



Manual básico de operación del sistema de análisis de gases HRP-20 R&D

Viridiana Maturano Rojas

05-Enero-2023

Tipo de Proyecto interno

Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología (ICAT)

Financiamiento interno

Manual básico de operación del sistema de análisis de gases HPR-20 R&D

Viridiana Maturano Rojas

Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología

Resumen

En el Laboratorio Universitario de Nanotecnología Ambiental (LUNA) se lleva a cabo la síntesis, caracterización y evaluación de catalizadores en reacciones de interés ambiental. Uno de los objetivos del laboratorio es poder caracterizar dichos materiales antes, durante y después de una reacción, así como la evolución de la misma. En este sentido, la espectrometría de masas es una herramienta muy útil que proporciona información cualitativa y cuantitativa de las concentraciones químicas o la formación de nuevas especies en una mezcla de reacción activa. El LUNA cuenta con el sistema HPR-20 R&D de la marca Hiden Analytical, el cual, de forma general consta de un espectrómetro de masas y un sensor externo para la detección de monóxido de carbono (CO_2) lo que permite la detección y análisis en tiempo real de múltiples especies químicas, incluidos gases ligeros como hidrógeno/helio y otros, como metano, compuestos orgánicos volátiles y CO_2 . Bajo este contexto, el presente manual se presenta como una guía para que el usuario conozca los principales componentes del equipo, operación y manipulación de los controladores básicos del software y de esta manera pueda diseñar y llevar a cabo experimentos que involucre el uso de este instrumento.

Índice

	Glosario de términos.....	4
	Introducción.....	5
1	Descripción y componentes del equipo.....	9
1.1	Componentes.....	9
1.2	Descripción del sistema.....	10
1.3	Funcionamiento del equipo.....	17
2	Operación del equipo.....	19
2.1	Encendido del equipo.....	19
2.2	Calibración de la Unidad Analizadora de CO (CMA).....	22
2.3	Apagado del equipo.....	24
3	Manipulación del Software.....	25
3.1	Configuración de un análisis.....	29
3.2	Ejecución de un Análisis.....	36
3.3	<i>Background</i>	38
3.3.1	<i>Automatic Background</i>	39
3.3.2	<i>Manually Background</i>	42
3.4	Calibración de los gases.....	43
3.4.1	<i>Single cylinder calibration</i>	44
3.4.2	<i>Multi-cylinder calibration</i>	49
3.5	<i>Engineering Settings</i>	53
4	Presentación de Resultados.....	56
	Referencias Bibliográficas.....	59

Nomenclatura

Abreviación (orden alfabético)	Significado
AIGX	Indicador de iones activo
CI	Ionización química
CMA	Unidad analizadora de CO
CO	Monóxido de carbono
CO ₂	Dióxido de carbono
CPU	Unidad de potencia capilar
EI	Ionización electrónica
FAB	Bombardeo atómico rápido
FT-ICR	Resistencia de ciclotrón de iones por transformada de Fourier
LED	Diodo emisor de luz
LIT	Trampa de iones
LUNA	Laboratorio Universitario de Nanotecnología Ambiental
MALD	Ionización por desorción láser asistida por matriz
M/Z	Masa/carga
PPB	Partes por billón
PPM	Partes por millón
RF	Radiofrecuencia
RGA	Analizador de gas residual
RS	Sensibilidad relativa
RSD	Desviación estándar relativa
Q	Cuadrupolo
QIC	Capilar inerte de cuarzo
QMS	Espectrómetro de masas de cuadrupolo
SCEM	Multiplicador de electrones de un solo canal
SEM	Multiplicador de electrones secundarios
TOF	Analizadores de tiempo de vuelo
uma	Unidad de masa atómica
VCU	Unidad de control de vacío

Introducción

La espectrometría de masas es una técnica analítica que permite la identificación, cuantificación y elucidación de la estructura química de diversos compuestos químicos y moléculas biológicas mediante la separación de iones gaseosos en campos eléctricos y magnéticos de acuerdo con su relación masa–carga (m/z).

Una vez que la muestra se inyecta en el instrumento, el principio básico de la espectrometría de masas involucra la fragmentación de un compuesto o molécula en especies cargadas (ionización), las cuales son aceleradas, desviadas y finalmente enfocadas en un detector de acuerdo a su relación masa–carga. La desviación de los iones es función de su carga, masa y velocidad, mientras que la detección es proporcional a su abundancia. En esta técnica, es fundamental que el analizador y el detector se mantengan en vacío, de tal manera que los iones producidos no choquen con las moléculas de aire y las trayectorias de los iones se mantengan a una velocidad particular (Brown Louis et. al. 2020; Maccoll, 1999).

Aunque los fundamentos de las medidas espectrales de masas son relativamente sencillos y comprensibles, esta simplicidad no se extiende a la instrumentación. Por lo tanto, de forma general, se considera que los principales componentes de un espectrómetro de masas son: el sistema de entrada, la fuente de ionización, el analizador y el detector (Rajawat y Jhingan, 2019).

Como su nombre lo indica, el objetivo del sistema de entrada es introducir una pequeña cantidad de muestra en el equipo con la mínima pérdida de vacío. En la actualidad, los dos principales tipos de entradas son la sonda directa y las entradas por separación cromatográfica multidimensional. En el primer caso, se tiene una cámara intermedia de vacío diseñada para limitar el volumen de aire que puede entrar en la región de ionización durante la inserción de la sonda. Este tipo de entrada, también se utiliza cuando la cantidad de muestra es limitada. Por otra parte, en los sistemas con entrada cromatográfica, los espectrómetros de masas están acoplados con sistemas cromatográficos de gases o de líquidos de alta resolución

que permiten la separación y determinación de los componentes de mezclas complejas, de tal manera que los analitos se pueden administrar de forma escalonada (Stashenko y Martínez, 2010).

Una vez que la muestra ha ingresado, dependiendo de su naturaleza se deben considerar diferentes tipos de métodos de ionización, por ejemplo, las muestras volátiles se someten a ionización electrónica (EI) o ionización química (CI), mientras que las no volátiles se pueden ionizar utilizando otras fuentes de ionización como, bombardeo atómico rápido (FAB), ionización por desorción láser asistida por matriz (MALD) o electropulverización. Sin embargo, probablemente el método más difundido de producción de iones sea por impacto de electrones. En este caso, el agente ionizante es un electrón de alta energía emitido por un filamento calentado y acelerado debido a una diferencia de potencial de alrededor de 70 eV. La muestra se ioniza mediante la eliminación de un electrón y la generación de especies de iones cargados positivamente, como se muestra en la ec. 1. Además, el catión radical cargado se fragmenta aún más en iones positivos.



En general, la sustancia pierde algunos electrones y se fragmenta dando lugar a diferentes iones, radicales y moléculas neutras. Los iones (moléculas o fragmentos cargados) son conducidos mediante un acelerador de iones hasta un colector/analizador. Después, los analizadores resuelven y diferencian los iones en función de su relación m/z y esta separación es impulsada por un campo eléctrico o magnético. En este sentido, las características deseables de un analizador son:

- Máximo rango de masa permisible en la relación masa/carga (m/z).
- La precisión de la medida.
- Resolución, capacidad para resolver especies moleculares con masas similares pero distintas. La resolución se obtiene dividiendo la masa nominal

del primer pico entre la diferencia entre dos picos adyacentes que están resueltos.

- La eficiencia es la transmisión multiplicada por el ciclo de trabajo.
- La sensibilidad es la concentración mínima detectada por el espectrómetro.
- Rango dinámico lineal.

En función del rango de masas, sensibilidad, resolución, dinámica y realización de experimentos de espectroscopía de masas en tándem, se tienen diferentes tipos de analizadores, entre ellos: analizadores de tiempo de vuelo (TOF), cuadrupolo (Q), trampa de iones (LIT y QIT), resistencia de ciclotrón de iones por transformada de Fourier (FT-ICR), trampa orbital y tándem MS. De entre estos detectores, los espectrómetros de masas con cuadrupolo son los más utilizados porque son usualmente más compactos, menos costosos y más robustos. También ofrecen la ventaja de emplear tiempos de barrido más bajos (<100 ms). Descrito originalmente como un filtro de masas, funciona mediante una combinación de un campo eléctrico estático cuadrupolar y un campo de radiofrecuencia que se combinan para enfocar un haz de iones en un colector (Maccoll, 1999).

Cuando la corriente de iones sale del analizador (usualmente de intensidad pequeña: $10^{-8} - 10^{-14}$ A) es dirigida hacia un detector. Hay básicamente cuatro tipos: copa de Faraday, multiplicador de electrones, fotomultiplicador y placa de microcanales.

A groso modo, esta técnica ha hecho muchas contribuciones notables a la química, desde la física química de moléculas pequeñas hasta las estructuras de biomoléculas grandes gracias a su alcance para proporcionar la siguiente información:

- Composición elemental de las muestras (espectroscopía de masas atómica).
- Composición de las moléculas inorgánicas, orgánicas y biológicas.
- Composición cualitativa y cuantitativa de mezclas complejas.
- Estructura y composición de superficies sólidas.

- Relaciones isotópicas de átomos en las muestras.

En general, el sistema HPR-20 R&D consta de un espectrómetro de masas equipado con un analizador tipo cuadrupolo (QMS) de triple filtro y una fuente de iones de impacto de electrones. Los gases ingresan al sistema mediante sonda directa y son detectados a través de un detector doble de Faraday/multiplicador de electrones de un solo canal (SCEM). Este detector es un multiplicador de electrones secundarios (SEM).

1. Descripción y componentes del equipo

1.1. Componentes

El sistema HPR-20 R&D con cuadrupolo de la marca Hiden Analytical (Fig. 1), es un sistema sencillo y fácil de usar para el análisis continuo en línea de gases y vapores a presión atmosférica.



Fig. 1. Espectrómetro de masas HPR-20 R&D

Este sistema consta de los siguientes componentes:

- Cámara de vacío del espectrómetro de masas con:
 - Puertos tipo brida combinados para bomba turbo, sonda de espectrómetro de masas, manómetro de presión total y entrada.
- Sistema de bombeo al vacío compuesto por:
 - Bomba turbo molecular de 60 litros por segundo con controlador.
 - Bomba de desplazamiento de respaldo.
- Entrada del capilar inerte de cuarzo (QIC) con:

- Capilar de 2 metros con suministro de calentamiento, operando hasta 200°C.
- Revestimiento capilar de cuarzo inerte reemplazable.
- Entrada de fuente de ionización directa con fuga molecular reemplazable.
- Válvula de control de derivación variable.
- Bombeo de derivación de la línea de respaldo.
- Espectrómetro de masas de cuadrupolo que comprende:
 - Sonda cuadrupolo con:
 - Capacidad de rango de masa de 200 uma.
 - Detectores analógicos Dual Faraday / Multiplicador de electrones.
 - Triple filtro – filtro de masas cuadrupolar con pre y post filtros.
 - Cabezal RF con:
 - Generador y preamplificadores RF.
 - Unidad de interfaz RC con:
 - Sistema de adquisición de datos controlado por un microordenador.
 - Electrónica de alimentación.
 - Suministros variables para lentes de sonda.
 - Interfaces de comunicación serie RS232, USB y Ethernet LAN.
- Software para PC MASsoft y QGA Professional que incluye:
 - Conjunto completo de modos de visualización de datos.
 - Software de análisis cuantitativo con salida de datos porcentuales, PPM y PPB.
 - Facilidades completas de exportación de datos.
- Cables de comunicación y cables de alimentación.

1.2. Descripción del sistema

Los sistemas HPR-20 R&D permiten analizar de forma continua gases y vapores a presión atmosférica y hasta 30 bares con el uso de adaptadores. Este sistema incluye un espectrómetro de masas de cuadrupolo (QMS) o filtro de masas cuadrupolar de etapa triple de la serie Hiden 3F que se recomienda para

aplicaciones que requieren una mayor sensibilidad y/o análisis de especies corrosivas o condensables. Además, este sistema tiene una capacidad de detección menor a 5 ppb.

Como se observa en la Fig. 2, el instrumento de análisis HPR-20 R&D comprende una entrada de sonda directa, la cual junto con el manómetro de presión total están montados en la cámara de vacío del espectrómetro de masas. Para el muestreo continuo de gases y vapores, este equipo está configurado con un capilar inerte de cuarzo (QIC), el cual emplea una línea de muestreo capilar de 2 metros de largo conectada directamente a la fuente de iones del espectrómetro de masas para mejorar el rendimiento. Además, el equipo contiene una unidad de potencia capilar (CPU), que se utiliza para controlar el calentamiento de la entrada del capilar. La CPU puede proporcionar dieciséis niveles de potencia seleccionables por el usuario y controlar hasta dos capilares. En la parte frontal de esta unidad se encuentra el interruptor de encendido/apagado que controla el suministro de salida del calentador.

Por otra parte, el sistema HPR-20 R&D también consta de un analizador de gas residual (RGA) estándar, una unidad de interfaz RC y un cabezal de radiofrecuencia (RF). La sonda RGA se instala dentro del sistema de vacío y para un rendimiento óptimo el cabezal de RF (amplificador), tipo HAL 3F se conecta a ella a través de un paso de 12 vías. Este instrumento se opera a través del software QGA Professional, misma que proporciona control y afinación completa del instrumento, la adquisición, almacenamiento, recuperación y análisis de datos dentro de la interfaz.

La sonda del analizador RGA contiene una fuente de iones de impacto de electrones, un filtro de masa cuadrupolar de triple filtro y un detector doble de Faraday/multiplicador de electrones de un solo canal (SCEM) apoyado en una brida tipo *Conflat*, lo que permite montarlo en un sistema de vacío. El detector SCEM es un detector multiplicador de electrones secundarios (SEM).

Por su parte, la comunicación con el equipo utiliza una unidad de interfaz RC, la cual normalmente se monta a menos de tres metros del cabezal y la sonda. El panel frontal de la unidad de interfaz RC está constituido por un interruptor de encendido y cinco luces de estado; los conectores de alimentación y del sistema están en el panel posterior. El interruptor de alimentación principal se encuentra en la parte inferior izquierda del panel frontal y se ilumina en verde cuando la interfaz RC está encendida. Además, el estado del instrumento se indica mediante cuatro diodos emisores de luz (*LEDs*) verdes y uno rojo en el lado derecho del panel. Cuando el sistema se encuentra conectado, la interfaz RC puede aplicar energía a la sonda y, por lo tanto, escanear y adquirir datos. El estado de la fuente de ionización se muestra mediante los *LED* Filamento 1, Filamento 2 y Emisión, que indican el o los filamentos seleccionados y si se ha obtenido la emisión requerida. El *LED* de emisión parpadeará si el filamento seleccionado ha fallado. Las fallas internas pueden indicarse mediante el *LED* de Status en rojo; este *LED* se iluminará durante unos segundos cuando se encienda la interfaz RC.

En cuanto a la cámara de vacío del espectrómetro de masas, ésta es evacuada por una bomba turbomolecular de 60 l/s (bomba turbo) instalada en una brida DN-63-CF. El control de bombeo de vacío lo proporciona una unidad de control de vacío analítico (VCU) Hiden montada en la parte delantera del sistema HPR-20 R&D. La bomba turbo está equipada con una válvula de ventilación automática. Asimismo, una bomba *scroll* (Fig. 3) montada externamente proporciona respaldo de la bomba primaria y bombeo de derivación de entrada, lo que brinda un rendimiento excelente para todas las especies de gas, incluidos los gases portadores ligeros como el helio.

Adicionalmente, la cámara del espectrómetro de masas está equipada con un manómetro de iones activo para proporcionar una medición de presión total y protege el espectrómetro en caso de sobrepresión.

La unidad de control de vacío (VCU) de Hiden Analytical es un módulo versátil que se utiliza para controlar el sistema de vacío en los sistemas de reducción de presión

del espectrómetro de masas de cuadrupolo. La VCU controla el bombeo de vacío (bomba turbo Edwards y bomba de respaldo) y muestra la lectura de uno a tres manómetros de presión total. También proporciona enclavamientos para facilitar el funcionamiento seguro del espectrómetro de masas. En el panel frontal de la VCU hay una pantalla LCD y el interruptor de encendido/apagado de las bombas. En la pantalla LCD se muestran los siguientes datos:

- La lectura de presión del manómetro conectado a la conexión G1 del panel posterior. Este es el manómetro de presión total (manómetro de iones activos) instalado en la cámara de vacío del espectrómetro de masas.
- En los sistemas HPR-20 R&D, el tipo de indicador G1 es el AIGX (indicador de iones activo).
- La unidad de presión predeterminada para el manómetro G1 es torr. La otra opción es mbar.
- El estado del *set point* (las opciones serán *OK* y en blanco).
- El estado de la bomba (las opciones *ON* y *OFF*).
- La velocidad de la bomba turbo. Una vez que las bombas se ponen en marcha, la bomba turbomolecular comenzará a acelerar, cuando haya alcanzado la velocidad máxima, se mostrará el 100%.

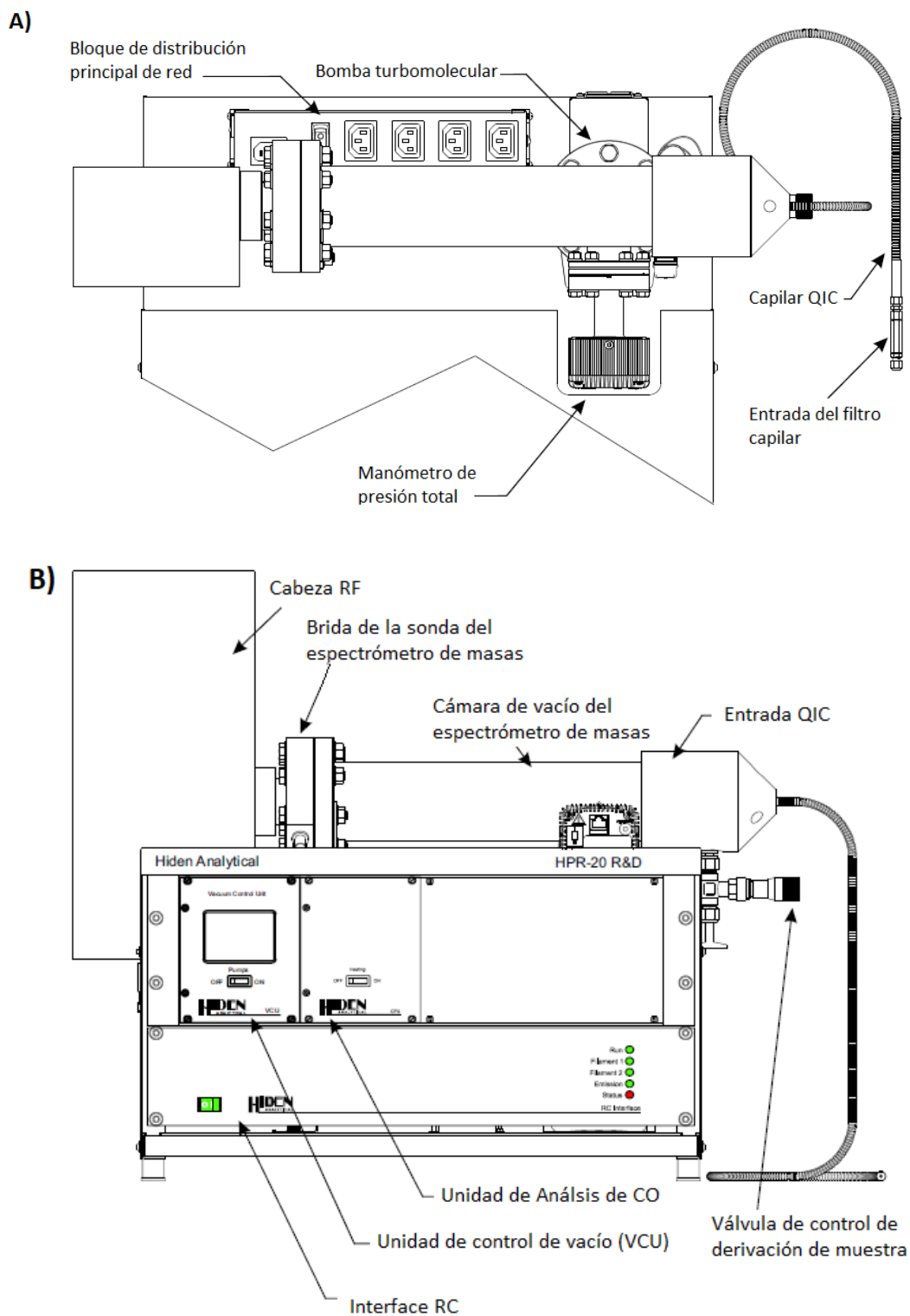


Fig. 2. Vista de los componentes del sistema HPR-20 R&D. A) Vista desde arriba, b) Vista de frente (Imagen tomada y modificada de www.HidenAnalytical.com).



Fig. 3. Imagen de la bomba scroll de respaldo y bombeo de derivación.

Adicionalmente, el HPR-20 R&D consta de un sensor externo para analizar monóxido de carbono (CO). Este dispositivo es denominado unidad analizadora de CO (CMA) y se trata de una caja sellada herméticamente que contiene tubos para hacer pasar dicho gas. Además, debe tener vacío conectado al punto de ventilación en el panel posterior para ventilar de manera segura cualquier fuga de CO.

Como se observa en la Fig. 4, en el panel frontal de la unidad hay un interruptor identificado como “*standby*” y tres interruptores de acción momentánea, así como una pequeña pantalla LCD. Los interruptores del panel frontal son utilizados para controlar las diversas funciones de la CMA:

- *Switch Standby*. Permite apagar la pantalla LCD y eliminar los 24 VDC de los circuitos internos del CMA. La comunicación vía *MODBUS* todavía es posible y la celda de CO ambiental permanece activa. Mientras se está en *standby*, este interruptor parpadeará aproximadamente una vez por segundo. En el modo de calibración, no se observará nada diferente.
- $V\uparrow$. Salida de 24VDC 1 o ARRIBA para navegar por el menú en el modo de calibración.
- $V\downarrow$. Salida de 24VDC 2 o ABAJO para navegar por el menú en el modo de calibración.
- $Amb\downarrow$. Se emplea para encender/apagar la alarma de CO ambiental o ingresar al modo de calibración.

A)



B)

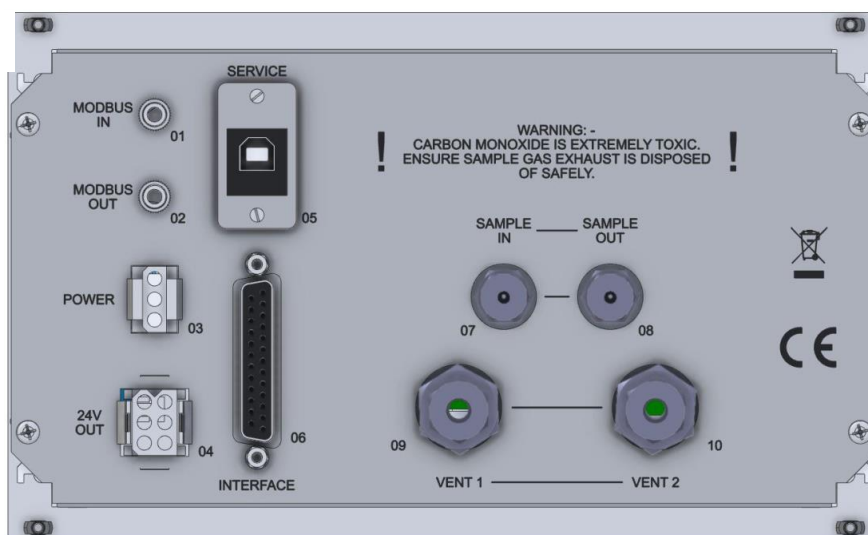


Fig. 4. A) Panel frontal y B) panel posterior de la unidad analizadora de CO (CMA)
(Imagen tomada de www.HidenAnalytical.com).

En cuanto a la pantalla LCD, una vez sea encendida mostrará el número de revisión del firmware y un mensaje de arranque junto con una barra de progresión que indica el progreso de la puesta en marcha. Posteriormente, una vez que el analizador de CO se haya iniciado por completo, la pantalla mostrará los valores actuales de CO en porcentaje y ppm, presión en mbar, temperatura y nivel de ppm de CO ambiental o una indicación si está apagado. En una condición de alarma, la pantalla muestra la alarma ambiental y el nivel de CO. El nivel de activación está configurado de

fábrica en 20 ppm y el usuario puede ajustarlo entre 2 y 500 ppm. El nivel de reinicio es de 2 ppm por debajo de la configuración de activación, es decir, 18 ppm para la configuración de fábrica.

Por otro lado, en la parte posterior se muestran las conexiones referentes a la entrada y salida del gas, venteo y diversas conexiones eléctricas. En particular, la conexión *MODBUS IN 01* permite la comunicación de la interfaz a la unidad de control del espectrómetro de masas.

1.3. Funcionamiento del sistema

Cuando la muestra ingresa al sistema, el capilar inerte de cuarzo emplea dos etapas de reducción de presión para disminuir la presión de la muestra a un nivel aceptablemente bajo para el funcionamiento de la fuente de iones del espectrómetro de masas. En la primera etapa, el gas de análisis desciende por el capilar de sílice mediante la acción de la línea de bombeo de derivación. El gas de análisis sale del capilar a baja presión y alta velocidad. Este flujo incide en un orificio de platino que proporciona la disminución de la presión de la segunda etapa directamente en la fuente de iones del espectrómetro de masas. La distancia desde la salida del capilar hasta el orificio y desde el orificio hasta la fuente de iones es muy corta, normalmente de 4 mm y 12 mm respectivamente, lo cual proporciona la máxima transmisión libre de gas de análisis directamente a la fuente de iones con una mínima interacción superficial o efectos de memoria.

La condensación de vapores o la adsorción de especies activas del gas de análisis se minimizan mediante el calentamiento continuo del capilar de entrada, el orificio y las regiones de derivación de la muestra, lo cual proporciona tiempos de respuesta de menos de 300 milisegundos para los gases y vapores más comunes, incluida el agua. El capilar de sílice se calienta resistivamente a 200°C al pasar una corriente eléctrica a través de la cubierta del capilar de acero inoxidable que lo rodea en toda su longitud. Las regiones del orificio y de derivación de la muestra se calientan mediante un calentador de cartucho integral. Por otra parte, la presión en la interfaz

capilar/orificio depende de la velocidad de bombeo de la línea de derivación de muestra, misma que es ajustada haciendo uso de la válvula de control de derivación de muestra, es decir, permite ajustar la presión de la muestra en el orificio.

El cierre parcial de la válvula de control aumenta la presión de la muestra. Esto da como resultado un aumento en el flujo de gas de muestra a través del orificio de fuga con el correspondiente aumento en la presión de la fuente del espectrómetro de masas. Esta función se utiliza para establecer las condiciones de funcionamiento normales de la fuente del espectrómetro de masas. También se puede usar para aumentar la presión de la fuente durante períodos breves para proporcionar una mejor detección de niveles bajos.

En el analizador de masas cuadrupolo se monta una fuente de iones de impacto de electrones, que crea iones a partir de partículas neutras. Los espectrómetros de masa de cuadrupolo ofrecen la ventaja de emplear tiempos de barrido bajos (esto es, <100 ms), lo que es particularmente útil para realizar barridos de picos cromatográficos a tiempo real. Un cuadrupolo consta de cuatro barras metálicas paralelas. Cada par de barras opuestas se conectan eléctricamente, un par al polo positivo de una fuente variable de corriente continua y el otro par a la terminal negativa. A cada par de barras se aplican potenciales variables de corriente alterna de radiofrecuencia (RF), que están desfasados 180 grados. Los iones de la fuente son acelerados por un potencial de 5 a 15 V e introducidos entre las barras.

El cuadrupolo es parecido a un filtro de banda estrecha variable y funciona por eliminación selectiva de iones, ya que en unas determinadas condiciones de operación transmite sólo iones de un pequeño intervalo de relación masa/carga (m/z); todos los otros iones son neutralizados y eliminados como moléculas sin carga. En general, para que un ion atravesase el cuadrupolo hasta el detector debe tener una trayectoria estable en los dos planos formados por cada par de electrodos opuesto, lo cual es posible al aplicar a cada par de barras opuesta un determinado voltaje y una radiofrecuencia. El ion debe ser suficientemente pesado para no ser

eliminado por el filtro de paso de masa elevada en uno de los planos y lo suficientemente ligero para no ser eliminado por el filtro de masa baja en el otro plano. El cuadrupolo total transmite una banda de iones que tienen un intervalo limitado de valores de m/z . Dicho intervalo puede ser ajustado variando las señales eléctricas del cuadrupolo.

Por otra parte, el analizador de monóxido de carbono (CMA) utiliza una celda de CO integrada para monitorear el nivel de CO dentro de la caja sellada interna del tubo de CO. Durante el funcionamiento el nivel actual se mostrará en la pantalla LCD. Esto se puede desactivar mediante el uso del interruptor **Amb** ↓. Si el nivel de CO ambiental alcanza un umbral preestablecido de fábrica de más de 20 ppm se activa la condición de alarma. Durante una condición de alarma, aparecerá un mensaje de advertencia en la pantalla LCD junto con un pitido audible para informar al usuario de una condición de alarma. El nivel actual de CO en ppm se muestra junto con la configuración del nivel de umbral. La alarma se puede desactivar presionando el interruptor **Amb** ↓.

Cuando se suministra energía, el analizador de CO pasará por una rutina de inicio en la que los tubos de CO tardarán hasta 30 s en iniciarse y tener datos disponibles. El analizador de CO tardará aproximadamente 30 minutos en alcanzar la temperatura de operación y proporcionar datos calibrados. Estos datos se pueden leer en el software del espectrómetro de masas usando el dispositivo **CO-conc** donde hay una opción para niveles de porcentaje y ppm (Ver Sección 3.5), sin embargo, es indispensable calibrar el analizador de CO debido a las desviaciones en la temperatura ambiente y la presión dentro de la unidad (Ver Sección 2.2).

2. Operación del equipo

2.1. Encendido del equipo

Para iniciar el equipo es necesario seguir los siguientes pasos:

1. Conectar el bloque de distribución principal de energía a la fuente de suministro y mover el interruptor a la posición “ON”. Es recomendable el uso de un UPS

para salvaguardar la integridad del instrumento. Se observará que la pantalla de la unidad de control de vacío se iluminará y se mostrarán las leyendas “*Pumps Off*” y “*SP1 off*”.

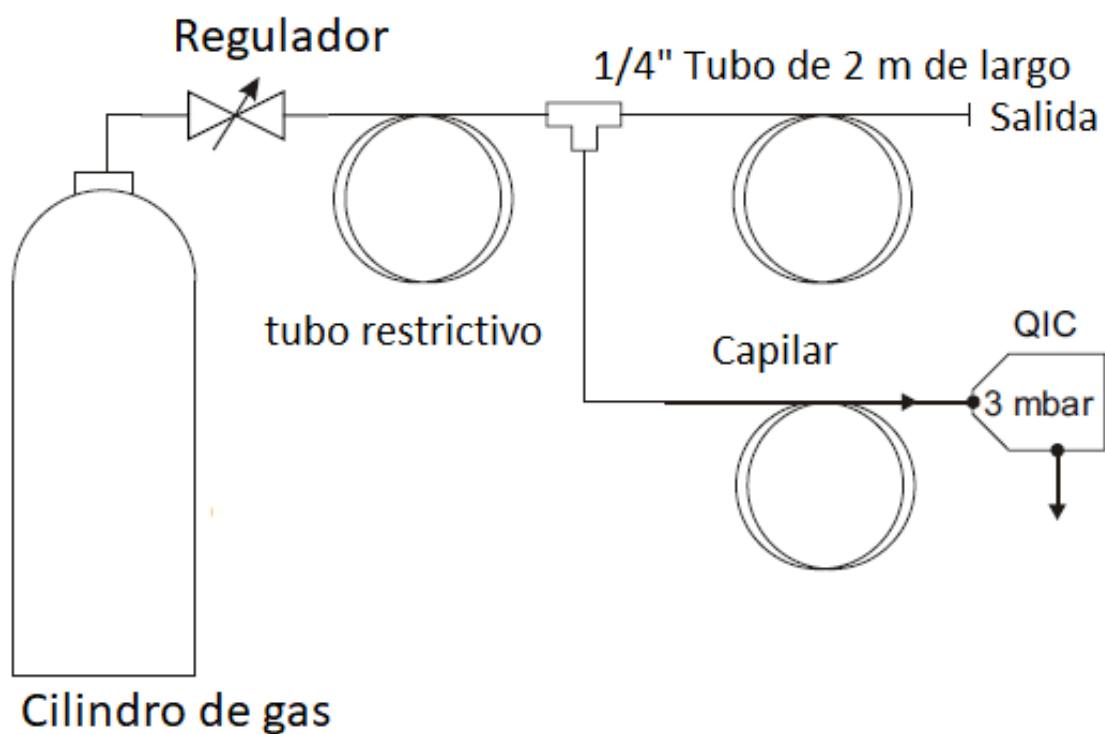
2. Mover el interruptor de la bomba de la unidad de control de vacío a la posición *ON*. La unidad de control de vacío (VCU) se encenderá, por lo tanto:
 - La bomba turbo y la bomba *scroll* de respaldo/derivación se iniciarán (la velocidad de la bomba turbo se indicará en la parte inferior de la pantalla).
 - La válvula de ventilación de la bomba turbo se energizará y se cerrará.
 - Antes de que la bomba turbo alcance la velocidad máxima, la presión total se mostrará en la pantalla de la unidad de control de vacío (VCU).
3. Esperar a que la presión total que se muestra en la VCU sea 9×10^{-6} Torr o menos.
4. Cuando la presión sea menor a 9×10^{-5} Torr encender la unidad de interfaz RC. Una vez que la presión este por debajo del punto de referencia, la pantalla de la VCU mostrará el mensaje “*SP1 OK*”.
5. Iniciar el software QGA Professional (en el escritorio de la computadora se presenta el acceso directo).
6. Una vez abierto el programa, seleccionar “*Connect*” para dar paso a la comunicación computadora-equipo (Ver. Sección 3).

Algunas consideraciones que son importante tener presentes son las siguientes:

- Por lo general, el indicador de presión total se encenderá en menos de un minuto y la bomba turbo alcanzará la velocidad máxima en menos de dos minutos.
- La presión total en la cámara del espectrómetro de masas del analizador de gases de la serie QIC debe establecerse en 1×10^{-6} Torr al tomar muestras de aire o nitrógeno seco.
- Los enclavamientos evitarán el funcionamiento de los filamentos de la fuente de ionización del espectrómetro de masas cuando la presión de la cámara de vacío del espectrómetro de masas sea demasiado alta o la bomba tubo no funcione a toda velocidad.

- Para el análisis de trazas de alta sensibilidad, la presión total se puede configurar ligeramente más alta, pero esto puede desencadenar el disparo por sobrepresión al tomar muestras de algunas mezclas de gases.

En cuanto al suministro de los gases de análisis, se debe tener en consideración que la entrada del capilar del HPR-20 R&D no se debe conectar directamente al cilindro de gas, sino que se debe utilizar la disposición que se muestra en la Fig. 5, lo cual permitirá mantener una presión cercana a la del gas del cilindro en la entrada del capilar.



*Fig. 5. Arreglo del sistema de muestreo del cilindro de gas
(Imagen tomada y modificada de www.HidenAnalytical.com).*

2.2. Calibración de la Unidad Analizadora de CO (CMA)

Se recomienda que la calibración de la CMA se lleve a cabo con 0 ppm para el *zero* y 80% del rango completo para la calibración del gas *Span*. Además, se sugiere realizar dicha calibración más de una vez. Es necesaria la estabilización de la temperatura del detector termopila, por lo cual, el analizador de CO debe encenderse durante un mínimo de 30 minutos antes de realizar la calibración y ésta deberá verificarse después de 12 o 24 h, ya que el acero inoxidable utilizado para los tubos de CO es un mal conductor del calor.

Por otra parte, desconectar la alimentación del analizador de CO durante la calibración dará resultados no válidos y dañará la placa del circuito impreso de medición del tubo de CO. Además, se deben usar niveles correctos de CO, por lo que el usuario deberá verificar que contengan el nivel correcto de ppm (*gas Cal*). Durante la calibración, se debe dejar que el gas de calibración seleccionado fluya a través de la entrada del analizador de CO durante un mínimo de dos minutos para crear una constante estable y un valor consistente contra el cual calibrar. El usuario debe realizar tres calibraciones (*Zero Cal*, *Span Cal* y *Temp Cal*) durante el procedimiento de calibración con la finalidad de asegurar que el *Zero* y *Span* estén calibrados a la temperatura actual.

Para entrar al modo de calibración, el usuario deberá presionar y mantener el interruptor Amb.⌵ por más de tres segundos y después soltar.

En el modo de calibración principal, la pantalla mostrará lo siguiente:

- *ZERO CAL<*
- *SPAN CAL*
- *TEMP CAL*
- *EXIT*

La posición del símbolo < indicará la calibración actualmente seleccionada.

Usando los interruptores de arriba y abajo, el usuario puede navegar hacia otras funciones de calibración o seleccionar **EXIT** para regresar al modo de operación normal.

Al seleccionar el interruptor de *enter* (↵) mientras se selecciona un elemento (indicado a través del indicador ◀) se realiza la acción seleccionada.

➤ **ZERO CAL**

La función **ZERO CAL** establecerá el valor actual en cero. Un gas que no contenga monóxido de carbono debe fluir a través del tubo del analizador de CO durante un mínimo de dos minutos antes de realizar la calibración para que cualquier CO residual se purgue completamente del tubo de CO. Se recomienda el uso de nitrógeno puro como gas cero. Una vez que se completa la calibración del zero, el menú vuelve al modo de calibración principal.

➤ **SPAN CAL**

Esta función establecerá el valor actual de CO al valor calibrado ingresado por el usuario. Es importante tener presente que la calibración por arriba de un 80% de la escala completa puede resultar en una calibración **SPAN** incorrecta debido a la medición de calibración **SPAN** interna configurada de fábrica para limitar el valor de rango total. Durante este proceso, el gas de calibración debe estar fluyendo a través del tubo de CO por al menos 2 minutos antes de comenzar la calibración del gas **SPAN**, de tal forma que el nivel de concentración en el tubo de CO tenga un valor constante y uniforme. Al término de la calibración del gas **SPAN**, la pantalla del analizador de CO muestra la concentración de CO medida. El usuario deberá usar las flechas arriba y abajo para establecer la concentración de CO citada en el gas calibración. Luego deberá presionar el interruptor de *enter* para establecer el ajuste definido por el usuario. Es posible que sea necesario ejecutar este proceso varias veces si el nivel actual de CO aumenta o disminuye +/- 200 ppm debido al error debido a la escala completa. Una vez finalizada la calibración, el menú vuelve al modo de calibración principal.

Para salir de la función *SPAN CAL* sin configurar un nuevo punto de intervalo, el usuario debe eliminar el *link* de calibración.

➤ **TEMP CAL**

La función *TEMP CAL* establecerá la temperatura actual de la termopila al valor ingresado por el usuario. La temperatura actual se muestra junto con la variable definida por el usuario. Una vez finalizada la calibración, el menú vuelve al modo de calibración principal.

Se debe tener claro que esta no es la temperatura ambiente. Es la temperatura del detector de termopila del tubo de CO. Ajustar la temperatura a la temperatura ambiente hará que se muestren datos incorrectos. Una vez que se haya completado todas las funciones de calibración, el usuario puede seleccionar *EXIT* del menú de calibración para reanudar el funcionamiento normal.

2.3. Apagado del equipo

Para apagar el sistema será necesario seguir los siguientes pasos:

1. Apagar los filamentos del espectrómetro de masas y cerrar el software QGA Professional (Ver sección 3).
2. Apagar la unidad de interfaz RC. Esperar un mínimo de 10 minutos para que los filamentos se enfríen.
3. Apagar los calentadores (*heaters*). Esperar 20 minutos para que los calentadores se enfríen, incluido el calentador capilar QIC.
4. Mover el interruptor de la bomba de la unidad de control de vacío a la posición *OFF*. La bomba turbo se apagará y comenzará a desacelerar. Después de un momento, la válvula de ventilación se abre y la bomba *scroll* se apaga. El manómetro de presión total se apagará automáticamente.
5. Esperar a que el sistema se ventile, por lo general, esto puede ser de tres a cuatro minutos.
6. Apagar el bloque de distribución de energía a la posición de apagado y desconectar del suministro de energía.

3. Manipulación del Software

El software QGA Professional es un paquete específico de la aplicación para el análisis cualitativo y cuantitativo de gases y vapores en tiempo real.

Este software cuenta con las siguientes características:

- Permite el análisis de hasta 32 especies cuya concentración puede analizarse en un rango de 0.1 ppm a 100%.
- Cuenta con una biblioteca espectral de diez picos con opción de escaneo de biblioteca inteligente.
- Calibración de gases con corrección de fondo (*background*).
- Activación automática del inicio del análisis desde una entrada externa.
- Vista de datos con tres ejes Y para la visualización simultánea de datos cuantitativos, datos corregidos y datos sin procesar y/o datos de señales externas, por ejemplo, temperatura.
- Capacidad para leer múltiples entradas, por ejemplo, temperatura o presión.
- El eje X puede mostrar el tiempo o una entrada externa, como una rampa de temperatura.

La Fig. 6 muestra una vista de la pantalla que se despliega al abrir el software QGA Professional. Dicha pantalla consta de dos áreas: los controles de conexión en la parte superior y el área de Evaluación Espectral en la parte inferior.

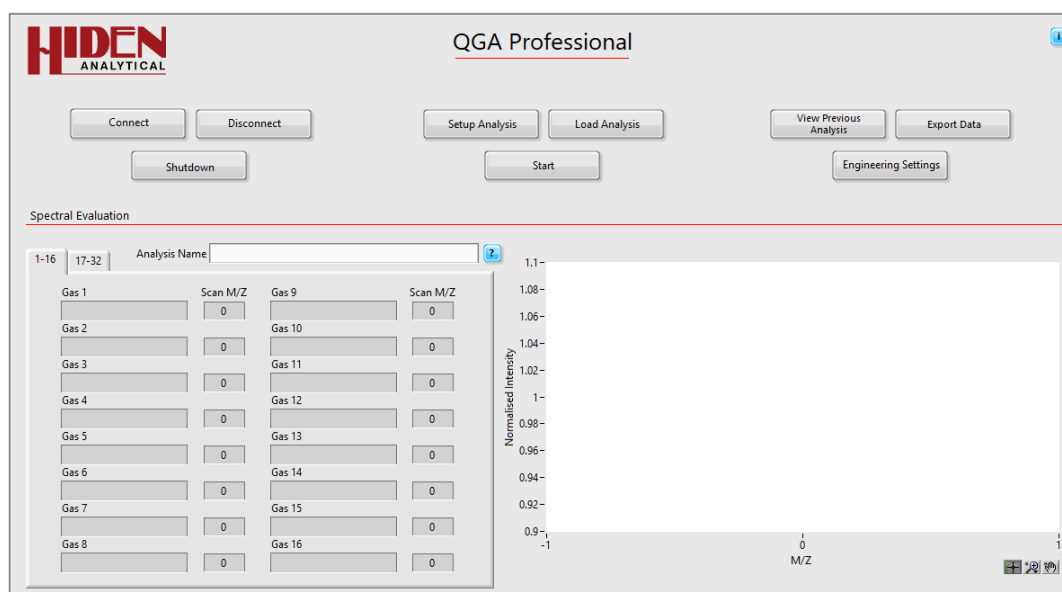


Fig. 6. Vista de la pantalla de inicio del software QGA Professional

La función de los controles de conexión o comandos es la siguiente:

- **Connect.** Permite conectar la aplicación QGA Professional al sistema de análisis de gases y encender los filamentos. Después de un pequeño *delay*, se muestra un recuadro en el que se visualiza el estado del sistema, la emisión y el filamento (se mostraran *LEDs* en verde (Fig.7)).

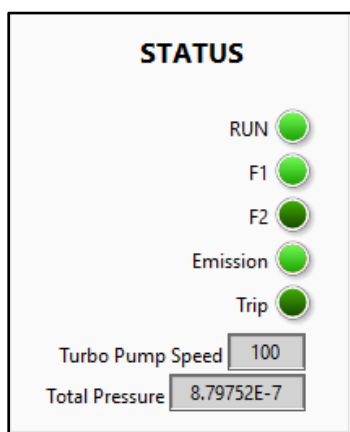


Fig. 7 Ventana de estado.

En este sentido, se muestran 5 LEDs:

- *Run.* Se ilumina cuando la aplicación QGA Professional se conecta al sistema de análisis de gas.
- Filamento 1. Se ilumina cuando el filamento1 se energiza.
- Filamento 2. Se ilumina cuando el filamento 2 se energiza.
- Emisión. Se iluminará verde cuando el sistema de análisis de gas haya establecido el nivel de emisión correcto y rojo si no lo hace.
- Bomba turbo. La velocidad de rotación de la bomba turbo del sistema de análisis de gas como porcentaje de la velocidad máxima se muestra en el cuadro de texto "Bomba turbo". El porcentaje mostrado debe ser 100% cuando QGA Professional está en uso y conectado a la interfaz RC.
- Presión total. En este cuadro de texto se muestra la presión total medida por el manómetro de cátodo frío instalado en el sistema de análisis de gases. El valor nominal debe estar entre 1×10^{-6} y 5×10^{-6} Torr cuando la aplicación está en uso y conectada a la interfaz RC.

- **Disconnect.** Apaga los filamentos y desconecta la aplicación QGA Professional del sistema de análisis de gases.
- **Shutdown.** Un clic en este comando hará que la unidad de control del espectrómetro de masas se apague y la aplicación QGA se cierre.
- **Setup Analysis.** Al hacer clic en este botón, se abre una ventana que permite configurar un análisis.
- **Load Analysis.** Permite utilizar una configuración de análisis previamente almacenada para adquirir datos.
- **Start.** Permite iniciar el análisis. Se abrirá la pantalla de visualización de datos y el análisis comenzará de acuerdo a la configuración de análisis cargada previamente.
- **View Previous Analysis.** Permite abrir un cuadro de diálogo para abrir un archivo de datos previamente almacenado.
- **Export Data.** Exporta datos directamente a Excel o un archivo .CSV.
- **Engineering Settings.** Un clic en este botón abre la ventana de configuración donde se pueden establecer, visualizar o modificar parámetros del instrumento.

Cuando se ha cargado un análisis, la sección correspondiente a Evaluación espectral en la parte inferior de la pantalla principal muestra información clave sobre la configuración del análisis. Del lado izquierdo se muestra información sobre el análisis actualmente cargado, que incluye: nombre del análisis, los gases seleccionados e información sobre los ajustes de medición. Por otra parte, en el lado derecho de la pantalla se muestra un histograma que representa el patrón de fragmentación del análisis. Los picos de masa debidos a cada gas se muestran en el mismo color. Cuando los gases producen picos de masa coincidentes, se muestran uno encima del otro (Fig. 8).

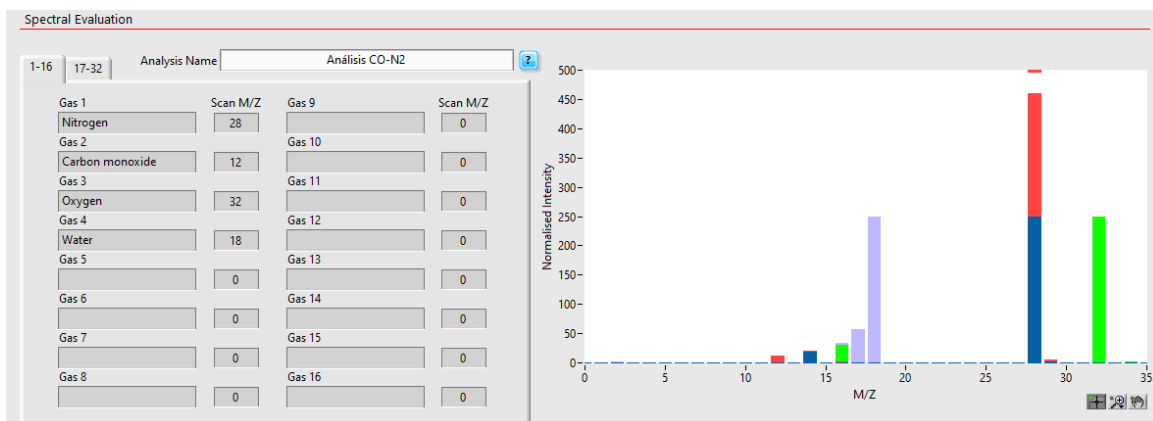


Fig. 8 Visualización de la Evaluación Espectral de la configuración de un análisis.

Al dar clic derecho en la sección de Evaluación espectral aparece un menú secundario que permite configurar y modificar la configuración de la pantalla existente. Las opciones dadas son las siguientes:

- **Display** → **Show MZ Scan Value MZ**. Muestra el valor *Scan MZ* que se utilizará para cada gas en la exploración. La visualización cambia tanto en la tabla de la izquierda como en el gráfico.
- **Display** → **Show Scan Intensity Value**. Muestra el valor de intensidad correspondiente del pico *Scan MZ*. Es preferible un valor de intensidad alto, ya que indica que hay más señal para medir aunque el valor de intensidad se seleccionará automáticamente en función del cálculo de superposición.
- **Display** → **Adjust Concentrations**. Muestra controles deslizantes para cada uno de los gases en el análisis. Estos se pueden usar para ajustar los niveles de concentración normalizados para ver cómo se ven afectadas las superposiciones a medida que cambian las concentraciones de los gases.
- **Graphing** → **Log Scale**. Habilita/deshabilita una escala logarítmica en el eje y esto es útil para visualizar superposiciones y concentraciones de bajo nivel.
- **Graphing** → **Plot Legend**. Haga clic para habilitar o deshabilitar la leyenda de la trama.
- **Graphing** → **Autoscale X**. Haga clic para habilitar o deshabilitar la escala automática en el eje X (obligatorio si el usuario desea utilizar las funciones de zoom/escalado en el gráfico).

- **Graphing** → **Autoscale Y**. Haga clic para habilitar o deshabilitar la escala automática en el eje Y (obligatorio si el usuario desea utilizar las funciones de zoom/escalado en el gráfico).

Los archivos de datos se guardan en un formato **.tdms** (archivo de medición binario). No obstante, los datos se pueden exportar durante el análisis o posteriormente en Microsoft Excel o en formato **.csv** (variable separada por comas).

3.1. Configuración de un análisis

Antes de llevar a cabo un análisis es necesario configurar y guardar las condiciones bajo las que se llevara a cabo, por lo cual será necesario crear un archivo que contenga información de los gases a escanear, el detector utilizado y los rangos de escaneo. Para realizar lo anterior, el usuario debe dar clic en la opción **Setup Analysis**, lo que desplegará una nueva pantalla (Fig. 9).

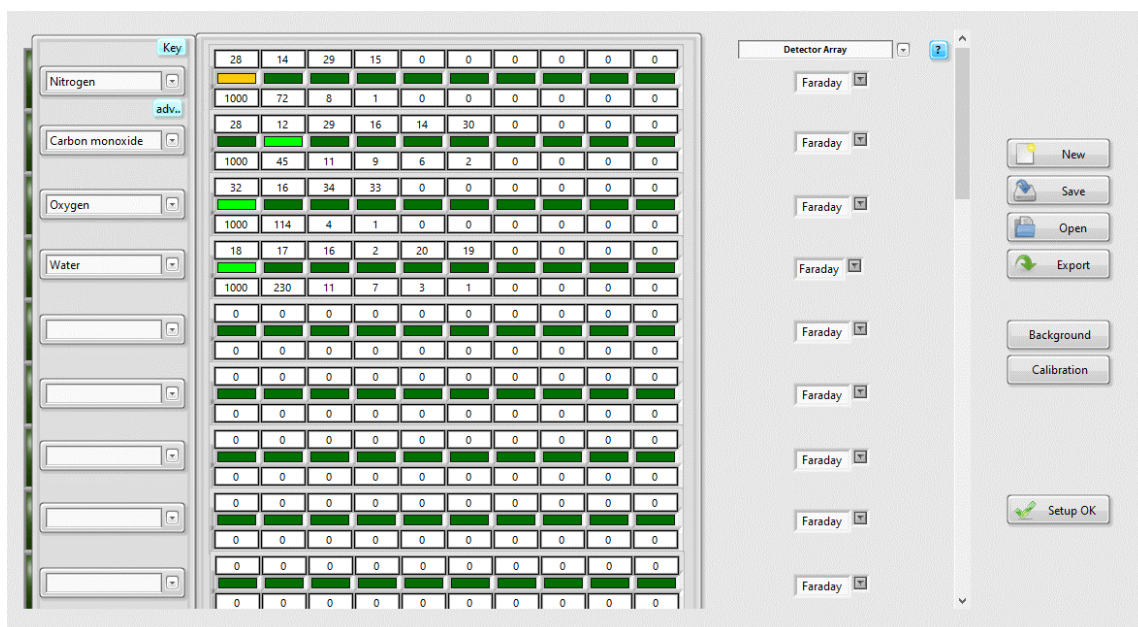


Fig. 9. Pantalla que muestra la configuración del Setup Analysis.

Del lado izquierdo de la imagen se encuentran una serie de recuadros o casillas en las que es posible seleccionar los nombres de hasta 32 gases diferentes a la vez. El usuario deberá escoger el gas haciendo clic en la pequeña flecha desplegable de

cada casilla para explorar los gases disponibles en la biblioteca. Para cada gas seleccionado, los picos en el espectro de masas se muestran como masa atómica (uma) y la intensidad relativa normalizada a 1000 para el pico más grande. Las masas se muestran en orden descendente comenzando con el pico principal (más grande). Entre la fila correspondiente a los números de masa y la fila de las intensidades de los picos hay una fila de *LEDs* que indican la idoneidad del pico para su uso en el análisis. Se puede ver el significado del color de los *LEDs* haciendo clic en el botón **Key** (Fig. 10).

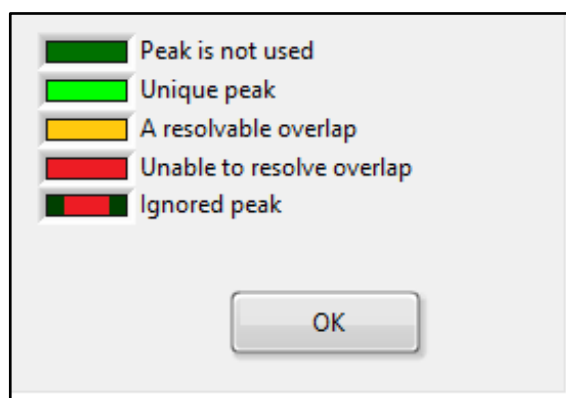


Fig. 10. LEDs que indican la idoneidad del pico.

Analizando los **LED's** de superior a inferior, el primero indica que el pico no está en uso, el segundo indica un pico único, el tercero una superposición resoluble, el cuarto indica que el pico no puede resolver la superposición y el último un pico ignorado.

Para simplificar el análisis se muestra un solo pico para cada gas (pico de interés) e indica la masa del pico que se escaneará en busca del gas. El software utiliza un algoritmo especial para resolver superposiciones entre gases para permitir que se midan los gases que compartan la misma uma. Por lo tanto, cuando sea posible la aplicación QGA seleccionará automáticamente el "mejor" pico para usar en la medición. Para ver como la aplicación analiza los picos, el filtrado se puede desactivar haciendo clic con el botón derecho en la sección de picos y seleccionando **Filtering On/Off**.

Por otra parte, a la derecha de la información correspondiente a los picos, se presentan las opciones de configuración (Fig. 9). La vista predeterminada muestra el detector que se utilizará en la medición. Sin embargo, al dar clic en la pestaña ▾, se despliega una lista que incluye información del *background* y calibración para cada gas, así como los picos únicos e ignorados que afectan el filtrado y la selección automática de medición de los picos (Fig. 11).

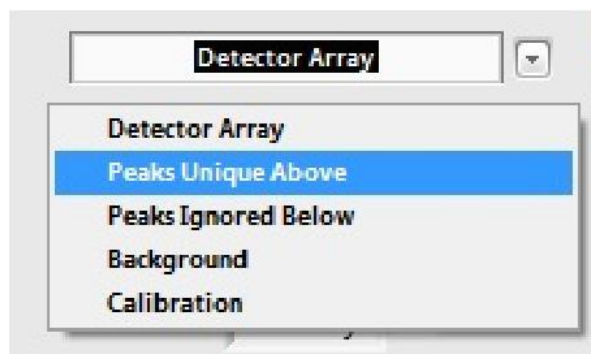


Fig. 11. Opciones de configuración.

La información proporcionada por cada una de estas opciones de configuración es la siguiente:

- ***Detector Array.***

Permite seleccionar el detector Faraday o SEM para cada gas. El detector Faraday es la opción predeterminada.

- ***Peaks Unique Above.***

Al dar clic en esta opción se muestra una barra deslizante que controla cada uno de los picos (Fig. 12). El software QGA Professional solo considerará que un pico es único cuando el pico tiene un valor de intensidad mayor que el límite superior único. Si se tienen dos gases en una mezcla que presentan picos superpuestos y únicos, por ejemplo, si el gas 1 tiene un pico principal a 40 uma con una intensidad de 1000 y un pico secundario a 50 uma con una intensidad de 200, mientras que el gas 2 tiene un pico principal de 50 uma (intensidad de 1000), se entiende que hay una superposición con el pico secundario del Gas 1. No obstante, el gas 2 también tiene

Key

Nitrogen

adv.

Carbon monoxide

Oxygen

Water

28	14	29	15	0	0	0	0	0	0
1000	72	8	1	0	0	0	0	0	0
28	12	29	16	14	30	0	0	0	0
1000	45	11	9	6	2	0	0	0	0
32	16	34	33	0	0	0	0	0	0
1000	114	4	1	0	0	0	0	0	0
18	17	16	2	20	19	0	0	0	0
1000	230	11	7	3	1	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Peaks Unique Above

0 250 500 750 999

0 250 500 750 999

0 250 500 750 999

0 250 500 750 999

0 250 500 750 999

0 250 500 750 999

0 250 500 750 999

0 250 500 750 999

0 250 500 750 999

0 250 500 750 999

New

Save

Open

Export

Background

Calibration

Setup OK

vincular picos únicos al primer elemento. De manera automática aparecerá una marca que indica que los controladores deslizantes ahora están vinculados.

- ***Peaks Ignored Below.***

Este comando permite excluir del análisis los picos pequeños en el espectro de masas de un gas. Supongamos que en un análisis de una mezcla de gases hay una concentración de un Gas 1. En el espectro de masas del Gas 1 hay un pico de baja intensidad que se superpone con un pico en el espectro de masas de gas 2. Esto da como resultado picos únicos o superposiciones que pueden resolverse para el gas 2. Dado que la concentración del gas 1 es baja y el pico superpuesto tiene una intensidad baja, el usuario puede ignorar este pico estableciendo el límite de pico para el gas 1 justo por encima de la intensidad del pico superpuesto. De esta forma, se ignorarán todos los picos con valores de intensidad por debajo del valor ignorado. Hacer esto da como resultado datos ligeramente distorsionados (se ignoran los datos de picos superpuestos), pero permite al usuario anular el software cuando sea necesario y realizar el análisis lo mejor posible. Por ejemplo, al considerar el análisis de monóxido carbono (CO), dióxido de carbono (CO₂) y nitrógeno (N₂); si la concentración esperada de CO₂ es muy baja en comparación con el rango de concentración esperado de CO y N₂, entonces el valor ***Ignore Below*** se puede configurar alto, por encima de 114. Todos los picos en el espectro de masas de CO₂, excepto 44, no se tendrán en cuenta para el cálculo. Si se espera que la concentración de CO sea alta, se puede reducir el umbral único superior (a 30 en este caso) y se puede utilizar masa 12 como pico único. Dependiendo de la concentración esperada de N₂ en la mezcla, el usuario puede seleccionar que el valor ***Ignore Below*** en CO sea 10 y el límite único por encima de N₂ sea 50, de tal forma que el LED de masa 14 ahora se iluminará verde.

El programa mide la altura del pico para el número mínimo de picos necesario para completar el análisis. Para aplicaciones específicas de análisis de gases, el sistema se puede configurar con límites seleccionados por los ingenieros de aplicaciones para un análisis óptimo. El usuario simplemente cargaría el análisis en la primera pantalla y calibraría.

Del lado derecho de la pantalla también se presentan los comandos *save*, *open*, *export*, *background* y *calibration*:

- **Botón New.** Borra todos los gases del área de configuración de gases para que se pueda crear un nuevo análisis sin usar ninguna configuración existente.
- **Botón save.** Se utiliza para guardar la configuración de un análisis. En general, se mostrará un cuadro de diálogo estándar de Windows para guardar archivos.
- **Botón open.** Abre un cuadro de diálogo de apertura de archivo desde donde se puede seleccionar un archivo existente para editarlo o usarlo como base para un nuevo análisis.
- **Botón export.** Se genera una captura de pantalla con extensión *jpeg* de las superposiciones espectrales y la configuración del filtro utilizada. Esto se guarda en la carpeta de informes ubicada en la dirección: **Mis documentos** → **Hidden Analytical** → **QGA** → **Reports**. Esta herramienta se puede utilizar para compartir información sobre la configuración de instalación propuesta.
- **Background y Calibration.** Al hacer clic en alguno de estas dos opciones se abrirá una nueva ventana para configurar cada una de estas secciones. *En los apartados 3.3 y 3.4 se describe con más detalle dicha configuración.*
- **Setup OK.** Una vez que se haya guardado o cargado una nueva configuración de análisis, al dar clic en *setup ok*, el usuario volverá a la pantalla de inicio principal.

Finalmente, al dar clic en el botón **Adv...** (botón avanzado), el cual se encuentra ubicado debajo de la primera casilla de selección de gas, es posible visualizar la configuración avanzada para un análisis, de tal forma que la vista principal cambiará para revelar la configuración como se aprecia en la Fig. 13.

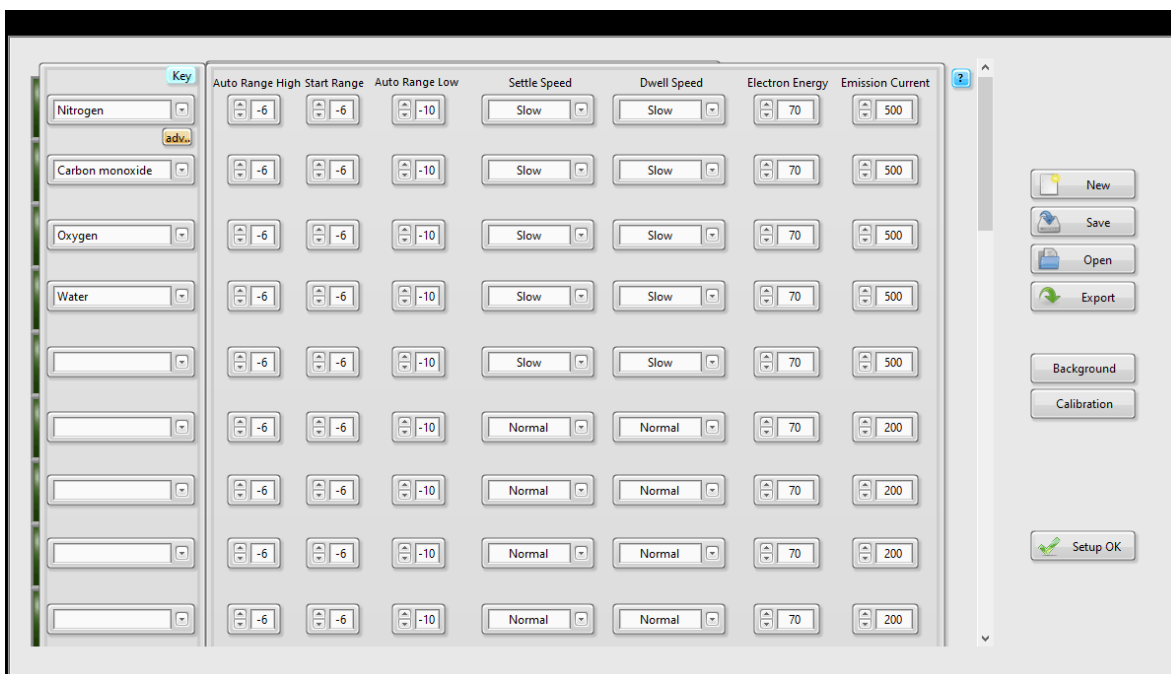


Fig. 13. Pantalla para la configuración avanzada de un análisis.

En esta pantalla se presentan 7 parámetros que pueden ser modificados:

- **Autorange High.** Controla el rango más alto al que el detector se puede ajustar automáticamente. Para el detector SEM el rango es de -7 a -13 y para el detector Faraday el rango es de -5 a -10.
- **Start Range.** El rango en el que comenzará el primer escaneo. Este valor debe establecerse entre los valores *Autorange High* y *Autorange Low*; de lo contrario se obtendrán datos incorrectos.
- **Autorange Low.** Controla el rango más bajo al que el detector se puede ajustar automáticamente. Para el detector SEM el rango es de -7 a -13 y para el detector Faraday de -5 a -10.
- **Settle Speeds.** Se refiere al tiempo de establecimiento, es decir, el tiempo para permitir que el instrumento se estabilice antes de que comience el análisis. Se tienen tres opciones de velocidad: rápida, normal y lenta.
- **Dwell Speeds.** El tiempo de permanencia define el tiempo utilizado para adquirir un solo punto en el escaneo. Las opciones son rápido, normal y lento.

Es posible variar la sensibilidad y la velocidad de las adquisiciones disminuyendo o aumentando los tiempos de permanencia y establecimiento.

- **Electron Energy.** Permite ajustar la energía en el rango de 4 a 70 eV. Esto se puede utilizar para reducir la energía de los electrones para experimentos de ionización suave. Normalmente, esto se deja establecido en 70 eV.
- **Emission.** Permite configurar la corriente de emisión en el rango de 0 a 2000 uA.
- **Current.** La corriente de emisión debe ajustarse al valor utilizado por el software.

Es posible configurar todos los valores de configuración avanzada de la misma manera vinculando todas las entradas en la columna al valor del primer gas. Para ello es necesario dar clic derecho en la columna de controles a vincular y hacer clic en la opción vincular controles al canal 1.

3.2. Ejecución de un análisis

Después de configurar un análisis, haber guardado el archivo y conectar los gases de interés al equipo deben seguirse los siguientes pasos para ejecutar un análisis:

1. En la pantalla principal del software QGA Professional, dar clic en el botón **Load Analysis**. Automáticamente se mostrará un cuadro de diálogo en el que se deberá seleccionar el archivo guardado previamente.
2. Seleccionar el archivo de análisis requerido. Todos los archivos de configuración tienen *.tdms* como sufijo del nombre del archivo.
3. Clic en **OK**. El nombre del archivo se mostrará en el cuadro denominado **Analysis name**. Además, en el área designada a los nombres de los gases, se mostrarán aquellos gases especificados en el archivo de configuración. En la parte derecha de la pantalla se visualizará en forma de histograma los patrones de fragmentación para los gases especificados.
4. Para iniciar el análisis, dar clic en el botón **Start**. En automático, se mostrará una ventana en la que se puede visualizar gráficamente la concentración de los gases (Fig. 14).

3.3. Background

Antes de realizar un análisis cuantificable es necesario tomar un *background*, por lo cual se deberá conectar un gas cero al sistema de análisis de gases y medir las especies a ser analizadas. En seguida, el software QGA deduce estos valores de los valores medidos durante el análisis. No obstante, para un análisis preciso de trazas de bajo nivel, puede ser necesario conectar el gas cero durante varias horas antes de realizar el *background*. Para iniciar la colección de un *background*, el usuario deberá salvar el archivo y posteriormente dar clic en el botón **background** (Fig. 16). Automáticamente se abrirá una ventana en la que se deberán seleccionar los gases de análisis exceptuando el gas de fondo, que usualmente se trata de un gas acarreador. En esta pantalla se tienen 3 comandos: *Return Home*, *Scan for Background* y *Manually Set Background*.

- **Return Home.** El usuario regresará a la ventaja de configuración de análisis y cerrará el asistente de medición del *background*.
- **Automatic background.** Al dar clic en este botón el análisis *background* se realizará de forma automática.
- **Manually Set Background.** Dará la opción de configurar manualmente los niveles de *background* para los gases seleccionados.

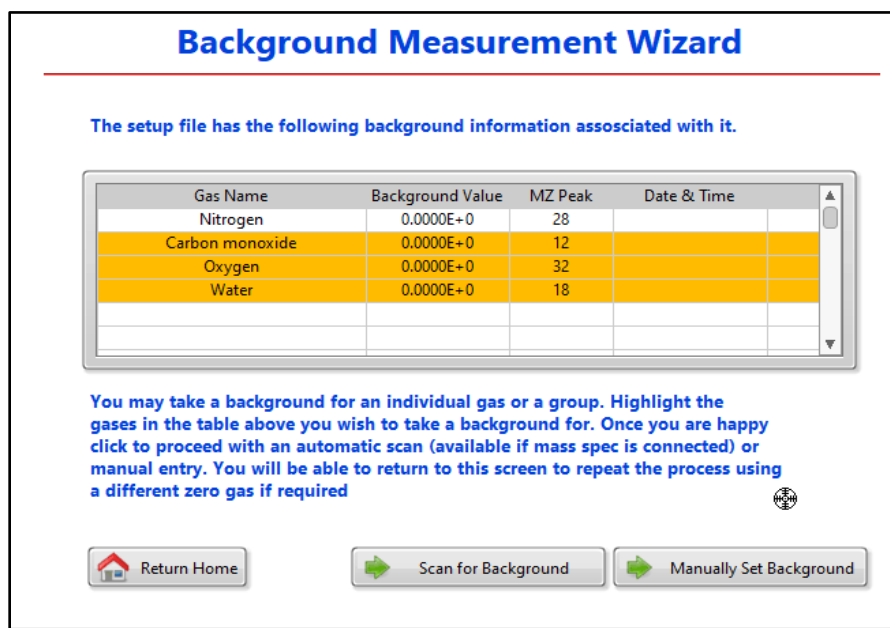


Fig. 16. Vista de la configuración para realizar una medición de fondo (*background*).

3.3.1 Automatic Background

Para realizar la medición de un background de forma automática se deben seguir los siguientes pasos:

1. En el asistente de medición del *background*, seleccionar el gas o los gases que se incluirán en la medición, excepto el gas de fondo.
2. Dar clic en **Scan for Background**. Se visualizará una nueva pantalla (Fig. 17). Al seleccionar esta opción, la medición del *background* puede ejecutarse en segundo plano hasta que se cancele manualmente o hasta que se alcance un determinado valor de desviación estándar relativa (RSD). El valor de RSD es un indicador de la estabilidad de los datos colectados y se basa en la cantidad de valores especificados en el cuadro **Rolling Average**.

Step 2 - Confirm selection & select background accuracy

You have selected the following gases for which a background will be taken

Carbon monoxide
Oxygen
Water

RSD Target
0.1

Rolling Average
10

Scan can be manually aborted or run until a specified % relative standard deviation is reached for all gases

Scan until Aborted (default)

Previous Start Scan

Fig. 17. Selección y confirmación de los gases y la exactitud en su análisis.

3. Para empezar la medición se debe dar clic en el botón **Start Scan**. Inmediatamente se mostrará la ventana de medición en curso (Fig. 18). La otra opción es dar clic en el botón **Previous** y en ese caso se volverá a la pantalla donde se puede cambiar la selección de gas.

En la pantalla de análisis se presenta el valor de RSD junto al nombre del gas. El escaneo se puede detener haciendo clic en el botón **Abort**. Cuando el escaneo del *background* finalice se mostrará en segundo plano un cuadro de diálogo con la leyenda **Background Scans Complete**. Al dar un clic en **OK**, el cuadro se cerrará.

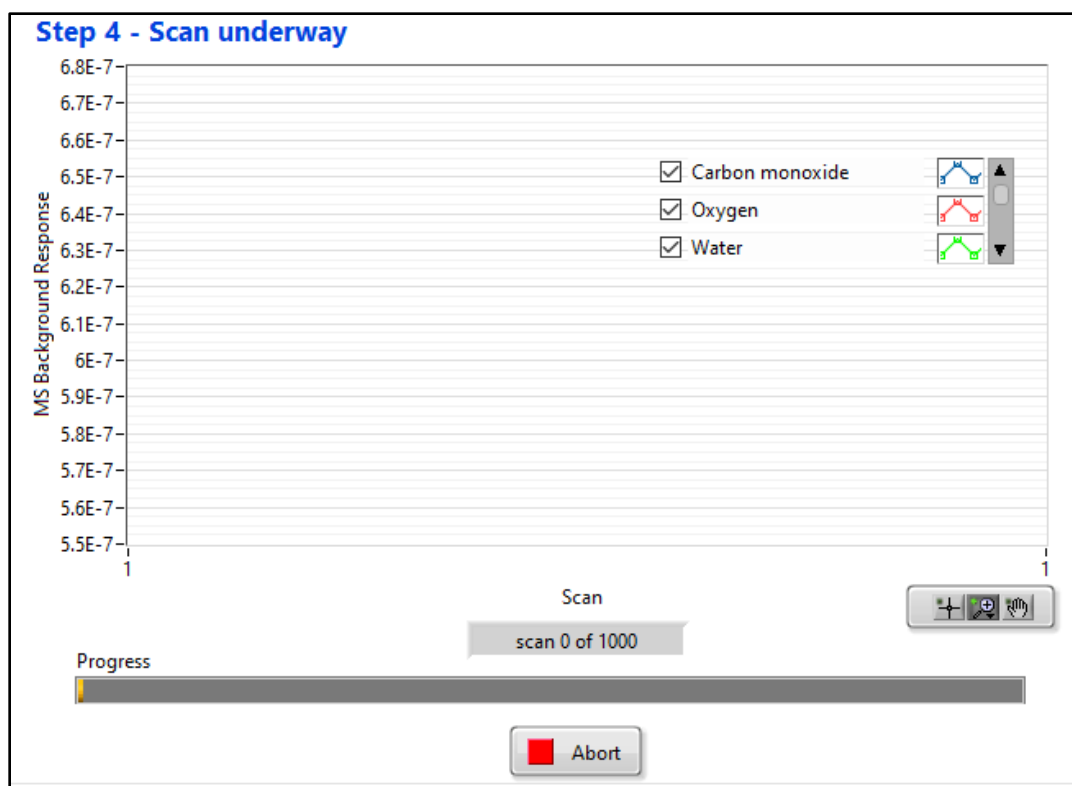


Fig. 18 Pantalla de medición del background.

4. Como se muestra en la Fig. 19, una vez que el escaneo es detenido, se debe dar clic al botón **Next** y enseguida se desplegara otra ventana con la leyenda **Review background**. Siempre que el usuario esté satisfecho con los valores obtenidos durante el *background*, dar clic en el botón **Add to Setup** y

posteriormente **Finished**. Nuevamente se mostrará la ventana de configuración de análisis.

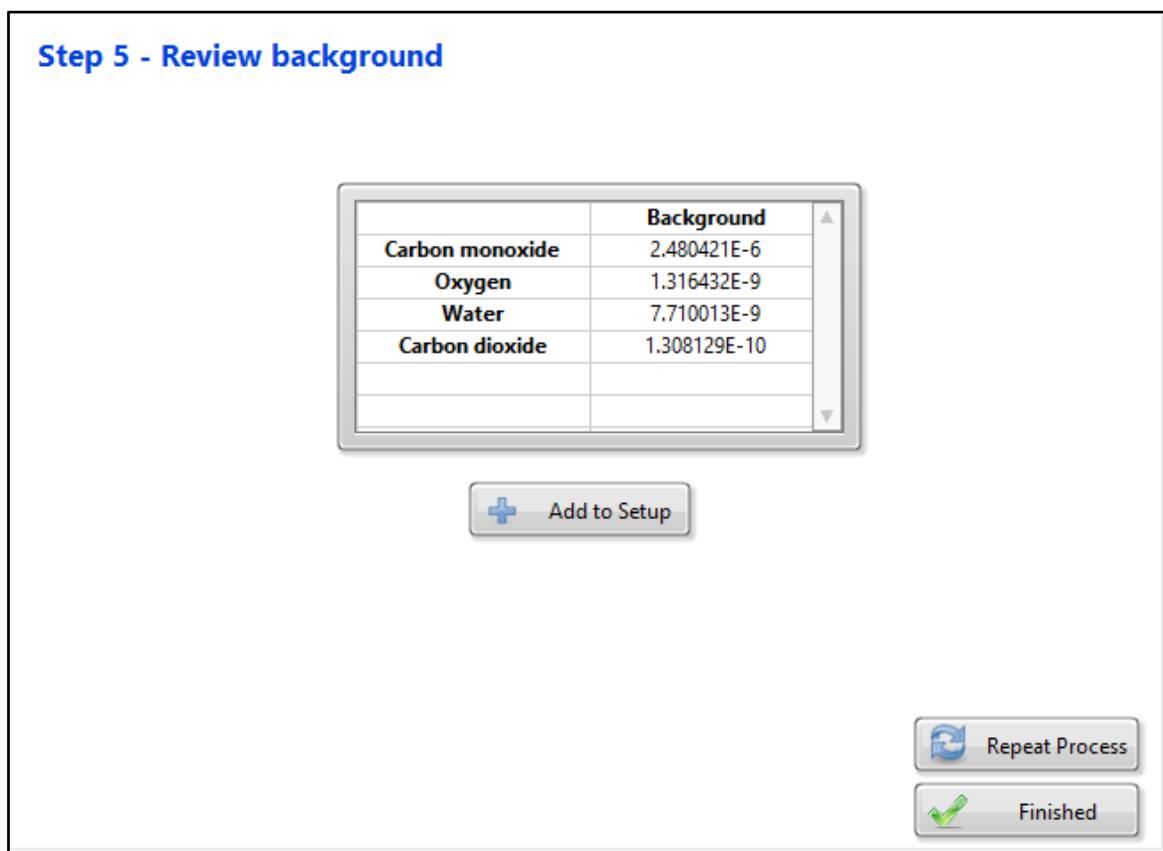


Fig. 19. Review Background.

5. El usuario tendrá la opción de dar clic en el botón **Repeat Process**, lo que permitirá abrir nuevamente el asistente de medición del background como se observa en la Fig. 16.
6. En la ventana **Analysis Setup**, los valores máximos del *background* pueden ser visualizados seleccionando la opción **Background** de la lista que se despliega al dar clic en la pestaña con el ícono ▾ (Fig. 20).

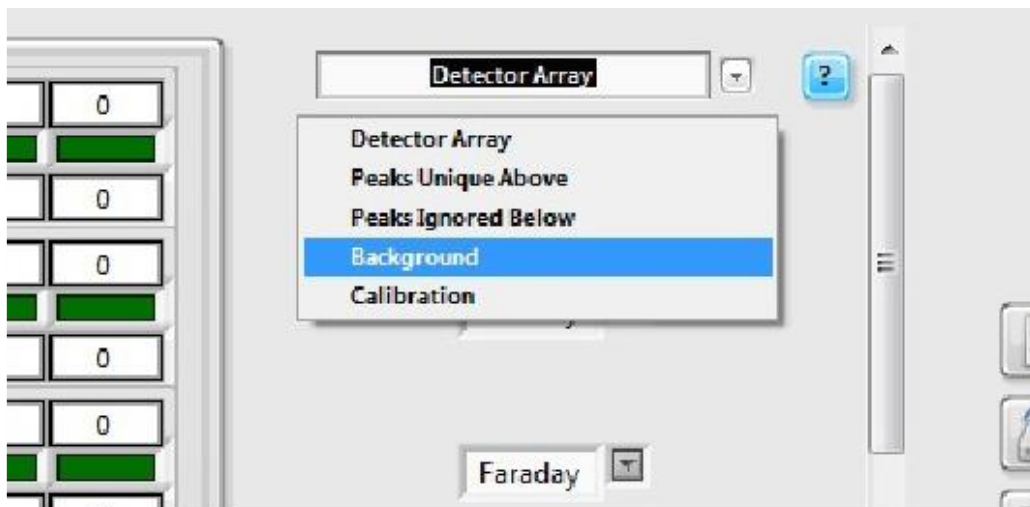


Fig. 20. Selección de la opción Background para visualizar los valores obtenidos

3.3.2 *Manually Background*

Para realizar el *background* manualmente deberán seguirse los siguientes pasos:

- 1 En el asistente para medir el *background*, seleccionar el gas o los gases que se incluirán en la medición y posteriormente seleccionar la opción **Manually Set Background** (Fig. 16).
- 2 En la nueva pantalla, dar clic en la lista desplegable y seleccionar el gas deseado (Fig. 21).
- 3 Ingresar el valor de la señal requerido en el cuadro **Background value**.
- 4 Dar clic en el botón **Add to Setup**.
- 5 Repetir los pasos 2, 3 y 4 para cualquier otro gas.
- 6 Dar clic en el botón **Finished**, con lo cual se volverá a la ventana de **Analysis Setup** o bien, seleccionar **Repeat Process**, con lo cual se mostrará nuevamente la ventana **Background Measurement Wizard** como se muestra en la Fig. 16.

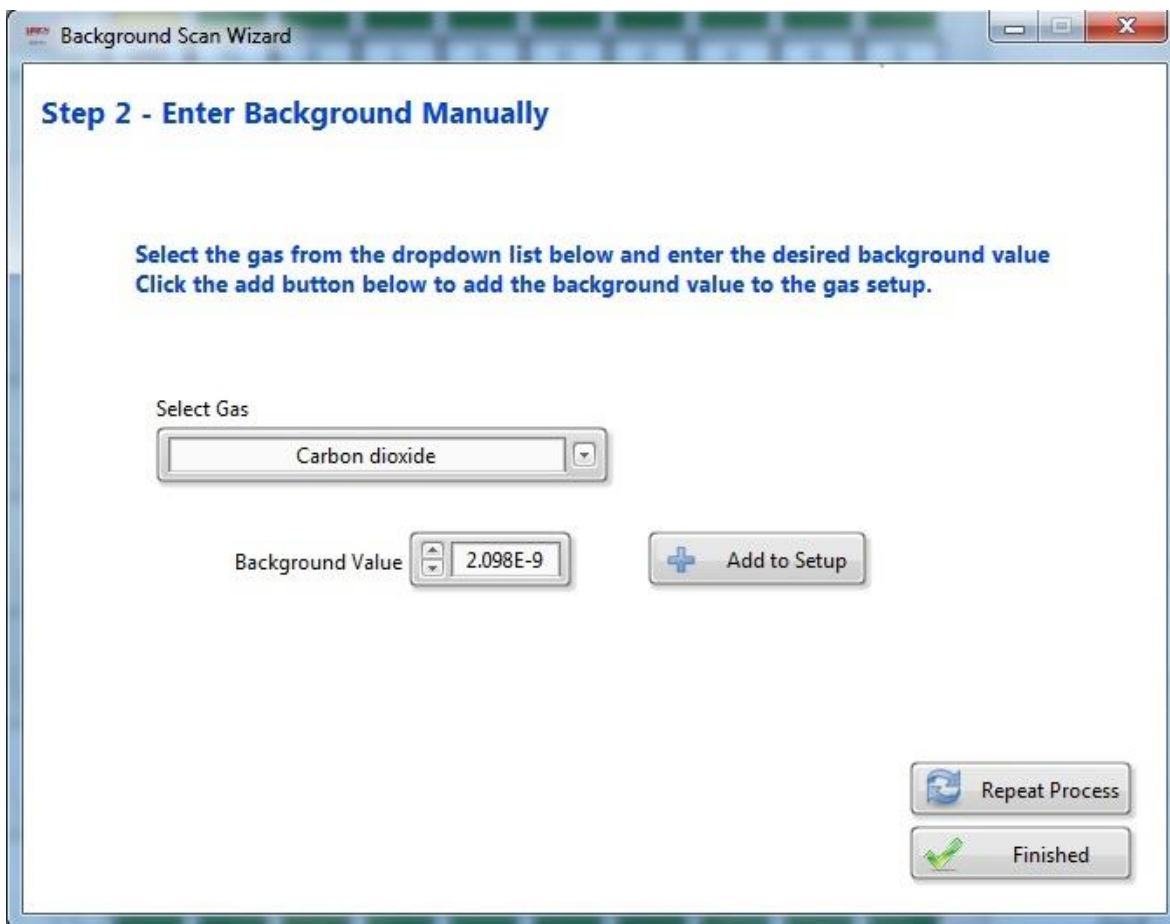


Fig. 21. Selección de gas y su valor de background.

3.4. Calibración de los gases

Para calibrar y hacer un análisis cuantitativo, el usuario deberá conectar las mezclas de los gases que contienen concentraciones conocidas, de tal forma que se realice el análisis de las mezclas de gases y se ingresen los valores de concentración en la aplicación QGA. Luego, la aplicación se encargará de calcular el valor de sensibilidad relativa (RS) para cada gas, de esta forma dichos valores podrán ser utilizados para análisis posteriores. Por otra parte, es importante tener presente que la calibración se puede llevar a cabo con un cilindro o con múltiples cilindros, sin embargo, se debe considerar que para una calibración de varios cilindros, cada cilindro deberá contener un gas común en todos.

Para iniciar el proceso de calibración, en la ventana de **Analysis Setup** se debe dar clic en el botón **Calibration**. En ese momento la pantalla cambia y se muestra el asistente de medición **Calibration Measurement Wizard** (Fig. 22), mostrándose 3 controladores básicos: **Return Home** que permite regresar a la ventana de **Analysis Setup**, **Single Cylinder Calibration**, y **Multicylinder Calibration**, los dos últimos explicados a detalle en los siguientes apartados.

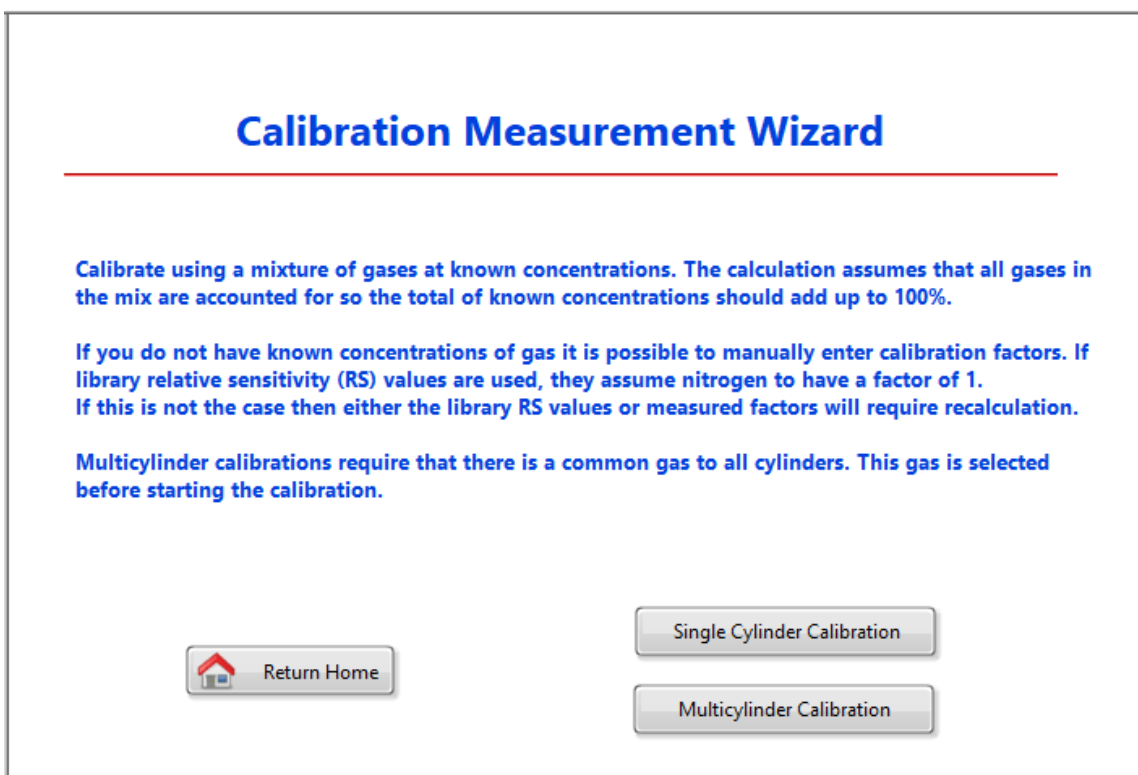


Fig. 22. Asistente de calibración.

3.4.1 Single cylinder calibration

1. Al seleccionar **single cylinder calibration**, se abrirá el asistente para seleccionar los gases a calibrar (*Select Gases for Calibration*) (Fig. 23).

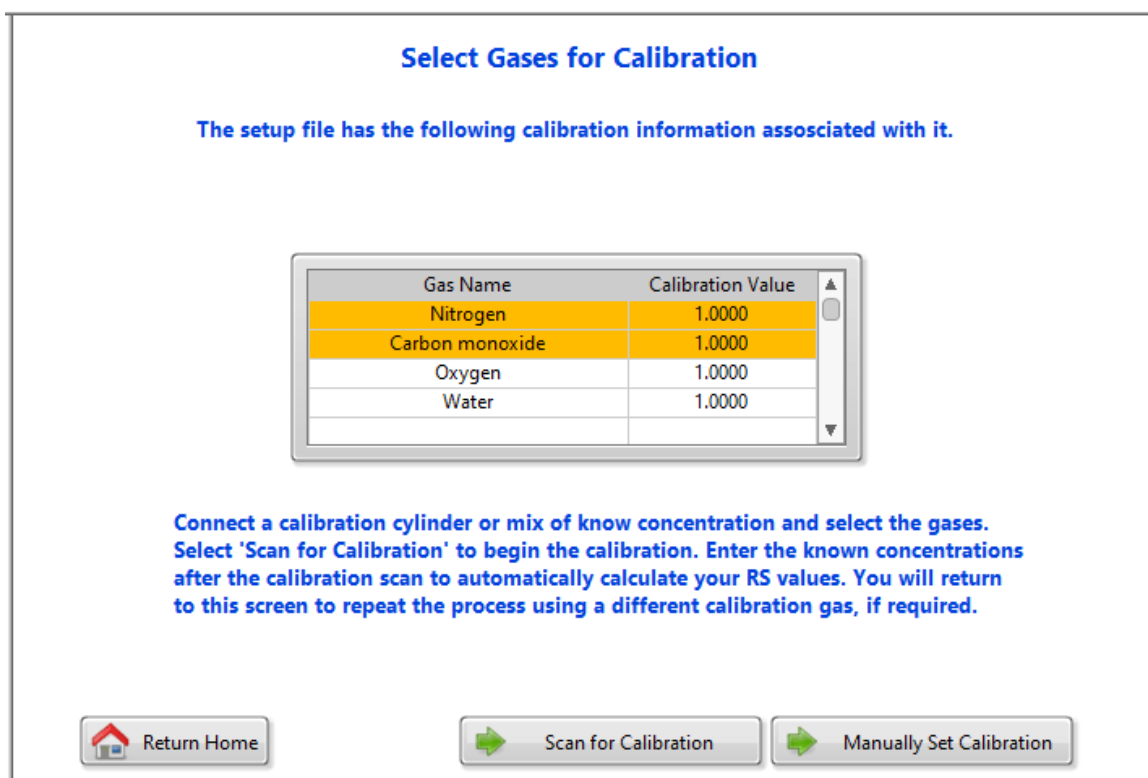


Fig. 23. Selección de los gases a calibrar.

2. En este apartado se deberán seleccionar el gas o gases que se incluirán en la calibración. En esta sección, también se presentan 3 botones: **Return Home** que regresa al usuario a la ventana de **Analysis Setup**, **Scan for Calibration**, que permite realizar la calibración de forma automática y **Manually Set Calibration**, que permite configurar manualmente los niveles de calibración para los gases seleccionados.
3. Al dar clic la opción **Scan for Calibration**, aparecerá el asistente de confirmación de selección de los gases y precisión de la medición que se muestra en la Fig. 24. El valor de desviación estándar relativa (RSD) es una indicación de la estabilidad de los valores y se basa en la cantidad de valores especificados en el cuadro **Rolling Average box**. El valor de calibración es la medida del número seleccionado de valores.
4. En este apartado, dar clic en el botón **Previous** devolverá al usuario al asistente para seleccionar gases, mientras que dar clic en **Start Scan** dará pie para que el escaneo comience. La recolección de datos durante la calibración puede

ejecutarse hasta que se cancele manualmente dando clic en la opción **Abort** o hasta que se alcance un objetivo de desviación estándar relativa (RSD) para todos los gases.

5. En la Fig. 25 se observa una calibración en curso; en este gráfico se muestra una traza para cada gas seleccionado durante la calibración. Al detener la calibración aparece un mensaje con la leyenda **Calibration scans complete**. Será necesario cerrar este cuadro de diálogo dando clic en **OK**.

Confirm selection & select measurement accuracy

You have selected the following gases for which a measurement will be taken

Nitrogen
Oxygen

RSD Target
0.1

Rolling Average
10

Scan can be manually aborted or run until a specified % relative standard deviation is reached for all gases

Previous Scan until Aborted (Default) Start Scan

Fig. 24. Confirmación de la selección de los gases a calibrar y precisión de la medición.

6. Una vez concluida la adquisición de datos, el usuario deberá dar clic en el botón **Next**. La pantalla cambiará y ahora se mostrará el asistente para ingresar los datos de concentración real (Fig. 26). En la columna denominada como **Actual**, se deberá ingresar las concentraciones conocidas de los gases de calibración. A medida que se ingresa la concentración de cada gas, se calcula la sensibilidad relativa y se muestra en la columna identificada como **RS Values**. En el ejemplo mostrado en la Fig. 26, se ha ingresado 95% de nitrógeno y 5% de oxígeno para

las concentraciones aproximadas de los principales gases de la mezcla ingresada. El valor RS es relativo al gas de mayor concentración.

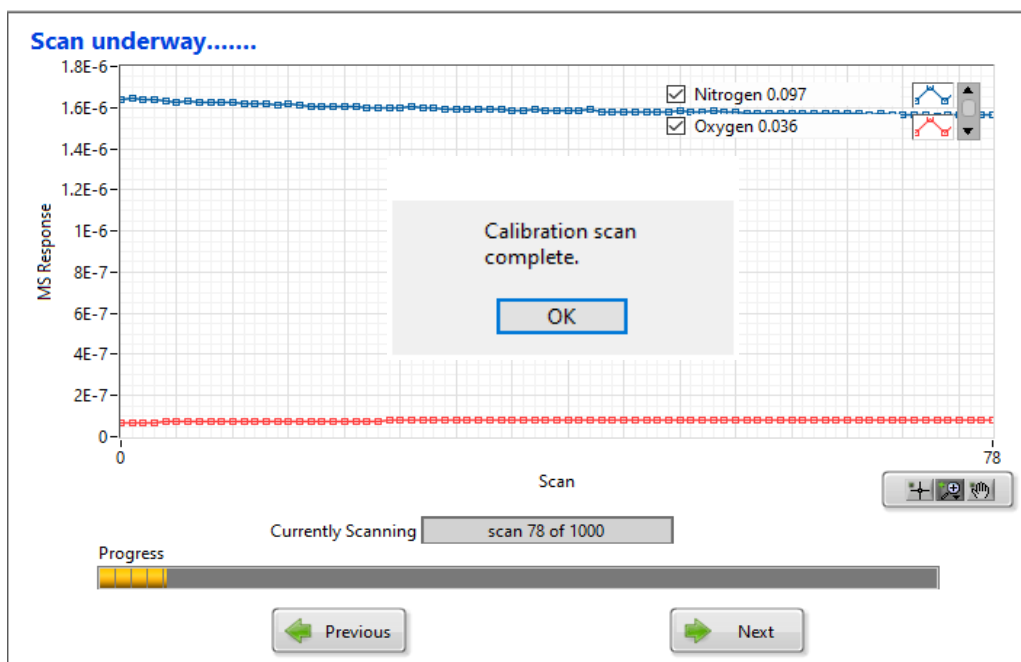


Fig. 25. Calibración en proceso de la mezcla monóxido de carbono balance N_2 .

Enter desired data to calculate calibration factor

Gases	%/PPM	Un-Calibrated	Actual	RS Values
Nitrogen	%	95.3927	95	1
Oxygen	%	4.60732	5	0.91767
	PPM	0	0	0
	PPM	0	0	0

Total 100

After adding the new calibration factor to the setup select re-scan to verify the calibration

Buttons:

- Add to Setup
- Re-scan
- Export
- Repeat Process
- Finished

Fig. 26. Datos de concentraciones reales y ajuste del valor RS.

7. En esta pantalla, se presentan cinco controles en el asistente para introducir los datos deseados y sus funciones son la siguientes:
- **Add Setup.** Hacer clic para agregar los valores de RS al archivo de análisis.
 - **Re-scan.** Hacer clic en este botón implica volver a ejecutar la calibración utilizando los nuevos valores de RS. Una vez que haya terminado, hacer clic en el botón siguiente para mostrar las concentraciones de gas de calibración. Todos los valores de RS deben estar cerca de uno.
 - **Export.** Permite exportar los resultados en formato Excel o formato .CSV.
 - **Repeat Process.** Se utiliza para iniciar la calibración nuevamente, abriéndose el asistente para seleccionar los gases por calibrar.
 - **Finished.** Se mostrará la ventana de **Analysis Setup**.
8. Si en lugar de escoger la opción **Scan for calibration** se opta por la opción **Manually Set Calibration**, aparecerá el asistente para introducir una calibración manualmente (Fig. 27). Bajo estas circunstancias la calibración seguirá un procedimiento similar al descrito en la sección 3.3.2. Se deberá seleccionar el gas que se desea calibrar, ingresar un factor de calibración y seleccionar **Add Setup**. Una vez que se han ingresado todos los gases que se desea calibrar dar clic en **Finished**.

Para un mejor ajuste, se recomienda trabajar haciendo el *background* y la calibración de los gases seleccionando la opción **Scan for background** y **Scan for calibration**.

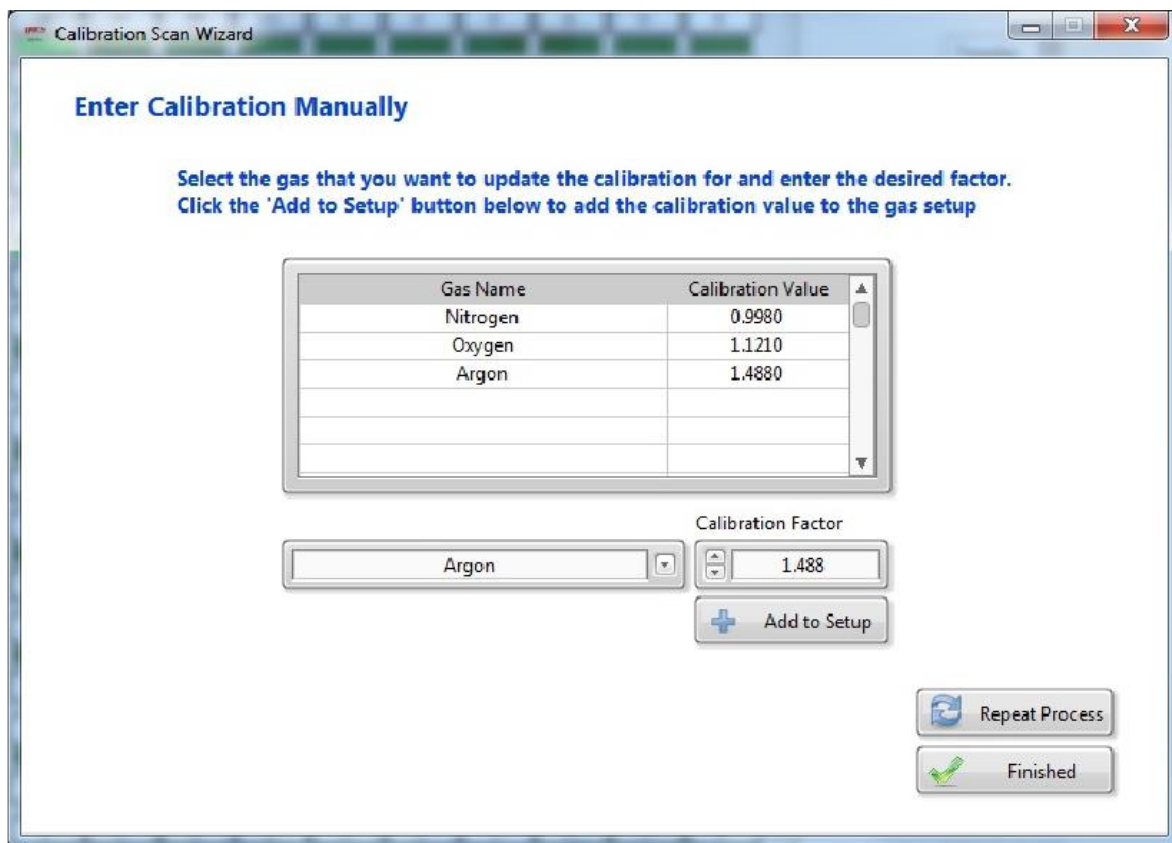


Fig. 27. Calibración Manual.

3.4.2 Multi-cylinder calibration

Para permitir la calibración con mezclas lista para usar, QGA Professional contiene una opción de calibración de varios cilindros. Cada mezcla se mide individualmente de la misma manera que la calibración de un solo cilindro pero los valores de sensibilidad relativos se reúnen después de que se hayan medido todas las mezclas. Es posible seleccionar los valores que se agregarán a la calibración en este punto. Cada mezcla debe contener un gas común a todas las mezclas. El procedimiento al seleccionar esta opción es el siguiente:

1. En el asistente de medición de calibración seleccionar **Multicylinder Calibration**.
2. En la nueva ventana seleccionar el gas en común (Fig. 28) y dar clic en la pestaña **Next**.

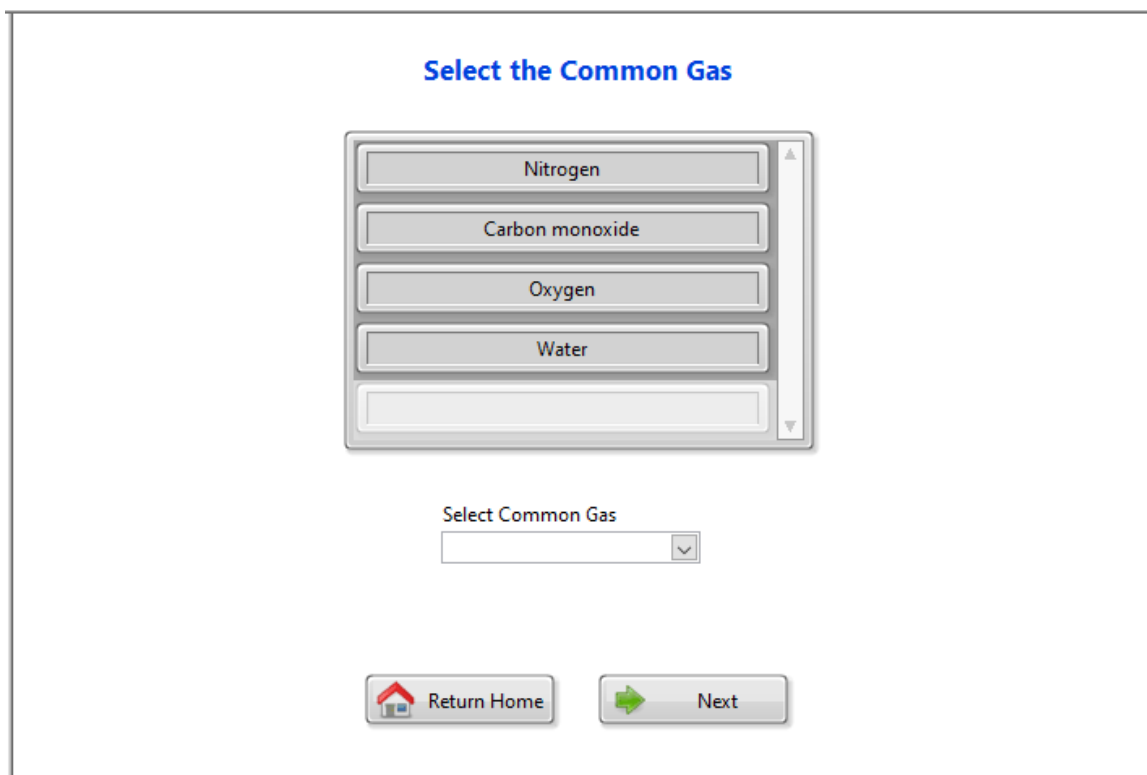


Fig. 28. Selección del gas común de todos los cilindros.

3. Seleccionar los gases para la calibración de cada uno de los cilindros como se muestra en la Figura 29. El usuario volverá a esta pantalla después de cada calibración para poder seleccionar los gases en el siguiente cilindro. El usuario debe asegurarse de que el cilindro correcto esté conectado.
4. Dar clic en **Scan for Calibration**. Se mostrará la ventana para confirmar la selección y precisión de la medición similar a la que se muestra en la Fig. 24.
5. Dar clic en **Start Scan** para empezar el escaneo de la calibración. Aparecerá una ventana parecida a la mostrada en la Fig. 25.
6. Cuando el escaneo termine, aparecerá un cuadro de diálogo con el mensaje **OK**. Dar clic en este apartado para continuar.
7. Clic en **Next** para continuar. Aparecerá una ventana similar a la mostrada en la Fig. 26, en la cual los datos de concentración deseados deben ser ingresados
8. En la columna denominada **Actual** ingresar las concentraciones conocidas de los gases de calibración. A medida que se ingresa la concentración de cada

gas, la sensibilidad relativa se calcula en relación con el gas común seleccionado.

9. Seleccionar **Add to Setup**.
10. Dar clic en **Next Cylinder** para regresar a la ventana donde se seleccionan los gases a calibrar. Se deberá conectar el siguiente cilindro y seleccionar los nuevos gases a calibrar.
11. Repetir el procedimiento para cada tanque de gas que se desee calibrar. Una vez que se haya concluido la calibración de todos los cilindros dar clic en el botón **Finished**.
12. Enseguida se mostrara una ventana para calcular la sensibilidad relativa (RS) promedio como se muestra en la Fig. 30. El usuario deberá hacer clic en el botón **Calculate RS** para calcular el valor RS de cada gas. Se mostrará una columna adicional que muestra el RS medio.

Select Gases for Calibration

The setup file has the following calibration information associated with it.

Selected Common Gas

Gas Name	Calibration Value
Nitrogen	1.0000
Carbon monoxide	0.2422
Oxygen	0.9177
Water	1.0000

Connect a calibration cylinder or mix of know concentration and select the gases. Select 'Scan for Calibration' to begin the calibration. Enter the known concentrations after the calibration scan to automatically calculate your RS values. You will return to this screen to repeat the process using a different calibration gas, if required.

 Return Home

 Scan for Calibration

Fig. 29. Selección de los gases a calibrar.

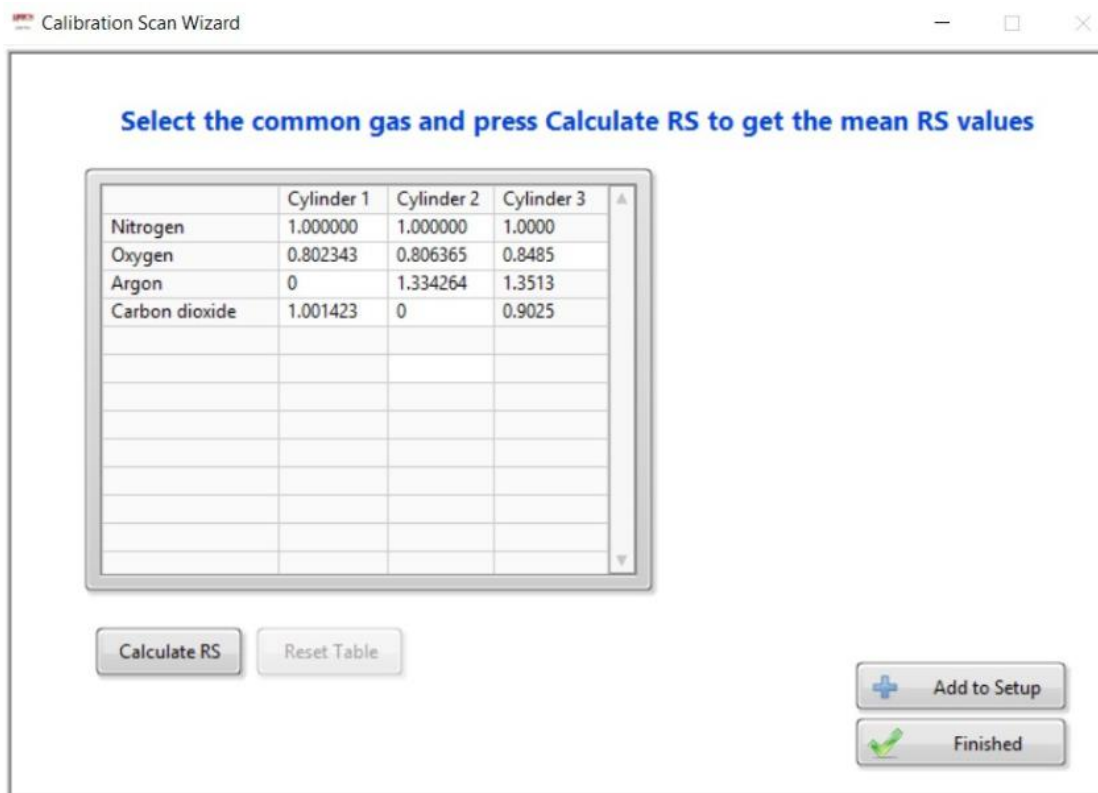


Fig. 30. Calcular la sensibilidad relativa (RS).

13. Hacer clic en el botón **Reset Table** para volver a la tabla original como se muestra en la Fig. 31. Los valores pueden ser eliminados del cálculo de RS medio haciendo clic en el cuadro que contiene el valor. El cuadro se mostrará en color rojo.
14. Una vez que esté satisfecho con los valores de RS, hacer clic en el botón **Add to Setup** para agregar los valores a la configuración actual.
15. Clic en **Finished** para regresar a la ventana *Setup*.

- **Settings OK.** Permite salir de la vista de configuración de ingeniería y volver a la pantalla de inicio o conexión.

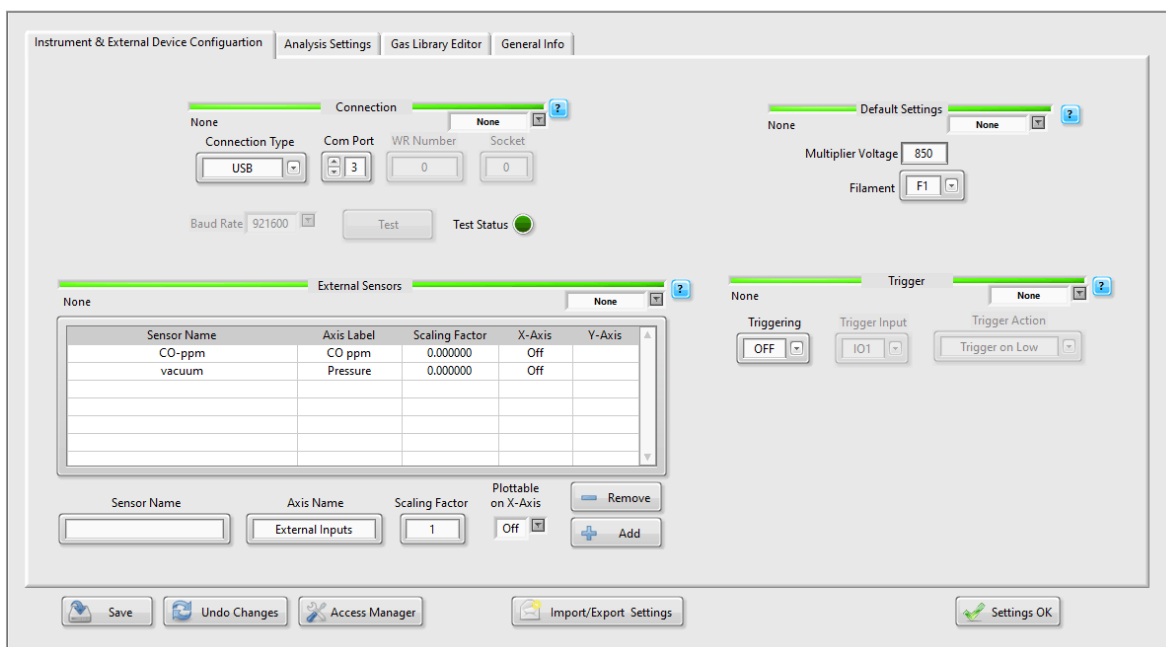


Fig. 32. Configuración de Ingeniería.

En la pantalla principal **Instrument and External Device Configuration** se presentan cuatro controladores funcionales que cubren la conexión, configuración predeterminada, los sensores externos y la activación. De estas cuatro opciones, el usuario solo deberá manipular la correspondiente a los sensores externos con el objetivo de agregar y configurar la unidad analizadora de CO incluida en el sistema HRP-20 R&D, ya que en esta sección es posible capturar los datos de sensores externos como parte de un análisis.

En general, en la tabla se muestran los sensores externos existentes que se han configurado, mientras que los controles debajo de ella se utilizan para agregar y configurar nuevos dispositivos. La información que se requiere ingresar es la siguiente:

- **Sensor name.** El nombre exacto del sensor como se define en la imagen de la unidad de control (se distingue entre mayúsculas y minúsculas).
- **Axis Name.** Este es el nombre que se aplicará al eje en el que se trazarán los datos del sensor.
- **Scaling Factor.** Se refiere a un factor de escala que se aplica a los datos del sensor para convertir datos “sin procesar” a datos corregidos. Si no se requiere escalar, debe establecerse en 1.
- **Plottable on X-Axis.** Es posible utilizar los datos externos como una entrada del eje x. Un ejemplo es cuando se utiliza un sensor de temperatura externo para trazar el análisis frente a la temperatura en lugar de la opción de tiempo predeterminado.
- **Add.** Agrega los datos del sensor a la tabla de sensores externos.
- **Remove.** Remueve los datos de un sensor ya agregado en la tabla.

Es necesario tener presente que todas las configuraciones que pueden establecerse, se controlarán a través de la aplicación QGA o una aplicación Lab-view separada, sin embargo, el usuario deberá evitar cambiar de cualquier modo la configuración de ingeniería y de ser necesario revisar cualquier modificación previamente con el técnico encargado del equipo.

Con la finalidad de resumir lo expuesto en el presente capítulo, en la Fig. 33 se presenta un diagrama de flujo de los principales comandos del software GQA Professional y el nivel de acceso en el que pueden ser ubicados.

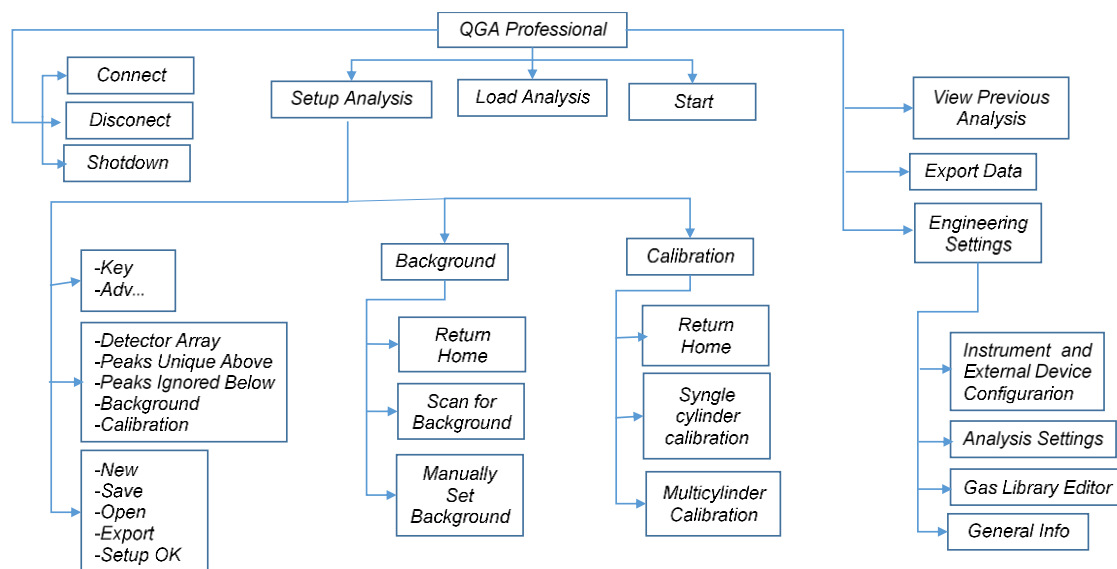


Fig. 33. Diagrama de flujo de los principales controles del software QGA Professional

4. Presentación de resultados

Para ver los datos guardados, en la pantalla principal o de conexión se debe hacer clic en el botón **View Previous Analysis**. Por convención, los archivos creados en el software QGA Professional utilizan la nomenclatura: *nombre del archivo–fecha–hora.tmds* y son almacenados en la ubicación: *<User Name>/My Documents/Hidden Analytical/QGA/Saved Data*. Se mostrará un cuadro de diálogo en el que se tendrá que seleccionar y abrir el archivo de interés dando clic en la opción **OK**. Una vez que los datos son visualizados, el usuario podrá regresar a la pantalla de inicio y dar clic en el botón **STOP** que se encuentra en la esquina inferior derecha de la pantalla de los datos mostrados (Fig. 34).

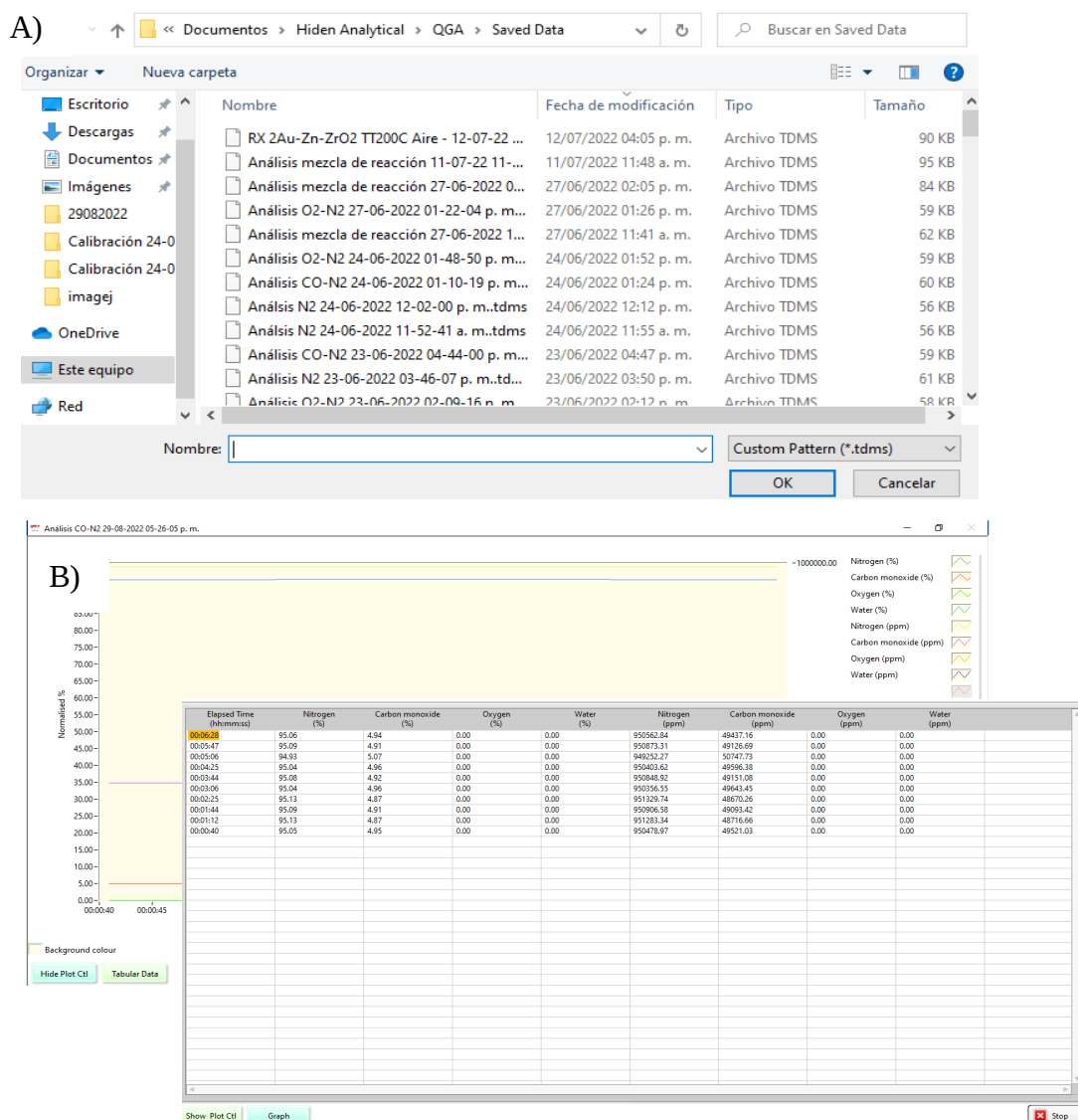


Fig. 34. A) Ubicación de los datos salvados. B) Visualización de los resultados.

Los archivos de datos se almacenan en formato .tdms. El archivo tiene dos partes, el archivo y un índice de archivo. El archivo .tdms no se puede abrir en otras aplicaciones pero los datos se pueden exportar fácilmente a PDF, Excel o CSV desde la aplicación QGA, para lo cual será necesario seguir los siguientes pasos:

1. En la pantalla de inicio o conexión, dar clic en el botón “*Export Data*”. Se abrirá un cuadro de diálogo en el que se tendrá que buscar el archivo requerido.
2. Seleccionar el archivo a exportar y dar clic en aceptar. Se mostrará un cuadro para seleccionar el tipo de exportación (Fig. 35).
3. Dar clic la opción deseada (PDF, Excel o CSV).

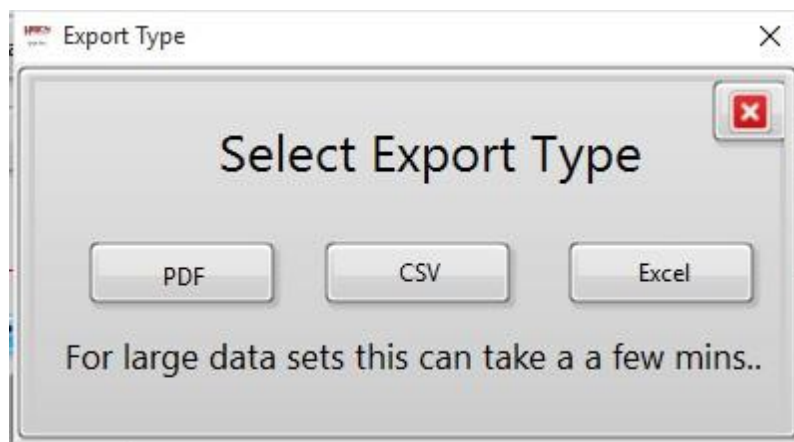


Fig. 35. Opciones para exportar un archivo .tdms.

Para archivos grandes, puede llevar algún tiempo importar los datos a Excel. Además, todos los archivos de exportación se guardarán automáticamente en la carpeta denominada “*Reports*”.

Por otra parte, el usuario debe tener presente que también es posible llevar a cabo la exportación de datos durante el análisis en lugar de esperar hasta que se complete el análisis. Para hacer esto, será necesario hacer clic derecho en cualquier parte de la vista de la gráfica. Aparecerá un menú emergente de vista de gráfico y se deberá seleccionar la opción requerida del menú Exportar.

Referencias Bibliográficas

- Brown, Louis and Beynon, John Herbert. **Mass spectrometry**. Encyclopedia Britannica, 24 Mar. 2020, <https://www.britannica.com/science/mass-spectrometry>.
- Budiman Harry, Nuryatini, Zuas Oman, 2015. **Comparison between GC-TCD and GC-FID for the determination of propane in gas mixture**. Procedia Chemistry, International Symposium on Applied Chemistry (ISAC, 2015), 16, 465-472.
- Hiden Analytical Limited. HPR-20 R&D User Manuals. <http://www.HidenAnalytical.com>
- Maccoll Allan. **Mass Spectrometry, Historical Perspective**. Encyclopedia of Spectroscopy and Spectrometry, p. 1241-1248.
- Rajawat Jyotika, Jhingan Gagandeep. 2019. **Chapter 1 – Mass Spectroscopy**. Data Processing Handbook for Complex Biological Data Sources, p. 1-20.
- Elena E. Stashenko, Jairo René Martínez. 2010. **GC-MS: Más de un analizador de masas, ¿para qué?**. Scientia Chromatographica, Vol. 2, No. 4, p. 25-48.
- <https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/8249/4/T5masas.pdf>
- https://hmong.es/wiki/Quadrupole_mass_analyzer
- <https://www.scai.uma.es/areas/aqcm/ems/ems.html>
- <https://www.hidenanalytical.com/wp-content/uploads/2021/12/HPR-20-RD-2021-.pdf>