



Información de usuario del módulo de control serie 6850

Contenido

Introducción

Información importante	4
Descripción general	4
Elementos del Módulo de Control	5
Navegación por las pantallas	8
Configuración del instrumento	12
Ajuste del contraste de la pantalla .	13
Configuración de la pantalla y el teclado	13
Configuración de fecha y hora	16
Configuración del puerto RS-232	16
Configuración de la dirección IP	17
Trazado de una señal	20
Trazado de múltiples señales	23

Métodos

Diseño de un método	25
Guardado del método activo como un método con nombre	26
Guardado del método activo como el método SERVICE	28
Restauración del método predeterminado	28
Utilización de las tarjetas de PC	28
Acceso a los métodos de la memoria del GC	31

Control de presión y flujo

Desconexión del hidrógeno	32
Desconexión de la columna	32
Control electrónico de la neumática	33
Apertura y cierre de los flujos de gases	33
Interpretación de las ventanas de flujo y presión	33
Configuración de la columna	34
Modos de columna	36
Presión o flujo inicial de la columna	38
Programación de flujos o presiones	40
Canales auxiliares	41
Resolución de problemas del flujo y la presión	44

Automatización

Control del inyector	47
Parámetros de secuencia	51
Control de una secuencia	52
Tabla de Análisis (Run Table)	53
Tabla de tiempos (Clock Table)	57

Contenido

Inyector "split/splitless"

Uso del hidrógeno	59
Opciones	59
Modos de inyector	59
Inyector y columna	60
Configuración del inyector	61
Preparación de análisis	62
Configuración del modo de inyector	63
Términos de "split/splitless"	63
Modos de pulso de presión	64
Modo "split"	66
Modo splitless	68
Ahorrador de gas	71

Inyector de empaquetada

Uso del hidrógeno	73
Controles de inyector y columna	73
Configuración del inyector	74
Utilización del inyector de empaquetadas con purga	75

Vaporización con temperatura programada

Uso del hidrógeno	77
Modos de inyector	77
Inyector y columna	78
Configuración del inyector	78
Configuración del modo de inyector	81
Calentamiento del inyector	82
Términos del PTV	84
Modos a pulsos	85

Modo "split"	92
Modo "splitless"	96
Modo de purga de disolvente	103

Inyector "On-Column" refrigerado

Temperatura del inyector	117
Funcionamiento del inyector "on-column" refrigerado	118

Detector de conductividad térmica

Uso del hidrógeno	120
Condiciones de funcionamiento ...	120
Parámetros TCD	120
Gas auxiliar	123
Polaridad	124
Selección de la señal	125
Salida analógica	127
Uso del TCD	128

Detector de ionización de llama

Uso del hidrógeno	129
Notas sobre el funcionamiento del detector	129
Jets	130
Electrómetro	130
Gas auxiliar	131
Selección de la señal	132
Salida analógica	134
Reencendido automático— Lit Offset (señal mínima)	134
Parámetros del FID	135
Utilización del FID	137

Contenido

Detector de captura electrónica de microcelda

Linealidad	139
Gas del detector	140
Temperatura	140
Electrómetro	140
Salida analógica	141
Funcionamiento del detector	142

Horno de columnas

Propiedades del horno	144
Seguridad del horno	144
Configuración del horno	145
Creación de un análisis isoterma ..	146
Programación de la temperatura ..	147
Compensación de la columna	150

Detector fotométrico de llama (FPD)

Uso del hidrógeno	153
Información general	153
Uso de la señal mínima	154
Encendido de la llama	155
Uso del electrómetro	156

Selección de señal	157
Selección del modo de gas auxiliar	159
Configuración del calentador	160
Parámetros del FPD	160
Utilización del FPD	161

Válvulas

Tipos de válvulas	163
Configuración de válvulas	164
Válvulas de muestra	164
Multiválvula con válvula de muestra	166
Control manual de las válvulas	166
Establecimiento de la temperatura de la caja de válvulas	167

Modo Service

La pantalla Service	168
El libro de registros (Log Book) ...	168
Diagnostics	169
Calibración	177
Maintenance	181
Funciones de actualización	185

Introducción

Información importante

© Agilent Technologies 1998, 1999, 2000, 2002, 2004

Todos los derechos reservados. Queda terminante prohibida la reproducción, adaptación o traducción, sin permiso previo y por escrito, a excepción de las permitidas por las leyes del copyright.

VespeI[®] es una marca comercial registrada de E.I. duPont de Nemours Co., Inc.

Swagelok[®] es una marca comercial registrada de Swagelok Company.

Nº de publicación G2629-95329

Primera edición, marzo de 2004

Sustituye a las publicaciones nº. G2629-95327, G2629-95328, *Información de usuario del módulo de control*

Impreso en EE.UU.

Descripción general

El módulo de control proporciona el control y la programación completa del Cromatógrafo de Gases 6850 (el GC), el inyector automático 6850 y las válvulas.

Conectado a un GC 6850, el módulo de control puede:

- Realizar métodos analíticos
- Crear, editar y transferir métodos analíticos entre GC mediante una tarjeta de memoria de un PC
- Establecer las temperaturas y flujos del GC y configurar sus partes (columnas, inyector, detector, etc.)
- Mostrar las señales a tiempo real como la temperatura del horno o la salida del detector.
- Realizar tests de diagnósticos
- Proporcionar información sensible al contenido en mensajes, parámetros y acciones necesarias, etc.
- Realizar un número de otras funciones

Elementos del Módulo de Control

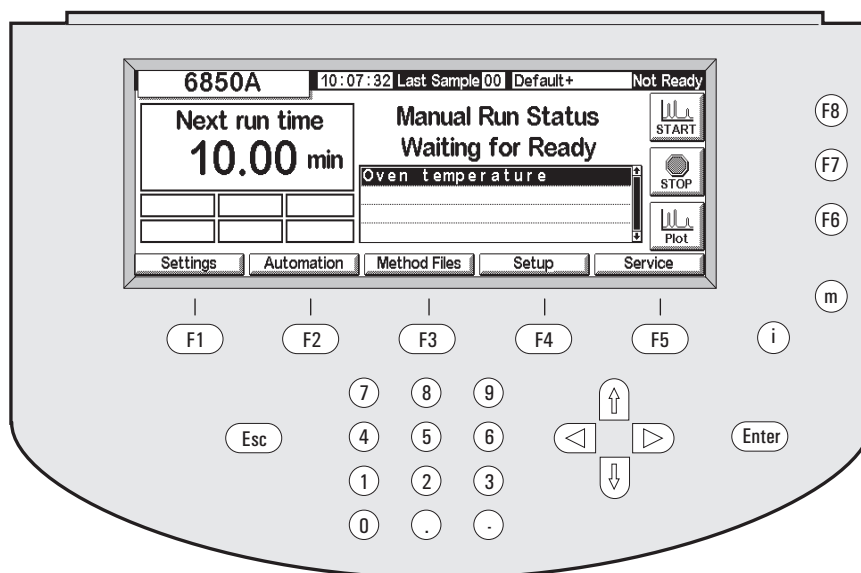


Figura 1. El Módulo de Control

El módulo de control consiste en una pantalla, un teclado y un cable de conexión a un 6850 GC. Una ranura en el lateral izquierdo— que no se ve en la figura— puede albergar una tarjeta de memoria flash PCMCIA (en lo sucesivo, tarjeta de PC).

El Módulo de Control se maneja mediante la introducción de instrucciones desde el teclado a una serie de ventanas en la pantalla. Estas instrucciones se pueden almacenar entonces como un método con nombre.

Pantallas

La [Figura 1](#) muestra una pantalla típica de estado. Es el punto de partida para todas las operaciones basadas en la pantalla. Las cinco etiquetas de la parte inferior de la pantalla se refieren a cinco teclas (F1 a F5) justo debajo de ellas. Las tres etiquetas del lado derecho se refieren a las tres teclas (F6 a F8) a su derecha. Las funciones de las teclas varían de una pantalla a otra.

En la [Tabla 2](#) en la página 11 aparece una lista completa de pantallas.

Teclado

El teclado se utiliza para navegar a través de las pantallas y para introducir instrucciones y datos.

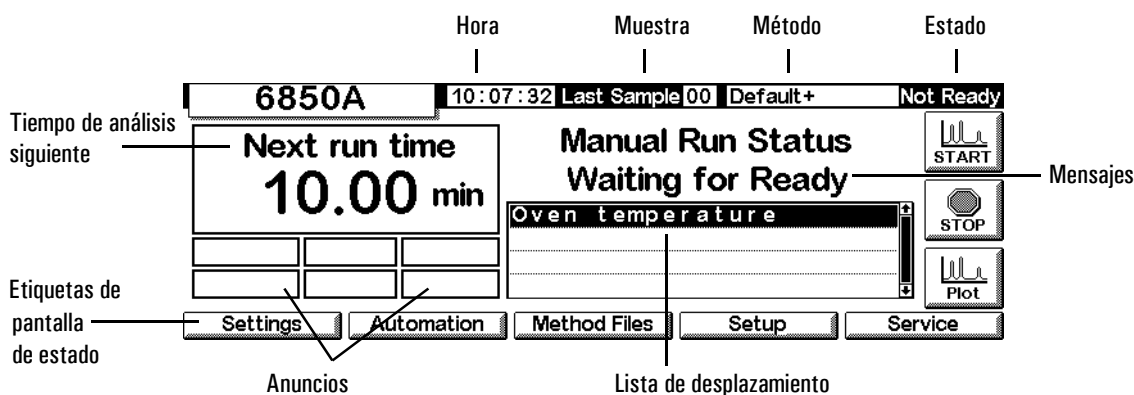
F1 a F5	Teclas de navegación. Ver la etiquetas en la parte inferior.
F6 a F8	Teclas de acción. Ver las etiquetas en el lado derecho.
Esc(ape)	Cancelar una acción o volver a la pantalla previa.
← →	Mueve el cursor en la pantalla.
↑ ↓	Seleccionar parámetros, valores o caracteres alfanuméricos.
m(enú)	Mostrar cuadros de diálogo adicionales.
i(nfo)	Ayuda en función del contexto para el elemento seleccionado; pulse dos veces para ver el índice de ayuda.
0 a 9	Introducir números y letras.
.	Introducir un punto decimal.
-	Introducir un signo menos.
Enter	Aceptar la entrada o acción actual.

Las teclas **0 a 9**, más las teclas **.** y **-**, se utilizan también para introducir caracteres alfabéticos. La técnica especial utilizada se describe posteriormente en esta sección.

Pantalla de estado

Todas las operaciones comienzan en la pantalla de estado (Status), mostrada aquí. Para volver a esta pantalla desde cualquier otra, pulsar **Esc** repetidamente.

Estado



Los elementos de la pantalla de estado son:

- *Hora*— reloj basado en 24 horas
- *Muestra*— el último análisis de muestra realizado o el actual
- *Método*— el nombre del método activo. Si se ha modificado desde que se cargó, va seguido por el signo + .
- *Estado*— la condición presente del GC
- *Anuncios*— cualquier situación real que evite que el GC inicie un análisis que pueda afectar a los resultados.

Los avisos *Warning*, *Faults*, *Shutdown* y *Method* le advierten de problemas importantes. *Run Log* parpadea para indicarle que lea el registro del análisis. *StrtLock* parpadea cuando *Start* ha sido bloqueada por un módulo de control, Agilent ChemStation o el software Agilent Cerity Networked Data System for Chemical QA/QC.

Keyboard Locked aparece en la parte inferior de la pantalla del módulo de control cuando se accede al teclado mientras se utiliza *StrtLock*.

- *Lista de desplazamiento*— muestra los problemas del GC o del método activo. Este ejemplo indica que el GC no está preparado (Not ready) debido a que la temperatura del horno no se ha estabilizado.
- *Mensajes*— condición del instrumento. Este mensaje describe el tipo de análisis o secuencia que está preparado el GC, y si está listo o no.
- *Siguiente tiempo de análisis*— el tiempo que requiere el método activo para completar un análisis

- *Etiquetas de la pantalla de estado*—identifican la función de las teclas F1-F5 debajo de la pantalla y F6 - F8 a la derecha. Consultar la [Tabla 1](#).

Tabla 1. Etiquetas de la pantalla de estado

Tecla	Etiqueta	Función
F1	Settings	Cosas que se cambian frecuentemente, como temperaturas y tiempos del horno, temperatura del inyector, etc.
F2	Automation	Control inyector y válvula, tablas de tiempos y análisis
F3	Method Files	Se crean y salvan conjuntos de valores de control.
F4	Setup	Cosas que no se cambian muy a menudo, como temperatura máxima del horno, elección de unidades de presión, etc.
F5	Service	Archivos de registro, pruebas y calibración de temperaturas y presiones, etc.
F6	Plot	Muestra la señal que se desarrolla en este momento
F7	Stop	Detiene un análisis o secuencia
F8	Start	Comienza un análisis o secuencia

Navegación por las pantallas

Este ejemplo ilustra el uso del módulo de control para configurar la columna de manera que el instrumento puede convertir flujos en presiones y viceversa.

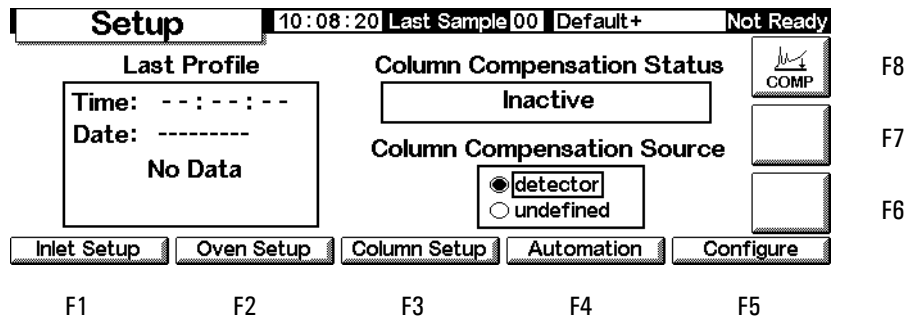
Ejemplo: Configuración de columna

1. Comenzar en la pantalla de estado (Status). Si se está en cualquier otra pantalla, pulsar **ESC** repetidamente hasta que aparezca esta pantalla.

Status

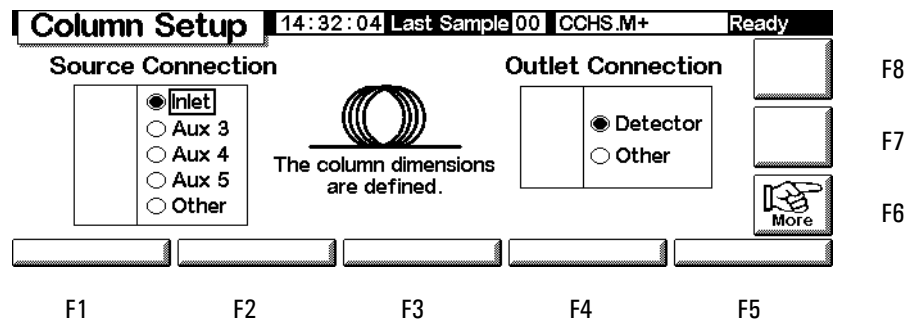
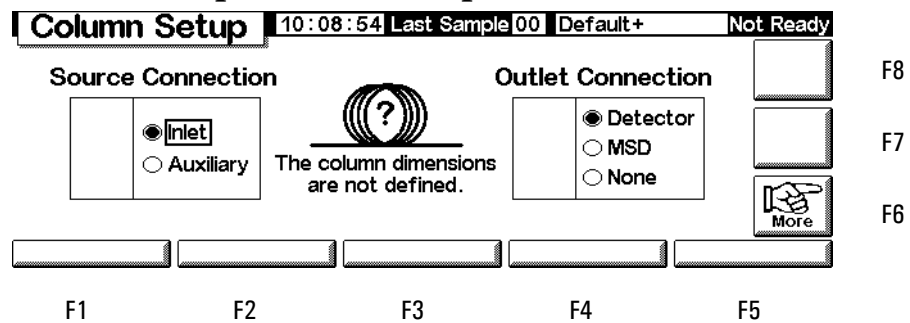
- Pulsar **Setup** (F4) para mostrar la siguiente pantalla. En este documento, la mayoría de las pantallas están precedidas por la ruta (en este caso, **Status/Setup**) que se ha de seguir para llegar hasta ellas desde la pantalla **Status**.

Status / Setup



- Pulsar **Column Setup** para ir a la siguiente pantalla. La segunda versión que se muestra a continuación contiene los GC de EPC auxiliares. La primera pantalla muestra los demás.

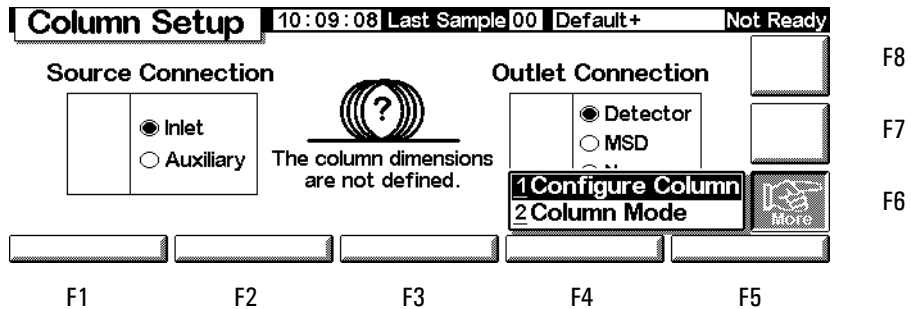
Status / Setup / Column Setup



- Comprobar que la fuente de la columna y las conexiones de salida son correctas. Si no, utilizar las teclas **←** y **→** para acceder al juego correcto de opciones y las teclas **↑** y **↓** para elecciones específicas. Pulse **Enter**.

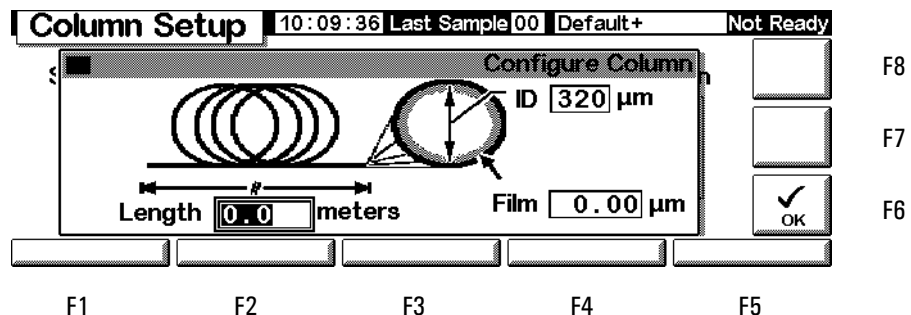
- El signo ? y el mensaje del centro indica que la columna no está configurada. Para corregirlo, pulsar More (F6) para mostrar el menú emergente.

Status / Setup / Column Setup / More



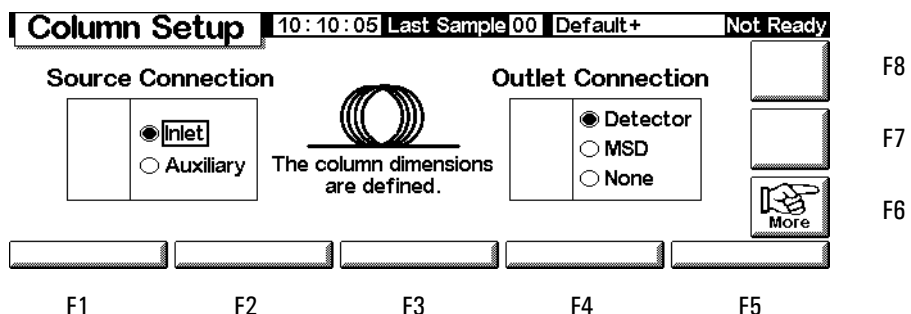
- Utilice ↑ y ↓ para seleccionar **Configure Column** y pulsar Enter, o pulsar la tecla del número 1.

Status / Setup / Column Setup / More / Configure Column / Enter



- Utilizar ← y → para acceder a los tres campos, teclear los valores numéricos utilizando las unidades que se muestran en la pantalla y pulsar OK (F6). Esto acepta los valores y vuelve a la pantalla previa.

Status / Setup / Column Setup



- Hay que tener en cuenta que no aparece el signo ? porque la columna ya está configurada.

Para volver adonde se empezó, pulsar Esc repetidamente para moverse a través de las pantallas. En el resto de este documento, se mostrarán las pantallas sin las etiquetas F-número.

Tabla 2. Pantallas del Módulo de Control

F1 Parámetros				
F1 Inyector	F2 Horno	F3 Columna	F4 Detector	F5 Auxiliar
Temperatura, rampas, modo de temperatura, presión, flujos, rampas, modos (inyector*, pulso*, ahorrador de gas*, pulso/"split"* , purga de disolvente*), gas portador*, unidades*, información del refrigerante	Temperatura, programas	Programa de flujo y presión, modo de columna, configuración	Temperatura, flujos, señal, salidas, tipo de gas	Programas de temperatura y presión, valores de EPC auxiliar
F2 Automatización (tipo y controles de secuencia, muestras usadas, secuencia repetida)				
F1 Inyector	F2 Válvulas		F4 Tabla tiempos	F5 Tabla análisis
Volumen, bombas, lavados, profundidad, tiempos de espera, viscosidad, émbolo lento.	Cambio de válvulas		Agregar y borrar eventos	Agregar y borrar eventos
F3 Ficheros de métodos (ver y salvar el activo, salvar el servicio y volver al predeterminado)				
		F3 Listado de guardado.	F4 Tarjeta PC	F5 Métodos GC
			Salvar, cargar y borrar	Cargar y borrar
F4 Configuración (compensación de columna)				
F1 Configuración del inyector	F2 Configuración del horno	F3 Configuración de la columna	F4 Automatización	F5 Configurar
Portador, unidades de presión, corrección de vacío, control criogénico	Tiempo de equilibrio, temperatura máxima, control criogénico	Conexiones de la fuente y la salida, configurar, modo	Inyector, válvula de muestra, multiválvula, análisis previo automático	Horno, n.º serie, fecha fab., reloj, comunicación serie y en LAN, interfaz de usuario local, pantalla, tipo de detector, válvulas 1 y 2, temperatura y presión auxiliares, modelo y capacidad iny., dimensiones de la columna
F5 Servicio (registro del análisis, comenzar el servicio, salir del servicio)				
F1 Libro de registro	F2 Diagnóstico	F3 Calibración	F4 Mantenimiento	F5 Actualización
Ver/guardar libro de registros	Inyector, detector, teclado	Valores de fábrica del horno, inyector, columna, detector, EPC auxiliar	Límites del servicio, mantenimiento preventivo asistido	Actualizar GC, Inyector, firmware del Módulo de control
F6 Señales plot				
F7, F8 Comenzar y parar análisis				

* Solamente inyectores "split/splitless" y PTV

Configuración del instrumento

Se deberá configurar el instrumento

- antes de utilizarlo por primera vez
- cuando se cambie o añada un hardware nuevo

La configuración del instrumento establece los parámetros globales, como la fecha y la hora, y también indica al instrumento los dispositivos que están instalados para que el GC pueda controlarlos adecuadamente.

Hay que tener en cuenta que los parámetros de la configuración afectan directamente a los métodos. Es posible que los dispositivos que no estén configurados no aparezcan en la pantalla o no tengan valores ajustables. Además, estos parámetros controlan la ejecución de algunas tareas, como por ejemplo, la carga del loop de muestra de una válvula de muestreo de gases.

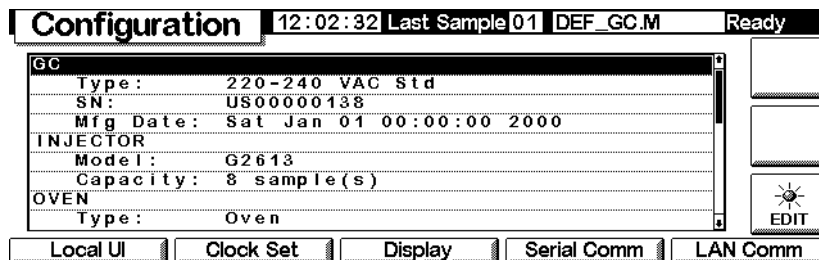
Antes de utilizar el GC por primera vez, hay que configurar los elementos/funciones siguientes:

- contraste de la pantalla (consultar [Ajuste del contraste de la pantalla](#) en la página 13.)
- pantalla y teclado (consultar [Configuración de la pantalla y el teclado](#) en la página 13.)
- fecha y hora (consultar [Configuración de fecha y hora](#) en la página 16.)
- configuración de la dirección IP (consultar [Configuración de la dirección IP](#) en la página 17.)
- configuración de las comunicaciones (consultar [Configuración del puerto RS-232](#) en la página 16 y [Configuración de la dirección IP](#) en la página 17)
- columna (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34.)
- parámetros de la automatización, como la información del inyector (consultar [Automatización](#) en la página 47.)
- inyector (consultar el capítulo del tipo de inyector correspondiente).
- detector (consultar el capítulo del tipo de detector correspondiente).
- análisis previo automático (consultar [Preparación de análisis](#) en la página 62.)
- horno (consultar [Configuración del horno](#) en la página 145.)
- válvulas (consultar [Configuración de válvulas](#) en la página 164.)

Visualización de la configuración actual

Se puede mostrar una lista de elementos que describa los componentes instalados del GC. La lista describe el GC, enumerando elementos tales como el número de serie y el modo del inyector (si está instalado). A continuación se ofrece un ejemplo de esta pantalla. Pulsar \uparrow y \downarrow para desplazarse por la lista en sentido ascendente y descendente.

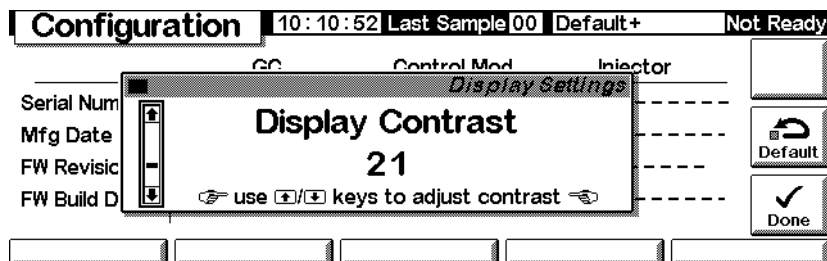
Status / Setup / Configure



Ajuste del contraste de la pantalla

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Setup / Configure / Display



2. Utilizar las teclas \uparrow y \downarrow para ajustar el contraste de la ventana. Pulsar Done cuando el usuario quede satisfecho.

Configuración de la pantalla y el teclado

El módulo de control puede definir las funciones disponibles en el teclado y monitor del GC. Esto resulta útil cuando, por ejemplo, se va a utilizar un GC como analizador dedicado o se va a operar desde un ChemStation o Cerity Chemical remoto.

Para definir las funciones del teclado y la pantalla del GC:

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Setup / Configure / Local UI

- *Oven Temp*, *Message Line*, *Inlet Pressure*, *Column Flow*, *Signal* y *Run Time* son características sólo de visualización— para cambiar los valores se requiere un módulo de control o una ChemStation
 - *Service Mode*— Permite cargar el método SERVICE desde el teclado (consultar [Modo Service](#) en la página 168)
 - *Stored Methods*— Coloca la lista de métodos almacenados en el GC en la ventana de desplazamiento, para poder seleccionarlos y cargarlos desde el teclado
 - *Run Time Mode*— Controla si el tiempo de análisis Run Time, si se muestra, se cuenta hacia adelante (tiempo transcurrido desde el inicio Start) o hacia atrás (tiempo hasta el final del análisis). Esta elección no afecta a la Tabla de Análisis.
2. Seleccionar los ítems que se quieren mostrar en la ventana del GC, las acciones que se quieren realizar en el teclado GC, y, si se selecciona Run Time, el modo Run Time Mode.
 3. Pulsar Beeps para mostrar la siguiente pantalla.

Status / Setup / Configure / Local UI / Beeps

4. Seleccionar el comportamiento que se quiera para las alarmas sonoras (beeps).

5. Pulsar **Esc** para volver a la pantalla **Local UI** y luego pulsar **Locks** para mostrar la siguiente pantalla.

Status / Setup / Configure / Local UI / Locks

Local Locks		10:12:25	Last Sample 00	Default+	Not Ready
<input type="checkbox"/> Lock Local Keyboard	Host Lock:	<input type="checkbox"/>	Off		
<input type="checkbox"/> Lock Local Start Key	Sequence Lock:	<input type="checkbox"/>	Off		
<input type="checkbox"/> Lock Remote Start	Clock Table Lock:	<input type="checkbox"/>	Off		
	Clock Table Exec Lock:	<input type="checkbox"/>	Off		
	Method & Sequence & Clock Table Lock:	<input type="checkbox"/>	Off		

- *Lock Local Keyboard*— desactiva todos los cambios de parámetros desde el módulo de control
- *Lock Local Start Key*— desactiva la tecla **Start** del teclado del GC
- *Lock Remote Start*— desactiva la función **Start** del conector REMOTO en la parte trasera del GC. Todavía se puede iniciar un análisis con un módulo de control.
- *Host Lock*— si muestra un valor. **On** significa que una ChemStation u otro ordenador está controlando el GC y no se pueden cambiar los parámetros desde el Módulo de Control.
- *Sequence Lock*— bloquea la ejecución de la secuencia desde el GC
- *Clock Table Lock*— bloquea el acceso a la tabla de tiempos
- *Clock Table Exec Lock*— bloquea la ejecución de los eventos de la tabla de tiempos
- *Method & Sequence & Clock Table Lock*— bloquea la carga de métodos desde el teclado del GC o desde el módulo de control, así como la secuencia y la tabla de tiempos

Configuración de fecha y hora

El GC tiene un reloj interno para utilizar la fecha y la hora en tareas tales como los errores y métodos de registro. Para establecer la fecha y la hora:

1. Mostrar esta pantalla

Status / Setup / Configure / Clock Set

2. Establecer la fecha y la hora y pulsar Done.

Configuración del puerto RS-232

Se refiere al conector llamado RS-232, en la parte trasera del GC. No afecta a las comunicaciones del Módulo de Control/GC

Normalmente, el 6850 se configurará en fábrica para que se comunique correctamente. Sin embargo, si es necesario comprobar o modificar la configuración de las comunicaciones, debe hacerse del siguiente modo:

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Setup / Configure / Serial Comm

2. Ajustar los controles para satisfacer las necesidades del dispositivo externo. Pulsar ESC al acabar.
3. Establecer la hora y la fecha. El reloj se reinicia al pulsar Done.

Configuración de la dirección IP

El método de configuración de la dirección IP depende del tipo de tarjeta LAN que se tenga instalada en el GC.

Para ver la configuración actual, mostrar esta pantalla:

Status / Setup / Configure / LAN Comm

LAN Setup		03:00:05	Last Sample 00	Default	Not Ready
LAN Card Settings					
IP Address	130 . 30 . 255 . 236	Timeout 99 seconds			
Subnet Mask	255 . 255 . 248 . 0				
Default Gateway	130 . 30 . 248 . 1				
Control Mode	Use BootP to get address				
<input type="button" value="Set LAN"/> <input type="button" value=""/> <input type="button" value=""/> <input type="button" value=""/>					

Se muestra la configuración de la tarjeta LAN actual, si hay una instalada, para que se sirva de referencia. La dirección IP, la máscara de subred, el gateway por defecto y el tiempo máximo de espera se ajustan cuando se instala la tarjeta LAN del GC. A continuación se explican los modos de control.

Modos de control

El modo de control mostrado en la pantalla de configuración de la LAN indica el método actual para obtener los valores de configuración de LAN. Los modos de control disponibles dependen de la tarjeta LAN instalada (consultar la [Tabla 3](#)). Para obtener información sobre cómo identificar la tarjeta LAN que está instalada en el GC, consultar [Visualización de la configuración actual](#) en la página 13.

Tabla 3. Modos de control disponibles

Tarjeta LAN	Modos de control disponibles	Introducir ajustes
J2552B	BootP	N/A
J4100A	BootP, ajustes introducidos localmente	En el panel frontal del GC
Lantronics	DHCP, ajustes introducidos localmente	En el panel frontal del GC, módulo de control

- Si se instala una tarjeta LAN J2552B o J4100A, aparece el mensaje “Supports BootP Control Mode Only”. Aunque es posible establecer la dirección LAN desde el módulo de control, esta práctica *no se recomienda*. Se obtendrá como resultado una conexión muy lenta.
- *Utilizar BootP/DHCP para obtener la dirección:* El GC está configurado para recibir la dirección LAN del programa BootP o de Windows NT[®] DHCP.

- *Utilizar los ajustes introducidos localmente:* El GC está configurado para utilizar valores de dirección IP, máscara de subred y gateway que se proporcionarán a través del panel frontal del GC o del Módulo de Control.

Para ajustar la configuración, mostrar esta pantalla:

Status / Setup / Configure / LAN Comm / Set IP

The screenshot shows the 'LAN Setup' screen with the following details:

- Top bar: LAN Setup | 02:59:05 | Last Sample 00 | Default | Not Ready
- LAN Settings window:
 - IP A: Local
 - Sub: BootP / DHCP
 - Def:
 - Cor:
 - IP Address: 130 | 30 | 255 | 236
 - Subnet: 255 | 255 | 248 | 0
 - Gateway: 130 | 30 | 248 | 1
 - Done button:

Configuración de la dirección asignada automáticamente

1. Seleccionar **BootP/DHCP** para utilizar el programa BootP o DHCP para establecer la configuración de la tarjeta LAN del GC. El GC utilizará automáticamente el método adecuado.
2. Pulsar **Done**. La nueva configuración no tendrá efecto hasta que se reinicie el GC. Para reiniciar ahora, seleccionar **Yes** cuando aparezca la siguiente ventana:

The screenshot shows a confirmation dialog box with the following text:

! The new lan settings have been loaded. Changes will take effect after the GC is restarted. Do you want to restart the GC now?

Buttons: Yes | No | Done

Configuración de la dirección IP específica

El módulo de control puede utilizarse para ajustar la configuración de LAN para los GC 6850 que utilicen la tarjeta LAN de Lantronics. Consultar [Visualización de la configuración actual](#) en la página 13 para obtener información sobre cómo identificar la tarjeta LAN que está instalada en el GC.

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Setup / Configure / LAN Comm / Set LAN

The screenshot shows the 'LAN Setup' screen with the following fields and values:

Field	Value
IP A	Local
Sub	BootP / DHCP
Def	
Cor	
IP Address	130 30 255 236
Subnet	255 255 248 0
Gateway	130 30 248 1

Buttons: Done (checked), Done

2. Seleccionar **Local** para utilizar los ajustes de dirección IP, subred y gateway que se proporcionarán.
3. Utilizar ← y → para moverse de un campo a otro y utilizar las teclas numéricas para ajustar los valores.
4. Asegurarse de que los ajustes son correctos y pulsar **Done**. La nueva configuración no tendrá efecto hasta que se reinicie el GC. Para reiniciar ahora, seleccionar **Yes** cuando aparezca la siguiente ventana:

The dialog box contains the following text:

! The new lan settings have been loaded.
Changes will take effect after the GC is restarted.
Do you want to restart the GC now?

Buttons: Yes (checked), No, Done (checked)

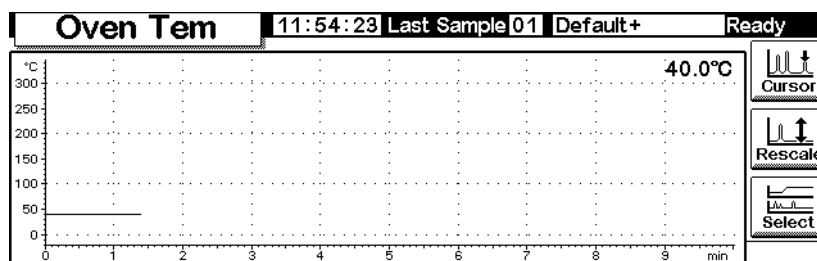
Trazado de una señal

La pantalla del Módulo de Control puede mostrar hasta tres representaciones a la vez, a tiempo real. El trazado de las señales se explica mejor con un ejemplo.

Trazar una señal

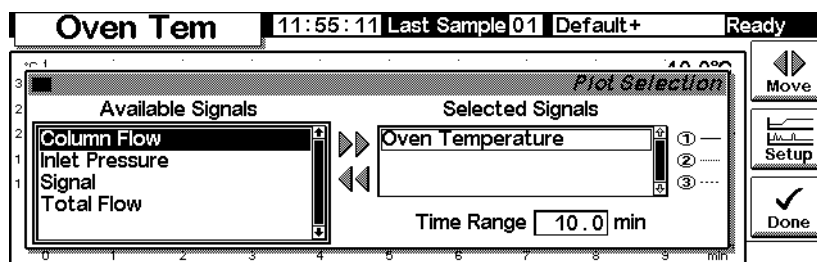
1. Mostrar esta pantalla.

Status / Plot



2. La pantalla representa actualmente la temperatura del horno. Pulsar **Select** para ver una lista de las señales disponibles.

Status / Plot / Select



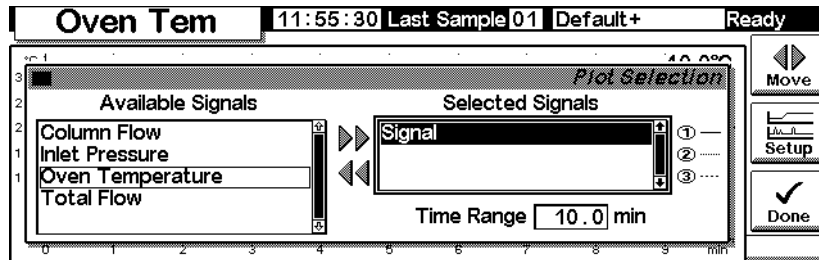
Signal, en la lista *Available Signals*, es la señal seleccionada en la pantalla del detector.

Puede ser cualquiera de las siguientes:

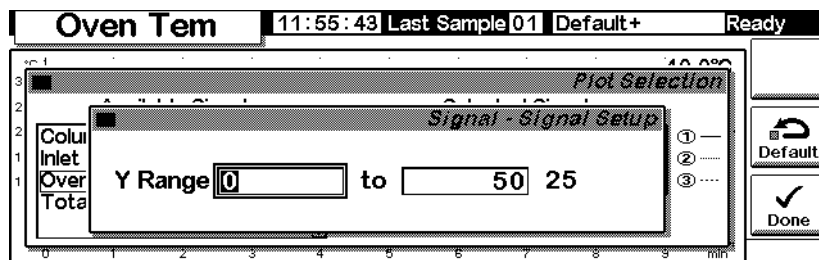
- Detector
- Column Comp (compensación de columna)
- Detector - Col Comp
- Test Chromatogram (cromatograma de test)
- Other

Ir a la sección del detector para más detalles.

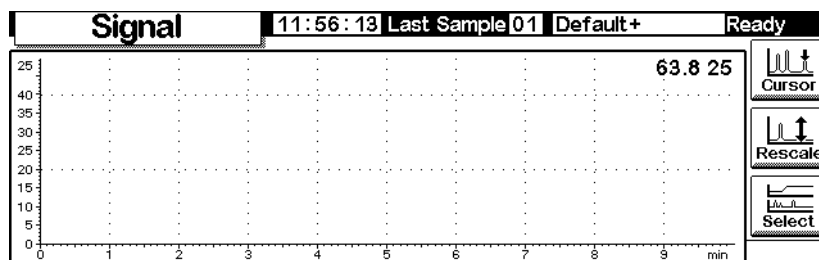
3. Para pasar una señal de una lista a otra, seleccionarla y pulsar Move.
- Aunque se pueden tener hasta tres señales seleccionadas, se considerará primero el caso de una sola señal.
4. Para este ejemplo, se asume que se ha pasado Oven Temperature de nuevo a Available Signals y Signal a Selected Signals.
5. Después de estos movimientos, la pantalla de selección indica:



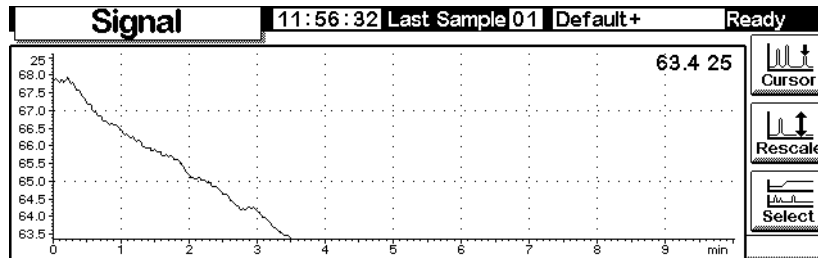
6. Introducir Time Range. Esto es la anchura, en minutos, de la representación. Si el análisis dura más de esto, la representación se desplaza a la izquierda de la pantalla.
7. En este momento, se puede pulsar Setup para establecer la escala vertical (Rango Y). Esto no es absolutamente necesario porque se puede re-escalar la representación más tarde.



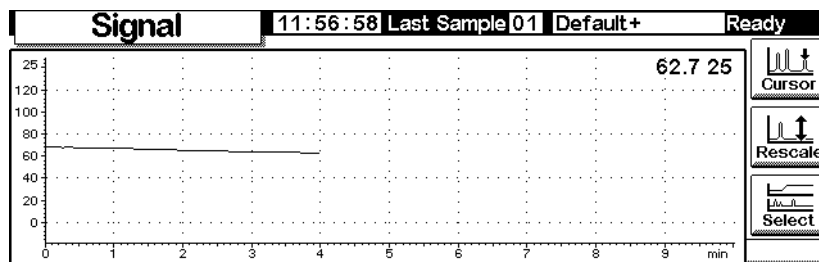
8. Pulsar Done para volver a la pantalla de selección de señal, luego pulsar de nuevo Done para ver la representación. Si no se fijó un rango y, posiblemente incluso si se hizo pero demasiado largo, la representación puede parecer como esto.



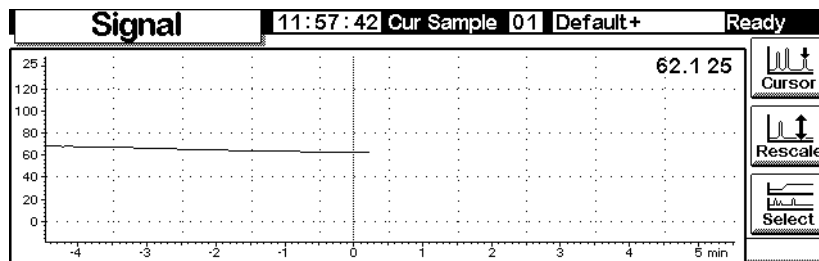
9. Pulsar **Rescale**. Esto cambia el rango Y de manera que la representación llena la ventana.



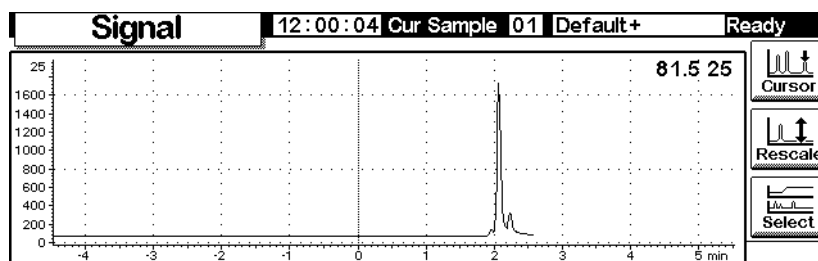
10. Para refinar la escala, utilizar ← y → para ajustar la escala horizontal y ↑ y ↓ para la escala vertical. En este ejemplo, la escala vertical es demasiado sensible y necesita ajustes.



11. Inyectar una muestra—se utilizó aire para este ejemplo—y pulse **Start**. Una línea vertical indica el comienzo del análisis.

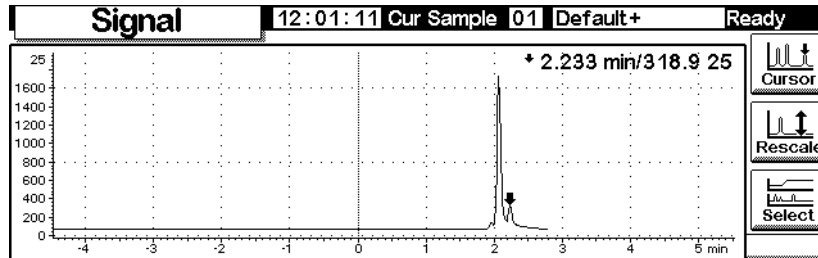


12. Cuando aparece el pico, se va de la escala. Esperar a que termine de salir el pico y pulsar **Rescale** para llevar la parte superior del pico a escala. Pulsar ↓ una vez.



13. Para explorar la representación en profundidad, pulsar Cursor. Aparece una flecha en la pantalla, y los valores del tiempo y señal aparecen en la esquina derecha de la pantalla.

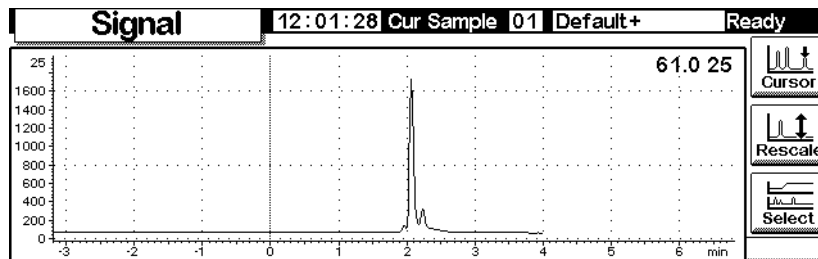
Utilizar las teclas ← y → para mover el cursor. La siguiente pantalla muestra el tiempo de retención y la altura del pico más pequeño.



14. Para eliminar el cursor, pulsar Cursor de nuevo.

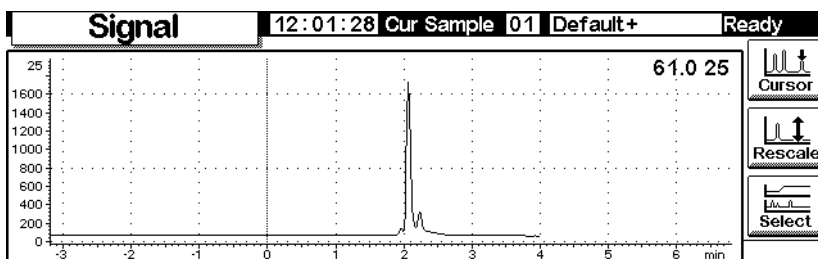
Trazado de múltiples señales

Esta es la representación re-escalada de la señal del detector descrita en las páginas precedentes. Se añadirá una representación de la temperatura del horno.

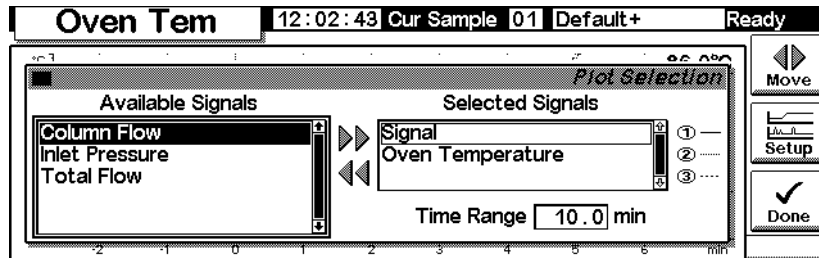


1. Mostrar esta pantalla.

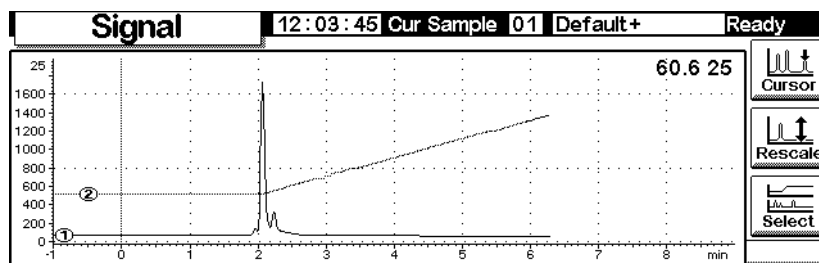
Status / Plot



2. Pulsar **Select** para ver una lista de las señales disponibles. Seleccionar **Oven Temperature** y pulsar **Move**. Aparece esta pantalla:



3. Utilizar las teclas \uparrow y \downarrow o pulsar 2, para marcar **Oven Temperature**. Pulsar **Setup** para establecer el Rango Y para esta señal. Se sugiere un rango de 0°C a 150°C.
4. Pulsar **Done** para volver a la selección de Plot y luego pulsar **Done** de nuevo para mostrar ambas representaciones.



Las dos representaciones están sobrepuestas pero tienen escalas Y independientes. Obsérvese los pequeños relojes ① y ② que identifican ambas. Utilizar las teclas 1 y 2 para seleccionar estas representaciones. La escala Y cambia a la de la representación seleccionada.

Por ejemplo, para rescatar el plot **Oven Temperature**, pulsar 2 para seleccionarlo y luego pulsar **Rescale**. De manera similar, las teclas \leftarrow , \rightarrow , \uparrow y \downarrow actúan independientemente para ajustar las escalas de las dos representaciones.

Métodos

Siempre hay un método activo en la memoria del GC. Es el conjunto de valores de control que operan actualmente en el GC, incluyendo los eventos de la Tabla de análisis y los controles del inyector automático.

El método activo cambia al ajustar las condiciones para realizar el análisis. Para salvar los cambios y hacer un método permanente:

1. Modificar el método activo para ajustarse a las necesidades.
2. Nombrar el método y salvarlo en la memoria del GC. Se pueden almacenar cinco métodos con nombre y un método llamado SERVICE.

Esta sección describe cómo salvar el método activo, tanto como un método con nombre o como un método SERVICE.

También se describe la utilización de una tarjeta de PC para copiar los métodos nombrados desde el GC y transferirlos al GC.

El *contenido* del método —los detalles de todo lo que se puede controlar— se describe en las secciones siguientes.

Diseño de un método

Un método es un conjunto de valores de control que determina qué hace el GC. Los métodos se crean utilizando un Módulo de Control o la ChemStation y son ejecutados por el GC.

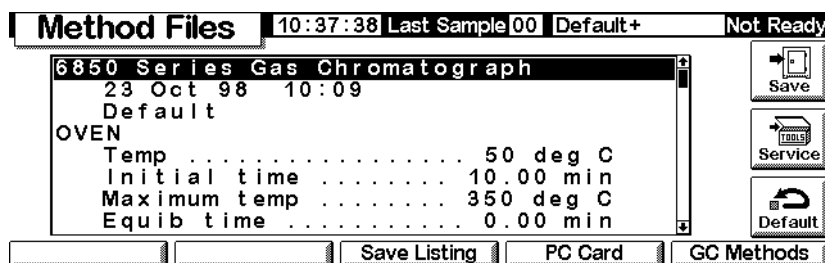
- El contenido de muchas pantallas depende del hardware presente. Mientras que el GC es capaz de identificar muchos de sus componentes, parte de la información (como el gas portador en uso) debe ser introducida por el usuario. Configurar (definir) siempre los elementos del instrumento, antes de intentar utilizarlos.
- Cuando se configura un método, primero se configura el gas portador, luego la columna y, finalmente, el inyector. Los detectores pueden configurarse en cualquier momento.
- La tecla *i* del módulo de control proporciona información acerca de la pantalla actual. Pulsarla de nuevo para acceder al índice del sistema de información.

Guardado del método activo como un método con nombre

Para nombrar y guardar el método activo:

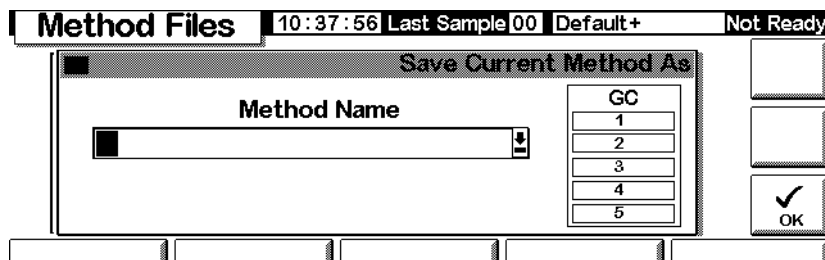
1. Mostrar esta pantalla.

Status / Method Files



2. Esta pantalla muestra el comienzo del método activo. Utilizar las teclas ↑ y ↓ para examinarlo y verificar que todos los valores son correctos.
3. Pulsar **Save** para mostrar esta pantalla.

Status / Method Files / Save



4. Las teclas del Módulo de Control tienen valores etiquetados y escondidos (consultar la [Tabla 5](#)). Los valores ocultos *sólo* se utilizan para introducir texto en un campo alfanumérico, como el campo `Method Name` de esta pantalla.
5. Mover el cursor al extremo izquierdo del campo del nombre. Utilizar el teclado para introducir un nombre para el método, `Method Name`.
 - a. Mover el cursor utilizando las teclas ← y →.
 - b. Pulsar una tecla etiquetada múltiples veces para alcanzar los valores escondidos. Si se va demasiado lejos, seguir pulsando ya que los valores dan la vuelta.
 - c. *No* añadir una extensión al nombre del método.

Tabla 4. Etiquetas de teclas y caracteres escondidos

Etiqueta	Caract. escondidos
1	A B C
2	D E F
3	G H I
4	J K L
5	M N O
6	P Q R
7	S T U
8	V W X
9	Y Z _
0	ninguno
.	, ; :
-	+ * /

6. OK al acabar de salvarlo en la memoria de larga duración. Consultar la [Tabla 5](#).

Tabla 5. Contenido del método

Elemento	Salvado?
Controles del horno	sí
Controles del inyector	sí
L. muestras inyector/válvula	no guardado
Inyector	sí
Columna	sí
Detector	sí
Señal	sí
Compensación de columna	sí
Aux 1	sí
Tabla de análisis	sí
Válvula de muestra	sí
Multi válvula	sí
Lista muestras secuencia	no guardado
Tabla de tiempos	no guardado

Guardado del método activo como el método SERVICE

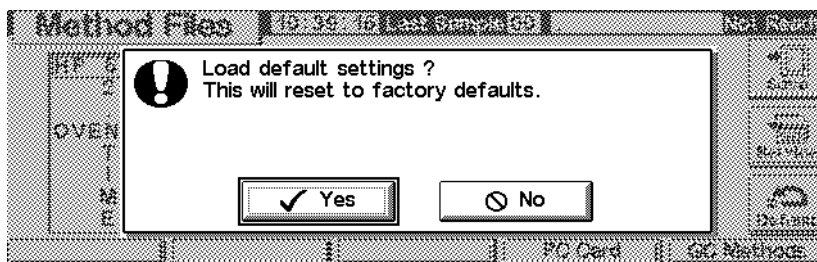
1. Mostrar el método utilizando Status / Method Files.
2. Pulsar Service para guardar el método activo como el método SERVICE. Esto reemplaza al método SERVICE existente con los contenidos del método activo.

Restauración del método predeterminado

El método de defecto, cargado en la fábrica, contiene parámetros que son puntos de partida razonables. Este método se puede editar para satisfacer mejor las necesidades.

Para restaurar los parámetros originales de fábrica, pulsar Default. Aparece:

Status / Method Files / Default



- Pulsar Yes para cargar el método por defecto. Este se convierte en el nuevo método activo. El método activo previo se pierde a menos que se salve.
- Pulsar No para cancelar la operación. El método activo permanece intacto.

Utilización de las tarjetas de PC

Los métodos se pueden almacenar en el GC o en una tarjeta de PC del Módulo de Control. Utilizando simples tarjetas se puede almacenar una amplia librería de métodos y también un listado para cada método. También se puede guardar una lista para cada método. Una lista es un archivo de texto de los valores del método tal y como aparecen en el módulo de control.

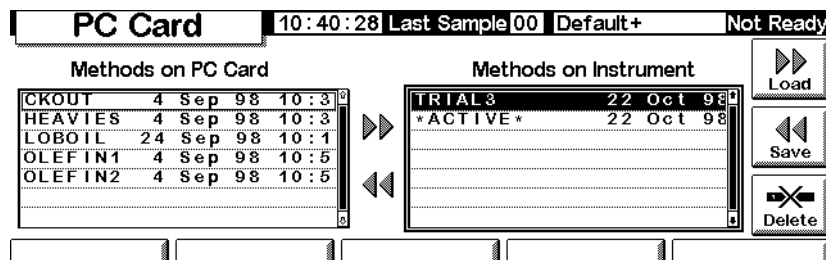
Para utilizar una tarjeta de PC, insértela en el módulo de control *antes* de conectarlo al GC. Si se desea utilizar otra tarjeta de PC, se deberá desconectar primero el Módulo de Control antes de cambiar las tarjetas.

Las tarjetas de PC se encuentran disponibles con varias capacidades de memoria en la mayoría de las tiendas de informática. No se proporciona una tarjeta de PC con el Módulo de Control.

Copiar un método desde el GC a la tarjeta del PC

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Method Files / PC Card



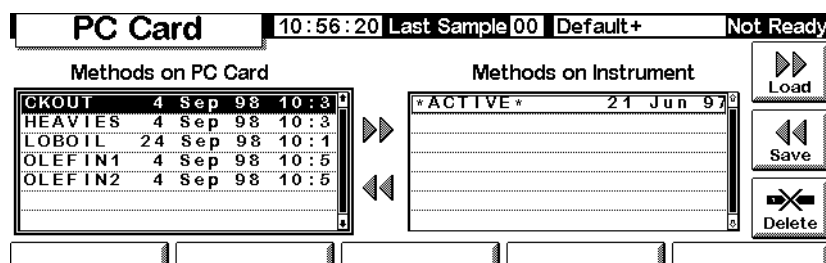
2. Seleccionar un método de la lista de la derecha.
3. Pulsar *Save* para copiarlo a la tarjeta del PC.

Copiar un método desde una tarjeta del PC al GC

Los métodos almacenados en una tarjeta de PC se pueden transferir al GC original o a uno diferente.

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Method Files / PC Card

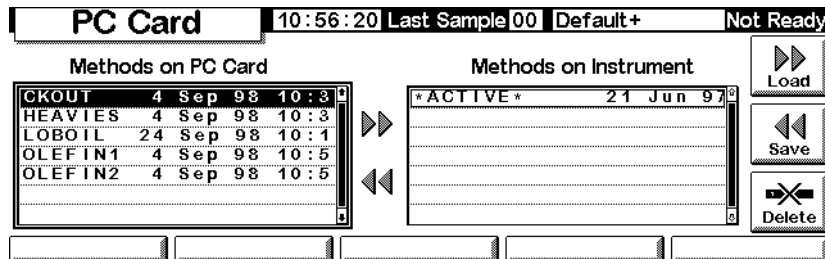


2. Seleccionar un método de la lista de la izquierda.
3. Pulsar *Load*. El método seleccionado se convierte en el *método activo* del GC.
4. Ejecutar *Save* en la pantalla *Status / Method Files* y suministrar un nombre al método para guardarlo en la memoria del GC de larga duración.

Borrar métodos de una tarjeta de PC

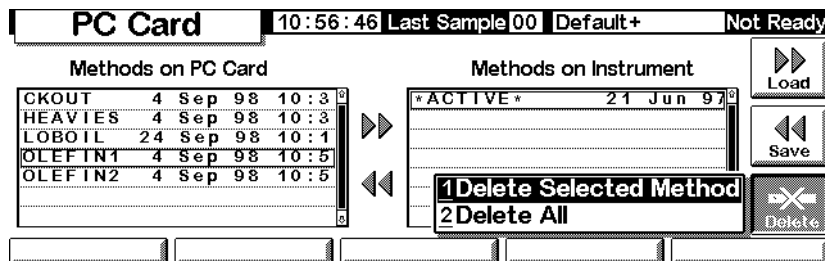
1. Mostrar esta pantalla.

Status / Method Files / PC Card



2. Seleccionar un método de la lista de la izquierda.
3. Pulsar Delete. Aparece un menú.

Status / Method Files / PC Card

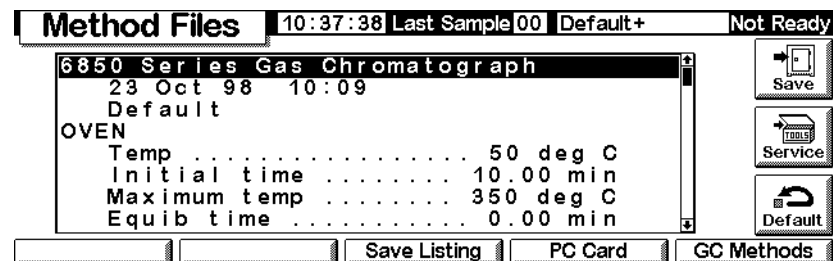


4. Seleccionar el modo de borrado y pulsar Enter.
5. Aparecerá una pantalla de confirmación. Seleccionar Yes o No y pulsar Enter.

Guardar la lista de un método en una tarjeta de PC

Si puede acceder a los datos de una tarjeta de PC (utilizando un ordenador portátil, por ejemplo), al guardar la lista de un método puede tener convenientemente registrados todos los valores y ajustes del método en un archivo de texto.

Status / Method Files



Pulsar Save Listing. En la pantalla Method Files se guarda un archivo de texto llamado *methodname.lst*. Obsérvese que el Módulo de Control sobrescribe automáticamente cualquier versión anterior de la lista.

Acceso a los métodos de la memoria del GC

Ver la lista de métodos almacenados en el GC

Mostrar esta pantalla.

Status / Method Files / GC Methods

Name	Date	Time	
TRIAL3	22 Oct 98	10:59:32	▶▶ Load
			✕ Delete

Cargar un método almacenado

Seleccionar el método deseado, pulsar entonces Load. El método seleccionado se convierte en el método activo.

Borrar ficheros de métodos del almacén a largo plazo del GC

1. Seleccionar un método y pulsar Delete. Aparece un menú.

Status / Method Files / GC Methods / Delete

Name	Date	Time	
TRIAL3	22 Oct 98	10:59:32	▶▶ Load
			1 Delete Selected Method 2 Delete All ✕ Delete

2. Seleccionar el modo de borrado y pulsar Enter.
3. Aparece una pantalla de confirmación. Seleccionar Yes o No y pulsar Enter.

Control de presión y flujo

Desconexión del hidrógeno

El hidrógeno puede utilizarse en algunos detectores como gas portador o como gas fuel.

Advertencia

Cuando se usa hidrógeno (H₂) como gas portador o gas fuel, hay que tener en cuenta que éste puede entrar en el horno y provocar riesgo de explosión. Asegurarse de que la fuente de hidrógeno esta en off hasta que se hayan hecho todas las conexiones y que los adaptadores de columna del detector y del inyector están o conectados a una columna o tapados en todo momento mientras se suministra el hidrógeno gas al instrumento.

El hidrógeno es inflamable. Las fugas, si ocurren en un espacio cerrado, pueden provocar fuego o explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno, comprobar las fugas en las conexiones, líneas y válvulas antes de operar. Cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar en el instrumento.

El GC monitoriza las velocidades de flujo y las presiones. Si una corriente se para debido a que no puede alcanzar su valor de flujo o presión y esa corriente está configurada para utilizar hidrógeno, el GC asume que existe una fuga y provoca una *parada de seguridad del hidrógeno*. Los efectos son:

- Se cierra la válvula de suministro de portador al inyector
- Se abre la válvula de split en el inyector split/splitless
- Se apaga el calentador del horno. Las portezuelas se abren por completo.
- El inyector, el detector y las zonas calentadas auxiliares están desactivadas.

Para recuperarse de este estado, arreglar la causa de la desconexión (válvula de la bala cerrada, una fuga, etc.). Apagar y volver a encender el instrumento.

Desconexión de la columna

Si la fuente de gas portador se corta, el calentador del horno se apaga para evitar dañar la columna si se calienta. Las portezuelas se abren a la mitad.

Para recuperarse de este estado, arreglar la causa de la desconexión (válvula de la bala cerrada, una fuga, etc.). Apague el horno y el inyector o canal auxiliar afectado y volver a encenderlo.

Control electrónico de la neumática

El GC controla electrónicamente todos los flujos y presiones de gases. Esto proporciona:

- Control del flujo y/o presión del inyector, incluyendo la programación del flujo o presión para el gas portador a través de la columna
- Control del flujo vía regulación de presión a través de restrictores fijos, para todos los gases del detector
- Control de la presión de los tres canales auxiliares mediante la regulación de la presión a través de restrictores fijos
- Una modalidad de ahorro de gas para reducir el consumo de gas portador entre análisis de muestras (inyector split/splitless)
- Entrada directa de las relaciones de "split" si la columna está configurada a inyector "split/splitless"

Introduzca los valores en las pantallas del inyector, detector o auxiliar.

Apertura y cierre de los flujos de gases

Todos los flujos de gas tienen una opción OFF de modo que se puedan activar o desactivar sin afectar a los valores de flujo o presión. Para desactivar un flujo, seleccionar el valor y pulsar la tecla \uparrow o \downarrow .

Las válvulas de los módulos de control de gases se han diseñado para distribución de gases más que para la operación ON/OFF. Cuando este tipo de válvula se lleva a estado Off, puede quedar un pequeño flujo, como de 0,2 ml/min, a través de él.

Interpretación de las ventanas de flujo y presión

El GC mide la presión atmosférica y la temperatura para eliminar condiciones locales que causan la variabilidad del tiempo de retención.

Todas las pantallas de flujo y presión se corrigen según un conjunto de condiciones definidas. Estas condiciones, que llamamos Temperatura y Presión Normales (NTP), son 25 °C y 1 atmósfera de presión. De modo similar, se ajustan los valores para las condiciones locales.

Así un flujo mostrado en el instrumento y el flujo medido con un flujómetro de burbuja pueden no coincidir, porque las lecturas del flujómetro de burbuja son condiciones locales más que condiciones NTP. Sin embargo, los tiempos de retención son independientes del entorno local.

Para convertir las medidas del flujómetro de burbuja a NTP (25°C y 1 atmósfera), debe conocerse la presión atmosférica local y la temperatura del flujómetro en el momento de la medida.

La conversión es:

$$Flujo_{NTP} = \frac{Vel_{flujo_{local}} \times 298 \times Presion_{local}}{Temperatura_{local}}$$

donde:

Flujo a NTP	es el flujo en ml/min corregido a temperatura (25°) y presión (1 atmósfera) normales
Vel. flujo_{local}	es el flujo en ml/min medido por el flujómetro
Temperatura_{local}	es la temperatura del flujómetro en el momento de la medida. Unidades en grados Kelvin (Kelvin = Celsius + 273).
Presión_{local}	es la presión atmosférica local en el momento de la medida. La cifra está en atmósferas (1 atm = 1,01325 bars = 760 Torr = 760 mm Hg (a 0 °C) = 101,325 kPa = 14,7 psi).

Algunos flujómetros electrónicos están calibrados para temperaturas distintas a 25 °C o presiones diferentes a 1 atm. Estos darán lugar a lecturas que no concuerdan con las mostradas a menos que se corrijan a NTP.

Configuración de la columna

Para definir (configurar) una columna capilar, introducir su longitud, diámetro y espesor de película. Con esta información, el GC podrá calcular el flujo a través de la columna.

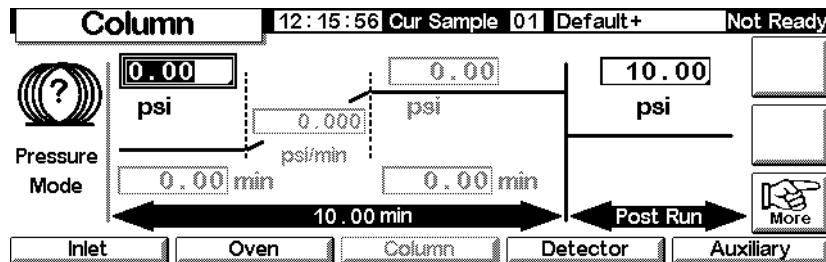
Esto tiene grandes ventajas cuando se utilizan columnas capilares con un inyector split/splitless, ya que es posible:

- Introducir las relaciones de split directamente y dejar al instrumento calcular y fijar las velocidades de flujo apropiadas.
- Introducir la velocidad flujo o la presión en cabeza. El instrumento calcula la presión necesaria para conseguir la velocidad de flujo, la fija e informa de ambos valores.
- Realizar inyecciones splitless sin necesidad de medir flujos de gases
- Elegir cualquiera de los cuatro modos de columna (consultar [Modos de columna](#) en la página 36). Si la columna no está definida, las elecciones son limitadas.

Configuración de la columna

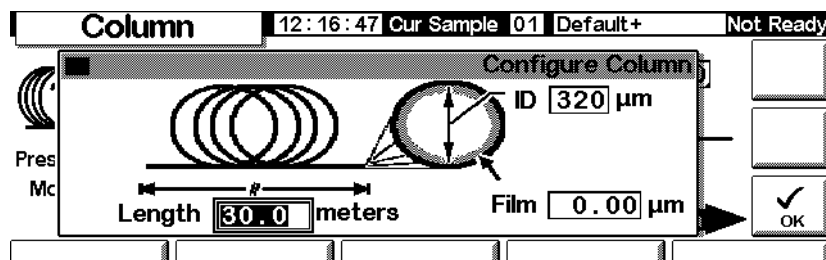
1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Column



2. Advertir que la interrogación a la izquierda indica que la columna no está definida. Para definirla, pulsar More, seleccionar Configure Column y pulsar Enter para mostrar la siguiente pantalla.

Status / Settings / Column / More / Configure Column / Enter



3. Introducir valores para Longitud , DI y espesor de película (film).
4. Pulsar OK.

Si no se conocen las dimensiones de la columna—normalmente se suministran con la columna—o no se desea utilizar las opciones calculadas por el GC, hay que introducir 0 para la longitud o para DI (diámetro interno). La columna *no estará definida*, y sólo se podrán utilizar los valores de presión con un inyector "split/splitless" o el flujo total con un inyector para empaquetadas con purga.

Modos de columna

Modos de flujo

Las velocidades de flujo se corrigen a condiciones NTP (temperatura y presión normales, 25 °C y 1 atmósfera).

- *Constant flow*— Mantiene una velocidad del flujo másico constante de gas portador en la columna, durante todo el análisis. Si la resistencia de la columna cambia por un programa de temperatura, la presión en cabeza de columna se ajusta para mantener constante el flujo. Esto puede reducir significativamente el tiempo que se invierte en los análisis.
- *Ramped flow*— Aumenta la velocidad del flujo másico en la columna durante el análisis, de acuerdo con el programa introducido.

Modos de presión

Las presiones en realidad son la diferencia entre la presión absoluta y la presión atmosférica local. Puesto que la mayoría de los detectores ofrecen poca resistencia al flujo en la columna, la presión medida en la cabeza de columna es normalmente la misma que la diferencia de presión entre la entrada y la salida de la columna. El detector selectivo de masas y el de emisión atómica son dos excepciones.

- *Constant pressure*— Mantiene una presión medida constante en la cabeza de columna, durante todo el análisis. Si la resistencia de la columna cambia, el indicador de presión no cambia, pero la velocidad del flujo másico sí lo hace.
- *Ramped pressure*—Aumenta la presión en cabeza de columna durante el análisis, de acuerdo con el programa introducido

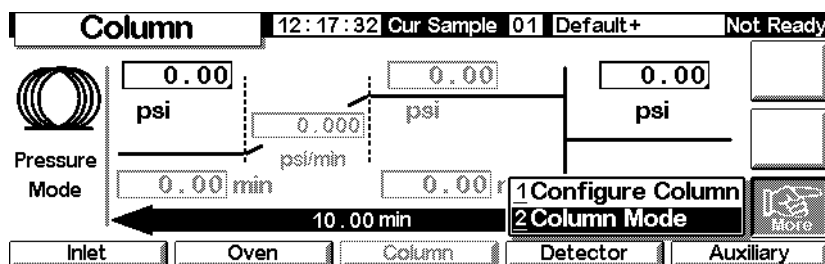
Modos de columna frente a modos de inyector

El modo de columna seleccionado cambia los modos de inyección disponibles. Por ejemplo, si se utiliza un modo de presión de columna, la mayoría de los tipos de inyector sólo tendrán disponibles los modos de presión.

Selección de un modo de columna

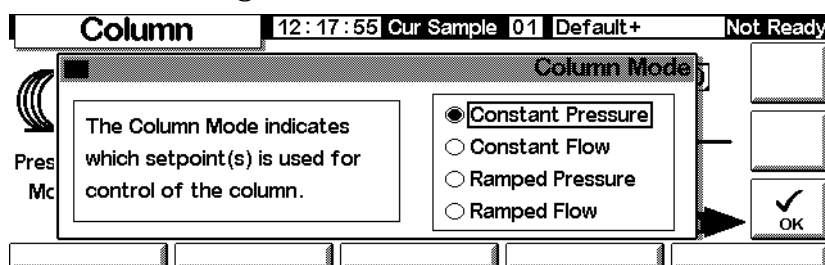
Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Column / More



1. Seleccionar Column Mode y pulsar Enter para ver la siguiente pantalla.

Status / Settings / Column / More / Column Mode / Enter



2. Seleccionar el modo de columna que se desea. Pulsar OK.

Esto completa la selección del modo de columna.

Advertencia

Fijar los parámetros de columna con el horno a su temperatura inicial.

Algunos valores de la neumática cambiarán con la temperatura del horno, debido a cambios en la resistencia de la columna y viscosidad del gas. Puede ser confuso (o alarmante) si se ven cambiar los parámetros de la neumática cuando cambia la temperatura del horno. Sin embargo, la condición del flujo en la columna permanece como se especifica el modo de columna (flujo o presión constante, flujo o presión en rampa) y los valores iniciales de los parámetros.

Presión o flujo inicial de la columna

Flujos y presiones iniciales recomendados

Consultar en la [Tabla 6](#) y en la [Tabla 7](#) los flujos y presiones recomendados para los distintos tamaños de columna. Estos están cercanos al óptimo, para una amplia variedad de componentes.

Tabla 6. Tamaño de columna y velocidad de flujo del gas portador

Tipo de columna	Tamaño de columna	Velocidad de flujo de gas portador, mL/min		
		Hidrógeno	Helio	Nitrógeno
Capilar	50 μm id	0,5	0,4	
	100 μm id	1,0	0,8	
	200 μm id	2,0	1,6	
	250 μm id	2,5	2,0	
	320 μm id	3,2	2,6	
	530 μm id	5,3	4,2	
Empaquetada de metal	1/8 de pulgada de di		30	30
	1/4 de pulgada de di		60	30-60
Empaqueta de vidrio	2 mm id		30	30
	4 mm id		30-60	30-60

Estas velocidades de flujo, en mL/min a NTP (25°C y 1 atm) se recomiendan para todas las temperaturas de columna.

Para columnas capilares, los flujos son proporcionales al diámetro de la columna y son un 20% menores para helio que para hidrógeno.

Tabla 7. Presiones de gas recomendadas para columnas capilares

Long, m	Presión de gas recomendada, psi (kPa)				
	Diámetro interno				
	0,10 μm	0,20 μm	0,25 μm	0,32 μm	0,53 μm
10	25 (170)	6 (40)	3,7 (26)	2,3 (16)	0,9 (6,4)
15	39 (270)	9 (61)	5,6 (39)	3,4 (24)	1,4 (9,7)
25	68 (470)	15 (104)	9,5 (65)	5,7 (40)	2,3 (16)
30	83 (570)	18 (126)	12 (80)	7 (48)	2,8 (19)
50		32 (220)	20 (135)	12 (81)	4,7 (32)
60		39 (267)	24 (164)	14 (98)	5,6 (39)

Inyector "split/splitless"

Si la columna está *definida* (consultar [Configuración de la columna](#) en la página 34), se puede introducir el flujo o presión, según el modo de columna que se haya seleccionado.

Si la columna *no está definida*, sólo se puede introducir la presión.

Inyector de empaquetada con purga

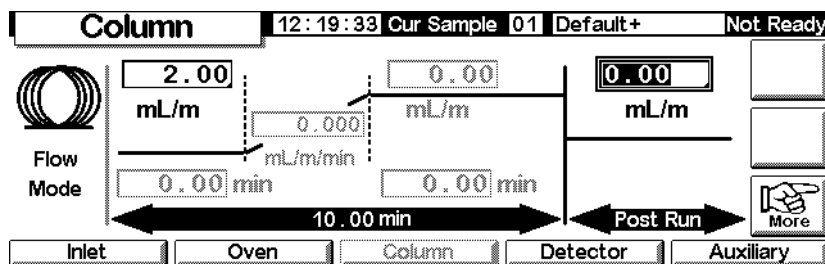
Si se utiliza una columna capilar *definida* (consultar [Configuración de la columna](#) en la página 34), sólo se puede introducir la presión en cabeza de columna.

Si la columna *no está definida*, sólo se puede introducir la velocidad total del flujo.

Fijar la presión o flujo inicial

Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Column



1. Desplazarse hasta el campo psi (modo presión) o mL/min (modo flujo).
2. Escribir el valor inicial deseado seguido por Enter.

Programación de flujos o presiones

Si se seleccionó modo de columna con presión o flujo en rampa, la pantalla de la columna contiene entradas para configurar un programa de una sola rampa.

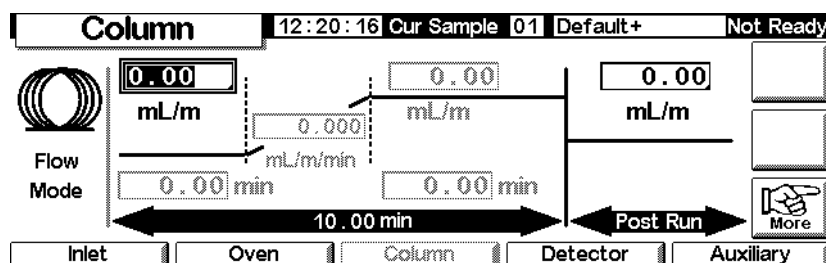
Se comienza con un valor inicial, o de presión o de flujo, y un tiempo inicial. Al final de ese tiempo, comienza la rampa de presión o flujo y continúa hasta que alcanza el valor final. Permanece en ese valor durante el periodo de tiempo especificado.

El programa del horno determina la longitud del análisis. Si un programa de flujo o presión termina antes del análisis, el flujo (o presión) permanece en el último valor final. Si el horno incluye un periodo post-análisis, se puede introducir un flujo o una presión post-análisis para la columna.

Crear un programa de flujo o presión

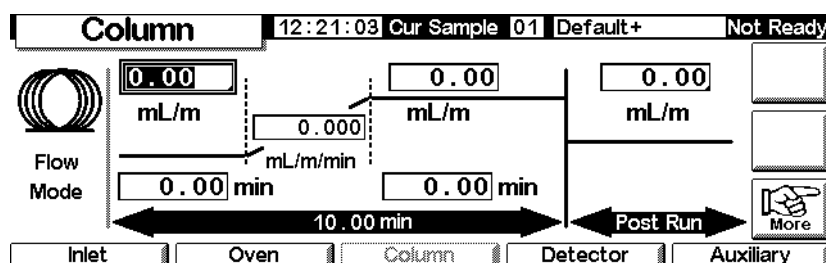
Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Column



1. La columna está en modo de flujo constante, por lo que los parámetros de la rampa aparecen en gris. Pulsar **More** y utilizar la pantalla **Column Mode** (consultar [Modos de columna](#) en la página 36) para cambiar a **Ramped Flow**.

Status / Settings / Column



2. Introducir el valor inicial en el campo mL/min.

3. Utilizar las teclas ← y → e introducir los valores en los campos restantes para finalizar la rampa. Si se desea, introducir un valor post-análisis.
4. Utilizar un procedimiento similar para configurar un programa de presión.

Canales auxiliares

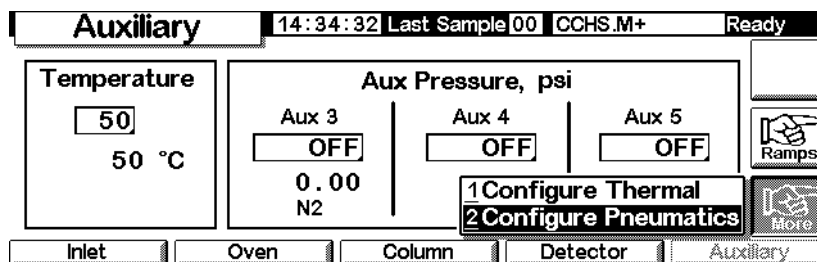
Existe la opción de utilizar tres canales adicionales auxiliares para el control de la presión. Se controlan a través de las entradas Aux 3, Aux 4 y Aux 5 de la pantalla de configuración Auxiliary (Aux 1 y 2 son controladores de calentadores).

Si se especifica un canal auxiliar como `Inlet` durante la configuración de la columna (consultar [Configuración de la columna](#) en la página 34), el canal permite programar el tiempo de análisis y la presión de tres rampas. El caso más común es cuando se utiliza una válvula de muestreo de gases.

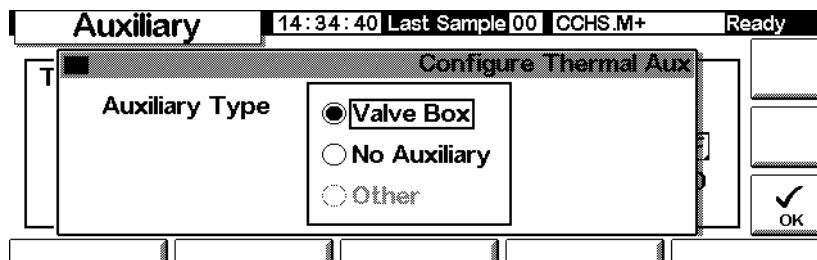
Configuración del tipo de zonas térmicas auxiliares

Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Auxiliary / More



1. Seleccionar `Configure Thermal`.
2. Seleccionar el tipo de dispositivo instalado.



- Seleccionar `Other` para un MSD.
 - Seleccionar `No Auxiliary` para desactivar la zona.
3. Pulsar `OK`.

Configuración de la neumática

Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Auxiliary / More

Auxiliary 14:34:32 Last Sample 00 CCHS.M+ Ready

Temperature: 50 50 °C

Aux Pressure, psi:

Aux 3	Aux 4	Aux 5
OFF	OFF	OFF
0.00		
N2		

1 Configure Thermal
2 Configure Pneumatics

Inlet Oven Column Detector Auxiliary

1. Seleccionar Configure Pneumatics.
2. Seleccionar el gas que se va a utilizar y el tiempo de equilibrado (el tiempo que se permite para que la presión se establezca antes de que se produzca un error) de los canales correspondientes. El gas que se seleccione debería ser el que se haya conectado físicamente al GC.

No se debe utilizar o seleccionar aire, *air*, como gas del canal de entrada de la columna.

Auxiliary 14:34:54 Last Sample 00 CCHS.M+ Ready

Configure Pneumatic Aux

Aux 3 N2 Aux 4 N2 Aux 5 ArMe

Equilibration Time, minutes:

Aux 3 0.10 Aux 4 0.10 Aux 5 1.23

OK

3. Pulsar OK.

Advertencia

Cuando se utiliza hidrógeno, se pueden generar flujos peligrosamente elevados si es insuficiente la resistencia al flujo después del tubo de suministro.

Configuración de la temperatura y presión auxiliares

Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Auxiliary

Auxiliary 14:34:14 Last Sample 00 CCHS.M+ Ready

Temperature: 50 50 °C

Aux Pressure, psi:

Aux 3	Aux 4	Aux 5
OFF	OFF	OFF
0.00	0.02	0.00
N2	N2	ArMe

Inlet Oven Column Detector Auxiliary

1. Establecer la temperatura y presiones de los canales correspondientes.

2. Pulsar Esc.

Configuración de las rampas de temperatura auxiliares

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Auxiliary / Ramps

The screenshot shows the 'Auxiliary' screen with the following data:

- Header: Auxiliary | 14:34:21 | Last Sample 00 | CCHS.M+ | Ready
- Temperature: 50 | 50 °C
- Aux Pressure, psi:
 - Aux 3: OFF | 0.00 N2
 - Aux 4: OFF | 0.02 N2
- Buttons: Inlet, Oven, Column, Detector, Auxiliary
- Pop-up menu: 1 Aux #3 Ramp, 2 Aux #4 Ramp, 3 Aux #5 Ramp, ArMe, More

2. Seleccionar la rampa que se desee configurar. Aparece la tabla de la rampa de presión del canal auxiliar seleccionado. A continuación se muestra la tabla de Aux #3 Ramp. Las demás son idénticas. Aunque en esta pantalla se muestran los valores de la presión en unidades psi, en la pantalla Inlet Setup se deben especificar las unidades.

Nivel de presión

The screenshot shows the 'Aux 3 Pressure Ramps' table with the following data:

Ramp	psi/min	Next psi	Hold
Initial		0.00	0.00
Ramp 1	0.00	0.00	0.00
Ramp 2	0.00	0.00	0.00
Ramp 3	0.00	0.00	0.00

Annotations:

- Velocidad: points to the 'psi/min' column.
- Nivel de presión: points to the 'Next psi' column.
- Tiempo de mantenimiento: points to the 'Hold' column.

3. Configurar hasta tres rampas, introduciendo los valores del nivel de presión, el tiempo de mantenimiento de la presión y la velocidad a la que se pasará al nivel de presión siguiente.
 - Para desactivar una rampa y todas las rampas sucesivas, introducir una velocidad de 0,0.
4. Pulsar OK.

Resolución de problemas del flujo y la presión

Un gas no alcanza el valor de presión o flujo

Si la condición persiste durante más tiempo del especificado para esa corriente, el inyector o el detector se apagarán. El tiempo depende del dispositivo involucrado. Las posibles causas/correcciones incluyen:

- La presión del suministro de gas es demasiado baja para alcanzar el valor. La presión del suministro debería ser de al menos 10 psi mayor que el parámetro deseado.
- Hay una gran fuga en el sistema. Usar un detector electrónico para localizarlas; corregirlas. No olvidar comprobar la columna (una columna rota es una fuga enorme).
- Si se está utilizando ahorro de gas, asegurarse de que el flujo de ahorro es suficiente para mantener la mayor presión en cabeza durante un análisis
- El flujo es demasiado bajo para la columna utilizada
- La columna está taponada o mal instalada
- El sensor de presión del inyector o detector no está funcionando correctamente. Póngase en contacto con su representante de Agilent.

Si se utiliza un inyector "split/splitless"

- La relación de split es muy baja. Aumentar el flujo de split.
- La válvula de control proporcional del inyector está atascada por contaminación u otro fallo. Póngase en contacto con su representante de Agilent.

Si se utiliza un inyector para empaquetadas con purga

- La válvula de control proporcional del inyector está atascada por contaminación u otro fallo. Póngase en contacto con su representante de Agilent.

Un gas excede el valor de presión o flujo

Las posibles causas/correcciones incluyen:

- El sensor de presión para ese dispositivo no está operando apropiadamente. Póngase en contacto con su representante de Agilent.

Si se utiliza un inyector "split/splitless"

- La relación de split es demasiado alta. Disminuir la relación de split.
- La válvula de control proporcional está atascada. Ponerse en contacto con Agilent.
- La trampa de la línea de salida de split está contaminada. Ponerse en contacto con Agilent.

Si se utiliza un inyector para empaquetadas con purga

- La válvula de control proporcional del inyector no se puede cerrar. Póngase en contacto con su representante de Agilent.

La presión o el flujo del inyector fluctúa

Cualquier fluctuación de la presión del inyector producirá variaciones en la velocidad del flujo y en los tiempos de retención durante el análisis. Las posibles causas/correcciones incluyen:

- Hay una pequeña fuga en el sistema. Usar un detector electrónico para localizarlas; corregirlas. Se debería revisar si hay fugas en las tuberías de suministro de gas.
- Hay grandes restricciones en el inyector split/splitless, como un bloqueo en un liner o la trampa de la salida de split. Asegurarse de que se está utilizando el liner correcto. Cambiar los liners con grandes caídas de presión debidas al diseño o empaquetamiento. Si el liner no parece ser la causa del problema, la trampa de la salida de split puede estar bloqueada. Póngase en contacto con su representante de Agilent.
- Cambios extremos en la temperatura ambiente durante los análisis. Corregir el problema de temperatura del laboratorio o mover el instrumento a una posición más adecuada.
- Se han añadido grandes volúmenes al sistema (esto puede ocurrir si está utilizando una válvula de muestreo). Disminuir el volumen de muestra.

El flujo medido no es igual al visualizado

Si se ha comprobado el flujo de un inyector con un flujómetro de burbuja, corregido la medida a las condiciones NTP y descubierto que no coincide con el flujo calculado. Las posibles causas/correcciones incluyen:

- La longitud de la columna, el diámetro interno o el tipo de gas están configurados incorrectamente. Introducir la información correcta. Si se ha cortado una cantidad considerable de una columna capilar, su longitud actual ya no coincide con la original. Corregir el valor de la longitud.
- No se ha introducido un nuevo valor de presión después de haber seleccionado modo de flujo constante. Introducir una nueva presión cada vez que el flujo constante se active o desactive.
- Se está utilizando una columna corta WCOT (<15 m), d.i. 0,58 a 0,75 µm. El flujo total está programado para una velocidad del flujo elevada, lo que crea alguna presión en el inyector y provoca flujo en columna incluso aunque el valor de presión sea cero. Con columnas cortas, de 530 a 750 µm, mantener la velocidad total del flujo tan baja como sea posible (por ejemplo, de 20 a 30 ml/min). Instalar una columna más larga con mayor resistencia (por ejemplo, 15 a 30 m).
- La línea de salida de split puede estar parcialmente taponada, creando una presión en el inyector mayor que el valor programado. Consultar [Test de la válvula de "split" \(solamente para inyectores "split/splitless" y PTV\)](#) en la página 172.
- Se está utilizando un detector selectivo de masas y no se ha seleccionado compensación de vacío

Automatización

Esta sección describe la forma de controlar las funciones automatizadas del GC utilizando el módulo de control. Los temas que se van a tratar son:

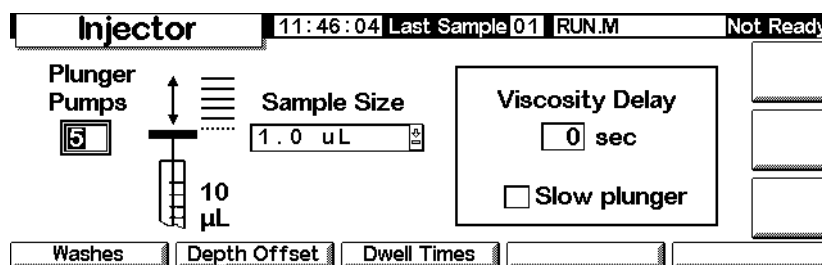
- Control del inyector
- La secuencia
- La tabla de análisis
- La tabla de tiempos

Control del inyector

Establecer los parámetros del inyector

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Automation / Injector



2. Introducir:

Plunger Pumps— El número de veces que se bombea el émbolo con la aguja en la muestra para expulsar las burbujas antes de aspirar la cantidad de muestra medida.

Sample Size— La cantidad a inyectar. La elección depende del tamaño de la jeringa especificado durante la configuración.

Viscosity Delay— Los segundos que el émbolo se para cuando llega al número máximo de emboladas de bombeo e inyección. Este tiempo permite a las muestras viscosas fluir hacia el vacío creado por el émbolo.

Slow plunger— Reduce la velocidad del émbolo durante la inyección de normal (100 µl/s con jeringa de 10 µl) hasta aproximadamente 5 µl/s.

Parámetros de lavado

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Automation / Injector / Washes

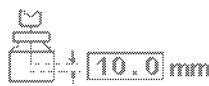
Washes		12:05:33	Last Sample 01	Default+	Not Ready
	Sample	Solvent A	Solvent B		
Pre Washes	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>		<input type="text"/>
		<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>	Post Washes	<input type="text"/>
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

2. La jeringa se puede lavar con la muestra antes de succionar la cantidad a inyectar. También se puede lavar con disolvente tanto antes (pre-lavado) como después (post-lavado) de una inyección. El orden de eventos es:
 - Lavar la jeringa con el disolvente A, n°: Solvent-A-Pre-Washes
 - Lavar la jeringa con el disolvente B, n°: Solvent-B-Pre-Washes
 - Enjuagar la jeringa con la muestra, n°: Sample-Pre-Washes
 - Tomar la muestra y realizar la inyección
 - Lavar la jeringa con el disolvente A, n°: Solvent-A-Post-Washes
 - Lavar la jeringa con el disolvente B, n°: Solvent-B-Post-Washes
3. Introducir las opciones y pulsar **Esc** para volver a la pantalla anterior.

Profundidad de la aguja (Needle depth)

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Automation / Injector / Depth Offset

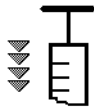








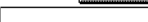
Depth Offset		12:05:40	Last Sample 01	Default+	Not Ready
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> This parameter allows an offset in the the depth of the syringe needle in the sample vial. It can prevent particles being drawn up into the syringe. </div>	<input type="checkbox"/> Enable Offset				<input type="text"/>
		<input type="text" value="10.0"/>	mm		
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

2. El valor por defecto, 0 mm, incluye un pequeño factor de seguridad para evitar golpear el fondo del vial. Este parámetro también se puede usar con espacio de cabeza en vez de la muestra sólida o líquida. Consultar el manual del Muestreador.
3. Introducir las opciones y pulsar **Esc** para volver a la pantalla anterior.

Tiempos de espera (Dwell times)

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Automation / Injector / Dwell Times

Dwell Times	12:05:48	Last Sample 01	Default+	Not Ready
	Pre Dwell		Post Dwell	
	0.00		0.00	
	min		min	
				










2. Introducir las elecciones deseadas. Para la mayoría de los usos, ambos tiempos serán cero. Esto produce una inyección rápida con un mínimo de evaporación desde una aguja caliente.
3. Pulsar **Esc** para volver a la pantalla anterior.

Parámetros del disolvente

Dependiendo del firmware del GC que se tenga, del tipo de inyector y firmware y del tamaño de la torreta del GC, pueden configurarse varios parámetros del disolvente. Para acceder a la configuración de estos parámetros:

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Setup / Automation / Injector

Injector	16:02:41	Last Sample 00	FPD_S_1.M+	Ready
 Syringe μL	 Solvent Bottle	Solvent Volume		
<input type="radio"/> 5 <input checked="" type="radio"/> 10 <input type="radio"/> other <input type="text" value="10.0"/>	<input checked="" type="checkbox"/> Use A and B only <input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/> Enable Solvent Saving Mode Wash volume <input type="text" value="2.0"/> μ L		
				
Configuración de la jeringa	Parámetros de uso de la botella de disolvente	Configuración del volumen del disolvente		

Esta pantalla es un ejemplo de lo que debería aparecer. La pantalla que aparece tendrá unos parámetros diferentes, según la configuración del GC de los artículos necesarios mencionados anteriormente.

2. Configurar los parámetros según sea necesario.
3. Pulsar **Esc**.

Capacidad de la jeringa

Introducir el tamaño de la jeringa en milímetros.

Utilización de la botella de disolvente

Las versiones más nuevas del GC (versiones de firmware A.05.00 y superiores) tienen una mayor capacidad para el disolvente, lo que resulta útil a la hora de analizar un número elevado de muestras. Si el método especifica la utilización de disolvente A o B, la capacidad de disolvente se puede aumentar según se indica a continuación:

Inyector	Tipo de torreta	Ajuste de disolvente ampliado
G2613A	3 posiciones de viales	Utilizar A, B y B2
G2913A	1	A, A2, A3 y B, B2 y B3
Muestreador automático de líquidos 6850	Todos	Utilizar A, A+ y B, B+

No hay que olvidar que los disolventes que se utilicen (A y/o B) se establecen dentro del método. Consultar Parámetros de lavado en la página 48. Consultar el CD-ROM que contiene la información de usuario del GC para obtener más información sobre las posiciones de botellas de disolvente en el inyector automático o en el sistema de muestreo automático.

Uso de la botella de residuos

Si el control de la botella de residuos no aparece en la pantalla, pulsar *More* para seleccionar esa opción. Las posiciones contienen las botellas que se deben utilizar para los residuos (*A*, *B*, o *Alternate between A and B*).

Volumen de disolvente (Solvent Volume)

El volumen de disolvente permite ahorrar disolvente ajustando la cantidad que se utiliza para lavar la jeringa.

Activar o desactivar el modo de ahorrador y especificar la cantidad de disolvente que se introducirá en la jeringa en cada lavado. El valor predeterminado, si está desactivado, es el 80% del volumen de la jeringa.

Ventilador del inyector

Si el control del ventilador no aparece en la pantalla, pulsar **More** para seleccionar esa opción. Normalmente, mantener encendido el ventilador para ayudar a enfriar el inyector y mantener las muestras estables. Obsérvese que el ventilador se apagará brevemente una vez al día. Sirve para aumentar la vida útil del ventilador.

Parámetros de secuencia

La secuencia, *Sequence*, es una lista de muestras que se van a analizar utilizando el método activo. Las muestras pueden ser o bien las posiciones de los viales en una torre de inyección o las posiciones de una válvula de selección de corrientes. La lista de secuencia no se salva con el método.

Configurar la secuencia de muestras a analizar

Mostrar esta pantalla.

Status / Automation

The screenshot shows the 'Automation' control interface. At the top, it displays the time '11:57:22', 'Last Sample 00', 'Default+', and 'Not Ready'. The main area contains several controls:

- First Vial:** A numeric input field with the value '1' and a right-pointing arrow.
- Last Vial:** A numeric input field with the value '1' and a '0' to its right.
- # Inj per Vial:** A numeric input field with the value '1' and a '0' to its right.
- Sequence Type:** A panel with three radio buttons: 'Injector' (selected), 'Valve', and 'none'.
- Repeat Sequence:** A panel with two radio buttons: 'repeat' and 'no repeat' (selected).
- Repeat Valve Range:** A numeric input field with the value '1' and a '0' to its right.
- Buttons:** 'START' (with a right arrow), 'Stop Seq' (with a stop sign), and 'PAUSE'.
- Bottom Panel:** A row of buttons: 'Injector', 'Valves', 'Clock Table', and 'Run Table'.

Introducir los parámetros del inyector

1. Seleccionar **Injector** como tipo de secuencia (Sequence Type). Esta pantalla se muestra arriba.
2. Introducir estos parámetros:
 - *First and Last Vial*— La posición mayor y menor de la torreta de la que se va a hacer el muestreo. Consultar el manual del muestreador para el esquema de numeración.
 - *# Inj per Vial*—El número de veces que se analiza cada muestra, antes de pasar a la próxima. El valor por defecto es 1.
 - *Repeat Sequence*— Seleccionar **repeat** para que la secuencia empiece de nuevo. Seleccionar **no repeat** para que la secuencia se pare después de que todas las muestra se hayan analizado.

Introducir los parámetros de la válvula

1. En Sequence Type, seleccionar Valve.

Status / Automation

Automation		11:58:44	Last Sample 00	Default+	Not Ready
First Position	Last Position	# Inj per Position	Sequence Type	Repeat Sequence	START
<input type="text" value="1"/>	<input type="text" value="1"/> 0	<input type="text" value="1"/> 0	<input type="radio"/> Injector <input checked="" type="radio"/> Valve <input type="radio"/> none	<input type="radio"/> repeat <input checked="" type="radio"/> no repeat	Stop Seq
Repeat Valve Range					PAUSE
<input type="text" value="1"/> 0					
Injector	Valves		Clock Table	Run Table	

2. Introducir estos parámetros:

- *First and Last Position*— La posición mayor y menor de la válvula de la que se va a hacer el muestreo
- *# Inj per Position*— El número de análisis que se harán en cada posición de la válvula, antes de pasar a la próxima. El valor por defecto es 1.
- *Repeat Valve Range*— El número de veces que la válvula hará un ciclo a través de su rango de posiciones, realizando análisis en cada posición (posiblemente análisis múltiples)
- *Repeat Sequence*— Seleccionar *repeat* para que la secuencia empiece de nuevo. Seleccionar *no repeat* para que la secuencia se pare después de que todas las corrientes se hayan analizado.

Operar sin una secuencia

En Sequence Type, seleccionar None.

Control de una secuencia

Empezar la secuencia

Pulsar Start en la pantalla Status o en la pantalla Status/Automation.

Interrumpir la secuencia

Pulsar **Pause** en la pantalla **Status/Automation** para interrumpir (parar) la secuencia. Si se está realizando un análisis, el GC completará el análisis y luego, interrumpirá la secuencia.

La palabra **PAUSE** aparecerá en la pantalla y parpadeará mientras la secuencia se mantenga interrumpida.

Status / Automation / Pause

The screenshot shows the 'Automation' control panel. At the top, it displays 'Automation', '12:00:18', 'Cur Sample 00', 'Default+', and 'Not Ready'. Below this, there are several input fields and controls:

- First Vial:** A box containing the number '1'.
- Last Vial:** A box containing '1' followed by a right-pointing arrow and a box containing '0'.
- # Inj per Vial:** A box containing '1' followed by a right-pointing arrow and a box containing '0'.
- Repeat Valve Range:** A box containing '1' followed by a right-pointing arrow and a box containing '0'.
- Sequence Type:** A vertical list of radio buttons: 'Injector' (selected), 'Valve', and 'none'.
- Repeat Sequence:** A vertical list of radio buttons: 'repeat' and 'no repeat' (selected).
- Buttons:** On the right side, there are three buttons: 'START' (with a right arrow), 'Stop Seq' (with a stop sign), and 'PAUSE' (with the word 'PAUSE').
- Bottom Row:** A row of buttons: 'Injector', 'Valves', 'Clock Table', and 'Run Table'.

Continuar una secuencia interrumpida

Pulsar **Pause** de nuevo. La secuencia continuará con el análisis de muestra siguiente al último antes de que la secuencia se detuviera.

Cancelar una secuencia interrumpida

Pulsar **Stop Seq.**

Detener la secuencia

El botón **Stop** de la pantalla **Status** detiene el análisis y la secuencia. El botón **Stop Seq** de la pantalla **Automation** detiene solamente la secuencia. El análisis actual continúa. Una secuencia parada no se puede continuar.

Tabla de Análisis (Run Table)

Una *Tabla de análisis* es una lista de eventos que se van a realizar en momentos específicos de cada análisis. Los eventos típicos son el cambio de la atenuación de la señal, volver al valor cero tras una perturbación de la señal y cambiar una válvula. La Tabla de Análisis se salva como parte del método.

Todos los tiempos de la tabla son tiempos de *análisis*, es decir, el tiempo transcurrido en minutos desde el inicio del análisis.

Para mostrar el contenido actual de Run Table, mostrar esta pantalla.

Status / Automation / Run table

Time	Event	Value
End Of Table		

- *Para eliminar un evento:* seleccionar el evento y pulsar Delete.
- *Para añadir un evento:*
 - a. pulsar Add para mostrar una lista de eventos disponibles. Esta lista es una función del hardware instalado en este GC. Consultar la lista de todos los eventos disponibles en la [Tabla 8](#).

Status / Automation / Run Table / Add

- b. Seleccionar el evento deseado.
 - c. Introducir el tiempo de ejecución (minutos después de Start) y un valor si es apropiado. Pulsar Aceptar. El nuevo evento se insertará en la Tabla de Análisis en el orden de tiempos correcto.
- *Para modificar un evento:* seleccionar el evento y pulsar Delete para borrarlo, después pulsar Add para añadir el modificado.

Tabla 8. Eventos de la tabla de análisis

Evento	Valores del evento	Señal
Valve 1	ON / OFF	
Valve 2	ON / OFF	
MultiPort Valve	Position (Posición)	
Signal Zero	-500.000 a 500.000 o ninguna	Analógica, digital
Signal Attenuation	0 a 10	Analógica
Signal Range	0 a 13	Analógica
Detector Negative Polarity	ON / OFF	Analógica, digital
Auxiliary Temperature	ambiente +25°C a 200°C	
Auxiliary #3 Pressure	0 a 689 kPa, 100 psig, o 6,89 bar	
Auxiliary #4 Pressure	0 a 689 kPa, 100 psig, o 6,89 bar	
Auxiliary #5 Pressure	0 a 689 kPa, 100 psig, o 6,89 bar	
Store Signal Value	ninguno	Analógica, digital
Signal Zero - Value	ninguno	Analógica, digital

Eventos de la válvula

Estos eventos proporcionan control directo de las acciones de la válvula. Introducir los tiempos a los que se desea cambiar las válvulas a ON y a OFF en la tabla.

Evento Signal Zero

- Introducir un valor que se va a sustraer de todos los valores futuros de señal.
- O
- Dejar el valor en blanco. El GC almacena el valor de la señal al tiempo del evento y resta ese valor a todos los valores futuros de señal.

Evento Signal Range y Signal Attenuation

- El evento Signal Range escala la señal disponible mediante salidas desalidas 0-10 V y 0-1 mV.
- El evento Signal Attenuation escala sólo la salida 0-1 mV.

Ambos eventos son escalas binarias—un cambio de uno en el valor del evento escala la señal por un factor de 2

Evento Store Signal Value y Signal zero - value

Estos dos eventos se utilizan juntos para restaurar el nivel de línea de base después de que una perturbación, como una operación de válvula, lo haya modificado.

- *Store Signal Value*— Este evento almacena el valor de la señal al tiempo del evento. Debería ocurrir en la línea de base.
- *Signal Zero - Value*— Modifica la línea de base perturbada sustrayendo de todos los valores futuros de señal el valor almacenado por el evento Store Signal Value. Cuando estos dos eventos rodean una acción de modificación de la línea base, el efecto es llevar a la nueva línea de base al nivel previo. El evento Store debe ocurrir antes de la modificación, y el evento Zero - Value después de que la línea de base se haya estabilizado al nivel modificado. Consultar la [Figura 2](#).

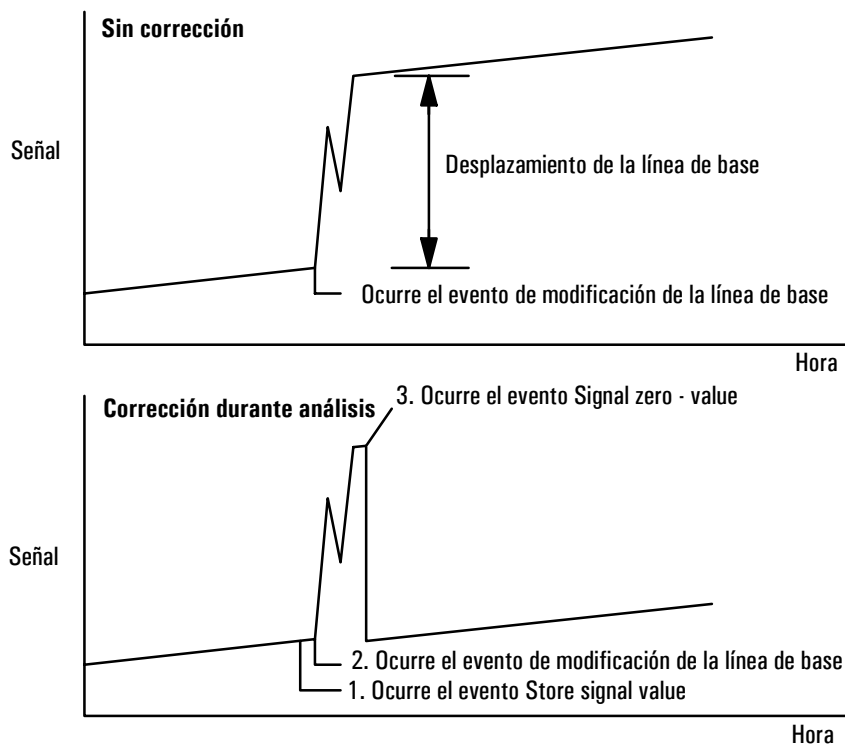


Figura 2. Corrección de las modificaciones de nivel de la línea de base

Tabla de tiempos (Clock Table)

La Tabla de tiempos, *Clock Table*, es una lista de eventos que se van a realizar en momentos específicos del día. Algunos ejemplos son: cargar un método, hacer un análisis en blanco y comenzar la secuencia. La Tabla de tiempos no se salva con el método.

La Tabla de tiempos no incluye un calendario. Hará lo mismo cada día, incluyendo fines de semana y vacaciones.

Para mostrar el contenido actual de la Tabla de tiempos, mostrar esta pantalla. Todos los tiempos son tiempos de *reloj*, es decir, el tiempo del día según lo mide el reloj interno del GC. Los tiempos se basan en una escala de 24 horas.

Status / Automation / Clock Table

Time	Event	Value
End Of Table		

Buttons: Add, Delete

Input fields: [] [] [] [] []

- *Para eliminar un evento:* seleccionar el evento y pulsar Delete.
- *Para añadir un evento:* pulsar Add para mostrar una lista de eventos disponibles. El tipo de eventos depende del hardware instalado en el GC.

Status / Automation / Clock Table / Add

Time (24 hr): 00h 00m

Event Value: OFF

Event List: Valve 1, Valve 2, MultiPort Valve, Start Blank Run

Button: OK

Seleccionar el evento deseado, introducir el tiempo de ejecución (reloj de 24 horas) y un valor, si es apropiado, y pulsar OK. El nuevo evento se insertará en la Tabla de tiempos en el orden de tiempos correcto.

- *Para modificar un evento:* seleccionar el evento y pulsar Delete para borrarlo, después pulsar Add para añadir el modificado.

Tabla 9. Eventos de la Tabla de tiempos

Evento	Valores del evento
Valve 1	ON / OFF
Valve 2	ON / OFF
MultiPort Valve	ON / OFF
Start Blank Run	ninguno
Start Sequence	ninguno
Go Into Pre-Run	ninguno
Column Compensation Run	ninguno
Load GC Method	Method Name (Nombre de método)

Inyector "split/splitless"

Uso del hidrógeno

Advertencia

Cuando se usa hidrógeno (H₂) como gas portador o gas fuel, hay que tener en cuenta que el gas hidrógeno puede entrar dentro del horno y provocar un riesgo de explosión. Por ello, asegurarse de que la fuente esta en off hasta que se hayan hecho todas las conexiones y que los adaptadores de columna del detector y del inyector están o conectados a una columna o tapados en todo momento mientras se suministra el hidrógeno gas al instrumento.

Advertencia

El hidrógeno es inflamable. Las fugas, si ocurren en un espacio cerrado, pueden provocar fuego o una explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno, comprobar las fugas en las conexiones, líneas y válvulas antes de operar. Cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar en el instrumento.

Opciones

El inyector "split/splitless" cuenta con dos opciones:

- *Standard*— la presión es de 0 a 100 psi. Es apropiado para la mayoría de las columnas.
- *High-pressure*— la presión es de 0 a 150 psi. Es útil para columnas capilares de diámetro muy pequeño que ofrecen una resistencia considerable al flujo de gas.

Para saber qué opción se tiene, hay que comprobar la configuración del GC (Status / Settings / Configure). Esta pantalla muestra el rango de presión del inyector.

Modos de inyector

El inyector también tiene cuatro modos de funcionamiento:

- *Split*— se divide entre la columna y un flujo de purga.
- *Splitless*— no se divide. La mayoría entra en la columna. Una pequeña cantidad se purga desde el inyector para evitar un excesivo ensanchamiento de picos y de la cola del disolvente.

- *Split with a pressure pulse*— es similar al modo "split", excepto que la presión del inyector se eleva antes y durante la inyección y vuelve a ser normal tras un tiempo especificado por el usuario. El flujo total se incrementa de manera que la relación de split no cambia. Esta "programación" especial es independiente de la programación del flujo o presión (consultar [Modo "split"](#) en la página 66).
- *Splitless with a pressure pulse*— es como el modo "split with a pressure pulse", pero "splitless".

El inyector split/splitless tiene una opción de ahorro de gas que reduce el flujo de gas portador entrante al inyector y saliente del split. No altera el flujo en columna. Consultar [Ahorrador de gas](#) en la página 71 para más detalles.

La línea de purga del septum está próxima al septum de inyección. Una pequeña cantidad de gas portador sale a través de esta línea para barrer cualquier sangrado. La velocidad del flujo se fija automáticamente, como se muestra en la [Tabla 10](#).

Tabla 10. Flujos de purga del septum

Portador	Purga del septum
He, N ₂ , 95%Ar/5%Me	3 mL/min
H ₂	6 mL/min

Inyector y columna

Los controles del inyector y la columna están relacionados y la relación depende de si la columna está configurada. Se recomienda configurar el GC en este orden:

1. Configurar la columna (consultar [Configuración del instrumento](#) en la página 12). De no hacerlo, sólo se pueden utilizar los modos de presión de la columna y del inyector. Las opciones dependientes del flujo del inyector, como establecer directamente una relación de split, no están disponibles.
2. Seleccionar el modo de columna (consultar [Modos de columna](#) en la página 36).
3. Programar el flujo o la presión de la columna, si se desea (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40).
4. Configurar el inyector (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 61).
5. Configurar el horno ([Configuración del horno](#) en la página 145).
6. Configurar el detector (consultar [Detector de conductividad térmica](#) en la página 120, [Detector de ionización de llama](#) en la página 129; [Detector de captura electrónica de microcelda](#) en la página 139 o [Detector fotométrico de llama \(FPD\)](#) en la página 153).

Configuración del inyector

Para configurar el inyector:

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Setup / Inlet Setup

Inlet Setup		13:14:31	Last Sample 00	PTVMAX.M+	Not Ready
Carrier Gas	Units	Adjustments			
<input checked="" type="radio"/> He <input type="radio"/> H2 <input type="radio"/> N2	<input checked="" type="radio"/> psi <input type="radio"/> kPa <input type="radio"/> bar	<input checked="" type="radio"/> none <input type="radio"/> Vacuum Correct <input type="radio"/> Pressure Correct			
		<input type="text" value="0.00"/> psi			<input type="button" value="More"/>
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	

2. Seleccionar el gas portador que se va a utilizar.
3. Seleccionar las unidades de presión que se prefieran (la [Tabla 11](#) muestra las conversiones).

Tabla 11. Conversiones de unidades de presión

Para convertir	para	Multiplicar por
psi	bar	0,0689476
	kPa	6,89476
bar	psi	14,5038
	kPa	100
kPa	psi	0,145038
	bar	0,01

4. Seleccionar los ajustes de presión, si fuera necesario.
 - Vacuum Correct, si la columna alcanza el vacío. Por ejemplo, se puede utilizar un detector selectivo de masas o un espectrómetro de masas.
 - None, si la presión es normal. Esta configuración es la de la mayoría de los detectores.
 - Pressure Correct, si hubiera otro estado.

Preparación de análisis

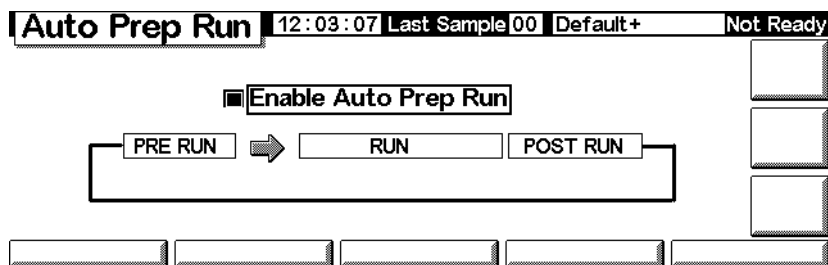
Cuando se realizan análisis utilizando inyección manual y ahorrador de gas, modo "splitless" y/o pulso de presión, el GC mostrará "Waiting for prep run" (esperando para la preparación del análisis) y uno o varios de estos mensajes:

- "Gas saver active" (ahorrador de gas activo)
- "Inlet purging" (purga del inyector)
- "Inlet pulse inactive" (pulso del inyector inactivo)

En estos casos, se debe pulsar la tecla *Prep Run* para reinicializar los valores, esperar que aparezca el mensaje "Ready for", hacer la inyección y pulsar *Start*.

Si esto no resulta práctico, el GC puede emitir una orden de *Prep Run* automático al final de cada análisis. Para hacerlo, mostrar esta pantalla.

Status / Setup / Automation / Auto Prep Run



Seleccionar *Enable Auto Prep Run* y pulsar *Esc*.

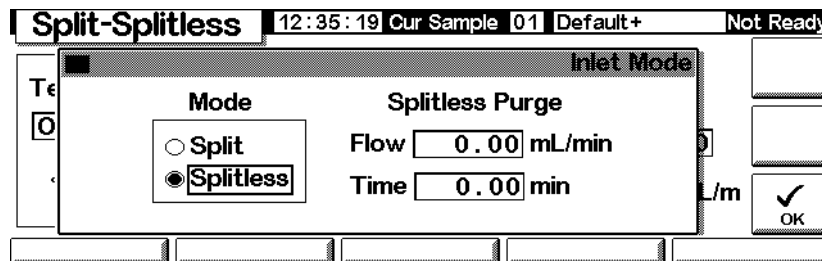
Esto desactiva el ahorro de gas y eleva inmediatamente la presión del inyector al nivel de presión del pulso. La válvula de purga se cierra. Deseleccionar *Enable Auto Prep Run* al finalizar los análisis para ahorrar gas portador.

Normalmente conviene desactivar *Auto Prep Run*. Esta función sólo se utiliza con el inyector "split/splitless" en modo "splitless" y es lo mismo que pulsar *Prep run*.

Configuración del modo de inyector

1. Mostrar esta pantalla. Este ejemplo muestra que el GC está en el modo "splitless".

Status / Settings / Inlet / More / Inlet Mode / Enter



2. Seleccionar el modo que se prefiera y pulsar OK.

Términos de "split/splitless"

A continuación se presentan los términos relacionados con el inyector "split/splitless". Muchos de ellos son campos de las pantallas que aparecen al utilizar este inyector.

- *Flow*— Flujo, en ml/min, en la salida de purga, en Purge Start. No se podrá especificar este valor si se está trabajando con *columns no configuradas*.
- *Pressure*— Presión del inyector actual y seleccionada, antes y después del pulso de presión o periodo de ventilación (medida en psi, bar o kPa). Este es el punto de partida de un programa de presión, de la cabeza de columna o de la presión fija si no se utiliza un programa.
- *Pulse pressure*— Presión del inyector deseada al principio de un análisis. La presión se eleva a este valor después de pulsar Prep Run y permanece constante hasta que transcurre el tiempo del pulso, Pulse time, y después vuelve a la presión seleccionada, Pressure.
- *Pulse time*— Momento en que la presión del inyector vuelve a su valor normal después de iniciar el análisis.
- *Purge flow*— Flujo del gas portador, en ml/min, en la salida de purga al inicio de purga, Purge Start. Se debe configurar la columna.
- *Purge time*— Momento, medido desde el inicio del análisis, en que finaliza la transferencia de la muestra (se abre la válvula de purga). El inicio de purga se debe fijar de 0,1 a 0,5 minutos antes del tiempo de pulso.

- *Split flow*— Flujo, en ml/min, en la salida de purga/"split". Este campo no está disponible si la columna no está configurada.
- *Split ratio*— Relación entre el flujo de "split" y el flujo en columna. Este campo no está disponible si la columna no está configurada.
- *Temp*— Temperatura actual y seleccionada del inyector.
- *Total flow*— El flujo total en el inyector, la suma del flujo de "split", el flujo en columna y el flujo de purga de septum, que se muestran durante el preanálisis (la luz de preanálisis está encendida y *no* parpadea) y durante un análisis previo a *Purge Start*. No se puede introducir un valor para estos tiempos. En los demás casos, el flujo total, *Total flow* tendrá tanto el valor seleccionado como el actual. Si se cambia el flujo total, la relación de "split" y el flujo de "split" cambian, mientras que el flujo y la presión en la columna permanecen iguales. Cuando se utiliza un pulso de presión, el flujo total aumenta para mantener la relación de "split" constante.

Modos de pulso de presión

Los modos de presión a pulsos aumentan la presión del inyector justo antes del comienzo del análisis y la devuelven a su valor normal tras un periodo específico de tiempo. El pulso de presión arrastra la muestra fuera del inyector y hasta la columna con mayor rapidez, lo que reduce la posibilidad de descomposición de la muestra en el inyector. Si su cromatografía se degrada por el pulso de presión, una trampa de retención ayudará a recuperar la forma del pico.

Los pulsos de presión se pueden utilizar tanto en el modo "split" como "splitless" y pueden combinarse con la presión de columna o la programación de flujo. El pulso de presión tiene prioridad sobre la presión de columna o la rampa de flujo, como se muestra en la [Figura 3](#).

El pulso de presión debe comenzar antes de inyectar la muestra. El GC hará esto automáticamente si se utiliza un inyector automático o una secuencia.

Si se utiliza inyección manual, se debe pulsar Prep Run para comenzar el pulso y esperar a que aparezca el mensaje de "Ready for manual inj".

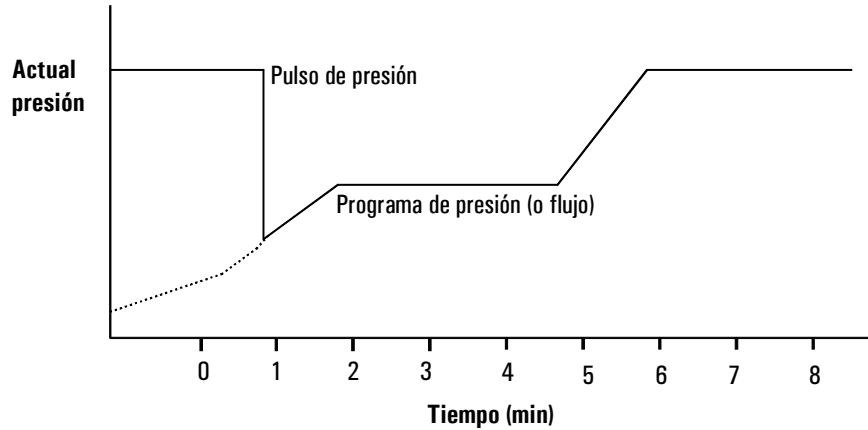
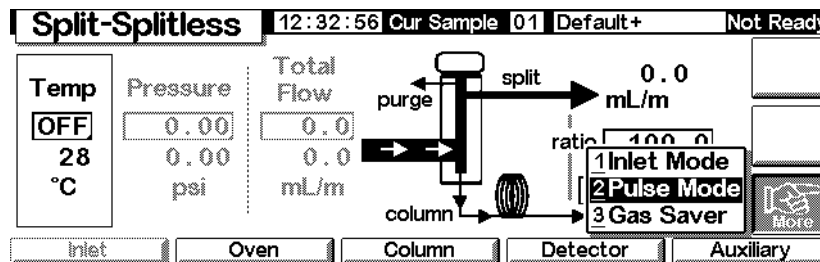


Figura 3. Pulso de presión y presión o flujo en columna

Configurar un pulso de presión

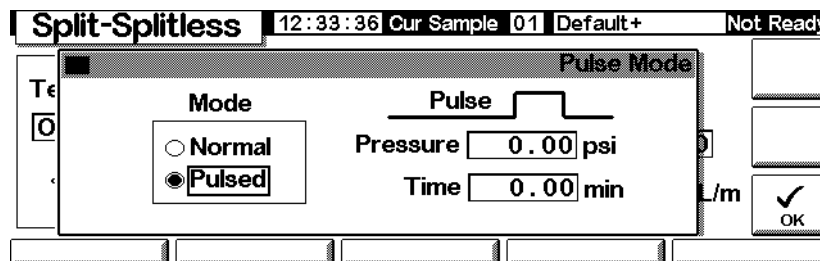
1. Establecer las condiciones de flujo en la columna, incluyendo un programa de flujo o presión (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40) si se desea. Luego, mostrar esta pantalla:

Status / Settings / Inlet / More



2. Seleccionar Pulse Mode y pulsar Enter para mostrar la siguiente.

Status / Settings / More / Pulse Mode / Enter



3. Seleccionar Pulsed. Introducir los valores de Pressure y Time.
 - *Pressure*— presión del inyector desde Prep Run hasta Pulse Time.
 - *Time* (minutos después de Start)— tiempo en que la presión cambia de Pulse Pressure a la definida por el programa de presión o temperatura (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40).
4. Pulsar OK para aceptar estos valores o Esc para cancelar.

Modo "split"

Neumática

Durante una inyección split, una muestra líquida se vaporiza rápidamente en un inyector caliente. Una pequeña cantidad de vapor entra en la columna y el resto sale a través de la salida del split. La relación de "split", que es la relación del flujo en columna con el flujo de "split", la controla el usuario. Las inyecciones split se utilizan principalmente para muestras muy concentradas, en las que no importa perder la mayoría de la muestra por la salida. También para muestras que no se pueden diluir.

La [Figura 4](#) muestra la neumática del inyector en operación del modo "split".

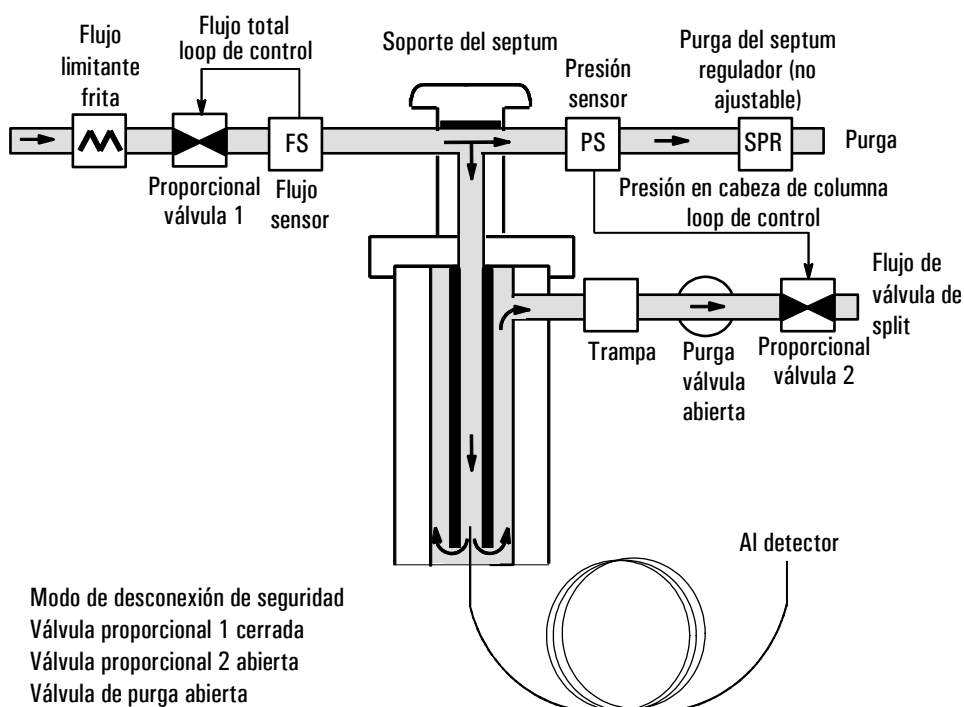
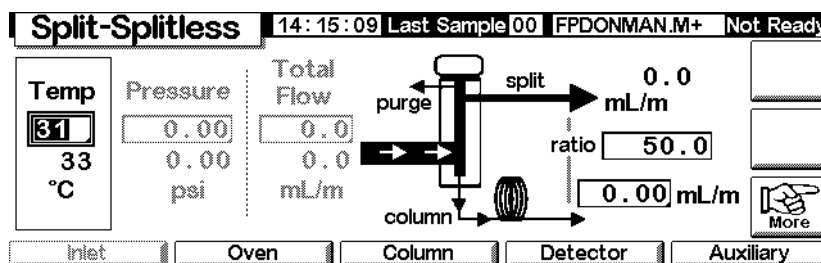


Figura 4. Neumática del flujo de "split"

Uso del modo "split" con la columna configurada

1. Verificar que la columna está en modo "split" y en modo de flujo constante (Constant Flow) o de flujo a rampas (Ramped Flow). Consultar [Modos de columna](#) en la página 36.
2. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet

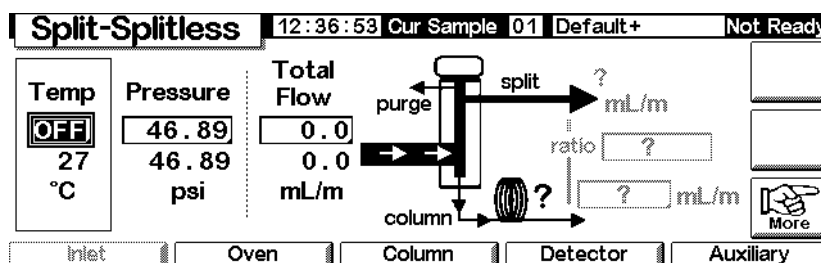


3. Establecer Temp.
4. Introducir ratio o column flow. El instrumento calcula y muestra los demás valores.
5. Establecer column mL/min.

Uso del modo "split" con la columna sin configurar

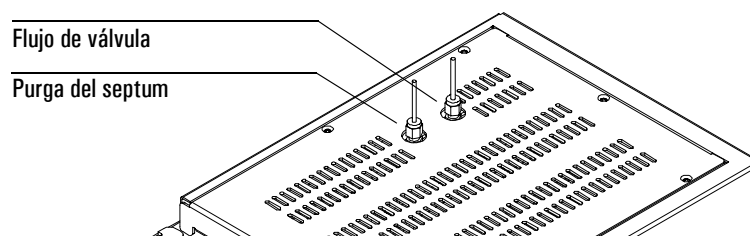
Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet



1. Si es necesario, cambiar el modo del inyector a modo split.

2. Fijar Temp y Pressure. Medir el flujo que sale del split con un flujómetro.



Restar el flujo de salida de "split" y el de purga de septum (consultar la [Tabla 10](#) para los flujos nominales de purga de septum según el tipo de gas portador) de Total flow para obtener el flujo en columna.

3. Calcular la relación de split. Ajustar lo necesario.

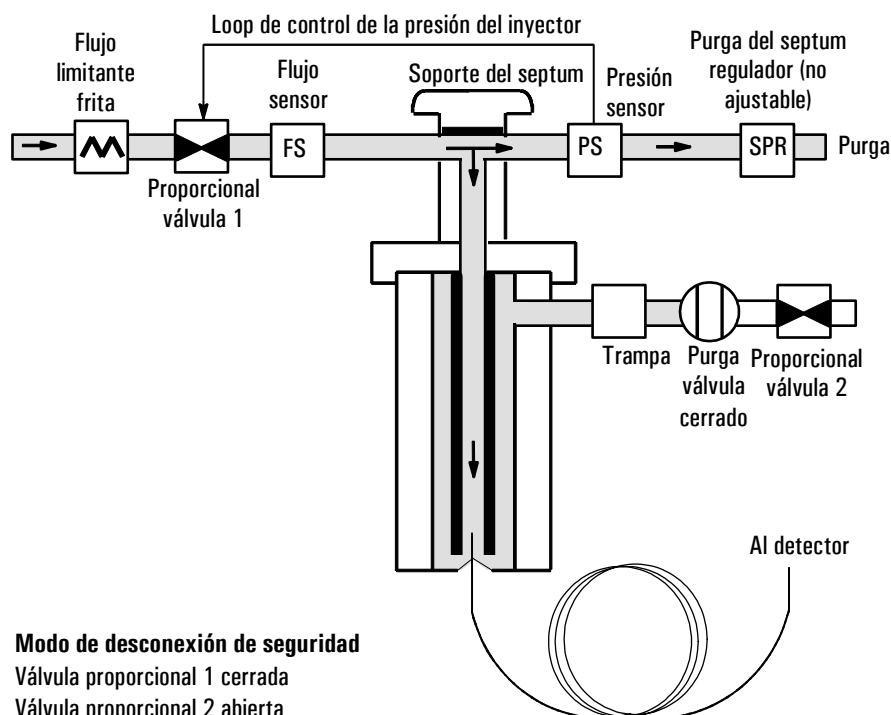
$$\text{Relación de "split"} = \frac{\text{Flujo de "split"}}{\text{Flujo columna}}$$

Modo splitless

Neumática

En este modo, la válvula de purga estará cerrada durante la inyección y permanecerá en este estado mientras la muestra se evapora en el liner y se introduce en la columna. Pasado un tiempo específico después de la inyección, la válvula de purga se abre para barrer cualquier vapor sobrante en el liner, fuera de la salida del split. Esto evita la cola del disolvente, que ocurre debido al gran volumen de muestra y al pequeño flujo de columna. Consultar la [Figura 5](#).

Si se está utilizando el ahorrador de gas, el tiempo del ahorrador de gas debería ser *posterior* al tiempo de purga (consultar [Ahorrador de gas](#) en la página 71 para obtener más detalles sobre el ahorrador de gas).



Modo de desconexión de seguridad

- Válvula proporcional 1 cerrada
- Válvula proporcional 2 abierta
- Válvula de purga abierta

Figura 5. Diagrama de flujo de "splitless", de pre-análisis al tiempo de purga

Inyecciones del modo "splitless"

Una inyección splitless correcta consta de las siguientes etapas:

1. Vaporizar la muestra y el disolvente en el inyector calentado.
2. Usar un flujo y una temperatura del horno bajos para crear una zona saturada de disolvente en cabeza de columna.
3. Usar esta zona para atrapar y reconcentrar la muestra en la cabeza de la columna.
4. Espere hasta que toda, o al menos la mayoría de la muestra haya pasado a la columna. Luego expulsar el vapor restante en el inyector—que es generalmente disolvente—abriendo una válvula de purga. Esto elimina la gran cola de disolvente que este vapor puede causar.
5. Elevar la temperatura del horno para liberar el disolvente y después la muestra en cabeza de columna.

Se necesita alguna experimentación para afinar las condiciones de operación. Los valores iniciales para los parámetros críticos se muestran en la [Tabla 12](#).

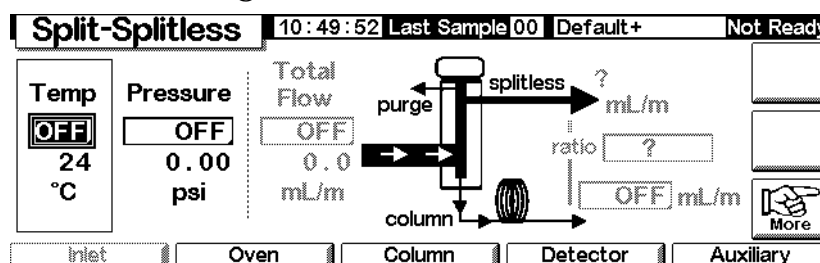
Tabla 12. Parámetros del inyector en modo "splitless"

Parámetro	Rango de valores permitido	Valor inicial sugerido
Temperatura del horno	Sin control criogénico, 0°C a 375°C Control criogénico de CO ₂ , -20°C a 375°C	30°C por debajo del punto de ebullición del disolvente
Tiempo inicial del horno	0 a 999,9 minutos	≥ Tiempo de purga del inyector
Tiempo de purga del inyector	0 a 999,9 minutos	Volumen del liner / Flujo en columna
Tiempo del ahorrador de gas	0 a 999,9 minutos	Tiempo tras la purga
Flujo de ahorro de gas	15 1000/min	15 ml/min mayor que el flujo máximo en columna

Uso del modo "splitless" con la columna configurada

1. Verificar que la columna, gas portador y programa de flujo o presión (si se usa) están correctamente configurados.
2. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet

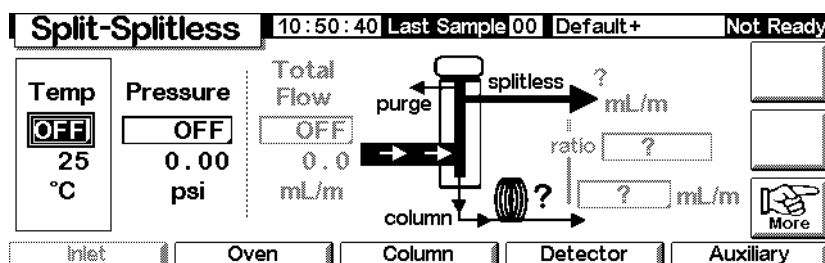


3. Si es necesario, cambiar el modo de inyector a "splitless". Consultar [Configuración del modo de inyector](#) en la página 63.
4. Introducir los valores de Temp y column mL/min.
5. Utilizar la tecla Prep Run (consultar [Preparación de análisis](#) en la página 62) antes de inyectar manualmente una muestra.

Uso del modo "splitless" con la columna sin configurar

1. Si es necesario, cambiar el modo de inyector a "splitless".
2. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet



3. Introducir valores para Temp (la máxima es 375 °C) y Pressure.
4. Utilizar la tecla **Prep Run** (consultar [Preparación de análisis](#) en la página 62) antes de inyectar manualmente una muestra.

Ahorrador de gas

El ahorro de gas reduce el flujo del gas portador de la válvula de salida después de que la muestra esté en la columna. La presión en cabeza de columna y el flujo se mantienen, mientras los flujos de purga y de salida de split disminuyen. Los flujos —excepto el flujo en columna— permanecen al nivel reducido hasta que se pulsa **Start** (operación de secuencia o autoinyección) o **Prep Run** (inyección manual). Consultar la [Figura 6](#).

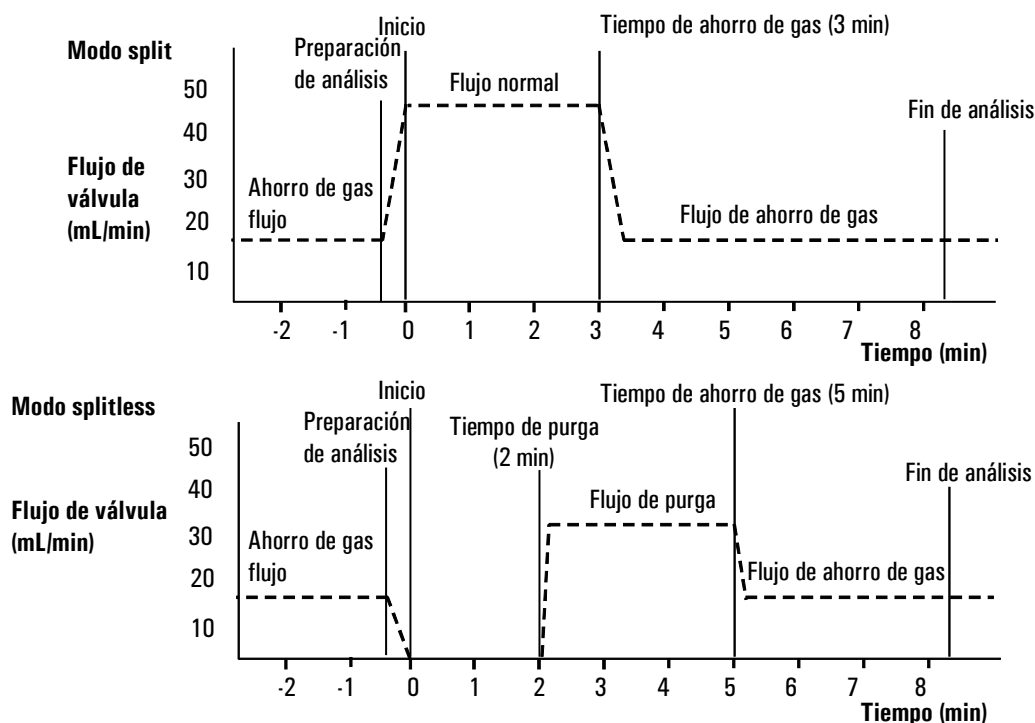
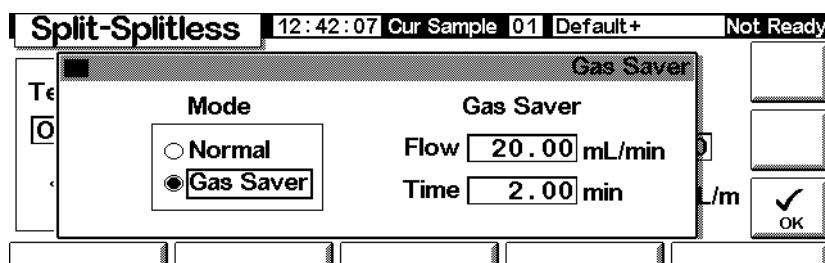


Figura 6. Funcionamiento del ahorrador de gas

Configuración del ahorrador de gas

Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet / More / Gas Saver / Enter



1. Seleccionar Gas Saver. Introducir valores para Flow y Time.
 - *Flow*— es el nivel de flujo reducido entre los análisis de muestra.
 - *Time* (minutos tras la inyección)— es el momento en que el flujo normal cambia al valor establecido en Flow para el ahorrador de gas. Permanece al nivel reducido hasta el próximo evento Prep Run, tanto manual como automático.
2. Pulsar OK para aceptar estos valores o Esc para cancelar.

Inyector de empaquetada

Uso del hidrógeno

Advertencia

Cuando se usa hidrógeno (H₂) como gas portador o gas fuel, hay que tener en cuenta que el gas hidrógeno puede entrar dentro del horno y provocar un riesgo de explosión. Por ello, asegurarse de que la fuente esta en off hasta que se hayan hecho todas las conexiones y que los adaptadores de columna del detector y del inyector están o conectados a una columna o tapados en todo momento mientras se suministra el hidrógeno gas al instrumento.

Advertencia

El hidrógeno es inflamable. Las fugas, si ocurren en un espacio cerrado, pueden provocar fuego o una explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno, comprobar las fugas en las conexiones, líneas y válvulas antes de operar. Cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar en el instrumento.

Controles de inyector y columna

Los controles del inyector y la columna están relacionados y la relación depende de si la columna está configurada. El GC se debe configurar como se indica a continuación.

1. Si se está utilizando una columna empaquetada, o una columna capilar de diámetro ancho no configurada, sólo estarán disponibles los modos de flujo. Se trata del método de control por defecto para el inyector para empaquetadas con purga.

Si se está utilizando una columna capilar de diámetro ancho, se puede configurar la columna (consultar [Configuración de la columna](#) en la página 34) y utilizar los modos de presión de columna y del inyector en lugar de los modos de flujo.

2. Seleccionar el modo de columna (consultar [Modos de columna](#) en la página 36).
3. Programar el flujo o la presión de la columna, si se desea, (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40).
4. Configurar el inyector (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 74).

5. Configurar el horno (consultar [Configuración del horno](#) en la página 145).
6. Configurar el detector (consultar [Detector de conductividad térmica](#) en la página 120, [Detector de ionización de llama](#) en la página 129; [Detector fotométrico de llama \(FPD\)](#) en la página 153 o [Detector de captura electrónica de microcelda](#) en la página 139).

Configuración del inyector

Para configurar el inyector, mostrar la siguiente pantalla.

Status / Setup / Inlet Setup

The screenshot shows the 'Inlet Setup' screen with the following details:

- Header: **Inlet Setup** | 12:31:40 Cur Sample 01 Default+ | Not Ready
- Carrier Gas:** Radio buttons for He (selected), H2, and N2.
- Units:** Radio buttons for psi (selected), kPa, and bar.
- Adjustments:** Radio buttons for none (selected), Vacuum Correct, and Pressure Correct. A text box next to Pressure Correct contains '0.00' and 'psi' below it.
- Bottom: Five empty rectangular input fields.

1. Seleccionar el gas portador que se va a utilizar.
2. Seleccionar las unidades de presión que se prefieren (consultar las conversiones en la [Tabla 13](#)).

Tabla 13. Conversiones de unidades de presión

Para convertir	Para	Multiplicar por
psi	bar	0,0689476
	kPa	6,89476
bar	psi	14,5038
	kPa	100
kPa	psi	0,145038
	bar	0,01

3. Seleccionar los ajustes de presión, si fuera necesario.
 - Vacuum Correct, si la columna alcanza el vacío. Por ejemplo, se puede utilizar un detector selectivo de masas o un espectrómetro de masas.
 - none, si la presión es normal. Esta configuración es la de la mayoría de los detectores.
 - Pressure Correct, si hubiera otro estado.

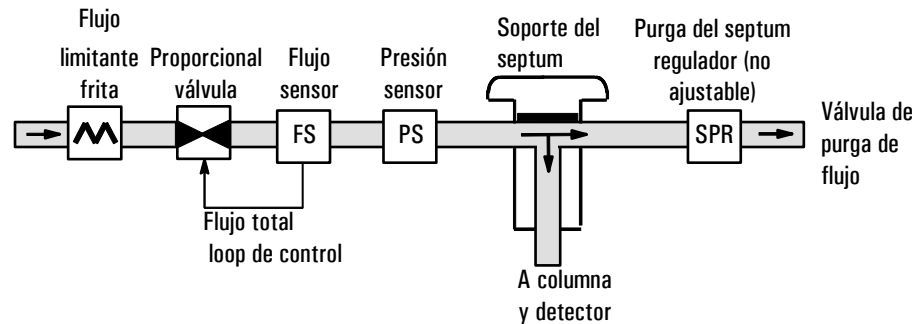
Utilización del inyector de empaquetadas con purga

Este inyector se utiliza con columnas empaquetadas cuando no son necesarias separaciones de alta eficacia. También se puede utilizar con columnas capilares de diámetro ancho, siempre que se acepten flujos mayores de 10 mL/min.

Si se utiliza una columna capilar y está configurada, el inyector se controla mediante la presión. Si la columna **no** está configurada (columnas empaquetadas y columnas capilares no configuradas), el inyector se controla mediante el flujo.

La [Figura 7](#) compara estos modos.

Modo de control mediante flujo (para columnas empaquetadas y columnas capilares no configuradas)



Modo de control mediante presión (recomendado para columnas capilares configuradas)

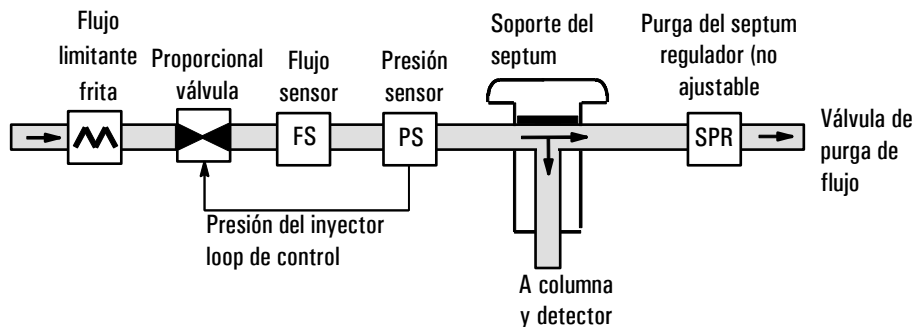
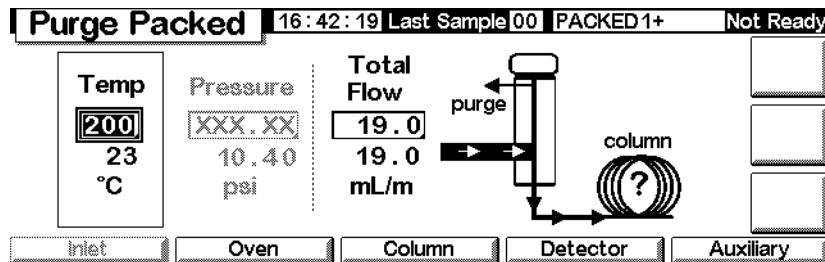


Figura 7. Diagrama de flujo de inyector empaquetado con purga

Columna empaqueta o columna capilar no definida

Para programar el inyector cuando se utiliza una columna empaquetada o una columna capilar no configurada, hay que mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet



En el ejemplo superior, obsérvese que:

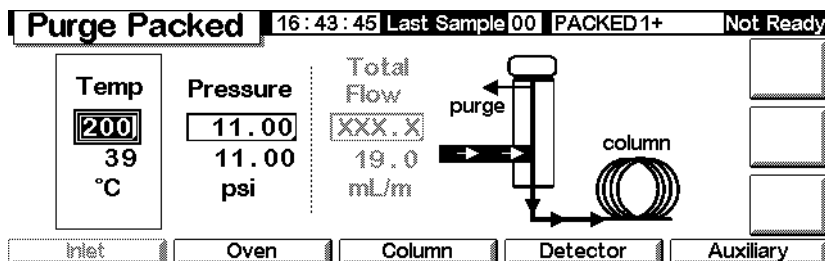
- Se muestran las temperaturas y los flujos configurados y los que realmente se han alcanzado
 - La presión del inyector se mide y se muestra para que sirva de referencia
1. Fijar la temperatura del inyector.
 2. Establecer la velocidad total del flujo a través del inyector. El flujo total es la velocidad de flujo de la columna más la velocidad del flujo de purga del septum.

Con columnas capilares configuradas

Para programar el inyector cuando se utiliza una columna capilar configurada:

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet



2. Fijar la temperatura, temperature, y la presión, pressure, del inyector para el método.
 - Se muestran las temperaturas y presiones configuradas y las que realmente se han alcanzado.
 - La velocidad del flujo total se mide y se muestra para que sirva de referencia.

Vaporización con temperatura programada

Uso del hidrógeno

Advertencia

Cuando se usa hidrógeno (H₂) como gas portador o gas fuel, hay que tener en cuenta que el gas hidrógeno puede entrar dentro del horno y provocar un riesgo de explosión. Por ello, hay que asegurarse de que la fuente está desactivada hasta que se hayan hecho todas las conexiones y que los adaptadores de columna del detector y del inyector en todo momento están o bien conectados a una columna o bien tapados mientras se suministra hidrógeno al instrumento.

Advertencia

El hidrógeno es inflamable. Las fugas, si ocurren en un espacio cerrado, pueden provocar fuego o una explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno, se debe comprobar si hay fugas en las conexiones, líneas y válvulas antes de operar. Cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar en el instrumento.

Modos de inyector

El sistema de vaporización con temperatura programada (PTV) de Agilent tiene cinco modos operativos:

- El modo "*split*" se utiliza generalmente para el análisis de los componentes mayoritarios de una muestra.
- El modo "*split a pulsos*" es similar al modo "*split*", pero con un pulso de presión aplicado al inyector durante la introducción de la muestra para acelerar el transporte de material a la columna.
- El modo "*splitless*" se utiliza para análisis de trazas.
- El modo "*splitless a pulsos*" permite un pulso de presión durante la introducción de la muestra.
- El modo "*de purga de disolvente*" se utiliza para un gran volumen de inyección. Se pueden realizar inyecciones individuales o múltiples para cada análisis.

Inyector y columna

Los controles del inyector y la columna están relacionados y la relación depende de si la columna está configurada. Se recomienda configurar el GC en este orden:

1. Configurar la columna (consultar [Configuración del instrumento](#) en la página 12). De no hacerlo, sólo se pueden utilizar los modos de presión de la columna y del inyector. Las opciones dependientes del flujo del inyector, como el establecimiento directo de una relación de "split", no están disponibles.
2. Seleccionar el modo de columna (consultar [Modos de columna](#) en la página 36).
3. Programar el flujo o la presión de la columna, si se desea (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 50).
4. Configurar el inyector (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78).
5. Configurar el horno ([Configuración del horno](#) en la página 145) y el detector (consultar el capítulo correspondiente).

Configuración del inyector

Para configurar el inyector, mostrar la siguiente pantalla.

Status / Setup / Inlet Setup

Inlet Setup		11:31:48	Last Sample 00	Service Mode+	Not Ready
Carrier Gas	Units	Adjustments			
<input checked="" type="radio"/> He <input type="radio"/> H2 <input type="radio"/> N2	<input checked="" type="radio"/> psi <input type="radio"/> kPa <input type="radio"/> bar	<input checked="" type="radio"/> none <input type="radio"/> Vacuum Correct <input type="radio"/> Pressure Correct			
		0.00			
		psi			MORE

1. Seleccionar el gas portador que se va a utilizar.
2. Seleccionar las unidades de presión que se prefieren (consultar las conversiones en la [Tabla 14](#)).

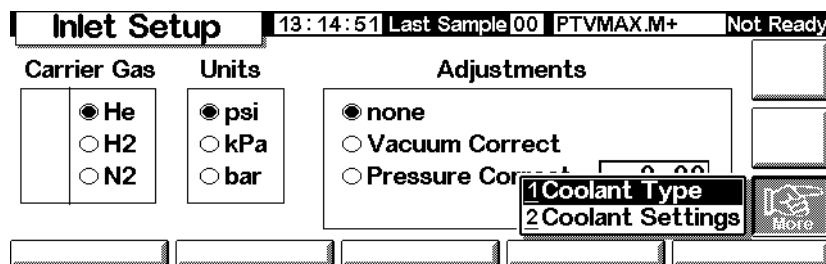
Tabla 14. Conversiones de unidades de presión

Para convertir	En	Multiplicar por
psi	bar	0,0689476
	kPa	6,89476
bar	psi	14,5038
	kPa	100
kPa	psi	0,145038
	bar	0,01

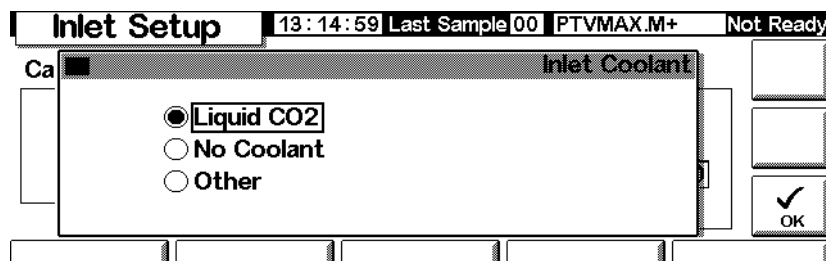
3. Seleccionar los ajustes de presión, si fuera necesario.

- Vacuum Correct, si la columna alcanza el vacío. Por ejemplo, se puede utilizar un detector selectivo de masas o un espectrómetro de masas.
- none, si la presión es normal. Esta configuración es la de la mayoría de los detectores.
- Pressure Correct, si hubiera otro estado.

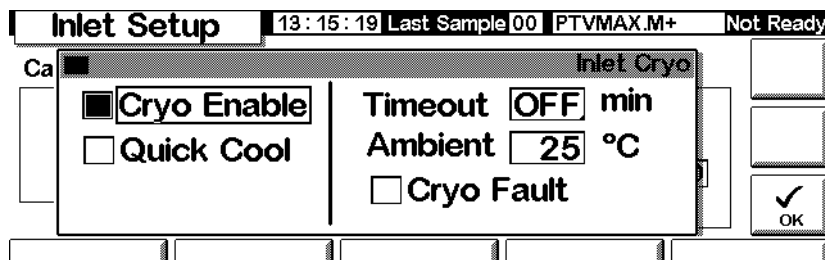
4. Pulsar More, seleccionar Coolant Type y pulsar Enter.



5. Establecer el tipo de refrigerante y pulsar OK. Para desactivar la refrigeración criogénica del inyector o si no hay ningún refrigerante criogénico disponible, seleccionar No Coolant. Pulsar OK.



6. Si se ha seleccionado Liquid CO₂, pulsar More, y seleccionar Coolant Settings. Aparece la siguiente pantalla. Introducir la información correspondiente y pulsar OK.



- *Cryo Enable*— Cuando se selecciona, se activa la refrigeración criogénica del inyector tan pronto como el horno de la columna alcance su temperatura inicial. Si no se selecciona, se desactiva la refrigeración.
- *Timeout*— Cuando el análisis no ha comenzado dentro del tiempo especificado (de 5 a 120 minutos, por defecto 30 minutos), tras el equilibrado del horno, se produce el tiempo de espera criogénico excedido y se desconecta la temperatura del inyector. Si se establece en "Off" se inutiliza esta característica. Se recomienda tener activada esta función ya que el tiempo de espera criogénico excedido conserva el refrigerante al final de una secuencia o si la automatización falla. También se puede utilizar un método de secuencia posterior, Post Sequence.
- *Ambient*— Si *Cryo Enable* está seleccionado, éste será el límite superior de temperaturas en las que se utiliza la refrigeración criogénica para mantener el inyector en el valor establecido. Si el valor es superior al límite, se utiliza la refrigeración criogénica para disminuir la temperatura del inyector hasta el valor establecido, pero no para mantenerlo.
- *Cryo Fault*— Se selecciona para activar el apagado del inyector si no alcanza el valor establecido en 16 minutos de funcionamiento criogénico continuo. Obsérvese que éste es el tiempo necesario para *alcanzar* dicho valor, no el tiempo para que el sistema se estabilice y alcance el estado de "preparado" en ese valor establecido.

Comportamiento de parada

Tanto los tiempos de espera criogénicos excedidos como los fallos criogénicos pueden provocar la parada de control criogénico. La parada de control criogénico ahorra refrigerante cuando el GC es incapaz de iniciar un análisis. El sistema de refrigeración criogénica puede estar todavía funcionando correctamente. Se produce un tiempo de espera criogénico excedido si el periodo especificado para este tiempo expira antes que el horno alcance su valor de temperatura. Se produce un fallo criogénico si la refrigeración criogénica ha estado funcionando durante más de 16 minutos y el horno no ha alcanzado el valor programado de temperatura. Si esto ocurre, el calentador del inyector se apaga y la válvula criogénica se cierra. El GC emite un pitido y muestra el mensaje `Inlet cryo shut off`.

El calentador del inyector se controla para evitar un sobrecalentamiento. Si el calentador permanece encendido durante más tiempo que la duración permitida y el inyector no se encuentra en el valor establecido, el calentador se apaga. El GC emite un pitido y muestra el mensaje `Inlet heating slow`.

Para recuperarse de estas dos condiciones, apagar y encender el GC o introducir un valor nuevo.

Configuración del modo de inyector

Antes de realizar la programación, establecer el modo de inyector que se desee. Para hacerlo:

1. Mostrar esta pantalla. El ejemplo siguiente muestra un inyector en modo `Splitless`.

Status / Settings / Inlet / More / Inlet Mode / Enter

PTV Inlet		13:18:06 Last Sample 01 4+	Not Ready
PTV Inlet Mode			
Mode <input type="radio"/> Split <input checked="" type="radio"/> Splitless <input type="radio"/> Solvent Vent	Vent Settings Pressure <input type="text" value="5.00"/> psi Flow <input type="text" value="0.00"/> ml/min Vent End <input type="text" value="5.00"/> min	Purge Flow Flow <input type="text" value="0.00"/> mL/min Purge Start <input type="text" value="0.00"/> min	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input checked="" type="checkbox"/> OK

2. Seleccionar el modo preferido y pulsar OK para volver a la pantalla anterior.

Calentamiento del inyector

La temperatura se puede programar con un valor inicial y 3 rampas y zonas constantes como máximo. Se pueden seleccionar velocidades entre 0,1 y 720°C/min.

Precaución

Si la temperatura inicial del inyector y horno están muy próximas, el inyector podría ser incapaz de mantener estos valores. Se recomienda una diferencia de 6°C como mínimo.

Para la mayoría de los objetivos, el PTV está diseñado para soportar la muestra en el liner del inyector hasta que la misma se haya inyectado por completo — puede haber varias inyecciones. Después el PTV se calienta rápidamente para transferir la muestra a la columna. Esto se puede realizar con una retención inicial, una sola rampa y otra retención al final del proceso para concluir la transferencia de la muestra.

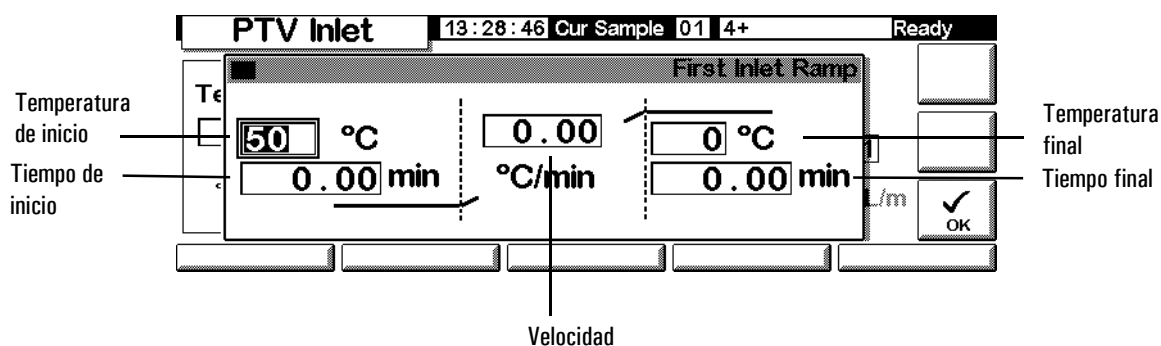
Existen dos rampas adicionales y tienen varios usos posibles:

- El inyector se puede calentar a una temperatura alta para limpiar el liner térmicamente para el próximo análisis.
- El inyector se puede programar en modo descendente —fijar únicamente que la temperatura final esté por debajo de la temperatura previa— para reducir la tensión térmica del inyector.
- La programación descendente se puede utilizar para preparar el inyector para el siguiente análisis. Se puede reducir el tiempo de ciclo para procesar un mayor número de muestras.

Para programar una rampa de temperatura de PTV:

1. Mostrar esta pantalla.

Status/Settings/Inlet/Ramps/Ramp 1



- *Start temp*— Temperatura actual y determinada del inyector.
 - *Start time*— Tiempo, medido desde el inicio del análisis, en que el mantenimiento de la temperatura inicial del inyector llega al final. Normalmente, después de la finalización de salida, Vent End.
 - *Rate*— Velocidad del programa de temperatura para las rampas térmicas 1, 2 y 3 del inyector. El máximo es 720°C por minuto.
 - *Final temp*— Temperatura final del inyector para las rampas 1, 2 y 3. El rango es -30 °C a 375 °C y es una duración, no una medida a partir de Start Run.
 - *Final time*— Tiempo de mantenimiento de la temperatura final 1, 2 y 3.
2. Introducir la rampa. Se hace de forma parecida a [Programación de la temperatura](#) en la página 147.

Términos del PTV

A continuación se presentan los términos relacionados con el inyector PTV. Muchos de ellos son campos de las pantallas que aparecen al utilizar este inyector.

- *Flow*— Flujo, en ml/min, en la salida de purga, en `Purge Start`. No se podrá especificar este valor si se está trabajando con *columns no configuradas*.
- *Pressure*— Presión del inyector actual y seleccionada, antes y después del pulso de presión o periodo de ventilación (medida en psi, bar o kPa). Este es el punto de partida de un programa de presión, de la cabeza de columna o de la presión fija si no se utiliza un programa.
- *Pulse pressure*— Presión del inyector deseada al principio de un análisis. La presión se eleva a este valor después de pulsar `Prep Run` y permanece constante hasta que transcurre el tiempo del pulso, `Pulse time`, y después vuelve a la presión seleccionada, `Pressure`.
- *Pulse time*— Momento en que la presión del inyector vuelve a su valor normal después de iniciar el análisis.
- *Purge flow*— Flujo del gas portador, en ml/min, en la salida de purga al inicio de purga, `Purge Start`. Se debe configurar la columna.
- *Purge start*— Momento, medido desde el inicio del análisis, en que finaliza la transferencia de la muestra (se abre la válvula de purga). El inicio de purga se debe fijar de 0,1 a 0,5 minutos antes del tiempo de pulso.
- *Split flow*— Flujo, en ml/min, en la salida de purga/"split". Este campo no está disponible si la columna no está configurada.
- *Split ratio*— Relación entre el flujo de "split" y el flujo en columna. Este campo no está disponible si la columna no está configurada.
- *Temp*— Temperatura actual y seleccionada del inyector.
- *Total flow*— El flujo total en el inyector, la suma del flujo de "split", el flujo en columna y el flujo de purga del septum, que se muestran durante el preanálisis (la luz de preanálisis está encendida y *no* parpadea) y durante un análisis previo a `Purge Start`. No se puede introducir un valor para estos tiempos. En los demás casos, el flujo total, `Total flow` tendrá tanto el valor seleccionado como el actual. Si se cambia el flujo total, la relación de "split" y el flujo de "split" cambian, mientras que el flujo y la presión en la columna permanecen iguales. Cuando se utiliza un pulso de presión, el flujo total aumenta para mantener la relación de "split" constante.
- *Vent End* — Momento, medido desde el inicio del análisis, en que finaliza la salida de disolvente. Para inyecciones de volumen grande, este momento normalmente es posterior al de finalización de la inyección.

- *Vent flow*— Flujo de gas portador que va por la salida de "split" durante el periodo de salida. Los flujos mayores barren el liner más rápidamente y reducen el tiempo de eliminación de disolvente. Para la mayoría de las columnas, un flujo de purga de 100 ml/min elimina el disolvente a una velocidad aceptable pero inserta un mínimo material en la columna.
- *Vent pressure*— La presión del inyector durante el periodo de salida. Si se disminuye la presión del inyector, la eliminación del disolvente es más rápida. Además, la disminución de presión reduce la cantidad de gas portador —y vapor de disolvente— que se introduce en la columna durante este tiempo.

Los usuarios seleccionan de 0 a 100 psig. Cuando se elige 0, el inyector utiliza la menor presión posible según el flujo de purga establecido. La [Tabla 15](#) muestra los valores aproximados de este mínimo en los distintos flujos de purga de helio. No son posibles presiones menores a las de la tabla a menos que se reduzca el flujo.

Tabla 15. Presiones mínimas factibles

Flujo de purga (ml/min)	Presión de purga real con un valor de "0" psig.	Presión de purga real con un valor de "0" kPa
50	0,7	5
100	1,3	10
200	2,6	18
500	6,4	44
1000	12,7	88

Modos a pulsos

Los modos a pulsos de presión ("split" y "splitless") aumentan la presión del inyector justo antes del comienzo de un análisis y la devuelven al valor normal transcurrido un tiempo específico. El pulso de presión arrastra la muestra fuera del inyector y hasta la columna con mayor rapidez, lo que reduce la posibilidad de descomposición de la muestra en el inyector. Si se degrada la cromatografía por el pulso de presión, un espacio de retención ayudará a recuperar la forma del pico.

Se debe pulsar `Prep Run` antes de realizar inyecciones manuales en un modo a pulsos de presión.

Puede programar la presión en la columna y el flujo con el modo a pulsos de presión. Sin embargo, el pulso de presión tendrá prioridad sobre la rampa de presión o de flujo en la columna. Consultar la [Figura 8](#).

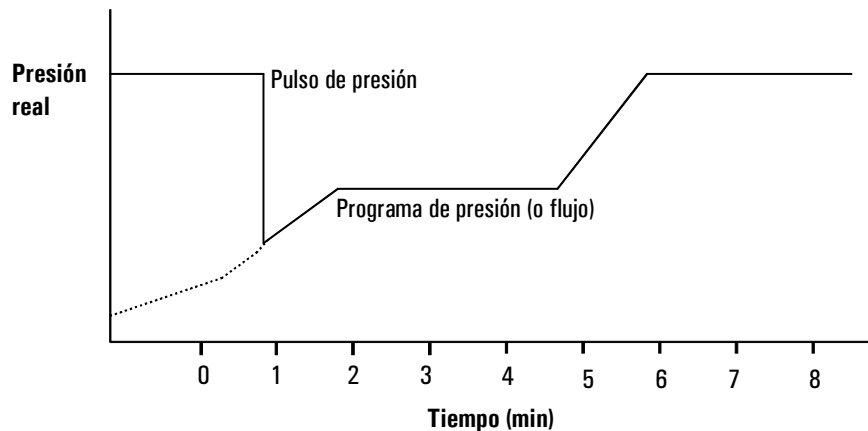
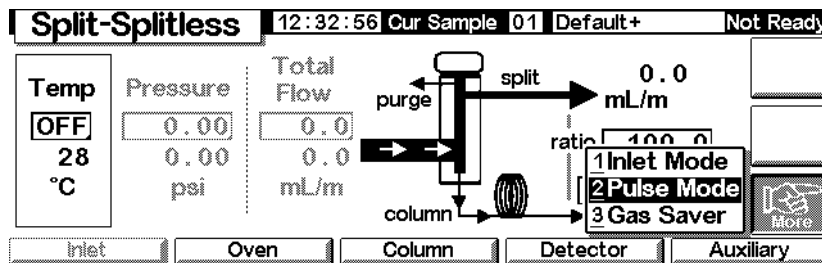


Figura 8. Pulso de presión y presión o flujo en columna

Configuración de un pulso de presión.

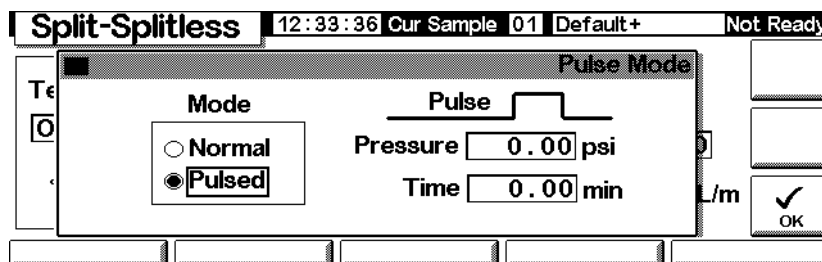
1. Establecer las condiciones de flujo en la columna, incluyendo un programa de flujo o presión (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40) si se desea. Luego, mostrar esta pantalla:

Status / Settings / Inlet / More



2. Seleccionar Pulse Mode y pulsar Enter para mostrar la siguiente pantalla.

Status / Settings / More / Pulse Mode / Enter

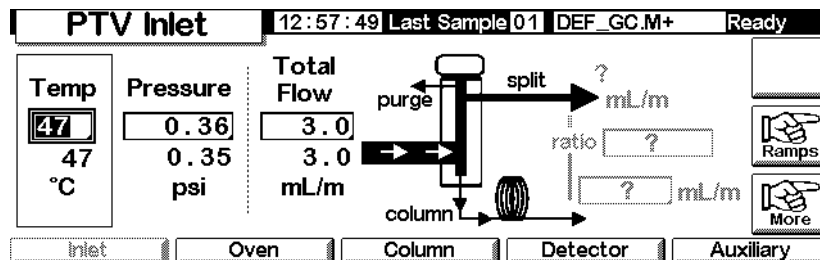


3. Seleccionar Pulsed. Introducir los valores de Pressure y Time.
 - *Pressure*— presión del inyector desde Prep Run hasta Pulse Time.
 - *Time* (minutos después de Start)— tiempo en que la presión cambia de Pulse Pressure a la definida por el programa de presión o temperatura (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40).
4. Pulsar OK para aceptar estos valores o Esc para cancelar.

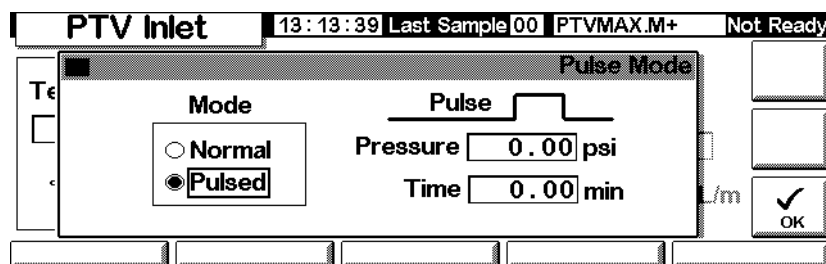
Uso del modo "splitless" a pulsos con la columna configurada

1. Comprobar que:
 - la columna está configurada (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34)
 - el gas portador está configurado (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78)
 - el programa de flujo o de presión, si se utiliza, está configurado (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40)
2. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet



3. Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
4. Pulsar More y seleccionar Pulse Mode.
5. Seleccionar Pulse Mode.



6. Introducir los valores de Pulse Pressure y Pulse time y pulsar OK.

7. Pulsar More y seleccionar Inlet Mode.
8. Seleccionar Splitless.

9. Introducir Purge Start cuando se quiera abrir la válvula de purga.
10. Introducir un valor de Purge flow. Pulsar OK.
11. Activar Gas saver, si así se desea. Establecer el tiempo *después* de Purge Start y pulsar OK.

12. Pulsar Prep Run (consultar la página 62) antes de inyectar manualmente una muestra.

Uso del modo "splitless" a pulsos con la columna sin configurar

1. Comprobar que:
 - la columna está configurada (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34)
 - el gas portador está configurado (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78)
 - el programa de flujo o de presión, si se utiliza, está configurado (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40)

- Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet

The screenshot shows the 'PTV Inlet' status screen. At the top, it displays '11:17:46 Last Sample 00 TEST2.M+ Not Ready'. The main area is divided into several sections:

- Temp:** A digital display shows '50' with '50 °C' below it.
- Pressure:** A digital display shows '71.08' with '71.07 psi' below it.
- Total Flow:** A digital display shows '3.0' with '3.0 mL/m' below it.
- Diagram:** A schematic diagram of the inlet system with labels: 'purge', 'splitless', 'ratio', 'column', and 'mL/m'. There are question marks next to the 'splitless', 'ratio', and 'column' labels.
- Buttons:** On the right side, there are 'Ramps' and 'More' buttons with hand icons. At the bottom, there are five buttons: 'Inlet', 'Oven', 'Column', 'Detector', and 'Auxiliary'.

- Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
- Pulsar More y seleccionar Pulse Mode.
- Seleccionar Pulsed en Mode.

The screenshot shows the 'PTV Inlet' screen in 'Pulse Mode'. At the top, it displays '13:13:39 Last Sample 00 PTVMAX.M+ Not Ready'. The main area contains:

- Mode:** Two radio buttons: 'Normal' (unselected) and 'Pulsed' (selected).
- Pulse:** A small graph showing a pulse waveform.
- Pressure:** A digital display shows '0.00 psi'.
- Time:** A digital display shows '0.00 min'.
- Buttons:** On the right side, there is an 'OK' button with a checkmark icon.

- Introducir los valores de Pulse pressure y Pulse time y pulsar OK.
- Pulsar More y seleccionar Inlet Mode.
- Introducir Purge Start cuando se quiera abrir la válvula de purga.

The screenshot shows the 'PTV Inlet Mode' settings screen. At the top, it displays '13:18:06 Last Sample 01 4+ Not Ready'. The main area is divided into three sections:

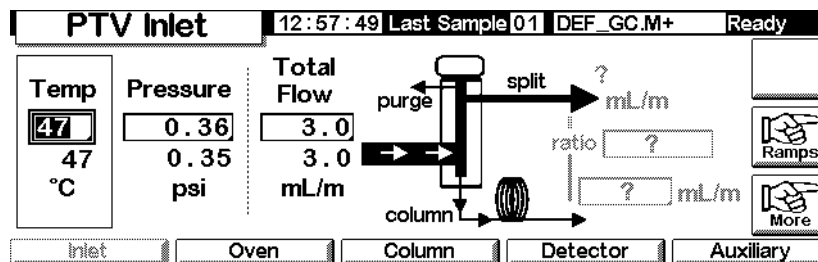
- Mode:** Three radio buttons: 'Split' (unselected), 'Splitless' (selected), and 'Solvent Vent' (unselected).
- Vent Settings:**
 - Pressure: '5.00 psi'
 - Flow: '0.00 ml/min'
 - Vent End: '5.00 min'
- Purge Flow:**
 - Flow: '0.00 mL/min'
 - Purge Start: '0.00 min'
- Buttons:** On the right side, there is an 'OK' button with a checkmark icon.

- Pulsar OK.
- Pulsar Prep Run (consultar la página 62) antes de inyectar manualmente una muestra.

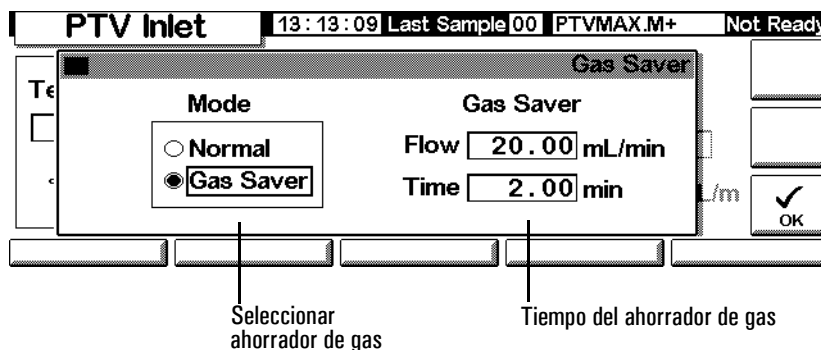
Uso del modo "split" a pulsos con la columna configurada

- Comprobar que:
 - la columna está configurada (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34)
 - el gas portador está configurado (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78)
 - el programa de flujo o de presión, si se utiliza, está configurado (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40)
 - el inyector está en modo "split" a pulsos (consultar [Configuración del modo de inyector](#) en la página 81 y [Configuración de un pulso de presión](#) en la página 86)
- Mostrar esta pantalla. Puede aparecer de forma diferente (algunos campos pueden ser editables y otros, no), dependiendo de cómo esté configurada la columna.

Status / Settings / Inlet



- Fijar Temperature. Fijar column mL/min. Introducir a continuación la Ratio o, si se prefiere, el "split" mL/min. En cualquier caso, el instrumento calcula y muestra el otro valor.
- Encender el ahorrador de gas, si se desea, pulsando More y seleccionando Gas Saver. Fijar Saver time después de Pulse time. Pulsar OK.

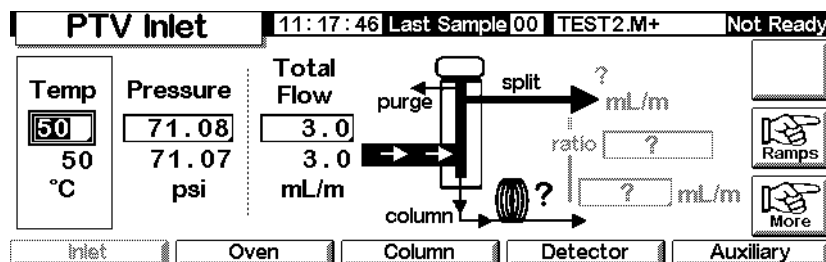


- Pulsar Prep Run (consultar la página 62) antes de inyectar manualmente una muestra.

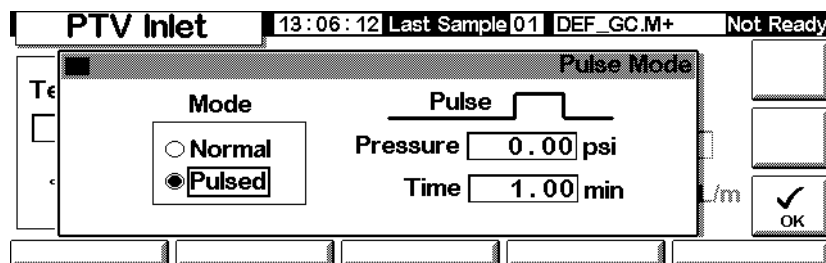
Uso del modo "split" a pulsos con la columna sin configurar

- Comprobar que:
 - la columna está configurada (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34)
 - el gas portador está configurado (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78)
 - el programa de flujo o de presión, si se utiliza, está configurado (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40)
 - el inyector está en modo "split" a pulsos (consultar [Configuración del modo de inyector](#) en la página 81 y [Configuración de un pulso de presión](#) en la página 86)
- Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet



- Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
- Pulsar More y seleccionar Pulse Mode.
- Seleccionar Pulsed Mode.

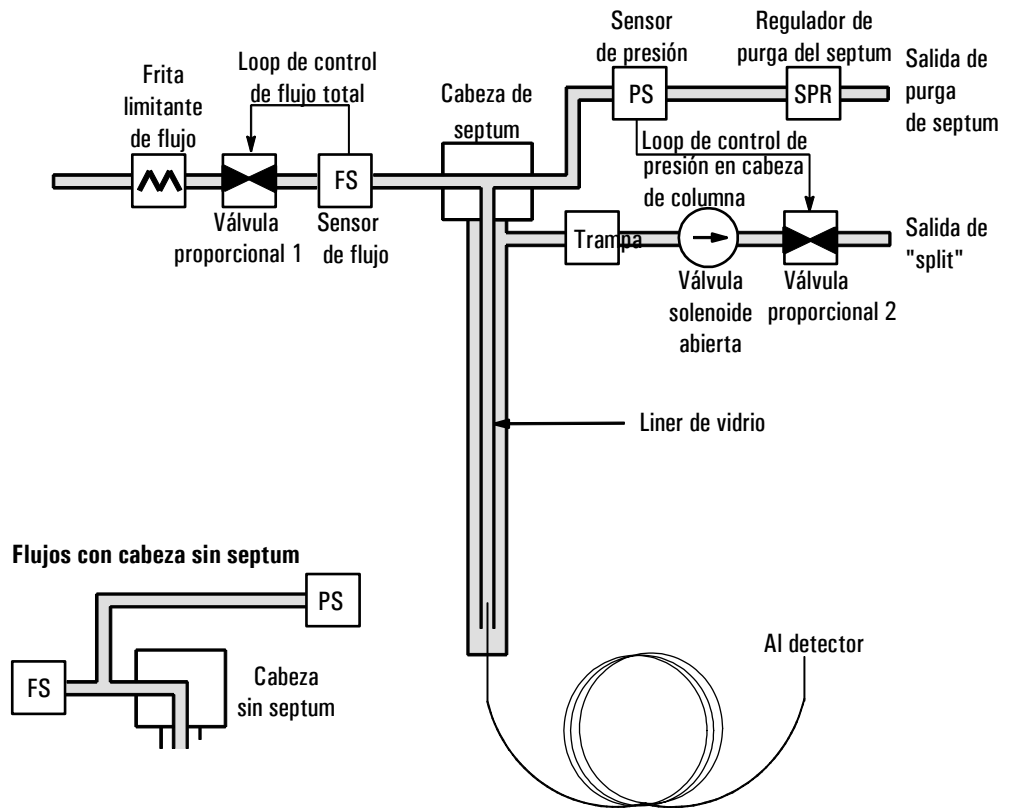


- Introducir los valores Pulse Pressure y Pulse time y pulsar OK.
- Fijar el flujo total en el inyector. Medir el flujo que dé la salida de "split" y la válvula de purga del septum mediante un flujómetro.
- Restar el flujo de purga del septum del flujo total.
- Calcular la relación de "split". Ajustar lo necesario.

Modo "split"

Los dos modos "split" —con o sin pulso de presión— dividen la corriente de gas que entra al inyector entre el flujo en columna, el *flujo de salida de "split"* (flujo, en ml/min, desde la salida de purga/"split") a través de la válvula solenoide y el flujo de purga del septum. La relación entre el flujo de salida de "split" y el flujo en columna se denomina *relación de "split"*.

La gráfico siguiente muestra los flujos con la cabeza de septum. Los flujos con cabeza sin septum son iguales salvo en que el flujo de purga del septum no pasa por la cabeza (inferior izquierda).



El *flujo total* es la suma del flujo de "split", el flujo en columna y el flujo de purga del septum. Cuando se cambia el flujo total, la relación de "split" y el flujo de "split" cambian mientras que el flujo en columna y la presión se mantienen iguales.

Consideraciones sobre la temperatura

Introducción "split" en frío

Para la introducción "split" de la muestra en frío, utilizar una temperatura inicial del inyector inferior al punto de ebullición del disolvente. Si el volumen del liner es suficiente para mantener todo el disolvente vaporizado, iniciar la primera rampa de temperatura del inyector a los 0,1 minutos con una velocidad de calentamiento alta (500°C/min o superior). La temperatura final debe ser lo suficientemente alta como para volatilizar los analitos más pesados del liner y se debería mantener durante 5 minutos por lo menos. Se ha demostrado que una temperatura final de 350°C durante 5 minutos es suficiente para transferir cuantitativamente el C₄₄.

Para volúmenes de inyección mayores o para eliminar el disolvente, mantener la temperatura inicial durante el tiempo necesario para que el disolvente salga a través de la salida de "split" e iniciar después la primera rampa. Utilizar una velocidad rápida para los analitos térmicamente estables. Las velocidades más lentas ayudan a minimizar la degradación térmica en el inyector.

Una sola rampa de temperatura es suficiente para el proceso de inyección. Las rampas restantes se pueden utilizar para limpiar el liner o reducir la temperatura del inyector para preparar la siguiente inyección.

Introducción "split" en caliente

Para la introducción "split" en caliente, fijar una temperatura inicial lo suficientemente alta como para volatilizar los analitos. No se requieren parámetros térmicos adicionales ya que el inyector mantendrá el valor durante todo el análisis.

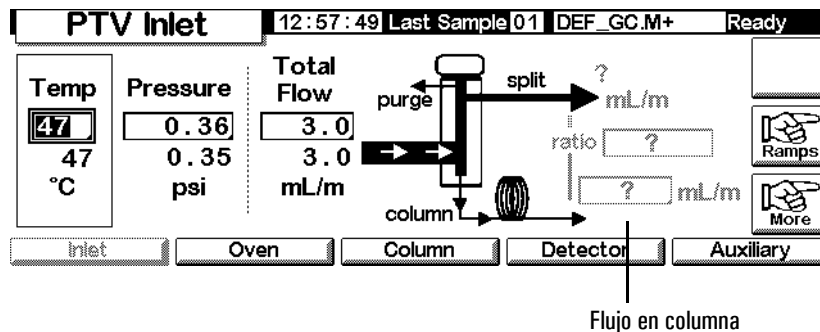
Como consecuencia del pequeño volumen del liner (aproximadamente 120 microlitros), el PTV tiene una capacidad de inyección limitada con la introducción "split" en caliente. Los volúmenes de inyección que excedan 1 µl del modo "split" en caliente pueden saturar el inyector causando problemas en el análisis. La introducción "split" en frío evita este problema potencial.

Uso del modo "split" con la columna configurada

1. Comprobar que:
 - la columna está configurada (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34)
 - el gas portador está configurado (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78)

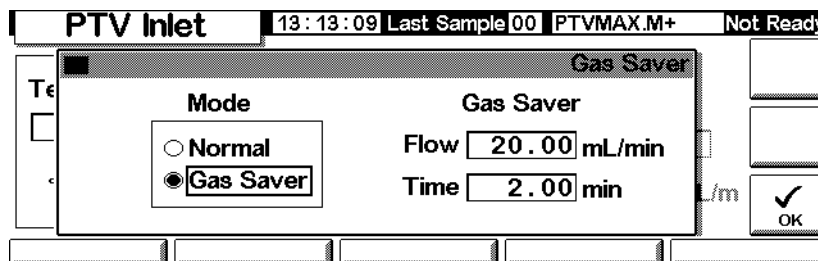
- el programa de flujo o de presión, si se utiliza, está configurado (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40)
 - el inyector está en modo "split" (consultar [Configuración del modo de inyector](#) en la página 81)
2. Mostrar esta pantalla. Puede aparecer de forma diferente (algunos campos pueden ser editables y otros no), dependiendo del modo de la columna.

Status / Settings / Inlet



3. Establecer Temp, el valor inicial del inyector.
4. Introducir la presión o el flujo total iniciales.
5. Introducir la relación de "split" o el flujo en columna que interesen.
6. Si se desea, encender el ahorrador de gas pulsando More y seleccionando Gas Saver. A continuación, introducir los valores de los parámetros de la pantalla siguiente y pulsar OK.

Status / Settings / Inlet / More / Gas Saver

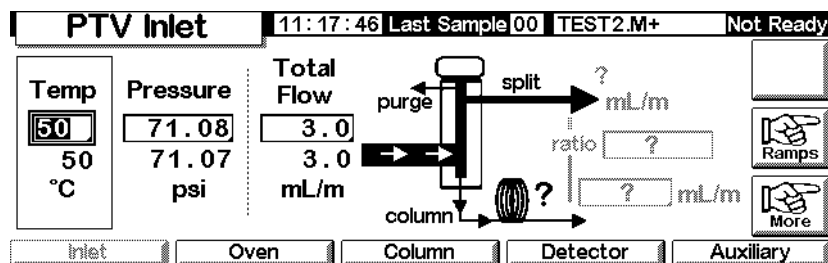


7. Pulsar Prep Run antes de inyectar manualmente la muestra si está activado el ahorrador de gas (consultar la página 62).

Uso del modo "split" con la columna sin configurar

1. Comprobar que:
 - la columna está configurada (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34)
 - el gas portador está configurado (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78)
 - el programa de flujo o de presión, si se utiliza, está configurado (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40)
 - el inyector está en modo "split" (consultar [Configuración del modo de inyector](#) en la página 81)
2. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Inlet



3. Fijar la temperatura del inyector.
4. Fijar el flujo o presión totales en el inyector. Medir el flujo en la salida de "split" y en la válvula de purga del septum utilizando un flujómetro.
5. Restar el flujo de purga del septum del flujo total para conseguir el flujo de "split".
6. Calcular la relación de "split". Ajustar lo necesario.

Consultar la [Figura 3](#) para ver un gráfico del pulso de presión y el flujo o presión en columna.

Modo "splitless"

Distribución del flujo

En estos modos —con o sin pulso de presión— la válvula solenoide se cierra durante la inyección y vaporización de la muestra y se mantiene así mientras la muestra se transfiere a la columna (consultar la [Figura 9](#)). En un momento concreto después de la inyección, la válvula se abre para eliminar los vapores que quedan en el liner a través de la salida de "split" (consultar la [Figura 10](#)). Con esto se evitan las colas de disolvente debidas al gran volumen del inyector y a la pequeña velocidad del flujo en columna.

La [Figura 9](#) muestra los flujos con la cabeza de septum. Los flujos con cabeza sin septum son los mismos excepto porque el flujo de purga del septum no pasa por la cabeza (inferior izquierda).

La [Figura 11](#) muestra en un gráfico el flujo, la presión y la temperatura a lo largo del tiempo en este proceso.

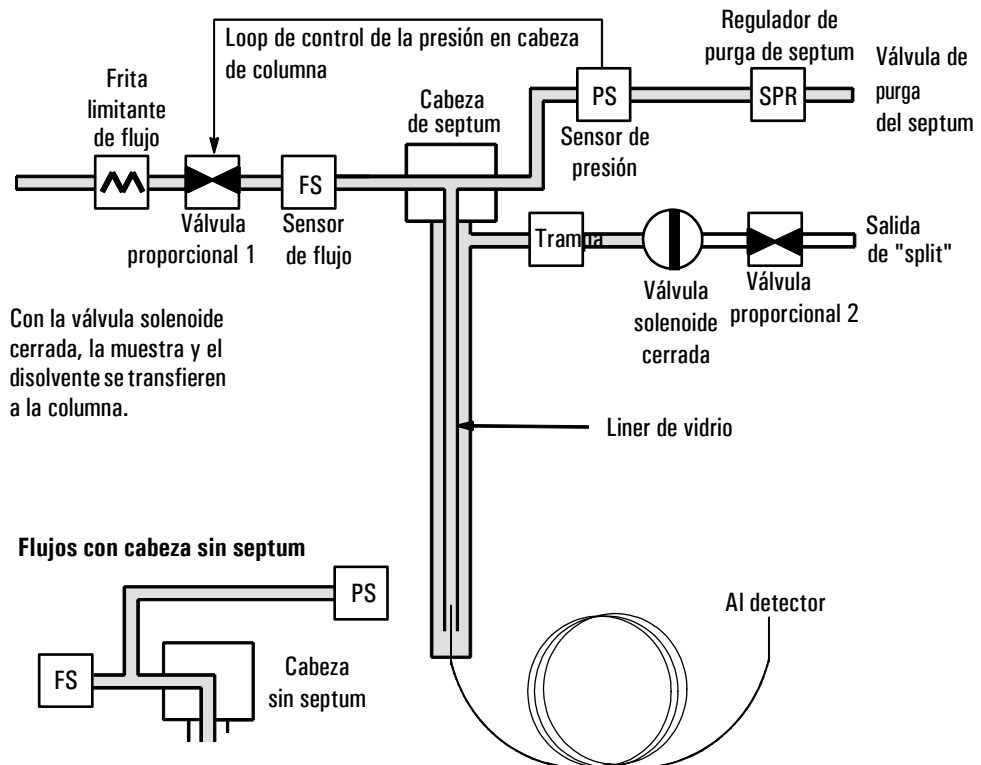


Figura 9. Etapa 1. Inyección de la muestra

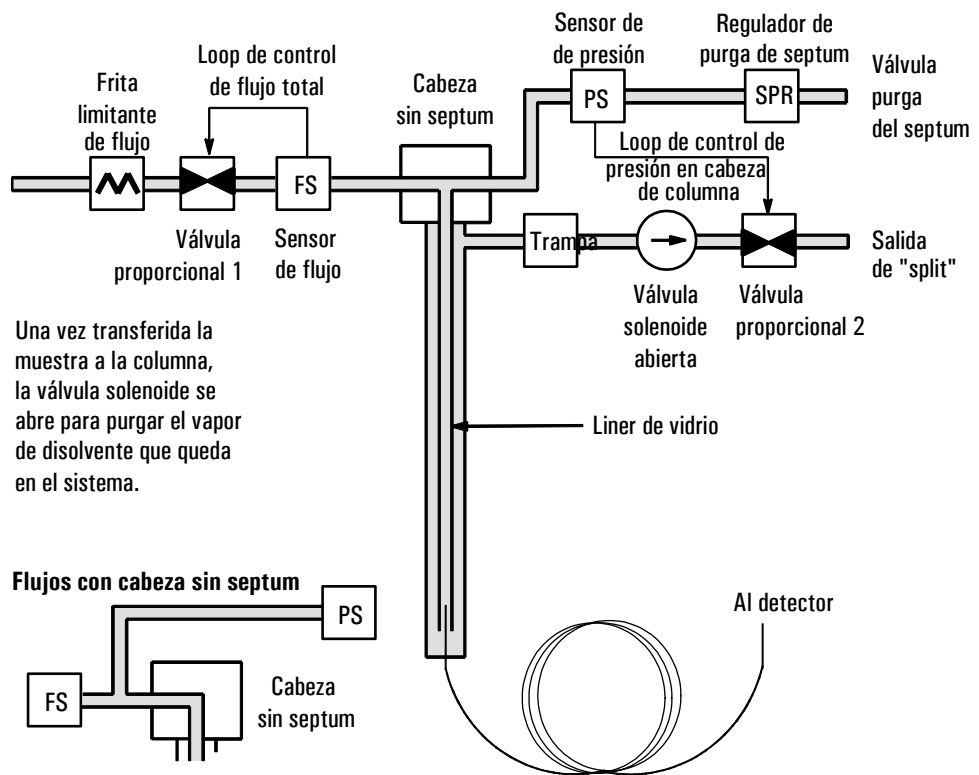


Figura 10. Etapa 2. Proceso de purga

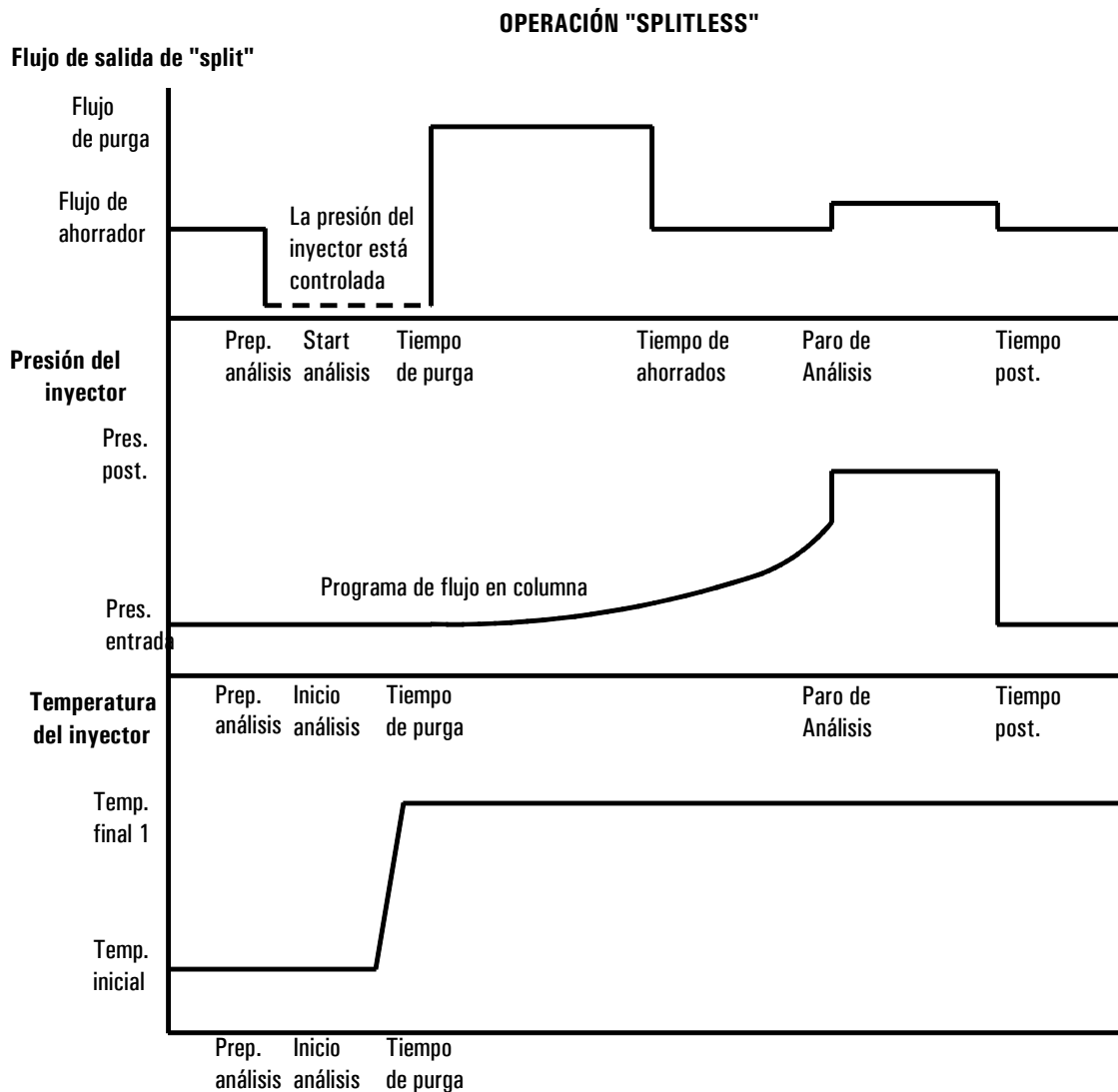


Figura 11. Flujos, presiones y temperaturas

Consideraciones sobre la temperatura

Introducción "splitless" en frío

Para la introducción "splitless" en frío, utilice una temperatura inicial del inyector que esté por debajo del punto de ebullición normal del disolvente. Para la mayoría de los disolventes, la iniciación de la primera rampa de temperatura del inyector a los 0,1 minutos proporciona una buena transferencia y reproducibilidad. Una velocidad de programa de 500 °C/min o superior es apropiada para analitos térmicamente estables. Una temperatura final de 350 °C mantenida durante 5 minutos, se transfiere cuantitativamente hasta el alcano C₄₄.

Una ventaja principal de la posibilidad de programar la temperatura es que el inyector se puede calentar suavemente para transferir analitos delicados. Si al principio el horno está lo suficientemente bajo como para redirigir los analitos a la columna, la velocidad de calentamiento del inyector se puede realizar más despacio (p. ej., 120°C/min). Esto reduce la degradación térmica en el inyector y puede mejorar la forma de pico y la cuantificación.

Para la mayoría de aplicaciones "splitless" en frío basta con una sola rampa de temperatura. Las rampas restantes se pueden utilizar para limpiar el liner o disminuir la temperatura del inyector para preparar la próxima inyección.

Introducción "splitless" en caliente

Para la introducción "splitless" en caliente, fijar una temperatura inicial lo suficientemente elevada como para volatilizar los analitos. No se requieren parámetros térmicos adicionales ya que el inyector mantendrá el valor durante todo el análisis.

Debido al pequeño volumen del liner (120 µl), el PTV no puede contener el vapor resultante de volúmenes grandes de inyección de líquidos. Los volúmenes de inyección que excedan de 1 µl pueden saturar de vapor el inyector causando problemas en el análisis. La introducción "splitless" en frío evita este problema.

Valores iniciales

Una inyección "splitless" correcta consta de las siguientes etapas:

1. Inyectar la muestra y programar la temperatura del inyector para vaporizarlo.
2. Utilizar un flujo en columna y temperatura del horno bajos para crear una zona saturada de disolvente en la cabeza de columna.
3. Usar esta zona como trampa para reconcentrar la muestra en la cabeza de columna.
4. Esperar hasta que toda, o al menos la mayoría de la muestra haya pasado a la columna. Después, eliminar el vapor restante del inyector —que es mayoritariamente disolvente— abriendo una válvula de purga. Esto elimina la gran cola de disolvente que en caso contrario provocaría este vapor.
5. Aumentar la temperatura del horno para analizar la muestra.

Se necesita realizar pruebas para mejorar las condiciones operativas.

La [Tabla 16](#) proporciona los valores iniciales para los parámetros críticos.

Tabla 16. Parámetros del inyector en modo "splitless"

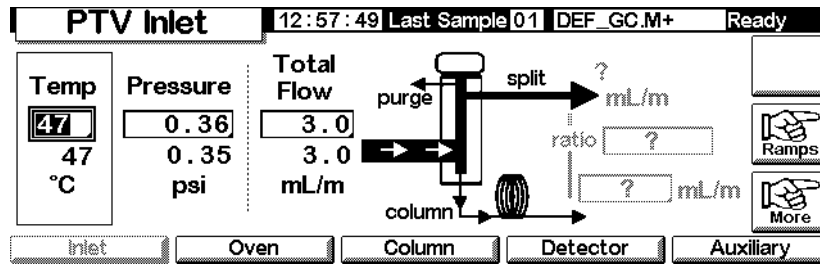
Parámetro	Rango de valores permitidos	Valor inicial sugerido
Temperatura del horno	Sin control criogénico, ambiente + 10 °C a 350 °C Con control criogénico de CO ₂ , -30 °C a 350 °C	10 °C por debajo del punto de ebullición del disolvente
Tiempo inicial del horno	0 a 999,9 minutos	≥ Inicio de purga del inyector
Inicio de purga del inyector	0 a 999,9 minutos	$\frac{\text{Volumen del liner}^*}{\text{Flujo en columna}} \times 5$
Tiempo del ahorrador de gas	0 a 999,9 minutos	Después del inicio de purga
Flujo del ahorrador de gas	15 a 1.000 ml/min	15 ml/min mayor que el flujo máximo en columna
Temperatura del inyector	Sin control criogénico, temperatura del horno + 10 °C a 375 °C Con control criogénico de CO ₂ , -30 °C a 350 °C	10°C por debajo del punto de ebullición del disolvente durante 0,1 min, después aumentar la rampa

* El volumen del liner es de unos 120 µl

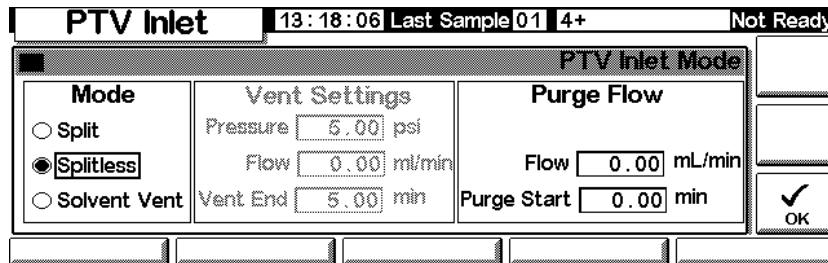
Uso del modo "splitless" con la columna configurada

- Comprobar que:
 - la columna está configurada (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34)
 - el gas portador está configurado (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78)
 - el programa de flujo o de presión, si se utiliza, está configurado (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40)
- Mostrar esta pantalla. Variará dependiendo de la configuración actual.

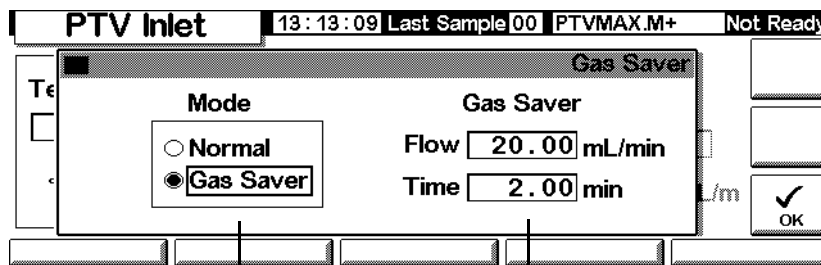
Status / Settings / Inlet



3. Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
4. Introducir column mL/min.
5. Pulsar More y seleccionar Inlet Mode.
6. Seleccionar Splitless.



7. Introducir los parámetros de Flow y Purge Start.
8. Pulsar OK.
9. Encender el ahorrador de gas, si se desea, pulsando More y seleccionando Gas Saver. Establecer Saver time después de Pulse Start.



Selección del ahorrador de gas

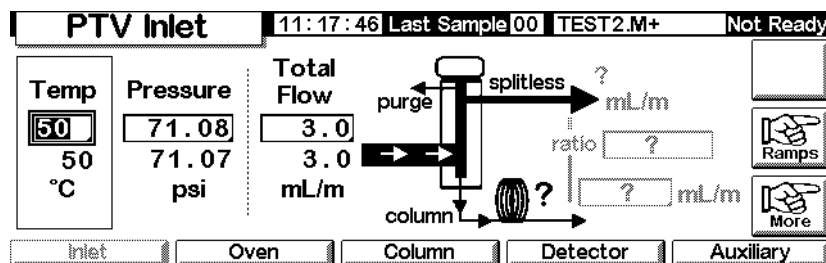
Tiempo del ahorrador de gas

10. Pulsar OK.
11. Pulsar Prep Run (consultar la página 62) antes de inyectar manualmente una muestra.

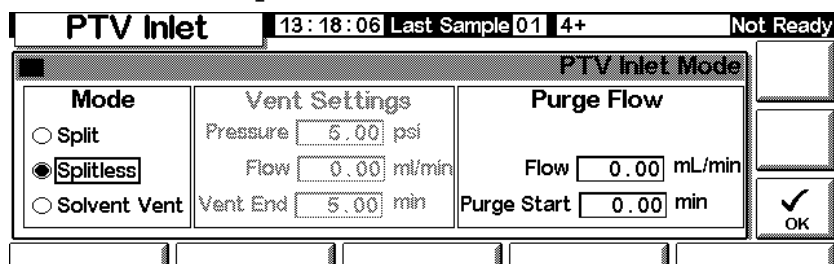
Uso del modo "splitless" con la columna sin configurar

1. Comprobar que:
 - la columna está configurada (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34)
 - el gas portador está configurado (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78)
 - el programa de flujo o de presión, si se utiliza, está configurado (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40)
 - el inyector está en modo "splitless" (consultar [Configuración del modo de inyector](#) en la página 81)
2. Mostrar esta pantalla. Variará dependiendo de la configuración actual.

Status / Settings / Inlet



3. Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
4. Pulsar More y seleccionar Inlet Mode.
5. Seleccionar Splitless.



6. Introducir los parámetros de Purge Start y Flow. Pulsar OK.
7. Pulsar Prep Run (consultar la página 62) antes de inyectar manualmente una muestra.

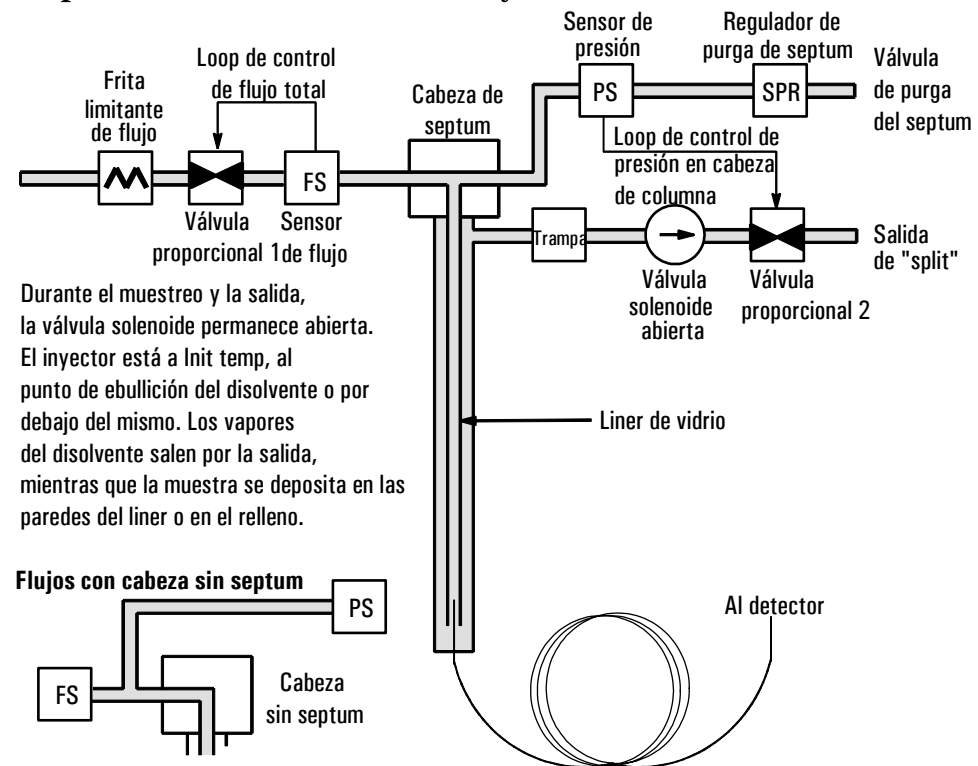
Modo de purga de disolvente

Distribución del flujo

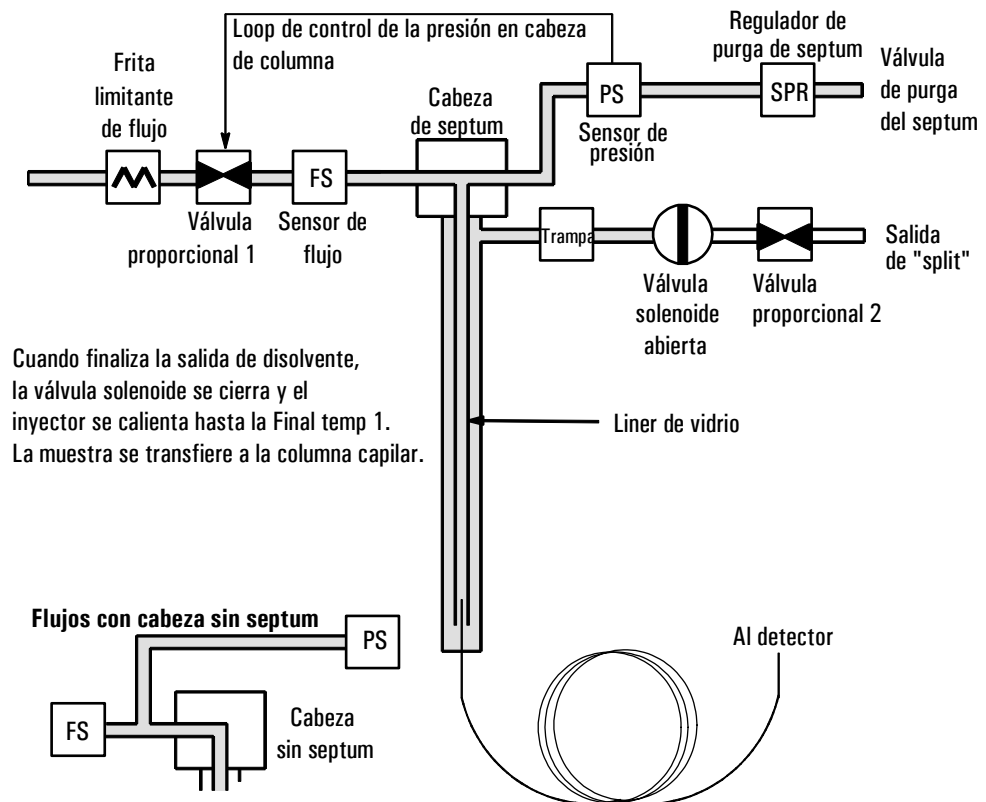
La muestra se inyecta en un inyector frío. Si las condiciones se seleccionan correctamente y la muestra es adecuada, los analitos se depositan en el liner del inyector mientras el disolvente se evapora y elimina. Las inyecciones de gran volumen o múltiples se pueden utilizar para concentrar la muestra en el inyector antes de transferirla a la columna para su análisis.

El gráfico siguiente muestra los flujos con la cabeza de septum. Los flujos con cabeza sin septum son iguales salvo en que el flujo de purga del septum no pasa por la cabeza (inferior izquierda).

Etapas 1. Introducción de muestra y salida



Etapa 2. Transferencia de la muestra



Etapa 3. Purga y limpieza

La válvula solenoide se abre otra vez y el sistema vuelve a la configuración de la Etapa 1 pero con valores diferentes. El inyector PTV se limpia. Pueden utilizarse rampas adicionales para la limpieza térmica del inyector o para reducir la temperatura del inyector después de la transferencia de la muestra. Esto permite alargar la vida del liner.

Consideraciones sobre la temperatura, la presión y el flujo

El modo de purga de disolvente pasa por tres estados distintos de la neumática: la salida, la transferencia de muestra y la purga. La sección de salida permite el ajuste de la presión del inyector y del flujo de purga para optimizar la eliminación de disolvente. El estado de transferencia simula la operación "splitless" tradicional y lleva a los analitos del liner a la columna. El modo de purga permite al usuario preparar el inyector para el próximo análisis.

Un problema fundamental con el modo de purga de disolvente es la posible pérdida de analitos volátiles junto con el disolvente. Hay varias soluciones posibles para esta situación:

- El liner del inyector se puede rellenar con un material de mayor retención, como el Tenax. Esto mejora enormemente la recuperación de analitos volátiles pero puede impactar en la recuperación de materiales con ebullición mayor.
- Parte del disolvente se puede quedar en el liner cuando comience la transferencia de la muestra. El disolvente residual actúa como fase estacionaria y retiene el material volátil, pero a expensas de un pico de disolvente mayor.
- La temperatura del inyector se puede reducir, reduciendo así la presión de vapor de los analitos volátiles, lo que permite recuperaciones mayores.

La eliminación del disolvente se puede acelerar:

- Reduciendo la presión en el inyector durante la introducción de la muestra— el parámetro `Vent pressure`
- Aumentando el flujo a través del inyector— el parámetro `Vent flow`

Mientras todas estas posibilidades hacen más compleja la utilización del PTV, proporcionan una flexibilidad mayor y un potencial nuevo para resolver problemas difíciles.

Secuencia de operaciones

Estos son los pasos de un análisis típico utilizando el modo de purga de disolvente.

Paso		Parámetro	Valor
1	Antes de la inyección	Flujo en la salida de "split"	Flujo de purga o flujo de ahorrador
		Presión del inyector	Derivado del valor de columna
	El sistema está en reposo, con el flujo de purga (o flujo de ahorrador, si está activado) a través del inyector.		
2	Al comienzo de la preparación del análisis	Flujo en la salida de "split"	Valor del flujo de purga
		Presión del inyector	Valor de la presión de purga
	Los valores cambian para preparar la inyección. Cuando el GC está preparado, se inyecta la muestra. Comienzan los tiempos iniciales del programa de temperatura del horno y del inyector. Comienza la salida y la captura de analitos.		
3	Al final de la salida	Flujo en la salida de "split"	Ninguno, válvula solenoide cerrada
		Presión del inyector	Valor de la presión en columna
	Finaliza la salida y comienza la transferencia de analitos mientras el inyector se calienta.		
4	Al inicio de la purga	Flujo en la salida de "split"	Valor del flujo de purga
		Presión del inyector	Valor de la presión en columna
	La transferencia de analitos finaliza y se purga el vapor residual del inyector. Comienza el análisis.		
5	En el momento del ahorrador	Flujo en la salida de "split"	Valor de flujo del ahorrador
		Presión del inyector	Valor de la presión en columna
	El análisis finaliza, el flujo portador se reduce para ahorrar gas (si el ahorrador está activado).		

Puntos importantes

- El flujo a través de la columna es controlado por la presión del inyector. Durante la parte de análisis del proceso, esto se controla por el valor del flujo o la presión o el programa introducido *para la columna*.
- Vent End y Purge Start deben realizarse *antes de Saver time*.
- Vent End debe producirse antes de que el inyector comience a calentarse y liberar analitos.
- Purge Start debe producirse antes de que el horno comience a calentarse y a mover la muestra a través de la columna.

Líneas de tiempo

El tiempo aumenta hacia abajo; el resto de cantidades aumentan hacia la derecha. La [Tabla 12](#) muestra un diagrama con esta relación.

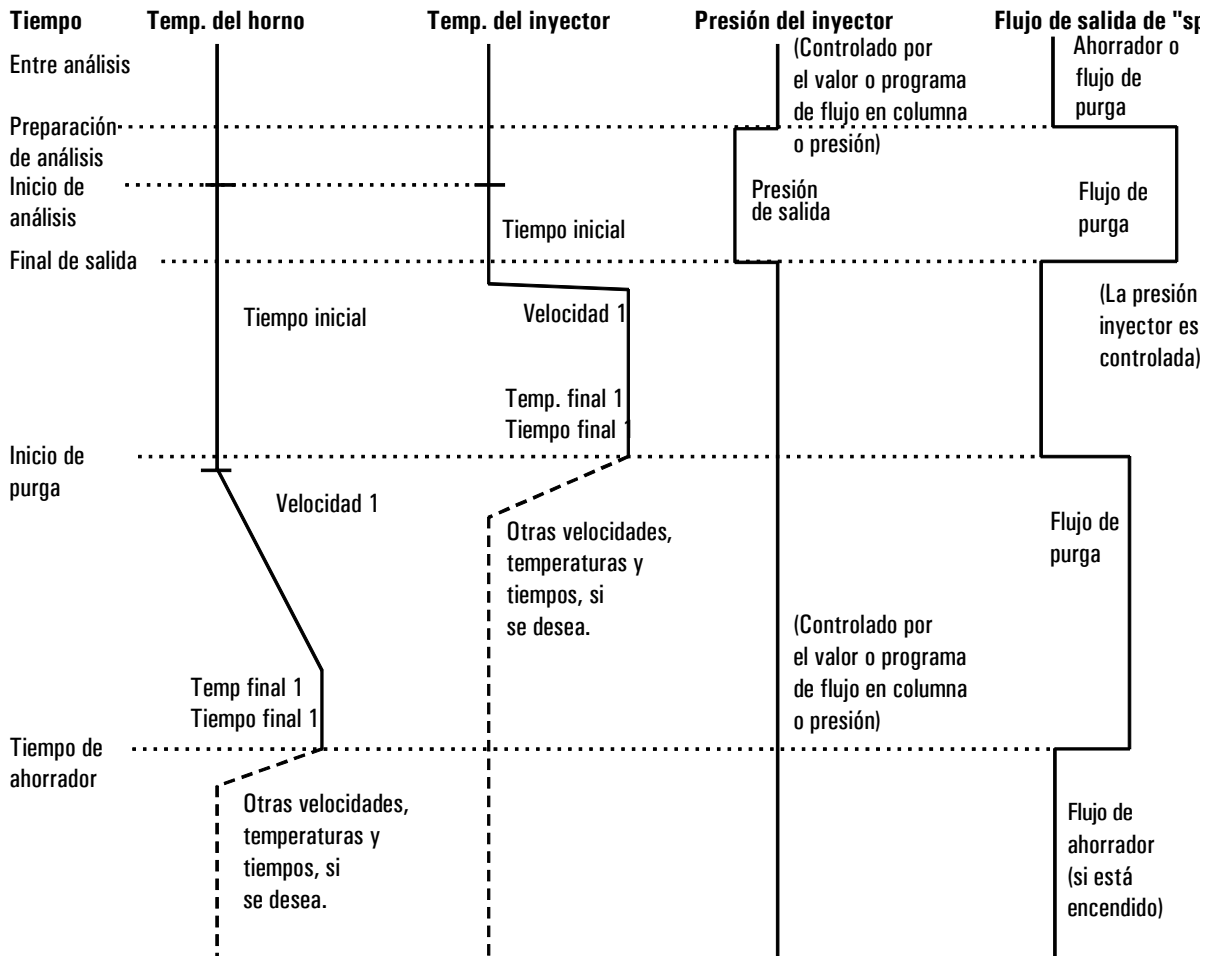


Figura 12. Relaciones de tiempos

¿Cuándo se produce el inicio de análisis?

Los programas de temperatura del horno y del inyector comienzan en el inicio de análisis, Start Run. Todos los tiempos —como el inicio de la purga— se miden desde el inicio de análisis. ¿Cuándo se produce el inicio de análisis?

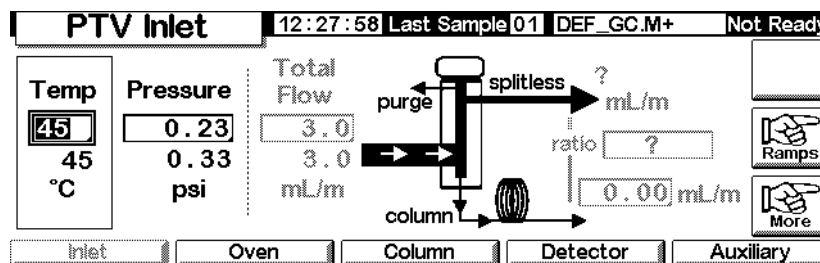
- Cuando la muestra se inyecta manualmente, el inicio de análisis se produce cuando el usuario pulsa la tecla "Start Run".
- Si se realiza una sola inyección por análisis con un inyector automático, el inicio de análisis se produce cuando el portador de la jeringa se desplaza hacia abajo para realizar la inyección.
- Si se realizan inyecciones múltiples por análisis utilizando un inyector automático, el inicio de análisis tiene lugar cuando el portador de la jeringa se mueve hacia abajo para realizar la primera inyección. No hay un inicio de análisis para el resto de las inyecciones.

Estas inyecciones adicionales tardan tiempo. Para permitirlo, ajustar los programas de temperatura del horno y del inyector (principalmente los valores *Start Time* de rampa). También, se deben ajustar los distintos valores de tiempo que controlan el funcionamiento del inyector. Esto se describe de manera más detallada en [Gran volumen de inyección](#) en la página 110.

Uso del modo de purga de disolvente con la columna configurada

1. Comprobar que:
 - la columna está configurada (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34)
 - el gas portador está configurado (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78)
 - el programa de flujo o de presión, si se utiliza, está configurado (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40)
2. Mostrar esta pantalla. Variará dependiendo de la configuración actual.

Status / Settings / Inlet



3. Pulsar More. Seleccionar Inlet Mode.
 - a. Seleccionar Solvent vent del Mode.

PTV Inlet		16:33:14	Last Sample 00	Default+	Not Ready
PTV Inlet Mode					
Mode	Vent Settings		Purge Flow		
<input type="radio"/> Split	Pressure	<input type="text" value="5.00"/> psi	Flow	<input type="text" value="15.00"/> mL/min	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input checked="" type="checkbox"/> OK
<input type="radio"/> Splitless	Vent End	<input type="text" value="0.50"/> min	Flow	<input type="text" value="100.00"/> mL/min	
<input checked="" type="radio"/> Solvent Vent			Purge Start	<input type="text" value="5.00"/> min	

- b. Introducir Pressure, Flow y Vent End de la purga. Vent End debería establecerse en un momento anterior a cualquiera de inicio de rampa.
- c. Introducir Purge Start y Flow. Pulsar OK.
- d. Fijar la temperatura del inyector y las rampas, si fuera necesario.
- e. Si se desea, activar Gas saver y pulsar OK. Asegurarse de que el tiempo se fija *después* de Purge Start

PTV Inlet		13:13:09	Last Sample 00	PTVMAX.M+	Not Ready
Gas Saver					
Mode	Gas Saver				
<input type="radio"/> Normal	Flow	<input type="text" value="20.00"/> mL/min			
<input checked="" type="radio"/> Gas Saver	Time	<input type="text" value="2.00"/> min			
					<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input checked="" type="checkbox"/> OK

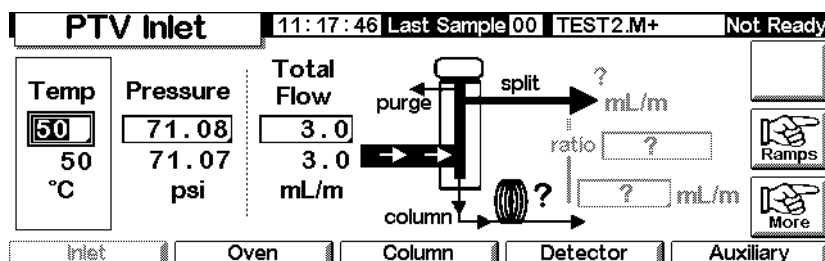
4. Pulsar Prep Run (consultar la página 62) antes de inyectar manualmente una muestra.

Uso del modo de purga de disolvente con la columna sin configurar

1. Comprobar que:
 - la columna no está configurada (consultar [Navegación por las pantallas](#) en la página 8 y [Configuración de la columna](#) en la página 34)
 - el gas portador está configurado (consultar [Configuración del inyector](#) en la página 78)
 - el programa de flujo o de presión, si se utiliza, está configurado (consultar [Programación de flujos o presiones](#) en la página 40)

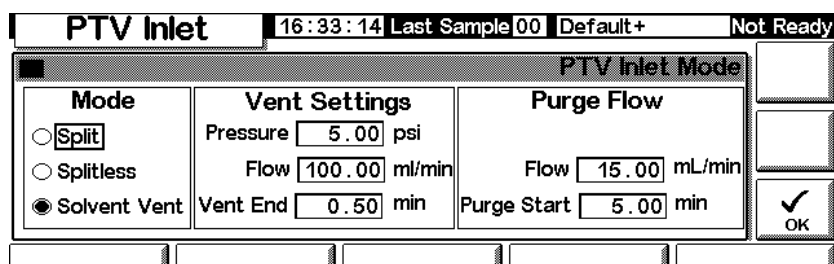
- Mostrar esta pantalla. Variará dependiendo de la configuración actual.

Status / Settings / Inlet



- Pulsar More. Seleccionar Inlet Mode.

- Seleccionar Solvent Vent del Mode.



- Introducir Pressure y Vent End de una purga. Vent End debería establecerse en un momento anterior a cualquiera de inicio de rampa.
 - Introducir Purge Start. Pulsar OK.
 - Fijar la temperatura del inyector y las rampas, si fuera necesario.
- Pulsar Prep Run (consultar la página 62) antes de inyectar manualmente una muestra.

Gran volumen de inyección

Esta función precisa un inyector G2613A o G2880A. También requiere un sistema de datos Agilent:

- GC ChemStation (ver. A.10.01 o superior con el parche 6850)
- Cerity Chemical (ver. 4.07 o posterior).

La mayoría de los inyectores de vaporización están diseñados para inyecciones líquidas con un rango de 1 a 5 µl. Con inyecciones mayores, la nube de vapor creada cuando la muestra se vaporiza puede saturar el inyector y degradar la cromatografía. La [Tabla 17](#) muestra las capacidades líquidas nominales del liner.

Tabla 17. Capacidades del liner

Liner	Capacidad líquida nominal	Inercia
De pantalla abierta	5 μ l	Alta
Relleno con lana de vidrio	25 μ l	Baja, debido a la mayor superficie

En el modo de purga de disolvente, los analitos están térmicamente atrapados en el liner mientras que el disolvente se elimina. Cuando éste se haya eliminado, el liner se puede utilizar para otra inyección. La inyección se puede repetir varias veces para concentrar los analitos de una muestra grande. Después de la inyección y la eliminación del disolvente, los analitos se transfieren a la columna. Esto puede sustituir la necesidad de concentración fuera de línea y minimizar la pérdida de muestra.

Los parámetros de control que se especifican son:

- El volumen total de la jeringa (de 0,1 a 100 μ l; el valor por defecto es 10 μ l).
- Si el dispositivo de muestreo debe hacer inyecciones múltiples en el inyector por cada análisis según el resto de los parámetros (individual o múltiple; el valor por defecto es individual). Para múltiple, sólo emite un comando "Start Run" en la primera inyección. Para individual, emite un comando Start Run para cada análisis.
- La cantidad que se debe inyectar, especificada como el producto de X (cantidad de inyección en μ l) por Y (el número de inyecciones que se deben hacer). [X : 0,1 a 0,5 multiplicado por el volumen de la jeringa; Y : 1 a 100; los valores por defecto son 0,1 x el volumen de la jeringa (para X) y 1 (para Y)].
- El tiempo de pausa, en segundos, entre inyecciones. Se añade al tiempo mínimo del ciclo del hardware (de 0 a 100; el valor por defecto es 0).
- El número de veces que la jeringa se lava con disolvente y/o muestra *antes de la primera inyección*. En una inyección múltiple, no se realizan lavados antes del resto de inyecciones (de 0 a 15, el valor predeterminado es 0).
- El número de veces que la jeringa se lava con disolvente *después de la última inyección*. En una inyección múltiple, no se realiza ningún lavado después de las demás inyecciones (de 0 a 15; el valor por defecto es 0).
- El número de veces que se bombea el émbolo de la jeringa antes de tomar la muestra medida. Los bombeos se realizan únicamente antes de la primera inyección de un grupo de inyección múltiple (de 0 a 15; el valor por defecto es 0).

Valores calculados

El software calcula y muestra:

- El producto de X (volumen por inyección) por Y (inyecciones por análisis).
- El tiempo total aproximado, en minutos, para realizar una serie de inyecciones múltiples según los parámetros introducidos y el tiempo del ciclo mecánico del dispositivo de muestreo. Incluye el retardo entre inyecciones, los tiempos de espera previos y posteriores a la inyección y los retrasos de viscosidad.

Ejemplo

Estos valores se utilizaron en una muestra con un amplio rango de puntos de ebullición.

Parámetros generales

Nombre	Valor
Muestra	Hidrocarburos C ₁₀ a C ₄₄ en hexano
Modo	Salida de disolvente
Liner del PTV	Relleno con lana de vidrio
Volumen de inyección	Una inyección de 10,0 µl (jeringa de 25 µl)
Velocidad de inyección	Rápida
Columna	30 m x 320 µm x 0,25 µm HP5, Ref. 19091J-413E
Flujo en columna	Flujo constante de 4 ml/min

Parámetros del inyector

Nombre	Valor	Nombre	Valor
Temp. inicial	40°C	Velocidad 2 (off)	
Tiempo inicial	0,3 min	Presión	15,6 psig
Velocidad 1	720°C/min	Presión de purga	0,0 psig
Temp final 1	375°C	Flujo de purga	100 ml/min
Tiempo final 1	5 min	Final de salida	0,2 min
Velocidad 2	100°C/min	Inicio de purga	2,0 min
Temp final 2	250°C	Flujo de purga	50 ml/min
Tiempo final 2	0 min		

Parámetros del horno

Nombre	Valor
Temp. inicial	40°C
Tiempo inicial	2,5 min
Velocidad 1	25°C/min
Temp final 1	320°C
Tiempo final 1	10,0 min
Velocidad 2 (off)	

Parámetros del detector

Nombre	Valor
Detector	FID
Temp. del detector	400°C
Flujo de hidrógeno	40 ml/min
Flujo de aire	450 ml/min
Auxiliar (N ₂)	45 ml/min

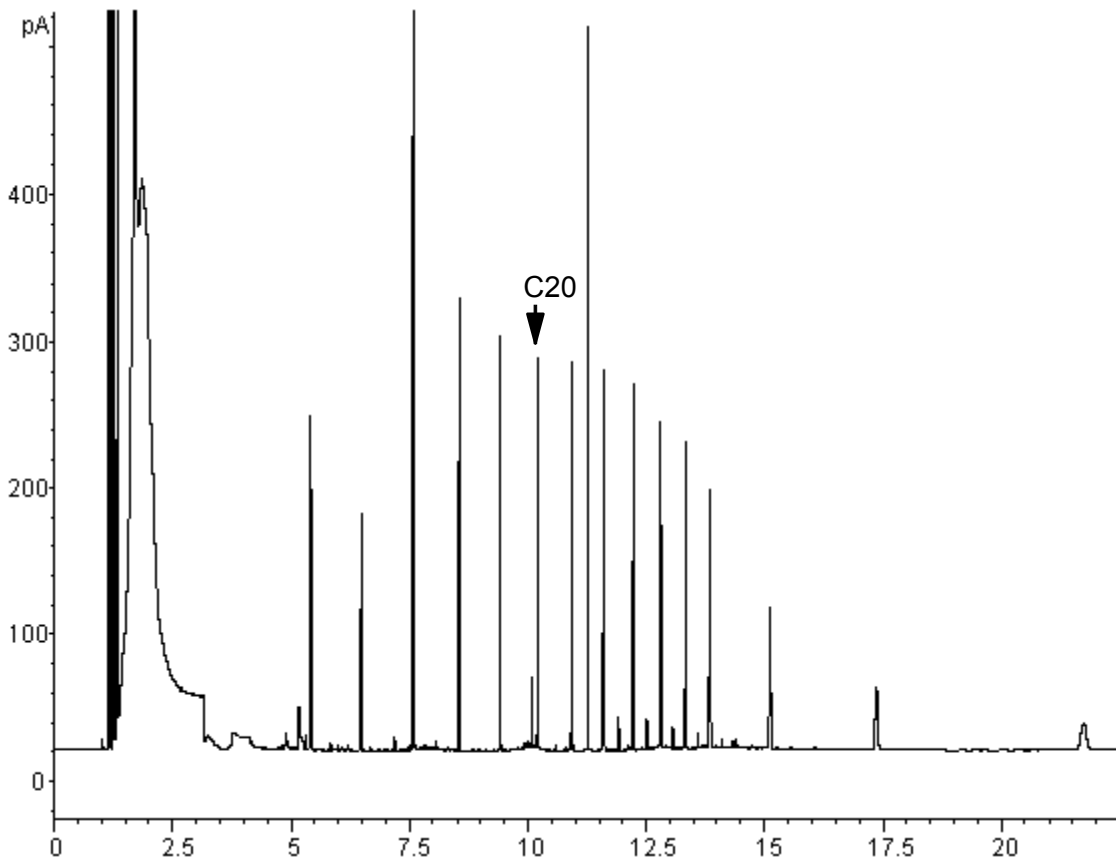


Figura 13. Cromatograma de una inyección de 10 µl

Los resultados que se muestran en la [Figura 13](#) se compararon con un análisis "splitless" de la misma muestra, que debería producir un 100% de recuperación de todos los analitos. Los datos mostraron que, bajo estas condiciones, los compuestos por encima de C₂₀ se recuperaron completamente y que la recuperación era independiente del tamaño de la inyección ; los compuestos menores a C₂₀ se perdieron parcialmente con la salida del disolvente.

Ajustes posibles

Dependiendo de lo que se esté intentando realizar, hay varios ajustes disponibles.

Para eliminar más disolvente

- Aumentar la finalización de salida, el tiempo inicial del inyector y el inicio de purga. Esto no afectará a los analitos que estén atrapados cuantitativamente pero eliminará más pico de disolvente.
- Aumentar el flujo de purga para limpiar el liner más rápidamente con el mismo tiempo del inyector. Al incrementar el flujo de purga, la presión de purga aumenta si está fijada en 0. Esto coloca más disolvente en la columna.
- Elevar la temperatura inicial del inyector para vaporizar más disolvente y permitir eliminar mayor cantidad. Esto también incrementa la pérdida de analitos volátiles ya que sus presiones de vapor también aumentan.

Para mejorar la recuperación de los analitos de ebullición baja

- Reducir la temperatura del inyector para disminuir la presión de vapor de los analitos y atraparlos con mayor efectividad. Esto también reduce la presión del vapor y se necesitará más tiempo para eliminarlo.
- Utilizar un relleno de retención en el liner. Materiales como el Tenax permiten una mayor recuperación de los analitos volátiles pero no liberan componentes de ebullición mayor. Esto se debe considerar si se desea cuantificar estos picos de alta ebullición.
- Dejar más disolvente en el liner. El disolvente actúa como fase pseudoestacionaria y ayuda a retener los analitos volátiles. Esto debe estar en equilibrio con la tolerancia del detector para el disolvente.

Ejemplo— continuación

El ejemplo de inyección individual mostrado en las páginas anteriores deja claro que una inyección de 10- μ l no satura el liner relleno con lana de vidrio. Esto significa que se pueden realizar inyecciones múltiples de 10- μ l.

Se decidió realizar 10 inyecciones por análisis, cada una de 10- μ l. Esto podría incrementar sustancialmente la sensibilidad de los análisis. No se realizaron ajustes para mejorar la recuperación de los compuestos de ebullición baja, ya que el propósito de este análisis era detectar y medir los componentes de ebullición alta.

La ChemStation estimó que 10 inyecciones requerirían en total 1,3 minutos. Se realizaron los siguientes cambios en los tiempos:

Parámetro	Aumento desde	A
Tiempo inicial del inyector	0,3 minutos	1,6 minutos
Final de salida	0,2 minutos	1,5 minutos
Inicio de purga	2,0 minutos	3,0 minutos
Tiempo inicial del horno	2,5 minutos	3,0 minutos

El resultado se muestra en la [Figura 14](#).

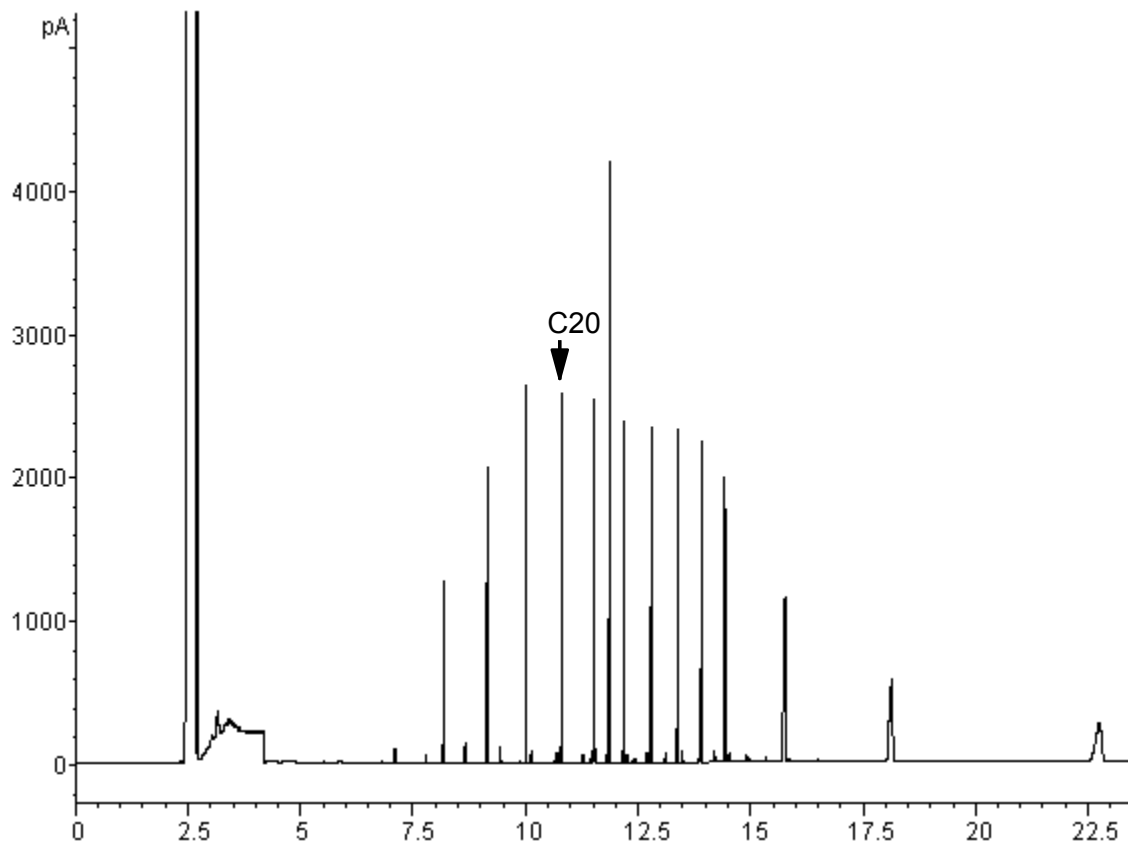


Figura 14. Cromatograma de diez inyecciones de 10 μ l

Inyector "On-Column" refrigerado

Utilización del inyector "On-Column" refrigerado

Advertencia Este inyector introduce muestra líquida directamente en una columna capilar. Para hacerlo, el inyector y el horno deben estar fríos mientras se desarrolla la inyección (a la temperatura del punto de ebullición del disolvente o por debajo). Debido a que la muestra no se evapora inmediatamente en el inyector, los problemas derivados de la discriminación y de la alteración de la muestra se minimizan. Si se realiza correctamente, la inyección "on-column" también proporciona resultados exactos y de alta precisión.

Puede trabajar con el inyector en el modo de seguimiento de horno, donde la temperatura del inyector sigue a la del horno de la columna, o programar hasta tres rampas de temperatura. Existe también una opción de refrigeración criogénica que emplea CO₂ líquido para alcanzar temperaturas inferiores a la ambiental.

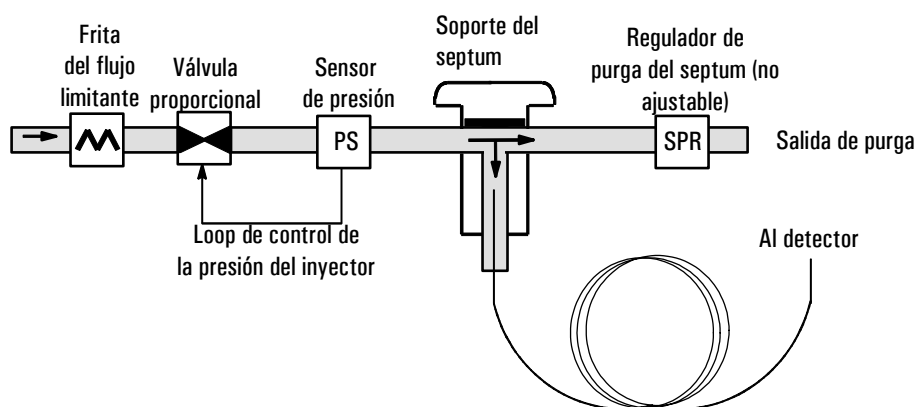


Figura 15. Inyector capilar "on-column" refrigerado con control EPC

Temperatura del inyector

CryoBlast (opcional)

El CryoBlast acorta el tiempo del ciclo entre análisis. Con una válvula criogénica de CO₂ y la función CryoBlast, se puede enfriar el inyector hasta -17 °C en el modo de seguimiento de horno y -20°C en los modos de programa de temperatura.

Modo de seguimiento de horno

En el modo *Track oven* (seguimiento de horno), la temperatura del inyector se mantiene 3 °C por encima de la temperatura del horno durante todo el programa del horno. No se puede introducir un valor de temperatura—se establece automáticamente. Con CryoBlast, el inyector consigue temperaturas de horno de -17 °C; sin CryoBlast, el límite inferior se fija por la temperatura ambiente.

Modo de programación de temperatura

En este modo, se pueden introducir hasta tres rampas de temperatura de modo que el inyector y el horno funcionen independientemente.

A estas temperaturas de horno tan bajas, la temperatura del inyector debería ser de, por lo menos, 20 °C más que la del horno. Esta será más que suficiente para el enfoque de disolvente.

A temperaturas superiores que la ambiente, el inyector debería estar siempre, por lo menos, 3°C más caliente que el horno para el control adecuado de la temperatura del inyector.

El programa de temperatura del horno controla el análisis. Si es más largo que el programa de temperatura del inyector, éste se mantendrá a su temperatura final hasta que el programa del horno (y el análisis) finalice.

Rango de valores

La tabla siguiente muestra los rangos de valores para los parámetros del inyector.

Temperatura	Rango de valores permitidos
Seguimiento de horno	3 °C por encima de la temperatura del horno hasta un máximo de 375 °C. Si dispone de CryoBlast, el inyector puede mantener temperaturas inferiores a -17 °C, aunque los valores permitidos del horno son -60 °C.
Temperatura en rampa <i>sin</i> CryoBlast	Temperatura ambiente hasta 375 °C
Temperatura en rampa <i>con</i> CryoBlast	-20 °C a 375 °C

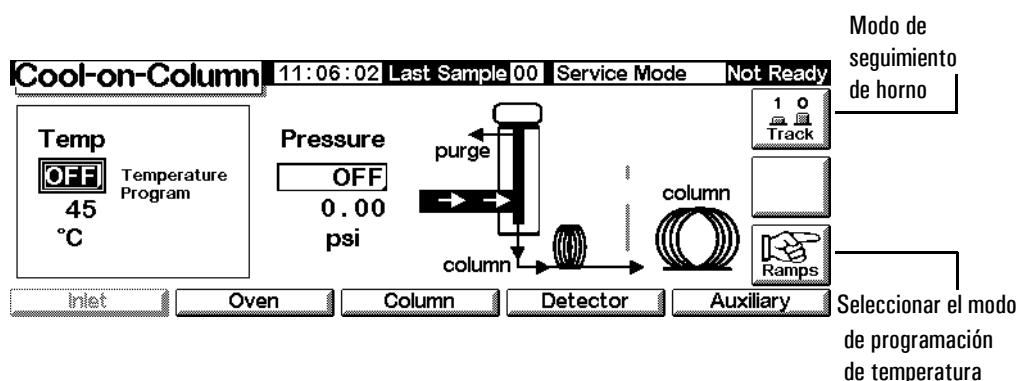
Funcionamiento del inyector "on-column" refrigerado

Comprobar que hay instaladas una columna, un inserto adecuado y una tuerca del septum o torre de refrigeración. Asegurarse de que se está utilizando una aguja que se ajuste a la columna.

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están correctamente configurados. Consultar [Control de presión y flujo](#) en la página 32.

La presión se puede fijar desde la tabla de la columna y la del inyector. En el modo de flujo constante o en rampas, la presión estará determinada por los requisitos de flujo. Es mejor fijar solamente el flujo.

2. Pulsar Inlet.



3. Elegir el modo de temperatura
 - Pulsar **Track** para utilizar el modo de seguimiento de horno.
 - Pulsar **Ramps** para definir la rampa de temperatura. Programar las rampas de manera similar a las rampas del horno. Consultar [Programación de la temperatura](#) en la página 147.
4. Introducir la temperatura inicial (sólo para la programación de temperatura)
5. Introducir la presión del inyector o el valor de flujo que se desee.
6. Inyectar una muestra.

Detector de conductividad térmica

Uso del hidrógeno

Advertencia

Cuando se usa hidrógeno (H_2) como gas portador o gas fuel, advertir que el gas hidrógeno puede entrar dentro del horno y provocar riesgo de explosión. Por ello, asegurarse de que la fuente está en off hasta que se hayan hecho todas las conexiones y que los adaptadores de columna del detector y del inyector están o conectados a una columna o tapados en todo momento mientras se suministra el hidrógeno gas al instrumento.

Advertencia

El hidrógeno es inflamable. Las fugas, si ocurren en un espacio cerrado, pueden provocar fuego o una explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno, comprobar las fugas en las conexiones, líneas y válvulas antes de operar. Cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar en el instrumento.

Condiciones de funcionamiento

El detector no funcionará si:

- el filamento está roto o cortado
- el flujo del gas de referencia está fijado en menos de 5 ml/min

Parámetros TCD

Utilizar el mismo gas para gas de referencia, auxiliar y portador. Configurar el inyector y el detector en concordancia. Consultar la [Tabla 19](#) para un flujo de gas máximo.

Utilizar la [Tabla 18](#) para seleccionar temperaturas y flujos para el TCD. Utilizar la [Figura 16](#) y la [Figura 17](#) para encontrar las presiones mínimas en la fuente.

Tabla 18. Temperaturas y velocidades del flujo recomendadas

Tipo de gas	Rango de flujo
Gas portador (hidrógeno, helio, nitrógeno)	Columna empaquetada: 10–60 mL/min Columna capilar: 1–5 mL/min
Referencia (tipo de gas igual al portador)	15–60 mL/min Consultar la Figura 16 para seleccionar un valor
Auxiliar para capilares (tipo de gas igual al portador)	Columna empaquetada: 2–3 mL/min Columna capilar: 5–15 mL/min
Temperatura del detector	
Si < 150°C, no se puede activar el filamento.	
La temperatura del detector debe ser de 30°C a 50°C por encima de la rampa de temperatura del horno más elevada.	

Tabla 19. Flujos máximos de gases

Gas	Flujo máximo, ml/min	
	Gas referencia	Gas auxiliar
Nitrógeno	100	12
Helio	100	12
Hidrógeno	100	12
Argón	100	12

Utilizar la [Figura 16](#) para seleccionar un valor para la velocidad del flujo de gas de referencia para columnas capilares y empaquetadas. Una relación de $\pm 0,25$ respecto a la del gráfico es adecuada. Por ejemplo, para una columna combinada y un flujo del gas auxiliar de 30 ml/min, su velocidad del flujo del gas de referencia debería ser de 1,5 a 2,0 veces mayor, o de 45 a 60 ml/min.

Si se utilizan columnas empaquetadas, se recomienda un flujo de gas auxiliar bajo (de 2 a 3 mL/min) para obtener las mejores formas de pico.

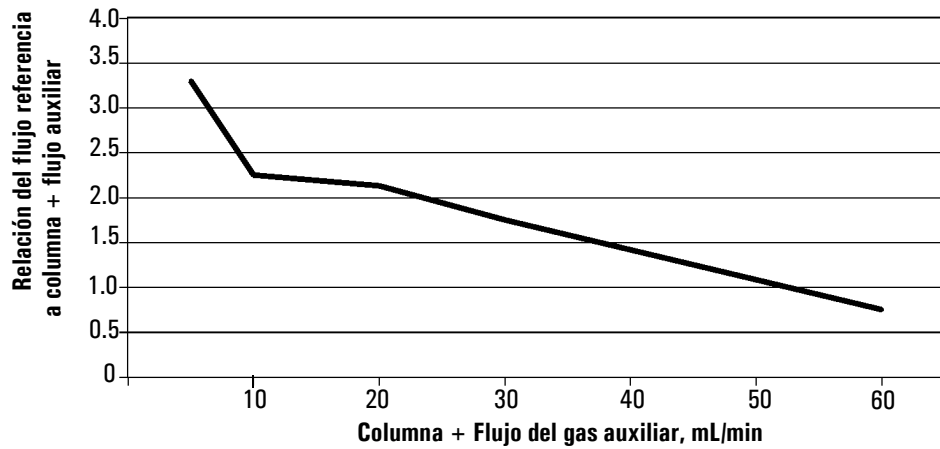
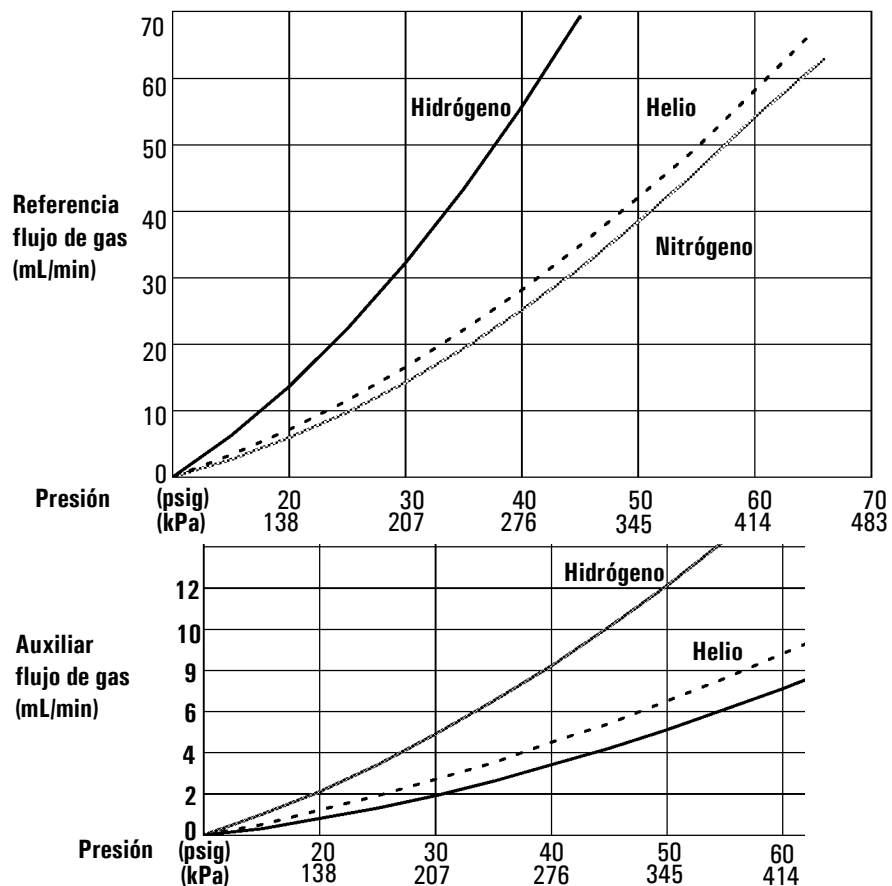


Figura 16. Selección del flujo de gas de referencia



* Las presiones tienen en cuenta la caída de presión en el módulo de la neumática.

Figura 17. Relaciones habituales de flujo/presión en la fuente, gases de referencia y auxiliares a 25°C y 1 atmósfera de presión

Gas auxiliar

El gas auxiliar se introduce en el detector cerca del final de la columna. Acelera la muestra de manera que la separación conseguida en la columna no se pierde por remezcla en el detector. Con las columnas empaquetadas no hace falta gas auxiliar.

Si la columna capilar *no está configurada*, el flujo auxiliar es constante. Consultar [Configuración de la columna](#) en la página 34 para ver cómo se configura una columna.

Si la columna capilar está *configurada*, se puede elegir entre dos modos de gas auxiliar.

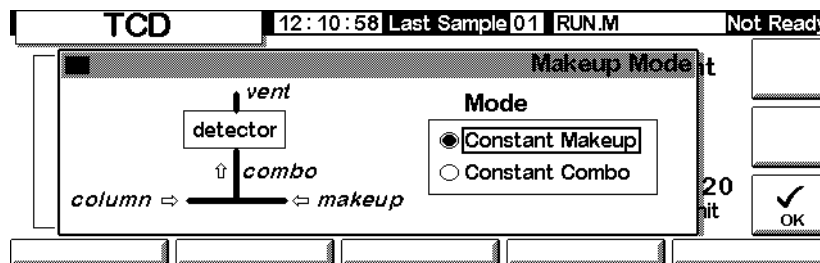
Selección de un modo de gas auxiliar

El modo Constant Makeup proporciona un flujo constante de gas auxiliar al detector.

El modo Constant Combo proporciona un flujo variable de gas auxiliar al detector. A medida que cambia el flujo, el flujo de auxiliar se ajusta para proporcionar un flujo combinado constante al detector.

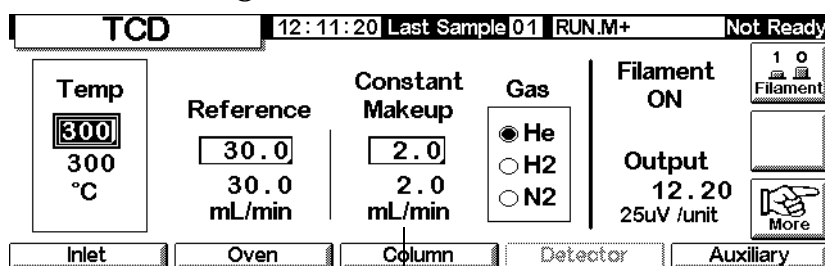
Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



Seleccionar un modo auxiliar y pulsar OK.

Status / Settings / Detector



Flujo de gas auxiliar

Fijar el flujo de gas auxiliar

La pantalla del detector refleja ahora la elección del modo de gas auxiliar. Introducir el flujo Constant Makeup o el flujo Constant Combo.

Polaridad

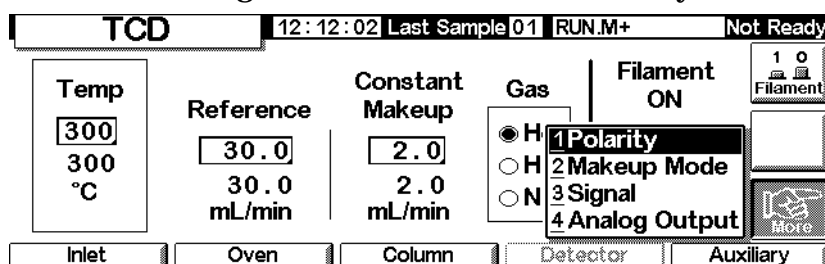
Los intentos de analizar helio e hidrógeno utilizando nitrógeno o argón como gas portador da lugar a picos negativos. Mientras algunos sistemas GC pueden integrar picos negativos, una solución mejor es invertir esa región de la señal y procesar los picos positivos resultantes.

La inversión de la señal generalmente se hace utilizando los datos de la tabla de análisis (consultar [Tabla de Análisis \(Run Table\)](#) en la página 53), pero puede hacerse manualmente como se muestra aquí.

Invertir la señal del detector

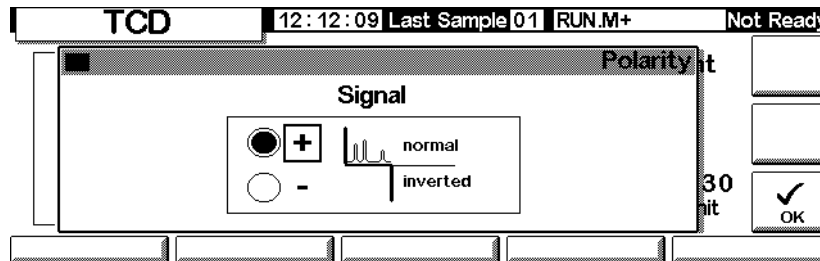
1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Polarity



2. Pulsar Enter para mostrar la siguiente pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Polarity / Enter



3. Seleccionar señal normal o invertida.

Análisis de hidrógeno

El hidrógeno es el único elemento con una conductividad térmica mayor que el helio y pequeñas cantidades de hidrógeno (<20%) en helio, a temperaturas moderadas, tienen conductividades térmicas menores que las de cada componente solo. Si se está utilizando helio como gas portador, un pico de hidrógeno puede aparecer como positivo, negativo o como un pico dividido.

Hay dos soluciones a este problema:

- Usar nitrógeno o argón como gas portador. Esto elimina problemas inherentes con el uso de helio como portador, pero reduce la sensibilidad para otros componentes diferentes del hidrógeno.
- Operar con el detector a temperaturas altas—de 200°C a 300°C

Para encontrar una adecuada temperatura de operación, analizar un rango conocido de concentraciones de hidrógeno, elevando la temperatura del detector hasta que el pico de hidrógeno muestre una forma normal y siempre en la misma dirección (negativo en relación a la respuesta al aire o al propano) para todas las concentraciones.

Como los picos de hidrógeno son negativos, se debe utilizar inversión de la señal a tiempos apropiados, durante el análisis.

Selección de la señal

Se pueden seleccionar varios tipos de señal como señal de salida. El tipo de señal seleccionada se encuentra disponible como el conector SIG en el panel trasero para procesar mediante un integrador, un registrador u otro dispositivo externo. La señal seleccionada sale también digitalmente mediante el conector RS-232 y una tarjeta de comunicación LAN opcional.

Selección de la señal de salida

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Signal

The screenshot shows the TCD control panel with the following settings and menu options:

- Temp:** 300, 300 °C
- Reference:** 30.0, 30.0 mL/min
- Constant Makeup:** 2.0, 2.0 mL/min
- Gas:** H (selected), H, N
- Filament:** ON
- Signal Menu:**
 - 1 Polarity
 - 2 Makeup Mode
 - 3 Signal (highlighted)
 - 4 Analog Output
- Buttons:** Inlet, Oven, Column, Detector, Auxiliary
- Status:** TCD, 12:12:43 Last Sample 01 RUN.M+, Not Ready

2. Pulsar Enter para mostrar la siguiente pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter

The screenshot shows the TCD control panel with the 'Signal' menu open. The settings are:

- Signal Menu:**
 - Detector (selected)
 - Column Comp
 - Detector-Column Comp
 - Test Chromatogram
 - Other
- Zero:** 0.0
- Signal:** 0.00
- PW:** 0.01 min, 20 Hz
- Buttons:** ZERO, OK
- Status:** TCD, 13:34:16 Last Sample 00 Default+, Not Ready

3. Seleccionar una de las cuatro señales de la lista.
 - *Detector*— la señal sin procesar producida por el detector.
 - *Column Comp*— el perfil almacenado de compensación de columna para este detector.
 - *Detector - Column Comp*— el resultado de sustraer el perfil de compensación de columna de la señal del detector
 - *Test Chromatogram*— se almacena en el instrumento. Proporciona una señal reproducible para testar equipos externos de procesamiento de señal.

El tipo de señal se puede cambiar a otros tipos mediante la ChemStation o Cerity Chemical.

Llevar a cero la señal

- Introducir un valor en el campo Zero. El valor se sustrae de todos los valores de señal futuros.
-
- Dejar el campo Zero en blanco, pulsar entonces la tecla Zero. El GC guarda el valor de la señal y lo sustrae de todos los valores de señales futuras.

La ventana de anchura de pico (PW)

En esta ventana se muestra la anchura de pico óptima para la velocidad de datos de señales digitales mostrada.

Salida analógica

Para escalar una señal para que se ajuste a un registrador:

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Analog Output

2. Pulsar Enter para mostrar la siguiente pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Analog Output / Enter

Output	Attn	Range
0-1mV	0	0
0-1V, 0-10V	0	0

Fast Peaks
Not For TCD

3. Introducir valores apropiados para la señal de salida. Tanto Range como Attenuation son escaladores binarios (potencias de 2). Un cambio de 1 unidad en cualquier dirección altera la señal en un factor de 2.
 - *Range* escala la señal disponible mediante las tres salidas analógicas.
 - *Attenuation* escala sólo la salida 0-1 mV.

Los picos rápidos no se pueden utilizar con TCD.

Uso del TCD

Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector

TCD		12:14:16 Last Sample 01 RUN.M+		Not Ready	
Temp <input type="checkbox"/> OFF 300 °C	Reference <input type="checkbox"/> OFF 0.4 mL/min	Constant Makeup 2.0 2.0 mL/min	Gas <input checked="" type="radio"/> He <input type="radio"/> H2 <input type="radio"/> N2	Filament OFF	Signal 0.00 25uV /unit
Inlet	Oven	Column	Detector	Auxiliary	More

1. Establecer temp en el detector (consultar [Temperaturas y velocidades del flujo recomendadas](#) en la página 121). Evitar temperaturas por encima del límite de la columna porque parte de la columna entra dentro del bloque del detector.
2. Introducir un valor para el flujo de gas de referencia, Reference (consultar la [Figura 16](#) para seleccionar el flujo de gas de referencia).
3. Comprobar que el tipo de gas auxiliar es el mismo que el que está conectado al instrumento
 - Si la columna capilar *no está configurada*, introducir una velocidad del flujo de gas auxiliar constante
 - Si la columna capilar *está configurada*, seleccionar un modo auxiliar y una velocidad del flujo (consultar [Gas auxiliar](#) en la página 123)
 - Si se utiliza una columna empaquetada, se debe cerrar la salida del gas auxiliar o establecer una velocidad de flujo baja, de 2 a 3 mL/min.
4. Activar el filamento. Dejar 30 minutos de estabilización térmica.
5. Si es necesario, utilizar la inversión de señales (consultar [Polaridad](#) en la página 124) para invertir los picos negativos. Cuando una muestra contiene componentes que dan tanto picos positivos como negativos, se pueden utilizar los eventos de la tabla de análisis para activar y desactivar la inversión de señales durante el análisis.

Detector de ionización de llama

Uso del hidrógeno

Advertencia

Cuando se usa hidrógeno (H₂) como gas portador o gas fuel, hay que tener en cuenta que el gas hidrógeno puede entrar dentro del horno y provocar un riesgo de explosión. Por ello, asegurarse de que la fuente esta en off hasta que se hayan hecho todas las conexiones y que los adaptadores de columna del detector y del inyector están o conectados a una columna o tapados en todo momento mientras se suministra el hidrógeno gas al instrumento.

Advertencia

El hidrógeno es inflamable. Las fugas, si ocurren en un espacio cerrado, pueden provocar fuego o explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno, comprobar las fugas en las conexiones, líneas y válvulas antes de operar. Cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar en el instrumento.

Notas sobre el funcionamiento del detector

El detector no funcionará si:

- El flujo de aire o hidrógeno se fija en Off ó a 0.0
- La llama no se enciende.

Parada del detector

Si el GC apaga un gas del detector debido a fallos en la neumática o la ignición, también apaga todas las funciones del detector excepto el calefactor y el flujo de gas auxiliar.

Jets

El detector se entrega con un jet de columna capilar. Si está realizando destilación simulada o análisis a alta temperatura, o si está utilizando una columna empaquetada, debe cambiarse el jet. Consulte la [Tabla 20](#).

Tabla 20. Jets para el FID

Tipo de jet	Nº de parte	D.I. jet
Capilar	19244-80560	0.29 mm (0.011 pulgadas)
Empaquetada	18710-20119	0.47 mm (0,018 pulgadas)
Empaquetada de diámetro ancho <i>(uso en aplicaciones de alto sangrado)</i>	18789-80070	0.030 pulgadas
Alta temperatura <i>(uso en destilación simulada)</i>	19244-80620	0.47 mm (0,018 pulgadas)

Electrómetro

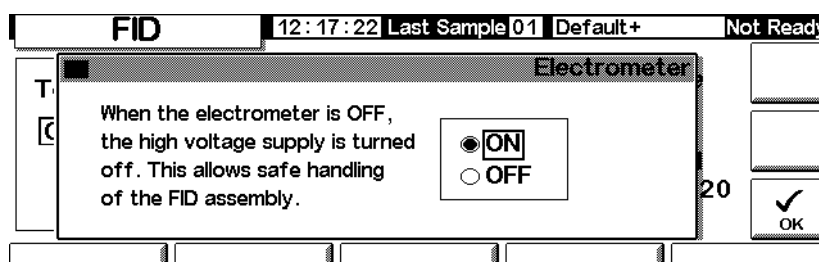
El electrómetro amplifica la corriente cuando la muestra se quema. No es necesario encender o apagar el electrómetro cuando se trabaja con el FID. Sólo es necesario apagar el electrómetro cuando se limpia el detector. Si no, dejarlo encendido.

Precaución No apagar el electrómetro durante un análisis. Cancelará la salida del detector.

Activar o desactivar el electrómetro

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Electrometer / Enter



2. Poner el electrómetro en ON u OFF utilizando las teclas de flecha. Pulsar OK.

Gas auxiliar

El gas auxiliar se introduce en el detector cerca del final de la columna. Acelera la muestra de manera que la separación conseguida en la columna no se pierde por remezcla en el detector.

Modo de gas auxiliar

Si la columna *no está configurada*, el flujo de gas es constante (consultar [Configuración de la columna](#) en la página 34 para ver cómo configurar una columna).

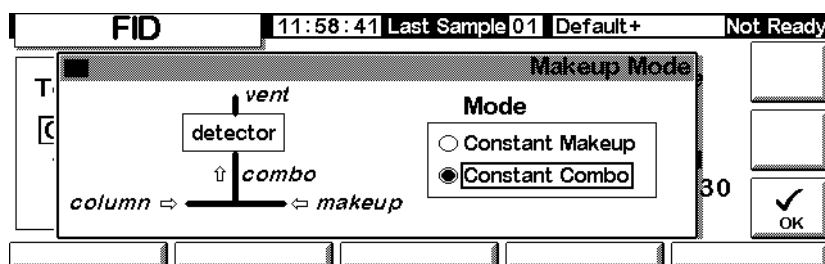
Si la columna está *configurada*, se puede elegir entre dos modos de gas auxiliar.

- El modo **Const Makeup** proporciona un flujo constante de gas auxiliar al detector.
- El modo **Constant Combo** proporciona un flujo variable de gas auxiliar al detector. A medida que cambia el flujo, el flujo de auxiliar se ajusta para proporcionar un flujo combinado constante al detector.

Selección de un modo de gas auxiliar

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



2. Seleccionar Constant Makeup o Constant Combo. Pulsar OK para volver a la pantalla FID.

Status / Settings / Detector

FID		13:34:47	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Temp <input type="checkbox"/> OFF 26 °C	Flame Gases		Constant Makeup <input type="checkbox"/> OFF 0.0 mL/min	Gas <input type="radio"/> He <input type="radio"/> H2 <input checked="" type="radio"/> N2	Flame OFF
	<input type="checkbox"/> OFF	<input type="checkbox"/> OFF			
Inlet	Oven	Column	Detector	Auxiliary	More

Valor del flujo

3. Introducir el valor del flujo y pulsar enter.
4. Pulsar Esc para volver a la pantalla anterior.

Fijar el flujo de gas auxiliar

La pantalla del detector refleja ahora la elección del modo de gas auxiliar. Introducir el flujo Constant Makeup o el flujo Constant Combo.

Selección de la señal

Se pueden seleccionar varios tipos de señal como señal de salida. El tipo de señal seleccionada se encuentra disponible como el conector SIG en el panel trasero para procesar mediante un integrador, un registrador u otro dispositivo externo. La señal seleccionada también sale digitalmente mediante el conector RS-232 y una tarjeta de comunicación LAN opcional.

Selección de la señal de salida

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter

Signal	
<input type="radio"/> Detector	Zero <input type="checkbox"/> OFF
<input type="radio"/> Column Comp	Signal <input type="text" value="0.00"/>
<input type="radio"/> Detector-Column Comp	PW <input type="text" value="0.01 min"/> <input type="text" value="20 Hz"/>
<input checked="" type="radio"/> Test Chromatogram	
<input type="radio"/> Other 10	

2. Seleccionar una de las cuatro señales de la lista.
 - *Detector*— la señal producida por el detector.
 - *Column Comp*— el perfil de compensación de columna almacenado (consultar [Compensación de la columna](#) en la página 150).
 - *Detector - Column Comp*— el resultado de sustraer el perfil de compensación de columna de la señal del detector.
 - *Test Chromatogram*— se almacena en el instrumento. Proporciona una señal reproducible para testar equipos externos de procesamiento de señal.

Signal type se puede cambiar a otros tipos mediante la ChemStation o Cerity Chemical.

3. Pulsar OK.

Llevar a cero la señal

- Introducir un valor en el campo *Zero*. El valor se sustrae de todos los valores de señales futuras. A continuación, pulsar OK.

O
- Dejar el campo *Zero* en blanco, pulsar entonces la tecla *Zero*. El GC guarda el valor de la señal y lo sustrae de todos los valores de señales futuras. A continuación, pulsar OK.

La ventana de anchura de pico (Peak Width)

Esta ventana muestra la velocidad de datos de señales digitales.

Salida analógica

Estos controles escalan una señal para que se ajuste a un registrador.

Ajustar la señal de salida

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Analog Output / Enter

Analog Output			
Output	Attn	Range	
0-1mV	0		<input type="checkbox"/> Fast Peaks
0-1V, 0-10V	0	0	Not For TCD

2. Introducir valores apropiados para la señal de salida. Tanto Range como Attenuation son escalas binarias (potencias de 2). Un cambio de 1 unidad en cualquier dirección altera la señal en un factor de 2.
 - *Range* escala todas las tres salidas analógicas
 - *Attenuation* escala sólo la salida 0-1 mV
3. Si se desea, puede seleccionarse la función Fast Peaks. Fast Peaks permite la detección de picos tan estrechos como 0,004 minutos, mientras la anchura mínima de la velocidad estándar es 0,01 minutos. Para utilizar la función Fast Peaks, el integrador debe ser suficientemente rápido (al menos una anchura de banda de 15 Hz) para procesar los datos que vienen del GC.
4. Pulsar OK.

Reencendido automático—Lit Offset (señal mínima)

Lit Offset es la diferencia esperada entre la salida FID con la llama encendida y la salida con la llama en off. Si la salida cae por debajo de este valor, el FID asume que la llama está apagada e intenta reencender varias veces. Si la salida no se incrementa por lo menos mediante el Lit Offset, el detector apaga todas las funciones excepto la temperatura y el flujo de gas auxiliar.

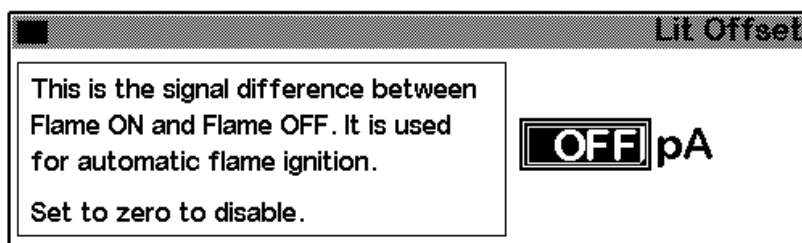
El valor por defecto de `Lit Offset` es de 2.0 picoamps. Este valor es bueno, excepto para gases y sistemas muy limpios. Debería cambiarse este valor si:

- el detector está intentando el reencendido cuando la llama aún está encendida, por lo que se produce una parada
- el detector no está intentando el reencendido cuando la llama está apagada

Ajustar el Lit Offset

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector More / Lit Offset / Enter



2. Ajustar el valor según se indicaba en la discusión anterior. Si se introduce cero, el contenido del cuadro cambia a `Off`. Pulsar `OK`.

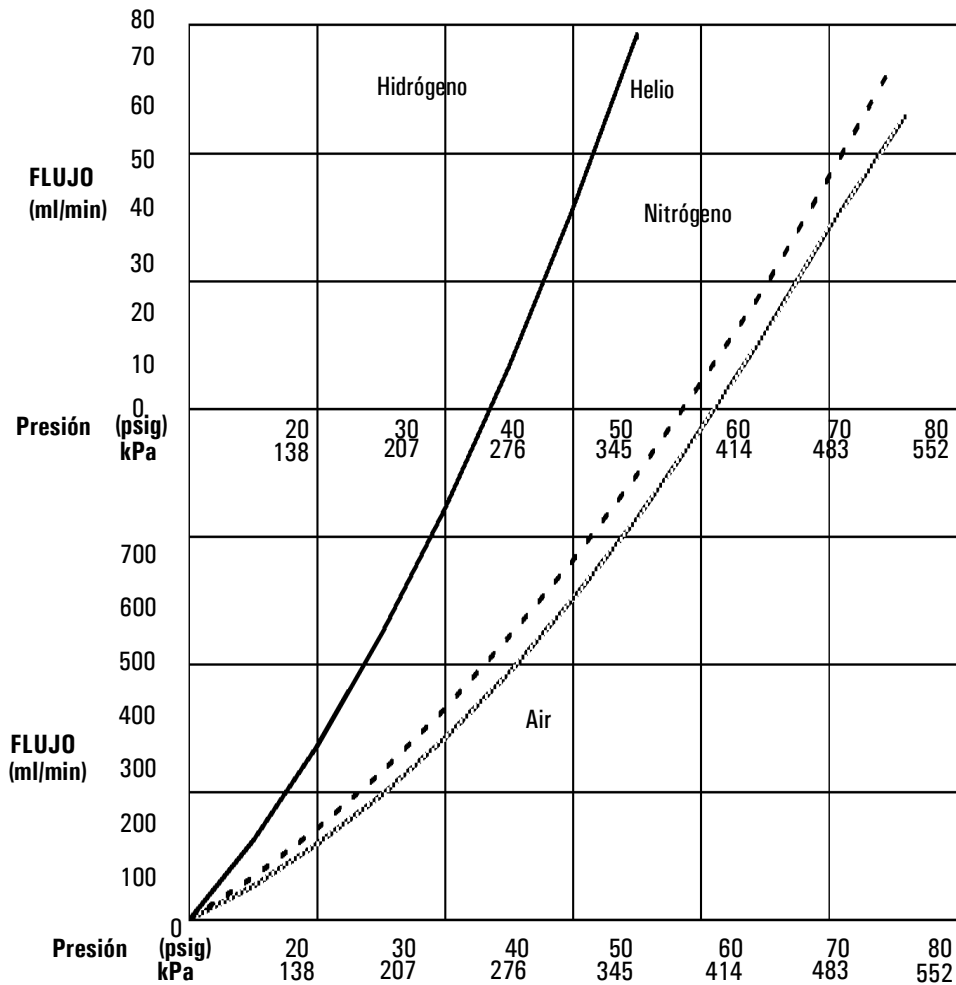
Parámetros del FID

Utilizar la información de la [Tabla 21](#) al seleccionar los flujos. Seleccionar una presión mínima en la fuente de la [Figura 18](#).

Tabla 21. Flujos recomendados

Tipo de gas	Rango de flujo ml/min	Flujo sugerido ml/min
Gas portador (hidrógeno, helio, nitrógeno)	Columnas capilares: 1 a 5 Columnas empaquetadas: 10 a 60	
Gases del detector		
Hidrógeno	24 a 60*	40
Aire	200 a 600*	450
En columna más auxiliar para capilares Recomendado: nitrógeno Alternativo: helio	10 a 60	50

* La relación hidrógeno-aire debe estar entre 8% y 12% para mantener la llama encendida.



* Las presiones tienen en cuenta la caída de presión en el regulador de la neumática.

Figura 18. Relaciones típicas flujo/presión en la fuente para los gases del FID a 25°C y 1 atmósfera de presión

Utilización del FID

Advertencia Comprobar que está instalada una columna o que el FID está tapado, antes de abrir el aire o hidrógeno. Puede ocurrir una explosión si hay una fuga de aire e hidrógeno en el horno.

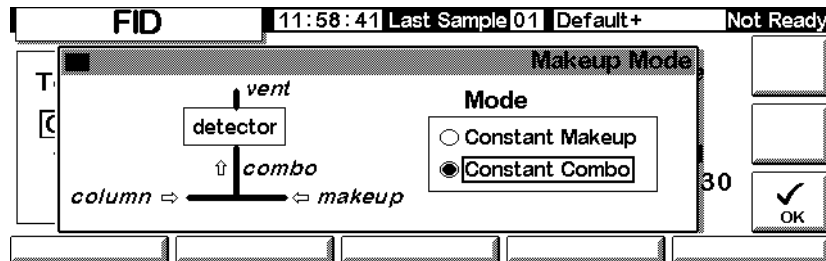
1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector

The screenshot shows the 'Status / Settings / Detector' screen for an FID. The top bar displays 'FID', a timer '11:58:13', 'Last Sample 01', 'Default+', and 'Not Ready'. The main area is divided into several sections: 'Temp' (111 °C), 'Flame Gases' (H2 OFF, Air OFF), 'Constant Makeup' (OFF), 'Gas' (N2 selected), 'Flame' (OFF), and 'Signal' (0.30 pA). At the bottom, there are flow rate settings for 'Inlet', 'Oven', and 'Column', and a 'More' button. Labels point to 'Temperatura del detector' and 'Modo de gas auxiliar'.

2. Fijar la temperatura del detector. La temperatura debe ser mayor de 150 °C para que la llama se encienda y debe ser aproximadamente 20 °C mayor que la temperatura más alta del horno.
3. Introducir valores para las velocidades de flujo del aire y del hidrógeno.
4. Comprobar que el tipo de gas auxiliar es el mismo que el que está conectado al instrumento.
 - Si la columna capilar *no está configurada*, introducir un flujo para el gas auxiliar. En este caso sólo puede utilizarse un flujo constante. Consultar [Configuración de la columna](#) en la página 34 para ver cómo se configura una columna.
 - Si la columna capilar *está configurada*, pulsar More, seleccionar Makeup Mode y pulsar Enter para mostrar la siguiente pantalla.
 - Si se utiliza una columna *empaquetada*, se debe apagar el flujo de gas auxiliar.

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



5. Seleccionar un modo de gas auxiliar. Pulsar OK para volver a la pantalla inicial. Introducir la velocidad de flujo de gas auxiliar o combinada.
6. Pulsar la tecla Flame para activar el aire y el hidrógeno e iniciar el proceso de encendido. La señal generalmente aumenta de 5 a 20 pA después del encendido. Verificar que la llama está encendida, sosteniendo una superficie brillante y fría, como un espejo o una llave recubierta de cromo, en la salida del colector. Una condensación estable indica que está encendida.

Detector de captura electrónica de microcelda

Información general

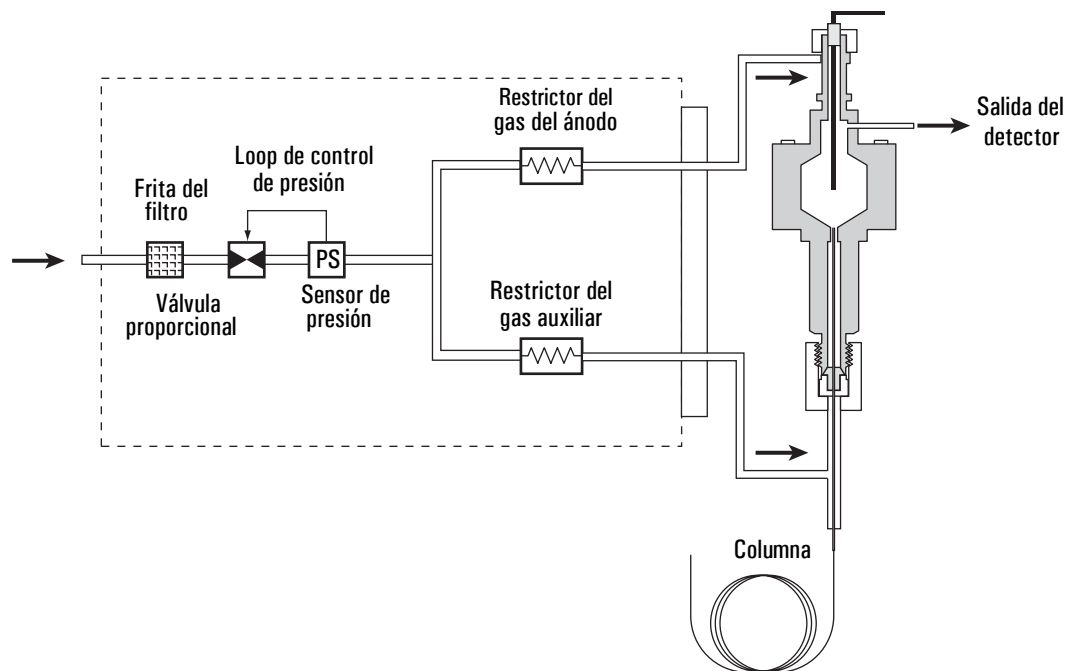


Figura 19. Neumática del μ ECD

Linealidad

La relación del factor de respuesta del μ -ECD frente a la curva de concentración es lineal con cuatro órdenes de magnitud o más (rango dinámico lineal = 10^4 o superior) para un rango extenso de compuestos. Se debe seguir ejecutando una curva de calibración en las muestras para encontrar los límites del rango lineal de los materiales.

Gas del detector

El μ ECD funciona con nitrógeno o argón/metano como gas auxiliar y del ánodo.

A causa de la alta sensibilidad del detector, los gases portador y auxiliar deben estar secos y libres de oxígeno. Se deben instalar trampas de alta calidad de humedad, químicos y oxígeno en las líneas de suministro de gas auxiliar y portador.

Temperatura

Para prevenir los picos con cola y mantener la celda limpia, la temperatura del detector se debe fijar por encima de la temperatura del horno más alta utilizada— el valor seleccionado debe basarse en la temperatura de elución del último compuesto. Si se trabaja a temperaturas excesivamente altas, los resultados no necesariamente tienen que mejorar y puede aumentar la descomposición de la muestra y la columna.

Electrómetro

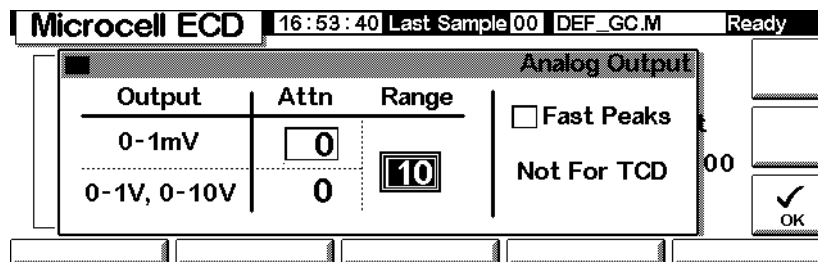
El detector de configuración contiene un valor de encendido/apagado del electrómetro. Mantener encendido el electrómetro siempre que se esté trabajando con el detector.

Salida analógica

Para poder utilizar la salida analógica del μ ECD, se debe fijar el rango de salida en 10, como se indica a continuación:

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Analog Output / Enter



2. Introducir valores apropiados para la señal de salida. Tanto Range, como Attenuation son escalas binarias (potencias de 2). Un cambio de 1 unidad en cualquier dirección altera la señal mediante un factor de 2.
 - *Range* (valor: 10) escala todas las tres salidas analógicas
 - *Attenuation* escala sólo la salida 0-1 mV
3. Si se desea, seleccionar la función Fast Peaks. Fast Peaks permite la detección de picos tan estrechos como 0,004 minutos, mientras la anchura mínima de la velocidad estándar es 0,01 minutos. Para utilizar la función Fast Peaks, el integrador debe ser suficientemente rápido (al menos una anchura de banda de 15 Hz) para procesar los datos que vienen del GC.
4. Pulsar OK.

Funcionamiento del detector

Para seleccionar temperaturas y flujos, utilizar la información de la [Tabla 1](#). La presión máxima en la fuente no debe exceder los 100 psi. Utilizar la presión máxima en la fuente para alcanzar la velocidad máxima del flujo auxiliar.

Tabla 1. Parámetros de operación

Gas	Rango de flujo recomendado
Gas portador	
Columnas empaquetadas (nitrógeno o argón-metano)	30 a 60 ml/min
Columnas capilares (hidrógeno, nitrógeno, o argón-metano)	0,1 a 20 ml/min, dependiendo del diámetro
Auxiliar capilar (nitrógeno o argón-metano)	10 a 150 ml/min (30 a 60 ml/min normal)
Temperatura	
250°C a 400°C	
Fijar normalmente la temperatura del detector en 25°C por encima de la temperatura más alta de la rampa superior del horno.	

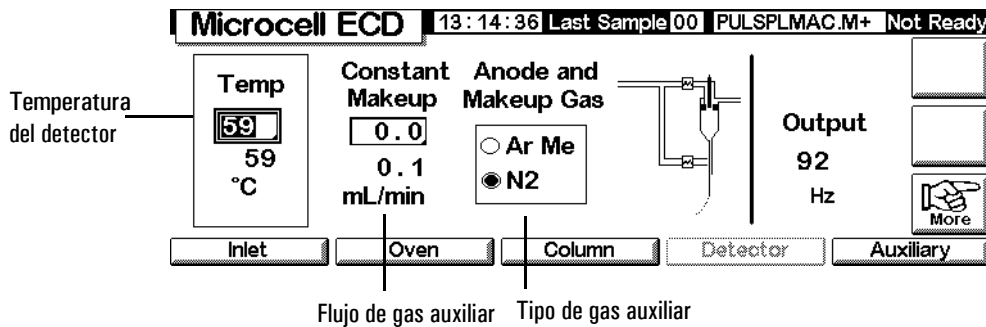
Notas

- Si el tipo de gas portador es distinto del tipo de gas auxiliar, la velocidad del flujo de gas auxiliar debe ser como mínimo tres veces la del portador.
- La sensibilidad del μ ECD se puede aumentar reduciendo la velocidad del flujo de gas auxiliar.
- La velocidad cromatográfica del μ ECD (para picos rápidos) se puede aumentar si se incrementa la velocidad del flujo de gas auxiliar.

Comprobar que todos los gases del detector están conectados, hay una columna instalada correctamente y no hay fugas en el sistema. Establecer la temperatura del horno y el flujo y la temperatura del inyector. Asegurarse de que el tipo de gas auxiliar es el mismo que el conectado al GC.

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector



2. Fijar la temperatura del detector. Para mantener limpia la celda del μ ECD, esta temperatura debe ser mayor que la del horno.

Precaución

La electrónica del detector depende de la configuración correcta del gas.

3. Comprobar que el tipo de gas auxiliar es el mismo que el que está conectado al instrumento. Cambiar el tipo de gas, si fuera necesario.
4. Introducir un valor para el gas auxiliar.

Si se están utilizando columnas empaquetadas, cerrar el gas auxiliar.

Si la columna capilar está *configurada*, seleccionar, si se desea, un modo de flujo nuevo y establecer el flujo de gas auxiliar o combinado.

Si la columna capilar *no está configurada*, sólo está disponible un flujo de gas auxiliar constante. Introducir un flujo de gas auxiliar.

Horno de columnas

Propiedades del horno

- Rango de temperaturas - 5°C sobre la ambiental hasta 350°C
Con control criogénico de CO₂: -20°C a 350°C
- Programación de la temperatura - hasta seis rampas con siete zonas constantes
- Tiempo de análisis máximo - 999,99 minutos
- Velocidades de rampa de temperatura: de 0 a 120°C/min
- El horno acomoda un inyector, un detector y una columna.

Seguridad del horno

Desconexión manual

Al levantar la tapa del horno, se apaga el calefactor, el ventilador y la válvula criogénica del horno (si está instalada) pero se mantienen los valores en la memoria. Al cerrar la tapa, se vuelve a la operación normal.

Desconexión automática

Si el horno no puede alcanzar o mantener un valor de temperatura introducido durante el funcionamiento normal, el GC apaga el ventilador y el calefactor del horno, el anuncio de parada aparece en la pantalla Status y se muestra un mensaje.

Los problemas posibles son:

- Las portezuelas de ventilación del horno no funcionan
- El ventilador del horno, calefactor o el sensor de temperatura no trabaja adecuadamente.
- Hay un problema electrónico

En una desconexión automática, el horno permanece apagado hasta que se reinicializa utilizando el Módulo de control (**Status / Settings / Oven**). Puede ser necesario apagar el instrumento de nuevo.

El horno también se apaga automáticamente cuando se abre la tapa.

Configuración del horno

Para configurar el horno:

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Setup / Oven Setup

Oven Setup		13:08:42	Last Sample 01	DEF_GC.M+	Not Ready
Equib Time	<input type="text" value="0.00"/> min	Cryo Type CO2		<input type="checkbox"/> Oven Cryo	<input type="checkbox"/> Quick Cryo Cool
Max Temp	<input type="text" value="350"/> °C	Cryo Timeout	<input type="text" value="120"/> min	<input checked="" type="checkbox"/> Cryo Fault	Ambient Temp
					<input type="text" value="25"/> °C

2. Introducir los valores para Equib Time y Max Temp.
 - *Equib Time*— Cuando la temperatura del horno alcanza $\pm 1^{\circ}\text{C}$ del valor. El GC espera durante el tiempo especificado hasta que declara que el horno está preparado.
 - *Max Temp*— El límite de temperatura del horno. La mayoría de las columnas y muchos accesorios tienen límites específicos. Al configurar Max Temp, se deben considerar estos límites para evitar daños.
3. Si se instala una válvula criogénica y se desea utilizarla, seleccionar Enable Oven Cryo. Introducir valores para Cryo ambient temp y Cryo Timeout.

Precaución

Si utiliza enfriamiento criogénico del horno, debe utilizar el colgador de columna de la pestaña para evitar puntos fríos en la columna.

No seleccionar este elemento cuando no es necesaria la refrigeración criogénica o el refrigerante criogénico no está disponible. Si no lo hace, puede que no sea posible el control apropiado de la temperatura del horno, particularmente a temperaturas cercanas a la temperatura ambiente.

- *Cryo ambient temp*— La temperatura del laboratorio. Este valor determina la temperatura a la cual el enfriamiento criogénico comienza. Para una operación criogénica corriente, la temperatura es Cryo ambient temp + 25°C . Para Quick Cryo Cool, la temperatura es Cryo ambient temp + 45°C .

- *Cryo Timeout*— Cuando un análisis no comienza dentro un tiempo específico (10 a 120 min.) después de que el horno se equilibre, se produce un tiempo de espera y el horno se apaga. Al indicar *Cryo Timeout off*, se desactiva esta opción. Se recomienda activarla para ahorrar el refrigerante al final de un método o si falla la automatización.
4. Si está disponible, activar o desactivar *Cryo Fault* y *Quick Cryo Cool*.
- *Cryo Fault*— Apaga el horno si no *alcanza* el valor de temperatura (la estabilización requerirá más tiempo) después de 16 minutos de operación criogénica continua
 - *Quick Cryo Cool*— Esta opción se encuentra separada de *Enable Oven Cryo*. *Quick Cryo Cool* hace que el horno se enfríe más deprisa después de un análisis. Esta opción es útil cuando se necesita un procesamiento máximo de muestras; sin embargo, se usa más refrigerante. *Quick Cryo Cool* se apaga rápidamente después de que el horno alcanza su valor y *Enable Oven Cryo* toma el control, si es necesario.

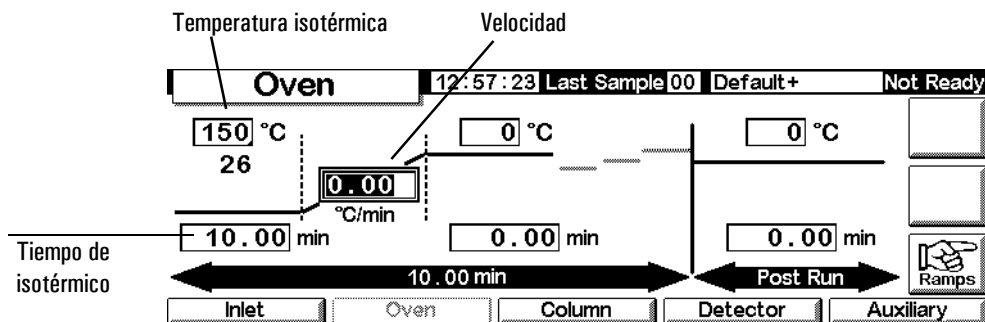
Creación de un análisis isoterma

Un análisis isoterma es aquel en el que el horno se mantiene a temperatura constante. Para crear un análisis isoterma, fijar la velocidad (°C/min) a cero.

Configurar un programa isotérmico del horno

Mostrar esta pantalla.

Status / Settings



1. Introducir la temperatura del horno para el análisis en el campo de temperatura isotérmica (°C). Pulse **Enter**.

2. En el campo de tiempo isotérmico (min), introducir los minutos que se quiere que el horno mantenga esta temperatura. Este tiempo es la duración del análisis (máximo 999.99 minutos). Pulse **Enter**.
3. Fijar la velocidad ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$) en 0.00. Pulse **Enter**. Con esto se finaliza la configuración del análisis isotérmico.
4. Introducir una temperatura post-análisis y el tiempo si se quieren eliminar los componentes de alto punto de ebullición que quedan en la columna.

Programación de la temperatura

Es posible programar la temperatura del horno desde un valor inicial a uno final, utilizando durante un análisis hasta seis rampas.

La duración total del análisis se determina por su programa de temperaturas. El tiempo máximo permitido para un análisis es 999,99 minutos. Si el programa sigue ejecutándose en ese momento, el análisis finaliza.

La velocidad máxima de programación que se puede conseguir depende de muchos factores, como la temperatura ambiente, temperaturas del inyector y detector, la cantidad de material dentro del horno (columnas, válvulas, etc) y si es o no el primer análisis del día. Los valores típicos aparecen en la [Tabla 22](#).

Tabla 22. Velocidades de las rampas del horno*

Rango de temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Velocidades de rampa máxima ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)
50 a 75	120
75 a 115	95
115 a 175	65
175 a 300	45
300 a 350	35

* Estas velocidades son para el GC estándar. Para el GC rápido, las velocidades de rampa máxima son aproximadamente tres veces más rápidas.

Si la refrigeración criogénica del horno está instalada, puede que no sean posibles velocidades de rampa más altas.

Programa de temperatura de una sola rampa

Un programa de temperatura de una sola rampa (consultar la [Figura 20](#)) cambia la temperatura del horno desde un valor inicial a uno final con una velocidad específica y mantiene la temperatura final durante un periodo de tiempo determinado.

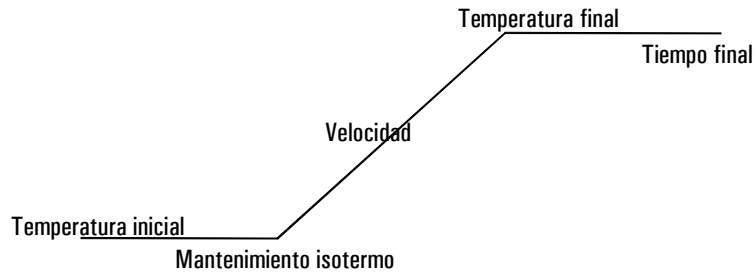


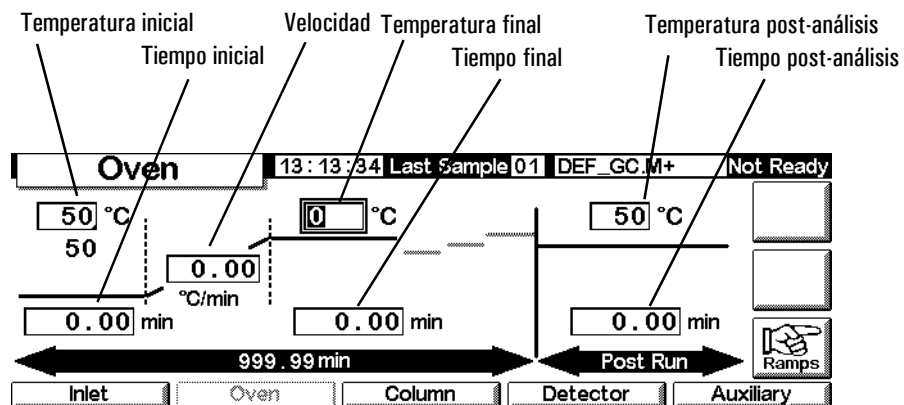
Figura 20. Rampa única

Crear un programa de una sola rampa

El ejemplo de la pantalla siguiente comienza a 50°C, se mantiene esa temperatura durante 2 minutos y luego aumenta a 150°C, a una velocidad de 10°C/min, permaneciendo así durante 5 min.

1. Mostrar esta pantalla.

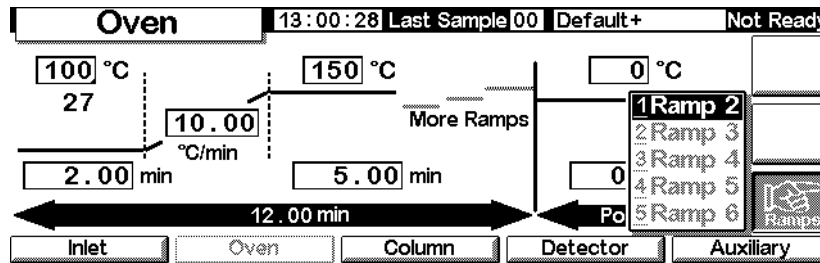
Status / Settings / Oven



2. Introducir las condiciones de partida—Temperatura inicial (50°C) y tiempo inicial (2 min).
3. Introducir la velocidad (10°C/min) a la que aumentará la temperatura.
4. Introducir la temperatura y el tiempo finales (150°C durante 5 min).

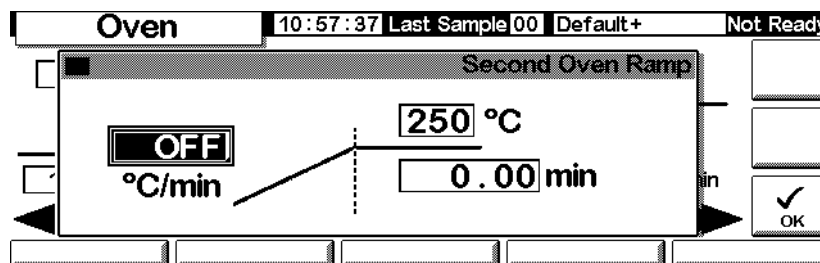
- Si se desea limpiar la columna antes de que se enfríe hasta la temperatura de inicio, hay que introducir la temperatura y el tiempo post-análisis.
- Si se está seguro de que el programa más reciente utilizaba una sola rampa, se pueden saltar los pasos siguientes. Si no se está seguro, se continúa pulsando Ramps.

Status / Settings / Oven / Ramps



- Seleccionar Ramp 2 y pulsar Enter.

Status / Settings / Oven / Ramps / Ramp 2



- Para asegurar que el programa es de una sola rampa, hay que fijar el valor °C/min en OFF (0°C) y luego pulsar OK. El programa termina cuando encuentra una velocidad en OFF.

Creación de programas de temperatura de rampas múltiples

Un programa de temperatura de rampas múltiples (consultar la [Figura 21](#)) cambia la temperatura del horno desde un valor inicial a un valor final, pero con varias velocidades, tiempos y temperaturas intermedias. Las rampas múltiples se pueden programar para *descensos* y aumentos de temperatura.

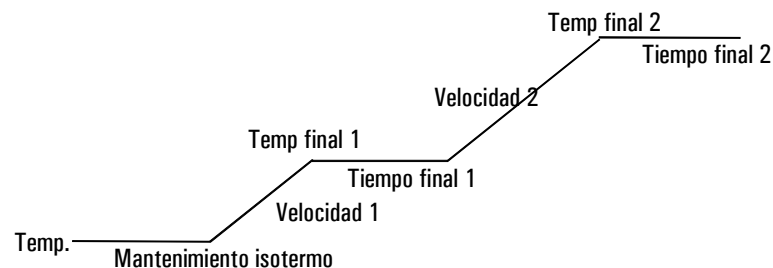


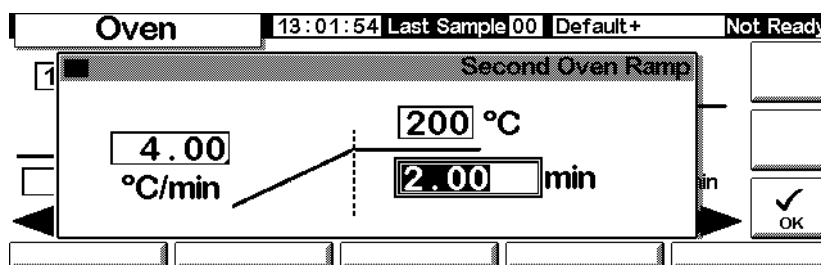
Figura 21. Rampa múltiple

Crear un programa de rampa múltiple

El ejemplo de la sección anterior comienza a 50°C, se mantiene esa temperatura durante 2 min y a continuación aumenta a 150°C, a una velocidad de 10°C/min, permaneciendo a 150°C durante 5 min. Luego continúa con una segunda rampa de esta sección aumentando a 4°C/min hasta alcanzar los 200°C y se mantiene durante 2 min.

1. Configurar la primera rampa como se describe en la página anterior.
2. Cuando se configura la Rampa 2, introducir 4 en el campo °C/min, 200 en el campo °C y 2 min.

Status / Settings / Oven / Ramps / Ramp 2



3. Pulsar OK para volver a la pantalla inicial.
4. Si se está seguro de que el programa más reciente utilizaba sólo 2 rampas, se pueden saltar los pasos siguientes. Si no se está seguro, se continúa pulsando Ramps. Seleccionar Ramp 3 y pulsar Enter.
5. Fijar el valor °C/min a OFF, luego pulsar OK. El programa termina cuando encuentra una velocidad en OFF.
6. Añadir más rampas, hasta un máximo de 6, de la misma manera.

Compensación de la columna

Aunque la programación de la temperatura mejor las formas de los picos, también causa un crecimiento de la línea de base que puede ocasionar dificultad en la integración. Esto normalmente no causa problemas con un detector de conductividad térmica debido a su baja sensibilidad, pero puede ocasionar un problema serio con un detector de ionización de llama.

La compensación de columna corrige el aumento de la línea de base almacenando un perfil de un análisis en blanco —sin inyección de muestra. Este perfil se resta a los siguientes análisis para eliminar este aumento. La [Figura 22](#) ilustra este concepto.

Todas las condiciones *deben* ser idénticas en el análisis de compensación y en el real: mismo detector y columna, mismas condiciones de temperatura y flujo de gas.

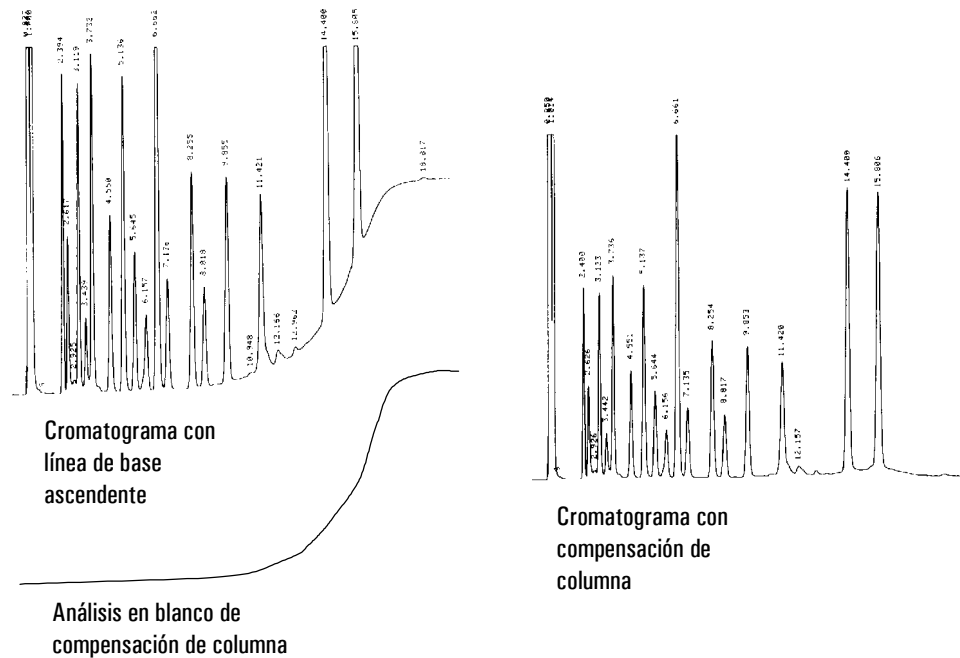


Figura 22. Compensación de columna

Creación de un perfil de compensación de columna

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Setup

Setup	13:09:47	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Last Profile		Column Compensation Status		 <input type="checkbox"/> COMP <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Time: ----:--:-- Date: ----- No Data		Inactive		
		Column Compensation Source		
		<input checked="" type="radio"/> detector <input type="radio"/> undefined		
Inlet Setup	Oven Setup	Column Setup	Automation	Configure

2. Cargar el método para el que se va a crear el perfil de análisis en blanco. Pulsar COMP.

El GC esperará hasta que se haya equilibrado, hará un análisis en blanco (sin inyectar muestra) y almacenará los datos como el perfil de compensación de columna.

Aplicar un perfil de compensación de columna

Mostrar esta pantalla. Será diferente según el detector que se tenga.

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter

The screenshot shows a control panel for an FID detector. At the top, it displays 'FID', the time '13:18:40', 'Last Sample 01', 'DEF_GC.M+', and 'Not Ready'. Below this, there are several fields and buttons: 'Signal' (0.00), 'Zero' (OFF), 'PW' (0.01 min, 20 Hz), and 't' (00). On the left, there are radio buttons for 'Detector', 'Column Comp', 'Detector-Column Comp', 'Test Chromatogram' (selected), and 'Other 10'. On the right, there are buttons for 'ZERO' and 'OK'.

1. Seleccionar **Detector - Column Comp** y pulsar **OK**.
2. La señal de salida ahora es la señal de salida menos el perfil almacenado de compensación de columna.

Detector fotométrico de llama (FPD)

Uso del hidrógeno

Advertencia

Cuando se usa hidrógeno (H_2) como gas portador o gas fuel, hay que tener en cuenta que el gas hidrógeno puede entrar dentro del horno y provocar un riesgo de explosión. Por ello, hay que asegurarse de que la fuente está desactivada hasta que se hayan hecho todas las conexiones y que los adaptadores de columna del detector y del inyector en todo momento están o bien conectados a una columna o bien tapados mientras se suministra hidrógeno al instrumento.

Advertencia

El hidrógeno es inflamable. Las fugas, si ocurren en un espacio cerrado, pueden provocar fuego o una explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno, se debe comprobar si hay fugas en las conexiones, líneas y válvulas antes de operar. Cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar en el instrumento.

Información general

La muestra se quema en una llama rica en hidrógeno, donde algunas especies se reducen y pasan a un estado excitado. El flujo de gas desplaza las especies en estado excitado a una zona de emisión más fría por encima de la llama, donde su estado de excitación decae y emiten luz. Un filtro de banda estrecha selecciona la luz de una única especie, mientras que un blindaje evita que la intensa emisión de carbono que se produce alcance el tubo fotomultiplicador (PMT).

La luz llega a la superficie fotosensible del PMT y el fotón de luz al chocar, pierde un electrón. Los electrones se amplifican en el PMT hasta constituir una ganancia total de hasta un millón.

La corriente generada en el PMT es amplificada y digitalizada por la electrónica de la tarjeta del FPD. La señal está disponible en forma digital en la salida de comunicaciones o como una señal de voltaje en la salida analógica.

Según las especificaciones del fabricante original del PMT, el FDP no se debería almacenar a temperaturas superiores a 50°C.

Linealidad

Varios mecanismos producen la emisión de azufre. Las especies excitadas son diatómicas, por lo que la intensidad de la emisión es aproximadamente proporcional al cuadrado de la concentración de átomos de azufre.

Las especies excitadas en modo fósforo son monoatómicas, dando lugar a una relación lineal entre la intensidad de la emisión y la concentración de átomos.

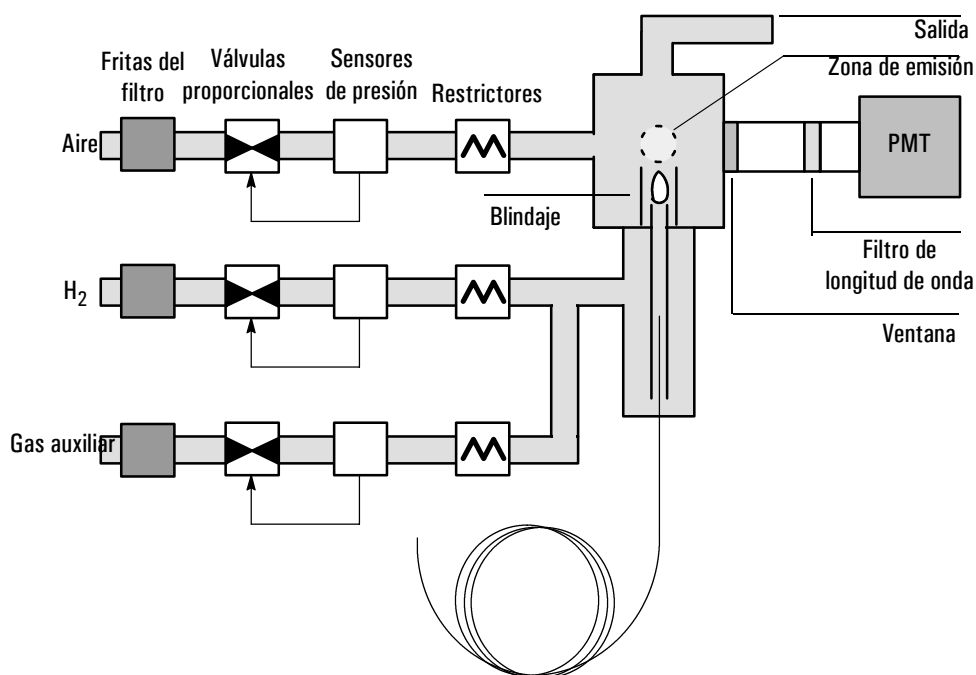


Figura 23. Esquema de un detector fotométrico de llama

Uso de la señal mínima

La señal mínima es la diferencia esperada entre la salida del FPD con la llama encendida y con la llama apagada. Se utiliza para determinar si un intento de ignición ha tenido éxito y para detectar una condición de llama apagada.

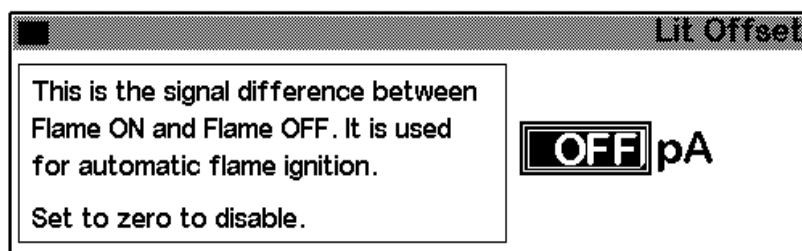
Si la diferencia entre el valor de salida con la llama encendida menos el valor de salida con la llama apagada es superior a la señal mínima, la llama se considerará encendida.

El valor por defecto para la señal mínima, `Lit offset`, es de 2,0 picoamps. Éste es un buen valor de trabajo excepto para gases y sistemas muy limpios. Debería cambiarse este valor si:

- El detector está intentando reencenderse cuando la llama aún está encendida, por lo que se produce una desconexión.
- El detector no intenta el reencendido cuando la llama está apagada.

Cambio del valor de la señal mínima

1. Pulsar `More` y seleccionar `Lit Offset`.



3. Introducir un número. El valor por defecto es 2,0 pA. Introducir 0 para desactivar la función de reencendido automático. El rango del valor es de 0 a 99,9 pA.
4. Pulsar `OK`.

Encendido de la llama

Cuando se utiliza cualquiera de los métodos de ignición de la llama de la siguiente página, el FPD lleva a cabo automáticamente esta secuencia:

1. Apaga todos los gases del detector —aire, hidrógeno, auxiliar— menos el portador.
2. Fija el flujo de aire a 200 ml/min.
3. Activa el encendedor.
4. Eleva el flujo de hidrógeno de 10 a 70 ml/min.
5. Restablece el valor definido del flujo de aire.
6. Restablece el valor definido del flujo de hidrógeno.
7. Enciende gas auxiliar.

8. Compara el cambio de señal con el valor de señal mínima. Si el cambio es mayor que el valor de señal mínima, determina que la llama está encendida. Si es menor, determina que la llama no está encendida.

Para que este proceso se pueda llevar a cabo, en el módulo de la neumática debe haber una presión de aire suficiente como para proporcionar un flujo de 200 ml/min. Se recomienda una presión de suministro de 90 psi.

Encendido manual

Para iniciar la secuencia de encendido de la llama, mostrar esta pantalla y pulsar Flame.

Status / Settings / Detector

The screenshot shows the FPD control interface. At the top, it displays 'FPD', the time '14:02:28', 'Last Sample 00', the file name 'FPDONMAN.M+', and the status 'Not Ready'. The main display area is organized into several sections:

- Temp:** Shows a large '150' in a box, with '141 °C' below it.
- Flame Gases:** Divided into 'H2' (34.0) and 'Air' (200.0), both in mL/min.
- Constant Makeup:** Shows '160.0' in mL/min.
- Gas:** Features three radio buttons: 'He' (selected), 'H2', and 'N2'.
- Flame igniting:** Includes a '1 0 Flame' icon and an 'Output' reading of '43774 pA'.
- Buttons:** At the bottom, there are buttons for 'Inlet', 'Oven', 'Column', 'Detector', and 'Auxiliary'. A 'More' button with a hand icon is also visible.

 A label 'Llama encendida/apagada' points to the flame status icon.

Encendido automático

Si la salida del FPD con la llama encendida está por debajo de la suma del valor de salida con llama apagada más el valor de señal mínima, se interpreta como una condición de llama apagada. El FPD ejecuta la secuencia de ignición para encender de nuevo la llama. Si esto falla, vuelve a ejecutar la secuencia. Si el segundo intento también falla, el detector desconecta todas las funciones menos la temperatura y flujo de gas auxiliar.

Uso del electrómetro

El detector de configuración contiene un valor de encendido/apagado del electrómetro. No es necesario encender o apagar el electrómetro a no ser que se realice un procedimiento de mantenimiento.

Tabla 23. Parámetros del electrómetro

Configuración	Descripción
On	Los circuitos de alto voltaje y procesamiento de señal están encendidos. Si el tubo del fotomultiplicador está expuesto a la luz de la habitación y el electrómetro está encendido, el tubo se destruirá.
Off	Los circuitos de alto voltaje y procesamiento de señal están apagados. En esta situación resulta segura la exposición del tubo del fotomultiplicador a la luz de la habitación.

Precaución

Apagar siempre el electrómetro antes de retirar la carcasa del PMT para evitar la destrucción del tubo.

Selección de señal

Se pueden seleccionar varios tipos de señal como señal de salida. El tipo de señal seleccionado se encuentra disponible como el conector SIG en el panel trasero para procesar mediante un integrador, un registrador u otro dispositivo externo. La señal seleccionada también sale digitalmente mediante el conector RS-232 y una tarjeta de comunicación LAN opcional.

Selección de la señal de salida

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter

The screenshot shows a menu titled "Signal" with the following options and settings:

- Detector
- Column Comp
- Detector-Column Comp
- Test Chromatogram
- Other 10

Additional settings shown:

- Zero: OFF
- Signal: 0.00
- PW: 0.01 min 20 Hz

2. Seleccionar una de las cinco opciones de señal de la lista.
 - *Detector*— la señal es producida por el detector.
 - *Column Comp*— el perfil de compensación de columna almacenado (consultar [Compensación de la columna](#) en la página 150).
 - *Detector - Column Comp*— el resultado de sustraer el perfil de compensación de columna de la señal del detector
 - *Test Chromatogram*— se almacena en el instrumento. Proporciona una señal reproducible para comprobar equipos externos de procesamiento de señal.
 - *Other*— ChemStation o Cerity Chemical establece la señal.
3. Pulsar OK.

Llevar a cero la señal

- Introducir un valor en el campo *zero*. El valor se sustrae de todos los valores de señal futuros. A continuación, pulsar OK.

O
- Dejar el campo *zero* en blanco y pulsar a continuación la tecla *Zero*. El GC guarda el valor actual de la señal y lo sustrae de todos los valores de señal futuros. A continuación, pulsar OK.

La ventana de anchura de pico (Peak Width)

Esta ventana muestra la velocidad de muestreo de señales digitales.

Velocidades de muestreo

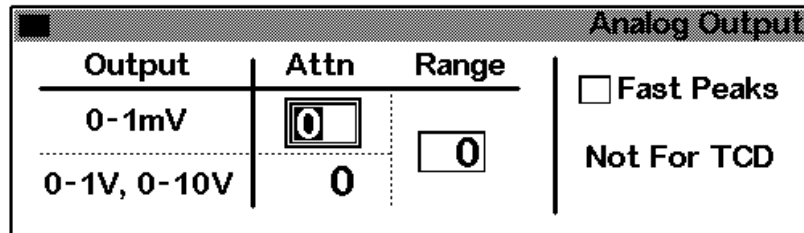
La salida analógica del FPD puede establecerse en dos velocidades. La velocidad más rápida permite anchuras mínimas de pico de 0,004 minutos, mientras que la velocidad estándar permite anchuras de pico de 0,01 minutos.

Utilización de la característica de picos rápidos

Si se está utilizando la característica de *picos rápidos*, el integrador debe ser lo suficientemente rápido como para procesar los datos procedentes del GC. Es recomendable que la anchura de banda del integrador sea por lo menos de 15 Hz.

Para utilizar esta característica:

1. Pulsar **More** y seleccionar la salida analógica, **Analog output**.



2. Seleccionar picos rápidos, **Fast Peaks**.

La característica de picos rápidos no se puede aplicar a las salidas digitales.

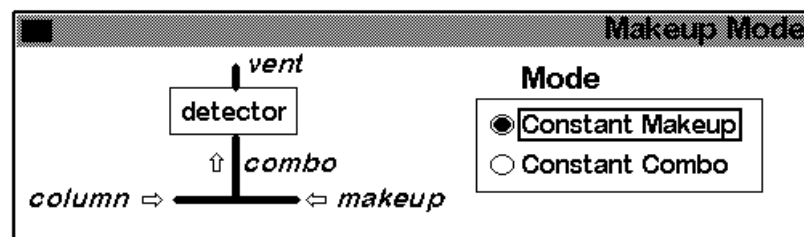
Selección del modo de gas auxiliar

El modo **Constant Makeup** proporciona un flujo constante de gas auxiliar al detector.

El modo **Constant Combo** proporciona un flujo variable de gas auxiliar al detector. Según cambia el flujo en columna, se ajusta el flujo auxiliar para proporcionar un flujo combinado constante al detector.

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



2. Seleccionar un modo auxiliar y pulsar **OK**.

Utilización del detector

Configuración del calentador

El módulo quemador FPD tiene una zona caliente para el cuerpo del detector.

Parámetros del FPD

La [Tabla 24](#) muestra los flujos para la sensibilidad máxima de la llama del FPD, la cual es rica en hidrógeno y pobre en oxígeno. Resulta difícil encender la llama con estos flujos, particularmente en el modo azufre. El helio, utilizado como gas portador o auxiliar, puede enfriar los gases del detector por debajo de la temperatura de ignición. Se recomienda la utilización de nitrógeno en lugar de helio.

Tabla 24. Temperatura y flujo recomendados

	Flujos del modo azufre ml/min	Flujos del modo fósforo ml/min
Portador (hidrógeno, helio, nitrógeno, argón)		
Columnas empaquetadas	10 a 60	10 a 60
Columnas capilares	1 a 5	1 a 5
Gases del detector		
Hidrógeno	50	150
Aire	60	110
Portador + auxiliar	60	60
Presión de suministro		
De aire: mínimo 90 psi para la secuencia de ignición. Otras: la adecuada para los flujos que se quieran conseguir.		
Temperatura del detector		
Por debajo de 120°C la llama no se enciende.		
Fijar la temperatura unos 25°C por encima de la temperatura superior del horno— el límite es 250°C.		
Señal mínima		
Si la salida del detector con la llama encendida menos la salida con la llama apagada cae por debajo de este valor, el FPD intentará el reencendido dos veces. Si la salida no se incrementa como mínimo hasta ese valor, el detector se desconecta automáticamente.		
El valor recomendado es 2.0 pA. Un valor de 0 u Off desactiva el autoencendido.		

Si la llama no se enciende con el flujo del modo de azufre, cambiar a los valores del modo de fósforo. Una vez encendida la llama, ir reduciendo gradualmente los flujos hasta los valores del modo de azufre. Se requiere cierta experimentación para establecer los flujos adecuados para cada detector específico.

Utilización del FPD

Comprobar que todos los gases del detector están conectados, hay una columna instalada y el sistema está libre de fugas. Comprobar la temperatura del horno, del inyector y el flujo en columna.

Advertencia

Comprobar que hay una columna instalada o que la conexión de la columna del FDP está cerrada antes de conectar el aire o el hidrógeno. Puede ocurrir una explosión si hay una fuga de aire e hidrógeno en el horno.

1. Mostrar la pantalla siguiente.

Status / Settings / Detector

Temperatura del detector

velocidad del flujo de hidrógeno

velocidad del flujo de aire

Llama encendida/apagada

FPD 23:44:45 Last Sample 00 Default+ Not Ready

Temp OFF 24 °C	Flame Gases H2 OFF 0.0 mL/min	Air OFF 0.0 mL/min	Constant Makeup 60.0 61.8 mL/min	Gas ● He ○ H2 ○ N2	Flame wait Output -135.40 pA	1 0 Flame More
Inlet	Oven	Column	Detector	Auxiliary		

Utilizar sólo con las columnas capilares. (Apagar para columnas empaquetadas)

Muestra el valor de salida, "output".

Tipo de gas auxiliar

2. Fijar la temperatura del detector. La temperatura debe ser superior a 120°C para que se encienda la llama.
3. Introducir la velocidad del flujo de hidrógeno.
4. Introducir la velocidad del flujo de aire.
5. Si se están utilizando *columnas empaquetadas*, apagar el gas auxiliar y continuar en el paso 8.

6. Si se están utilizando *columnas capilares*:
 - a. Si la columna capilar está *configurada*, seleccionar un modo de flujo nuevo (si se quiere) y establecer el flujo de gas auxiliar o un flujo combinado. Consultar [Selección del modo de gas auxiliar](#) en la página 159.
 - b. Si la columna capilar *no está configurada*, introducir un flujo para el gas auxiliar. Sólo está disponible el flujo constante.
 - c. Comprobar que el tipo de gas auxiliar es el mismo que el que está conectado al instrumento. Cambiar el tipo de gas, si fuera necesario.
7. Pulsar `Flame`. Esto abre el aire y el hidrógeno e inicia la secuencia de encendido. En el proceso de ignición la señal se incrementa. Los niveles normales del modo de azufre son de 4 a 40 pA y del modo de fósforo de 10 a 70 pA. Comprobar que la llama esté encendida, sujetando un espejo u otra superficie brillante y fría, sobre la salida de ventilación. La condensación estable indica que está encendida.
8. Pulsar `OK`.

Válvulas

El cromatógrafo de gases de la serie 6850 tiene una válvula de muestreo para gases o bien para líquidos en una caja de válvulas calentada encima del horno. Una válvula de selección de corrientes (la Multi Válvula), instalada fuera del GC, se puede controlar.

Las válvulas se pueden controlar:

- Automáticamente, utilizando una secuencia de válvulas (consultar [Introducir los parámetros de la válvula](#) en la página 52)
- Manualmente (consultar [Control manual de las válvulas](#) en la página 166)
- Utilizando los eventos de la tabla de análisis (Run Table). Se emplea principalmente con válvulas de intercambio (consultar [Eventos de la válvula](#) en la página 55)
- Utilizando eventos de la tabla de análisis (Run Table). Para realizar análisis cuando no se está presente (consultar [Tabla de tiempos \(Clock Table\)](#) en la página 57)

Tipos de válvulas

Existen cuatro tipos de válvulas:


- *Válvula de muestra gaseosa*— una válvula de dos estados (cargar e inyectar). En el estado de carga, una corriente de gas externo (hasta 300 psi) fluye a través de un loop de muestra acoplado y sale al contenedor de residuos. En el estado de inyección, el loop lleno se inserta en la corriente de gas portador. Los loop de muestra están disponibles en varios tamaños.
- *Válvulas de muestra líquida*— similares a las válvulas de muestra gaseosa pero con una construcción física diferente, pueden manejar gases licuados a presiones de hasta 300 psi y están disponibles en capacidades de 0,5 µl y 1 µl.
- *Válvulas de intercambio*— se utilizan para hacer retroceso de flujo en una columna, seleccionar una columna y otros usos dependiendo de cómo esté conectada.
- *Válvula de posición múltiple (multiválvula)*— proporcionada por el usuario. Una multi válvula selecciona una entre un número de corrientes de muestra y envía la corriente seleccionada a una válvula de muestra. Consultar [Multiválvula con válvula de muestra](#) en la página 166 para obtener un ejemplo de esta combinación.

Configuración de válvulas

Configurar el GC para las válvulas

1. Mostrar esta pantalla:

Status / Setup / Automation

Automation		14:12:13	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Injector Turret Size 8 samples 		Valve 1 <input checked="" type="radio"/> Sample <input type="radio"/> Switching <input type="radio"/> none		Valve 2 <input checked="" type="radio"/> Multiposition <input type="radio"/> Switching <input type="radio"/> none	
Injector	Sample Valve	Multi Valve		Auto Prep Run	

2. Seleccionar los tipos para la válvula 1 y la válvula 2.

Válvulas de muestra

Conexiones

Hay dos formas de conectar una válvula de muestra:

- Insertarla entre un módulo de flujo del inyector y el inyector. La muestra fluye por el inyector hasta la cabeza de la columna.
- Insertarla entre un módulo de flujo de inyector para empaquetadas con purga y la cabeza de la columna (no se puede utilizar un inyector "split/splitless"). La muestra pasa el inyector de largo.

Con esta conexión y una columna no configurada, sólo se pueden establecer modos de flujo para la columna. El valor del flujo total y las lecturas son normales.

Si la columna está configurada, el GC corrige los valores y lecturas del flujo en columna para el flujo de purga del septum. Sin inyector, el valor es cero. El flujo de la columna verdadero es de 1 a 2 mL/min *menor* que el valor en los modos de flujo. En los modos de presión, el flujo total es el flujo verdadero de la columna.

Configurar una válvula de muestra

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Setup / Automation / Sample Valve

Sample Valve	14:13:53	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Load Time	0.5	min	Sample Loop Volume	5.000
		Inject Time	0.5	min

2. Introducir el Load time en minutos.
3. Se puede introducir Sample Loop Volume. Esta entrada es sólo para referencia; no tiene efecto en la válvula.
4. Introducir el Inject time en minutos.
5. Pulsar Esc para salvar los valores y volver a la pantalla inicial.

Ciclo de válvulas de muestra

1. La válvula de muestreo se cambia al estado Load. Load min comienza. La válvula no está preparada.

Load state— Estado de descanso entre análisis. El loop se lava con una corriente de muestra, o bien constantemente mediante conexión directa a una jeringa de líquidos o gases. La columna es barrida con gas portador.

2. Load min termina. La válvula pasa a estar preparada.
3. Si todo lo demás está preparado, el GC pasa a estar preparado.
4. El usuario carga el loop de muestra (si no hay corriente de muestra conectada a la válvula) y pulsa Start.
5. La válvula de muestreo se cambia al estado Inject. Inject min comienza. Empieza el análisis.

Inject state— Estado activado. El loop lleno se inserta en la corriente de gas portador. La muestra es barrida al interior de la columna. Se inicia el análisis automáticamente. Después de terminar Inject min, la válvula cambia a Load.

6. Inject min termina. Volver al paso 1.

Multiválvula con válvula de muestra

Si están configuradas las válvulas de Muestra y Multi, el GC asume que se utilizarán de forma que la Multi (válvula 2) alimente la de Muestra (válvula 1).

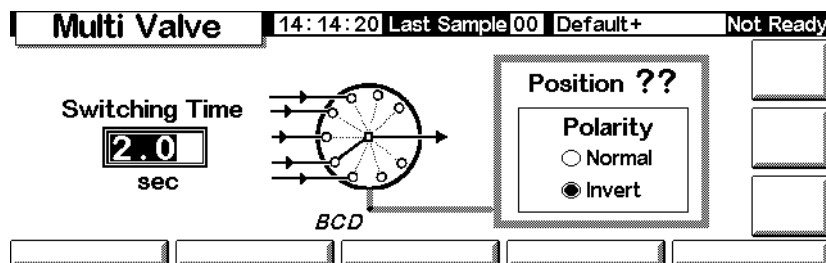
Varios fabricantes proporcionan válvulas multiposición que pueden ser manejadas por el GC 6850. Si una válvula está configurada como una Multi Válvula y tiene una salida de la posición BCD conectada al GC, la posición de la válvula se puede seleccionar directamente.

El GC lee la posición presente de la válvula desde la entrada BCD. Si la posición deseada es diferente, cicla el driver (abre y cierra contactos) y revisa la posición. Esto se repite hasta que la válvula alcanza la posición correcta. Si la válvula no se mueve, o cuesta mucho moverla o no se informa que esté en la posición final correcta, significa que existe un error.

Configurar una Multi válvula

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Setup / Automation / Multi Valve



2. Introducir un tiempo de intercambio, *Switching Time*, en segundos. Las muestras viscosas pueden requerir tiempos mayores. El tiempo por defecto es de 1.0 segundos.
3. Seleccionar BCD *Normal* o *Invert*. *Invert* complementa la entrada BCD— los unos pasan a ceros y los ceros pasan a unos. Esto acomoda las diferencias de convención de códigos entre los fabricantes de válvulas. El valor por defecto es *Normal*.

Control manual de las válvulas

Cuando se desarrolla un método basado en válvulas, puede ser necesario operar las válvulas manualmente.

Mover una válvula manualmente

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Automation / Valves

Valves		14:14:53	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Valve 1	Valve 2	ACTION			
OFF	OFF				
<input type="checkbox"/> Toggle Switching Valve	<input type="checkbox"/> Toggle Switching Valve				
<input type="checkbox"/> Toggle Sampling Valve	Multiposition Valve	RESET			
Load Inject	Current ?? Next <input type="text" value="0"/>				
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

Este GC tiene una válvula de muestra (válvula 1) y una válvula multiposición (válvula 2).

2. Seleccionar las válvulas que se van a controlar y las direcciones de los movimientos. Pulsar ACTION para realizar los cambios. Pulsar RESET para limpiar la pantalla sin realizar ninguna acción.

Las válvulas de muestra y las de intercambio cambian entre los dos estados posibles. Con una válvula multiposición se puede introducir la posición deseada (1 a 16) en el campo Next. Cuando se pulse ACTION, la válvula avanzará a esa posición *si* el sensor BCD está conectado —no es así en este ejemplo— y los circuitos de unidades externas es correcto.

Establecimiento de la temperatura de la caja de válvulas

La caja de válvulas contiene un bloque calentado con un lugar para instalar una válvula. La temperatura se controla mediante una resistencia auxiliar.

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Settings / Auxiliary

Auxiliary		14:15:15	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Temperature	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
OFF					
25 °C					
Inlet	Oven	Column	Detector	Auxiliary	

2. Introducir la temperatura deseada (entre 10°C y 200°C). Pulsar Esc para cerrar la pantalla.

Modo Service

La pantalla Service

Esta pantalla muestra el Run Log (registro del análisis). Es una lista detallada de los errores ocurridos durante el análisis más reciente. Se limpia al principio de cada análisis.

Status / Service

The screenshot shows the 'Service' screen with the following elements:

- Header: **Service** | 15:48:35 Cur Sample 16 Default+ | Ready
- Message: This Run Log is reset at the beginning of each run.
- Table with columns: Item, Detail, Time.
- Buttons: Service, EXIT Service, Log Book, Diagnostics, Calibration, Maintenance, Update.

Entrar en el modo Service

Pulsar **Service**. Esto almacena el método activo en la memoria y carga el método SERVICE.

Salir del modo Service

Pulsar **EXIT Service**. Esto carga el método activo almacenado previamente.

El libro de registros (Log Book)

El GC mantiene un libro de registros de los eventos significativos ocurridos. Entre estos eventos se incluyen desconexiones, fallos, actualizaciones de firmware y los resultados de los tests de fugas. Para ver el libro de registros, mostrar esta pantalla:

Status / Service / Log Book

The screenshot shows the 'Log Book' screen with the following elements:

- Header: **Log Book** | 14:25:15 Last Sample 00 DEF_M | Not Ready
- Summary: 25 entries shown | Exceptions Log | 27 total entries
- Table with columns: Code, Date, Time, Description.
- Buttons: Show Last 50, Show Last 100, Show Last 250, Save Logbook.

Code	Date	Time	Description
502	14 Jun 00	14:24:35	Syringe serviced
502	14 Jun 00	14:24:34	Syringe serviced
500	14 Jun 00	14:20:03	Septum changed
500	14 Jun 00	14:19:56	Septum changed
500	14 Jun 00	14:19:54	Septum changed

Normalmente, se muestran los 25 últimos eventos. También se pueden ver los 50, 100 o 250 últimos eventos.

Para guardar todo el libro de registros (hasta 1024 entradas) en un archivo de texto en una tarjeta de PC, pulsar *Save Logbook*. (Consultar también [Copiar un método desde el GC a la tarjeta del PC](#) en la página 29.)

Diagnostics

Visualizar el estado de los diagnósticos

Mostrar esta pantalla.

Status / Service / Diagnostics

Diagnostics	12:11:04	Last Sample 00	Service Mo	Not Ready
GC Serial Number US00000000				<input type="text"/>
Atmospheric Pressure 15.254 psi				<input type="text"/>
GC Start Runs	9	<input type="text"/>		
GC Uptime	5 days	7 hrs	6 mins	7 secs
				since last GC memory reset
<input type="text"/>	<input type="text"/>	Inlet Test	Detector Test	Keyboard Test

El test del detector sólo está disponible si se utiliza un FID.

La presión atmosférica mostrada es el valor medido por el instrumento y utilizado en todos los cálculos.

Están disponibles dos inyectores: el test de fugas y el test de salida de "split".

Test de fugas (todos los inyectores)

El test de fugas presuriza el inyector y comprueba que la presión decae a lo largo del tiempo. El test se debería realizar después del mantenimiento rutinario del inyector y en condiciones de funcionamiento normales (temperatura). Si el inyector no supera el test, buscar fugas en todas las conexiones.

Los resultados de los tests de fugas se introducen en el libro de registros.

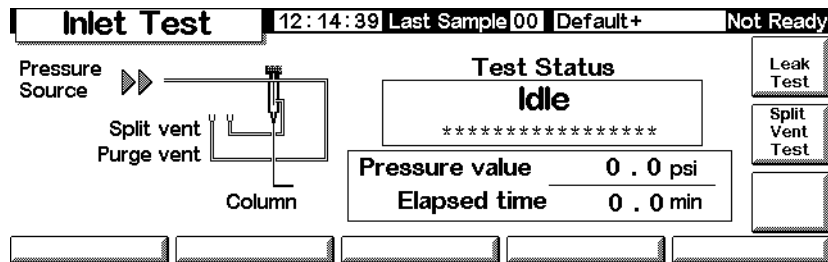
Tabla 25. Piezas del test de fugas

Elemento	Nº de parte
Tuerca de latón de 1/8 de pulgada	5180-4103
Férrula blanca Vespel/de grafito de 1/8 de pulgada	0100-1372
Tuerca de la columna	5181-8830
Férrula blanca Vespel/de grafito	5020-8294

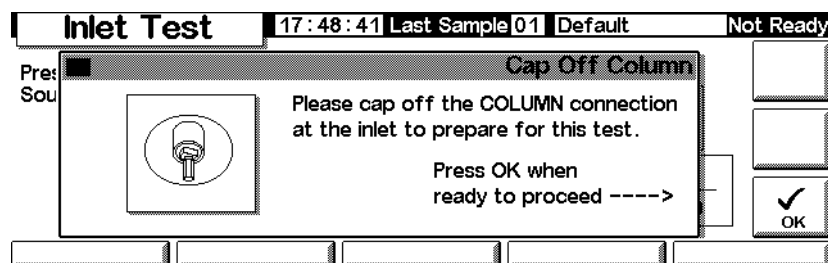
Para ejecutar el test de fugas:

1. Mostrar esta pantalla. Puede ser diferente dependiendo del inyector que se tenga.

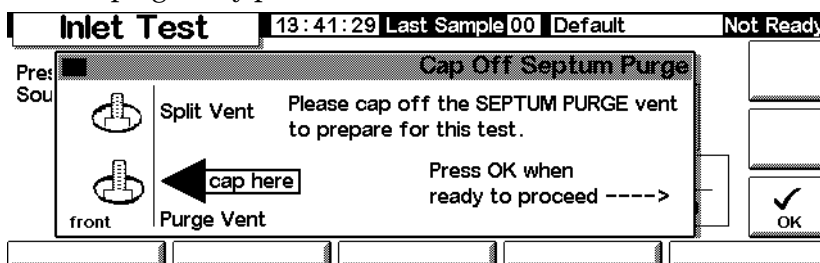
Status / Service / Diagnostics / Inlet Test



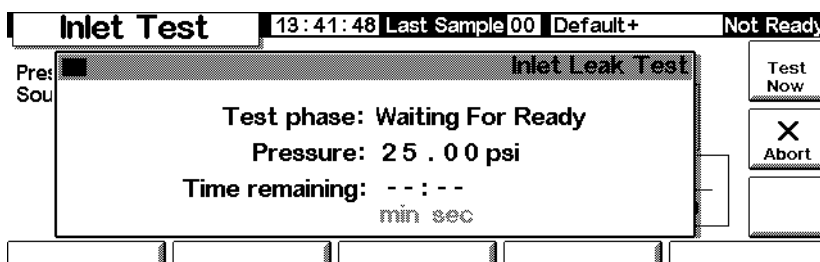
2. Pulsar la tecla Leak Test.
3. Retirar la columna, si está instalada. Cerrar la conexión de la columna con una tuerca de columna y una férrula no perforada (para las columnas capilares) o con un cierre Vespel® (en columnas empaquetadas). Pulsar OK.



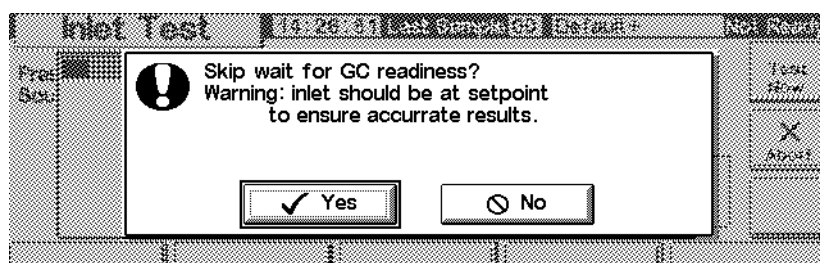
4. Tapar la válvula de purga del septum con un protector Swagelok® de 1/8 pulgadas y pulsar OK.



5. Después de tapar la válvula de purga del septum, aparece la pantalla del test de fugas del inyector (puede producirse un pequeño retraso):

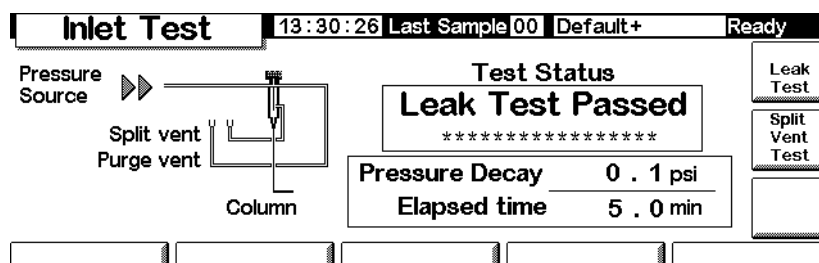


Cuando el GC alcanza las condiciones de funcionamiento, el test comienza automáticamente. Normalmente, se debe esperar a que el test dé comienzo. Si se desea iniciar el test sin esperar a que el inyector alcance la temperatura de funcionamiento, se puede pulsar **Test Now**.



Si se selecciona **Yes**, el test da comienzo inmediatamente. Tardará aproximadamente 5 minutos.

6. Una vez que el test ha terminado, se muestran los resultados.



Los resultados posibles son:

- *Passed*— No hay fugas a la temperatura de funcionamiento
- *Failed*— Hay que buscar fugas en todas las conexiones. Consultar la información del usuario del GC para obtener más información.
- *Override*— El inyector ha pasado el test, pero éste fue iniciado con la tecla *Test Now* antes de que el inyector alcanzase las temperaturas de funcionamiento. El inyector no tiene fugas en las condiciones en las que se ha realizado el test, pero podría tenerlas a las temperaturas de funcionamiento.

7. Volver a cargar el método desde el principio de este procedimiento.

8. Retirar los protectores, volver a instalar la columna y configurarla según sea necesario y volver a establecer la presión y la velocidad del flujo.

Test de la válvula de "split" (solamente para inyectores "split/splitless" y PTV)

El test de la válvula de split revisa las limitaciones del liner del inyector y la trampa de la salida. Con el tiempo, la trampa de la salida y el liner del inyector se ven limitados por la condensación

de muestras. Si el inyector no supera el test, las causas más probables son la trampa de la salida, el liner del inyector y el sello de oro. Consultar el manual de Información del usuario de Agilent 6850 para obtener más detalles.

Los resultados del test la válvula de split se introducen en el libro de registros.

Tabla 26. Piezas del test de la válvula de split

Elemento	Nº de parte
Tuerca de columna	5181-8830
Férrula blanca Vespel/de grafito	5020-8294

Para ejecutar el test de salida de "split"

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Service / Diagnostics / Inlet Test

Inlet Test 12:14:39 Last Sample 00 Default+ Not Ready

Pressure Source → Split vent Purge vent Column

Test Status
Idle

Pressure value 0.0 psi
Elapsed time 0.0 min

Leak Test
Split Vent Test

2. Pulsar Split Vent Test.
3. Seguir las instrucciones de las pantallas.

Inlet Test 17:48:41 Last Sample 01 Default Not Ready

Pre: Sou

Cap Off Column

Please cap off the COLUMN connection at the inlet to prepare for this test.

Press OK when ready to proceed ---->

OK

4. Después de taponar la válvula de purga del septum, aparece la pantalla del test de fugas del inyector.

Inlet Test 13:42:23 Last Sample 00 Default+ Not Ready

Pre: Sou

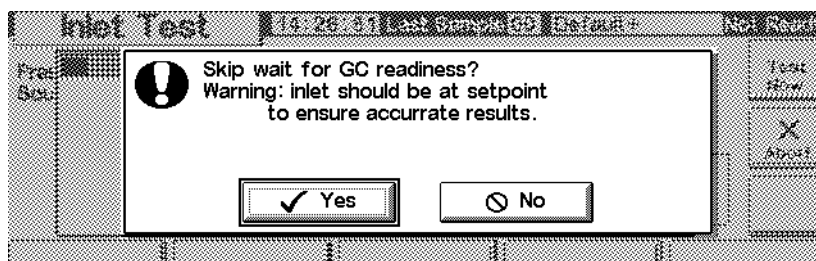
Split Vent Test

Test Phase: Waiting For Flow

Pressure: 0.00 psi
Flow: 358.6 ml/min
Time remaining: --:--
min sec

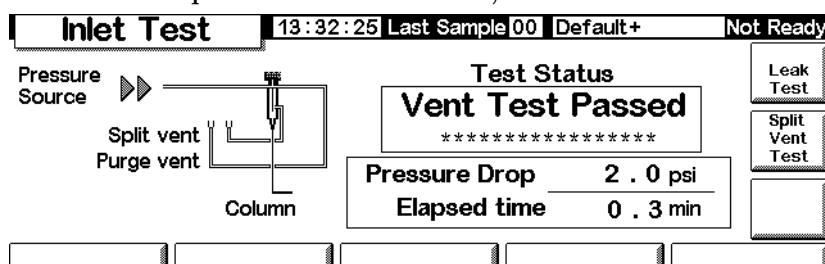
Test Now
X Abort

Cuando el GC alcanza las condiciones de funcionamiento, el test comienza automáticamente. Normalmente, se debe esperar a que el test dé comienzo. Si se desea iniciar el test sin esperar a que el inyector alcance la temperatura de funcionamiento, se puede pulsar *Test Now*.



Si se selecciona *Yes*, el test da comienzo inmediatamente.

5. Una vez que el test ha terminado, se muestran los resultados.



Los resultados posibles son:

- *Passed*— No hay fugas a la temperatura de funcionamiento
- *Failed*— Hay que buscar fugas en todas las conexiones. Consultar la información del usuario del GC 6850 para obtener más información.
- *Override*— El inyector ha pasado el test, pero éste fue iniciado con la tecla *Test Now* antes de que el inyector alcanzase las temperaturas de funcionamiento. El inyector no tiene fugas en las condiciones en las que se ha realizado el test, pero podría tenerlas a las temperaturas de funcionamiento.

Test del detector (jet)

El test del jet del FID se debería realizar cuando la llama no se enciende o cuando se reenciende inesperadamente durante un análisis. El test revisa si la punta del jet está limitada. Si el jet falla el test, cambiarlo o limpiarlo. Consultar el manual de Información del usuario del 6850 para obtener más detalles.

Los resultados del test del jet se introducen en el libro de registros.

Para estar seguro de que los resultados del test son válidos, éste se debe realizar en condiciones de funcionamiento.

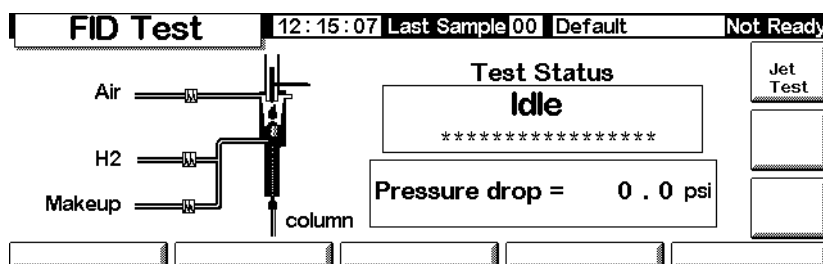
Tabla 27. Piezas del test del jet

Elemento	Nº de parte
Tuerca de columna	5181-8830
Férrula blanca Vespel/de grafito	5020-8294

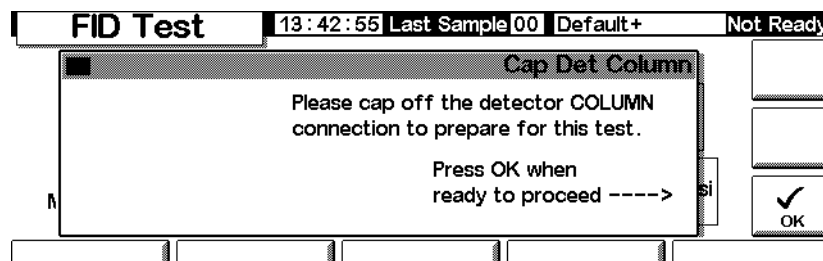
Ejecutar el test del detector

1. Mostrar esta pantalla.

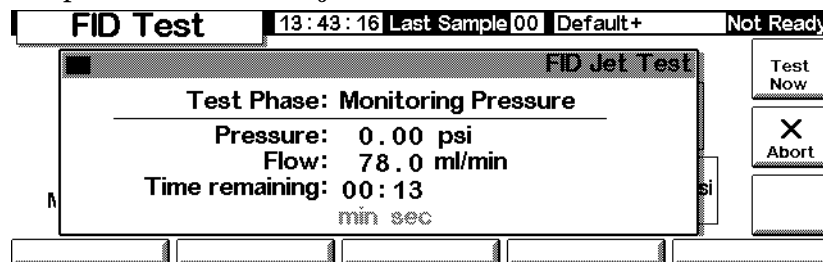
Status / Service / Diagnostics / Detector Test



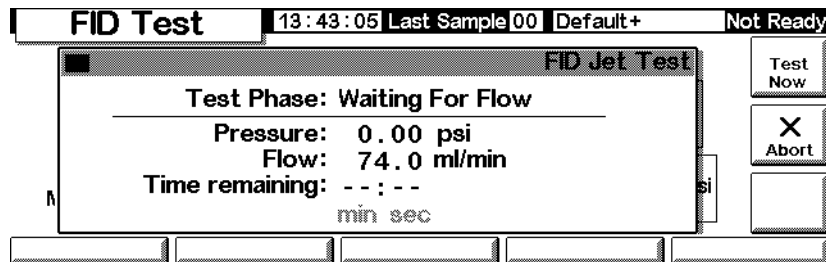
2. Pulsar Jet Test y seguir las instrucciones de la pantalla.



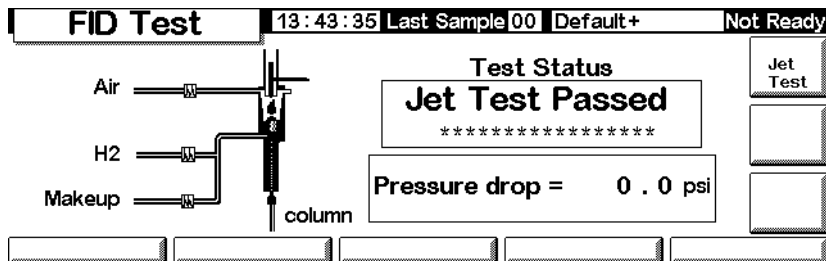
3. Después de tapan la conexión de la columna del detector, aparece la pantalla del test del jet del FID:



Cuando el GC cumple las condiciones de funcionamiento, el test da comienzo automáticamente. Normalmente, se debe esperar a que el test dé comienzo. Si se desea iniciar el test sin esperar a que el detector alcance las condiciones de funcionamiento, se puede pulsar **Test Now** y seleccionar **Yes** para dar comienzo al test inmediatamente.



4. Una vez que el test ha terminado, se muestran los resultados.



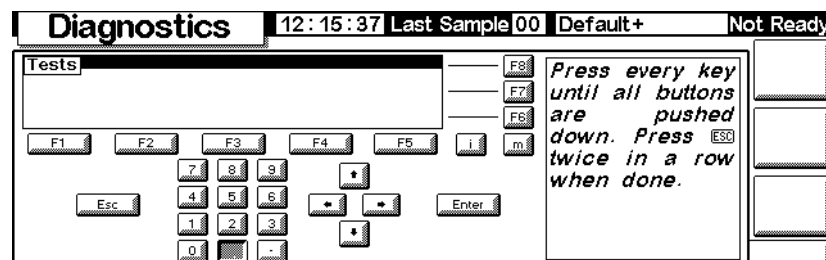
Los resultados posibles son:

- *Passed*— El jet está suficientemente limpio
- *Failed*— Se debe limpiar o cambiar el jet
- *Override*— El jet ha pasado el test, pero éste se inició con la tecla **Test Now** antes de que el detector alcanzase las temperaturas de funcionamiento. El funcionamiento del jet puede ser aceptable en las condiciones del test, pero podría ser deficiente a las temperaturas de funcionamiento.

Test del teclado

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Service / Keyboard Test



2. Pulsar cada tecla del Módulo de Control. La pantalla debería volverse gris.

Calibración

Visualizar el estado de la calibración

Mostrar esta pantalla. Se muestran las fechas de las calibraciones personalizadas, que anulan las calibraciones originales de fábrica.

Status / Service / Calibration

Calibration		13:38:57	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Last Calibrations:					
Inlet	-----	<input checked="" type="checkbox"/>	Use factory calibration		
Oven	-----	<input checked="" type="checkbox"/>	Use factory calibration		
Column	-----	<input checked="" type="checkbox"/>	Use factory calibration		
Detector	-----	<input checked="" type="checkbox"/>	Use factory calibration		
Inlet Cal	Oven Cal	Column Cal	Detector Cal		

Restaurar las calibraciones de fábrica

En la pantalla superior, seleccionar el artículo o artículos y pulsar **Enter**.

Sensores de flujo y presión

Las pendientes (sensibilidades) de estos sensores son bastante estables, pero el zero offset se debería revisar periódicamente.

El módulo del inyector split/splitless utiliza un sensor de flujo. Seleccionar la opción **Enable Auto Flow Zero** (consultar [Llevar a cero los sensores del inyector](#) en la página 178) para poner automáticamente a cero el sensor después de cada análisis.

Todos los módulos de gases utilizan sensores de presión. Estos sensores se deben llevar a cero manualmente. La [Tabla 28](#) da los intervalos de cero recomendados.

Tabla 28. Intervalos de cero de los sensores de presión y flujo

Tipo de sensor	Tamaño de columna	Intervalo del cero
Flujo	Todas	Usar Enable Auto Flow Zero
Presión	Columnas capilares pequeñas (id 320 μ m o menos)	Cada 12 meses
	Columnas capilares grandes (id > 320 μ m)	A los 3 meses, a los 6 meses y a partir de entonces, cada 12 meses
	Columnas empaquetadas	Cada 12 meses

Llevar a cero los sensores del inyector

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Service / Calibration / Inlet Cal

Calibration		12:17:32	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Inlet Calibration					ZERO FLOW
<input checked="" type="checkbox"/> Enable Auto Flow Zero					ZERO PRESS
Pressure	Zero	Flow	Zero		
0.00	0.00	0.0	0.00		
psi		mL/min		OK	

2. Seleccionar Enable Auto Flow Zero para recalibrar automáticamente el cero al final de cada análisis.
3. *Para llevar a cero manualmente el sensor de flujo*, pulsar ZERO FLOW. El flujo del inyector se interrumpirá momentáneamente. El proceso requiere cerca de 2 segundos.
4. *Para llevar a cero el sensor de presión*, apagar el gas portador de la fuente. Separar una de las conexiones en los tubos de suministro para asegurar que no hay presión residual en los tubos. Pulsar ZERO PRESS.
5. Restaurar el flujo normal de gas portador.

Calibración de los sensores del inyector

1. Establecer una presión conocida (70 a 100 psig o 480 a 690 kPa) o flujo conocido (500 a 1000 mL/min) en el inyector.
2. Introducir la presión o flujo conocido en el campo apropiado de la pantalla.
3. Pulsar Enter para recalibrar el sensor.

Recalibrar el sensor de temperatura del horno

1. Sujetar un termopar al colgador de la columna como se muestra aquí. Esa es la posición utilizada en la fábrica. Asegurar que está suspendida en el aire y no toca ninguna parte del horno.

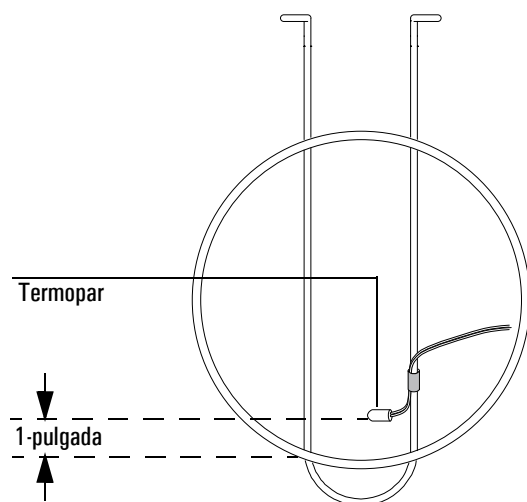
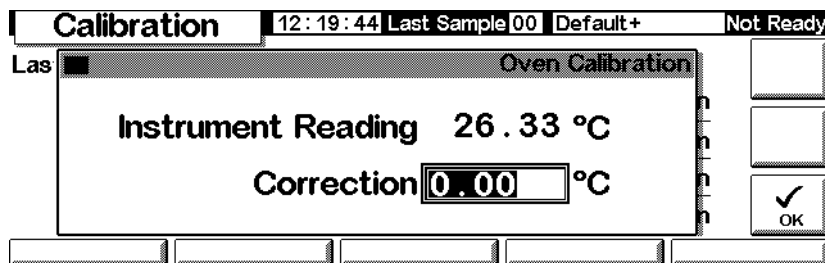


Figura 24. Termopar y colgador de la columna

2. Fijar la temperatura media a un valor típico que se haya usado. Dejar que el horno se estabilice a esa temperatura durante al menos 5 minutos.
3. Restar la temperatura verdadera (la medida del termopar) de la lectura del instrumento para obtener la corrección.
4. Mostrar esta pantalla e introducir el valor de corrección, *Correction* (-10,00 a +10,00).

Status / Service / Calibration / Oven Cal



5. Pulsar OK.

Calibrar una columna

Si se desconoce una o varias de las dimensiones de la columna y resulta muy complicado medirla, se puede usar esta función para estimar dicha información.

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Service / Calibration / Column Cal

2. Instalar la columna en el horno. Establecer un flujo de gas portador.
3. En el margen izquierdo de la pantalla, seleccionar la(s) dimensión(es) que es necesario estimar.
 - Para estimar la longitud *o* el diámetro de la columna, se debe introducir *o bien* la velocidad de flujo registrada de la columna *o bien* el tiempo de elución de un pico no retenido
 - Para estimar la longitud *y* el diámetro, se debe introducir la velocidad de flujo registrada de la columna *y* el tiempo de elución de un pico no retenido
4. *Para determinar el flujo medido:* Es el flujo que existe en la columna, y se puede medir a la salida del detector. (Comprobar que la salida de gases del detector está apagada.) Se prefiere un sensor electrónico del flujo pero también se puede usar un medidor de burbuja y un cronómetro. Hacer varias medidas y promediar los resultados. Hay que asegurarse de convertir las medidas a condiciones NTP.
5. *Para determinar los picos no retenidos:* Éste es el tiempo en minutos desde la inyección a la aparición en el detector de un pico que no interacciona con la columna.
6. Introducir los datos en los campos apropiados, pulsar **Enter** después de cada uno. El instrumento calculará y mostrará las dimensiones de la columna.
7. Pulsar **OK** para cerrar la pantalla.

Llevar a cero los flujos del detector

1. Mostrar esta pantalla.

Status / Service / Calibration / Detector Cal

Calibration		13:39:06	Last Sample 00	Default+	Not Ready	
FID Gas Calibrations						
H2 Fuel		Oxidizer (utility)		Makeup		ZERO FUEL
Reading	Zero	Reading	Zero	Reading	Zero	ZERO UTILITY
0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	ZERO MAKEUP
mL/min		mL/min		mL/min		

2. Con los gases en on, pulsar cada una de las teclas ZERO separadamente. Dejar el tiempo suficiente entre cada tecla para que la operación del cero tenga lugar. Se recomienda 10 minutos como mínimo.

Maintenance


El GC 6850 incorpora una función llamada Mantenimiento preventivo asistido (EMF) que se puede usar para realizar un seguimiento del uso del septum y el liner del inyector, la columna y la jeringa. Al establecer un límite de uso de estos elementos, el instrumento avisa de que ha llegado el momento de cambiarlo o revisarlo. Por ejemplo, el GC avisa de que hay que cambiar el septum después de cada 200 inyecciones.

El mantenimiento preventivo asistido funciona realizando un seguimiento del número de inyecciones automáticas que se han realizado desde la última vez que se cambió o revisó cada elemento. No tiene en cuenta las inyecciones manuales. Primero se establece un límite para un elemento (por ejemplo, el septum) y, cuando se alcanza este número máximo de inyecciones, aparece un mensaje de "aviso de revisión" en la pantalla frontal del GC. Este mensaje no afecta al funcionamiento del GC, es sólo un mensaje informativo. Se puede seguir utilizando el GC con toda normalidad. Además, cada elemento del EMF se activa y ajusta independientemente.

Usar el mantenimiento preventivo asistido

Para utilizar el sistema de mantenimiento preventivo asistido, mostrar esta pantalla:

Status / Service / Maintenance

Maintenance	14:19:16	Last Sample 00	DEF_M	Ready
Septum	<input type="text" value="0%"/>	 Runs remaining before Early Maintenance Feedback	START SERVICE	
Liner	<input type="text" value="0%"/>		<input type="text"/>	
Syringe	<input type="text" value="0%"/>		<input type="text"/>	
Column	<input type="text" value="0%"/>		<input type="text"/>	
Service Limits	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

Se muestran todos los elementos que se pueden controlar junto con un indicador del porcentaje de vida útil que les queda. Tomaremos como ejemplo, el límite de servicio del septum.

1. Pulsar Service Limits.

Service Limits	14:19:31	Last Sample 00	DEF_M	Ready
# of Injections before service				<input type="text"/>
Septum	<input type="text" value="OFF"/>	Syringe	<input checked="" type="text" value="OFF"/>	<input type="text"/>
Liner	<input type="text" value="OFF"/>	Column	<input type="text" value="OFF"/>	<input type="text"/>
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

2. Seleccionar el campo Septum e introducir un valor con el teclado. En este ejemplo, usaremos 200 inyecciones.

Service Limits	14:20:09	Last Sample 00	DEF_M	Ready
# of Injections before service				<input type="text"/>
Septum	<input type="text" value="200"/>	Syringe	<input type="text" value="OFF"/>	<input type="text"/>
Liner	<input checked="" type="text" value="OFF"/>	Column	<input type="text" value="OFF"/>	<input type="text"/>
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

3. Regresar a la pantalla anterior. Obsérvese que la barra de estado del septum marca 100%, y el número de inyecciones que quedan es 200.

The screenshot shows the 'Maintenance' screen with the following details:

- Header: Maintenance | 14:20:27 | Last Sample 00 | DEF_M | Ready
- Septum: 100% (indicated by a full black bar) | 200
- Liner: 0%
- Syringe: 0%
- Column: 0%
- Service Limits: Four empty input fields.
- EMF (Early Maintenance Feedback) icon is present.
- Text box: 'Runs remaining before Early Maintenance Feedback'
- Buttons: 'START SERVICE' and three empty buttons.

Ahora, el GC realizará un seguimiento del uso del septum.

Reajustar los límites de servicio

Cuando un elemento alcanza su límite de servicio, aparece un mensaje de aviso en el panel del GC y en el Módulo de Control. Para quitar el mensaje de la pantalla, se debe desactivar el EMF de ese elemento o se debe reajustar el contador.

Reajustar los contadores siguiendo estas instrucciones:

1. Si se está realizando un análisis o secuencia, esperar a que termine. Una vez que los elementos estén listos para cambiarlos o revisarlos, mostrar la siguiente pantalla:

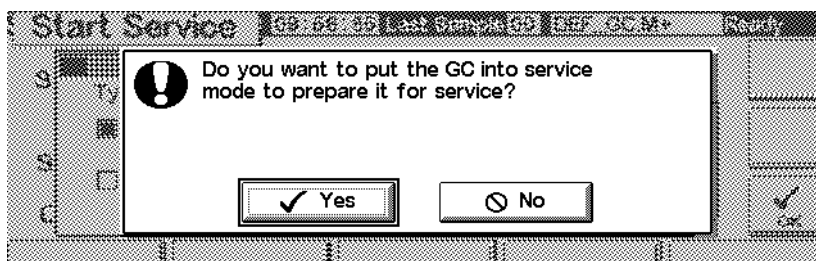
Status / Service / Maintenance / Start Service

The screenshot shows the 'Start Service' dialog box with the following details:

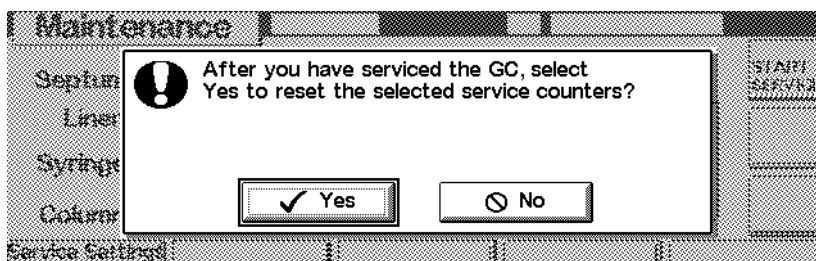
- Header: Start Service | 09:56:11 | Last Sample 00 | DEF_GC.M+ | Ready
- Title: Start Service
- Type of service:
 - change inlet septum
 - change inlet liner
 - service column
 - change syringe
- Buttons: 'OK' (with a checkmark) and three empty buttons.

2. Seleccionar el elemento o elementos que se van a revisar y pulsar OK.

3. Aparece la siguiente pantalla: Seleccionar Yes o No.



- *Yes*— El GC cargará el método SERVICE, de manera que el inyector y el horno se enfríen hasta una temperatura que permita tocar los elementos (consultar el CD-ROM *6850 GC Information* para conocer más detalles sobre los ajustes de un buen método SERVICE).
 - *No*— No se carga el método SERVICE. Por ejemplo, lo normal es que no sea necesario enfriar el GC para revisar la jeringa. Si se van a revisar piezas calientes, hay que protegerse frente a posibles quemaduras.
4. Aparece la siguiente pantalla: Una vez que se hayan revisado el elemento o elementos, pulsar Yes para reajustar los contadores que se hayan seleccionado previamente. Si se pulsa No (por ejemplo, si no se hizo ningún cambio), los contadores no se reajustarán, y el mensaje o mensajes de aviso permanecerán en pantalla.



Determinar los límites de servicio

Los límites de servicio para el septum, la jeringa, el liner el inyector y la columna dependen de lo que se usen. Establecer un límite que avise de la necesidad de cambiar o revisar las partes antes del momento en que se espera detectar un empeoramiento en el funcionamiento, debido a fugas en el septum o la jeringa, o a la contaminación provocada por el desgarro del septum, etc.

Funciones de actualización

Para ver el número de modelo y de serie del GC, del inyector y del módulo de control, así como información sobre el firmware, mostrar esta pantalla:

Status / Service / Update

Update				14:17:45	Last Sample 00	DEF_M	Not Ready
	GC	Control Mod	Inyector				
Model Number	6850	G2629A	G2880				
Serial Number	US00000628	DE85100001	PP00000104				
Mfg Date	30 Jul 99	-----	-----				
FW Revision	A.03.00	A.03.00	A.09.21				
FW Build Date	25 May 00	13 Jun 00	-----				
GC Update		Injector Update		Mod Update			

Se recomienda copiar esta información en algún otro lugar, de manera que esté disponible si se llama al servicio técnico de Agilent.

Ponerse en contacto con el servicio de Agilent para obtener actualizaciones de firmware. Para actualizar el firmware, se necesita un Módulo de Control y una tarjeta de PC que contenga los archivos de actualización.

No se debe actualizar el firmware durante un análisis.

Actualizar el GC

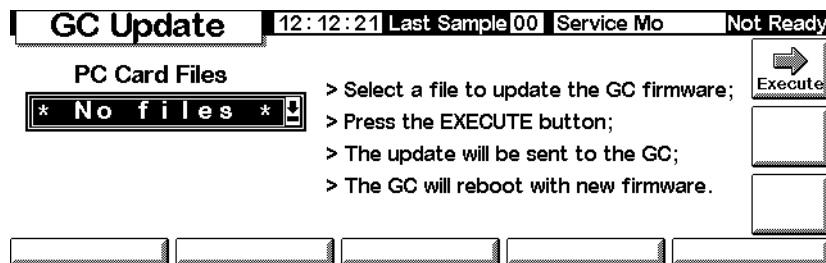
Al actualizar el firmware del GC, se pierden todos los métodos guardados y la información sobre las direcciones LAN. Antes de empezar la actualización:

- Tomar nota de todos los métodos del GC para volverlos a introducir, o bien guardarlos en una tarjeta de PC utilizando el Módulo de Control. (Consultar [Copiar un método desde el GC a la tarjeta del PC](#) en la página 29.)
- Si se utiliza el control mediante direcciones LAN (consultar [Configuración de la dirección IP](#) en la página 17), se debe acceder a Status / Service / LAN Comm y tomar nota de la información referente a la LAN para volver a introducirla.

Actualizar el firmware del GC:

1. Desconectar el Módulo de Control del GC.
2. Insertar la tarjeta del PC, con el firmware del GC, en el módulo de control y conectar el módulo al GC.
3. Mostrar esta pantalla.

Status / Service / Update / GC Update



4. Seleccionar el archivo de actualización del GC (con extensión .asc) y pulsar Execute.

Precaución

No se debe apagar el GC, ni desenchufar el cable de alimentación del GC, ni desconectar el módulo de control del GC hasta que se complete el proceso de actualización o se cancele. Si se interrumpe de alguna manera el funcionamiento del Módulo de Control durante la actualización del firmware, ¡el GC podría quedar inservible!

5. Cuando aparece la pantalla de confirmación, seleccionar:
 - Yes para cargar el nuevo firmware del GC. El proceso dura alrededor de 10 minutos.
 - No para no cargar el firmware. Se mantiene el firmware existente.
6. Cuando se haya cargado, el GC se reinicializará utilizando el nuevo firmware.
7. Restaurar los métodos y la información de direcciones LAN (si es que se usan).

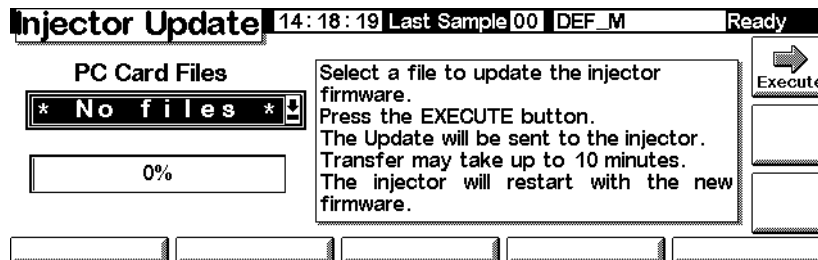
Actualizar el firmware del inyector

Para actualizar el inyector hace falta la versión de firmware del Módulo de Control A.03.00 o posterior. Si no se dispone de ella, contactar con Agilent.

1. Desconectar el módulo de control del GC.
2. Insertar la tarjeta del PC, con el firmware del módulo de control, en el módulo de control y conectar el módulo al GC.

3. Mostrar esta pantalla.

Status / Service / Update / Injector Update



4. Seleccionar el archivo de actualización del inyector y pulsar Execute.

Precaución

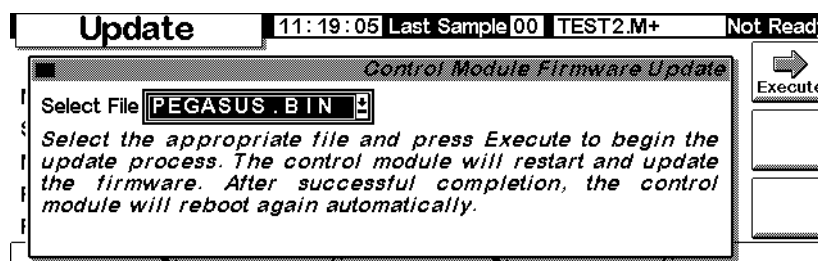
No se debe apagar el GC, desenchufar el cable de alimentación del inyector ni desconectar el Módulo de Control del GC hasta que el proceso de actualización se complete o se cancele. Si se interrumpe de alguna manera el funcionamiento del módulo de control durante la actualización del firmware, el inyector podría quedar inservible.

5. Cuando aparece la pantalla de confirmación, seleccionar:
 - Yes para cargar el nuevo firmware del inyector. El proceso dura alrededor de 2 minutos.
 - No para no cargar el firmware. Se mantiene el firmware existente.
6. Cuando se haya cargado, el inyector se reinicializará utilizando el nuevo firmware.

Actualizar el firmware del Módulo de Control

1. Desconectar el módulo de control del GC.
2. Insertar la tarjeta del PC, con el firmware del módulo de control, en el módulo de control y conectar el módulo al GC.
3. Mostrar esta pantalla.

Status / Service / Update / Mod Update



4. Seleccionar el archivo de actualización del Módulo de Control y pulsar **Execute**.

Precaución

No desconectar el Módulo de Control del GC ni apagar el GC hasta que el proceso de actualización se complete o se cancele. Si se hace, se pueden destruir los programas del módulo de control y hacer que éste quede inservible.

5. Cuando aparece la pantalla de confirmación, seleccionar:
 - **Yes** para cargar el nuevo firmware del Módulo de Control. El proceso requiere cerca de 2 minutos.
 - **No** para no cargar el firmware. Se mantiene el firmware existente.
6. Cuando se haya cargado, el Módulo de Control se reinicializará utilizando el nuevo firmware.