



INTRODUCCIÓN EN ESPAÑOL DEL FlavourSpec®

01/2016

G.A.S. Gesellschaft für analytische Sensorsysteme mbH

Otto-Hahn-Str. 15

D-44227 Dortmund

Germany

Phone: (49) 231/9742-6550

Fax.: (49) 231/9742-6555

E-Mail: info@gas-dortmund.de

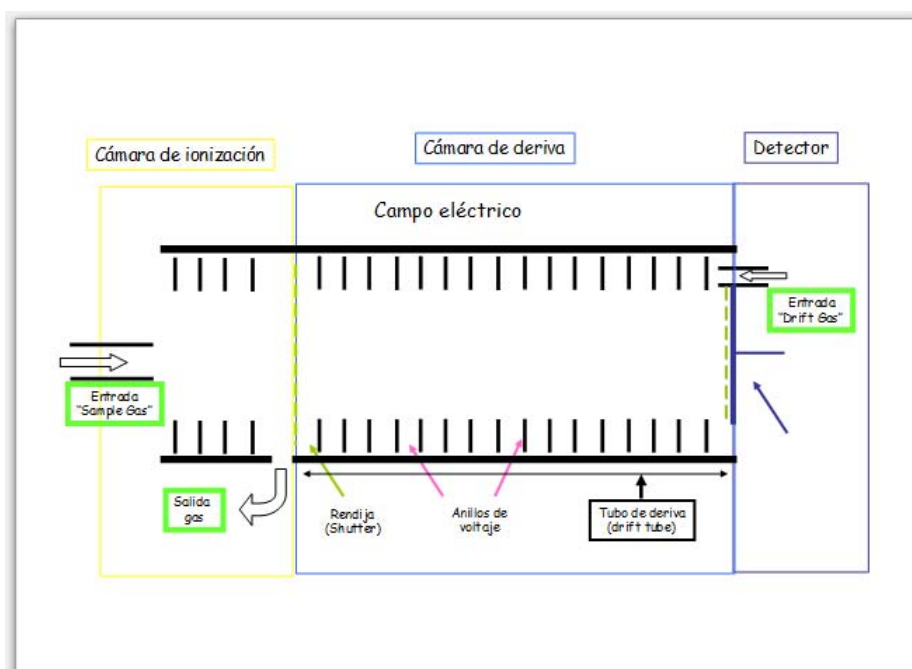
Internet: www.gas-dortmund.de

ÍNDICE

1 Breve introducción a la espectrometría de movilidad de iónica	4
2 G.A.S. FLAVOURSPEC®	5
3 GC-IMS	6
3.1 Cómo crear un programa.....	8
3.1.1 Vista general de la interfaz del usuario.....	8
3.1.1.1 Spectra.....	8
3.1.1.2 Limpieza del sistema.....	9
3.1.1.3 Defaults.....	10
3.1.1.4 Programs.....	11
4 Viales y volumen.....	13
5 Inyección manual de una muestra	13
6 Autosampler	14
6.1 SampleNameEditor.....	14
6.2 Autosampler.....	16

1 Breve introducción a la espectrometría de movilidad de iónica

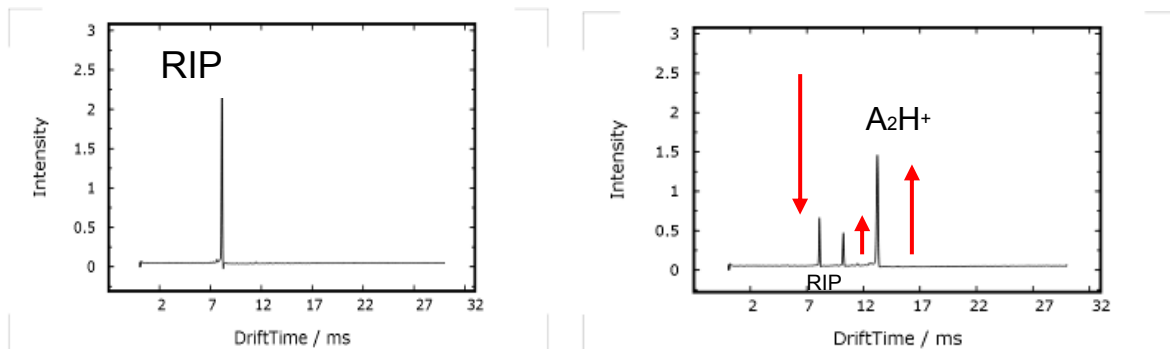
La espectrometría de movilidad iónica (IMS) es una técnica analítica para separar y detectar compuestos gaseosos en una mezcla de analitos. Su principio físico está basado en la distinta movilidad de los iones en un gas bajo la influencia de un campo eléctrico a presión atmosférica.



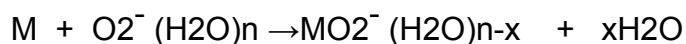
Los compuestos de la mezcla gaseosa son primero ionizados en una cámara de ionización e inmediatamente después son introducidos en la cámara de deriva, donde son sometidos a un campo eléctrico determinado. Los iones recorren la distancia fija de la cámara a presión atmosférica y en contracorriente a un flujo de gas inerte (*drift gas*). Cada compuesto tarda un tiempo determinado en recorrer esa distancia, *drift time*, que viene determinado por la masa y geometría del ión. Así pues la separación está basada en el *drift time* específico de cada compuesto.

La ionización atmosférica de las moléculas se puede obtener de distintas maneras, pero en todas ellas lo que se obtiene es la formación de iones reactantes que transfieren la carga a las moléculas de analitos.

El llamado *Reaction Ion Peak (RIP)* representa el número total de iones disponibles formados. En nitrógeno y en aire, respectivamente, los *iones reactantes* pueden ser descritos como $H^+(H_2O)_n$ y $O_2^-(H_2O)_n$.



Muestra + ión reactante → ión cluster → ión producto + agua



Muestra + ión reactante negativo → ión producto + agua

La altura de pico y el área se correlacionan con la concentración, así que una cuantificación es también posible.

En mezclas complejas de analitos a menudo es necesario una segunda e independiente etapa de separación para llevar a cabo un análisis separado de los múltiples compuestos a bajas concentraciones. Los compuestos volátiles de interés de las muestras son pre-separados en una columna cromatográfica en estado gas, GC. Los compuestos diferenciados pasan consecutivamente a la cámara de ionización, así que el analito y/o las interacciones de iones se evitan. Además, una competición de los analitos de los iones reactantes se excluye, mejorando la sensibilidad de los compuestos individuales.

La configuración de GC-IMS *setup* permite una doble separación de mezclas de analito y la detección por un electrómetro de IMS. Las mediciones de IMS son extremadamente rápidas (21ms / espectro) y las señales de analito registradas son de alta resolución.

2 G.A.S. FLAVOURSPEC®

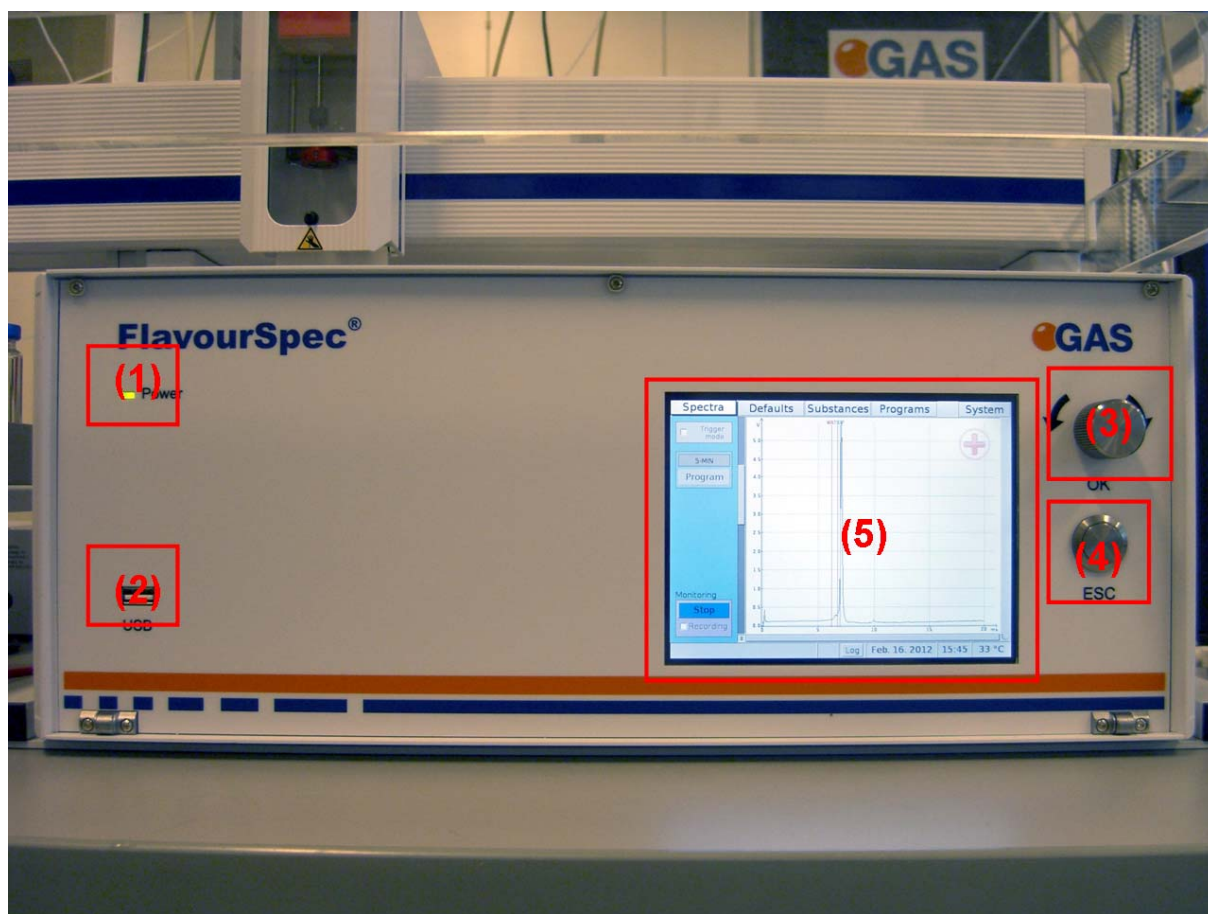
Este sistema se compone de una columna cromatográfica conectada a un espectrómetro de movilidad iónica. Además está acompañado de un autosampler para la inyección de una serie de muestras. Así pues podemos diferenciar dos áreas: la inyección de las muestras (autosampler) y la separación e ionización de las mismas (GC-IMS). Ambos están conectados entre sí y mientras el autosampler toma el papel de *Master*, el GC-IMS de *Slave*.

INTRODUCCIÓN EN ESPAÑOL DEL FlavourSpec®

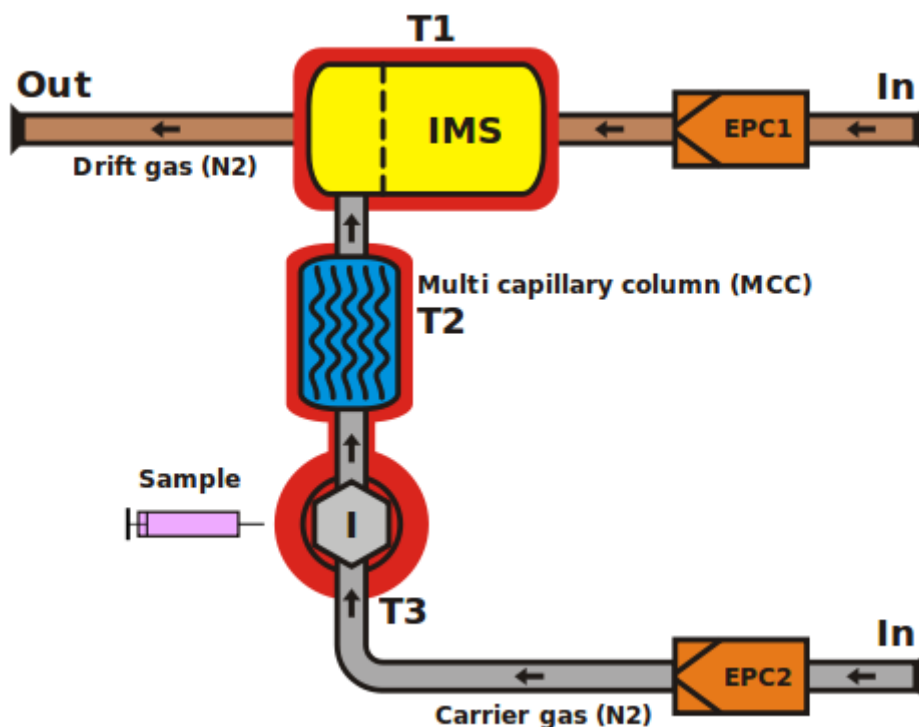
- Autosampler: en él se determina cómo las muestras deben ser inyectadas (volumen, inyectado, temperatura de inyección, velocidad de inyección, etc.)
- GC-IMS: en él se determina los parámetros en los que la separación tiene lugar (temperatura, flujos, duración de la operación, etc.)

3 GC-IMS

La siguiente foto muestra la parte delantera del sistema GC-IMS:



Un esquema del dispositivo que hay en el interior se consigue presionando en la pantalla en **System** y posteriormente en **Device Plan**:



Se pueden distinguir las siguientes partes:

- EPC2: El gas portador es suministrado por esta unidad de control de presión (pressure control unit 2)
- Inyector: La muestra es inyectada por medio de éste e introducida en la columna cromatográfica gracias al gas portador suministrado por EPC2. El inyector es del tipo espacio cabeza e inyecta la muestra mediante una jeringa.
- Columna multicapilar: aquí tiene lugar la primera separación. Y el gas portador conduce los analitos hasta la cámara de ionización y de ahí pasan finalmente al IMS.
- EPC1: el drift gas o gas de arrastre es suministrado por esta unidad de control de presión (pressure control unit 2).

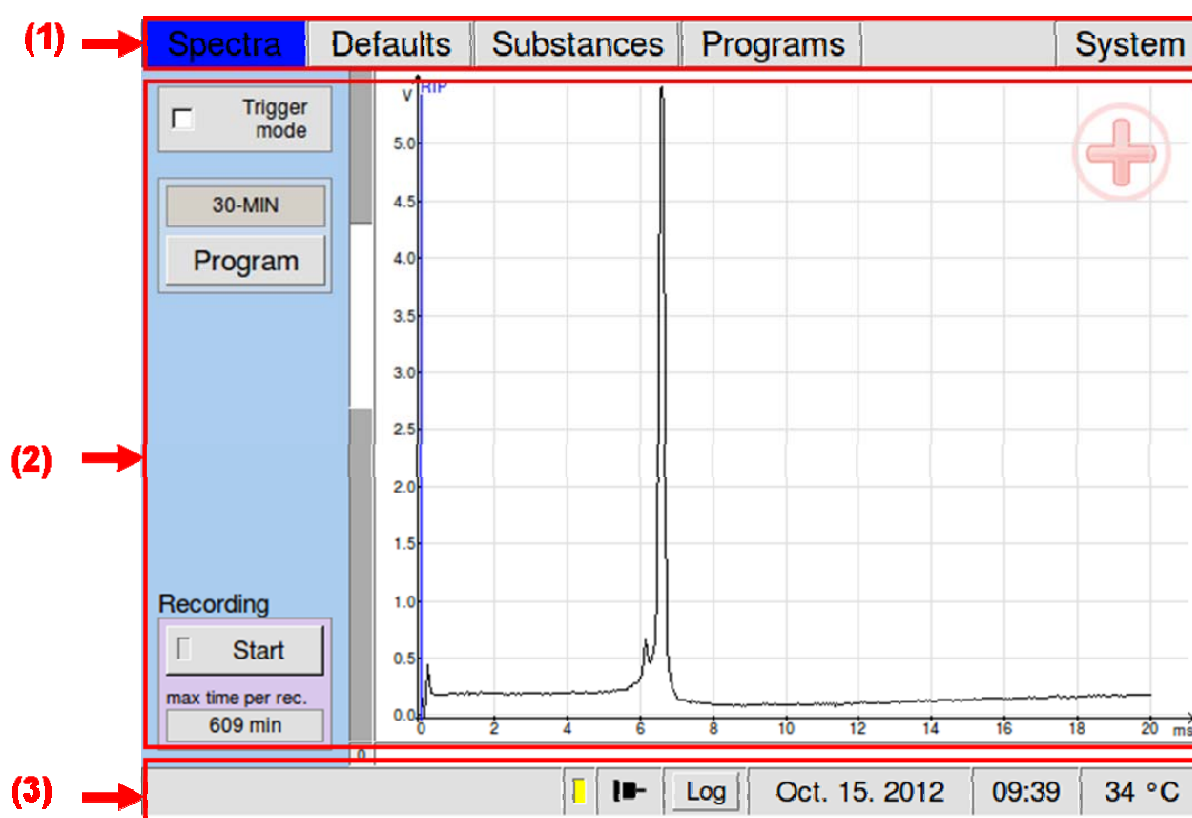
EL gas portador y el gas de arrastre es el mismo y se trata de nitrógeno. Ambos abandonan el sistema por la misma salida.

Al final del IMS hay una electrómetro con el que se identifican las sustancias. Se trata de una placa de Faraday.

3.1 Cómo crear un programa

3.1.1 Vista general de la interfaz del usuario

La siguiente gráfica muestra la interfaz del FlavourSpec®. Se pueden distinguir tres áreas. En la parte superior aparecen cinco ventanas; en la parte central aparece el contenido de la ventana seleccionada en la parte superior; y en la parte inferior aparece distinta información como tiempo, hora, estatus, etc.



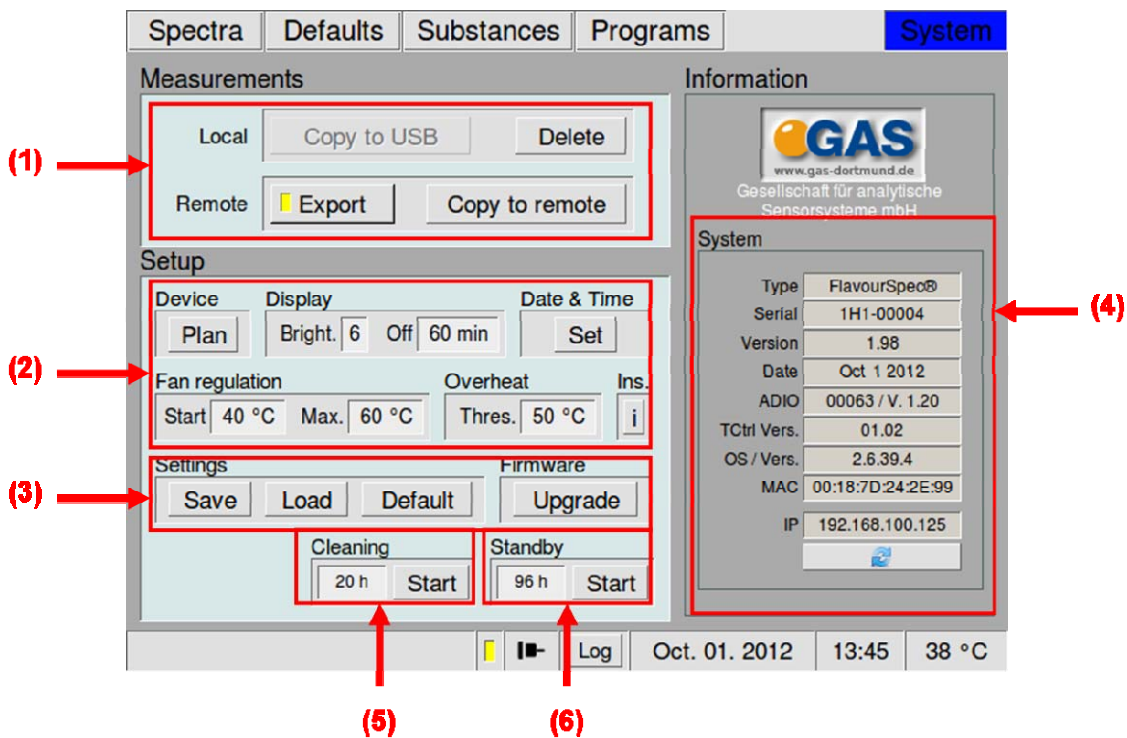
3.1.1.1 Spectra

Presionando sobre Spectra se obtiene el gráfico anterior. Desde aquí se controla la adquisición de datos del proceso. En la parte central se muestra el espectro en tiempo real, donde se representa el tiempo de un espectro respecto a la señal obtenida. A mayor número de espectros, mayor es el número de datos obtenidos, lo que aumenta también el tiempo de medición. Cada espectro son 30 ms.

3.1.1.2 Limpieza del sistema

Antes de crear cualquier método o de la inyección de muestras es importante que el sistema este limpio. Para comprobarlo se tiene que observar el espectro. Cuando no se inyecta nada o simplemente aire, el único pico que tiene que aparecer es el ión reactante o *RIP* (descrito en el punto número uno de la presente introducción) y cuanto mayor sea la altura y menor la base, tanto mejor. Es usual encontrar cierto ruido en la base del espectro y hasta ciertos niveles es aceptable.

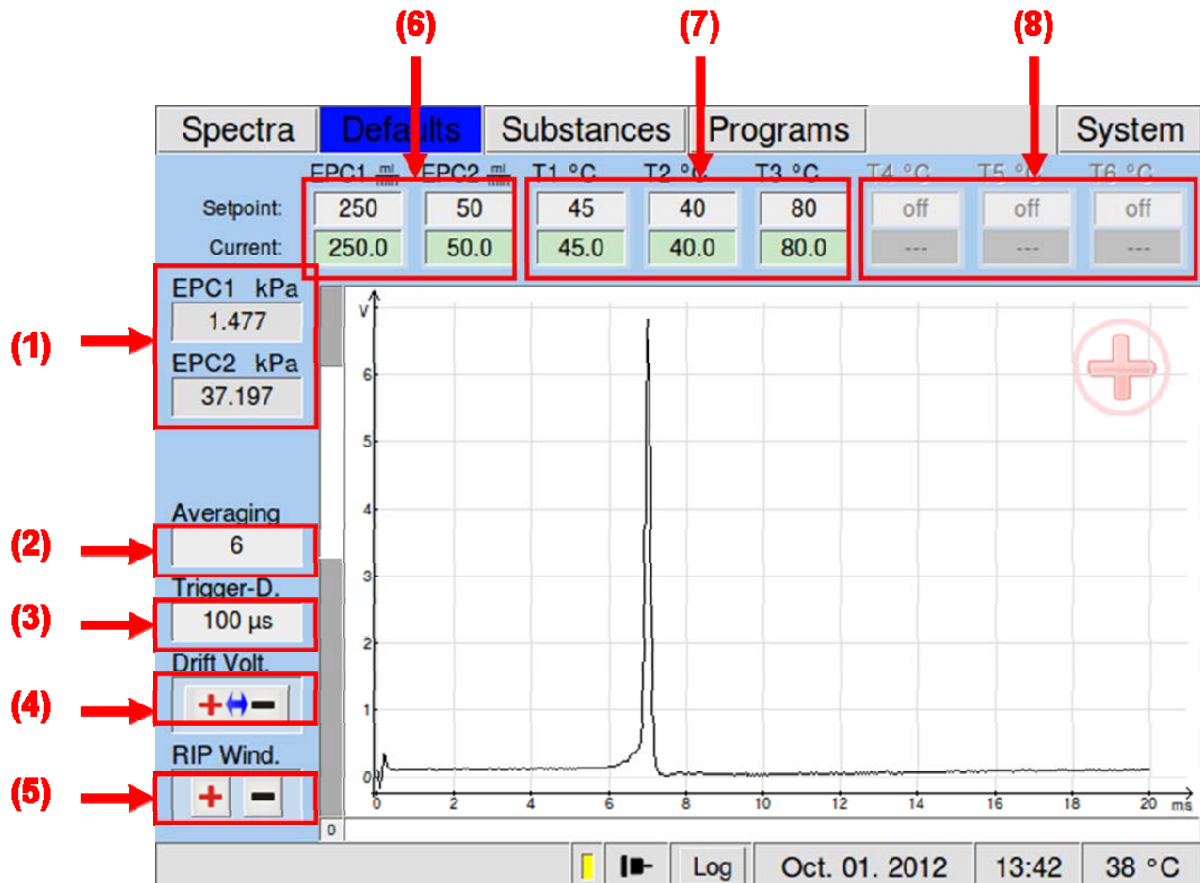
Para limpiar el sistema hay varias posibilidades. Una de ellas sería aumentar el flujo del gas transportador (desde la opción de *Defaults* explicada más adelante) y dejar ese flujo durante un tiempo hasta que sólo aparezca el *RIP*, o desde la opción de *System*. En este menú en la parte inferior está la opción *Cleaning*(5), si se presiona sobre el cuadro blanco que está situado justo debajo, se puede determinar el número de horas del proceso de limpieza, mediante el giro del botón situado en la parte frontal arriba a la derecha. Una vez que se ha alcanzado el valor deseado se presiona este botón y posteriormente se presiona *Start* que está a la derecha.



Hay que repetir la operación tantas veces hasta que el sistema esté limpio.

3.1.1.3 Defaults

La siguiente figura muestra la ventana que se abre cuando es seleccionado:



Aquí los distintos parámetros de temperatura y flujos se pueden fijar (6 y 7). Para ello hay que presionar sobre el recuadro del *set point* del flujo o la temperatura que se quiere fijar y mediante el giro del boton superior derecho que hay en el frontal, se selecciona el valor deseado. Mediante la presión del botón se fija ese valor. Hay que esperar a que el *current point* alcance o se aproxime al *set point*.

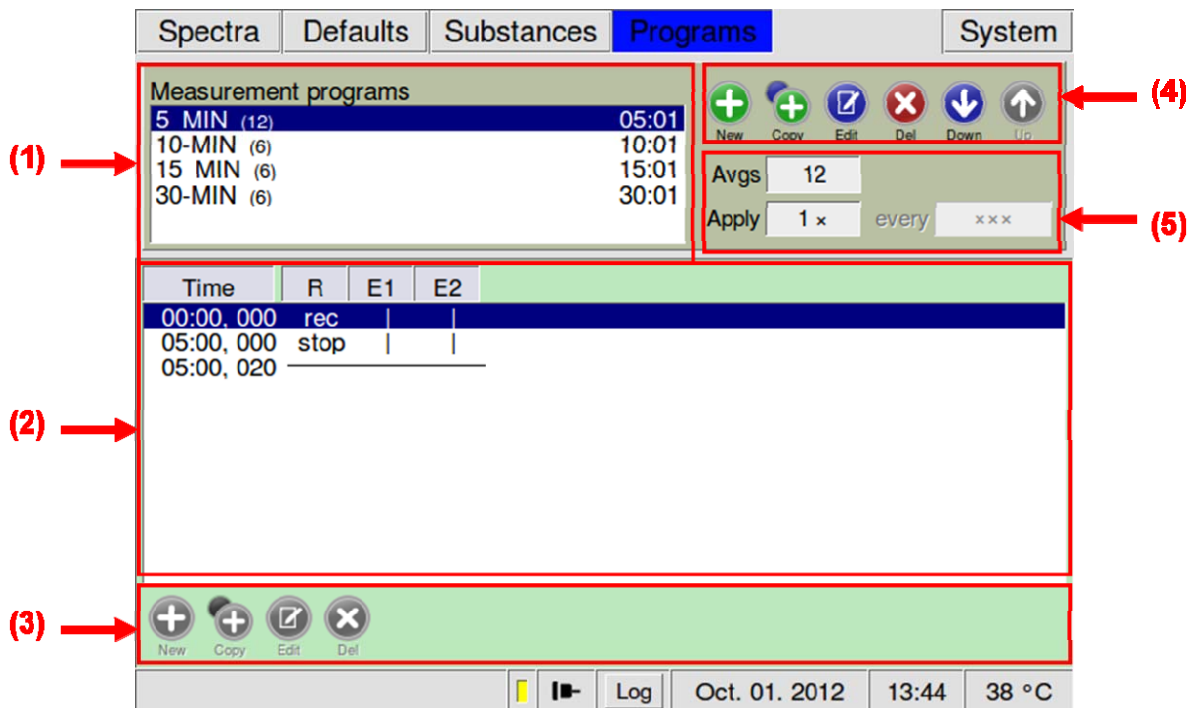
Los valores que pueden tomar EPC1, EPC2 y T3 son los siguientes:

- EPC1 entre 0 y 500 ml/min
- EPC2 entre 0 y 150 ml/min
- T3 entre 0 y 80°C

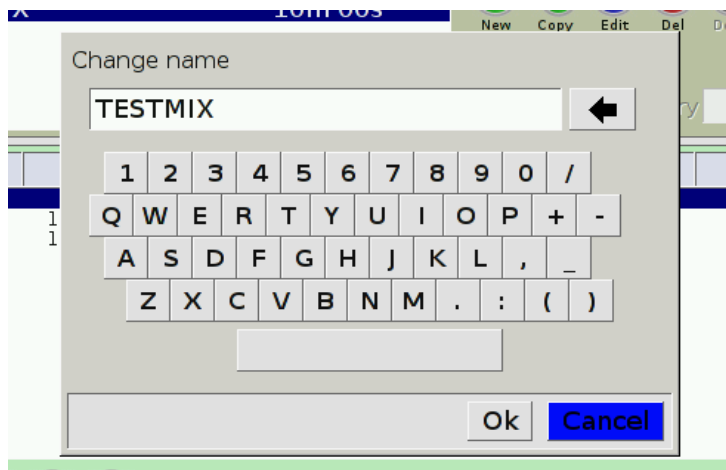
Desde esta ventana se escoge el modo en el que se quiere llevar a cabo el proceso, en modo negativo, siendo el RIP $O_2^- (H_2O)_n$, o en modo positivo, siendo el RIP, $H^+ (H_2O)_n$. Para determinar el modo hay que presionar en *RIP Wind* abajo a la izquierda (5). Además en el espectro, en la parte superior derecha, aparece el símbolo positivo o negativo, según esté seleccionado el modo positivo o negativo respectivamente.

3.1.1.4 Programs

Al presionar sobre esta opción aparece la siguiente ventana:



Aquí se determina los distintos parámetros en los que tendrá lugar el proceso. Para crear un nuevo programa se presiona sobre *New* en la parte superior derecha (4). A continuación aparece el siguiente diálogo en el cuál se puede asignar un nombre al programa:



Una vez que se haya dado un nombre al programa se puede fijar el tiempo, los flujos y el tiempo de recogida y grabación de datos.

Para añadir un nuevo intervalo de tiempo hay que presionar *New* en la parte inferior izquierda. Y para fijar los valores de este intervalo, hay que tenerlo seleccionado, en azul oscuro aparece, y posteriormente seleccionar *Edit*, también situado en la parte inferior izquierda. Para fijar el tiempo se selecciona el recuadro blanco que está debajo del tiempo y girando el botón de la parte frontal del GC-IMS situado en la parte superior derecha se determina el valor deseado. Una vez se tenga el valor, se presiona el botón para fijar el valor. Se actúa de igual manera con E1 y E2, que son los flujos de gas de arrastre y gas de portador respectivamente.

La opción de R es de *Record*, es decir de toma de datos del sistema(para la posterior evaluación con el programa LAV). También se escoge con el botón de la parte frontal y puede tomar tres valores: *rec*, *stop* y estar vacío. Cuando aparece vacío, no recoge datos; cuando *rec* está seleccionado recoge datos y cuando está en *stop* se acaba la recogida de datos.

El programa que será ejecutado es el que aquí se quede seleccionado, es decir, si se tiene una programa seleccionado en el que por ejemplo E2 fuera 5 ml/min, constante para todo el intervalo del proceso y se ejecutara, este valor prevalece sobre el valor fijado en *Defaults* en EPC2 en el *set point*. De forma que si en éste último hubiera un valor distinto a 5ml/min en el momento de la ejecución del

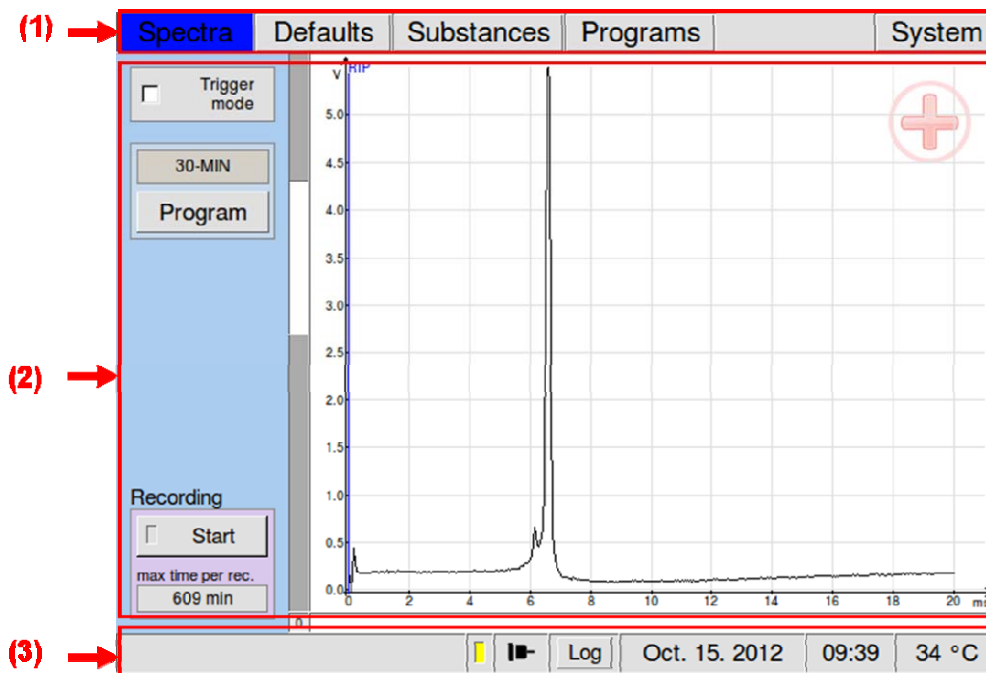
programa, este valor en *Defaults* cambiaría hasta alcanzar el valor determinado en *Programs*.

4 Viales y volumen

Los viales tienen un volumen de 20 ml. No deben llenarse por completo, como máximo entre 10 y 15 ml. La razón de ello es debido a que la aguja de la jeringa nunca debe de estar en contacto con líquidos, así pues es una medida de seguridad. El equipo está diseñado para gases y la introducción de líquidos podría dañar gravemente el sistema.

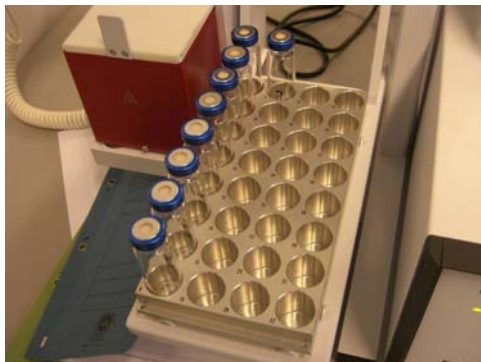
5 Inyección manual de una muestra

Cuando no hay autosampler presente o el espacio cabeza no es deseado, se debe realizar una inyección manual. Para ello se debe de determinar el programa y examinar que coincide con los valores establecidos en *Defaults*. Posteriormente se va a *Spectra* y se comprueba que el nombre del programa que se quiere ejecutar es el deseado. A continuación con una jeringa se extrae el volumen de muestra requerido y se inyecta. Inmediatamente después se debe de seleccionar *Start* en la parte superior izquierda (2)



6 Autosampler

Para inyectar una serie de muestras se utiliza el autosampler. El Autosampler del FlavourSpec tiene capacidad de procesar hasta 30 muestras seguidas. Además está acompañado de un incubador, que da la posibilidad de calentamiento de la muestra previo a su inyección.

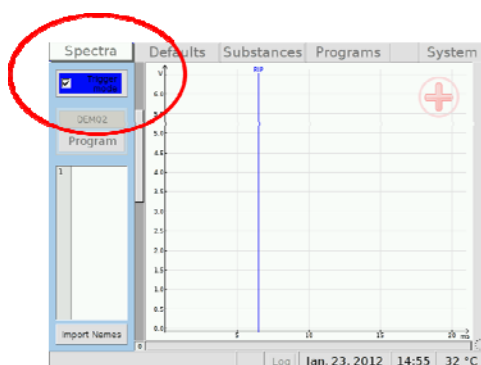


Hay que colocar las muestras en el autosampler de forma de que no haya ninguna posición libre en la bandeja en la serie que se quiere analizar.

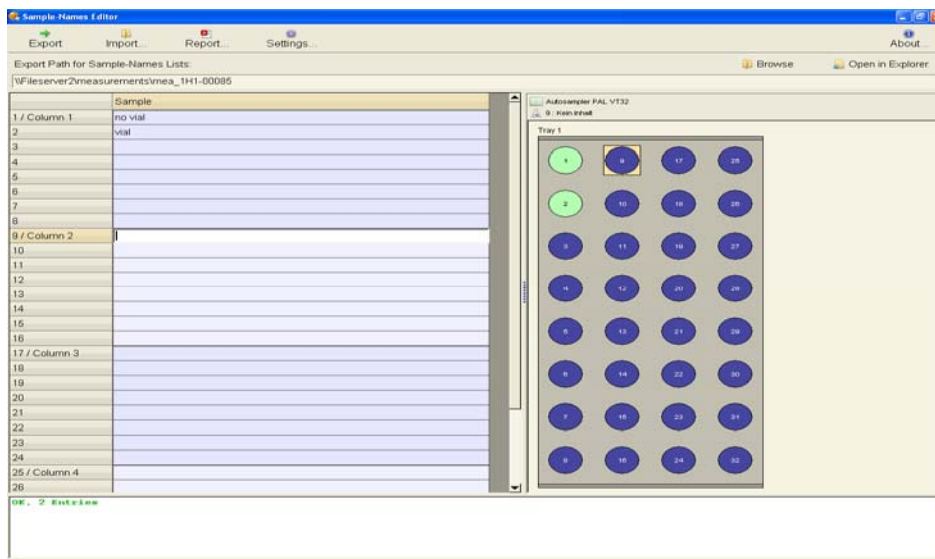
Es posible con el programa SampleNameEditor exportar una serie de muestras que se tienen en la bandeja al GC-MS, de forma que aparezcan en la interfaz del mismo.

6.1 SampleNameEditor

En primer lugar hay que activar el *Trigger Mode* desde el menú Spectra y aparecerá lo siguiente:



A continuación se abre el SampleNameEditor:



Desde *Export Path for Sample-Name List*, situado en la parte superior, se fija dónde se deben de guardar los datos obtenidos de las muestras que están en la lista creada.

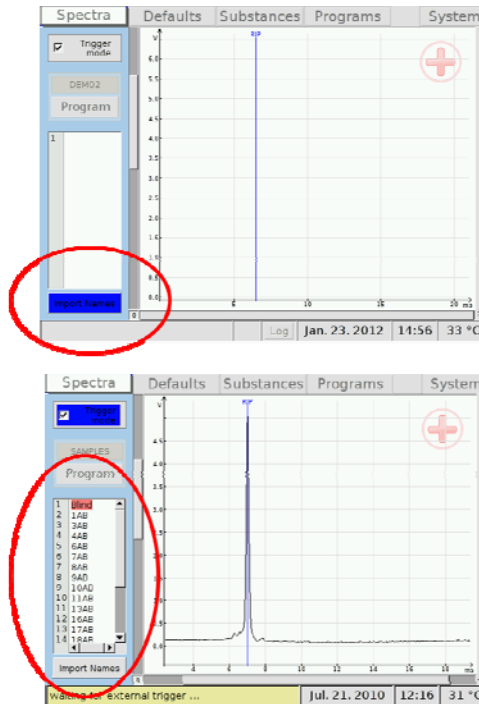
Hay que rellenar los nombres de la serie de muestras que queremos analizar desde la posición uno hasta la última de la serie, prestando atención de que no quede ninguna posición vacía en la serie. Tras rellenar una posición hay que teclear *enter*. Comprobar que las muestras colocadas en la bandeja están en el mismo orden que en la lista del *SampleNameEditor*.

Una vez que ya se tiene la lista escrita se selecciona *Export*, situado en la parte superior izquierda y que lleva el icono de una flecha de color verde.

Automáticamente se genera un texto con la lista de la serie de pruebas creada, *samplenames.txt*, que hay que guardar en la carpeta que se ha indicado en *Export Path for Sample-Name List*. Este texto es renovado cada vez que se crea una nueva lista, es decir, no se guardan listas anteriores.

El siguiente paso es exportar esta lista al GC-IMS. Para ello ya se seleccionó el *Trigger Mode* y el siguiente paso es seleccionar en *Spectra*, *Import*.

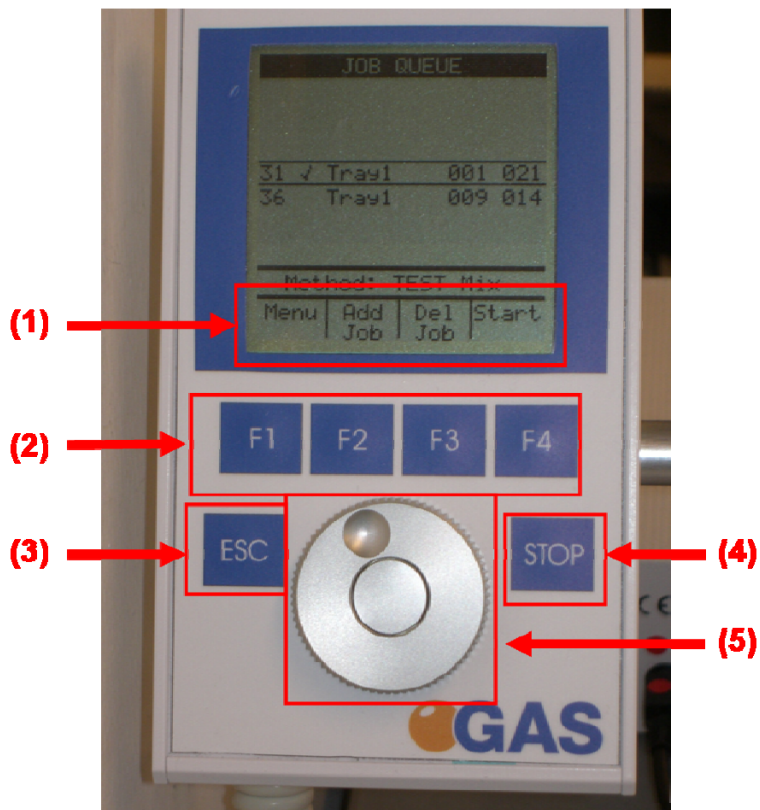
INTRODUCCIÓN EN ESPAÑOL DEL FlavourSpec®



A continuación se debe definir las condiciones de inyección con el autosampler.

6.2 Autosampler

El autosampler está controlado por un terminal llamado Combi-Pal Autosampler, que se muestra a continuación:



La anterior imagen muestra la interfaz principal. Si se selecciona *Menu* presionando F1 se obtiene otro menú. Con el botón giratorio (5) se puede desplazar la selección hasta *Methods* y una vez ahí, presionando en el centro del botón aparecen los distintos métodos que hay. Se pueden crear nuevos métodos, borrar y modificar los ya existentes.

Otra vez con el botón giratorio podemos situarnos en un método determinado y seleccionarlo presionando en el centro del botón (5). Cuando esto se haya ejecutado aparecen los distintos parámetros del método con su valor.

Estos métodos determinan cómo se va a llevar a cabo la inyección de las muestras. Parámetros como el volumen inyectado, velocidad de llenado de la jeringa, temperatura de la muestra, velocidad de inyección, etc. son desde aquí determinados. El procedimiento de selección del parámetro y determinación del mismo se hace de forma análoga que en los casos anteriores, girando el botón, presionando en el centro, y de nuevo con el giro del botón se alcanza la cifra deseada y se vuelve a presionar en el centro para fijarla.

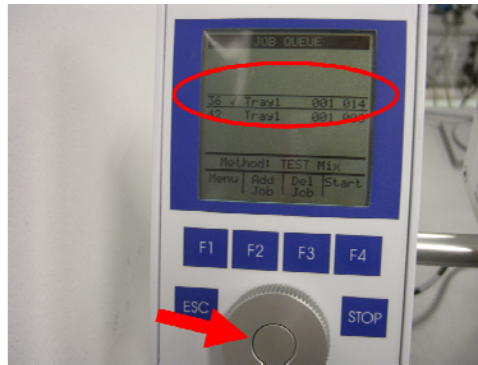
Algo a tener en cuenta en el método del Combi-PAL Autosampler es que el tiempo de GC-IMS que se debe fijar debe ser un minuto más que el que se ha fijado en el método del GC-IMS.

Para volver al menú anterior o a la interfaz principal basta con presionar ESC o F4.

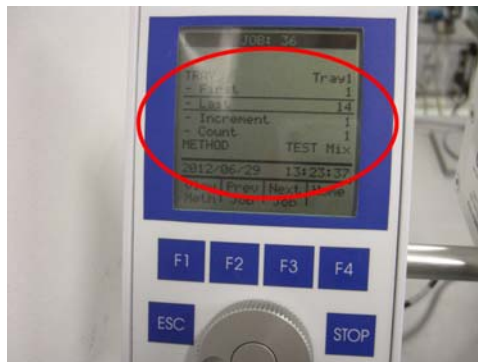
Es posible precalentar las muestras antes de inyectarlas gracias al incubador existente. Su temperatura máxima es de 150 °C. Normalmente se utiliza a 60°C y con un tiempo de calentamiento de 20 minutos.

Una vez que se tiene el método listo, se vuelve a la pantalla principal. Aquí aparecerá la pantalla de la secuencia que se quiere inyectar. Se debe presionar en el centro del botón, tal y como indica la siguiente imagen:

INTRODUCCIÓN EN ESPAÑOL DEL FlavourSpec®



A continuación se tiene que indicar la primera posición y la última de la serie de muestras en la bandeja que se quiere analizar, así cómo el método de inyección del Autosampler:



Y por último presionando en F4, el sistema se pone en marcha.