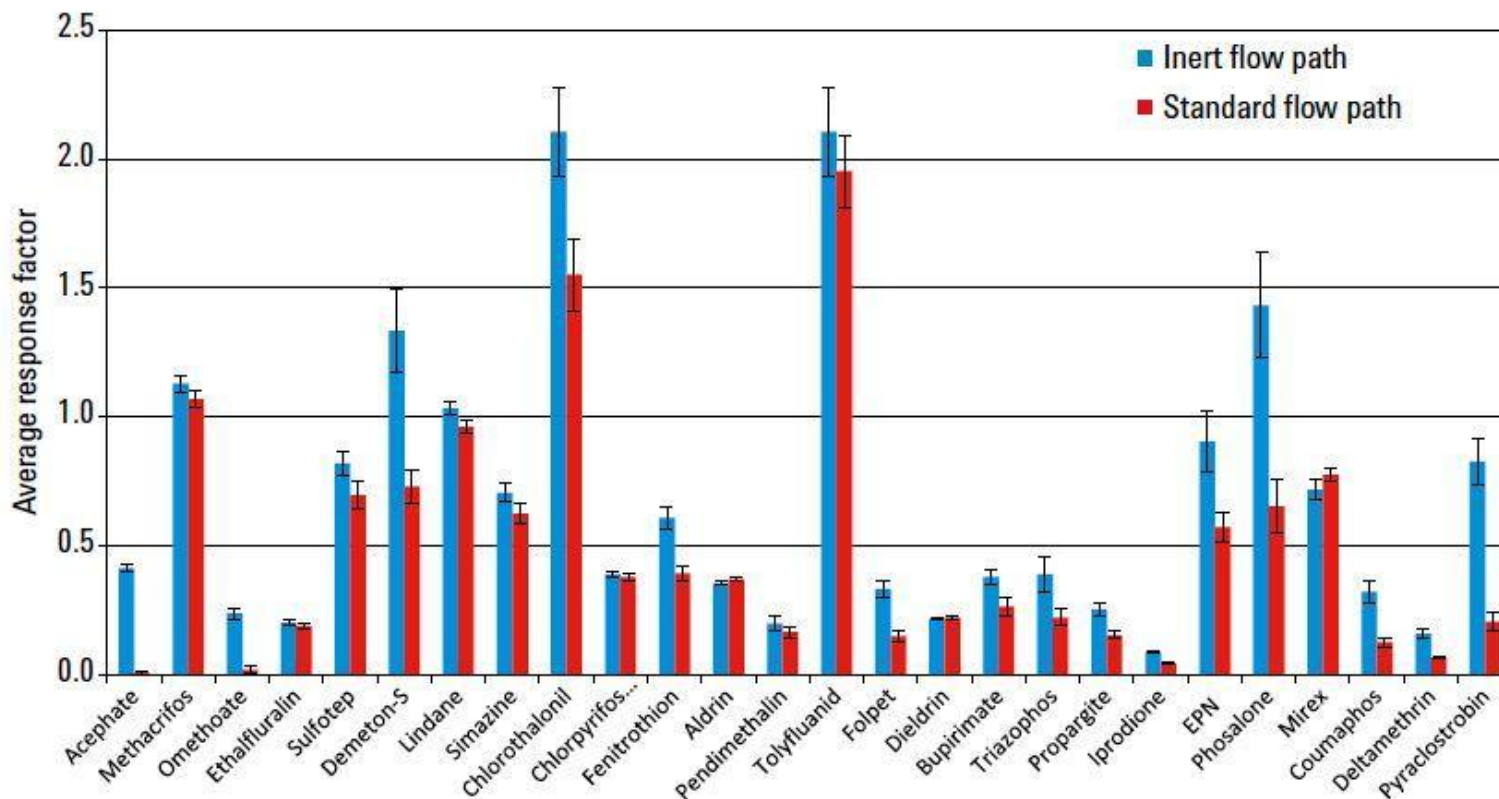
### Ejemplo: Degradación de Endrín y DDT



Comparación de degradación de Endrín y DDT utilizando un sistemas estándar e inerte

## Consejos en el Método de GC-MSD

### Resumen



Comparación del factor de respuesta medio entre un sistema inerte y no inerte. Media de resultados obtenidos a partir de concentraciones de 10, 100 y 500 ug/L de pesticidas (4 inyecciones de cada nivel)

## Consejos en el Método de GC-MSD

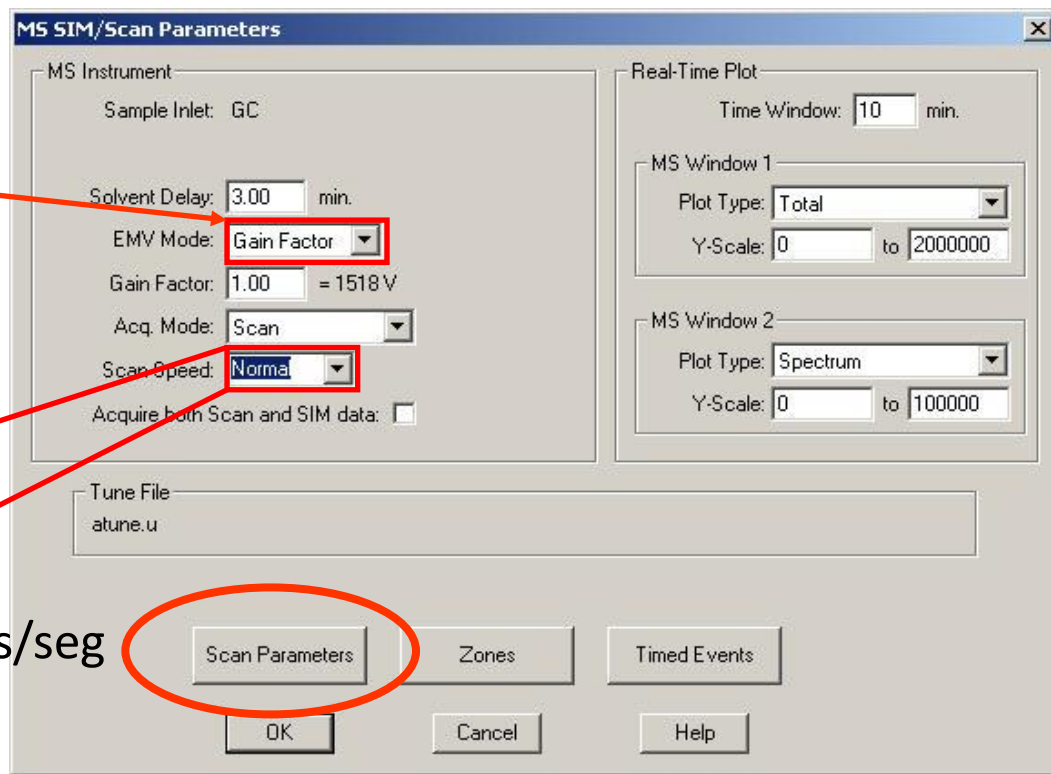
- **Solvent delay** no es correcto (se gasta el EM, se ensucia la fuente y se funden los filamentos)
- El Dwell time (SIM) o Samples (Scan) son muy altos y por lo tanto **Cycles/seg o Scan/seg muy bajos** (menos de 1) y no se obtiene un número adecuado de puntos por pico cromatográfico
- El Dwell time (SIM) es muy alto y no se necesita porque el pico es concentrado (ISTD) lo que estropea rápidamente el multiplicador EM. **Activar EM saver**
- El **threshold** es muy bajo. Muchos iones en espectro no significativos. Ficheros de datos muy grandes. Búsqueda en Biblioteca lenta
- La tensión del multiplicador es alta (se gasta antes sin obtener beneficio) y no se obtiene mas sensibilidad porque la señal y el ruido han subido proporcionalmente

## Consejos en el Método de GC-MSD

### Modo Scan

Gain Factor es el modo recomendado

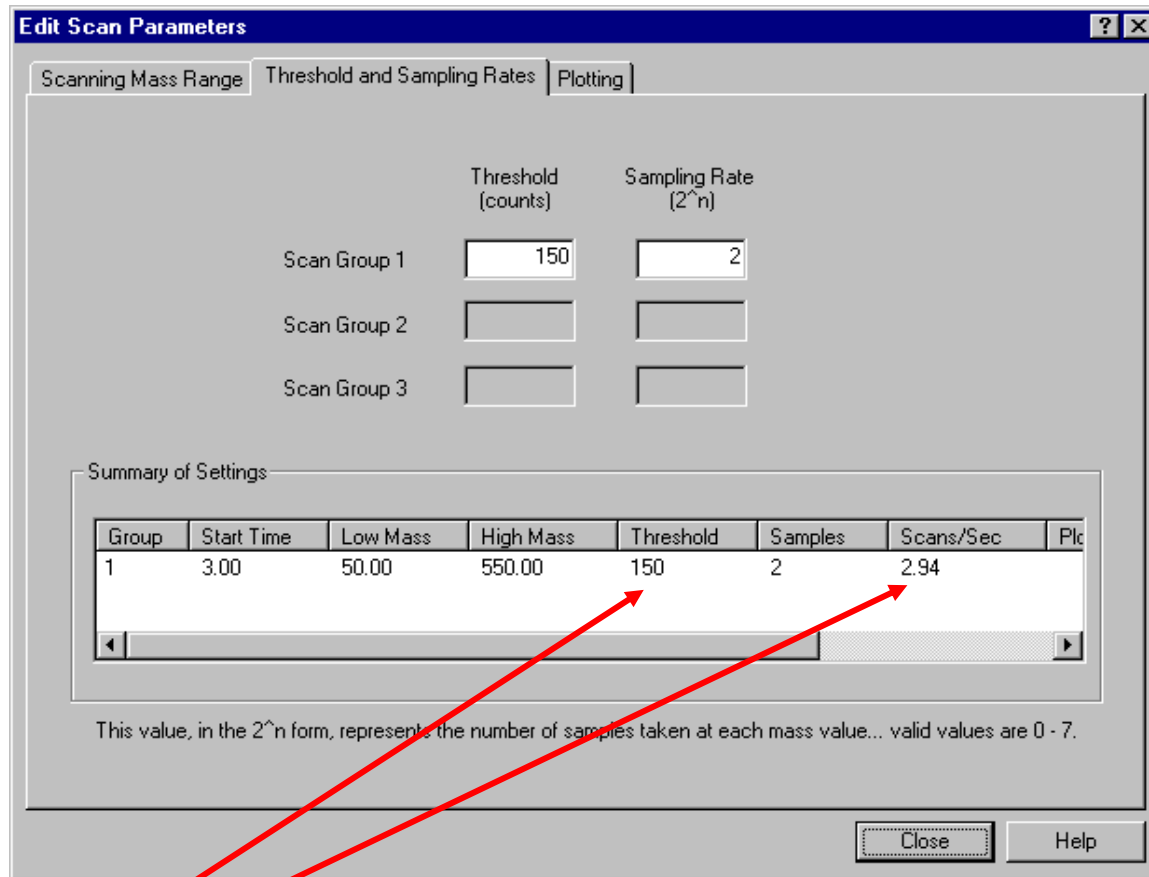
Genera resultados mas reproducibles entre máquinas distintas y después de hacer autotune



•Ojo a los scan/seg ciclos/seg

## Consejos en el Método de GC-MSD

### Modo Scan



Threshold and Sampling Rates

	Threshold (counts)	Sampling Rate (2 <sup>n</sup> )
Scan Group 1	150	2
Scan Group 2		
Scan Group 3		

Summary of Settings

Group	Start Time	Low Mass	High Mass	Threshold	Samples	Scans/Sec	Plc
1	3.00	50.00	550.00	150	2	2.94	

This value, in the 2<sup>n</sup> form, represents the number of samples taken at each mass value... valid values are 0 - 7.

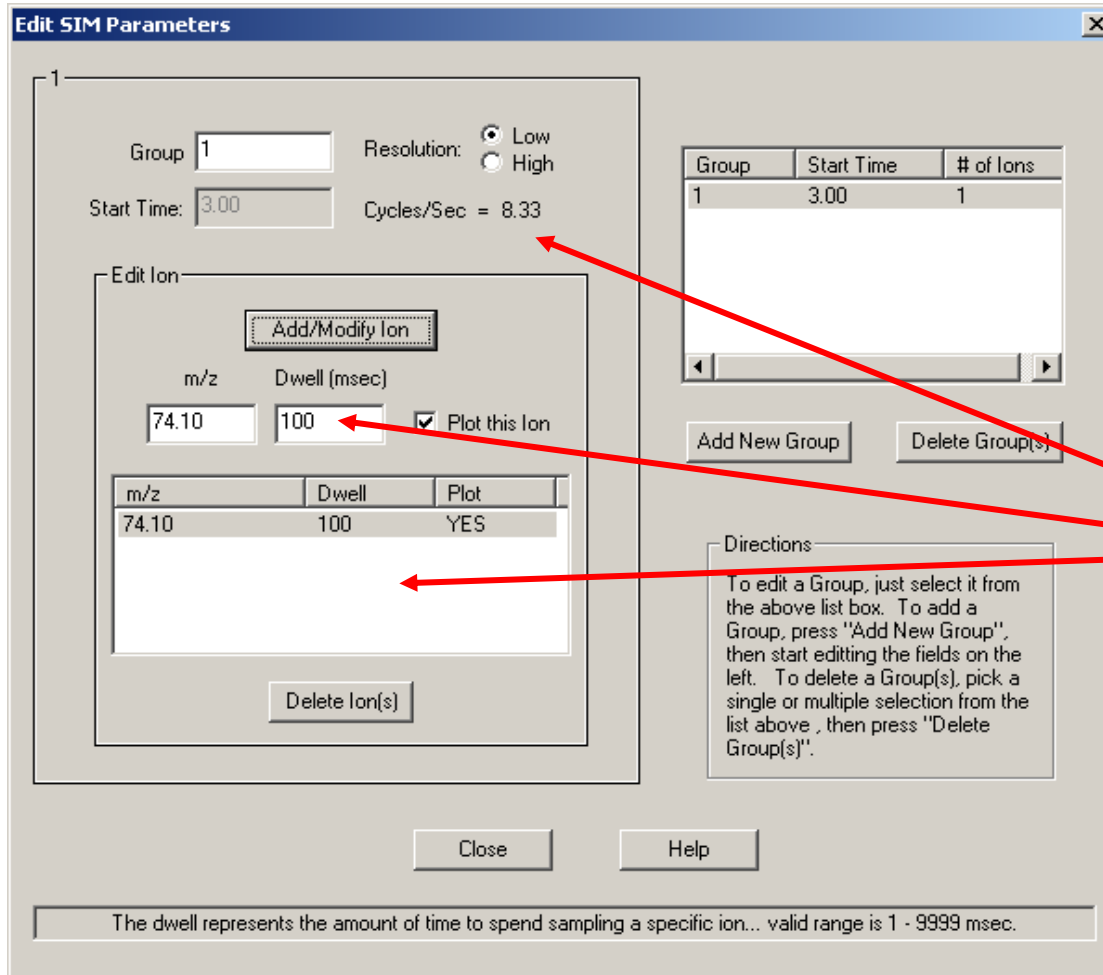
Close Help

Atención



## Consejos en el Método de GC-MSD

### Modo SIM



**Edit SIM Parameters**

Group: 1      Resolution:  Low  High  
Start Time: 3.00      Cycles/Sec = 8.33

**Edit Ion**

Add/Modify Ion

m/z: 74.10      Dwell (msec): 100       Plot this Ion

m/z	Dwell	Plot
74.10	100	YES

Delete Ion(s)

Group	Start Time	# of Ions
1	3.00	1

Add New Group      Delete Group(s)

**Directions**

To edit a Group, just select it from the above list box. To add a Group, press "Add New Group", then start editing the fields on the left. To delete a Group(s), pick a single or multiple selection from the list above, then press "Delete Group(s)".

Close      Help

The dwell represents the amount of time to spend sampling a specific ion... valid range is 1 - 9999 msec.

### Atención

Dwell time alto con muestras concentradas estropea multiplicador. (usar EM saver)

Ciclos/seg debe ser adecuado a la anchura de los picos (3 seg) le influye el Dwell time y el número de iones

Dwell time alto 100msec. mas sensibilidad

# Análisis Químico.

## Soluciones para todos los mercados.

Petroquímica y  
Energía



Forense y  
Toxicológico



Medioambiente

Alimentación  
y Agricultura

Materiales



# Agilent: Soluciones globales



# Soluciones Agilent a todos los mercados y a todos los niveles

## Soluciones Instrumentales

### Cromatografía y espectrometría de masas



### Espectroscopía atómica y molecular



### Soluciones de Software



### Fungibles y piezas



### Atención al cliente y soporte post venta



### Expertos en Aplicaciones



Chemical & Energy



Food



Forensic



Environmental



Materials

# Soporte post-venta y atención al cliente

Más de 70 ingenieros especializados

18 personas Especialistas De Aplicaciones

Cobertura en toda la geografía española





**Centro de Atención al Cliente**  
Biociencia y Análisis Químico

Tfno: (+34) 901 116 890

Fax: (+34) 901 900 559

E-mail: [customercare\\_spain@agilent.com](mailto:customercare_spain@agilent.com)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)



**Dr. Francisco Conde**

Delegado de Ventas y Soporte (Islas Canarias)  
Biociencia y Análisis Químico

Móvil: (+34) 660 663 487

E-mail: [francisco.conde@agilent.com](mailto:francisco.conde@agilent.com)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

# MUCHAS GRACIAS por su atención

*Fran Conde. Account Manager & Service Support*

francisco.conde@agilent.com Móvil: (+34) 660 663 487



**AGILENT TECHNOLOGIES**  
Centro de Atención al Cliente  
901 116 890

# REFORÇO DAS CAPACIDADES E COMPETÊNCIAS RELATIVAS A GESTÃO DOS RECURSOS HÍDRICOS NAS ILHAS



ISLHÁGUA

PROJECTO COFINANCIADO POR:



União Europeia  
FEDER

Investimos no seu futuro



[www.islhagua.org](http://www.islhagua.org)