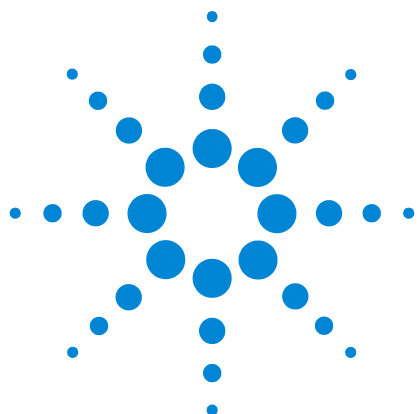




Detectores Agilent de quimioluminiscencia de azufre 8355 y nitrógeno 8255

Manual del usuario



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2015

No se permite la reproducción de parte alguna de este manual bajo cualquier forma ni por cualquier medio (incluyendo su almacenamiento y recuperación electrónicos y la traducción a idiomas extranjeros) sin el consentimiento previo por escrito de Agilent Technologies, Inc. según lo estipulado por las leyes de derechos de autor estadounidenses e internacionales.

Número de referencia del manual

G3488-95010

Edición

Tercera edición, Diciembre de 2015

Segunda edición, Octubre de 2015

Primera edición, Septiembre de 2015

Impreso en USA o China

Agilent Technologies, Inc.

2850 Centerville Road

Wilmington, DE 19808-1610 USA

安捷伦科技（上海）有限公司

上海市浦东新区外高桥保税区

英伦路 412 号

联系电话：（800）820 3278

Garantía

El material contenido en este documento se facilita “tal cual” y está sujeto a cambios sin previo aviso en ediciones futuras. Además, en la medida que permita la ley aplicable, Agilent rechaza cualquier garantía, expresa o implícita, en relación con este manual y con cualquier información contenida en el mismo, incluyendo, pero no limitado a, las garantías implícitas de comercialización y adecuación a un fin determinado. En ningún caso Agilent será responsable de los errores o de los daños incidentales o consecuentes relacionados con el suministro, uso o desempeño de este documento o de cualquier información contenida en el mismo. En el caso de que Agilent y el usuario tengan un acuerdo escrito independiente con condiciones de garantía que cubran el material de este documento y que estén en conflicto con estas condiciones, prevalecerán las condiciones de garantía del acuerdo independiente.

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de **PRECAUCIÓN** indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento operativo, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se cumplen, pueden provocar daños en el producto o la pérdida de datos importantes. No avance más allá de un aviso de **PRECAUCIÓN** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de **ADVERTENCIA** indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento operativo, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se cumplen, pueden provocar daños personales o, incluso, la muerte. No avance más allá de un aviso de **ADVERTENCIA** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

Índice

1 Procedimientos iniciales

Manuales, información, herramientas y dónde encontrarlos	8
Manuales, herramientas y ayuda en línea del GC	8
Aplicaciones de usuario	14
Oportunidades de formación	17
Descripción general del 8355 SCD y 8255 NCD	18
Descripción general de la instalación y puesta en marcha inicial	22

2 Información reglamentaria y de seguridad

Introducción	24
Información importante de seguridad	25
Muchas piezas internas del detector tienen voltajes peligrosos	25
Las descargas electrostáticas son una amenaza para la electrónica del GC	26
Muchas piezas están extremadamente calientes	26
Medidas de seguridad para el hidrógeno	26
Ozono	28
Entornos de oxígeno	28
Símbolos	29
Fusibles	30
Información reglamentaria y de seguridad	31
Certificado de emisión de sonido para la República Federal de Alemania	32
Schalldruckpegel	32
Compatibilidad electromagnética	32
Uso previsto	34
Limpieza	34
Reciclado del producto	34
Asistencia técnica	34

3 Descripción del sistema

Especificaciones	36
SCD serie 8355	36
NCD serie 8255	36
Teoría de funcionamiento	37
SCD	37
NCD	37
Descripción de componentes principales	39
Conjunto del quemador	39
Generador de ozono	41
Celda de reacción y tubo fotomultiplicador (PMT)	42
Módulos del EPC	42
Bomba de vacío	42
Trampa de destrucción de ozono	42
Filtro coalescente de aceite	42
Adaptador del FID (opcional)	43
Refrigerador del NCD	43

4 Funcionamiento

Introducción	46
Versión integrada	46
Configuración de parámetros	47
Parámetros y rangos	47
Control de software	48
Control de teclado del GC	50
Identificación del detector	50
Estabilidad y respuesta del detector	51
Condiciones de funcionamiento habituales	52
Ajuste de condiciones de funcionamiento	53
Puesta en marcha	54
Conservación de recursos	55
Apagado	56
Configuración de flujo cero automático en el GC	57
Configuración del detector	58

5 Mantenimiento

Registro de mantenimiento y Mantenimiento preventivo asistido (EMF)	62
Programa de Mantenimiento	63
Controlar la sensibilidad del detector	64
Consumibles y piezas de recambio	65
Vista detallada de las piezas del SCD	67
Vista detallada de las piezas del NCD	68
Método de mantenimiento del detector	69
Acople de una columna al detector	70
Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)	73
Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)	76
Comprobación de aceite de la bomba de vacío	80
Añadir aceite a la bomba de vacío	81
Cambiar el aceite de la bomba de vacío	83
Sustitución de la trampa de ozono	85
Cambio del filtro de bruma de aceite	87
Limpieza del exterior del detector	88
Calibración de los sensores de flujo y presión	89
Actualización del firmware	90

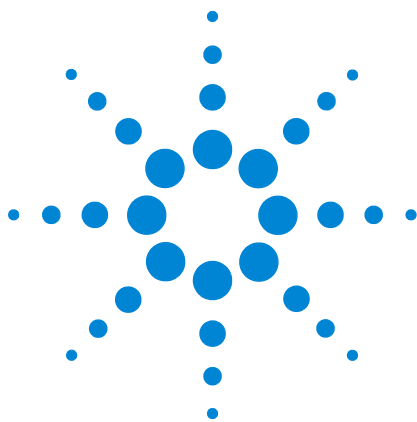
6 Solución de problemas

Solución de problemas del detector	92
Tabla de resolución de problemas	93
LED indicador de estado	96
Mensajes del detector	97
Fugas	98
Fugas de ozono	98
Fugas de hidrógeno	98
Fugas de oxidante	98
Revisar si hay fugas de hidrógeno y oxidante	99
Problemas de alimentación	100
Sin energía	100

Problemas de generación de ozono	101
Depósitos de coque	102
Contaminación de hidrógeno	103
Gases contaminados	104

7 Verificación del rendimiento

Acerca de la comprobación cromatográfica	106
Preparar una comprobación cromatográfica	107
Prepare los viales de muestra	108
Comprobar el rendimiento del SCD	109
Comprobar el rendimiento del NCD	114



1

Procedimientos iniciales

Manuales, información, herramientas y dónde encontrarlos	8
Descripción general del 8355 SCD y 8255 NCD	18
Descripción general de la instalación y puesta en marcha inicial	22

Este capítulo presenta el Detector de quimioluminiscencia de azufre (SCD) Agilent 8355 y el Detector de quimioluminiscencia de nitrógeno (NCD) Agilent 8255, y ofrece detalles sobre dónde encontrar información y herramientas útiles, por ejemplo, manuales de GC, calculadoras de flujo y otros.



Manuales, información, herramientas y dónde encontrarlos

Este manual describe cómo utilizar el Detector de quimioluminiscencia de azufre (SCD) Agilent 8355 y el Detector de quimioluminiscencia de nitrógeno (NCD) Agilent 8255 instalados en un cromatógrafo de gases (GC) Agilent 7890B. Este manual también proporciona recomendaciones de funcionamiento, procedimientos de mantenimiento y resolución de problemas. Para las instrucciones de instalación, consulte la *Guía de instalación y puesta en marcha inicial* del SCD Agilent 8355 y el NCD 8255 NCD. Para preparar el emplazamiento donde se realizará la instalación de un nuevo SCD o NCD, consulte la *Guía de preparación de las instalaciones* del SCD Agilent 8355 y NCD 8255.

Además, Agilent ofrece otros manuales, información para familiarizarse y sistemas de ayuda para autoaprendizaje del 7890B GC. Deberá consultar esta información general del GC para la instalación y funcionamiento del detector. Los apartados siguientes describen esta información y dónde encontrarla.

Manuales, herramientas y ayuda en línea del GC

Agilent le ofrece varios productos de aprendizaje que explican la instalación, el funcionamiento, el mantenimiento y el diagnóstico y solución de problemas del CG 7890B de Agilent. Estos manuales se pueden encontrar en los DVD *Herramientas y manuales de usuarios de GC y GC/MS de Agilent* que se incluyen con su envío del GC.

La instalación de los manuales brinda una experiencia de usuario mucho más rica, ya que ofrece la posibilidad de instalar los manuales que desea, en el idioma que desea. Permite instalar versiones HTML y PDF.



Manuales disponibles

Tabla 1 Productos de aprendizaje del GC 7890B

Producto de aprendizaje	Contenido	Cuándo usar esta documentación
Procedimientos iniciales	Información general de los manuales. Dónde encontrar información. Cómo instalar los manuales. Información general del GC	
Manual de seguridad	Muestra la información reglamentaria y de seguridad. Precauciones para usar gas portador (o combustible) hidrógeno. Precauciones para realizar tareas de mantenimiento.	• Antes de la instalación, para prepararse para un proceso de instalación seguro. • Antes del mantenimiento.
Guía de preparación de las instalaciones de GC, GC/MS y ALS	Requisitos para: espacio y peso para la mesa del laboratorio, energía, disipación térmica, ventilación de escape, condiciones del laboratorio (entorno local esperado), pureza de los gases y de los gases reactivos, suministros de gas, tubería de gas (incluidos los filtros, los tipos de regulador y las necesidades de tubería) y suministro de enfriamiento criogénico (si se utiliza). Suministros recomendados para adquirir antes de la instalación.	• Antes de la instalación, para preparar el laboratorio. • Antes de la instalación, para saber qué suministros se necesitan para una correcta instalación (como gases, kits de instalación, purificadores de gases, reguladores, tuberías, conexiones, consumibles, etc.). • En cualquier momento, para consultar los requisitos previstos para el suministro de gas, los reguladores, los suministros de enfriamiento criogénico, las presiones del suministro, etc.
Instalación y primer arranque	Cómo instalar el GC en la mesa de laboratorio. Conectores de cableado.	• Durante la instalación.
Manual de funcionamiento	Funciones comunes del teclado. Uso del teclado para inicios de análisis y secuencias. Uso del teclado cuando está conectado a un sistema de datos Agilent. Descripción general de los métodos y las secuencias. Arranque y corte. Cómo revisar el rendimiento del GC después de la instalación. Conservación de la energía (encendido/apagado). Mantenimiento Preventivo Asistido (Early Maintenance Feedback, EMF). Configuración.	• Para conocer las tareas operativas comunes (realizar un análisis, cargar un método, analizar una serie de muestras). • Para aprender a usar el teclado del GC cuando está bajo un control de sistema de datos. • Antes de un corte de corto o largo plazo. • Al iniciar el GC después de un período de inactividad. • Siempre que necesite comparar el rendimiento del instrumento con los estándares de la fábrica, por ejemplo, después de determinados procedimientos de mantenimiento. • Para saber cómo configurar correctamente los componentes del GC, en especial, cuando se instalan por primera vez.

Tabla 1 Productos de aprendizaje del GC 7890B

Producto de aprendizaje	Contenido	Cuándo usar esta documentación
Manual de funcionamiento avanzado	Procedimientos y teoría de funcionamiento que no se requieren normalmente para el uso diario: programación, configuración, información detallada acerca de métodos y secuencias, flujo de inyección (columna) y modos de presión, detalles del inyector, el detector, la válvula, el horno y otros valores y configuración de la señal de salida.	• Al desarrollar métodos. • Al ejecutar el GC de manera independiente (sin sistema de datos). • Para obtener detalles acerca de la configuración.
Mantenimiento del GC	Procedimientos para mantener el GC, incluidos los procedimientos para todas las opciones estándar del inyector y el detector. Información de las piezas de repuesto. Instrucciones para utilizar el Mantenimiento Preventivo Asistido (EMF).	• Para buscar una pieza de reemplazo o una pieza consumible. • Antes de realizar algún mantenimiento en el GC.
Resolución de problemas	Procedimientos para resolver problemas del GC. Síntomas y soluciones para resolver problemas del GC, cromatográficos o de hardware. Procedimientos para determinar si un problema está relacionado con el hardware, el software o si está relacionado con otros factores, como la preparación de muestras.	• Al intentar aislar la causa de problemas de rendimiento inesperados.
Familiarización con el software del GC	Introducción a la interfaz de usuario del software de control del sistema de datos para el GC. Presenta conceptos para el EMF y la configuración, y otras funciones nuevas.	• Para ubicar la configuración en la interfaz de usuario del sistema de datos.
Ayuda del sistema de datos	Temas y tareas para crear y editar métodos para el GC.	• Para responder preguntas acerca del uso del software para controlar el GC.

Idiomas de las versiones

Agilent proporciona productos de aprendizaje del 7890B en varios idiomas. [Tabla 2](#) abajo se enumeran los manuales y los idiomas disponibles para cada formato de manual (impresión, Adobe PDF o HTML).

Tabla 2 Idiomas disponibles para manuales del GC

Manual	Formato									
		Español	Inglés	Chino	Francés	Alemán	Italiano	Japonés	Portugués de Brasil	Ruso
Procedimientos iniciales	Impresión	✓	✓				✓	✓		
	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Manual de seguridad	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Instalación y primer arranque	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Guía de preparación de las instalaciones de GC, GC/MS y ALS	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Mantenimiento del GC	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Resolución de problemas	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

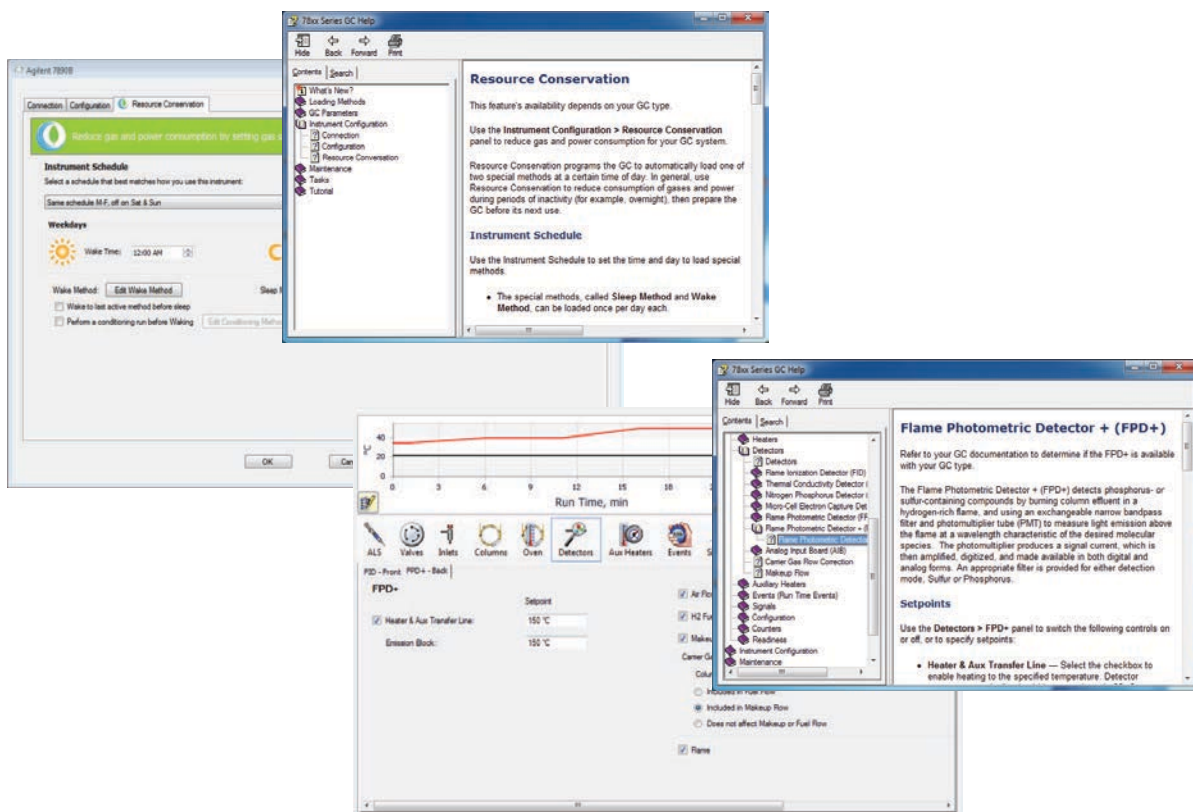
Tabla 2 Idiomas disponibles para manuales del GC

Manual	Formato									
		Español	Inglés	Chino	Francés	Alemán	Italiano	Japonés	Portugués de Brasil	Ruso
Manual de funcionamiento	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Manual de funcionamiento avanzado	HTML	✓								
	PDF	✓								
Familiarización con el software	HTML	✓	✓				✓	✓	✓	

Ayuda en línea

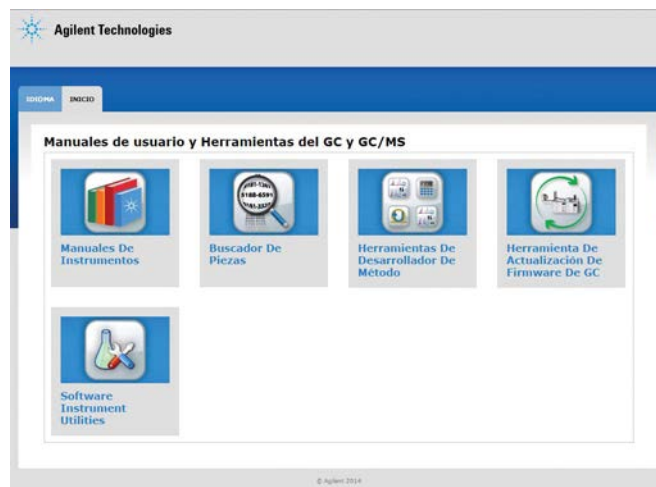
Además de los manuales de hardware, su sistema de datos GC también incluye un amplio sistema de ayuda en línea con información detallada, tareas comunes y tutoriales de video sobre el uso del software.

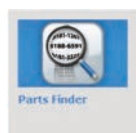
1 Procedimientos iniciales



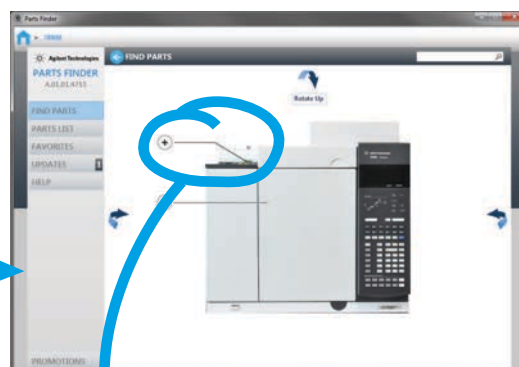
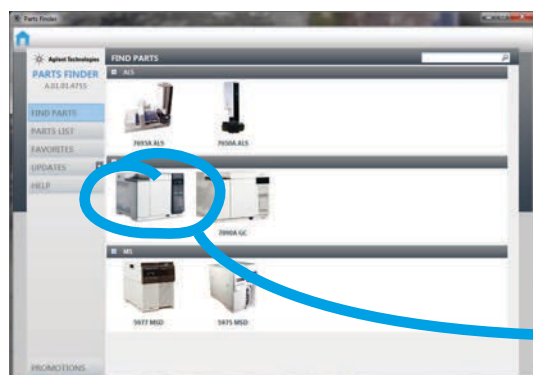
Aplicaciones de usuario

Además de los manuales de hardware, también encontrará varias aplicaciones de usuario en los DVD "Herramientas y manuales de usuario de GC/MS y GC de Agilent". A continuación, se presenta una lista de las aplicaciones disponibles, como el Buscador de piezas, la Herramienta de actualización de firmware del GC y una variedad de herramientas de desarrollo de métodos.

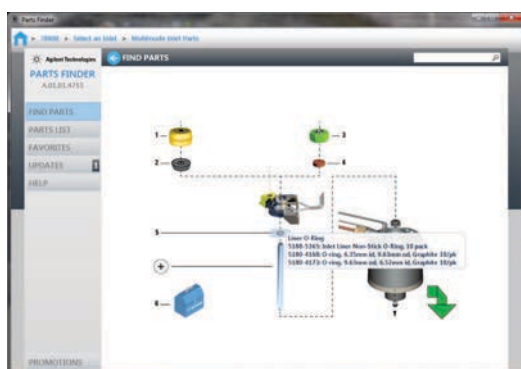
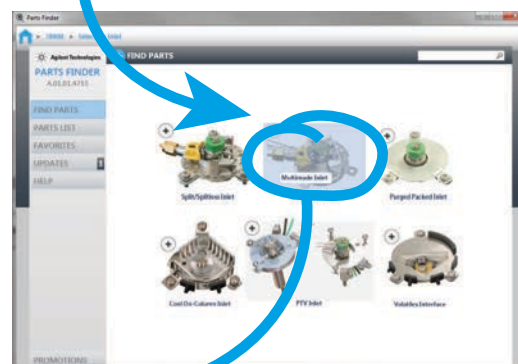




Instale el Buscador de piezas para encontrar rápidamente piezas de recambio y consumibles, haciendo clic por las imágenes del instrumento.



En lugar de colocar el pulgar en un catálogo o manual, puede hacer clic rápidamente en fotos y obras de arte para aislar los componentes del instrumento de interés (un tipo específico de inyector o detector, una fuente de iones o una bandeja del muestreador, por ejemplo), luego explore visualmente las piezas que necesita.



No solo se ahorra tiempo con el Buscador de piezas cuando solicita piezas, si no que también se actualiza desde Internet, para que siempre pueda acceder a la lista de piezas más reciente para todos sus instrumentos.

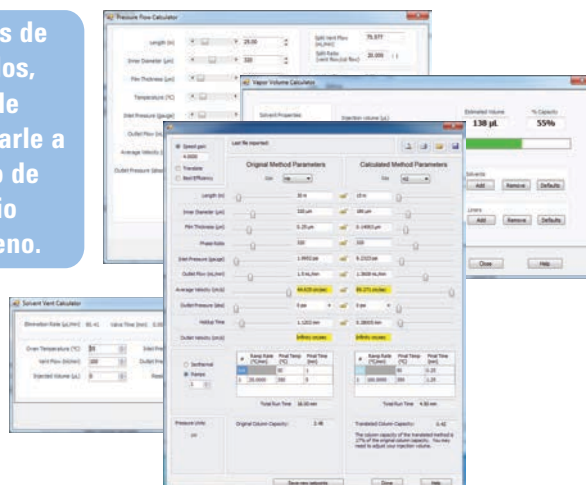
1 Procedimientos iniciales



Instale la herramienta de actualización del Firmware del GC para instalar el último firmware en los sistemas del muestreador y del GC.



Instale herramientas de desarrollo de métodos, como el convertor de métodos, para ayudarle a convertir un método de gas portador de helio para utilizar hidrógeno.



Oportunidades de formación



Agilent diseñó cursos para clientes a fin de ayudarlo a comprender cómo usar su GC para maximizar la productividad mientras aprende acerca de las grandes funciones de su nuevo sistema:

R1778A: Funcionamiento del GC serie 7890 A/B de Agilent y OpenLAB ChemStation

R1914A: Resolución de problemas y mantenimiento del GC serie 7890 A/B de Agilent

R2255A: Funcionamiento del GC serie 7890 de Agilent con OpenLAB EZChrom

Para conocer las oportunidades de formación y sus detalles, visite, visite <http://www.agilent.com/chem/education> o llame a su representante de ventas local de Agilent.

Descripción general del 8355 SCD y 8255 NCD

De la [Figura 1](#) a la [Figura 5](#) se muestran los controles, piezas y componentes del SCD 8355 y NCD 8255 que se usan o a los que se accede durante la instalación, el funcionamiento y el mantenimiento.



Figura 1 Vista frontal, detector (SCD y NCD)

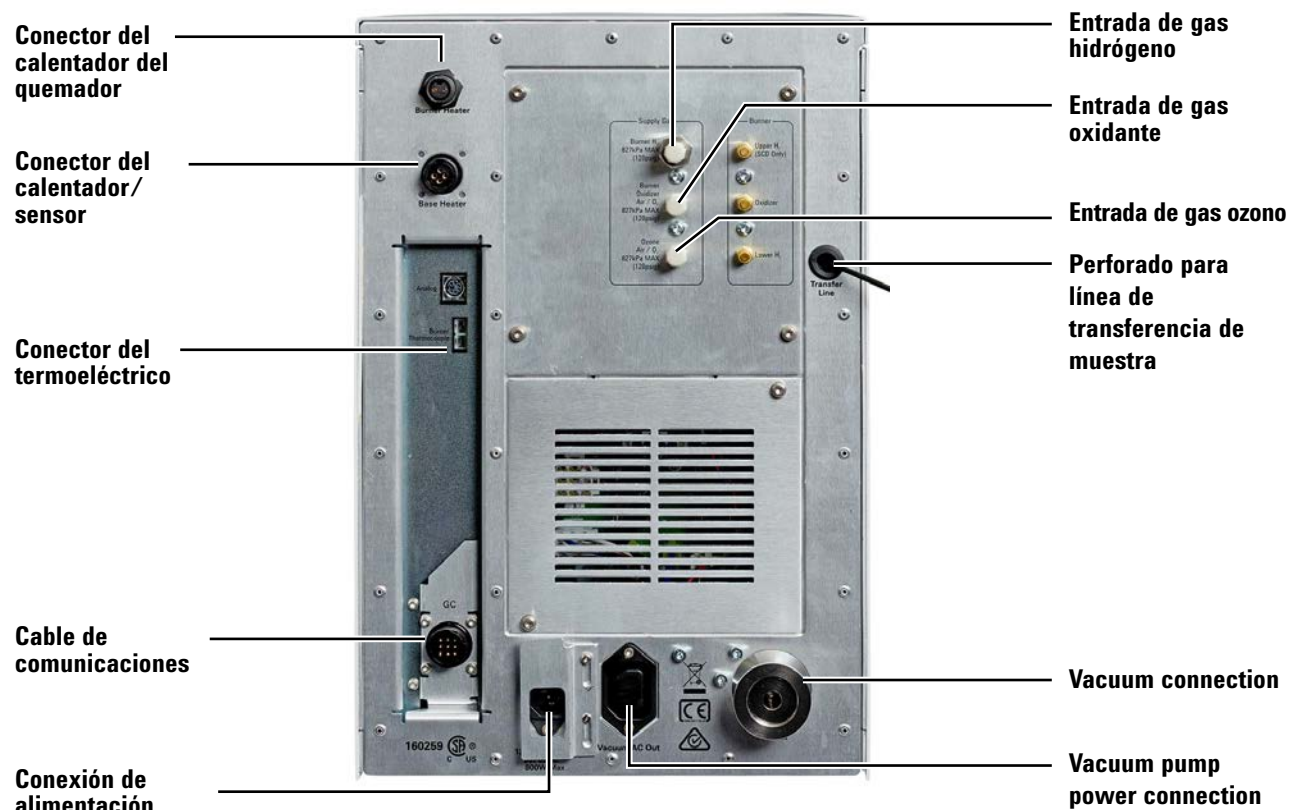


Figura 2 Vista posterior del detector

1 Procedimientos iniciales

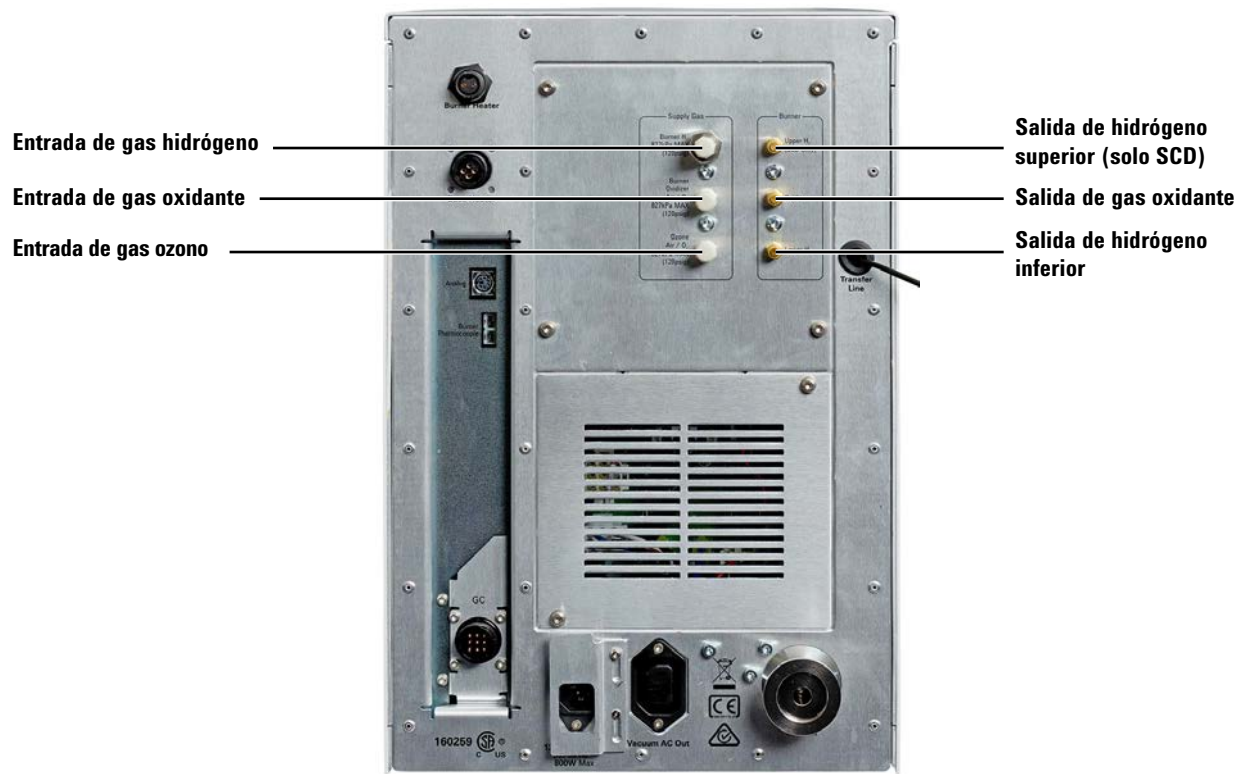


Figura 3 Conexiones de gas del detector

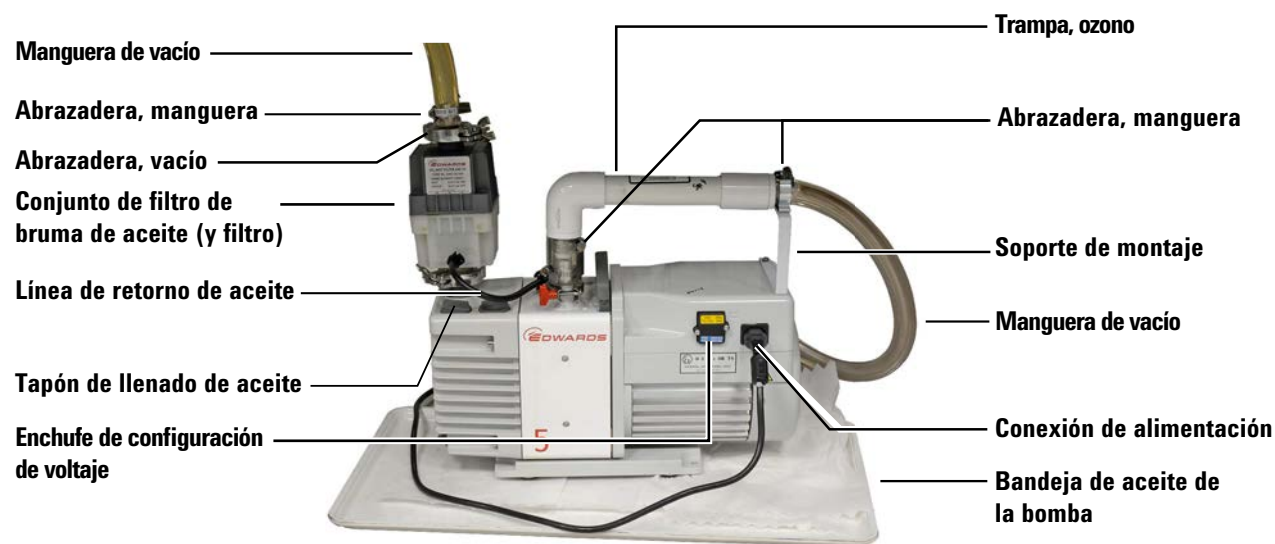


Figura 4 Bomba de vacío RV5

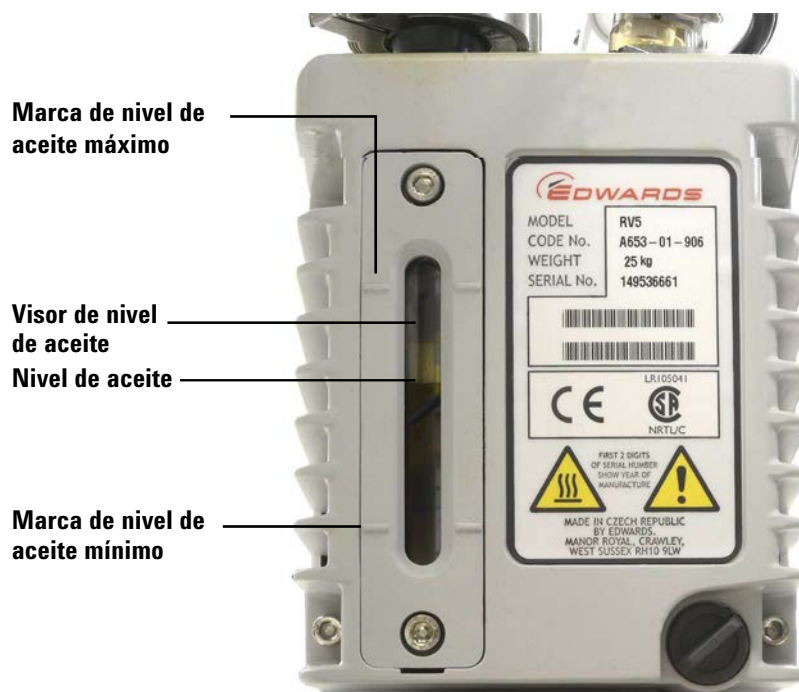
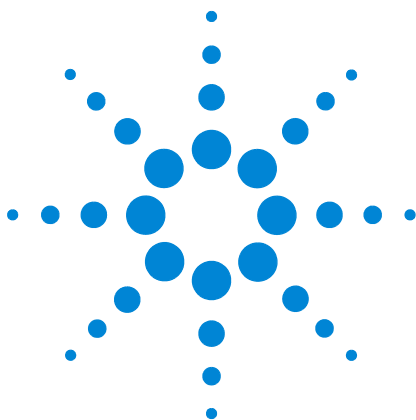


Figura 5 Visor del nivel de aceite de bomba de vacío RV5

Descripción general de la instalación y puesta en marcha inicial

A continuación se ofrece una breve descripción del proceso de instalación. Consulte la guía *Instalación y puesta en marcha inicial* para ver los detalles completos de la instalación.

- 1** Si aún no está instalado, instale el GC y el sistema de datos de Agilent. (Si se ha instalado otro detector, compruebe su rendimiento).
- 2** Coloque el detector sobre la zona de trabajo. Quite los tapones protectores.
- 3** Prepare el GC. Deje enfriar el GC, apáguelo y desconecte el cable de alimentación. Extraiga las cubiertas.
- 4** Prepare el lugar de montaje del detector.
- 5** Saque del embalaje la bomba de vacío. Retire los tapones. Instale y el filtro coalescente de aceite y balasto.
- 6** Instale la bomba de vacío.
- 7** Compruebe la configuración de potencia.
- 8** Instale el conjunto del quemador.
- 9** Conecte los gases de suministro.
- 10** Conecte los gases del detector.
- 11** Conecte los cables del detector y el cableado.
- 12** Conecte los cables al GC y al detector.
- 13** Conecte a una fuente de alimentación.
- 14** Instale la columna
- 15** Instale la cubierta del GC.
- 16** Encienda el GC y el detector.
- 17** Configure el detector.
- 18** Cree un método de comprobación y compruebe el rendimiento.



2 Información reglamentaria y de seguridad

Introducción	24
Información importante de seguridad	25
Símbolos	29
Fusibles	30
Información reglamentaria y de seguridad	31
Uso previsto	34
Limpieza	34
Reciclado del producto	34
Asistencia técnica	34

Este capítulo contiene información importante sobre seguridad y normativas necesaria para la instalación y uso del SCD Agilent 8355 y el NCD Agilent 8255. Debe leer y entender esta información antes de utilizar el detector.



Introducción

Este manual le guiará en el funcionamiento, mantenimiento y resolución de problemas del SCD Agilent 8355 y el NCD Agilent 8255. Habitualmente es el personal con formación de Agilent quien instala el SCD y el NCD en el cromatógrafo de gases (GC). Si instala el SCD y el NCD, consulte la *Guía de instalación* para obtener instrucciones.

Al margen de la presente información, consulte la información de seguridad del GC que se entrega con el aparato. Podrá encontrar los manuales del GC de Agilent en los DVD *Manuales de usuario y herramientas de GC y GC/MS* de Agilent Technologies .

Información importante de seguridad

Hay varios avisos importantes sobre seguridad que hay que tener presentes siempre que utilice el SCD 8355 o el NCD 8255.

Muchas piezas internas del detector tienen voltajes peligrosos

Si el GC y el detector están conectados a una fuente de alimentación, incluso si están apagados, existen voltajes potencialmente peligrosos en:

- El cableado entre el cable de alimentación del detector y la fuente de alimentación de CA
- Fuente de alimentación de CA
- El cableado desde la fuente de alimentación de CA al interruptor de alimentación.

Con la corriente conectada, también existen voltajes peligrosos en:

- Todas las tarjetas eléctricas.
- Los hilos y cables internos conectados a estas tarjetas.

Observe que el GC suministra electricidad a las tarjetas eléctricas y los módulos EPC.

Las descargas electrostáticas son una amenaza para la electrónica del GC

Las tarjetas de circuitos impresos (PC) en el detector pueden quedar dañadas por las descargas electrostáticas. No toque ninguna de las tarjetas a no ser que sea absolutamente necesario. Si tiene que manipularlas, utilice una muñequera antiestática y tome otras precauciones contra la electricidad estática. Utilice una muñequera antiestática siempre que tenga que retirar la cubierta derecha del GC, o las cubiertas izquierda o derecha del detector.

Muchas piezas están extremadamente calientes

Muchas piezas del detector funcionan a temperaturas lo suficientemente altas como para provocar quemaduras graves. Estas piezas incluyen, aunque no se limitan a:

- El quemador de plasma dual
- La interfaz del detector al GC, incluida la conexión de la columna

Siempre se deben enfriar estas áreas del detector a temperatura ambiente antes de trabajar en ellas. Si debe realizar mantenimiento en las piezas calientes, utilice una llave y póngase guantes protectores. Siempre que sea posible, enfríe la parte del instrumento en la que vaya a trabajar antes de empezar.

Medidas de seguridad para el hidrógeno

Se utiliza gas hidrógeno como gas combustible para producir la llama en el detector.

ADVERTENCIA

Cuando se usa hidrógeno (H_2) como gas combustible, hay que tener en cuenta que el gas hidrógeno puede entrar dentro del horno del GC y generar riesgos de explosión. Por ello, hay que asegurarse de que la fuente está desactivada hasta que se hayan hecho todas las conexiones, y de que los adaptadores de columna del detector en todo momento están o bien conectados a una columna o bien tapados, mientras se suministra hidrógeno al detector. El hidrógeno es inflamable. Las fugas, si ocurren en un espacio cerrado, pueden provocar un incendio o una explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno, se debe comprobar si hay fugas en las conexiones, líneas y válvulas antes de usar el instrumento. Hay que cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar con el instrumento.

El hidrógeno suele utilizarse como gas portador del GC. El hidrógeno tiene un carácter potencialmente explosivo, además de otras características peligrosas.

- El hidrógeno es combustible en una amplia gama de concentraciones. A presión atmosférica, el hidrógeno es combustible a concentraciones de entre el 4 % al 74,2 % por volumen.
- El hidrógeno presenta la velocidad de combustión más elevada de todos los gases.
- El hidrógeno tiene una energía de ignición muy baja.
- El hidrógeno que se expande rápidamente en la atmósfera a alta presión puede inflamarse por sí solo debido a las chispas electrostáticas.
- El hidrógeno arde con una llama no luminosa, que puede resultar invisible si la luz es brillante.

Corte de hidrógeno

El gas hidrógeno se utiliza como combustible para los detectores SCD y NCD.

Cuando se utilice el detector con un GC Agilent 7890B o 7890A+ GC, el GC supervisa todas las corrientes de gas hidrógeno. Si una corriente se corta porque no puede alcanzar el valor de flujo o presión establecidos y si dicha corriente está configurada para utilizar hidrógeno, el GC asume que se ha producido una fuga y declara un corte de hidrógeno de seguridad.

Si el GC efectúa un corte de hidrógeno de seguridad, se producen los siguientes efectos en el detector:

- Se apagan las zonas calentadas del detector.
- Se apagan las corrientes de hidrógeno del detector.
- Se apaga el generador de ozono.
- La bomba de vacío continúa encendida.

Para que vuelva a funcionar, arregle la causa del corte (cierre de la válvula del tanque, fuga importante, etc.). Apague el instrumento y el detector, y vuelva a encenderlos.

ADVERTENCIA

El GC no siempre puede detectar fugas en las corrientes de gas del detector. Por esta razón, es vital que los adaptadores de columnas estén siempre conectados a una columna o tengan un tapón instalado. Las corrientes de H₂ deben estar configuradas para hidrógeno, de forma que el GC tenga en cuenta el uso de hidrógeno.

Medición de los flujos de gas hidrógeno

ADVERTENCIA

No mida el hidrógeno junto al aire o el oxígeno. Esto puede crear mezclas explosivas que pueden estallar con el encendedor automático. Para evitar este peligro: 1. Apague el encendedor automático antes de empezar. 2. Mida siempre los gases por separado.

Cuando mida los flujos de gas en un detector donde se utiliza hidrógeno para la llama del detector o como gas portador del GC, mida el flujo de hidrógeno por separado. No deje nunca que entre una corriente de aire cuando haya hidrógeno en el medidor de flujo.

Ozono

ADVERTENCIA

El ozono es un gas peligroso y un potente oxidante. La exposición al ozono debería minimizarse usando el instrumento en una zona bien ventilada y conectando el sistema de escape de la bomba de vacío a una campana extractora. El generador de ozono debería estar apagado cuando el instrumento no se esté utilizando.

Entornos de oxígeno

ADVERTENCIA

Los entornos ricos en oxígeno son proclives a la combustión e incluso pueden producir una combustión espontánea en condiciones de alta presión y exposición a la contaminación. Utilice solamente componentes compatibles con oxígeno y asegúrese de que dichos componentes se hayan tratado correctamente para usarse con oxígeno puro.

Símbolos

Las advertencias expuestas en este manual o en el instrumento deben respetarse durante todas las fases de funcionamiento, servicio y reparación del instrumento. El no seguimiento de estas precauciones invalida los estándares de seguridad del diseño y el uso previsto de este instrumento. Agilent Technologies no se responsabiliza del incumplimiento por parte del cliente de estos requisitos.

Consulte la documentación suministrada para obtener más información.



Indica una superficie caliente.



Indica voltajes peligrosos.



Indica terminal conductor de protección.



Indica posible peligro de explosión.



Indica peligro de descarga electrostática.



Indica un peligro. Consulte la documentación del usuario de Agilent con respecto al elemento etiquetado.



Indica que no debe tirar este producto eléctrico/electrónico con los residuos domésticos



Fusibles

El SCD 8355 y el NCD 8255 necesitan fusibles para funcionar adecuadamente. **Únicamente tiene acceso a éstos el personal formado para el servicio de Agilent.**

ADVERTENCIA

Para una protección continua del peligro de incendio, sustituya los fusibles solo por fusibles del mismo tipo y tensión.

ADVERTENCIA

Peligro de descarga. Desconecte el instrumento de la fuente principal antes de sustituir los fusibles.

Tabla 3 Fusibles del tablero de CA

Nomenclatura de los fusibles	Voltaje	Tipo y tensión nominal de los fusibles
F1/F2	Todos	15 A, 250 VCA, IEC tipo F (sin tiempo de retardo), cuerpo de cerámica
F6/F5	Todos	0,75 A, 250 VCA, IEC tipo F (sin tiempo de retardo), cuerpo de cristal
F4/F3	Todos	10 A, 250 VCA, IEC tipo F (sin tiempo de retardo), cuerpo de cristal

Información reglamentaria y de seguridad

Este instrumento ha sido diseñado y probado de acuerdo con la publicación IEC 61010-1 de Requisitos de seguridad para la medición de equipamientos eléctricos, Control y uso en laboratorio y se ha proporcionado en unas condiciones seguras. Esta documentación de instrucciones contiene información y advertencias que debe seguir el usuario para garantizar la utilización segura y mantener el instrumento en buenas condiciones.

Consulte el Manual de seguridad del GC 7890B, disponible en el DVD Manuales de usuario y Herramientas de GC y GC/MS de Agilent, para obtener información sobre seguridad general y normativas para el GC 7890B. Los apartados siguientes ofrecen información específica del SCD 8355 y NCD 8255.

El SCD 8355 y el NCD 8255 de Agilent cumplen los siguientes estándares de seguridad:

- Canadian Standards Association (CSA): C22.2 No. 61010-1
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): ANSI/UL 61010-1
- Comisión Electrotécnica Internacional (IEC, International Electrotechnical Commission): 61010-1, 61010-2-010
- EuroNorm (EN): 61010-1

Este producto cumple con la seguridad de Clase I, Grado de contaminación 2, Categoría de instalación II. Debe conectarse a la fuente principal con una toma de tierra de protección incorporada en el cable eléctrico. Cualquier interrupción en la conducción de protección dentro o fuera del equipo puede convertirlo en un instrumento peligroso. La interrupción intencionada está prohibida.

Si se utiliza este instrumento de manera diferente a la especificada por Agilent, puede invalidar la protección que proporciona el instrumento.

El SCD serie 8355 y el NCD serie 8255 de Agilent cumplen las siguientes normativas sobre compatibilidad electromagnética (EMC) e interferencia de radiofrecuencia (RFI):

- CISPR 11/EN 55011: Grupo 1, Clase A
- IEC/EN 61326



Este dispositivo ISM cumple la normativa canadiense ICES-001. Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.



El SCD serie 8355 y el NCD serie 8255 se han diseñado y fabricado con un sistema de calidad registrado en ISO 9001. Declaración de conformidad disponible.



Instrucciones para la eliminación de equipos de desecho por los usuarios de la Unión Europea. La presencia de este símbolo en un producto o en su embalaje indica que dicho producto no se debe eliminar junto con otros residuos, sino que es responsabilidad suya eliminar sus aparatos de desecho entregándolos en un punto de recogida designado para el reciclaje de equipos eléctricos y electrónicos de desecho. La recogida y el reciclaje de su equipo de desecho por separado en el momento de su eliminación ayudará a conservar los recursos naturales y asegurará que se va a reciclar protegiendo la salud humana y el medio ambiente. Para obtener más información acerca de dónde puede dejar su equipo de desecho para su reciclaje, póngase en contacto con la oficina de reciclaje de su localidad o con el proveedor a quién compró el producto.

Certificado de emisión de sonido para la República Federal de Alemania

Presión de sonido $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ operador y $L_p < 72 \text{ dB(A)}$ no específica, conforme a DIN-EN 27779 (prueba de tipo).

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ Operador y $L_p < 72 \text{ dB(A)}$ Bystander nach DIN-EN 27779 (Typpruefung).

Compatibilidad electromagnética

Este dispositivo cumple con los requisitos de CISPR 11. El funcionamiento está sujeto a las siguientes dos condiciones:

- No puede provocar interferencias peligrosas.
- Debe aceptar toda interferencia recibida, incluidas aquellas que puedan provocar un funcionamiento no deseado.

Si el equipo provoca interferencias peligrosas frente a la recepción de radio o televisión, lo cual puede determinarse apagando y encendiendo el aparato, se insta al usuario a tomar una o varias de las siguientes medidas:

- 1 Posicionar de nuevo la radio o la antena.
- 2 Alejar el equipo de la radio o televisión.
- 3 Enchufar el equipo a una toma eléctrica diferente, de manera que el equipo y la radio o televisión estén en circuitos eléctricos separados.
- 4 Asegúrese de que todos los dispositivos periféricos estén certificados.
- 5 Asegúrese de utilizar cables apropiados para conectar el dispositivo al equipo periférico.
- 6 Consulte al distribuidor del equipo a Agilent Technologies o a un técnico experimentado si necesita ayuda.
- 7 Los cambios o modificaciones no aprobados expresamente por Agilent Technologies podrían anular la autoridad del usuario para manejar el equipo.

Uso previsto

Los productos de Agilent solo deben usarse de la forma descrita en las guías de usuario de productos Agilent. Cualquier otro uso puede resultar en daños para el producto o en accidentes personales. Agilent no es responsable de ningún daño causado, en parte o en su totalidad, por el uso inadecuado de los productos, las alteraciones no autorizadas, los ajustes o modificaciones de los productos que no cumplan con los procesos indicados en las guías de usuario de productos Agilent, o el uso de los productos que infrinja las leyes, reglas y normativas.

Limpieza

Para limpiar la unidad, desconecte la alimentación y limpie con un paño sin pelusa humedecido.

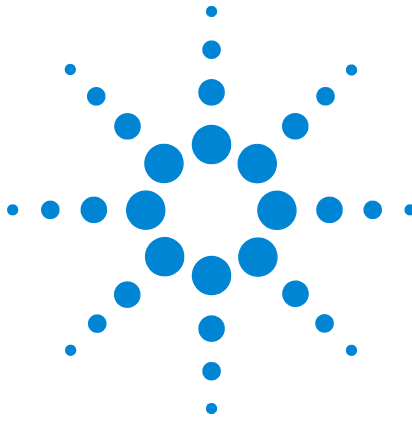
Reciclado del producto



Para su reciclado, póngase en contacto con la oficina de ventas local de Agilent.

Asistencia técnica

Este instrumento se entrega con la documentación para su funcionamiento, mantenimiento rutinario y resolución de problemas. Para obtener asistencia técnica adicional, visite las páginas de soporte técnico disponibles en el sitio web de Agilent en <http://www.agilent.com> o póngase en contacto con la oficina de ventas local de Agilent. Para obtener la información de contacto más reciente, visite el sitio web de Agilent en: <http://www.chem.agilent.com/en-US/Contact-US/Pages/ContactUs.aspx>.



3 Descripción del sistema

Especificaciones	36
Teoría de funcionamiento	37
Descripción de componentes principales	39

Este capítulo ofrece especificaciones de rendimiento típicas y describe la teoría de funcionamiento del SCD 8355 y el NCD 8255.



Especificaciones

Este apartado enumera las especificaciones publicadas para un detector nuevo, instalado en un GC Agilent 7890B nuevo, cuando se utiliza en un entorno de laboratorio estándar.

SCD serie 8355

Especificaciones	
Límite de detección mínimo (MDL), típico	< 0,5 pg (S)/s (ruido ASTM de sistema de datos de Agilent, 2x)
Linealidad	> 10^4
Selectividad	> 2×10^7 respuesta S/respuesta C ²
Precisión* y estabilidad	< 2 % RSD sobre 2 horas < 5 % RSD sobre 24 horas
Tiempo estándar para alcanzar 800 °C desde temperatura ambiente	10 min

* Típicamente, basado en una operación por 30 minutos, recogido durante 24 horas. Por ejemplo, un periodo de tiempo de 24 horas contiene aproximadamente 48 ejecuciones repetidas.

NCD serie 8255

Especificaciones	
Límite de detección mínimo (MDL), típico	< 3 pg (N)/s (ruido ASTM de sistema de datos de Agilent, 2x)
Linealidad	> 10^4
Selectividad	> 2×10^7 respuesta N/respuesta C
Reproducibilidad de área	< 1,5 % RSD sobre 8 horas < 2 % RSD sobre 18 horas
Tiempo estándar para alcanzar 800 °C desde temperatura ambiente	10 min

Teoría de funcionamiento

Los detectores de quimioluminiscencia 8255 y 8355 de Agilent detectan moléculas concretas transformándolas químicamente, en varios pasos, en una especie excitada que emite luz. La luz de esta emisión se convierte en una señal eléctrica mediante un tubo fotomultiplicador (PMT). Para cada detector, las muestras se someten a una reacción preliminar con un oxidante (aire en el caso del SCD, oxígeno en el del NCD) e hidrógeno en una zona de reacción muy caliente (el quemador) a una presión reducida para formar SO o NO además de otros productos como H₂O y CO₂. Estos productos de la reacción fluyen a la celda de reacción en un módulo del detector separado. En esta celda, se mezclan con el ozono (O₃) producido del oxígeno usando el generador de ozono. El O₃ reacciona con SO o NO para generar SO₂^{*} y NO₂^{*} respectivamente. Esta celda de reacción funciona a una presión de aproximadamente 4-7 Torr. Estas especies de alta energía vuelven al estado fundamental mediante quimioluminiscencia. La luz emitida se filtra y luego es detectada por un PMT. La señal eléctrica producida es proporcional a la cantidad de SO₂^{*} o NO₂^{*} formado en la celda de reacción. La muestra sale de la celda de reacción, pasa a través de la trampa de destrucción de ozono y, a continuación, pasa por una bomba de vacío y es expulsada.

SCD

El SCD usa la quimioluminiscencia (una reacción que produce luz) de la reacción del ozono con monóxido de azufre (SO) producido por la combustión del analito:

Compuestos de azufre (analito) → SO + H₂O + otros productos

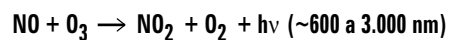
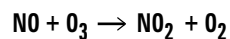
SO + O₃ → SO₂ + O₂ + hν (< 300-400 nm)

La presión diferencial producida por una bomba de vacío transfiere los productos de combustión en una celda de reacción, a la cual se añade el exceso de ozono. La luz (hν) producida a partir de la reacción posterior se filtra y detecta ópticamente con un tubo fotomultiplicador sensible al azul y la señal se amplifica para mostrarse en pantalla o enviarse a un sistema de datos.

NCD

El NCD usa la quimioluminiscencia del ozono con óxido nítrico formado a partir de la combustión. El óxido nítrico en reacción con el ozono forma dióxido de nitrógeno electrónicamente

excitado. El dióxido de nitrógeno excitado emite luz, una reacción quimioluminiscente, en la región roja e infrarroja del espectro. La luz emitida es directamente proporcional a la cantidad de nitrógeno en la muestra:



La luz ($h\nu$) emitida por la reacción química es filtrada ópticamente y detectada por un PMT. Un refrigerador enfría el PMT para reducir el ruido térmico y ayuda a medir la luz infrarroja. La señal del PMT se amplifica para mostrarse en pantalla o enviarse a un sistema de datos.

Descripción de componentes principales

Conjunto del quemador

El conjunto del quemador se monta sobre el GC en una ubicación del detector y contiene la conexión de la columna.

En el caso del SCD, el quemador ofrece dos zonas calefactadas, una en la base y otra más arriba en el conjunto. En la región de la base del quemador, el efluente de la columna se mezcla con el flujo de hidrógeno inferior y el aire a alta temperatura. La llama de hidrógeno resultante quema el efluente. Los componentes en baja concentración se queman para formar los productos de combustión habituales, incluido SO_2 para componentes que contienen azufre. Los productos son extraídos hacia arriba a través del tubo de cerámica, donde a temperaturas aun mayores el flujo de hidrógeno superior se mezcla con los productos de la combustión, lo que hace que el SO_2 se reduzca a SO .

La [Figura 6](#) muestra las salidas de flujo para el conjunto del quemador del SCD.

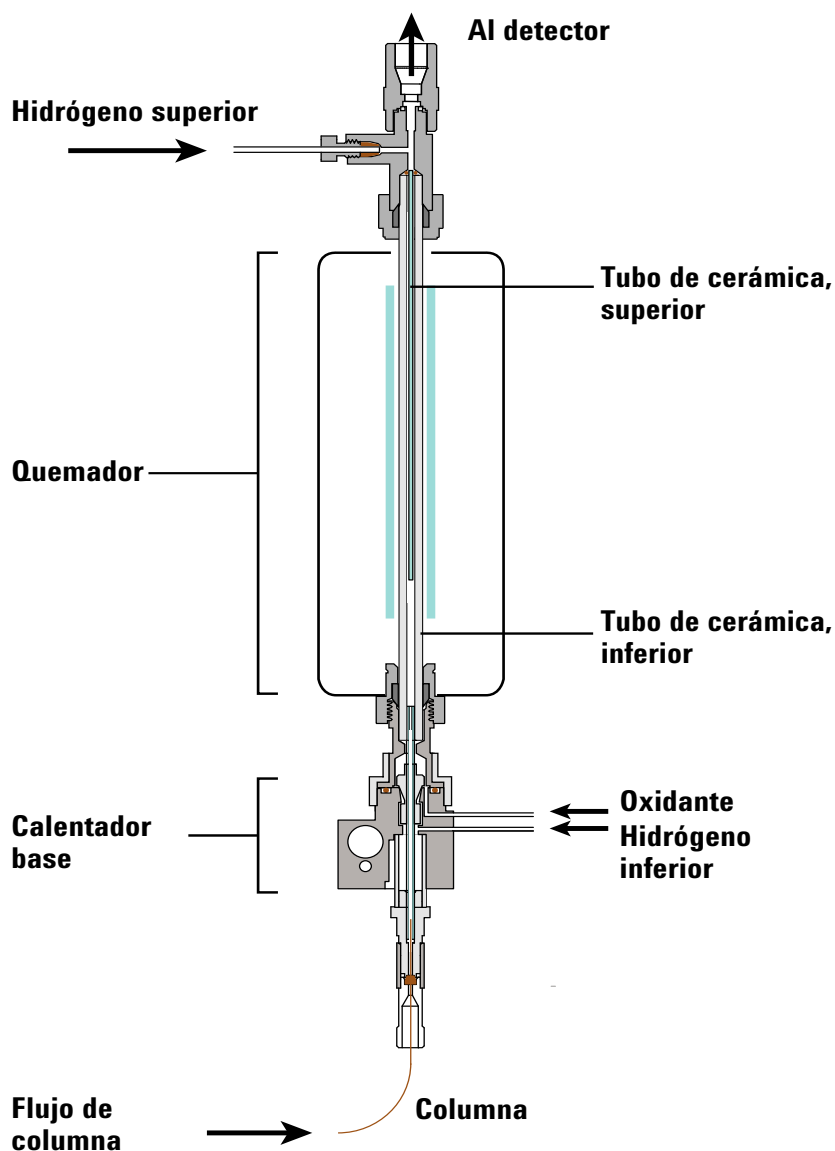


Figura 6 Flujos del SCD

En el caso del NCD, el quemador ofrece dos zonas calefactadas, una en la base y otra más arriba en el conjunto. En la región de la base del quemador, el efluente de la columna se mezcla con el hidrógeno y el aire a alta temperatura. La llama de hidrógeno resultante quema el efluente. Los componentes en baja concentración se queman para formar los productos de combustión habituales, incluido NO_2 para componentes que contienen nitrógeno. Los productos son extraídos hacia arriba a través de un tubo de cuarzo y un catalizador, donde la alta temperatura convertirá el NO_2 en NO .

La [Figura 7](#) muestra las salidas de flujo para el conjunto del quemador del NCD.

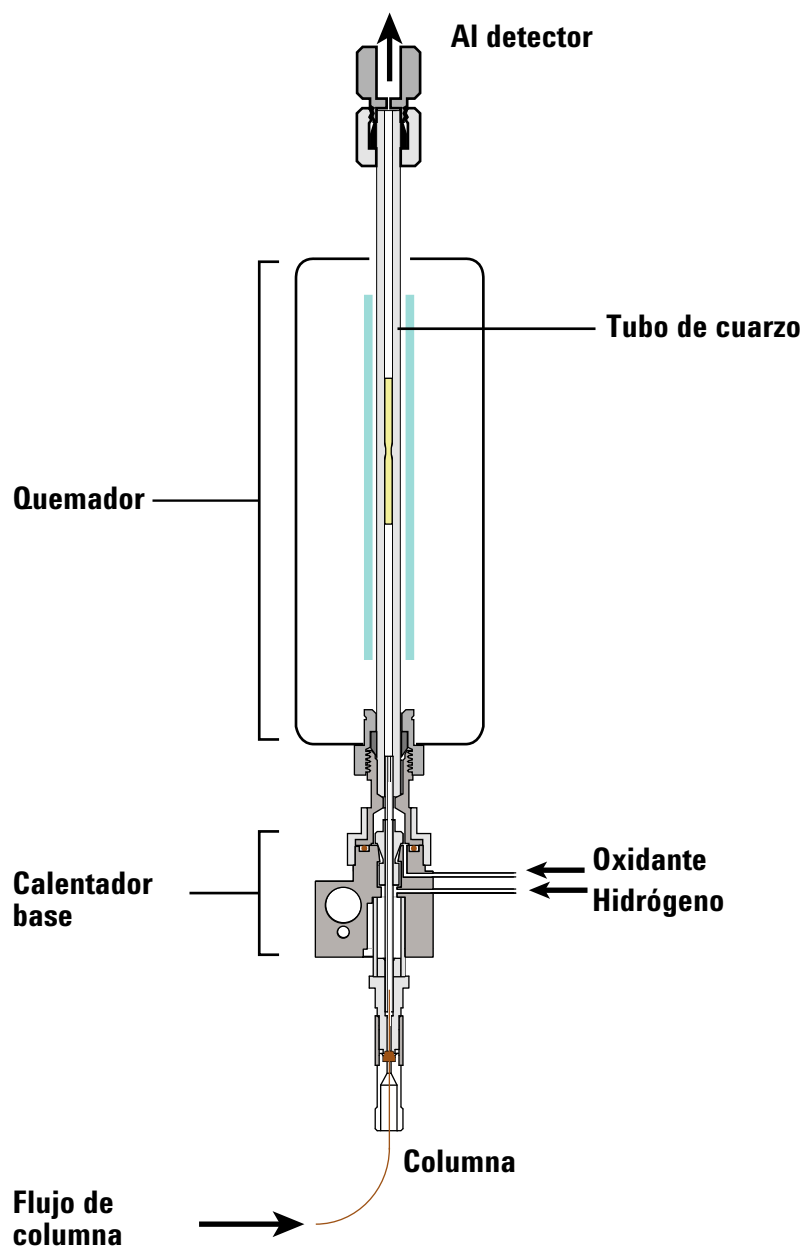


Figura 7 Corrientes del NCD

Generador de ozono

El generador de ozono proporciona ozono que reacciona con cualquier SO o NO en la celda de reacción para generar SO_2^* y NO_2^* respectivamente. Estas especies de alta energía vuelven al estado fundamental mediante quimioluminiscencia.

Celda de reacción y tubo fotomultiplicador (PMT)

El generador de ozono descarga ozono en la celda de reacción. Este ozono reacciona con SO o NO para generar SO₂* y NO₂* respectivamente. Cuando las especies vuelven al estado fundamental por la quimioluminiscencia, el tubo fotomultiplicador produce una corriente proporcional a la intensidad de luz emitida. Se utiliza un filtro de paso de banda para optimizar el detector para la detección de azufre o nitrógeno.

Módulos del EPC

El detector controla los flujos de gas hidrógeno, oxidante (aire u oxígeno) y flujos de gas de suministro de ozono (oxígeno) usando dos módulos de control de presión electrónica.

Bomba de vacío

Una bomba de vacío rotativa sellada por aceite en dos fases proporciona una presión operativa de entre 3 y 10 Torr en la celda de reacción. Este vacío ayuda a transferir los gases de combustión desde el quemador a la celda de reacción, así como a transferir el ozono del generador de ozono a la celda de reacción. La bomba de vacío también reduce la atenuación de colisión no radiativa de las especies emisoras en la celda de reacción.

Trampa de destrucción de ozono

Una trampa química entre la salida del detector y la bomba de vacío destruye el ozono, convirtiéndolo en oxígeno diatómico. El ozono no convertido reduce la vida útil de la bomba.

Filtro coalescente de aceite

La bomba de vacío rotativa sellada por aceite usa un balasto de gas parcialmente abierto para facilitar la eliminación de agua producida en el quemador y transferida a la bomba. A consecuencia del balasto de gas abierto y las tasas relativamente altas de flujo de gases, el aceite de la bomba puede salir por el escape de la bomba. Para minimizar la pérdida de aceite, la bomba incluye un filtro coalescente de aceite en el escape de la bomba para atrapar el aceite vaporizado y devolverlo a la reserva de aceite de la bomba de vacío.

Adaptador del FID (opcional)

El quemador del SCD normalmente se monta sobre el horno del GC directamente como un detector independiente. Sin embargo, algunas aplicaciones también necesitan la detección simultánea de componentes de hidrocarburos usando una sola columna sin hacer divisiones. Por este motivo, Agilent ofrece un adaptador opcional para FID que se monta en el conjunto del quemador sobre un FID para recoger simultáneamente cromatogramas de FID y SCD. Durante el funcionamiento dedicado del SCD, el 100 % del efluente de la columna pasa a través del quemador hasta el detector. Durante la detección simultánea, aproximadamente un 10 % de los gases de salida del FID son extraídos hacia el quemador mediante un restrictor, que reduce la sensibilidad del SCD a aproximadamente 1/10 de la señal observada en un quemador SCD dedicado.

Refrigerador del NCD

En el caso del NCD, el detector usa un refrigerador Peltier para reducir la temperatura del PMT, que a su vez reduce el ruido. Este refrigerador enfría el PMT en relación con la temperatura ambiente actual. Si la temperatura ambiente de laboratorio es más elevada podría incrementarse las temperaturas del PMT. Las fluctuaciones en la temperatura ambiente pueden provocar fluctuaciones en la temperatura del PMT.

Dado que el ruido y la respuesta determinan el MDL, la eficacia del refrigerador puede influir en el MDL. En función de la temperatura ambiente, es posible que el refrigerador no pueda mantener una temperatura lo suficientemente fría en el PMT y el ruido del XCD aumente, incrementando a su vez el MDL.

Dado que la eficacia del refrigerador depende de la temperatura ambiente dentro del detector y el laboratorio, los valores establecidos del refrigerador no afectan en la preparación del detector. Puede iniciarse una operación del GC independientemente de si el refrigerador ha enfriado o no el GC hasta el valor establecido.

3 Descripción del sistema



4 Funcionamiento

Introducción	46
Configuración de parámetros	47
Estabilidad y respuesta del detector	51
Condiciones de funcionamiento habituales	52
Ajuste de condiciones de funcionamiento	53
Puesta en marcha	54
Conservación de recursos	55
Apagado	56
Configuración de flujo cero automático en el GC	57
Configuración del detector	58

Este capítulo describe cómo utilizar el SCD 8355 y el NCD 8255. Este capítulo presupone que ya está familiarizado con el sistema de datos, si se utiliza, y teclado y la pantalla del panel frontal del GC. Para obtener más información, consulte la ayuda online del sistema de datos y la documentación del instrumento disponible en los DVD *Manuales de usuario y Herramientas de GC y GC/MS* de Agilent.



Introducción

Versión integrada

Una vez instalado en un GC Agilent 7890B o 7890A+, programe y utilice el SCD y el NCD tal como usaría cualquier otro detector en el GC. Para usuarios de sistemas de datos Agilent, use el controlador del GC integrado para acceder a los parámetros operativos. Para usuarios autónomos del GC, acceda a estos parámetros desde el panel de control y el teclado del GC. Los ajustes y la información provista por el controlador y el teclado del GC incluyen:

- Ajustes para temperaturas, flujos y tipos de gas
- Integración de secuencia
- Almacenamiento de método
- Ajustes de Mantenimiento Preventivo Asistido (EMF), ajustes de tasa de datos, registro de errores, registro de mantenimiento e información de estado

Configuración de parámetros

Este apartado enumera los rangos de parámetros para el SCD y el NCD. Los valores establecidos disponibles proporcionan un rango amplio adecuado para una gran variedad de aplicaciones, así como para el desarrollo del método. Consulte “[Ajuste de condiciones de funcionamiento](#)” en la página 53 para ver información detallada sobre las relaciones entre los valores establecidos.

Parámetros y rangos

La tabla siguiente enumera los parámetros disponibles para el detector.

Tabla 4 Parámetros y rangos del SCD 8355 y NCD 8255

Parámetro	Rango, SCD	Rango, FID-SCD	Rango, NCD
Método			
Temperatura base	125 – 400 °C	125 – 400 °C	125 – 400 °C
Temperatura del quemador	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C
Temperatura del refrigerador (solo NCD)*	Activado/ desactivado	Activado/ desactivado	Activado/ desactivado
Flujo de hidrógeno inferior	5 – 25 mL/min	—	1 – 25 mL/min
Flujo de hidrógeno superior (solo SCD)	25 – 100 mL/min	25 – 100 mL/min	—
Flujo oxidante	25 – 150 mL/min	5 – 100 mL/min	4 – 80 mL/min
Flujo del generador O3	Activado/ desactivado	Activado/ desactivado	Activado/ desactivado
Alto voltaje del generador O3	Activado/ desactivado	Activado/ desactivado	Activado/ desactivado
Bomba de vacío	Activado/ desactivado	Activado/ desactivado	Activado/ desactivado
Configuración			
Tipo de gas oxidante	Aire	Aire	Oxígeno
Tipo de gas del generador O3	Oxígeno	Oxígeno	Oxígeno
Ignore Ready	Consulte el <i>Manual de funcionamiento del GC</i>		
Señal	XCD. Consulte el <i>Manual de funcionamiento avanzado</i> del GC.		

* El funcionamiento del refrigerador (refrigerador PMT) depende de la temperatura ambiente actual del detector. La temperatura real del refrigerador no tiene ningún impacto en la preparación del detector. Consulte “[Refrigerador del NCD](#)” en la página 43.

Observe que el voltaje del PMT es un valor fijo en 800 V.

Control de software

Cuando use un sistema de datos Agilent, abra una sesión online y edite los parámetros de adquisición del instrumento para cambiar los ajustes del método. Seleccione el detector desde el editor de métodos, normalmente **Detectores > Detector frontal** (o **Detector posterior** o **Detector aux.**, según convenga para su configuración). Consulte la [Figura 8](#), [Figura 9](#) y la [Tabla 5](#).

SCD		Setpoint	Actual
☒	Base Temperature:	280 °C	280 °C
☒	Burner Temperature:	800 °C	800 °C
☒	Upper H2 Flow:	38 mL/min	38 mL/min
☒	Lower H2 Flow:	8 mL/min	8 mL/min
☒	Oxidizer Flow (Air):	50 mL/min	50 mL/min
☒	O3 Generator Flow		46.4 mL/min
☒	O3 Generator Power		
☒	Vacuum Pump		
	Burner Pressure:		363.2 Torr
	Reaction Cell Pressure:		4.2 Torr
	Signal Output:		681.9 pA
SCD Subtract from Signal: ☐ (Nothing) ☐ Column Compensation Curve #1 ☒ Column Compensation Curve #2			

Figura 8 Ejemplo de parámetros del SCD en un sistema de datos

NCD		Setpoint	Actual
☒	Base Temperature:	280 °C	280 °C
☒	Burner Temperature:	450 °C	450 °C
☒	Chiller Temperature		-10 °C
☒	H2 Flow:	3 mL/min	3 mL/min
☒	Oxidizer Flow (O2):	10 mL/min	10 mL/min
☒	O3 Generator Flow		35.9 mL/min
☒	O3 Generator Power		
☒	Vacuum Pump		
	Burner Pressure:		110.1 Torr
	Reaction Cell Pressure:		1.7 Torr
	Signal Output:		52.8 pA

NCD
 Subtract from Signal:
☐ (Nothing)
☐ Column Compensation Curve #1
☒ Column Compensation Curve #2

Figura 9 Ejemplo de parámetros del NCD en un sistema de datos

Para configuraciones en tándem, por ejemplo, un FID-SCD frontal, el FID será el detector frontal y el XCD será el detector aux.

Para acceder a los parámetros de configuración usando el control del sistema de datos, seleccione **Configuración > Módulos**. Consulte la [Figura 10](#) para ver un ejemplo.

Front Detector	
SCD	
Oxidizer Gas	Air
O3 Generator Gas	O2
Back Detector	
NCD	
Oxidizer Gas	O2
O3 Generator Gas	O2

Figura 10 Ejemplo de parámetros de configuración de SCD y NCD

Consulte “[Configuración del detector](#)” en la página 58 para obtener más información.

Control de teclado del GC

Para acceder a los parámetros de método para un SCD o NCD, pulse la tecla [**Front Det**], [**Back Det**] o [**Aux Det #**] (solo en configuración en tándem de FID-XCD). Consulte la [Tabla 5](#).

Para activar el voltaje del PMT, pulse [**Config**] y, a continuación, pulse la tecla para el detector ([**Front Det**], [**Back Det**] o [**Aux Det #**]). El voltaje del PMT puede activarse o desactivarse. El PMT funciona en un voltaje constante (800 V).

Identificación del detector

La [Tabla 5](#) enumera las configuraciones esperadas para un XCD.

Tabla 5 Conexiones al mazo de cableado del GC

Instalación del XCD	¿Qué detector es el XCD?
XCD frontal	Delantero
XCD trasero	Trasero
FID-XCD frontal único (FID-XCD en tándem frontal)	Frontal: FID frontal Detector auxiliar 2: XCD
FID-XCD trasero único (FID-XCD en tándem trasero)	Trasero: FID trasero Detector auxiliar 2: XCD
FID-XCD frontal y FID-XCD trasero duales (FID-XCD en tándem dual)	Frontal: FID frontal Detector auxiliar 1: XCD frontal Trasero: FID trasero Detector auxiliar 2: XCD trasero

Estabilidad y respuesta del detector

El tiempo necesario para que el sistema se estabilice varía en función de la aplicación, la limpieza del sistema, la presencia de sitios activos y otros factores.

- Al iniciar un sistema existente, espere normalmente al menos 10 minutos antes de usar el sistema para recopilar datos.
- Un quemador nuevo o un juego nuevo de tubos de cerámica puede tardar hasta 24 horas en acondicionarse. Ajuste el detector a las condiciones de funcionamiento y supervise la línea base hasta que sea lo suficientemente estable para su aplicación.

Condiciones de funcionamiento habituales

La [Tabla 6](#) enumera las condiciones iniciales recomendadas para los métodos del SCD y NCD. Estas condiciones deberían ofrecer resultados aceptables para una amplia variedad de aplicaciones. Sin embargo, debería optimizar estas condiciones según sea necesario para mejorar el rendimiento de la aplicación específica.

Tabla 6 Condiciones de funcionamiento típicas, SCD y NCD

Parámetro	SCD	NCD
Temperatura base, °C	250	250
Temperatura del quemador, °C	800	900
Temperatura del refrigerador	No	Activado
Flujo superior de H ₂ , mL/min	40	No
Flujo inferior de H ₂ , mL/min	10	3
Flujo oxidante, mL/min	50, Aire	8, Oxígeno
Flujo de generador O ₃ , mL/min	Activado	Activado
Alto voltaje del generador O ₃	Activado	Activado
Bomba de vacío	Activado	Activado
Presión del quemador, Torr, lectura típica	< 425 Torr	< 120 Torr
Presión del reactor, Torr (solo lectura)	Debería estar por debajo de 7 Torr	Debería estar por debajo de 5 Torr

Los métodos de comprobación para el SCD y el NCD también ofrecen parámetros de ejemplo para encontrar un equilibrio de un buen límite de detección, una buena selectividad y una vida útil razonable del tubo de cerámica. En cualquier método XCD:

- Mantenga siempre el gas oxidante fluyendo a través del quemador.
- El firmware no dejará que el hidrógeno fluya en el quemador mientras no haya oxidante para proteger el sistema.

Durante el inicio y el apagado, encienda siempre la bomba primero y apague la bomba al final para evitar que se contamine o se dañe.

Ajuste de condiciones de funcionamiento

Tabla 4 en la página 47 enumera el rango de valores para cada parámetro, según está limitado por el firmware del GC. Para proporcionar flexibilidad durante el desarrollo del método para una aplicación particular, el rango es más ancho de lo necesario para la mayoría de las aplicaciones.

Sin embargo, los flujos de hidrógeno en el SCD necesitan una atención especial. El uso de flujos de hidrógeno muy elevados (superior e inferior), junto con el flujo oxidante, puede dañar los tubos de cerámica permanentemente. Esta condición no se puede recuperar. Consulte “[Contaminación de hidrógeno](#)” en la página 103.

Flujo de hidrógeno inferior del SCD: Un flujo muy elevado puede dañar los tubos de cerámica.

Flujo de hidrógeno inferior del NCD: El NCD puede funcionar sin flujo de hidrógeno, aunque no está recomendado. La llama/plasma de hidrógeno puede ayudar a quemar moléculas pesadas y disolventes. Si se pone en funcionamiento un NCD sin flujo de hidrógeno, conecte los tubos de 1/16 pulgadas para el flujo de hidrógeno inferior al suministro de oxígeno. De lo contrario, el hidrógeno residual en los tubos continuará difuminándose en el quemador y afectará la estabilidad.

- 1 Desconecte la línea **H2 inferior** de la parte posterior del detector y tapone la conexión del detector.
- 2 Instale una conexión Swagelok en T en la salida del **Oxidante** desde el cuerpo del detector.
- 3 Conecte las líneas del **Oxidante** y del **H2 inferior** a la conexión en T.

Normalmente necesitará ajustar las condiciones iniciales recomendadas para crear un método optimizado para su aplicación. Cuando optimice los parámetros del método SCD o NCD, tenga en cuenta lo siguiente:

- Una relación superior de hidrógeno respecto a oxidante puede mostrar inicialmente una respuesta más elevada, pero después ofrece una respuesta menor porque la acumulación de contaminantes reduce la respuesta del detector, como el hollín u otras especies activas.
- Si utiliza el quemador a temperaturas más altas puede reducir la vida útil del calentador, el termoelectrónico y los materiales de sellado.

En general, cuando realice cambios en cualquier parámetro, deje suficiente tiempo para que el sistema alcance un equilibrio. Supervise la línea base hasta que se estabilice en su nuevo valor.

Puesta en marcha

Cómo poner en marcha el detector depende de si ha creado o no un método para el mismo.

Si existe un método válido: Tras haber usado el SCD/NCD (al menos existe un método válido), ponga en marcha el detector cargando el método. Tan pronto como se cargue el método, el GC encenderá la bomba de vacío y los flujos oxidantes; también se encenderán el resto de parámetros salvo el flujo de hidrógeno. El GC supervisará las temperaturas y bloqueará el flujo de hidrógeno hasta que la temperatura base alcance 150 °C y la temperatura del quemador alcance 200 °C. Una vez las temperaturas del detector alcancen estos límites mínimos, el GC enciende el flujo de hidrógeno.

Durante la puesta en marcha inicial, o cuando no haya parámetros de método ajustados para el SCD o el NCD, ponga en marcha el detector del siguiente modo:

- 1 Acceda a los parámetros del método.
 - En el panel frontal del GC, pulse **[Front Det]**, **[Back Det]** o **[Aux Det #]**.
 - En el sistema de datos, seleccione el detector en el editor de métodos.
- 2 Encienda la bomba de vacío.
- 3 Ajuste la tasa de flujo oxidante y encienda el flujo oxidante.
- 4 Espere 1–2 minutos hasta que la bomba de vacío purgue el sistema usando el flujo oxidante.
- 5 Ajuste la temperatura base y enciéndalo.
- 6 Ajuste la temperatura del quemador y enciéndalo.
- 7 Solo para el NCD: Ajuste la temperatura del refrigerador y enciéndalo.
- 8 Ajuste el flujo de hidrógeno y enciéndalo.
- 9 Ajuste el flujo del gas de suministro de ozono y enciéndalo.
- 10 Encender el alto voltaje del gas de suministro de ozono.

El GC supervisará las temperaturas y bloqueará el flujo de hidrógeno hasta que la temperatura base alcance 150 °C y la temperatura del quemador alcance 200 °C. Una vez las temperaturas del detector alcancen estos límites mínimos, el GC enciende el flujo de hidrógeno.

Si es necesario, active también el alto voltaje del PMT. Consulte [“Configuración del detector”](#) en la página 58.

Conservación de recursos

Para conservar recursos durante los períodos de inactividad, por ejemplo, por la noche o durante un fin de semana, use las funciones de conservación de recursos del GC 7890B para cargar un método de suspensión. (Consulte el *Manual de funcionamiento* del GC para obtener detalles sobre cómo usar los métodos de suspensión y activación).

Un método de suspensión para un SCD o NCD debería hacer lo siguiente:

- Cerrar todos los flujos de hidrógeno
- Mantenga la temperatura básica de 125 °C para evitar la condensación
- Mantenga la temperatura del quemador a al menos 200 °C para evitar la condensación
- Ponga la temperatura del horno a 30 °C para minimizar el sangrado de la columna

Asimismo, un método de suspensión también puede:

- Encienda el modo de ahorro de gas para reducir el flujo de la columna
- Apague generador de ozono y el flujo del gas de suministro de ozono
- Apagar el refrigerador (solo NCD)
- Apague la bomba de vacío si el gas portador y el horno están apagados. (Si el flujo de gas portador está encendido, no apague la bomba de vacío. Con la bomba de vacío apagada, cualquier flujo de gas portador puede causar un cierre del flujo.)

Es aconsejable dejar activado el flujo oxidante si la bomba de vacío está encendida.

Apagado

Cuando apague el detector durante un período de tiempo prolongado o cuando necesite realizar un mantenimiento en el GC o el detector, apague el detector del siguiente modo:

- 1 Acceda a los parámetros del método.
 - En el panel frontal del GC, pulse **[Front Det]**, **[Back Det]** o **[Aux Det #]**.
 - En el sistema de datos, seleccione el detector en el editor de métodos.
- 2 Apagar el alto voltaje del gas de suministro de ozono.
- 3 Apagar el flujo del gas de suministro de ozono.
- 4 Desactive el flujo de hidrógeno.
- 5 Solo para el NCD: Apague el refrigerador.
- 6 Apague el calentador del quemador.
- 7 Apague el calentador de la base.

NOTA

Al apagarse, el GC mantendrá el flujo de la bomba de vacío y el flujo oxidante hasta que aproximadamente 100 mL de gas oxidante haya purgado el sistema después de que el flujo de hidrógeno se haya apagado. Esta acción evita que se acumule contaminación residual por la humedad.

- 8 Apague el flujo oxidante.
- 9 Apague la bomba de vacío.
- 10 Apague la alimentación del detector.
- 11 Si quiere parar el GC, apáguelo.

ADVERTENCIA

Peligro de quemadura. Muchas partes del GC pueden estar extremadamente calientes. Si está realizando un mantenimiento del GC o el detector, apague las zonas calientes y supervíselas hasta que alcancen una temperatura de manejo segura antes de apagar el GC.

Alternativamente, cree un método que apague todos los componentes del detector y cargue el método para apagarlo.

Configuración de flujo cero automático en el GC

Agilent recomienda ajustar el GC para que los sensores pasen a flujo cero automáticamente para reducir la derivación. Consulte el *Manual de funcionamiento* del GC para obtener más detalles.

- 1 En el teclado del GC, pulse [**Options**].
- 2 Desplácese hasta **Calibración** y pulse [**Enter**].
- 3 Desplácese para seleccionar el detector adecuado (frontal, trasero, auxiliar 2 o auxiliar 1) y pulse [**Enter**].
- 4 Desplácese hasta **Flujo cero automático (H2 inferior)** y pulse [**On/Yes**]. (Para apague la puesta a cero automática, pulse [**Off/No**].
- 5 Para el SCD, repita los pasos de **Flujo cero automático (H2 superior)**.

Configuración del detector

Para un SCD o NCD, los tipos de gas se suelen configurar una vez. El SCD usa oxígeno para el gas de suministro de ozono y aire para el gas oxidante, mientras que el NCD usa oxígeno para ambos.

Para configurar los tipos de gas para un SCD o NCD usando el teclado del GC:

- 1 En el teclado del GC, pulse las teclas para acceder al detector, por ejemplo [**Config**][**Front Det**].
- 2 Desplácese hasta **Gas oxidante** y pulse [**Mode/Type**].
- 3 Desplácese hasta el tipo de gas correcto, **Aire** (SCD) u **Oxígeno** (NCD), y pulse [**Enter**].

Si utiliza el control de sistema de datos, puede ajustar el tipo de gas mediante el sistema de datos.

- 1 Desde el sistema de datos, abra la interfaz de usuario de parámetros del GC. Por ejemplo, en Agilent OpenLAB seleccione **Inicio > Método> Configuración del instrumento > Configuración > Módulos**.
- 2 Seleccione los tipos de gas para el método.

The screenshot shows a configuration window with two sections. The top section is for the 'Front Detector' (SCD) and the bottom section is for the 'Back Detector' (NCD). Each section has two dropdown menus: 'Oxidizer Gas' and 'O3 Generator Gas'. For the Front Detector, 'Oxidizer Gas' is set to 'Air' and 'O3 Generator Gas' is set to 'O2'. For the Back Detector, both 'Oxidizer Gas' and 'O3 Generator Gas' are set to 'O2'.

Detector Type	Oxidizer Gas	O3 Generator Gas
Front Detector (SCD)	Air	O2
Back Detector (NCD)	O2	O2

Figura 11 Ejemplo de parámetros de configuración de SCD y NCD

- 3 Haga clic en **Aceptar** y guarde los cambios de método.

El voltaje de PMT puede estar activado o desactivado solo en el panel frontal del GC. Para habilitar o deshabilitar el voltaje del PMT:

- 1 En el teclado del GC, pulse las teclas para acceder al detector, por ejemplo, pulse [**Config**][**Front Det**] para un XCD montado en posición frontal o [**Config**][**Back Det**] para un XCD montado en la posición trasera.
- 2 Desplácese hasta **Voltaje de PMT**.
- 3 Pulse **Activo/Sí** para activar el voltaje o **Inactivo/No** para desactivarlo. Pulse [**Enter**].



5 Mantenimiento

Registro de mantenimiento y Mantenimiento preventivo asistido (EMF) 62

Programa de Mantenimiento 63

Controlar la sensibilidad del detector 64

Consumibles y piezas de recambio 65

Vista detallada de las piezas del SCD 67

Vista detallada de las piezas del NCD 68

Método de mantenimiento del detector 69

Acople de una columna al detector 70

Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD) 73

Sustitución del tubo de cuarzo (NCD) 76

Comprobación de aceite de la bomba de vacío 80

Añadir aceite a la bomba de vacío 81

Cambiar el aceite de la bomba de vacío 83

Sustitución de la trampa de ozono 85

Cambio del filtro de bruma de aceite 87

Limpieza del exterior del detector 88

Calibración de los sensores de flujo y presión 89

Actualización del firmware 90

Este capítulo describe los procedimientos de mantenimiento rutinario necesarios para que el SCD y el NCD funcionen con normalidad.



Registro de mantenimiento y Mantenimiento preventivo asistido (EMF)

Al usar el detector con un GC Agilent 7890B, utilice la función de Mantenimiento preventivo asistido (EMF) para hacer un seguimiento del mantenimiento rutinario. La función EMF está disponible en el panel frontal del GC y en cualquier sistema de datos Agilent, y puede ayudarle a cambiar los filtros y el aceite antes de que la contaminación suponga un problema.

El GC Agilent 7890B ofrece los siguientes contadores para el SCD, el NCD y la bomba de vacío:

Componente	Pieza con un contador	Tipo de contador	Valor predeterminado
Detector	Detector	Número de inyecciones	
	Tubo exterior (solo SCD)	Número de inyecciones	
	Tubo interior (solo SCD)	Número de inyecciones	
	Tubo de cuarzo (solo NCD)	Número de inyecciones	
	Filtros de gas	Tiempo (días)	
Bomba de vacío	Bomba de aceite	Tiempo (días)	3 meses
	Filtro de bruma de aceite	Tiempo (días)	

Si no utiliza la función EMF del GC, lleve un registro de mantenimiento manual donde figuren:

- La fecha de mantenimiento y los tipos de mantenimiento realizados
- Los cambios operativos que podrían afectar al rendimiento, como los cambios de parámetros de temperatura y flujos de hidrógeno
- Las presiones durante los métodos normales ejecutados
- Señal de fondo (la diferencia entre ozono "encendido" y ozono "apagado")

Programa de Mantenimiento

Para mantener un rendimiento óptimo del SCD 8355 y el NCD 8255 de Agilent, sustituya de forma rutinaria la trampa de ozono, el filtro coalescente de aceite y el aceite de la bomba de vacío. Consulte la [Tabla 7](#) para conocer la vida útil prevista de cada elemento.

Tabla 7 Programa de mantenimiento recomendado para la bomba de vacío Edwards RV5

Componente	Vida operativa *
Trampa química (convierte O ₃ en O ₂)	~ 6 meses
Filtro coalescente de aceite	~ 3 meses
Filtro de olores de aceite	~ 3 meses, si es necesario
Aceite de la bomba [†]	~ 3 meses
Nivel de aceite	Comprobaciones semanales

* La vida operativa se basa en el tiempo total registrado durante el funcionamiento del detector con el quemador y el generador de ozono encendidos.

[†] El aceite de la bomba puede adquirirse de un proveedor o directamente de Agilent: SAE 10W-30, aceite de motor sintético multiviscoso, como MOBIL 1 o AMSOIL.

Controlar la sensibilidad del detector

Además de usar las funciones del EMF del GC y el detector, también debe controlarse la sensibilidad del detector. La sensibilidad refleja las características de rendimiento de un sistema determinado y una pérdida de sensibilidad puede indicar que es necesario realizar un mantenimiento rutinario del detector. La sensibilidad suele obtenerse del siguiente modo:

$$\text{Sensibilidad} = \frac{\text{área de pico}}{\text{Cantidad}}$$

Calcule un límite de detección mínimo (MDL) de la fórmula siguiente:

$$\text{MDL} = \frac{2 \times \text{ruido}}{\text{sensibilidad}}$$

donde el ruido es el ruido ASTM generado por el sistema de datos de Agilent.

Consumibles y piezas de recambio

Consulte el catálogo de materiales y consumibles de Agilent para ver una lista más completa o visite el sitio web de Agilent para obtener la información más reciente (<http://www.chem.agilent.com/store>).

Tabla 8 Piezas y consumibles para el SCD y el NCD

Descripción/cantidad	Referencia
Piezas del detector	
Tubo de cerámica, interior, pequeño (SCD)	G6602-45005
Tubo de cuarzo (NCD)	G6600-80063
Férrula, 1/4 pulgadas, grafito, recta, 10/paq. para tubo exterior de cerámica de SCD y tubo de cuarzo de NCD	0100-1324
Herramienta de instalación de columnas	G3488-81302
Muestra de prueba de quimioluminiscencia de azufre	
Muestra de prueba de quimioluminiscencia de nitrógeno	
Piezas de la bomba de vacío	
Bomba RV5 – 230 V – Inland	G6600-64042
Bandeja de bomba, bomba de RV5	G1946-00034
Kit de PM, bomba de aceite de RV5	G6600-67007
Filtro de bruma de aceite para bomba de RV5, para SCD/NCD	G6600-80043
Sustitución del filtro coalescente de aceite, bomba de RV5	G6600-80044
Sustitución del elemento de filtración de olores	G6600-80045
Trampa de destrucción de ozono	G6600-85000
Línea de retorno de aceite, bomba de RV5	3162-1057
Aceite sintético, Mobil 1	G6600-85001
NW 20/25 anilla de sujeción (para filtro de bruma de aceite)	0100-0549
NW 20/25 anilla de sujeción (para manguera de escape)	0100-1398
Herramientas	
Embudo	9301-6461
Llave de allen, 5 mm	8710-1838
Destornillador, punta plana	8710-1020
Guantes, resistentes a productos químicos, sin pelusa	9300-1751

Tabla 9 Filtros para el SCD y el NCD

Descripción/cantidad	Referencia
Filtro de limpieza de gas, azufre (filtra azufre y humedad)	CP17989
Kit SCD de filtro de limpieza de gas, para detectores de quimioluminiscencia de azufre	CP17990

Tabla 10 Tuercas, férulas y piezas metálicas para columnas capilares

d.i. de columna (mm)	Descripción	Uso normal	Referencia/cantidad
.53	Férula, grafito, d.i. 1,0 mm	Columnas capilares de 0,53 mm	5080-8773 (10/paq)
	Férula, grafito, d.i. 0,8 mm	Columnas capilares de 0,53 mm	500-2118 (10/paq)
	Tuerca de columna, ajuste manual (para columnas de 0,53 mm)	Conectar columna al inyector o al detector	5020-8293
.45	Férula, grafito, d.i. 0,8 mm	Columnas capilares de 0,45 mm	500-2118 (10/paq)
.32	Férula, grafito, d.i. 0,5 mm	Columnas capilares de 0,1 mm, 0,2 mm, 0,25 mm y 0,32 mm	5080-8853 (10/paq)
	Tuerca de columna, ajuste manual (para columnas de 0,100 a 0,320 mm)	Conectar columna al inyector o al detector	5020-8292
0,1 – 0,25	Férula, grafito, d.i. 0,4mm	Columnas capilares de 0,1 mm, 0,2 mm, 0,25 mm y 0,32 mm	500-2114 (10/paq)
	Tuerca de columna, ajuste manual (para columnas de 0,100 a 0,320 mm)	Conectar columna al inyector o al detector	5020-8292
Todos	Férula, sin agujero	Ensayo	5181-3308 (10/paq)
	Tuerca ciega de columna capilar	Uso de ensayo con cualquier férula	5020-8294
	Tuerca de columna, universal	Conectar columna al inyector o al detector	5181-8830 (2/paq)
	Cortador de columna, deflector cerámico	Cortar columnas capilares	5181-8836 (4/paq)
	Kit de herramientas de férula	Instalación de férula	440-1000

Vista detallada de las piezas del SCD

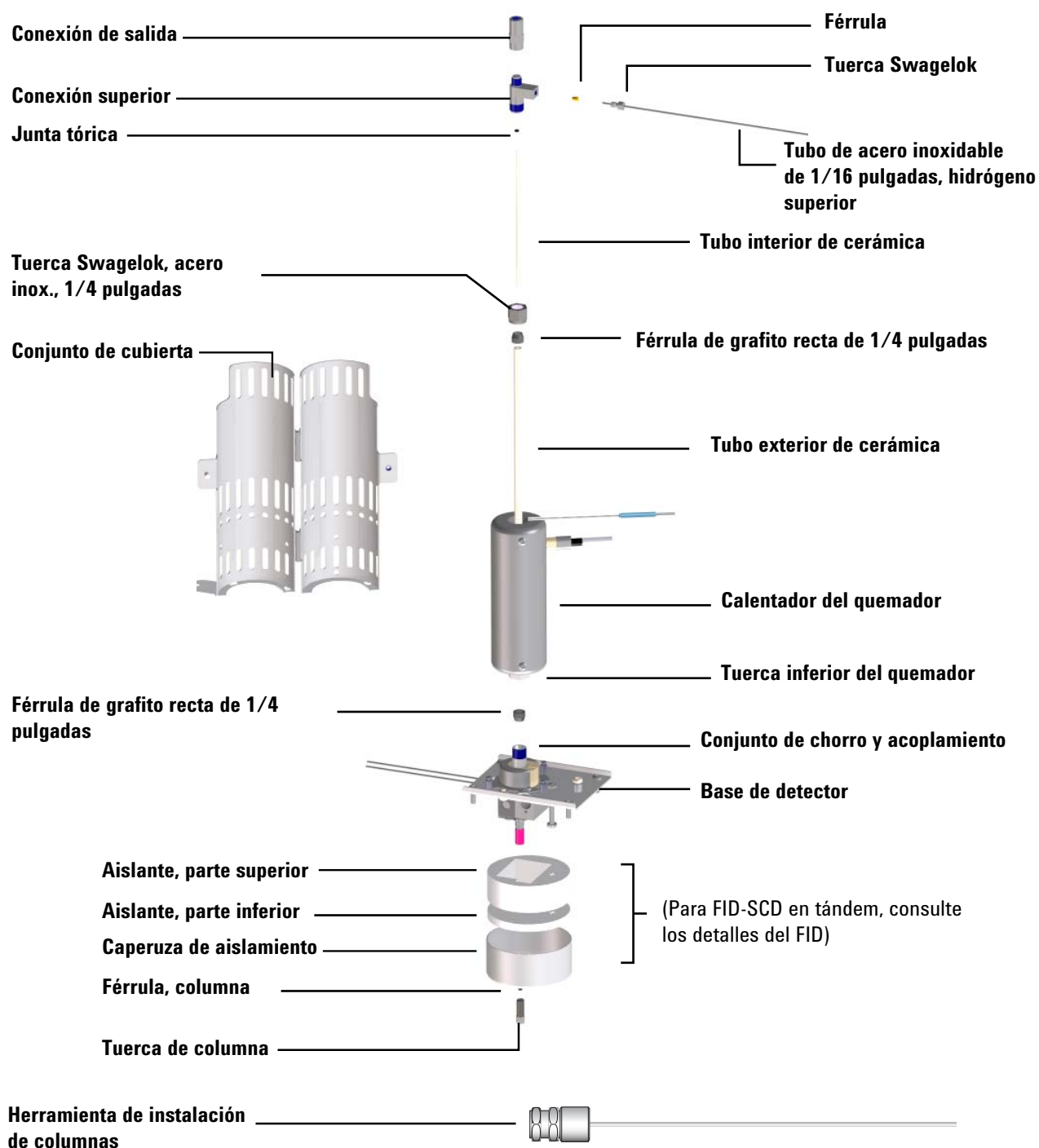


Figura 12 Vista detallada de piezas del SCD

Vista detallada de las piezas del NCD

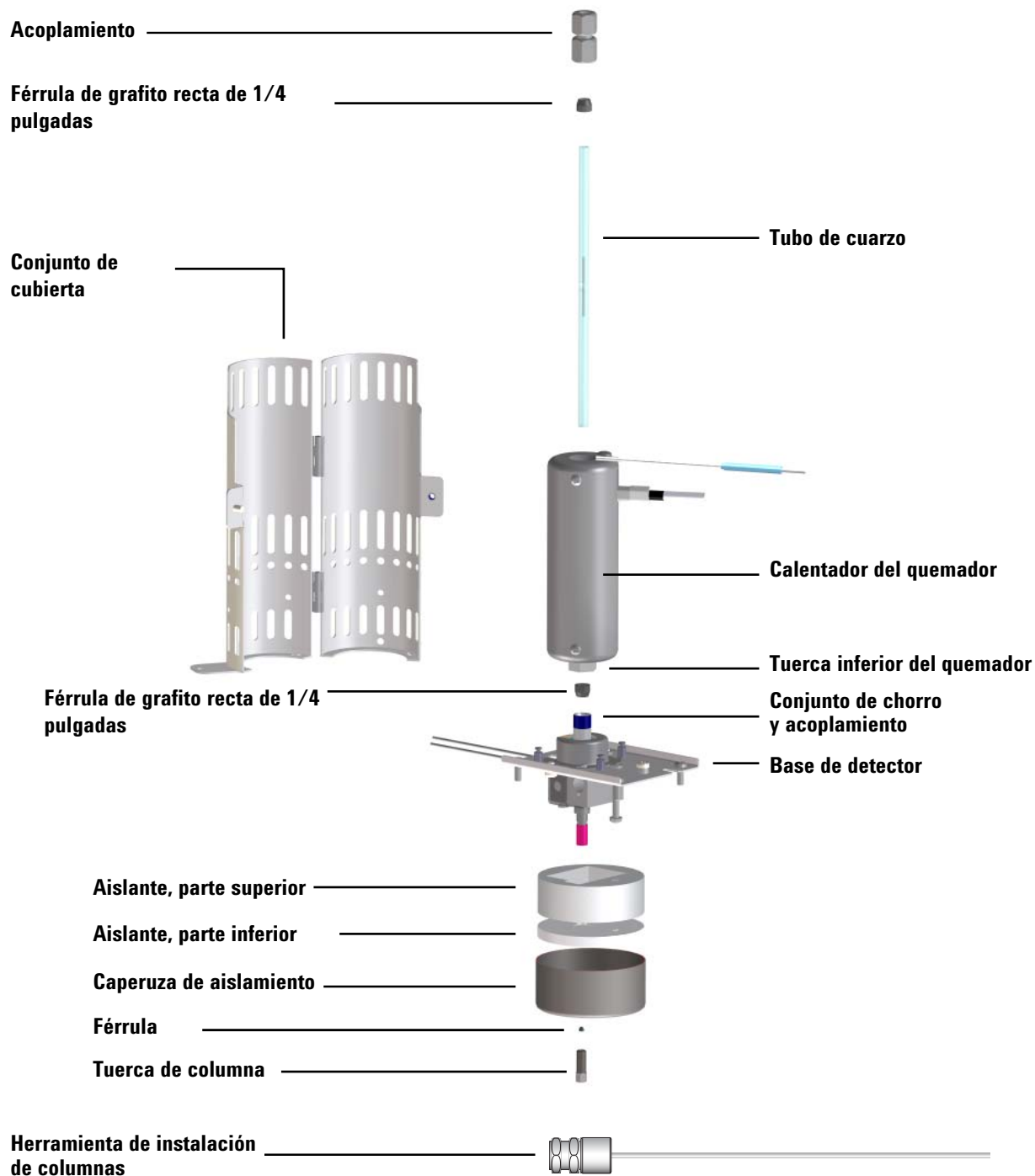


Figura 13 Vista detallada de piezas del NCD

Método de mantenimiento del detector

Se aconseja crear un método de mantenimiento para el GC que prepare el GC y el detector para el mantenimiento. Cargue este método antes de realizar el mantenimiento.

Un método de mantenimiento para el SCD debería hacer lo siguiente:

- 1 Apague el calentador y el quemador y deje que se enfríen.
- 2 Cerrar todos los flujos de hidrógeno.
- 3 Dejar encendidos los gases oxidante y de suministro de ozono.
- 4 Apagar el generador de ozono.
- 5 Dejar encendida la bomba de vacío.
- 6 Mantener el gas portador (helio) fluyendo.
- 7 Ponga el horno a 30 °C para minimizar el sangrado de la columna.
- 8 Enfriar cualquier otra pieza del GC (horno, inyector, etc.) que sea necesaria.

Un método de mantenimiento para el NCD debería hacer lo siguiente:

- 1 Apague el calentador y el quemador y deje que se enfríen.
- 2 Cerrar el flujo de hidrógeno.
- 3 Dejar encendidos los gases oxidante y de suministro de ozono.
- 4 Apagar el generador de ozono.
- 5 Dejar encendida la bomba de vacío.
- 6 Mantener el gas portador (helio) fluyendo.
- 7 Ponga el horno a 30 °C para minimizar el sangrado de la columna.
- 8 Enfriar cualquier otra pieza del GC (horno, inyector, etc.) que sea necesaria.

Deje que las zonas calentadas se enfríen a < 40 °C para un manejo seguro.

Acople de una columna al detector

NOTA

Este procedimiento describe cómo acoplar una columna directamente a un XCD. En una instalación en tándem de FID-XCD, instale la columna en el FID tal como se describe en las instrucciones del FID. Consulte la documentación del GC.

- 1 Reúna los siguientes materiales (consulte “Piezas y consumibles para el SCD y el NCD” en la página 65):
 - Herramienta de instalación de columnas para SCD/NCD (G3488-81302)
 - Columna
 - Férrula (para columna)
 - Tuerca de columna
 - Cortador de columnas
 - Llave fija de 1/4 pulgadas
 - Septum
 - Isopropanol
 - Paño de laboratorio
 - Guantes sin pelusa
 - Lupa

ADVERTENCIA

Puede que el horno, el inyector o el detector estén tan calientes que produzcan quemaduras. Si el horno, el inyector o el detector están calientes, póngase unos guantes resistentes al calor para protegerse las manos.

ADVERTENCIA

Utilice gafas de seguridad para protegerse los ojos de las partículas que se escapan mientras manipula, corta o instala el vidrio o las columnas capilares de sílice fundida. Tenga cuidado al manipular estas columnas para evitar pinchazos.

PRECAUCIÓN

Póngase unos guantes limpios y sin pelusa para evitar la contaminación de las piezas con la suciedad y la grasa de la piel.

- 2 Preparar el detector para el mantenimiento:
 - a Cargue el método de mantenimiento del GC y espere a que el aparato esté listo. (Consulte “[Método de mantenimiento del detector](#)” en la página 69.) Espere hasta que los inyectores, el horno, los detectores, la caja de válvula, el conjunto del quemador y la base del detector se enfríen a una temperatura de manejo seguro ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
 - b Cerrar todos los flujos de hidrógeno. (Dejar encendidos los gases oxidante y de suministro de ozono.)
 - c Apagar el generador de ozono.

ADVERTENCIA

El gas hidrógeno es inflamable. Apague todos los flujos de gas hidrógeno del detector (y la columna) antes de realizar mantenimiento en el detector.

- 3 Coloque un septum, una tuerca de columna capilar y una férula en la columna.

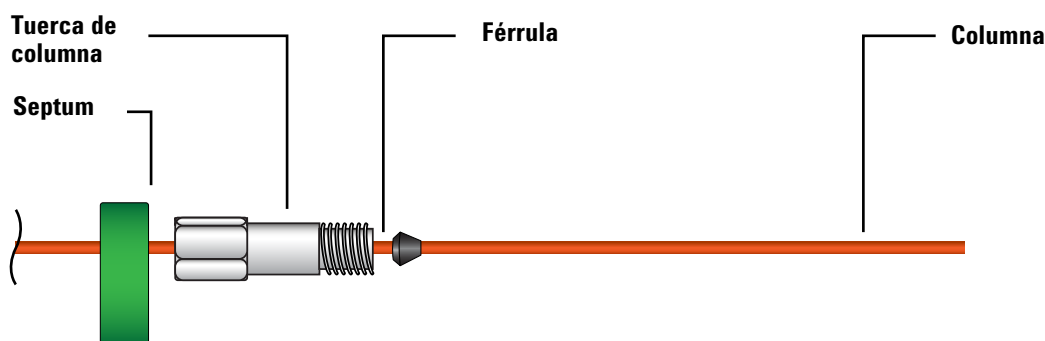


Figura 14 Coloque un septum, una tuerca de columna y una férula en la columna.

- 4 Inserte el extremo de la columna por el medidor de columnas de forma que el extremo sobresalga de la herramienta.

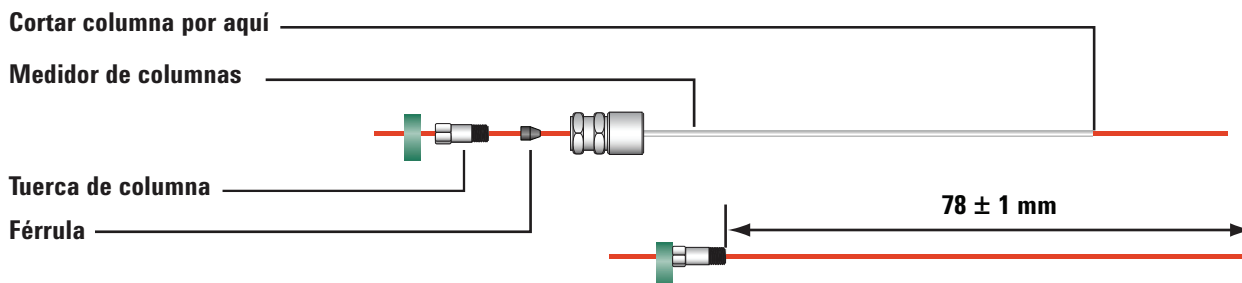
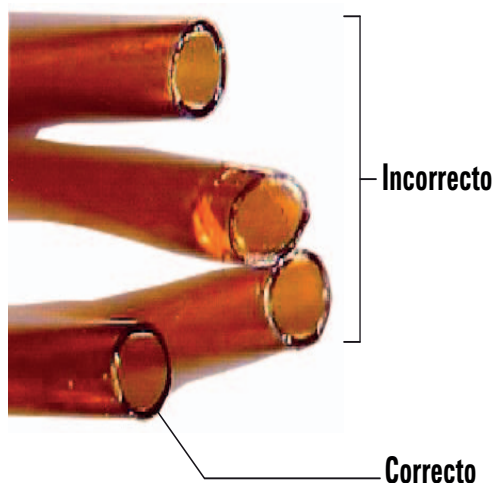


Figura 15 Ajuste la longitud de la columna y estampe la férula usando la herramienta de medición de columnas.

- 5** Ajuste la tuerca de la columna en la herramienta de medición de columnas hasta que la tuerca sujete la columna firmemente. Apriete la tuerca de un 1/8 a 1/4 de vuelta más con un par de llaves. Ajuste bien el septum contra la base de la tuerca de la columna.
- 6** Utilice un cortador de cerámica a 45° para cortar la columna.
- 7** Parta el extremo de la columna. La columna puede sobresalir 1 mm aproximadamente del extremo de la herramienta. Revise el extremo con una lupa para asegurarse de que no hay bordes dentados o con rebaba.



- 8** Quite la columna, la tuerca y la férula estampada de la herramienta.
- 9** Limpie las paredes de la columna con un tejido humedecido en isopropanol para eliminar las huellas dactilares y el polvo.
- 10** Enrosque la columna estampada en la conexión del detector. Apriete la tuerca de la columna con la mano y luego apriétela otro 1/8 de vuelta más con una llave.

Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)

Para sustituir el tubo interior de cerámica:

ADVERTENCIA

Puede que el horno, el inyector o el detector estén tan calientes que produzcan quemaduras. Deje enfriar estas áreas a una temperatura de manejo segura antes de empezar.

PRECAUCIÓN

Póngase unos guantes limpios y sin pelusa para evitar la contaminación de las piezas con la suciedad y la grasa de la piel.

PRECAUCIÓN

Para la mayoría de pasos de este procedimiento necesitará usar dos llaves, una para sujetar el quemador y la otra para aflojar la pieza. Utilice siempre dos llaves para no aplicar demasiado par o mellar el conjunto del quemador.

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Dos llaves fijas de 7/16 pulgadas
 - Llave fija de 3/8 pulgadas
 - Junta tórica nueva
 - Tubo de cerámica nuevo
 - Pinzas
 - Tapón de 1/8 pulgadas para línea de transferencia
 - Destornillador T20 Torx
- 2 Preparar el detector para el mantenimiento
 - a Cargue el método de mantenimiento del GC y espere a que el aparato esté listo. (Consulte [“Método de mantenimiento del detector”](#) en la página 69.) Espere hasta que los inyectores, el horno, los detectores, la caja de válvula, el conjunto del quemador y la base del detector se enfríen a una temperatura de manejo seguro (< 40 °C).
 - b Cerrar todos los flujos de hidrógeno. (Dejar encendidos los gases oxidante y de suministro de ozono.)
 - c Apagar el generador de ozono.

ADVERTENCIA

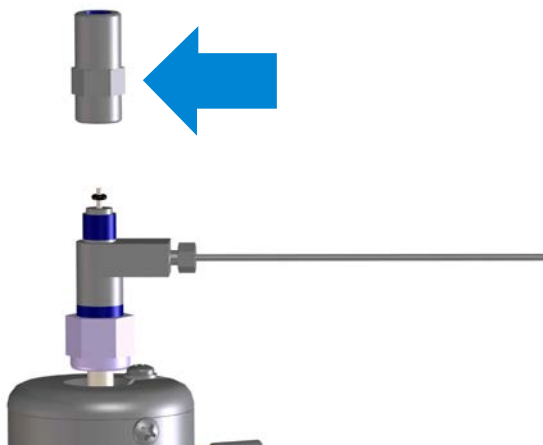
El gas hidrógeno es inflamable. Apague todos los flujos de gas hidrógeno del detector (y la columna) antes de realizar mantenimiento en el detector.

- 3 Desconecte la línea de transferencia y rápidamente tape el extremo abierto con el tapón de 1/8 pulgadas. Use una llave de 3/8 pulgadas en la línea de transferencia y una llave de 7/16 pulgadas en la conexión superior para sujetar firmemente el conjunto del quemador.
- 4 Usando dos llaves de 7/16, extraiga la conexión de salida de la conexión superior.
- 5 Si la junta tórica usada se encalla en la base de la conexión de salida, use unas pinzas o una herramienta similar para aflojarla suavemente de la conexión.
- 6 Extraiga el tubo interior de cerámica usado.
- 7 Coloque una junta tórica nueva en el extremo del nuevo tubo interior de cerámica, y deslice la junta tórica unos 7 mm hacia abajo del tubo. (Esta medida es aproximada).



- 8 Con cuidado, inserte el tubo y el conjunto de la junta tórica en el quemador hasta que esté en contacto con la junta tórica.

- 9 Oriente la conexión de salida de forma que las partes planas de la tuerca hexagonal estén más cerca de la conexión superior, tal como indica la ilustración, y monte encima el tubo de cerámica. Al ajustar la conexión de salida se fijarán automáticamente las posiciones de la junta tórica y el tubo de cerámica. Apriétela con la mano hasta que quede bien firme. No apriete en exceso.



- 10 Vuelva a instalar la línea de transferencia en la conexión de salida. Apriétela con la mano hasta que quede bien firme. No apriete en exceso.
- 11 Restaure los flujos de gas del detector.
- 12 Compruebe si hay fugas en la conexión superior de hidrógeno. Arregle las fugas, si las hubiera.
- 13 Restaure el resto de condiciones operativas del detector.
- 14 Reinicialice el contador del EMF.

Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)

Para sustituir el tubo de cuarzo del NCD:

ADVERTENCIA

Puede que el horno, el inyector o el detector estén tan calientes que produzcan quemaduras. Deje enfriar estas áreas a una temperatura de manejo segura antes de empezar.

PRECAUCIÓN

Póngase unos guantes limpios y sin pelusa para evitar la contaminación de las piezas con la suciedad y la grasa de la piel.

PRECAUCIÓN

Para la mayoría de pasos de este procedimiento necesitará usar dos llaves, una para sujetar el quemador y la otra para aflojar la pieza. Utilice siempre dos llaves para no aplicar demasiado par o mellar el conjunto del quemador.

1 Prepare lo siguiente:

- Dos llaves fijas de 7/16 pulgadas
- Llave fija de 3/8 pulgadas
- Llave fija de 5/8 pulgadas
- Tubo de cuarzo nuevo
- Pinzas
- Tapón de 1/8 pulgadas para línea de transferencia
- Destornillador T20 Torx
- Herramienta dental o similar para extraer la férula de grafito
- 2 férulas de grafito nuevas

2 Preparar el detector para el mantenimiento.

- a Cargue el método de mantenimiento del GC y espere a que el aparato esté listo. (Consulte [“Método de mantenimiento del detector”](#) en la página 69.) Espere hasta que los inyectores, el horno, los detectores, la caja de válvula, el conjunto del quemador y la base del detector se enfríen a una temperatura de manejo seguro (< 40 °C).
- b Cerrar todos los flujos de hidrógeno. (Dejar encendidos los gases oxidante y de suministro de ozono.)
- c Apagar el generador de ozono.

ADVERTENCIA

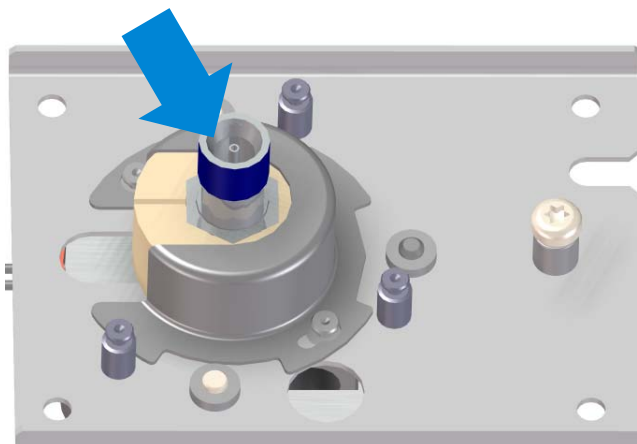
El gas hidrógeno es inflamable. Apague todos los flujos de gas hidrógeno del detector (y la columna) antes de realizar mantenimiento en el detector.

- 3 Retire la cubierta protectora. Retire los dos tornillos T20 Torx, gire la cubierta en sentido antihorario para extraerla de los postes de montaje y tire de ella. Guarde la cubierta y los tornillos para utilizarlos más adelante.
- 4 Desconecte la línea de transferencia y rápidamente tape el extremo abierto con el tapón de 1/8 pulgadas. Use una llave de 3/8 pulgadas en la línea de transferencia y una llave de 7/16 pulgadas en la conexión superior para sujetar firmemente el conjunto del quemador.
- 5 Usando dos llaves de 7/16 pulgadas, extraiga la conexión de salida de la tuerca en la parte superior del tubo de cuarzo.
- 6 Deslice la tuerca con cuidado y levante la ferrula hasta sacarla del tubo de cuarzo.

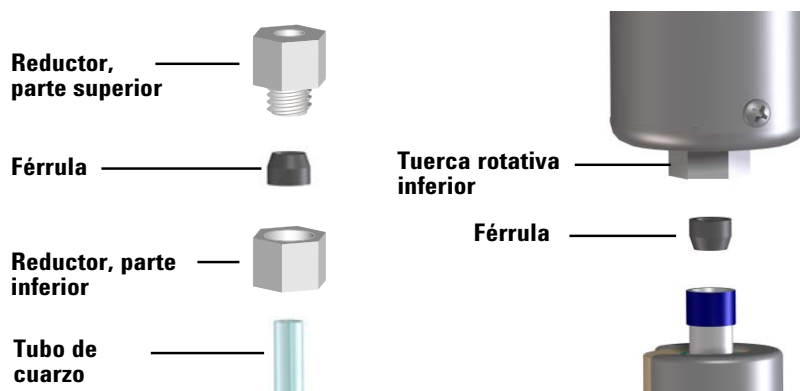
PRECAUCIÓN

El tubo de cuarzo es frágil y puede astillarse o romperse. Tenga cuidado al manipular los tubos de cuarzo para evitar que se dañen.

- 7 Usando las llaves de 5/8 y 9/16, extraiga el conjunto del quemador y el tubo del acoplamiento en el conjunto base del detector.
- 8 Examine el área alrededor del chorro en el acoplamiento. Si hay partes rotas del tubo, extráigalas usando unas pinzas o una herramienta similar.



- 9 Tire con cuidado del tubo de cuarzo que desea extraer a través del conjunto del quemador. La férula de grafito debería quedar en la conexión rotativa de la base del quemador.
- 10 Use una herramienta dental o similar para extraer la férula usada de grafito de la tuerca rotativa de la base del quemador.
- 11 Utilice dos llaves para desmontar el reductor, después extraiga la férula usada.
- 12 Instale férulas de grafito nuevas. En ambos casos, el extremo biselado de la férula mirará hacia afuera, lejos del quemador.



- 13 Vuelva a ensamblar el reductor. Ajústelo con dos llaves hasta que quede apretado.
- 14 Deslice un tubo de cuarzo nuevo hacia abajo por el conjunto del quemador hasta que sobresalga de la base 1 cm. (Esta medida es aproximada. La posición del tubo se ajustará cuando ajuste la tuerca inferior en el acoplamiento).

PRECAUCIÓN

Las férulas de grafito en el tubo de cuarzo deben ajustarse sin apretar demasiado. Si aprieta más de la cuenta pueden dañarse las férulas o los tubos de cuarzo.

- 15 Con cuidado, baje el conjunto del quemador sobre la base del detector y enrosque la tuerca con la mano en el conjunto de la base del detector. Ajústela con la mano y después acabe de apretarla con una llave. No apriete en exceso.
- 16 Coloque la tuerca y la férula sobre el extremo abierto del tubo de cuarzo de forma que el extremo abierto mire hacia arriba.
- 17 Instale la tuerca en la conexión de salida y ajústela con dos llaves hasta que quede apretada.

- 18** Vuelva a instalar la línea de transferencia en la conexión de salida. Apriétela con la mano hasta que quede bien firme. No apriete en exceso.
- 19** Vuelva a instalar la cubierta de protección.
- 20** Restaure las condiciones operativas del detector.
- 21** Reinicialice el contador del EMF.

Comprobación de aceite de la bomba de vacío

PRECAUCIÓN

Nunca añada o cambie el aceite de la bomba delantera mientras la bomba está encendida.

Compruebe semanalmente el nivel y el color del aceite de la bomba.

- 1 Compruebe el nivel de aceite en la ventana de la bomba delantera. El nivel de aceite debería estar entre las marcas de Máx. y Mín.

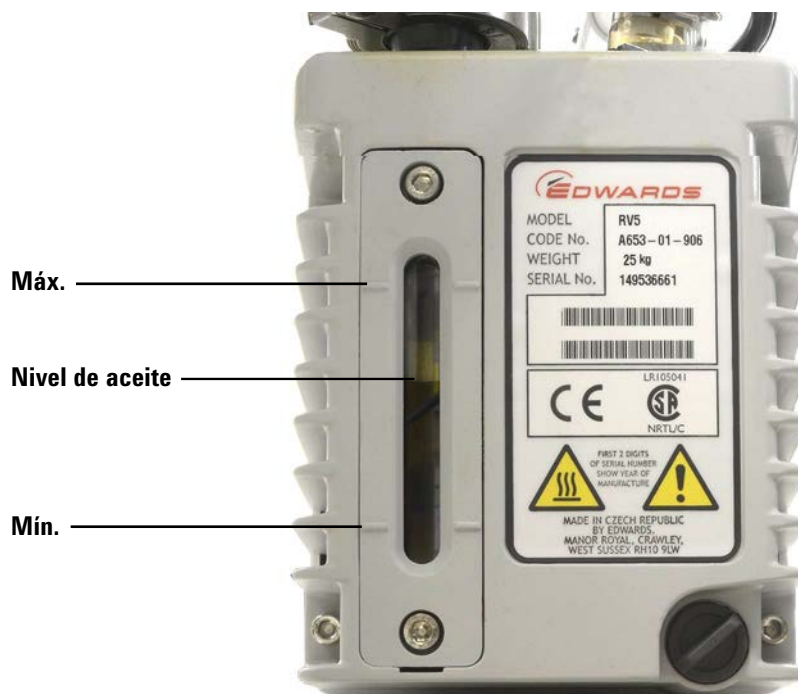


Figura 16 Comprobación del nivel de aceite

- 2 Compruebe que el color del aceite de la bomba sea claro o casi claro con pocas partículas en suspensión. Si el aceite de la bomba es oscuro o está lleno de partículas en suspensión, cámbielo.
- 3 Anote el mantenimiento en el libro de registro de mantenimiento. Reinicie el contador del EMF, si se aplica.

Añadir aceite a la bomba de vacío

Añada aceite a la bomba cuando el nivel de aceite esté bajo.

Materiales necesarios

- Embudo (9301-6461)
- Llave de allen de 5 mm (8710-1838)
- Guantes, resistentes a productos químicos, sin pelusa (9300-1751)
- Aceite sintético, Mobile 1 (G6600-85001)
- Gafas de seguridad

ADVERTENCIA

Nunca añada aceite a la bomba mientras está en marcha.

ADVERTENCIA

El tapón de llenado y la bomba pueden estar extremadamente calientes. Compruebe que el tapón de llenado y la bomba están fríos antes de tocarlos.

PRECAUCIÓN

Utilice solamente aceite sintético 10W30, como Mobil 1. Cualquier otro aceite puede reducir sustancialmente la vida útil de la bomba y anular la garantía de la bomba.

Procedimiento

- 1 Apague el detector y espere a que se apague la bomba. Consulte [“Apagado”](#) en la página 56.
- 2 Apague el detector y desconecte el cable de alimentación de la bomba en la bomba.

- 3** Saque el tapón de llenado de la bomba de vacío.



- 4** Añada aceite nuevo a la bomba hasta que se acerque al nivel de aceite, pero no sobrepase la marca al lado de la ventana que indica el nivel máximo. Consulte la [Figura 16](#) en la página 80.
- 5** Vuelva a instalar el tapón de llenado.
- 6** Limpie el exceso de aceite alrededor y debajo de la bomba.
- 7** Vuelva a enchufar el cable de alimentación de la bomba.
- 8** Encienda el detector y restaure las condiciones operativas. Consulte “[Puesta en marcha](#)” en la página 54.
- 9** Anote el mantenimiento en el libro de registro de mantenimiento. Reinicie el contador del EMF, si se aplica.

Cambiar el aceite de la bomba de vacío

Cambie el aceite de la bomba cada tres meses o antes si el aceite tiene un aspecto oscuro o turbio.

Materiales necesarios

- Recipiente para recoger el aceite usado de la bomba.
- Embudo (9301-6461), llave de allen de 5 mm (8710-1838)
- Guantes, resistentes a productos químicos, sin pelusa (9300-1751)
- Aceite sintético, Mobile 1 (G6600-85001)
- Gafas de seguridad
- Destornillador, de punta plana, grande (8710-1029)

ADVERTENCIA

Nunca añada aceite a la bomba mientras está en marcha.

ADVERTENCIA

El tapón de llenado y la bomba pueden estar extremadamente calientes. Compruebe que el tapón de llenado y la bomba están fríos antes de tocarlos.

ADVERTENCIA

No toque el aceite. Los residuos que dejan algunas muestras son tóxicos. Deseche el aceite adecuadamente.

PRECAUCIÓN

Utilice solamente aceite sintético 10W30, como Mobil 1. Cualquier otro aceite puede reducir sustancialmente la vida útil de la bomba y anular la garantía de la bomba.

Procedimiento

- 1 Apague el detector y espere a que se apague la bomba. Consulte [“Apagado”](#) en la página 56.
- 2 Apague el detector y desconecte el cable de alimentación de la bomba en la bomba.

- 3** Coloque un recipiente bajo el tapón de drenaje de la bomba de vacío.

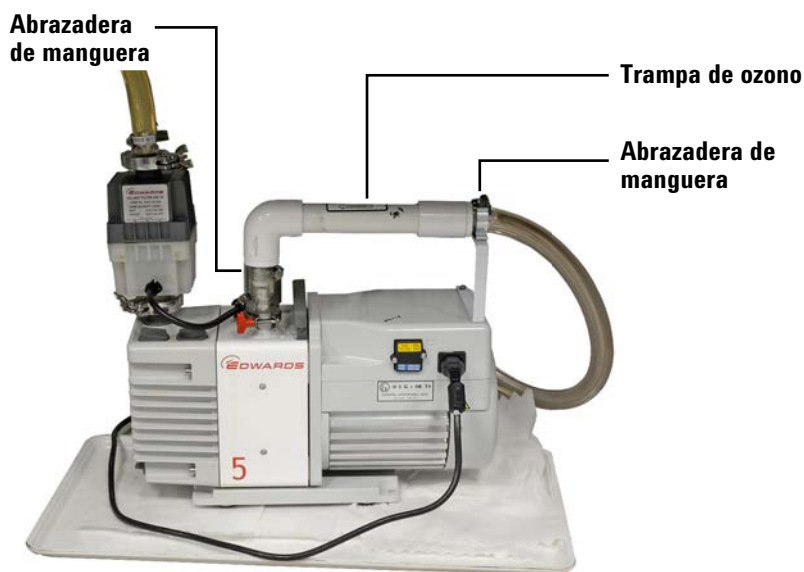


- 4** Retire el tapón de llenado y abra el tapón de drenaje. Drene el aceite completamente levantando el extremo del motor de la bomba.
- 5** Vuelva a poner el tapón de drenaje.
- 6** Añada aceite nuevo a la bomba hasta que se acerque al nivel de aceite, pero no sobrepase la marca al lado de la ventana que indica el nivel máximo. Consulte la [Figura 16](#) en la página 80.
- 7** Vuelva a instalar el tapón de llenado.
- 8** Limpie el exceso de aceite alrededor y debajo de la bomba.
- 9** Vuelva a enchufar el cable de alimentación de la bomba.
- 10** Encienda el detector y restaure las condiciones operativas. Consulte [“Puesta en marcha”](#) en la página 54.
- 11** Anote el mantenimiento en el libro de registro de mantenimiento. Reinicie el contador del EMF, si se aplica.
- 12** Compruebe si la bomba tiene fugas después de unos 30 minutos y vuelva a comprobarlo transcurridas 24 horas.

Sustitución de la trampa de ozono

Para cambiar la trampa de ozono:

- 1 Cargue un método para enfriar el detector, apague los calentadores y apague el flujo de hidrógeno.
 - Apague los calentadores y deje que el quemador se enfríe.
 - Deje encendido el flujo oxidante.
 - Cierre el flujo de hidrógeno.
 - Apague la bomba de vacío.
 - Ponga el horno del GC a 30 °C (o apagado) para minimizar el sangrado de la columna.
 - Deje el gas portador (helio) fluyendo.
- 2 Deje que la bomba de vacío se enfríe a una temperatura de manejo segura.
- 3 Retire el conjunto de la trampa y la manguera de vacío del soporte de montaje.
- 4 Afloje las dos abrazaderas de la manguera que sujetan la trampa de ozono anterior.



- 5 Extraiga la trampa de la manguera de entrada de la bomba. (Si es necesario, afloje la abrazadera en la entrada de la bomba).
- 6 Levante la trampa anterior del soporte de montaje y extraiga la manguera de vacío del detector de la conexión del gancho en la trampa anterior.

- 7 Instale la nueva trampa. Asegúrese de que la flecha de dirección de flujo en la trampa nueva apunta hacia la conexión de entrada. (El codo de la trampa debe estar lo más cerca posible de la entrada de la bomba). Si ha extraído el tubo corto del conector de la toma de la bomba, vuelva a instalarlo.

Cambio del filtro de bruma de aceite

El filtro de bruma de aceite en la bomba RV5 tiene dos componentes: el filtro de olores de carbón y el elemento filtrante coalescente de aceite. Para sustituir los filtros, desmonte el conjunto del filtro de bruma de aceite con la llave hexagonal de mango largo de 4 mm (suministrada). El filtro de olor de carbón más pequeño se apoya sobre el elemento del filtro coalescente de aceite más grande. Aunque se recomienda cambiar el elemento del filtro coalescente de aceite tras 90 días de uso continuo, la sustitución del filtro de olor de carbón es opcional. Tras cambiar el filtro, vuelva a montar el conjunto del filtro y acóplelo a la brida de la bomba. Reinicialice el contador del EMF.

Limpieza del exterior del detector

ADVERTENCIA

Peligro de quemadura. Puede que el conjunto del quemador esté tan caliente que produzca quemaduras. Antes de tocarlo, deje que se enfríe hasta una temperatura de manejo segura ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).

ADVERTENCIA

Peligro de descarga. Antes de limpiar del detector, apáguelo y desenchufe el cable de alimentación.

Antes de limpiar el detector, apáguelo, desconéctelo y desenchufe el cable de alimentación del detector. Limpie el detector con un paño **humedecido** usando agua. No rocíe líquidos directamente sobre el detector. Séquelo con un paño limpio y suave. Evite que entren fluidos de limpieza en el detector o el GC porque los líquidos pueden dañar la electrónica del detector o el GC.

No use agentes limpiadores en el conjunto del quemador que puedan causar un peligro en el quemador.

Calibración de los sensores de flujo y presión

El SCD 8355 y el NCD 8255 usan módulos electrónicos de control de presión. Por lo general, ajuste el GC 7890B para que use flujo cero automático. Normalmente no es necesario efectuar ninguna calibración. Sin embargo, si es necesario pueden ponerse los sensores de flujo y presión manualmente a cero. Consulte el *Manual de funcionamiento* del GC para obtener más detalles.

Actualización del firmware

El firmware del GC controla el detector. Cualquier actualización del detector se aplicará a través del firmware del GC. Consulte la Herramienta de actualización de firmware del GC en los DVD *Manuales de usuario y Herramientas de GC y GC/MS* de Agilent o descargue la herramienta de las páginas de soporte del GC en el sitio web de Agilent.



6 Solución de problemas

Solución de problemas del detector	92
Tabla de resolución de problemas	93
LED indicador de estado	96
Mensajes del detector	97
Fugas	98
Problemas de alimentación	100
Problemas de generación de ozono	101
Depósitos de coque	102
Contaminación de hidrógeno	103
Gases contaminados	104

Este capítulo describe cómo solucionar problemas y resolver incidencias habituales que surgen durante el funcionamiento de un SCD o NCD de Agilent.



Solución de problemas del detector

Tener un conocimiento básico del detector ayuda a diagnosticar y solucionar sus problemas. Revise la teoría básica del detector descrita en “[Teoría de funcionamiento](#)” en la página 37.

Asimismo, tenga en cuenta que este apartado está concebido para solucionar problemas en un detector que ha funcionado correctamente hasta el momento. Si lo que desea es optimizar una nueva aplicación de un detector, consulte “[Ajuste de condiciones de funcionamiento](#)” en la página 53 para obtener recomendaciones sobre cómo ajustar los valores establecidos de los métodos a fin de obtener mejores resultados.

Muchos síntomas pueden estar causados por más de un problema o por una mala técnica cromatográfica. El análisis de compuestos de azufre o nitrógeno ha sido habitualmente complicado debido a su inherente reactividad e inestabilidad de los propios compuestos. A menudo, los problemas atribuidos inicialmente al detector se originan realmente debido a una mala técnica cromatográfica u otros fallos de sistema (por ejemplo, una fuga en la conexión de entrada de la columna). Por lo tanto, el primer paso en la resolución de problemas consiste en aislar el problema al GC (entrada, inyector o columna), al conjunto del quemador o al detector (generador de ozono, bomba de vacío, tubo fotomultiplicador o electrónica). Al diagnosticar un problema en un sistema que funcionaba correctamente, conviene empezar reproduciendo las condiciones de funcionamiento típicas predeterminadas. La respuesta en estas condiciones puede ayudar a determinar si los ajustes del método son o no la causa del problema.

Es una buena práctica usar el registro de mantenimiento del GC y las funciones del Mantenimiento Preventivo Asistido (EMF) para el detector. Esta función le ayuda a mantener el detector en buen estado de funcionamiento antes de que surjan problemas. Consulte el *Manual de funcionamiento* del GC para obtener más información.

Mantenga también un registro de mantenimiento para hacer un seguimiento de las lecturas de presión del detector y la señal de fondo (la diferencia entre ozono “activado” y ozono “desactivado”). Si con el tiempo se producen cambios en estos valores puede ser una señal de que hace falta realizar un mantenimiento.

La [Tabla 11](#) en la siguiente sección enumera muchos problemas habituales, su causa más probable y la acción correctora que debe llevarse a cabo.

Tabla de resolución de problemas

Tabla 11 Resolución de incidencias del detector

Problema	Posible causa	Diagnóstico	Acción correctora
Problemas del detector			
Sin respuesta	Sin ozono	Hay poca o ninguna diferencia en la señal de salida con el ozono activado y desactivado.	Consulte “Sin ozono” .
Sin ozono	Transformador de alta tensión y/o generador de ozono inoperativo.	No hay diferencia en la señal de salida con el ozono activado y desactivado, aun cuando el flujo a través del generador de ozono es normal.	Póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.
	Restricción en el suministro de ozono a la celda del reactor.		Póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.
Sin respuesta	Tubo de cerámica o cuarzo roto.		Sustituya el tubo de cerámica. Consulte “Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)” en la página 73 o “Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)” en la página 76.
Respuesta baja	Velocidades de flujo de hidrógeno y oxidante inadecuadas.	Compruebe las velocidades de flujo.	Ajuste las velocidades de flujo.
	Fuga en el detector.		Compruebe si hay fugas en el detector y, de haberlas, repárelas. Consulte “Fugas” en la página 98.
	Tubos de cerámica o cuarzo contaminados.	Si no parece haber una fuga, examine el tubo de cerámica. Se puede producir contaminación debido al sangrado de la columna, muestras que contienen complejos de metal volátil y grandes inyecciones de hidrocarburos que forman coque.	Sustituya el tubo de cerámica. Consulte “Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)” en la página 73 o “Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)” en la página 76.
Línea base oscilante	Contaminación en uno de los gases del detector.	Compruebe la diferencia en la señal de salida con el ozono activado y desactivado.	Compruebe las trampas del suministro de entrada y sustitúyalas. Cambie los gases del detector.

Tabla 11 Resolución de incidencias del detector

Problema	Posible causa	Diagnóstico	Acción correctora
	Fuga en las líneas oxidantes.		Compruebe si hay fugas en el detector y, de haberlas, repárelas. Consulte “Fugas” en la página 98.
	Fuga en las líneas de suministro de hidrógeno.		Compruebe si hay fugas en el detector y, de haberlas, repárelas. Consulte “Fugas” en la página 98.
Picos en cola con respuesta no equimolar	Contaminación grave de los gases del detector.	Señal de fondo alta en relación con el ozono desactivado.	Compruebe las trampas del suministro de entrada y sustitúyalas. Cambie los gases del detector.
Picos con colas	Malas conexiones de columna.	Compruebe la posición de la columna en la entrada y la salida. Busque decoloraciones de la columna en la conexión del detector que indiquen columnas en la zona de combustión.	Vuelva a instalar la columna. Consulte “Acople de una columna al detector” en la página 70.
	Tubos rotos.	Confirme los rangos de presión y vacío. Examine las columnas y las férulas.	Sustituya el tubo de cerámica. Consulte “Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)” en la página 73 o “Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)” en la página 76.
Apagado térmico del detector	Termoeléctrico abierto.		Póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.
Presión del quemador excesivamente alta.	Tubo exterior de cuarzo o cerámica roto. Fugas o desconexión de línea de acero inoxidable de hidrógeno o oxidante de 1/16 pulgadas.		Sustituya el tubo de cerámica. Consulte “Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)” en la página 73 o “Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)” en la página 76. Compruebe la conexión. Compruebe si hay fugas en la línea. Contacte con Agilent para solicitar una reparación de la línea en caso de rotura.
	Fuga en el quemador.		Compruebe si hay fugas en el detector y, de haberlas, repárelas. Consulte “Fugas” en la página 98.
La presión del quemador es inferior a la esperada y hay una mala respuesta	Tubo interior de cerámica roto.		Consulte “Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)” en la página 73.

Tabla 12 Resolución de incidencias de la bomba

Problema	Posible Causa	Diagnóstico	Acción correctora
Problemas con la bomba de vacío			
La bomba no se pone en marcha	Bomba apagada o cable de alimentación desconectado.		Encienda el botón de alimentación de la bomba. Examine el cable de alimentación de la bomba.
Los fusibles se funden en la puesta en marcha	Aceite emulsionado.	Examine la integridad del aceite.	Cambie el aceite de la bomba y conecte la unidad a la pared para que funcione durante 10-15 minutos. Contacte con Agilent para cambiar los fusibles fundidos.
Agua en la bomba	Filtro coalescente roto.	Aceite amarillo lechoso en la ventana de la bomba.	Cambie el filtro coalescente y el aceite de la bomba.
Presión de la celda de reacción alta	Trampa de destrucción de ozono atascada.	Retire la trampa de destrucción de ozono de la línea de vacío y vuelva a examinar las lecturas de presión esperadas.	Cambie la trampa química.
	Quemador desconectado de la celda de reacción.	Compruebe las conexiones.	
	Bomba de vacío defectuosa.		Sustituya la bomba de vacío.
La bomba pierde aceite con un ruido de gorgoteo	Balasto abierto.	Baja el nivel de aceite.	Restablezca el balasto. Consulte los apartados específicos de la bomba.
Elevado nivel de aceite en el filtro coalescente	Restrictor de retorno de aceite bloqueado.	No se observa movimiento de aceite en la línea de retorno.	Cambie el filtro y limpie el restrictor.

LED indicador de estado

Use el LED de estado del detector para determinar rápidamente el estado y preparación del detector. El LED cambia de color en función del estado actual del detector.

- **Verde:** Indica que llega electricidad a los calentadores, el refrigerador (NCD), la bomba de vacío y el generador de ozono. Observe que el GC alimenta la electrónica del detector independientemente de la alimentación controlada por el interruptor en la parte frontal del detector.
- **Amarillo:** Indica que el detector no está preparado para su funcionamiento. Llega electricidad pero no todos los parámetros han alcanzado los valores establecidos de funcionamiento. Puede aparecer una advertencia u otro mensaje. Compruebe la pantalla del GC.
- **Rojo:** Indica un fallo u otro problema grave. Puede aparecer un fallo u otro mensaje. Compruebe la pantalla del GC. El detector no puede usarse hasta que el fallo se haya solucionado.

Mensajes del detector

Compruebe si hay mensajes del detector en la pantalla de estado del GC. El GC mostrará mensajes de estado y error que ocurran durante el funcionamiento, y registrará los mensajes de mantenimiento y error del detector en los archivos de registro del GC. Consulte los manuales de funcionamiento del GC para obtener más detalles.

Fugas

Fugas de ozono

ADVERTENCIA

El ozono es un gas peligroso y un potente oxidante. La exposición al ozono debería minimizarse usando el instrumento en una zona bien ventilada y conectando el sistema de escape de la bomba de vacío a una campana extractora. El generador de ozono debería estar apagado cuando el instrumento no se esté utilizando.

Si sospecha que hay una fuga de ozono, cierre el detector. No abra el mainframe del detector. Póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.

Fugas de hidrógeno

ADVERTENCIA

No mida el hidrógeno junto al aire o el oxígeno. Esto puede crear mezclas explosivas que pueden estallar por la elevada temperatura del quemador. Para evitar este peligro: 1. Enfríe el quemador antes de empezar. 2. Mida siempre los gases por separado.

Revise todas las conexiones externas para ver si hay fugas. Consulte [“Revisar si hay fugas de hidrógeno y oxidante”](#) en la página 99. Revise las conexiones del suministro al mainframe del detector y entre el mainframe del detector y el conjunto del quemador. Si sospecha que hay una fuga dentro del mainframe del detector, contacte con Agilent para el mantenimiento. No abra el mainframe del detector.

Fugas de oxidante

ADVERTENCIA

Los entornos ricos en oxígeno son proclives a la combustión e incluso pueden producir una combustión espontánea en condiciones de alta presión y exposición a la contaminación. Utilice solamente componentes compatibles con oxígeno y asegúrese de que dichos componentes se hayan tratado correctamente para usarse con oxígeno puro.

Revise las conexiones del suministro de oxidante al mainframe del detector y entre el mainframe del detector y el conjunto del quemador. Consulte “[Revisar si hay fugas de hidrógeno y oxidante](#)” en la página 99. Si sospecha que hay una fuga dentro del mainframe del detector, contacte con Agilent para el mantenimiento. No abra el mainframe del detector.

Revisar si hay fugas de hidrógeno y oxidante

Para revisar si hay una fuga en las rutas de flujo de hidrógeno o de oxidante, realice lo siguiente:

- 1 Revise todas las conexiones externas para ver si hay fugas. Arregle cualquier fuga (refuerce o vuelva a realizar las conexiones de forma adecuada).
- 2 Si sigue sospechando que hay una fuga, establezca las condiciones de comprobación de flujo típicas (consulte [Tabla 14](#) en la página 110 para SCD o [Tabla 15](#) en la página 115 para NCD).
- 3 Mantenga estas condiciones durante varios minutos. Si el detector no puede mantener estos índices de flujo, contacte con Agilent para el mantenimiento.
- 4 Si el detector pudo mantener los índices de flujo, cierre todos los flujos de gas usando el teclado de GC o el software de control.
- 5 Supervise las lecturas de presión en la pantalla del GC. (Presione [**Front Det**] o [**Back Det**] o [**MS/Aux Det**].) Cuando la bomba de vacío está funcionando, la presión de la celda de reacción debería bajar a aproximadamente 0 (cero). La presión del quemador debería bajar a un valor considerablemente más bajo que la presión de funcionamiento típica. Este proceso llevará algún tiempo debido a la configuración interna del conjunto del quemador. Si la presión del quemador permanece elevada o a presiones normales, contacte con Agilent para el mantenimiento.

Problemas de alimentación

Al resolver problemas de alimentación en un SCD o NCD, recuerde que la alimentación suministrada a la electrónica del detector y los módulos de flujo procede del GC y está controlada por el interruptor de alimentación del GC. La alimentación suministrada a los calentadores del SCD/NCD, el refrigerador del NCD, la bomba de vacío y el generador de ozono procede de la estructura principal del detector y está controlada por el interruptor de alimentación del detector.

Sin energía

Si el detector no parece tener alimentación, en caso de que la bomba de vacío no arranque y los calentadores no se enciendan, compruebe lo siguiente:

- Compruebe que el interruptor de alimentación está encendido.
- Compruebe que el cable de alimentación está enchufado correctamente.
- Compruebe la corriente en el edificio.

Si el cable está enchufado correctamente y el circuito del edificio para el detector funciona normalmente, póngase en contacto con Agilent.

Problemas de generación de ozono

Antes de intentar solucionar los problemas del generador de ozono, verifique primero que el resto de componentes del sistema funcionen normalmente. Por ejemplo, revise si hay fugas en las conexiones externas del detector, en la entrada y en la conexión de la columna de entrada, si la bomba de vacío funciona normalmente, si la entrada y el ALS funcionan correctamente, etc.

Proceda con la resolución de problemas del generador de ozono del siguiente modo:

- 1 En la pantalla del GC, observe la señal de salida del detector.
- 2 Deje la bomba de vacío encendida y el gas de suministro de ozono fluyendo.
- 3 Apagar el generador de ozono.
- 4 Observe la señal de salida del detector.
- 5 Encienda el generador de ozono y compruebe la señal de salida del detector de nuevo.

Un detector que funciona correctamente mostrará habitualmente una diferencia en la señal de fondo cuando el voltaje del gas de suministro de ozono está encendido y apagado. Si no se observan cambios, contacte con el servicio técnico de Agilent.

Depósitos de coque

La contaminación de algunas matrices de muestra puede reducir la sensibilidad. Por ejemplo, los aceites crudos que contienen complejos de metal volátil pueden contaminar los tubos de cerámica. Además, una combustión incompleta de ciertos compuestos que contienen hidrocarburos dejan depósitos de coque en los tubos de cerámica. Los depósitos de coque pueden eliminarse del quemador reduciendo la velocidad de flujo de hidrógeno.

Contaminación de hidrógeno

La contaminación de hidrógeno de los tubos de cerámica del SCD puede ocurrir cuando el flujo del oxidante relativo es mucho menor que el flujo de hidrógeno. Este estado ocurre debido a valores establecidos de método inadecuados o a un problema con el flujo del oxidante, en cualquiera de los casos provoca que la respuesta sea extremadamente reducida o nula. Si sospecha que hay contaminación de hidrógeno:

- Compruebe si hay un corte de flujo y resuélvalo.
- Compruebe si hay restricciones en la línea de suministro del oxidante al conjunto del quemador.
- Cargue el método de comprobación u otro método que use velocidades de flujo relativo más equilibradas. Si la respuesta no se recupera, cambie los tubos de cerámica.

Si la respuesta no se recupera, cambie el tubo de cerámica interior. Si la respuesta todavía no se recupera, cambie el tubo de cerámica exterior. Los tubos de cerámica no pueden reacondicionarse.

Gases contaminados

Agilent recomienda que use gases limpios que cumplan los requisitos en la *Guía de preparación del sitio*. Asimismo, Agilent recomienda encarecidamente el uso de trampas de alta calidad para eliminar tanta contaminación como sea posible. El uso de gases limpios es esencial para que el rendimiento sea óptimo. De lo contrario, el azufre y otros contaminantes de los gases se pueden acumular en la columna y sangrar con el tiempo, desensibilizando los tubos de cerámica y causando líneas de base elevadas.

La humedad en la línea de suministro del generador de ozono puede llevar a la formación de ácidos que pueden dañar o destruir el generador de ozono y otros componentes del detector. Agilent recomienda encarecidamente el uso de una trampa de humedad de alta calidad, como el Sistema de filtro limpio de gas con una trampa de humedad, para el gas de suministro de ozono. Consulte [“Consumibles y piezas de recambio”](#) en la página 65.



7 Verificación del rendimiento

Acerca de la comprobación cromatográfica	106
Preparar una comprobación cromatográfica	107
Comprobar el rendimiento del SCD	109
Comprobar el rendimiento del NCD	114

Este capítulo describe cómo comprobar que el detector funciona con normalidad.



Acerca de la comprobación cromatográfica

Las pruebas descritas en esta sección proporcionan la confirmación básica de que el GC y el detector pueden ofrecer un rendimiento comparable a la condición de fábrica. Sin embargo, debido a que los detectores y otras partes del GC envejecen, el rendimiento del detector puede cambiar. Los resultados presentados aquí, representan los típicos para condiciones de funcionamiento típicas y no están especificadas.

Las pruebas suponen lo siguiente:

- Utilice un muestreador de líquidos automático. Si no dispone de uno, utilice una jeringa manual adecuada, en lugar de la jeringa indicada.
- Utilice una jeringa de 10 μL en la mayoría de los casos. Sin embargo, una jeringa de 5 μL es un sustituto apto.
- Uso del septa y otro hardware (liners, adaptadores, etc.) descrito. Si sustituye otro hardware, el rendimiento puede variar.

Preparar una comprobación cromatográfica

Debido a las diferencias de rendimiento cromatográfico asociadas con los distintos consumibles, Agilent recomienda firmemente el uso de las partes aquí enumeradas para todas las pruebas de comprobación. Agilent también recomienda la instalación de partes consumibles nuevas siempre que no se conozca la calidad de los que están instalados. Por ejemplo, la instalación de un nuevo liner y septum asegura que no contribuyen en la contaminación de los resultados.

Cuando el GC se entrega de fábrica, estas partes consumibles son nuevas y no tiene que reemplazarlas.

NOTA

En el caso de un GC nuevo, compruebe el liner de inyección instalado. El liner enviado con el inyector puede que no sea el liner recomendado para la comprobación.

- 1 Compruebe los indicadores/las fechas de las trampas de suministro de gas. Reemplace las trampas gastadas.
- 2 Instalen las partes consumibles nuevas para el inyector y prepare la jeringa del inyector correcta (y la aguja, cuando sea necesario).

Tabla 13 Partes recomendadas para la comprobación según el tipo de inyector

Parte recomendada para la comprobación	Referencia
Inyector split/splitless	
Jeringa, 10 µL	5181-1267
Arandelas para liner	5188-5365
Septum	5183-4757
Liner	5190-2295
Sello de inyector chapado en oro con arandela	5188-5367
Inyector multimodo	
Jeringa, 10 µL	5181-1267
Arandelas para liner	5188-5365
Septum	5183-4757
Liner	5190-2295

Tabla 13 Partes recomendadas para la comprobación según el tipo de inyector

Parte recomendada para la comprobación	Referencia
Inyector de frío en columna	
Septum	5183-4758
Tuerca de septum	19245-80521
Jeringa, 5 µL en columna	5182-0836
0,32 mm de aguja para una jeringa de 5 µL	5182-0831
7693A ALS: Inserto del soporte de la aguja, COC	G4513-40529
7683B ALS: Conjunto de soporte de la aguja para inyecciones de 0,25/0,32 mm	G2913-60977
Inserto, sílice fundida, d.i. 0,32 mm	19245-20525

Prepare los viales de muestra

La verificación del rendimiento requiere una jeringa de 1 uL. Los estándares de comprobación para SCD y NCD vienen con 3 ampollas.

ADVERTENCIA

Al manipular los estándares de comprobación, siga siempre las precauciones de manipulación recomendadas en este paquete.

- 1 Abra la caja de la muestra.
- 2 Parta la parte superior de una ampolla de muestra de comprobación.
- 3 Transfiera el contenido a un vial de muestra ALS de 2 mL y tape el vial.

Comprobar el rendimiento del SCD

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Columna de evaluación, DB-1 30 m × 0,32 mm × 1,0 µm (número de referencia 123-1033)
 - Evaluación del rendimiento del SCD (comprobación muestra (5190-7003): 0,7 ± 0,002 mg/L disulfuro de dietileno y 1,0 ± 0,003 mg/L terc-butil disulfuro en isooctano.
 - Asotano de grado cromatográfico
 - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector
 - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra
 - Inyector y hardware del inyector (consulte [“Preparar una comprobación cromatográfica”](#) en la página 107).
- 2 Compruebe lo siguiente:
 - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, aire como oxidante y oxígeno como gas de suministro de ozono.
 - La trampa de humedad para el gas de suministro de ozono y otras trampas están actualizadas.
 - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
 - Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
 - Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente B.
- 3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte [“Preparar una comprobación cromatográfica”](#) en la página 107.
- 4 Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento en el manual del GC *Mantenimiento del GC*).
 - Limpie térmicamente la columna de evaluación durante al menos 30 minutos a 180 °C. (Consulte el procedimiento en el manual del GC *Mantenimiento del GC*).
 - Configure la columna.
- 5 Compruebe la salida de la línea base del detector. La salida debe ser inferior a 150 pA y relativamente estable,

suponiendo un sistema bien estabilizado con el horno de la columna a 50 °C.

Sin embargo, un quemador nuevo (o un quemador con un tubo de cerámica nuevo) puede tener una línea base muy elevada tras la primera ignición. En este caso, la línea base debe disminuir gradualmente, dependiendo de la limpieza del quemador. El ruido también disminuirá enormemente con el tiempo. Para un sistema bien estabilizado, el ruido medido por Agilent OpenLAB CDS debería mostrar aproximadamente 5 unidades o menos.

La comprobación puede continuar antes de que la línea base se haga completamente estable.

- 6 Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en la [Tabla 14](#).

Tabla 14 Condiciones de comprobación del SCD

Columna y muestra	
Tipo	DB-1, 30 m × 0,32 mm × 1 µm (123-1033)
Muestra	Comprobación de SCD 5190-7003
Flujo de columna	3,5 mL/min helio
Modo de columna	Flujo constante
Inyector split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Flujo de purga	80 mL/min
Tiempo de purga	0.7 min
Purga del Septum	3 mL/min
Ahorro de gas	Desactivado
Inyector multimodo	
Modo	Splitless
Temperatura de inyector	250 °C
Tiempo de purga	0,7 min
Flujo de purga	80 mL/min
Purga del Septum	3 mL/min
Ahorro de gas	Desactivado

Tabla 14 Condiciones de comprobación del SCD

inyector de frío en columna	
Temperatura	Seguimiento del horno
Purga del Septum	15 mL/min
Detector	
Temperatura base	280 °C
Temperatura del quemador	800 °C
Flujo superior de H ₂	38 mL/min
Flujo inferior de H ₂	8 mL/min
Flujo oxidante	50 mL/min, Aire
Generador O3	Activado
Flujo del generador O3	Activado
Bomba de vacío	Activado
Configuración en tándem del FID-SCD	
Temp. FID	350 °C
Flujo de hidrógeno del FID	35 mL/min
Flujo de aire del FID	500 mL/min
Flujo del auxiliar de N ₂ del FID	20 mL/min
Flujo de oxidante del SCD	0
Flujo de H ₂ superior del SCD	40 mL/min
Flujo inferior de H ₂	No aplicable para FID-SCD
Horno	
Temperatura inicial	50 °C
Tiempo inicial	3.0 min
Tasa 1	25 °C/min
Temp. de rampa 1	160 °C
Tiempo de espera de rampa 1	2 min
Temp. de ejecución posterior	50 °C
Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 µL (máximo)

Tabla 14 Condiciones de comprobación del SCD

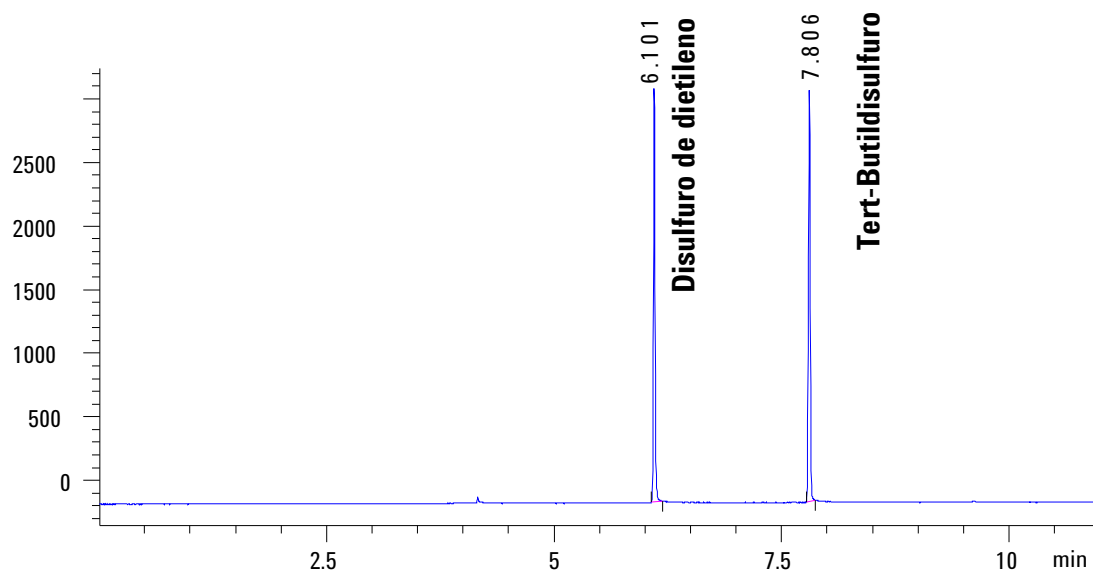
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de la jeringa	10 µL
Prelavado del disolvente A	0
Pos lavado del disolvente A	3
Volumen de lavado del disolvente A	8 µL (máximo)
Prelavados del disolvente B	0
Pos lavados del disolvente B	3
Volumen de lavado del disolvente B	8 µL (máximo)
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de extracción de lavado con disolvente (7693A)	150
Velocidad de dispensación de lavado con disolvente (7693A)	1500
Velocidad de extracción de lavado con muestra (7693A)	150
Velocidad de dispensación de lavado con muestra (7693A)	1500
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	3000
Velocidad del émbolo (7683)	Rápido, para todos los inyectoros excepto el COC.
Tiempo de parada de la pre-inyección	0
Tiempo de parada de la post-inyección	0
Inyección Manual	
Volumen de inyección	1 µL
Sistema de datos	
Tasa de datos	5 Hz (Detector frontal, SCD)

- 7 Si utiliza un sistema de datos, prepare el sistema de datos para realizar un análisis utilizando el método de comprobación cargado. Asegúrese de que el sistema de datos producirá un cromatograma. Si no está utilizando un sistema de datos, cree una secuencia de muestra con el teclado del GC.

- 8 Inicie el análisis. Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse **[Start]** en el GC. Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):
- Pulse **[Prep Run]** para preparar el inyector para una inyección splitless.
 - Cuando el GC está listo, inyecte 1 μL de la muestra de comprobación y pulse **[Start]** en el GC.

El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas. Obsérvese que la respuesta para la instalación en tándem del FID-SCD será aproximadamente de 1/10 respecto a la respuesta que se muestra en este ejemplo debido a la menor cantidad de muestra que llega al SCD.

SCD1 A, Front Signal (C:\CHEM32\2\DATA\XCD-DATA-FEB2015\SCD\EXAMPLE.D)



Comprobar el rendimiento del NCD

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (número de referencia 19091J-413)
 - Evaluación del rendimiento del NCD (comprobación) muestra (5190-7002): 3-metilindol 10,0 ± 0,1 mg/L, 9-etil carbazol 14,1 ± 0,1 mg/L, y nitrobenzeno 9,51 ± 0,05 mg/L en isooctano.
 - Asotano de grado cromatográfico
 - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector
 - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra
 - Inyector y hardware del inyector (consulte [“Preparar una comprobación cromatográfica”](#) en la página 107).
- 2 Compruebe lo siguiente:
 - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, oxígeno como oxidante y gas de suministro de ozono.
 - La trampa de humedad para el gas de suministro de ozono y otras trampas están actualizadas.
 - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
 - Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
 - Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente B.
- 3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte [“Preparar una comprobación cromatográfica”](#) en la página 107.
- 4 Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento en el manual del GC *Mantenimiento del GC*).
 - Limpie térmicamente la columna de evaluación durante al menos 30 minutos a 270 °C. (Consulte el procedimiento en el manual del GC *Mantenimiento del GC*).
 - Configure la columna.
- 5 Compruebe la salida de la línea base del detector. La salida debe ser inferior a 150 pA y relativamente estable,

suponiendo un sistema bien estabilizado con el horno de la columna a 50 °C. (Una línea base negativa puede ser aceptable.).

Sin embargo, un quemador nuevo (o un quemador con un nuevo tubo de cuarzo) pueden tener una línea base muy elevada tras la primera ignición. En este caso, la línea base debe disminuir gradualmente, dependiendo de la limpieza del quemador. El ruido también disminuirá enormemente con el tiempo. Para un sistema bien estabilizado, el ruido medido por Agilent OpenLAB CDS debería mostrar aproximadamente 4 unidades o menos.

La comprobación puede continuar antes de que la línea base se haga completamente estable.

- 6 Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en la [Tabla 15](#).

Tabla 15 Condiciones de comprobación del NCD

Columna y muestra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Muestra	Comprobación de NCD 5190-7002
Flujo de columna	2,2 mL/min
Modo de columna	Flujo constante
Inyector split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Flujo de purga	80 mL/min
Tiempo de purga	0.8 min
Purga del Septum	3 mL/min
Ahorro de gas	Desactivado
Inyector multimodo	
Modo	Splitless
Temperatura de inyector	250 °C
Tiempo inicial	0 min
Tiempo de purga	0.8 min
Flujo de purga	80 mL/min
Purga del Septum	3 mL/min

Tabla 15 Condiciones de comprobación del NCD

Ahorro de gas	Desactivado
inyector de frío en columna	
Temperatura	Seguimiento del horno
Purga del Septum	15 mL/min
Detector	
Temperatura base	280 °C
Temperatura del quemador	900 °C
Temperatura del refrigerador	Activado
Flujo de H ₂	3 mL/min
Flujo oxidante	8 mL/min, Oxígeno
Generador O3	Activado
Flujo del generador O3	Activado
Bomba de vacío	Activado
Horno	
Temperatura inicial	50 °C
Tiempo inicial	3.0 min
Tasa 1	25 °C/min
Temp. de rampa 1	250 °C
Tiempo de espera de rampa 1	2 min
Temp. de ejecución posterior	50 °C
Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 µL (máximo)
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de la jeringa	10 µL
Prelavado del disolvente A	0
Pos lavado del disolvente A	3
Volumen de lavado del disolvente A	8 µL (máximo)
Prelavados del disolvente B	0
Pos lavados del disolvente B	3
Volumen de lavado del disolvente B	8 µL (máximo)

Tabla 15 Condiciones de comprobación del NCD

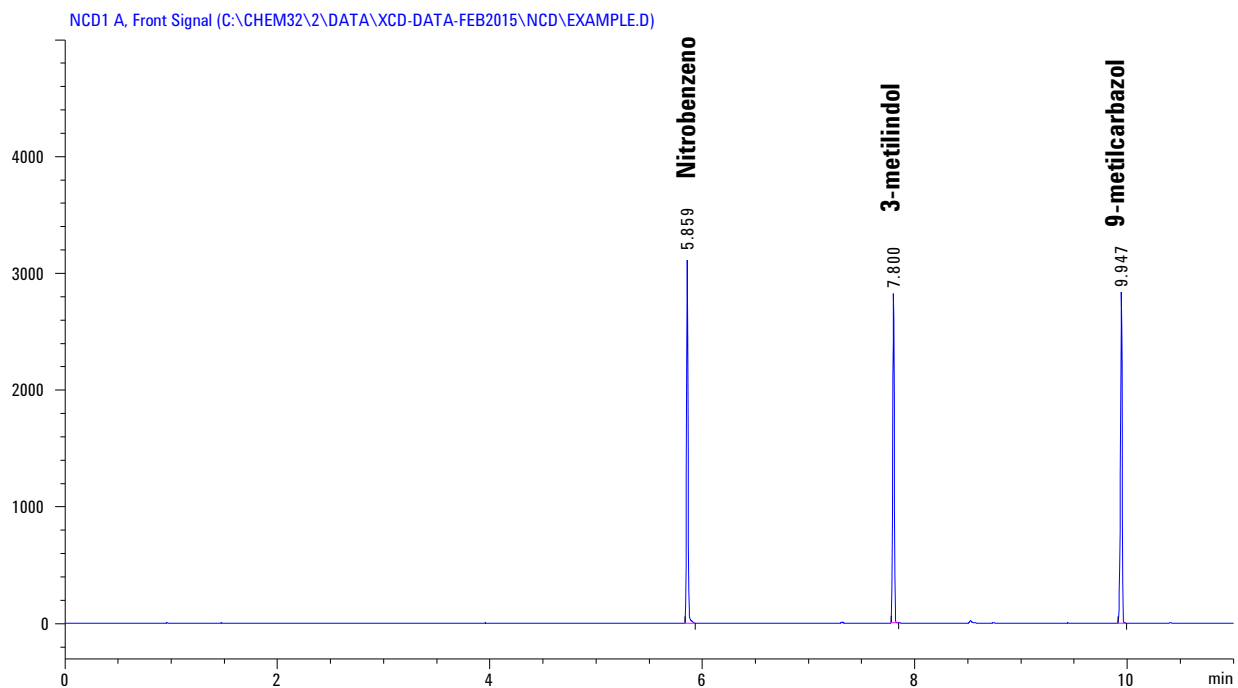
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de extracción de lavado con disolvente (7693A)	150
Velocidad de dispensación de lavado con disolvente (7693A)	1500
Velocidad de extracción de lavado con muestra (7693A)	150
Velocidad de dispensación de lavado con muestra (7693A)	1500
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	3000
Velocidad del émbolo (7683)	Rápido, para todos los inyectores excepto el COC.
Tiempo de parada de la pre-inyección	0
Tiempo de parada de la post-inyección	0
Inyección Manual	
Volumen de inyección	1 µL
Sistema de datos	
Tasa de datos	5 Hz (Detector frontal, NCD)

- 7 Si utiliza un sistema de datos, prepare el sistema de datos para realizar un análisis utilizando el método de comprobación cargado. Asegúrese de que el sistema de datos producirá un cromatograma. Si no está utilizando un sistema de datos, cree una secuencia de muestra con el teclado del GC.
- 8 Inicie el análisis. Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse **[Start]** en el GC. Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):
 - a Pulse **[Prep Run]** para preparar el inyector para una inyección splitless.
 - b Cuando el GC está listo, inyecte 1 µL de la muestra de comprobación y pulse **[Start]** en el GC.



Agilent Technologies

El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.



Agilent Technologies, Inc.
Impreso en los EE.UU.
Octubre de 2015