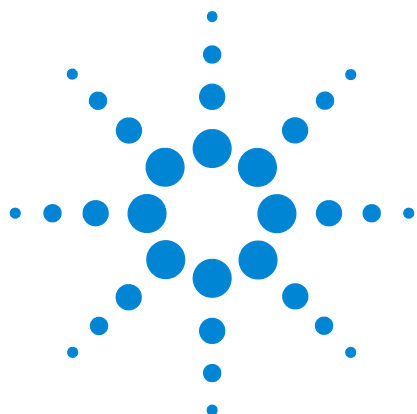




Detectores Agilent de quimioluminiscencia de azufre 8355 S y de nitrógeno 8255 S

Manual del usuario



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2016

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

Número de referencia del manual

G3492-95001

Edición

Primera edición, mayo de 2016

Impreso en EE. UU. o China

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610 EE. UU.

安捷伦科技（上海）有限公司
上海市浦东新区外高桥保税区
英伦路 412 号
联系电话：（800）820 3278

Garantía

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

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

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

ADVERTENCIA

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

Contenido

1 Procedimientos iniciales

Manuales, información, herramientas y dónde encontrarlos	8
Información sobre seguridad	8
Manuales, herramientas y ayuda en línea del GC	8
Aplicaciones de usuario	10
Oportunidades de formación	13
Descripción general del Detectores SCD del 8355 S y NCD del 8255 S	14
Descripción general de la instalación y puesta en marcha inicial	18

2 Descripción del sistema

Especificaciones	20
SCD del 8355 S	20
NCD del 8255 S	20
Cálculos MDL	21
Teoría de funcionamiento	22
SCD	22
NCD	23
Descripción de componentes principales	24
Conjunto del quemador	24
Generador de ozono	26
Celda de reacción y tubo fotomultiplicador (PMT)	27
Módulos del EPC	27
Bomba de vacío	27
Trampa de destrucción de ozono	27
Filtro coalescente de aceite	27
Adaptador del FID (opcional)	28
Refrigerador del NCD	28

3 Funcionamiento del teclado

La tecla Detector	30
Tecla de estado	31
Tecla de información	32
Teclas de introducción de datos generales	33
Teclas de almacenamiento de métodos	34

Para cargar un método	34
Para almacenar un método	35
La tecla de modos de servicio	36
Teclas auxiliares	37
Configuración	37
Registros de mantenimiento y de eventos del sistema	38

4 Funcionamiento

Introducción	40
Versión autónoma	40
Configuración de parámetros	41
Parámetros y rangos	41
Estabilidad y respuesta del detector	42
Condiciones de funcionamiento habituales	43
Ajuste de condiciones de funcionamiento	44
Puesta en marcha	45
Apagado	46
Cortes de flujo y de presión	47
Sensores de flujo	47
Sensores de presión	47
Configurar el flujo cero automático	47
Condiciones para realizar la puesta a cero de un sensor	48
Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión	48
Configuración automática del detector	49
Salida de señal	50
Tipos de señal	50
Valor	51
Señales analógicas	51
Métodos	53
Para cargar un método	53
Para almacenar un método	53
Conservación de recursos	54
Programa	54
Métodos de suspensión	54
Para configurar el detector para conservar recursos	55

5 Mantenimiento

Programa de Mantenimiento	60
Controlar la sensibilidad del detector	61
Consumibles y piezas de recambio	62
Vista detallada de las piezas del SCD	64
Vista detallada de las piezas del NCD	65
Método de mantenimiento del detector	66
Acople de una columna al detector	67
Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)	70
Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)	73
Comprobación de aceite de la bomba de vacío	77
Añadir aceite a la bomba de vacío	78
Cambiar el aceite de la bomba de vacío	80
Sustitución de la trampa de ozono	82
Cambio del filtro de bruma de aceite	83
Limpieza del exterior del detector	84
Calibración de los sensores de flujo y presión	85

6 Solución de problemas

Solución de problemas del detector	88
Tabla de resolución de problemas	89
LED indicador de estado	92
Mensajes del detector	93
Fugas	94
Fugas de ozono	94
Fugas de hidrógeno	94
Fugas de oxidante	94
Revisar si hay fugas de hidrógeno y oxidante	95
Problemas de alimentación	96
Sin energía	96
Problemas de generación de ozono	97
Depósitos de coque	98
Contaminación de hidrógeno	99

Gases contaminados 100

7 Verificación del rendimiento

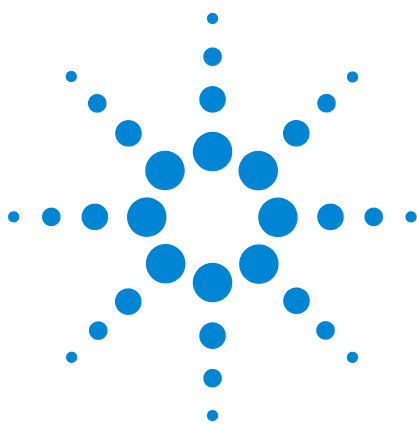
Acerca de la comprobación cromatográfica 102

Preparar una comprobación cromatográfica 103

 Prepare los viales de muestra 104

Comprobar el rendimiento del SCD 105

Comprobar el rendimiento del NCD 111



1

Procedimientos iniciales

Manuales, información, herramientas y dónde encontrarlos	8
Descripción general del Detectores SCD del 8355 S y NCD del 8255 S	14
Descripción general de la instalación y puesta en marcha inicial	18

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



Manuales, información, herramientas y dónde encontrarlos

Este manual describe la manera de operar el detector de quimioluminiscencia del azufre (SCD) Agilent 8355 S y el detector de quimioluminiscencia (NCD) del nitrógeno Agilent 8255 S. Este manual también proporciona recomendaciones de funcionamiento, procedimientos de mantenimiento y resolución de problemas. Para consultar las instrucciones de instalación, vea “Descripción general de la instalación y puesta en marcha inicial” en la página 18. Para preparar el emplazamiento donde se realizará la instalación de un nuevo SCD o NCD, consulte la *Guía de preparación de las instalaciones* de Agilent.

Además, Agilent proporciona otros manuales, información para familiarizarse con el equipo y sistemas de ayuda para el aprendizaje autónomo, referente a la línea actual de cromatógrafos de gases. Deberá consultar esta información general del GC para la instalación y funcionamiento del detector. Los apartados siguientes describen esta información y dónde encontrarla.

Información sobre seguridad

Antes de continuar, lea la importante información de seguridad y normativa que aparece en la sección titulada *Información de seguridad y normativa de Agilent, correspondiente a los detectores de quimioluminiscencia 8355, 8355 S y 8255, 8255 S*.

Manuales, herramientas y ayuda en línea del GC

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

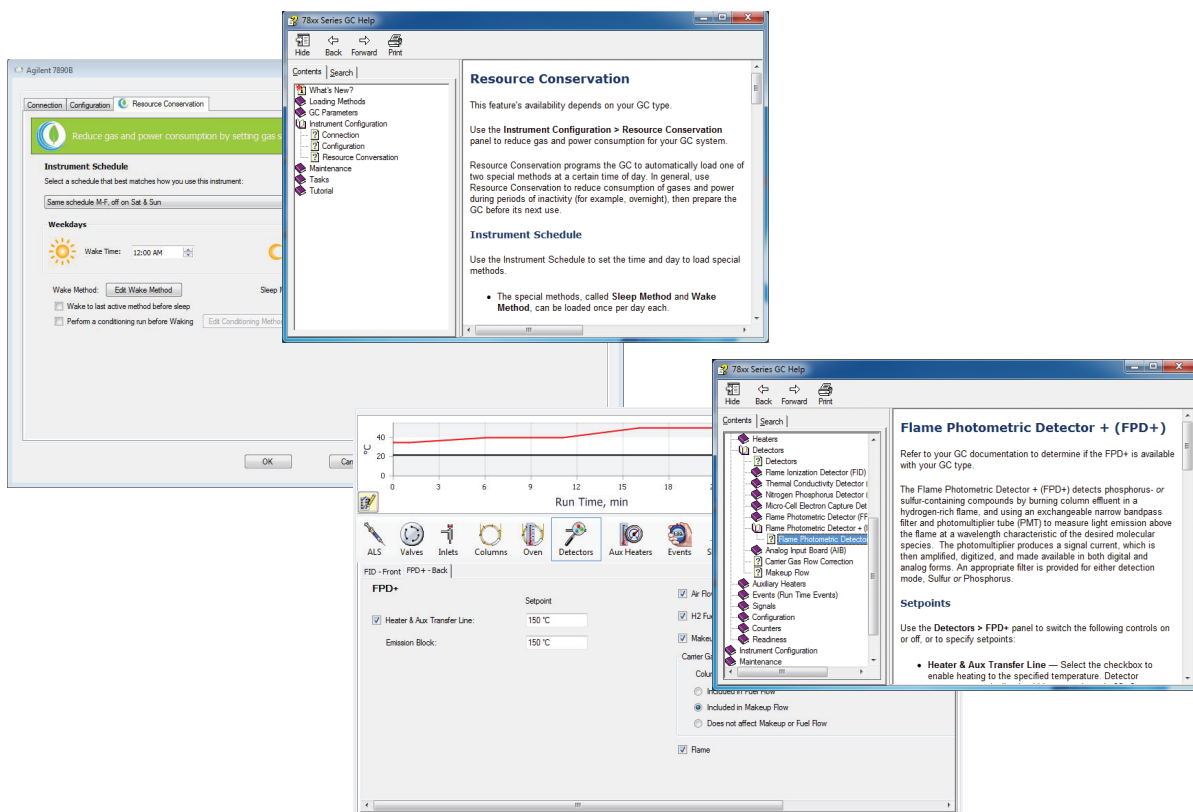
La instalación de los manuales brinda una experiencia de usuario mucho más rica, ya que ofrece la posibilidad de instalar los manuales que desea, en el idioma que desea. Permite instalar versiones HTML y PDF.



Ayuda en línea

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

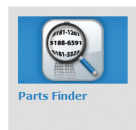
1 Procedimientos iniciales



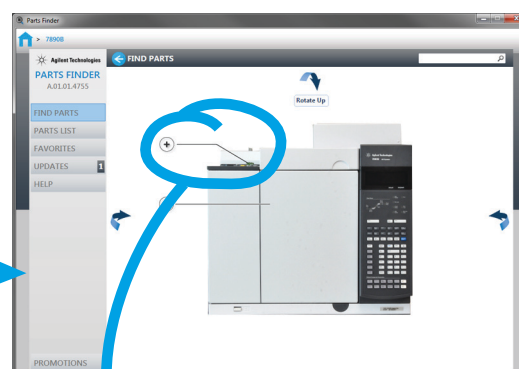
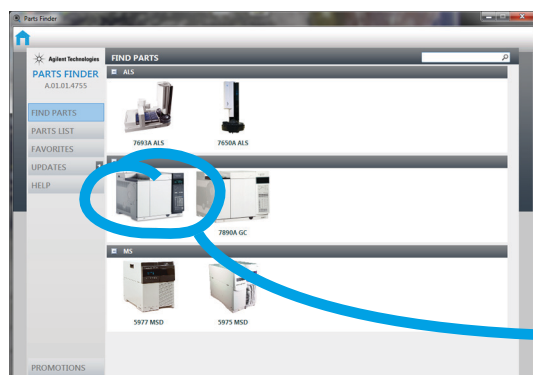
Aplicaciones de usuario

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

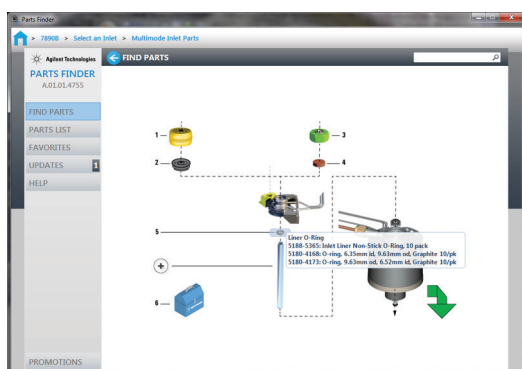
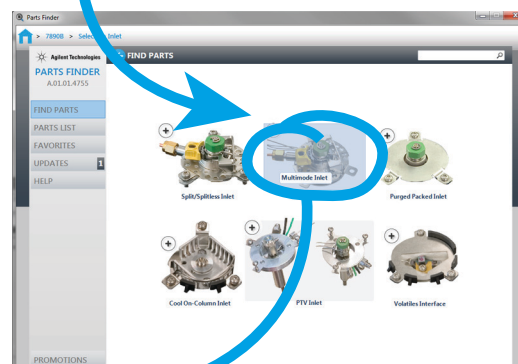




Instale el Buscador de piezas para encontrar rápidamente piezas de recambio y consumibles, haciendo clic por las imágenes del instrumento.



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



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

1 Procedimientos iniciales



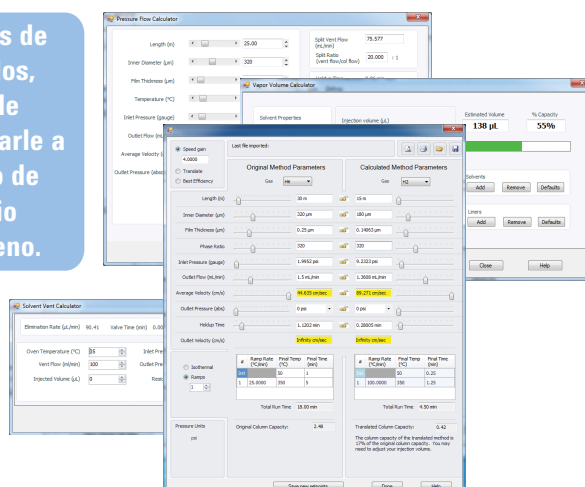
GC Firmware Update Tool

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



Method Developer Tools

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



Oportunidades de formación



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

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

Descripción general del Detectores SCD del 8355 S y NCD del 8255 S

Figura 1 a Figura 5 muestran los controles, piezas y componentes del 8355 S SCD y del 8255 S NCD que se utilizan o a las que se acceden durante la instalación, operación y mantenimiento.

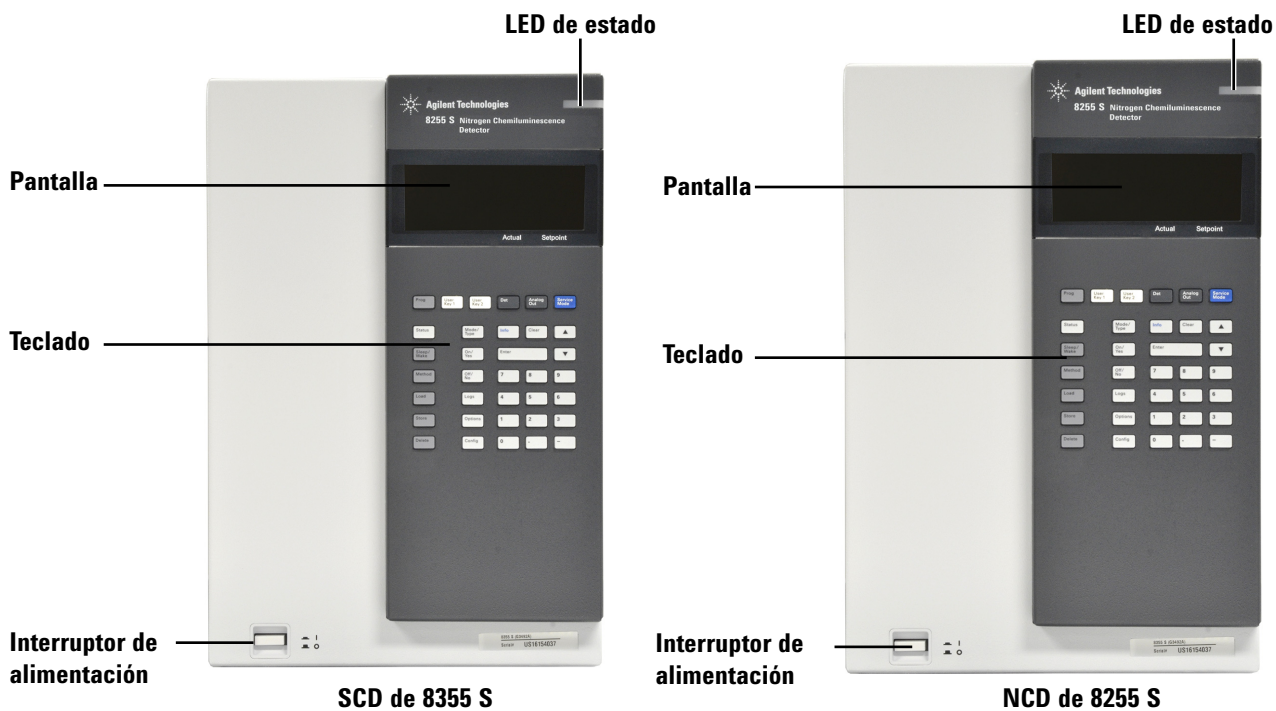


Figura 1 Vista frontal, lectores autónomos (SDC y NCD)

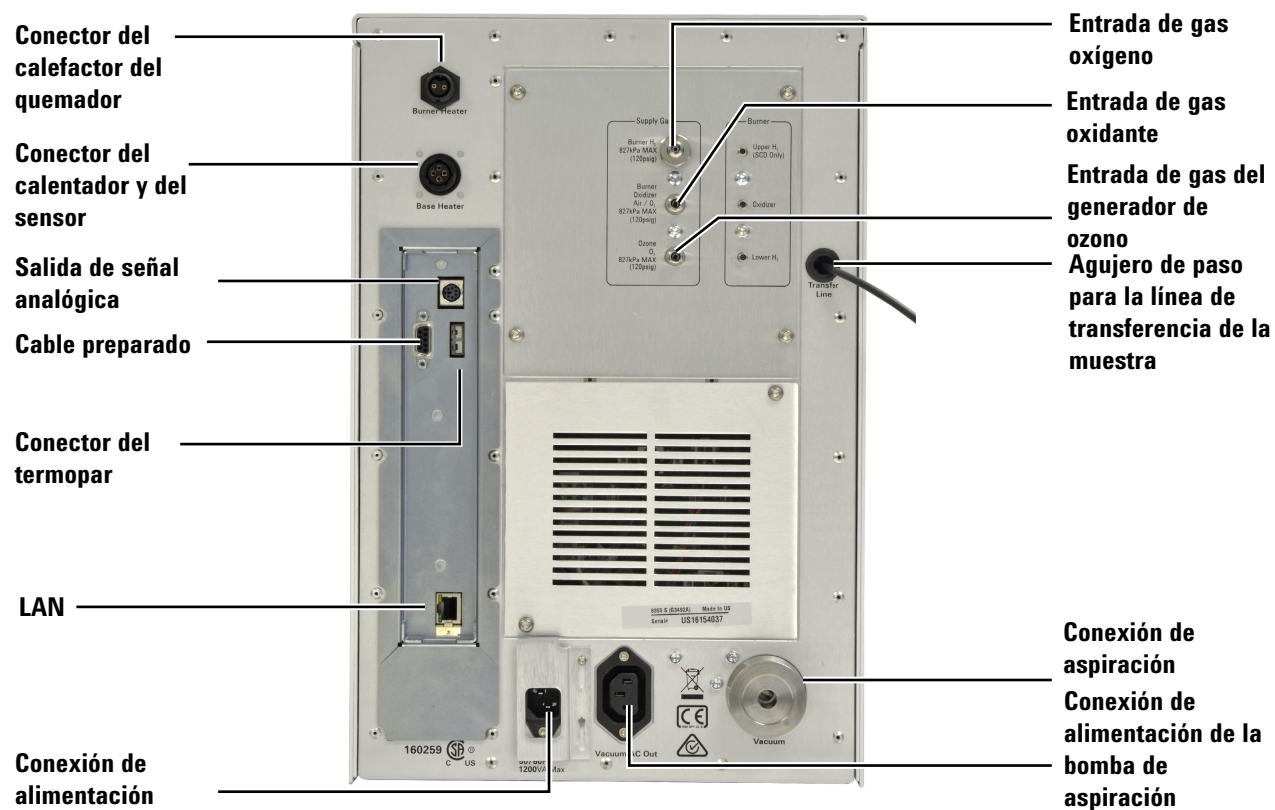


Figura 2 Vista trasera, detector autónomo

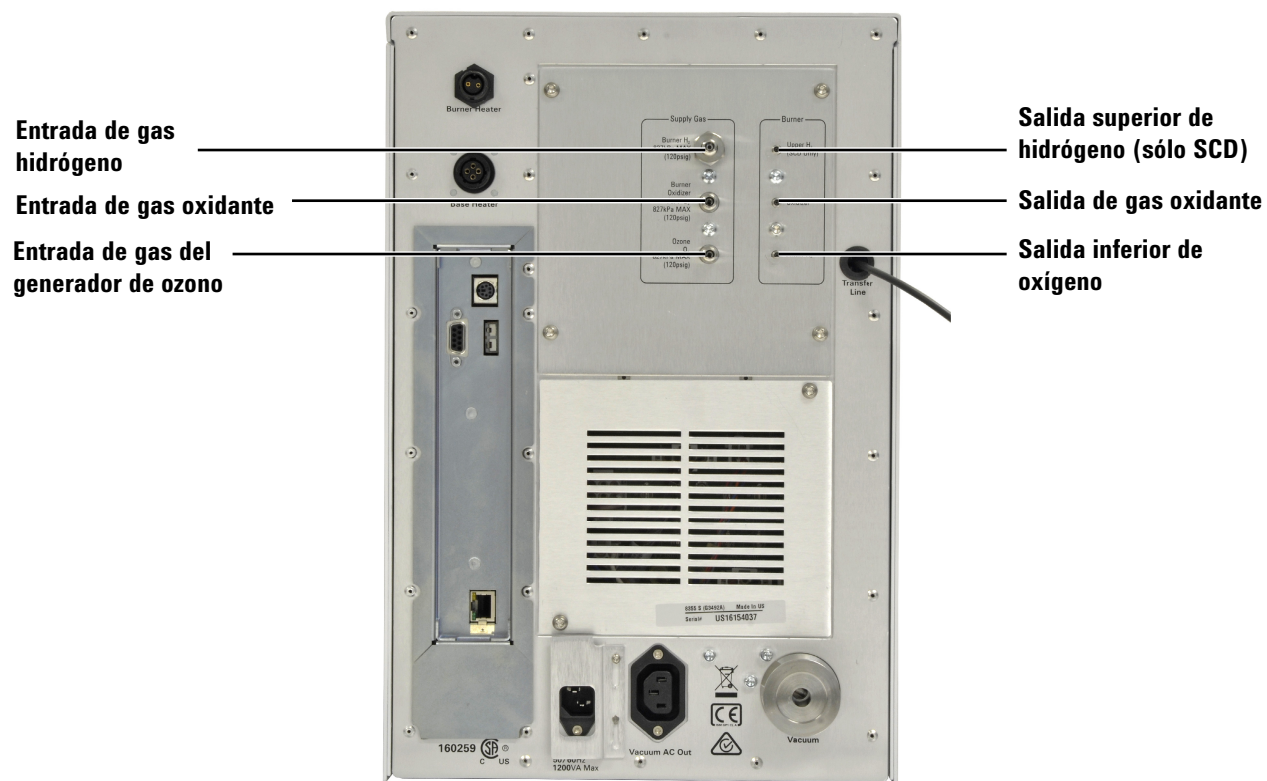


Figura 3 Conexiones de gas, detector autónomo

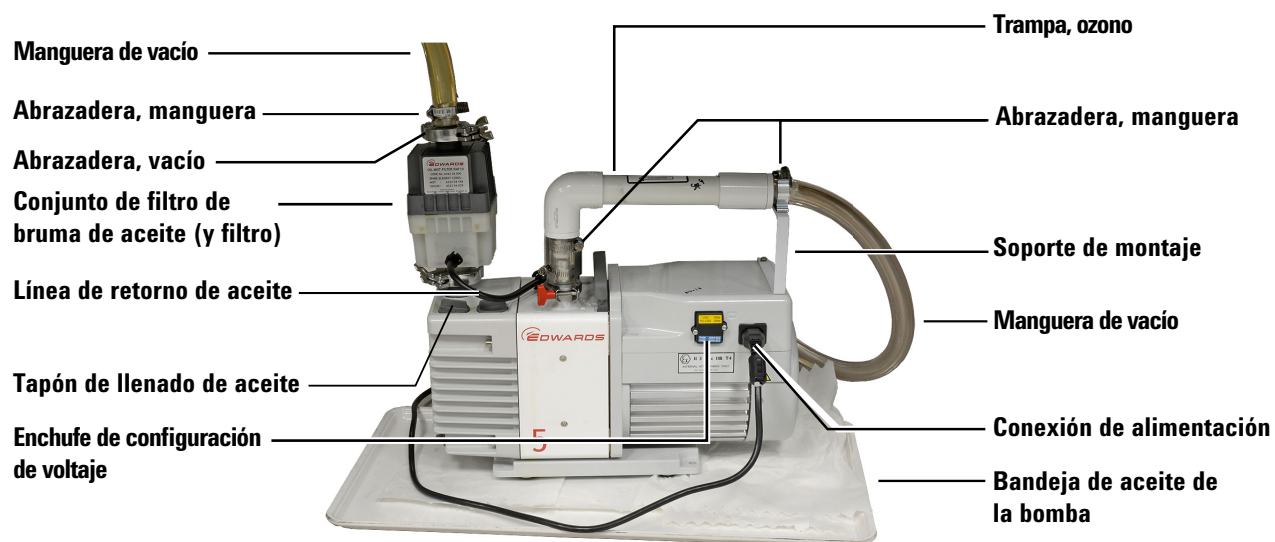


Figura 4 Bomba de vacío RV5

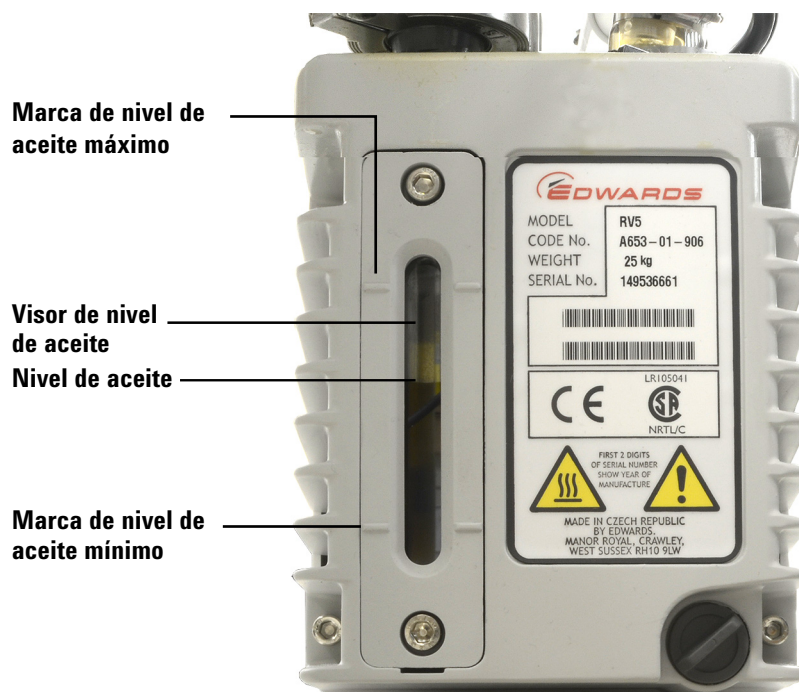
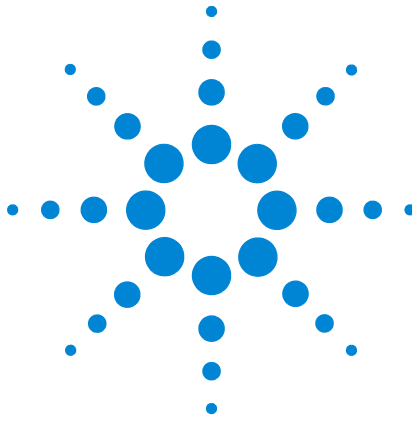


Figura 5 Visor del nivel de aceite de bomba de vacío RV5

Descripción general de la instalación y puesta en marcha inicial

A continuación se ofrece una breve descripción del proceso de instalación. La instalación y servicio del detector solo lo debe realizar personal de servicio entrenado por Agilent.

- 1** Coloque el detector sobre la zona de trabajo. Quite los tapones protectores.
- 2** Prepare el lugar de montaje del detector.
- 3** Saque del embalaje la bomba de vacío. Retire los tapones. Instale y el filtro coalescente de aceite y balasto.
- 4** Instale la bomba de vacío.
- 5** Prepare el detector.
- 6** Enfríe el horno de GC, la entrada y otras zonas calientes hasta que estén una temperatura segura para la manipulación (< 40 °C). Apague el GC.
- 7** Compruebe la configuración de potencia.
- 8** Instale el conjunto del quemador.
- 9** Conecte los gases de suministro.
- 10** Conecte los gases del detector.
- 11** Conecte los cables del detector y el cableado.
- 12** Conecte los cables al GC y al detector.
- 13** Conecte a una fuente de alimentación.
- 14** Instale la columna
- 15** Apague la alimentación del detector.
- 16** Configure el detector.
- 17** Cree un método de comprobación y compruebe el rendimiento.



2 Descripción del sistema

Especificaciones	20
Teoría de funcionamiento	22
Descripción de componentes principales	24

Este capítulo proporciona las especificaciones de rendimiento típicas y describe la teoría de funcionamiento para el Detectores SCD del 8355 S y NCD del 8255 S .



Especificaciones

Este apartado enumera las especificaciones publicadas para un detector nuevo, instalado en un GC Agilent nuevo, cuando se utiliza en un entorno de laboratorio estándar. Las especificaciones se aplicarán a la muestra de verificación de Agilent.

SCD del 8355 S

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

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

NCD del 8255 S

Especificaciones	
Límite de detección mínimo (MDL), típico	< 3 pg (N)/s (ruido ASTM de sistema de datos de Agilent, 2x)
Linealidad	> 10^4
Selectividad	> 2×10^7 respuesta N/respuesta C
Reproducibilidad de área	< 1,5 % RSD sobre 8 horas < 2 % RSD sobre 18 horas
Tiempo estándar para alcanzar 900 °C desde temperatura ambiente	10 min

Cálculos MDL

Las especificaciones de MDL se definen utilizando el patrón de verificación de Agilent para SCD o NCD.

La sensibilidad suele obtenerse del siguiente modo:

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

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

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

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

Teoría de funcionamiento

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

SCD

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

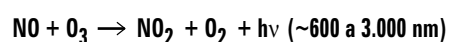
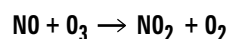
Compuestos de azufre (analito) → SO + H₂O + otros productos

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

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

NCD

El NCD usa la quimioluminiscencia del ozono con óxido nítrico formado a partir de la combustión. El óxido nítrico en reacción con el ozono forma dióxido de nitrógeno electrónicamente excitado. El dióxido de nitrógeno excitado emite luz, una reacción quimioluminiscente, en la región roja e infrarroja del espectro. La luz emitida es directamente proporcional a la cantidad de nitrógeno en la muestra:



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

Descripción de componentes principales

Conjunto del quemador

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

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

Figura 6 muestra las salidas de flujo para el conjunto del quemador del SCD.

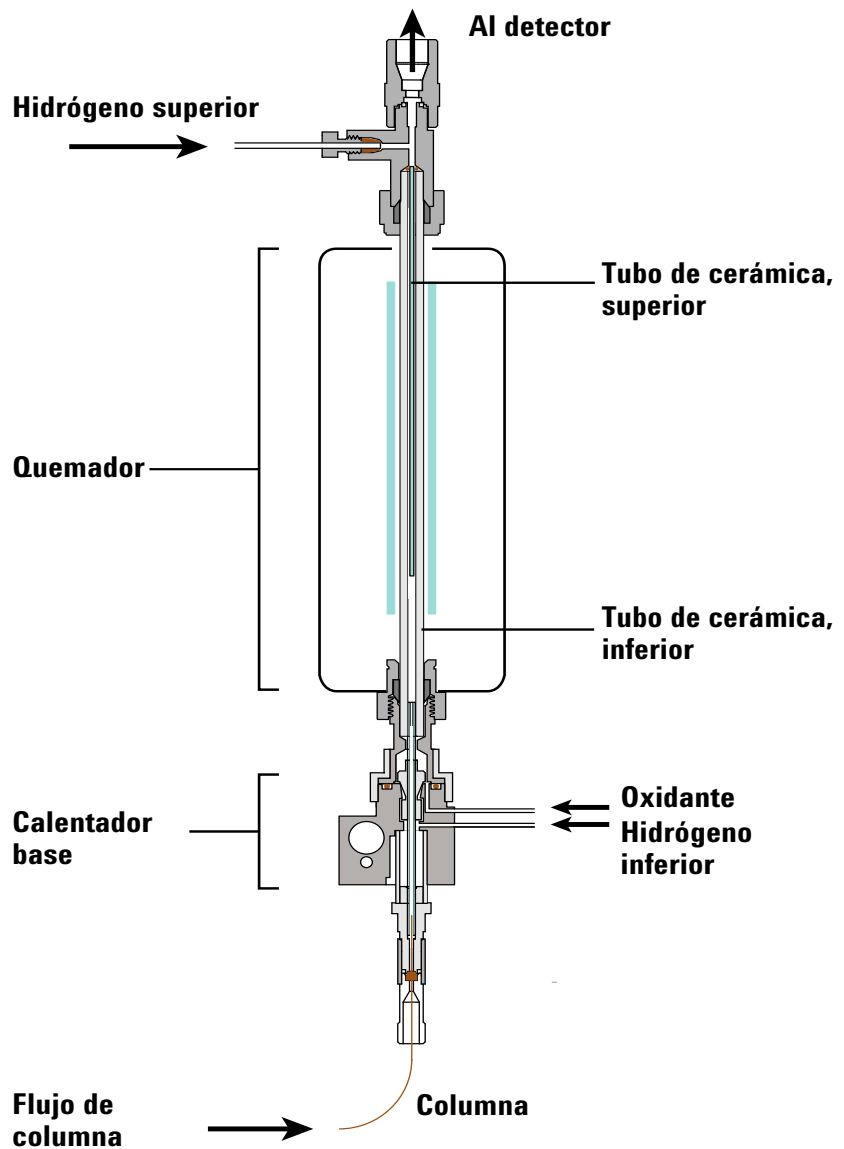


Figura 6 Flujos del SCD

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

Figura 7 muestra las salidas de flujo para el conjunto del quemador del NCD.

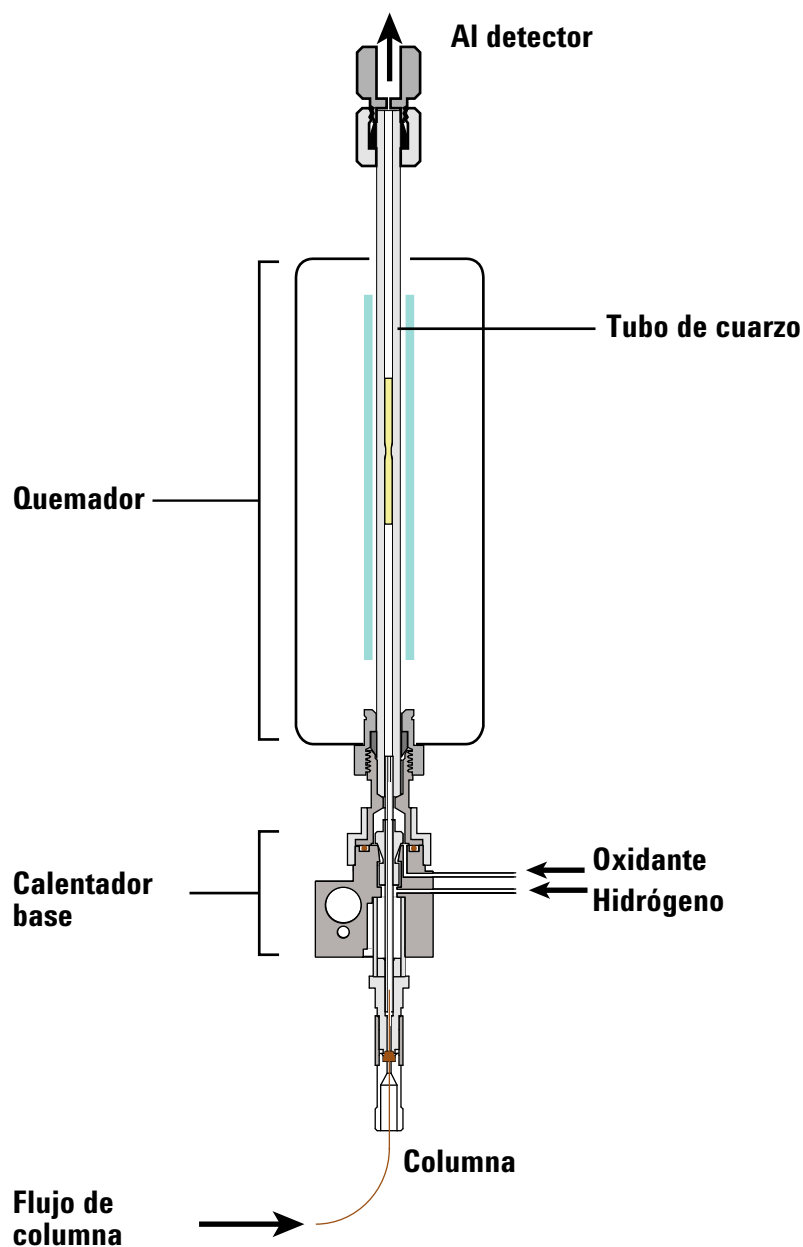


Figura 7 Corrientes del NCD

Generador de ozono

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

El detector regula la presión de suministro del gas ozono para mantener un flujo fijo desde el generador de ozono.

Celda de reacción y tubo fotomultiplicador (PMT)

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

Módulos del EPC

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

Bomba de vacío

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

Trampa de destrucción de ozono

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

Filtro coalescente de aceite

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

Adaptador del FID (opcional)

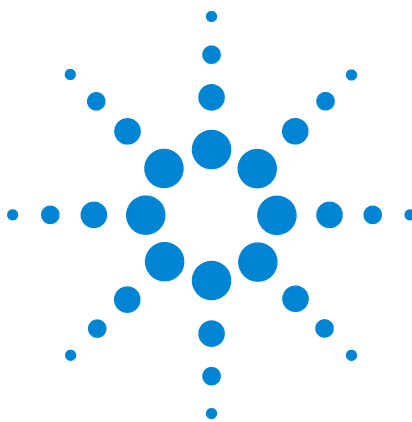
El quemador del SCD normalmente se monta sobre el horno del GC directamente como un detector independiente. Sin embargo, algunas aplicaciones también necesitan la detección simultánea de componentes de hidrocarburos usando una sola columna sin hacer divisiones. Por este motivo, Agilent ofrece un adaptador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

Refrigerador del NCD

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

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

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



3

Funcionamiento del teclado

La tecla Detector	30
Tecla de estado	31
Tecla de información	32
Teclas de introducción de datos generales	33
Teclas de almacenamiento de métodos	34
La tecla de modos de servicio	36
Teclas auxiliares	37

En esta sección se describe el funcionamiento básico del teclado de Agilent Detectores SCD del 8355 S y NCD del 8255 S .



La tecla Detector

Estas teclas se usan para establecer las temperaturas, presiones, caudales y otros parámetros operativos del método, para el detector.

Para mostrar los ajustes actuales, presione [**Det**] o [**Analog Out**]. Es posible que haya más de tres líneas de información. Si es necesario, utilice las teclas de desplazamiento para ver más líneas en la pantalla.

Para cambiar los parámetros, desplácese a la línea pertinente, introduzca el cambio y pulse [**Enter**].

Para obtener ayuda con respecto al contexto, pulse [**Info**]. Por ejemplo, si pulsa [**Info**] en la entrada de un valor, la ayuda proporcionada sería similar a lo siguiente: Introduzca un valor entre 0 y 350.

[**Det**] Controla los parámetros de funcionamiento del detector.

[**Analog Out**] Controla la atenuación del intervalo y la desviación del cero.



Tecla de estado

Muestra información sobre los estados de **Ready**, **Not Ready** y **Fault**.

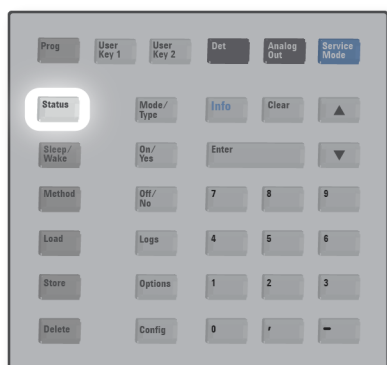
El orden en el que aparecen los elementos en la ventana de la pantalla de desplazamiento de [**Status**] puede ser modificado. Es posible, por ejemplo, que desee mostrar las cosas que comprueba con mayor frecuencia en las líneas superiores, de forma que no tenga que desplazarse hasta ellas. Para cambiar el orden de la pantalla **Status**:

Pulse [**Config**]. Desplácese hasta **Status** y pulse [**Enter**].

Desplácese al valor que desee que aparezca en primer lugar y pulse [**Enter**]. Este valor aparecerá a partir de ahora en la parte superior de la lista.

Desplácese al valor que desee que aparezca en segundo lugar y pulse [**Enter**]. Este valor aparecerá a partir de ahora como segundo elemento de la lista.

Siga con el mismo procedimiento hasta que la lista esté en el orden que necesite.



Tecla de información

Proporciona ayuda con respecto al parámetro que se muestra en ese momento. En otros casos, la tecla **[Info]** mostrará definiciones o acciones que se pueden realizar.



Tecclas de introducción de datos generales

[Mode/Type] Proporciona acceso a una lista de parámetros posibles asociados con los ajustes no numéricos de un componente.

[Clear] Elimina un valor que se ha introducido erróneamente antes de pulsar **[Enter]**. También se puede utilizar para volver a la línea superior de una pantalla de varias líneas, volver a una pantalla anterior, cancelar una función durante un método, o cancelar la carga o almacenamiento de métodos.

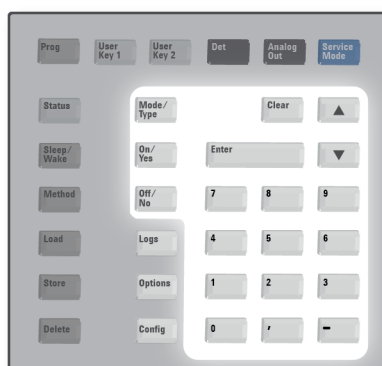
[Enter] Acepta los cambios introducidos o selecciona un modo alternativo.



Se desplaza por la pantalla de línea en línea, hacia arriba o hacia abajo. El signo < en la pantalla indica la línea que está activa.

Tecclas numéricas Sirven para establecer la configuración de los parámetros del método. (Pulse **[Enter]** una vez que termine de aceptar los cambios).

[On/Yes]
[Off/No] Estas teclas se utilizan para establecer parámetros, como el encendido de la bomba y el encendido de la alta tensión.



Tecclas de almacenamiento de métodos

Estas teclas sirven para cargar y almacenar métodos y secuencias localmente en el GC. No se pueden utilizar para acceder a los métodos y secuencias almacenados por el sistema de datos de Agilent.

[Load]	Se usan en su conjunto para cargar y almacenar métodos en su detector.
[Method]	
[Store]	Por ejemplo, para cargar un método, pulse [Load] [Method] y seleccione un método en la lista de métodos almacenados en el GC.
[Delete]	Elimina métodos.
[Sleep/Wake]	El detector almacena un programa, basado en el reloj de a bordo, junto con dos métodos especiales llamados SUSPENSIÓN y ACTIVACIÓN Consulte “Conservación de recursos” en la página 54 para obtener más información.



Para cargar un método

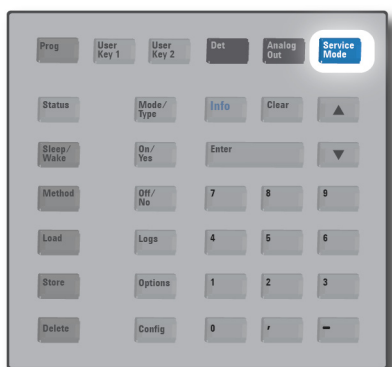
- 1 Pulse [**Load**].
- 2 Pulse [**Method**].
- 3 Introduzca el número de secuencia que se va a cargar.
- 4 Pulse [**On/Yes**] para cargar el método y sustituir el método activo. También tiene la opción de pulsar [**Off/No**] para volver a la lista de métodos almacenados sin cargar el método.

Para almacenar un método

- 1 Asegúrese de que se hayan establecido los parámetros correctos.
- 2 Pulse [**Method**].
- 3 Desplácese hasta el método que desee almacenar y pulse [**Enter**].
- 4 Pulse [**On/Yes**] para almacenar el método y sustituir el método activo. También tiene la opción de pulsar [**Off/No**] para volver a la lista de métodos almacenados sin almacenar el método.

La tecla de modos de servicio

Se utiliza para configurar el Mantenimiento preventivo asistido y acceder a las revisiones de fugas del inyector para determinados tipos de inyectores. Esta tecla también accede a los ajustes dirigidos al personal de servicio. Debido a que estos ajustes avanzados pueden causar problemas si no se utilizan correctamente, evite los ajustes de servicio, a menos que se le indique específicamente que los utilice. Se utiliza para acceder a la configuración y funciones de mantenimiento, contadores de servicio y diagnósticos del GC.



Para ver la tasa de flujo de ozono, pulse [**Service Mode**].
Desplácese hasta **Diagnostics**, presione [**Enter**] a continuación, seleccione **Diag 03 Generator**.

Tecclas auxiliares

Desde el teclado se puede acceder a tres registros: el registro de análisis, el registro de mantenimiento y el registro de eventos del sistema.

[Logs] Accede al registro de mantenimiento y al registro de eventos del sistema. La información de estos registros puede utilizarse como apoyo de los estándares de las Buenas Prácticas de Laboratorio (GLP).

[Options] Accede a las opciones de configuración de los parámetros del instrumento para la calibración, las comunicaciones y el teclado y la pantalla. Desplácese hasta la línea deseada y pulse **[Enter]** para acceder a las entradas asociadas.

[Config] Accede al detector para realizar los ajustes de configuración y de tiempo.

[Prog] Se utiliza para programar una serie de pulsaciones de teclas que utilizará normalmente para operaciones específicas. Pulse **[Prog]** **[User Key 1]** o **[Prog]** **[User Key 2]** para registrar hasta 21 pulsaciones de teclas como una macro.



Configuración

Ignore Ready=

Para ignorar el estado de "listo" de un elemento, presione **[Config]** y desplácese hasta **Detector** y pulse **[Enter]**. Desplácese hasta **Ignore Ready** y pulse **[On/Yes]** para establecerlo en **True**.

Para establecer la hora y la fecha

- 1 Presione [**Config**] y desplácese hasta **Time** y presione [**Enter**].
- 2 Seleccione **Zona horaria (hhmm)** e inserte el desplazamiento de hora local de GMT utilizando un formato de 24 horas.
- 3 Seleccione **Hora (hhmm)** e inserte la hora local.
- 4 Seleccione **Fecha (ddmmaa)** e inserte la fecha.

Registros de mantenimiento y de eventos del sistema

Desde el teclado se puede acceder a dos registros: el registro de ejecución y el registro de eventos del sistema. Para acceder a los registros, pulse [**Logs**] luego desplácese hasta el registro y pulse [**Enter**]. En la pantalla se indicará el número de entradas que contiene el registro. Desplácese por la lista.

Registros de mantenimiento

El registro de mantenimiento contiene las entradas que hace el sistema cuando cualquiera de los contadores de los componentes definidos por el usuario alcanza un límite monitorizado. La entrada del registro contiene una descripción del contador, su valor actual, los límites monitorizados y cuál de estos límites se ha alcanzado. Además, cada tarea del usuario relacionada con el contador se graba en el registro, incluido el reinicio, la activación o la desactivación de la monitorización y el cambio de los límites o las unidades (ciclos o duración).

Registro de eventos del sistema

El registro de eventos del sistema registra los eventos significativos durante el funcionamiento del GC. Algunos de los eventos aparecerán también en el registro de análisis si están en vigor durante un análisis.



4 Funcionamiento

Introducción	40
Configuración de parámetros	41
Estabilidad y respuesta del detector	42
Condiciones de funcionamiento habituales	43
Ajuste de condiciones de funcionamiento	44
Puesta en marcha	45
Apagado	46
Cortes de flujo y de presión	47
Configuración automática del detector	49
Salida de señal	50
Métodos	53
Conservación de recursos	54

Este capítulo describe la manera de utilizar los SCD de 8355 S y NCD de 8255 S detectores. En el texto se presupone que está familiarizado con el teclado y la pantalla del detector. Para obtener más información, consulte la ayuda online del sistema de datos y la documentación del instrumento disponible en los DVD *Manuales de usuario y Herramientas de GC y GC/MS* de Agilent.



Introducción

Versión autónoma

Utilice el teclado delantero del detector del SCD de 8355 S o del NCD del 8255 S para acceder a los parámetros operativos. Los valores de ajuste de la información que se proporciona en el teclado del detector son:

- Ajustes para temperaturas, flujos y tipos de gas
- Integración de secuencia
- Almacenamiento de método

Configuración de parámetros

Este apartado enumera los rangos de parámetros para el SCD y el NCD. Los valores establecidos disponibles proporcionan un rango amplio adecuado para una gran variedad de aplicaciones, así como para el desarrollo del método. Consulte en “[Ajuste de condiciones de funcionamiento](#)” en la página 44 información importante acerca de la relación entre los puntos de ajuste.

Parámetros y rangos

La tabla siguiente enumera los parámetros disponibles para el detector.

Tabla 1 Parámetros y rangos del SCD del 8355 S y del NCD del 8255 S

Parámetro	Rango, SCD	Rango, FID-SCD	Rango, NCD
Método			
Temperatura base	125 – 400 °C	125 – 400 °C	125 – 400 °C
Temperatura del quemador	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C
Temperatura del refrigerador (solo NCD)*			Activado/desactivado
Flujo de hidrógeno inferior	5 – 25 mL/min	—	1 – 25 mL/min
Flujo de hidrógeno superior (solo SCD)	25 – 100 mL/min	25 – 100 mL/min	—
Flujo oxidante	25 – 150 mL/min	5 – 100 mL/min	4 – 80 mL/min
Flujo del generador O3	Activado/desactivado	Activado/desactivado	Activado/desactivado
Alimentación del generador de O3	Activado/desactivado	Activado/desactivado	Activado/desactivado
Bomba de vacío	Activado/desactivado	Activado/desactivado	Activado/desactivado

* El funcionamiento del refrigerador (refrigerador PMT) depende de la temperatura ambiente actual del detector. La temperatura real del refrigerador no tiene ningún impacto en la preparación del detector. Consulte “[Refrigerador del NCD](#)” en la página 28.

Estabilidad y respuesta del detector

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

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

Condiciones de funcionamiento habituales

Tabla 2 enumera las condiciones iniciales recomendadas para los métodos del SCD y NCD. Estas condiciones deberían ofrecer resultados aceptables para una amplia variedad de aplicaciones. Sin embargo, debería optimizar estas condiciones según sea necesario para mejorar el rendimiento de la aplicación específica.

Tabla 2 Condiciones de funcionamiento típicas, SCD y NCD

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

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

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

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

Ajuste de condiciones de funcionamiento

Tabla 1 en la página 41 presenta el intervalo de valores de cada parámetro, según las limitaciones que establece el firmware del detector. Para proporcionar flexibilidad durante el desarrollo del método para una aplicación particular, el rango es más ancho de lo necesario para la mayoría de las aplicaciones.

Sin embargo, los flujos de hidrógeno en el SCD necesitan una atención especial. El uso de flujos de hidrógeno muy elevados (superior e inferior), junto con el flujo oxidante, puede dañar los tubos de cerámica permanentemente. Esta condición no se puede recuperar. Consulte “Contaminación de hidrógeno” en la página 99.

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

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

- 1 Desconecte la línea **H2 inferior** de la parte posterior del detector y tapone la conexión del detector.
- 2 Instale una conexión Swagelok en T de 1/16 pulgadas (1,59 mm) en la salida del **Oxidante** desde el cuerpo del detector.
- 3 Conecte las líneas del **Oxidante** y del **H2 inferior** a la conexión en T.

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

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

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

Puesta en marcha

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

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

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

- 1 Acceda a los parámetros del método.
 - En el panel frontal del detector, pulse **[Det]**.
- 2 Encienda la bomba de vacío.
- 3 Ajuste la tasa de flujo oxidante y encienda el flujo oxidante.
- 4 Espere 1–2 minutos hasta que la bomba de vacío purgue el sistema usando el flujo oxidante.
- 5 Ajuste la temperatura base y enciéndalo.
- 6 Ajuste la temperatura del quemador y enciéndalo.
- 7 Solo para el NCD: Ajuste la temperatura del refrigerador y enciéndalo.
- 8 Ajuste el flujo de hidrógeno y enciéndalo.
- 9 Ajuste el flujo del gas de suministro de ozono y enciéndalo.
- 10 Active la alimentación del generador de ozono.

El detector monitorizará las temperaturas e impedirá que fluya el hidrógeno hasta que la temperatura base alcance los 150 °C y la temperatura del quemador alcance los 200 °C. Una vez que las temperaturas del detector alcanzan estos límites mínimos, el detector activará el flujo de hidrógeno.

Apagado

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

- 1 Acceda a los parámetros del método.
 - En el teclado del detector, pulse **[Det]**.
- 2 Apague el generador de ozono.
- 3 Apague el flujo del gas de suministro de ozono.
- 4 Cerrar todos los flujos de hidrógeno.
- 5 Solo para el NCD: Apague el refrigerador.
- 6 Apague el calentador del quemador.
- 7 Apague el calentador de la base.

NOTA

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

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

ADVERTENCIA

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

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

Cortes de flujo y de presión

Los módulos de control del gas contienen sensores de flujo y/o presión que se calibran en la fábrica. La sensibilidad (pendiente de la curva) es bastante estable pero la desviación cero requiere actualización periódica.

Sensores de flujo

El detector utiliza sensores de flujo para monitorizar el flujo de hidrógeno. Si está activada la función **Flujo cero automático**, se pondrán a cero automáticamente. Esta es la forma recomendada. También pueden ponerse a cero manualmente—consulte x).

Sensores de presión

Todos los módulos de control EPC utilizan sensores de presión. Tienen que ponerse en cero de forma individual. No hay ningún cero automático para los sensores de presión. Los sensores de presión se deben poner en cero una vez cada 12 meses.

Configurar el flujo cero automático

Una opción de calibración útil es **Flujo cero automático**. Cuando está **On**, después de finalizar una ejecución el GC cierra el flujo de gases en un inyector, espera a que el flujo descienda hasta cero, mide y almacena el resultado del sensor de flujo y vuelve a encender el gas. Esto tarda alrededor de dos segundos. La desviación cero se utiliza para corregir futuras medidas de flujo. Agilent recomienda ajustar el detector para que los sensores pasen a flujo cero automáticamente para reducir la derivación.

Para activar:

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

Condiciones para realizar la puesta a cero de un sensor

Los sensores de flujo se ponen en cero con el gas portador conectado y fluyendo.

Los sensores de presión se ponen en cero con la línea de gas de suministro del módulo de control del gas.

Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión

- 1 Pulse [**Options**], desplácese hasta **Calibration** y pulse [**Enter**].
- 2 Desplácese hasta el sensor que quiere poner a cero y pulse [**Enter**].
- 3 Establezca el flujo o presión:
 - **Sensores de flujo.** Verifique si el gas está conectado y fluye correctamente.
 - **Sensores de presión.** Desconecte la línea de suministro de gas en la parte superior del GC. No es bueno apagarlo; la válvula puede presentar fugas.
- 4 Desplácese hasta la línea cero deseada.
- 5 Pulse [**On/Yes**] para ponerla a cero o [**Clear**] para cancelar.
- 6 Vuelva a conectar cualquier línea de gas desconectada en [paso 3](#) y restaure los flujos operativos.

Configuración automática del detector

El detector no necesita configuración. El detector de SCD se ajusta automáticamente para utilizar:

- Aire como gas oxidante
- Oxígeno como gas para generador de O₃

Para el NCD, el detector está ajustado para utilizar oxígeno tanto para el oxidador como para los gases del generador de O₃.

Salida de señal

Los detectores de 8355 S y de 8255 S proporcionan los datos de salida como señal analógica. Los intervalos de salida analógicos son 0 a 1 V, 0 a 10 V, y 0 a 1 mV. Para utilizar el detector con los cromatógrafos de fases de Agilent (6850, 6890, 7820 y 7890), es necesario un convertor analógico digital, como por ejemplo el modelo Agilent 35900E A/D Converter, o bien una tarjeta analógica de entrada (AIB).

GC serie 6850

- Un solo canal detector puede conectarse a una AIB (accesorio G3375A, u opción 206) o bien a un convertor externo A/D.
- En el caso de un tándem FID/XCD, utilice un convertor externo A/D (como el 35900E).

GC serie 6890

- Un solo canal detector puede conectarse a una AIB (accesorio G1556A, u opción 206) o bien a un convertor externo A/D.
- Una configuración en tándem puede utilizar una AIB para captar la señal XCD, pero el 6890 solo admite dos detectores en total. Una configuración como la de un doble FID-XCD, o un FID-XCD emparejado con cualquier otro detector exige un convertor externo A/D para el XCD.

GC serie 7820

- Como la AIB no está admitida por el 7820, debe utilizar un convertor A/D para captar la señal del XCD.

GC serie 7890

- Un solo canal detector puede conectarse a una AIB (accesorio G3456A, u opción 206) o bien a un convertor externo A/D.

Tipos de señal

Al asignar señales de detector, utilice el [**Mode/Type**] y seleccione de la lista de parámetros Signal Type, o bien pulse una tecla o una combinación de teclas.

La señal sin detector es un gráfico de prueba. Acceda al gráfico de prueba pulsando [**Mode/Type**]. Las señales de diagnóstico están destinadas a que las utilice el representante de servicio y no se describen detalladamente aquí.

Valor

Value de la lista de parámetros de señal es igual a **Detector** de la lista de parámetros del detector.

Señales analógicas

Si utiliza un registrador lógico, quizás deba ajustar la señal para que resulte más útil. **Zero** y **Range** en la lista de parámetros de la señal realizan esta operación.

Cero analógico

Zero resta el valor que se introdujo como base. Pulse [**On/Yes**] para ajustar el valor actual o bien pulse [**Off/No**] para cancelar.

Esto se utiliza para corregir la elevación o la desviación del valor base. Una aplicación común es corregir la desviación respecto del valor base que se produce como resultado del funcionamiento de una válvula. Tras realizar la puesta en cero, la señal de salida analógica es igual a la línea Value de la lista de parámetros menos el valor de ajuste de cero.

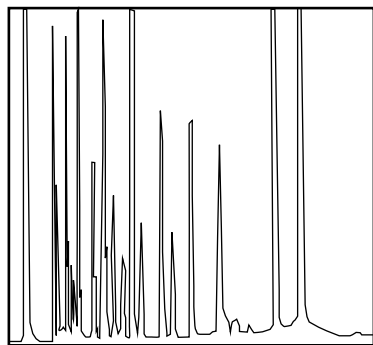
- 1 Verifique que el detector esté activado y listo para funcionar.
- 2 Pulse [**Analog Out**].
- 3 Desplácese hasta **Zero**.
- 4 Pulse [**On/Yes**] para ajustar **Zero** en el valor de señal actual, o bien introduzca un número comprendido entre -500000 y +500000. Un valor inferior al actual para **Zero** desplaza el nivel base hacia arriba.

Intervalo analógico

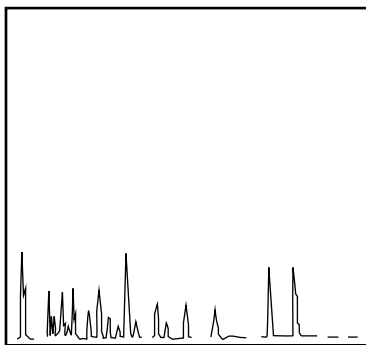
Range ajusta a escala los datos que provienen del detector.

El intervalo también se denomina ganancia, escalado o dimensionado. Dimensiona los datos que provienen del detector para los circuitos de señal analógica, con el fin de evitar la sobrecarga de los circuitos (bloqueo). El intervalo escala todas las señales analógicas.

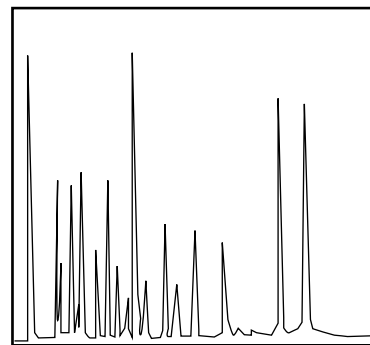
Los valores de ajuste válidos son los comprendidos entre 0 y 13 y representan 2^0 (=1) a 2^{13} (=8192). Cambiar un punto de ajuste en 1 unidad cambia la altura del cromatograma en un factor de 2. Los cromatogramas siguientes sirven de ilustración. Utilice el menor valor posible para reducir al mínimo el error de integración.



A: Intervalo = 0



B: Intervalo = 3



C: Intervalo = 1

Al desarrollar un método, ajuste primero el intervalo analógico a 9, si utiliza una AIB, o a 10 si utiliza un modelo Agilent 35900E A a D. Ajuste según corresponda para ver sus datos.

Métodos

Para cargar un método

- 1 Pulse [**Load**].
- 2 Pulse [**Method**].
- 3 Introduzca el número de secuencia que se va a cargar.
- 4 Pulse [**On/Yes**] para cargar el método y sustituir el método activo. También tiene la opción de pulsar [**Off/No**] para volver a la lista de métodos almacenados sin cargar el método.

Para almacenar un método

- 1 Asegúrese de que se hayan establecido los parámetros correctos.
- 2 Pulse [**Method**].
- 3 Desplácese hasta el método que desee almacenar y pulse [**Enter**].
- 4 Pulse [**On/Yes**] para almacenar el método y sustituir el método activo. También tiene la opción de pulsar [**Off/No**] para volver a la lista de métodos almacenados sin almacenar el método.

Conservación de recursos

Para conseguir una precisión y un rendimiento óptimos, deje el detector en condiciones propias de operación. El SCD consigue la precisión máxima cuando se conserva en condiciones operativas durante un largo período de tiempo. Si su aplicación exige una mayor precisión, puede que prefiera no utilizar las funciones de ahorro de recursos con el SCD. EL NCD puede recuperar la precisión con mayor rapidez. Cualquiera que sea el detector, tenga en cuenta el ahorro de recursos y compárelo con el tiempo de recuperación para lograr la precisión

ADVERTENCIA

Nunca coloque el detector en el modo de reposo mientras el cromatógrafo de gases esté funcionando normalmente.

Programa

El detector utiliza un programa que toma como base el reloj del aparato, junto con dos métodos especiales denominados **SUSPENSIÓN** y **ACTIVACIÓN**. El método **SUSPENSIÓN** establece flujos y temperaturas bajos para ahorrar recursos. Un método de **ACTIVACIÓN** establece nuevos flujos y temperaturas, normalmente para restablecer las condiciones de funcionamiento.

Cargue el método de suspensión en un tiempo determinado durante el día para reducir los flujos y las temperaturas. Cargue el método de activación o el método analítico para restaurar los ajustes antes de utilizar nuevamente el detector. Por ejemplo, cargue el método de suspensión al final de cada día o de la semana laboral, luego cargue el método de activación o de condición aprox. una hora antes de llegar al trabajo al día siguiente. Experimente para encontrar cuál es el mejor momento de cargar el método de activación.

Métodos de suspensión

Considere los siguientes problemas:

- No apague la bomba de vacío. La bomba tiene que estar encendida para evitar que se presenten condiciones que provoquen el apagado.
- No desactive el flujo del oxidador.
- Para ahorrar oxígeno, apague el generador de ozono. Este ajuste también apaga el flujo de oxígeno.

En el caso del SCD:

Lo más importante es evitar que se caliente el tubo cerámico sin gases fluyendo. Apagar el generador de ozono servirá para ahorrar oxígeno sin cambiar el flujo a través del tubo cerámico. Si debe reducir la temperatura o el flujo de gas aún más, puede reducir el flujo del oxidador, apagar los flujos de hidrógeno y, lo más importante, reducir la temperatura del quemador hasta unos 250 °C. La temperatura base también se puede reducir.

El caso del NCD:

Apagar el generador de ozono. Si tiene que ahorrar aún más energía y gases, reduzca (pero no corte) el oxígeno y corte el flujo de hidrógeno. Reduzca la temperatura del quemador hasta unos 250 °C y apague el refrigerador.

Para configurar el detector para conservar recursos

Configure el detector para conservar recursos, creando y utilizando un **Programa del instrumento**:

- 1 Decida cómo restablecer los flujos. Las opciones de **Schedule Function** son:
 - **Vaya a Sleep con el método SUSPENSIÓN.** Este método debe reducir los flujos y las temperaturas. (Aunque crear estos métodos es una buena práctica, no los necesita si solo activa el detector con el último método que estuvo activo.)
 - **Active con el método actual.** A la hora especificada, el detector restablecerá el último método que estaba activo antes de entrar en suspensión.
 - **Active con el método ACTIVACIÓN.** A la hora especificada, el detector cargará el método de activación y permanecerá con esos ajustes.
- 2 Cree un método de **SUSPENSIÓN**. Este método debe reducir los flujos y las temperaturas.
- 3 Programe el método **ACTIVACIÓN** según corresponda. (Aunque crear estos métodos es una buena práctica, no los necesita si solo activa el detector con el último método que estuvo activo.)

4 Cree el programa suspensión/activación.

- a** Pulse [**Sleep/Wake**].
- b** Desplácese hasta la opción **Edit the Instrument Schedule?** y pulse [**Enter**].
- c** Pulse [**Mode/Type**] para crear un elemento nuevo del programa.
- d** Cuando se le pida, vaya al día de la semana que quiera y pulse [**Enter**].
- e** Cuando aparezca la indicación, desplácese hasta **Go to Sleep with SLEEP method** y pulse [**Enter**]; a continuación indique la hora del evento. Pulse [**Enter**]
- f** Si lo desea, ajuste la función de activación mientras consulta el programa. Pulse [**Mode/Type**] para crear un elemento nuevo del programa.
- g** Cuando aparezca la indicación, desplácese hasta el día de la semana que quiera y pulse [**Enter**].
- h** Cuando aparezca la indicación, desplácese hasta **Wake with the current method** o hasta **Wake to Wake method** y pulse [**Enter**], a continuación indique la hora del evento. Pulse [**Enter**]
- i** Repita los pasos desde b hasta g cuando sea necesario para cualquier otro día de la semana.

No tiene que programar eventos para todos los días. Por ejemplo, puede programar el detector para suspensión el viernes por la noche, luego para activación el lunes por la mañana, y mantenerlo en condiciones de funcionamiento durante los días de la semana.

Para crear o editar un programa de instrumento

Para crear un programa nuevo o editar uno ya existente, elimine los elementos no deseados, y, a continuación, añada nuevos elementos según corresponda.

1 Cree el programa suspensión/activación:

- a** Pulse [**Sleep/Wake**].
- b** Desplácese hasta la opción **Edit the Instrument Schedule?** y pulse [**Enter**].
- c** Pulse [**Mode/Type**] para crear un elemento nuevo del programa.
- d** Cuando se le pida, vaya al día de la semana que quiera y pulse [**Enter**].

- e Cuando aparezca la indicación, desplácese hasta **Go to Sleep with SLEEP method** y pulse [**Enter**]; a continuación indique la hora del evento. Pulse [**Enter**]
 - f Si lo desea, ajuste la función de activación mientras consulta el programa. Pulse [**Mode/Type**] para crear un elemento nuevo del programa.
 - g Cuando aparezca la indicación, desplácese hasta el día de la semana que quiera y pulse [**Enter**].
 - h Cuando aparezca la indicación, desplácese hasta **Wake with the current method** o hasta **Wake to Wake method** y pulse [**Enter**], a continuación indique la hora del evento. Pulse [**Enter**]
 - i Repita los pasos desde b hasta g cuando sea necesario para cualquier otro día de la semana.
- 2 Edite el programa suspensión/activación:**
- a Cargue un método con puntos de ajuste similares.
 - b Edite los valores del método. El detector solo permite ajustar los parámetros relevantes.
 - En el caso del método **SUSPENSIÓN**, el detector establece los valores iniciales de temperatura y tasa de flujo del detector.
 - Para un método de **ACTIVACIÓN**, el detector puede establecer los mismos parámetros que para el método de suspensión.
 - c Pulse [**Method**], desplácese hasta el método que se va a guardar (**ACTIVACIÓN** o **SUSPENSIÓN**), pulse [**Store**] y [**Enter**].
 - d Si se le pide sobrescribir, pulse [**On/Yes**] para sobrescribir el método existente o [**Off/No**] para cancelar.

Para que el detector entre ahora en suspensión

- 1 Pulse [Sleep/Wake].
- 2 Seleccione **Entrar en suspensión ahora**, luego pulse [**Enter**].

Para activar el detector ahora

- 1 Pulse [Sleep/Wake].
- 2 Seleccione la opción de activación deseada, luego pulse [Enter].
 - Cuando se le indique, desplácese hasta **Wake with the current method** y pulse [Enter]. Salga del modo de suspensión, mediante la carga del último método activo utilizado antes de entrar en suspensión.
 - **Wake to Wake method** y pulse [Enter]. Salga del método de suspensión mediante la carga del método de **ACTIVACIÓN**.



5 Mantenimiento

Programa de Mantenimiento	60
Controlar la sensibilidad del detector	61
Consumibles y piezas de recambio	62
Vista detallada de las piezas del SCD	64
Vista detallada de las piezas del NCD	65
Método de mantenimiento del detector	66
Acople de una columna al detector	67
Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)	70
Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)	73
Comprobación de aceite de la bomba de vacío	77
Añadir aceite a la bomba de vacío	78
Cambiar el aceite de la bomba de vacío	80
Sustitución de la trampa de ozono	82
Cambio del filtro de bruma de aceite	83
Limpieza del exterior del detector	84
Calibración de los sensores de flujo y presión	85

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



Programa de Mantenimiento

Para mantener un rendimiento óptimo del SCD de 8355 S y del NCD de 8255 S de Agilent, sustituya de forma rutinaria la trampa de ozono, el filtro coalescente de aceite y el aceite de la bomba de vacío. Consulte [Tabla 3](#) para conocer la vida útil prevista de cada elemento.

Tabla 3 Programa de mantenimiento recomendado para la bomba de vacío Edwards RV5

Componente	Vida operativa *
Trampa de destrucción de ozono (convierte el O_3 a O_2)	~ 6 meses
Filtro coalescente de aceite	~ 3 meses
Filtro de olores de aceite	~ 3 meses, si es necesario
Bomba de aceite [†]	~ 3 meses
Nivel de aceite	Comprobaciones semanales

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

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

Controlar la sensibilidad del detector

La sensibilidad refleja las características de rendimiento de un sistema determinado y una pérdida de sensibilidad puede indicar que es necesario realizar un mantenimiento rutinario del detector.

Las especificaciones de MDL se definen utilizando el patrón de verificación de Agilent para SCD o NCD.

La sensibilidad suele obtenerse del siguiente modo:

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

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

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

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

Consumibles y piezas de recambio

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

Tabla 4 Piezas y consumibles para el SCD y el NCD

Descripción/cantidad	Referencia
Piezas del detector	
Tubo cerámico, interno, pequeño (SCD) (paquete de 3) (Véase Vista detallada de las piezas del SCD)	G3488-60008
Tubo de cuarzo (NCD)	G6600-80063
Férula, 1/4 pulgadas, grafito, recta, 10/paq. para tubo exterior de cerámica de SCD y tubo de cuarzo de NCD	0100-1324
Herramienta de instalación de la columna (Véase Vista detallada de las piezas del SCD)	G3488-81302
Muestra de prueba de quimioluminiscencia de azufre	5190-7003
Muestra de prueba de quimioluminiscencia de nitrógeno	5190-7002
Piezas de la bomba de vacío	
Bomba RV5 – 110 V/230 V – Inland	G6600-64042
Bandeja de bomba, bomba de RV5	G1946-00034
Kit de PM, bomba de aceite de RV5	G6600-67007
Filtro de bruma de aceite para bomba de RV5, para SCD/NCD	G6600-80043
Sustitución del filtro coalescente de aceite, bomba de RV5	G6600-80044
Sustitución del elemento de filtración de olores	G6600-80045
Trampa de destrucción de ozono	G6600-85000
Línea de retorno de aceite, bomba de RV5	3162-1057
Aceite sintético, Mobil 1	G6600-85001
NW 20/25 anilla de sujeción (para filtro de bruma de aceite)	0100-0549
NW 20/25 anilla de sujeción (para manguera de escape)	0100-1398
Herramientas	
Embudo	9301-6461
Llave de allen, 5 mm	8710-1838

Tabla 4 Piezas y consumibles para el SCD y el NCD (continuación)

Descripción/cantidad	Referencia
Destornillador, punto plana	8710-1020
Guantes, resistentes a productos químicos, sin pelusa	9300-1751

Tabla 5 Filtros para el SCD y el NCD

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

Tabla 6 Tuercas, férulas y piezas metálicas para columnas capilares

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

Vista detallada de las piezas del SCD

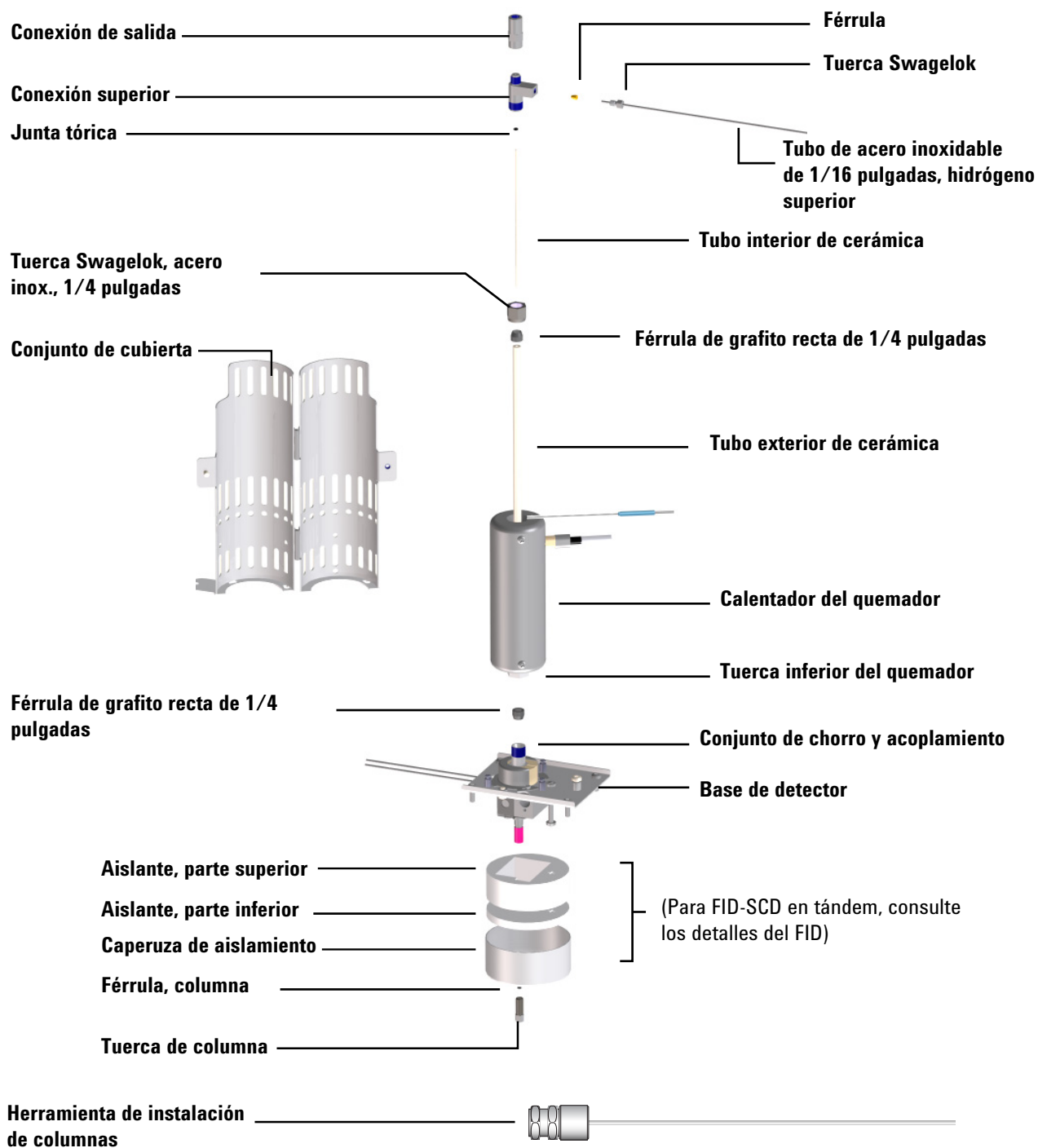


Figura 8 Vista detallada de piezas del SCD

Vista detallada de las piezas del NCD

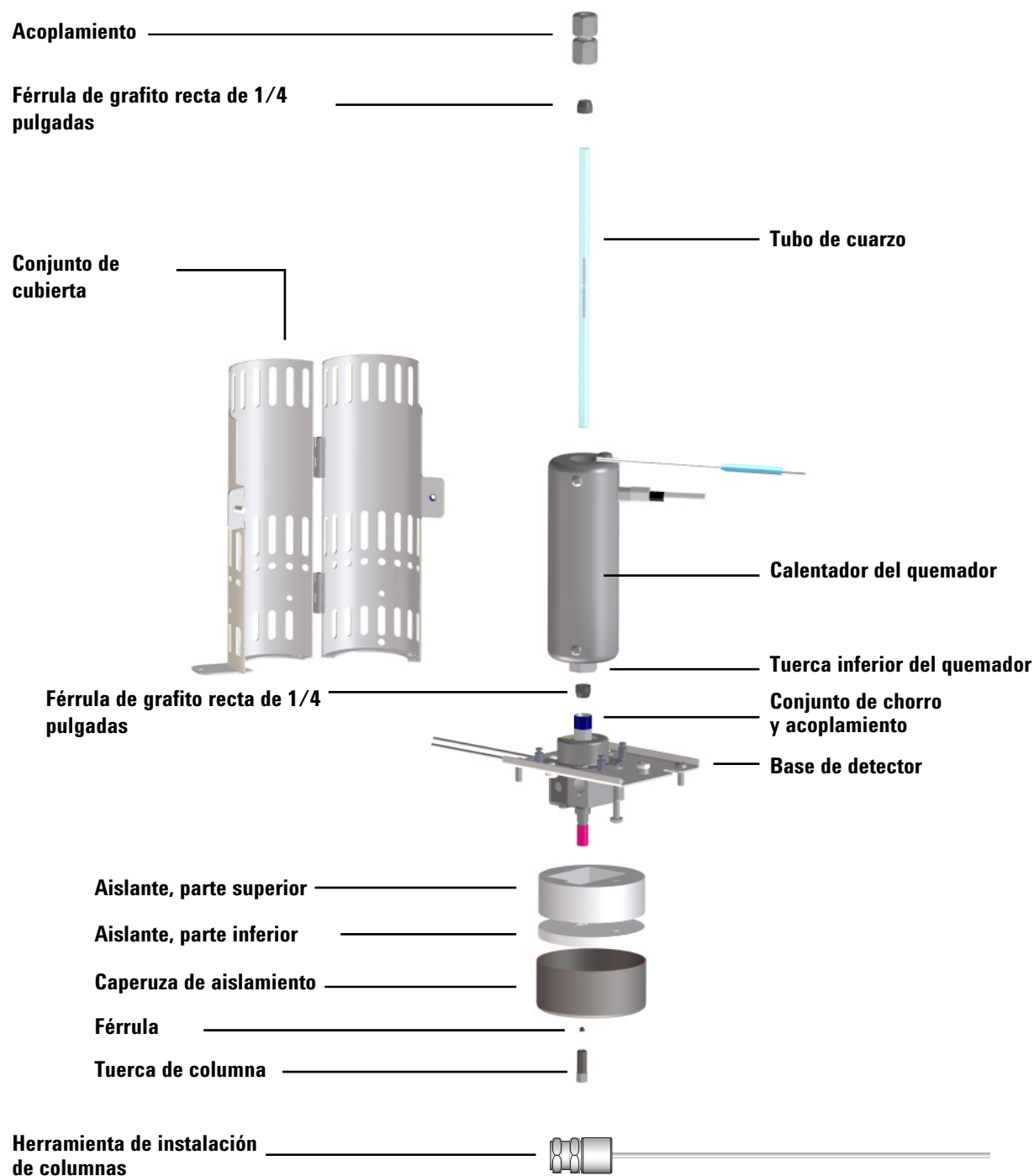


Figura 9 Vista detallada de piezas del NCD

Método de mantenimiento del detector

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

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

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

Además, refrigere las demás piezas del detector, según corresponda. Deje que las zonas calentadas se enfríen a < 40 °C para un manejo seguro.

Acople de una columna al detector

NOTA

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

- 1 Prepare los siguientes materiales (consulte “Piezas y consumibles para el SCD y el NCD” en la página 62):
 - Herramienta de instalación de columnas para SCD/NCD (G3488-81302)
 - Columna
 - Férrula (para columna)
 - Tuerca de columna
 - Cortador de columnas
 - Llave fija de 1/4 pulgadas
 - Septum
 - Isopropanol
 - Paño de laboratorio
 - Guantes sin pelusa
 - Lupa

ADVERTENCIA

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

ADVERTENCIA

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

PRECAUCIÓN

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

- 2 Enfríe el horno de GC, la entrada y otras zonas calientes hasta que estén a una temperatura segura para la manipulación ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- 3 Preparar el detector para el mantenimiento
 - a Cargue el método de mantenimiento y espere a que el detector esté listo. (Consulte “[Método de mantenimiento del detector](#)” en la página 66.) Espere hasta que los inyectores, el horno, los detectores, la caja de válvula, el conjunto del quemador y la base del detector se enfríen a una temperatura de manejo seguro ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
 - b Cerrar todos los flujos de hidrógeno. (Dejar encendidos los gases oxidante y de suministro de ozono.)
 - c Apagar el generador de ozono.

ADVERTENCIA

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

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

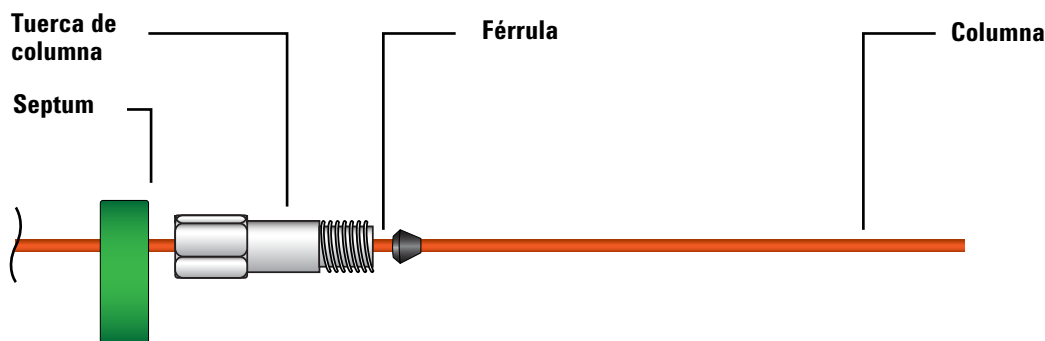


Figura 10 Coloque un septum, una tuerca de columna y una férula en la columna.

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

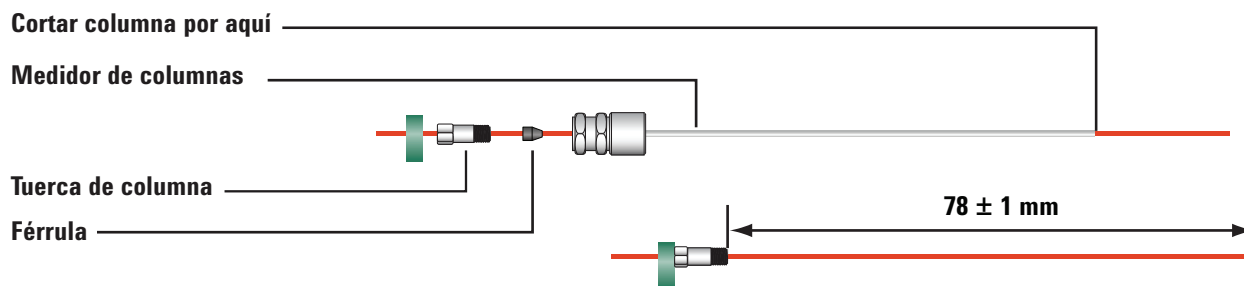
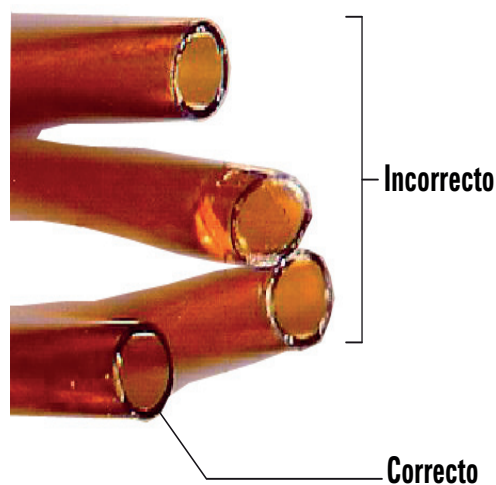


Figura 11 Ajuste la longitud de la columna y estampe la férula usando la herramienta de medición de columnas.

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



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

Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)

Para sustituir el tubo interior de cerámica:

ADVERTENCIA

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

PRECAUCIÓN

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

PRECAUCIÓN

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

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Dos llaves fijas de 7/16 pulgadas
 - Llave fija de 3/8 pulgadas
 - Junta tórica nueva
 - Tubo de cerámica nuevo
 - Pinzas
 - tapón de 1/8 pulgadas para línea de transferencia
 - Destornillador T20 Torx
- 2 Enfríe el horno de GC, la entrada y otras zonas calientes hasta que estén una temperatura segura para la manipulación (< 40 °C).
- 3 Preparar el detector para el mantenimiento
 - a Cargue el método de mantenimiento y espere a que el detector esté listo. (Consulte “[Método de mantenimiento del detector](#)” en la página 66.) Espere hasta que los inyectores, el horno, los detectores, la caja de válvula, el conjunto del quemador y la base del detector se enfríen a una temperatura de manejo seguro (< 40 °C).

- b Cerrar todos los flujos de hidrógeno. (Dejar encendidos los gases oxidante y de suministro de ozono.)
- c Apagar el generador de ozono.

ADVERTENCIA

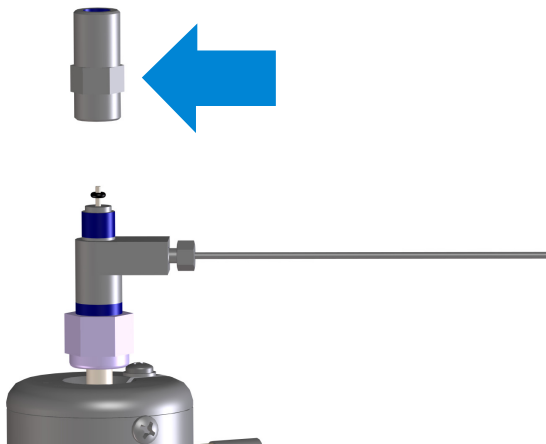
El gas hidrógeno es inflamable. Apague todos los flujos de gas hidrógeno del detector (y la columna) antes de realizar mantenimiento en el detector.

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



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

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



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

Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)

Para sustituir el tubo de cuarzo del NCD:

ADVERTENCIA

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

PRECAUCIÓN

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

PRECAUCIÓN

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

1 Prepare lo siguiente:

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

2 Enfríe el horno de GC, la entrada y otras zonas calientes hasta que estén a una temperatura segura para la manipulación (< 40 °C).

3 Preparar el detector para el mantenimiento

- a Cargue el método de mantenimiento del GC y espere a que el aparato esté listo. (Consulte “[Método de mantenimiento del detector](#)” en la página 66.) Espere hasta que los inyectores, el horno, los detectores, la caja de válvula, el conjunto del quemador y la base del detector se enfríen a una temperatura de manejo seguro ($< 40^{\circ}\text{C}$).
- b Cerrar todos los flujos de hidrógeno. (Dejar encendidos los gases oxidante y de suministro de ozono.)
- c Apagar el generador de ozono.

ADVERTENCIA

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

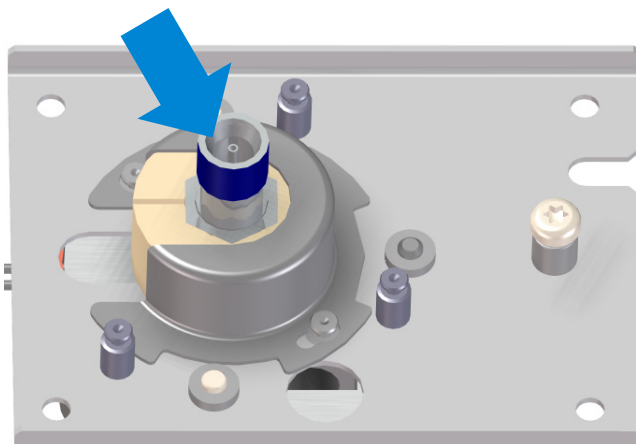
- 4 Retire la cubierta protectora. Retire los dos tornillos T20 Torx, gire la cubierta en sentido antihorario para extraerla de los postes de montaje y tire de ella. Guarde la cubierta y los tornillos para utilizarlos más adelante.
- 5 Desconecte la línea de transferencia y rápidamente tape el extremo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

PRECAUCIÓN

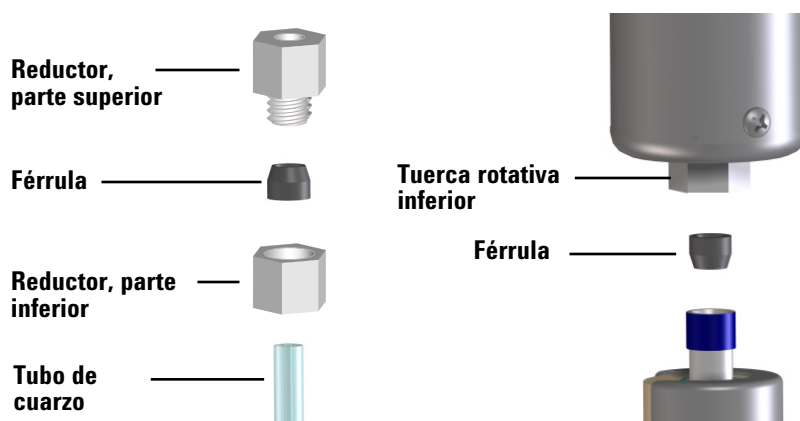
El tubo de cuarzo es frágil y puede astillarse o romperse. Tenga cuidado al manipular los tubos de cuarzo para evitar que se dañen.

- 8 Usando las llaves de 5/8 y 9/16, extraiga el conjunto del quemador y el tubo del acoplamiento en el conjunto base del detector.

- 9 Examine el área alrededor del chorro en el acoplamiento. Si hay partes rotas del tubo, extraígalas usando unas pinzas o una herramienta similar.



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



- 14 Vuelva a ensamblar el reductor. Ajústelo con dos llaves hasta que quede apretado.

- 15** Deslice un tubo de cuarzo nuevo hacia abajo por el conjunto del quemador hasta que sobresalga de la base 1 cm. (Esta medida es aproximada. La posición del tubo se ajustará cuando ajuste la tuerca inferior en el acoplamiento).

PRECAUCIÓN

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

- 16** Con cuidado, baje el conjunto del quemador sobre la base del detector y enrosque la tuerca con la mano en el conjunto de la base del detector. Ajústela con la mano y después acabe de apretarla con una llave. No apriete en exceso.
- 17** Coloque la tuerca y la férula sobre el extremo abierto del tubo de cuarzo de forma que el extremo abierto mire hacia arriba.
- 18** Instale la tuerca en la conexión de salida y ajústela con dos llaves hasta que quede apretada.
- 19** Vuelva a instalar la línea de transferencia en la conexión de salida. Apriétela con la mano hasta que quede bien firme. No apriete en exceso.
- 20** Vuelva a instalar la cubierta de protección.
- 21** Restaure las condiciones operativas del detector.

Comprobación de aceite de la bomba de vacío

PRECAUCIÓN

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

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

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

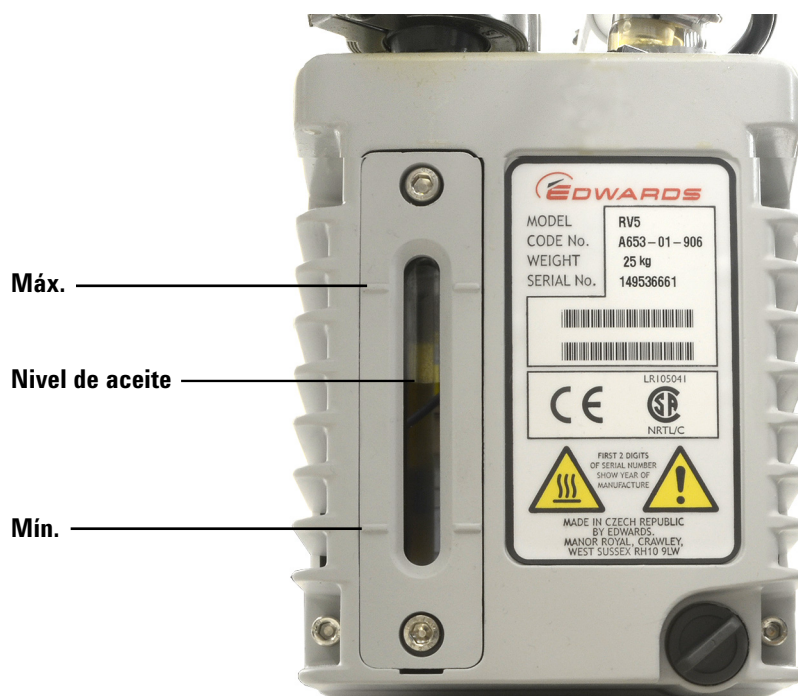


Figura 12 Comprobación del nivel de aceite

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

Añadir aceite a la bomba de vacío

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

Materiales necesarios

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

ADVERTENCIA

Nunca añada aceite a la bomba mientras está en marcha.

ADVERTENCIA

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

PRECAUCIÓN

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

Procedimiento

- 1 Apague el detector y espere a que se apague la bomba. Consulte “Apagado” en la página 46.
- 2 Apague el detector y desconecte el cable de alimentación de la bomba en la bomba.

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



- 4 Añada aceite nuevo a la bomba hasta que se acerque al nivel de aceite, pero no sobrepase la marca al lado de la ventana que indica el nivel máximo. Consulte [Figura 12](#) en la página 77.
- 5 Vuelva a instalar el tapón de llenado.
- 6 Limpie el exceso de aceite alrededor y debajo de la bomba.
- 7 Vuelva a enchufar el cable de alimentación de la bomba.
- 8 Encienda el detector y restaure las condiciones operativas. Consulte [“Puesta en marcha”](#) en la página 45.
- 9 Anote el mantenimiento en el libro de registro de mantenimiento.

Cambiar el aceite de la bomba de vacío

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

Materiales necesarios

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

ADVERTENCIA

Nunca añada aceite a la bomba mientras está en marcha.

ADVERTENCIA

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

ADVERTENCIA

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

PRECAUCIÓN

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

Procedimiento

- 1 Apague el detector y espere a que se apague la bomba. Consulte “Apagado” en la página 46.
- 2 Apague el detector y desconecte el cable de alimentación de la bomba en la bomba.

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

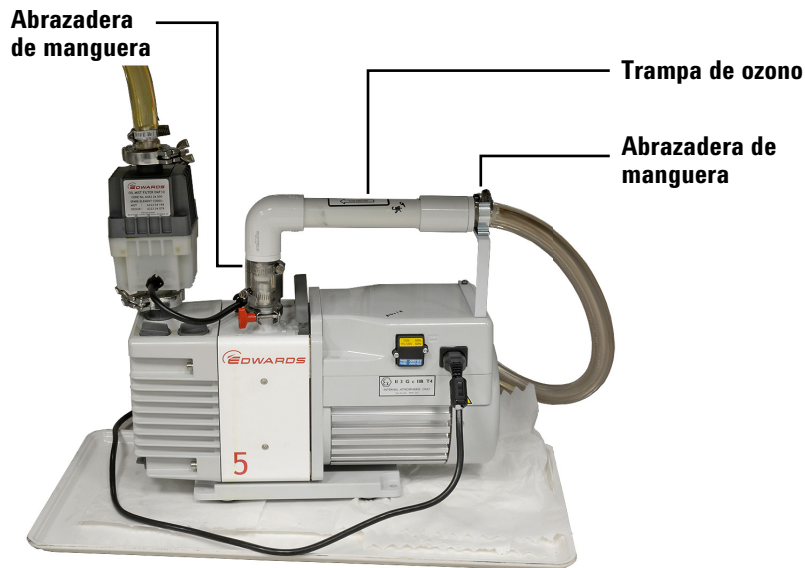


- 4 Retire el tapón de llenado y abra el tapón de drenaje. Drene el aceite completamente levantando el extremo del motor de la bomba.
- 5 Vuelva a poner el tapón de drenaje.
- 6 Añada aceite nuevo a la bomba hasta que se acerque al nivel de aceite, pero no sobrepase la marca al lado de la ventana que indica el nivel máximo. Consulte [Figura 12](#) en la página 77.
- 7 Vuelva a instalar el tapón de llenado.
- 8 Limpie el exceso de aceite alrededor y debajo de la bomba.
- 9 Vuelva a enchufar el cable de alimentación de la bomba.
- 10 Encienda el detector y restaure las condiciones operativas. Consulte ["Puesta en marcha"](#) en la página 45.
- 11 Anote el mantenimiento en el libro de registro de mantenimiento.
- 12 Compruebe si la bomba tiene fugas después de unos 30 minutos y vuelva a comprobarlo transcurridas 24 horas.

Sustitución de la trampa de ozono

Para cambiar la trampa de ozono:

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



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

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

Cambio del filtro de bruma de aceite

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

Limpieza del exterior del detector

ADVERTENCIA

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

ADVERTENCIA

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

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

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

Calibración de los sensores de flujo y presión

El SCD de 8355 S y el NCD de 8255 S usan módulos electrónicos de control de presión. Lo habitual es ajustar el detector para que utilice la puesta a cero automática del flujo. Consulte [“Configurar el flujo cero automático”](#) en la página 47.

Normalmente no es necesario efectuar ninguna calibración. Sin embargo, si es necesario pueden ponerse los sensores de flujo y presión manualmente a cero. Consulte la sección [“Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión”](#) en la página 48 para obtener detalles al respecto.



6 Solución de problemas

Solución de problemas del detector	88
Tabla de resolución de problemas	89
LED indicador de estado	92
Mensajes del detector	93
Fugas	94
Problemas de alimentación	96
Problemas de generación de ozono	97
Depósitos de coque	98
Contaminación de hidrógeno	99
Gases contaminados	100

Este capítulo describe cómo solucionar problemas y resolver incidencias habituales que surgen durante el funcionamiento de un SCD de 8355 S o NCD de 8255 S de Agilent.



Solución de problemas del detector

Tener un conocimiento básico del detector ayuda a diagnosticar y solucionar sus problemas. Repase la teoría básica del detector que aparece en “[Teoría de funcionamiento](#)” en la página 22. Asimismo, tenga en cuenta que este apartado está concebido para solucionar problemas en un detector que ha funcionado correctamente hasta el momento. Si está intentando optimizar una nueva aplicación de detector, consulte “[Ajuste de condiciones de funcionamiento](#)” en la página 44 donde aparecen recomendaciones sobre el ajuste de los valores de método para obtener los mejores resultados.

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

[Tabla 7](#) en la siguiente sección enumera muchos problemas habituales, su causa más probable y la acción correctora que debe llevarse a cabo.

Tabla de resolución de problemas

Tabla 7 Resolución de incidencias del detector

Problema	Posible causa	Diagnóstico	Acción correctora
Problemas del detector			
Sin respuesta	Sin ozono	Hay poca o ninguna diferencia en la señal de salida con el ozono activado y desactivado.	Consulte “Sin ozono” .
	Ajuste de intervalo incorrecto para la salida analógica (solamente el detector autónomo)		Edite el intervalo para ajustar mejor los datos a la escala. Consulte “Salida de señal” en la página 50.
Sin ozono	Transformador de alta tensión y/o generador de ozono inoperativo.	No hay diferencia en la señal de salida con el ozono activado y desactivado, aun cuando el flujo a través del generador de ozono es normal.	Póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico. Consulte “La tecla de modos de servicio” en la página 36.
	Restricción en el suministro de ozono a la celda del reactor.		Póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.
Sin respuesta	Tubo de cerámica o cuarzo roto.		Sustituya el tubo de cerámica. Consulte “Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)” en la página 70 o “Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)” en la página 73.
Respuesta baja	Velocidades de flujo de hidrógeno y oxidante inadecuadas.	Compruebe las velocidades de flujo.	Ajuste las velocidades de flujo.
	Fuga en el detector.		Compruebe si hay fugas en el detector y, de haberlas, repárelas. Consulte “Fugas” en la página 94.
	Tubos de cerámica o cuarzo contaminados.	Si no parece haber una fuga, examine el tubo de cerámica. Se puede producir contaminación debido al sangrado de la columna, muestras que contienen complejos de metal volátil y grandes inyecciones de hidrocarburos que forman coque.	Sustituya el tubo de cerámica. Consulte “Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)” en la página 70 o “Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)” en la página 73.

Tabla 7 Resolución de incidencias del detector (continuación)

Problema	Posible causa	Diagnóstico	Acción correctora
	La tensión de entrada no concuerda con el enchufe de configuración.		Póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.
Línea base oscilante	Contaminación en uno de los gases del detector.	Compruebe la diferencia en la señal de salida con el ozono activado y desactivado.	Compruebe las trampas del suministro de entrada y sustitúyalas. Cambie los gases del detector.
Respuesta excesiva	Ajuste de intervalo incorrecto para la salida analógica (solamente el detector autónomo)		Edite el intervalo para ajustar mejor los datos a la escala. Consulte “Salida de señal” en la página 50.
	Fuga en las líneas oxidantes.		Compruebe si hay fugas en el detector y, de haberlas, repárelas. Consulte “Fugas” en la página 94.
	Fuga en las líneas de suministro de hidrógeno.		Compruebe si hay fugas en el detector y, de haberlas, repárelas. Consulte “Fugas” en la página 94.
Picos en cola con respuesta no equimolar	Contaminación grave de los gases del detector.	Señal de fondo alta en relación con el ozono desactivado.	Compruebe las trampas del suministro de entrada y sustitúyalas. Cambie los gases del detector.
Picos con colas	Malas conexiones de columna.	Compruebe la posición de la columna en la entrada y la salida. Busque decoloraciones de la columna en la conexión del detector que indiquen columnas en la zona de combustión.	Vuelva a instalar la columna. Consulte “Acople de una columna al detector” en la página 67.
	Tubos rotos.	Confirme los rangos de presión y vacío. Examine las columnas y las férulas.	Sustituya el tubo de cerámica. Consulte “Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)” en la página 70 o “Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)” en la página 73.
Apagado térmico del detector	Termoeléctrico abierto.		Póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.
La presión del quemador supera los 760 Torr.	Restricción causada por el diámetro interno del tubo cerámico superior.	Si está realizando mantenimiento, térmelo. Repita la verificación durante el funcionamiento normal.	

Tabla 7 Resolución de incidencias del detector (continuación)

Problema	Posible causa	Diagnóstico	Acción correctora
Presión del quemador excesivamente alta.	Tubo exterior de cuarzo o cerámica roto. Fugas o desconexión de línea de acero inoxidable de hidrógeno o oxidante de 1/16 pulgadas.		Sustituya el tubo de cerámica. Consulte “Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)” en la página 70 o “Sustitución del tubo de cuarzo (NCD)” en la página 73. Compruebe la conexión. Compruebe si hay fugas en la línea. Contacte con Agilent para solicitar una reparación de la línea en caso de rotura.
	Fuga en el quemador.		Compruebe si hay fugas en el detector y, de haberlas, repárelas. Consulte “Fugas” en la página 94.
La presión del quemador es inferior a la esperada y hay una mala respuesta	Tubo cerámico interno agrietado o desalineado.	Verifique que el tubo cerámico interno está colocado correctamente y que no está caído en el interior del tubo externo.	Consulte “Sustitución del tubo interior de cerámica (SCD)” en la página 70.

Tabla 8 Resolución de incidencias de la bomba

Problema	Posible Causa	Diagnóstico	Acción correctora
Problemas con la bomba de vacío			
La bomba no se pone en marcha	Bomba apagada o cable de alimentación desconectado.		Encienda el botón de alimentación de la bomba. Examine el cable de alimentación de la bomba.
Los fusibles se funden en la puesta en marcha	Aceite emulsionado.	Examine la integridad del aceite.	Cambie el aceite de la bomba y conecte la unidad a la pared para que funcione durante 10-15 minutos. Contacte con Agilent para cambiar los fusibles fundidos.
Agua en la bomba	Filtro coalescente roto.	Aceite amarillo lechoso en la ventana de la bomba.	Cambie el filtro coalescente y el aceite de la bomba.
Presión de la celda de reacción alta	Trampa de destrucción de ozono atascada.	Retire la trampa de destrucción de ozono de la línea de vacío y vuelva a examinar las lecturas de presión esperadas.	Cambie la trampa química.

Tabla 8 Resolución de incidencias de la bomba (continuación)

Problema	Posible Causa	Diagnóstico	Acción correctora
	Quemador desconectado de la celda de reacción.	Compruebe las conexiones.	
	Bomba de vacío defectuosa.		Sustituya la bomba de vacío.
La bomba pierde aceite con un ruido de gorgoteo	Balasto abierto.	Baja el nivel de aceite.	Restablezca el balasto. Consulte los apartados específicos de la bomba.
Elevado nivel de aceite en el filtro coalescente	Restrictor de retorno de aceite bloqueado.	No se observa movimiento de aceite en la línea de retorno.	Cambie el filtro y limpie el restrictor.

LED indicador de estado

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

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

Mensajes del detector

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

Fugas

Fugas de ozono

ADVERTENCIA

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

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

Fugas de hidrógeno

ADVERTENCIA

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

Revise todas las conexiones externas para ver si hay fugas. Consulte [“Revisar si hay fugas de hidrógeno y oxidante”](#) en la página 95. Revise las conexiones del suministro al mainframe del detector y entre el mainframe del detector y el conjunto del quemador. Si sospecha que hay una fuga dentro del mainframe del detector, contacte con Agilent para el mantenimiento. No abra el mainframe del detector.

Fugas de oxidante

ADVERTENCIA

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

Revise las conexiones del suministro de oxidante al mainframe del detector y entre el mainframe del detector y el conjunto del quemador. Consulte “[Revisar si hay fugas de hidrógeno y oxidante](#)” en la página 95. Si sospecha que hay una fuga dentro del mainframe del detector, contacte con Agilent para el mantenimiento. No abra el mainframe del detector.

Revisar si hay fugas de hidrógeno y oxidante

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

- 1 Revise todas las conexiones externas para ver si hay fugas. Arregle cualquier fuga (refuerce o vuelva a realizar las conexiones de forma adecuada).
- 2 Si sigue sospechando que hay una fuga, establezca las condiciones de comprobación de flujo típicas (consulte [Tabla 10](#) en la página 106 para SCD o [Tabla 11](#) en la página 112 para NCD).
- 3 Mantenga estas condiciones durante varios minutos. Si el detector no puede mantener estos índices de flujo, contacte con Agilent para el mantenimiento.
- 4 Si el detector pudo mantener las tasas de flujo, apague todos los flujos de gas con el teclado del detector.
- 5 Supervise las lecturas de presión en la pantalla del GC. (Pulse [**Det**].) Cuando la bomba de vacío está funcionando, la presión de la celda de reacción debería bajar a aproximadamente 0 (cero). La presión del quemador debería bajar a un valor considerablemente más bajo que la presión de funcionamiento típica. Este proceso llevará algún tiempo debido a la configuración interna del conjunto del quemador. Si la presión del quemador permanece elevada o a presiones normales, contacte con Agilent para el mantenimiento.

Problemas de alimentación

La alimentación suministrada a los calentadores del SCD/NCD, el refrigerador del NCD, la bomba de vacío y el generador de ozono procede de la estructura principal del detector y está controlada por el interruptor de alimentación del detector.

Sin energía

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

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

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

Problemas de generación de ozono

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

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

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

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

Depósitos de coque

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

Contaminación de hidrógeno

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

- Compruebe si hay un corte de flujo y resuélvalo.
- Compruebe si hay restricciones en la línea de suministro del oxidante al conjunto del quemador.
- Cargue el método de comprobación u otro método que use velocidades de flujo relativo más equilibradas.

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

Gases contaminados

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

La humedad en la línea de suministro del generador de ozono puede llevar a la formación de ácidos que pueden dañar o destruir el generador de ozono y otros componentes del detector. Agilent recomienda encarecidamente el uso de una trampa de humedad de alta calidad, como el Sistema de filtro limpio de gas con una trampa de humedad, para el gas de suministro de ozono. Consulte [“Consumibles y piezas de recambio”](#) en la página 62.



7 Verificación del rendimiento

Acerca de la comprobación cromatográfica	102
Preparar una comprobación cromatográfica	103
Comprobar el rendimiento del SCD	105
Comprobar el rendimiento del NCD	111

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



Acerca de la comprobación cromatográfica

Las pruebas descritas en esta sección proporcionan la confirmación básica de que el detector puede ofrecer un rendimiento comparable a la condición de fábrica. Los resultados presentados aquí, representan los típicos para condiciones de funcionamiento típicas y no están especificadas.

Las pruebas suponen lo siguiente:

- Utilice un muestreador de líquidos automático. Si no dispone de uno, utilice una jeringa manual adecuada, en lugar de la jeringa indicada.
- Utilice una jeringa de 10 μL en la mayoría de los casos. Sin embargo, una jeringa de 5 μL es un sustituto apto.

Preparar una comprobación cromatográfica

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

NOTA

Las partes que se enumeran aquí se refieren a los cromatógrafos de gases de Agilent. Para otros tipos de cromatógrafos de gases, examine las propiedades de cada componente.

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

Tabla 9 Partes recomendadas para la comprobación según el tipo de inyector

Parte recomendada para la comprobación	Referencia
Inyector split/splitless	
Jeringa, 10 µL	5181-1267
Arandelas para liner	5188-5365
Setpo, optimizados para purgado y temperatura (BTO), recubrimiento	5183-4757
no pegajoso, ultrainerte, sin división, un solo huso, lana de vidrio	5190-2293
Sello de inyector chapado en oro con arandela	5188-5367
Inyector multimodo	
Jeringa, 10 µL	5181-1267
Arandelas para liner	5188-5365
Septum	5183-4757
no pegajoso, ultrainerte, sin división, un solo huso, lana de vidrio	5190-2293

Tabla 9 Partes recomendadas para la comprobación según el tipo de inyector (continuación)

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

Prepare los viales de muestra

La verificación del rendimiento requiere una jeringa de 1 uL.

ADVERTENCIA

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

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

Comprobar el rendimiento del SCD

1 Prepare lo siguiente:

- Columna de evaluación, DB-1 30 m × 0,32 mm × 1,0 µm (número de referencia 123-1033)
- Evaluación del rendimiento del SCD (comprobación) muestra (5190-7003): dietil disulfuro, $0,7 \pm 0,002$ mg/L y terc-butildisulfuro $1,0 \pm 0,003$ mg/L en isooctano.
- Asotano de grado cromatográfico
- Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector
- Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra
- Inyector y hardware del inyector (consulte [“Preparar una comprobación cromatográfica”](#) en la página 103.)

2 Compruebe lo siguiente:

- Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, aire como oxidante y oxígeno como gas de suministro de ozono.
- La trampa de humedad para el gas de suministro de ozono y otras trampas están actualizadas.
- Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
- Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente B.

3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte [“Preparar una comprobación cromatográfica”](#) en la página 103.

4 Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento en el manual del GC *Mantenimiento del GC*).

- Caliente en el horno la columna de evaluación, durante al menos 30 minutos a 180 °C. (Consulte el procedimiento en el manual del GC titulado *Mantenimiento del GC*).
- Configure la columna.

- 5 Compruebe la salida de la línea base del detector. La salida debería mostrar menos de 150 pA y ser relativamente estable, suponiendo un sistema bien estabilizado con el horno de la columna a 50 °C.

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

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

- 6 Ajuste el intervalo analógico a 9, si utiliza un AIB. Si está utilizando los modelos Agilent 35900E A a D, ajuste a 10, o bien ajuste a 12 si está probando la linealidad. Este punto de partida puede requerir ajuste.
- 7 Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en [Tabla 10](#).

Tabla 10 Condiciones de comprobación del SCD

Columna y muestra	
Tipo	DB-1, 30 m × 0,32 mm × 1 µm (123-1033)
Muestra	Comprobación de SCD 5190-7003
Flujo de columna	2 mL/min helio
Modo de columna	Flujo constante
Inyector split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Flujo de purga	40 mL/min
Tiempo de purga	0,7 min
Purga del Septum	3 mL/min
Ahorro de gas	Desactivado
Inyector multimodo	
Modo	Splitless
Temperatura de inyector	250 °C

Tabla 10 Condiciones de comprobación del SCD (continuación)

Tiempo de purga	0,7 min
Flujo de purga	80 mL/min
Purga del Septum	3 mL/min
Ahorro de gas	Desactivado
inyector de frío en columna	
Temperatura	Seguimiento del horno
Purga del Septum	15 mL/min
Detector	
Temperatura base	280 °C
Temperatura del quemador	800 °C
Flujo superior de H ₂	38 mL/min
Flujo inferior de H ₂	8 mL/min
Flujo oxidante	50 mL/min, Aire
Flujo del generador O ₃	Activado
Alimentación del generador de O ₃	Activado
Bomba de vacío	Activado
Configuración en tándem del FID-SCD	
Temp. FID	350 °C
Flujo de hidrógeno del FID	35 mL/min
Flujo de aire del FID	300 mL/min
Flujo del auxiliar de N ₂ del FID	20 mL/min
Flujo de oxidante del SCD	5 mL/min
Flujo de H ₂ superior del SCD	40 mL/min
Flujo inferior de H ₂	No aplicable para FID-SCD
Horno	
Temperatura inicial	50 °C
Tiempo inicial	3.0 min
Tasa 1	25 °C/min
Temp. de rampa 1	160 °C
Tiempo de espera de rampa 1	2 min
Temp. de ejecución posterior	50 °C
Ajustes de ALS (si está instalado)	

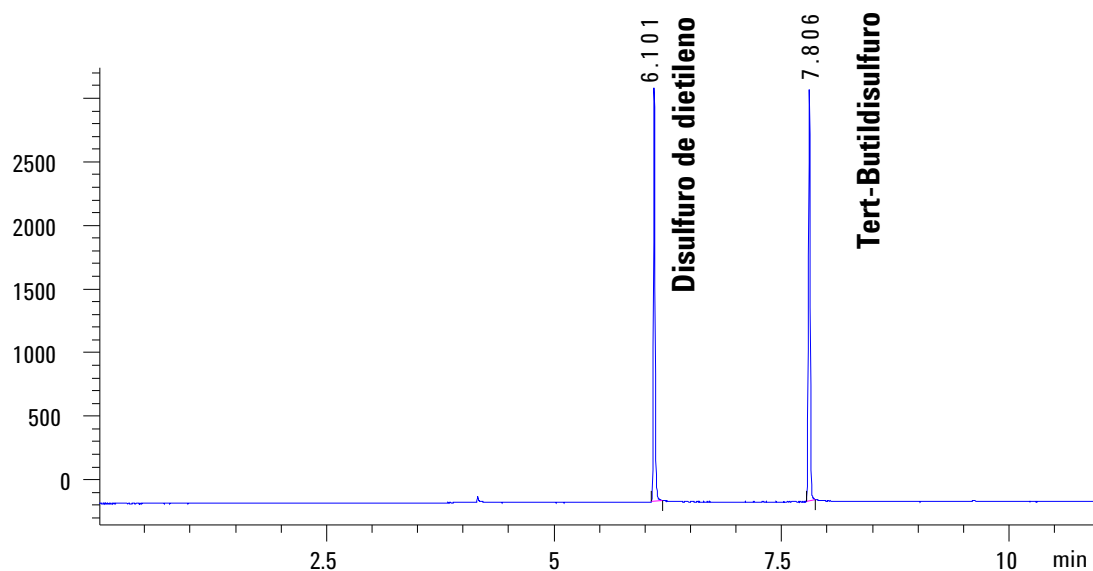
Tabla 10 Condiciones de comprobación del SCD (continuación)

Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 µL (máximo)
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de la jeringa	10 µL
Prelavado del disolvente A	0
Pos lavado del disolvente A	3
Volumen de lavado del disolvente A	8 µL (máximo)
Prelavados del disolvente B	0
Pos lavados del disolvente B	3
Volumen de lavado del disolvente B	8 µL (máximo)
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de extracción de lavado con disolvente (7693A)	150
Velocidad de dispensación de lavado con disolvente (7693A)	1500
Velocidad de extracción de lavado con muestra (7693A)	150
Velocidad de dispensación de lavado con muestra (7693A)	1500
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	3000
Velocidad del émbolo (7683)	Rápido, para todos los inyectores excepto el C0C.
Tiempo de parada de la pre-inyección	0
Tiempo de parada de la post-inyección	0
Inyección Manual	
Volumen de inyección	1 µL
Sistema de datos	
Tasa de datos	5 Hz (Detector frontal, SCD)

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

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

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



En caso de nueva instalación, calcule el MDL del azufre para el detector. Calcule el MDL de la manera siguiente:

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

donde

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

La sensibilidad se calcula de la manera siguiente:

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

Cuando se toma como base una inyección de 1 µL del patrón de verificación, se obtienen los resultados típicos de los cálculos de MDL que se muestran en la tabla de más abajo.

Compuesto	Cantidad inyectada (mg/L)	Contenido en azufre	Cantidad de S inyectada (pg/µL)	Ruido ASTM típico	Sensibilidad típica (Área/pg*s)	MDL típico (pg S/µL)
Dietiléter disulfuro	0,700	52,50 %	367,500	2,453	9,504	0,469
terc-butildisulfuro	1,000	36,00 %	360,000	2,453	10,993	0,446

Comprobar el rendimiento del NCD

1 Prepare lo siguiente:

- Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (número de referencia 19091J-413)
- Evaluación del rendimiento del NCD (comprobación) muestra (5190-7002): 3-metilindol 10,0 ± 0,1 mg/L, 9-metilcarbazol 14,1 ± 0,1 mg/L, y nitrobenceno 9,51 ± 0,05 mg/L en isooctano.
- Asotano de grado cromatográfico
- Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector
- Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra
- Inyector y hardware del inyector (consulte [“Preparar una comprobación cromatográfica”](#) en la página 103.)

2 Compruebe lo siguiente:

- Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, oxígeno como oxidante y gas de suministro de ozono.
- La trampa de humedad para el gas de suministro de ozono y otras trampas están actualizadas.
- Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
- Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente B.

3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte [“Preparar una comprobación cromatográfica”](#) en la página 103.

4 Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento en el manual del GC titulado *Mantenimiento del GC*).

- Caliente en el horno la columna de evaluación, durante al menos 30 minutos a 270 °C. (Consulte el procedimiento en el manual del GC titulado *Mantenimiento del GC*).
- Configure la columna.

- 5 Compruebe la salida de la línea base del detector. La salida debería mostrar menos de 150 pA y ser relativamente estable, suponiendo un sistema bien estabilizado con el horno de la columna a 50 °C. (Una línea base negativa puede ser aceptable.).

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

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

- 6 Ajuste el intervalo analógico a 9, si utiliza un AIB. Si está utilizando los modelos Agilent 35900E A a D, ajuste a 10, o bien ajuste a 12 si está probando la linealidad. Este punto de partida puede requerir ajuste.
- 7 Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en [Tabla 11](#).

Tabla 11 Condiciones de comprobación del NCD

Columna y muestra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Muestra	Comprobación de NCD 5190-7002
Flujo de columna	2,2 mL/min
Modo de columna	Flujo constante
Inyector split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Flujo de purga	80 mL/min
Tiempo de purga	0,8 min
Purga del Septum	3 mL/min
Ahorro de gas	Desactivado
Inyector multimodo	
Modo	Splitless

Tabla 11 Condiciones de comprobación del NCD (continuación)

Temperatura de inyector	250 °C
Tiempo inicial	0 min
Tiempo de purga	0.8 min
Flujo de purga	80 mL/min
Purga del Septum	3 mL/min
Ahorro de gas	Desactivado
inyector de frío en columna	
Temperatura	Seguimiento del horno
Purga del Septum	15 mL/min
Detector	
Temperatura base	280°C
Temperatura del quemador	900 °C
Temperatura del refrigerador	Activado
Flujo de H ₂	3 mL/min
Flujo oxidante	8 mL/min, Oxígeno
Flujo del generador O ₃	Activado
Alimentación del generador de O ₃	Activado
Bomba de vacío	Activado
Horno	
Temperatura inicial	50 °C
Tiempo inicial	3.0 min
Tasa 1	25 °C/min
Temp. de rampa 1	250 °C
Tiempo de espera de rampa 1	2 min
Temp. de ejecución posterior	50 °C
Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 µL (máximo)
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de la jeringa	10 µL
Prelavado del disolvente A	0

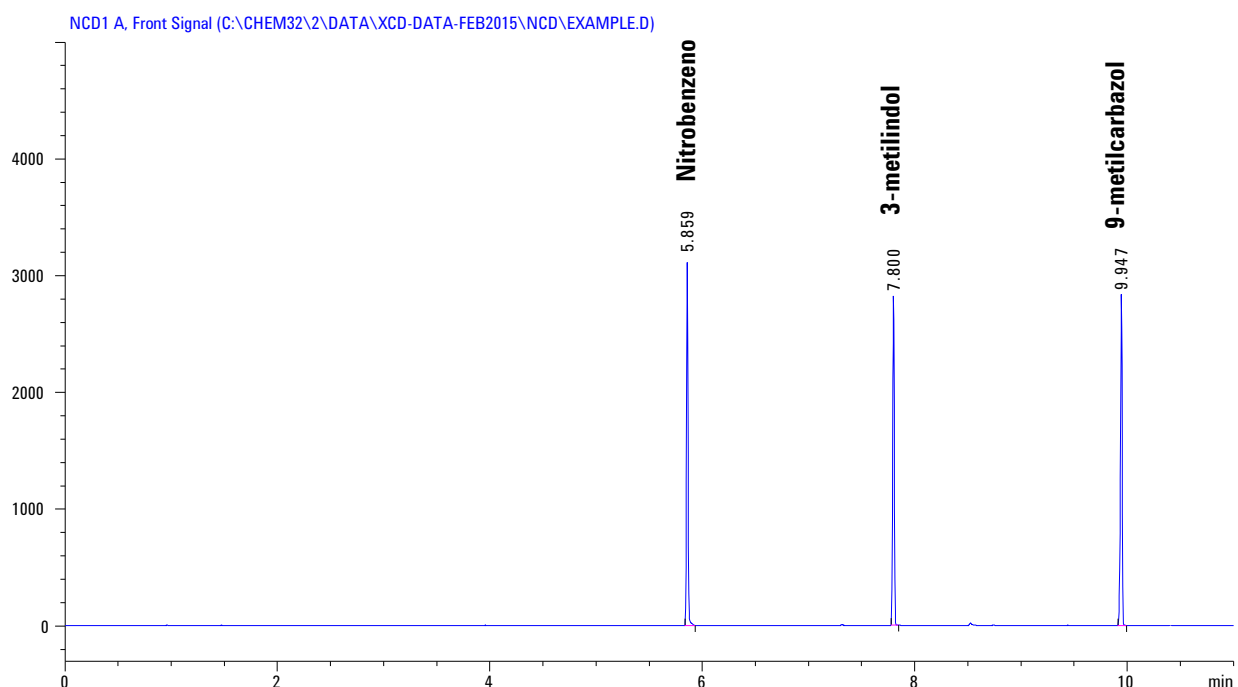
Tabla 11 Condiciones de comprobación del NCD (continuación)

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

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

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

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



En caso de nueva instalación, calcule el MDL del nitrógeno para el detector. Calcule el MDL de la manera siguiente:

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

donde

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

La sensibilidad se calcula de la manera siguiente:

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

Cuando se toma como base una inyección de 1 µL del patrón de verificación, se obtienen los resultados típicos de los cálculos de MDL que se muestran en la tabla de más abajo.

Compuesto	Cantidad inyectada (mg/L)	Contenido de nitrógeno	Cantidad de N inyectada (pg/µL)	Ruido ASTM típico	Sensibilidad típica (Área/pg*s)	MDL típico (pg N/µL)
Nitrobenceno	9,510	11,37 %	1081,29	1,080	2,813	0,7679
3-metilindol	10,000	10,67 %	1067,00	1,080	2,668	0,810
9-metilcarbazol	14,100	7,72 %	1088,52	1,080	2,795	0,773