



Agilent 8860 Cromatógrafo de gases

Manual de funcionamiento

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2019

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

G2790-95014

Edición

Segunda edición, julio de 2019
Primera edición, enero de 2019

Impreso en EE. UU. o China

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

Agilent Technologies, Inc.
412 Ying Lun Road
Waigaoqiao Freed Trade Zone
Shanghai 200131 R.P.China

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

ADVERTENCIA

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

Contenido

1 Procedimientos iniciales

- El 8860 cromatógrafo de gases **12**
- Antes de utilizar el GC **13**
- Cromatografía con un GC **14**
- Inyectores **15**
 - Inyectores automáticos **15**
 - Válvulas automáticas para el muestreo de gases **15**
- Columnas y horno del GC **16**
- Detectores **17**
- Pantalla táctil **18**
- Funcionamiento del sistema **19**
 - Pantalla táctil **19**
 - Interfaz del navegador **19**
 - Sistema de datos **20**
- Interfaz del navegador **22**
- Indicador de estado **26**
- Estado del GC **27**
 - Tonos de alerta **27**
 - Condiciones de error **27**
 - Eliminación de una condición de apagado **27**
- Descripción general del análisis de una muestra **28**
- Control del instrumento **29**
- Corrección de problemas **30**

2 Ayuda e información

- Dónde encontrar la información **32**
- Ayuda desde un navegador **33**
- Ayuda contextual **37**
- El DVD de Manuales del usuario y Herramientas del GC y GC/MS de Agilent **39**

3 Arranque y apagado

- Para poner en marcha el GC **42**
- Para apagar el GC durante menos de una semana **43**
- Para apagar el GC durante más de una semana **44**

4 Funcionamiento de la pantalla táctil

- Navegación **46**
 - Controles de funcionamiento **47**
 - Bandeja de estado/control **48**
- Introducir datos **49**
- Vista de inicio **50**
 - Página de estado **51**
 - Página de seguimiento **52**

5 Métodos

- ¿Qué es un método? **56**
- Qué se guarda en un método **57**
- Qué ocurre cuando se carga un método **58**
- Crear un método **59**
- Cargar un método **61**
- Ejecución de métodos **62**
 - Pre Run y Prep Run **62**
 - Preparación manual para el análisis **62**
 - Para inyectar una muestra manualmente con una jeringa e iniciar un análisis **62**
 - Cómo ejecutar un método y procesar una sola muestra en el ALS **63**
 - Para cancelar un método **63**
- Eventos **64**
 - Uso de eventos programados **64**
 - Programación de eventos por tiempo **65**
 - Tabla de análisis **65**
 - Edición de los eventos de la tabla de análisis **65**
 - Eliminación de eventos programados **65**
- Inyectores **66**
 - Caudales del gas portador **66**
 - Acerca del ahorro de gas **66**
- Acerca de la programación de la temperatura del horno **68**
 - Velocidades de rampa del horno **68**
- Columnas **70**

Detectores	71
FID	71
FPD+	72
NPD	74
TCD	75
ECD	76
Válvulas	78
La caja de válvulas	78
Control de válvulas	78
Tipos de válvulas	79
Control de una válvula	80
Señales de salida del GC	82
Señales analógicas	82
Señales digitales	84

6 Secuencias

¿Qué es una secuencia?	90
Errores recuperables	91

7 Diagnósticos

Acerca de Diagnósticos	94
El informe de salud del sistema	94
Prueba automática	94
Diagnósticos autoguiados	95
Uso de la Vista de diagnósticos	96
Realizar pruebas de diagnóstico	97

8 Mantenimiento

Mantenimiento preventivo asistido (EMF)	100
Tipos de contador	100
Umbrales	101
Umbrales predeterminados	101
Realización de mantenimiento	102
Contadores disponibles	103
Visualización de los contadores de mantenimiento	106
Para activar, restablecer o cambiar el límite de un contador EMF	107

- Contadores EMF para muestreadores automáticos **108**
 - Contadores para ALS 7693A y 7650 con firmware compatible con EMF **108**
 - Contadores para ALS con firmware anterior **108**
- Contadores EMF para instrumentos MS **109**

9 Registros

- Vista de registros **112**
 - Registros de mantenimiento **112**
 - Registro de análisis **112**
 - Registro del sistema **112**

10 Parámetros

- Acerca de los parámetros **114**
- Service Mode **115**
- Acerca de **116**
- Calibración **117**
 - Mantenimiento de la calibración de los módulos EPC – inyectores, detectores, PCM y AUX **118**
 - Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión **119**
- Parámetros del sistema **120**
 - Configurar la dirección IP para el GC **121**
 - Cómo cambiar la configuración local **121**
 - Para acceder a los datos de análisis almacenados **121**
 - Para controlar el acceso a la interfaz del navegador **122**
- Herramientas **124**
 - Cómo realizar un análisis para la compensación de la columna **125**

11 Configuración

- Acerca de la configuración **128**
- Cambios en la configuración **129**
- Configuración de válvula **130**
 - Cómo configurar las válvulas **130**
- Configuración del inyector **131**
- Columnas **132**
 - Para configurar una única columna **132**
 - Para configurar una columna empaquetada **133**
 - Notas adicionales sobre la configuración de las columnas **134**

Horno	135
Para configurar el horno	135
Configuración del detector	136
Configuración de salida analógica	137
Configuración del MSD	138
Configuración del MSD	138
Cómo habilitar o deshabilitar las comunicaciones del MS	138
Cómo utilizar el GC cuando el MS está apagado	139
Otros parámetros	140
Disponibilidad	141
Caja de válvulas	142
PCM	143
EPC auxiliares	144

12 Conservación de recursos

Conservación de recursos	146
Métodos de suspensión (Sleep)	147
Métodos de condición y de activación	148
Cómo configurar el GC para conservar recursos	150

13 Programación

Programación de horario continuado	152
Cómo usar los eventos programados con horario continuado	152
Añadir eventos a la tabla del reloj	152
Eliminación de eventos programados con horario continuado	153

14 Módulos de flujo y de presión

Información acerca del control de flujo y presión	156
Presión máxima de funcionamiento	157
Controladores de presión auxiliares	158
Restrictores	159
Ejemplo: Uso de los canales del PCM	161
PID	162

15 Inyectores

- Descripción general de los inyectores **164**
- Acerca del inyector split/splitless **165**
 - Selección del liner del inyector S/SL correcto **165**
- Acerca del inyector de columna empaquetada con purga **167**
- Acerca del inyector de columna empaquetada **168**
- Acerca del inyector de frío en columna **169**
 - Modos de configuración del inyector COC **169**
 - Precolumnas **169**

16 Columnas y horno

- Sensor de hidrógeno **172**
 - Registros del instrumental **172**
 - Calibración **172**
 - Información de estado **172**
 - Funcionamiento con un sistema de datos de Agilent **172**

17 Comprobación cromatográfica

- Acerca de la comprobación cromatográfica **176**
- Para preparar una comprobación cromatográfica **177**
- Para comprobar el rendimiento del FID **179**
 - Cómo comprobar el rendimiento del FID con un inyector de columna empaquetada (PCI) **179**
 - Cómo comprobar el rendimiento de un FID con inyector split/splitless o inyector de frío en columna empaquetada con purga **182**
- Para comprobar el rendimiento del TCD **186**
 - Cómo comprobar el rendimiento del TCD con un inyector de columna empaquetada (PCI) **186**
 - Cómo comprobar el rendimiento de un TCD con un inyector split/splitless o inyector de frío en columna empaquetada con purga **188**
- Cómo comprobar el rendimiento del NPD **192**
- Cómo comprobar el rendimiento del ECD **195**
- Cómo comprobar el rendimiento del FPD+ (muestra 5188-5953) **198**
 - Preparación **198**
 - Rendimiento del fósforo **198**
 - Rendimiento del sulfuro **201**

Cómo comprobar el rendimiento del FPD+ (muestra 5188-5245, Japón) **203**

Preparación **203**

Rendimiento del fósforo **203**

Rendimiento del sulfuro **206**

18 Prueba de metrología china

Factores de conversión de unidades para FPD+ y ECD **210**

Factores de conversión del FPD+ **210**

Factor de conversión del ECD **211**

Cómo usar los factores de conversión **212**

Referencias **213**

19 Glosario

1

Procedimientos iniciales

El 8860 cromatógrafo de gases	12
Antes de utilizar el GC	13
Cromatografía con un GC	14
Inyectores	15
Inyectores automáticos	15
Válvulas automáticas para el muestreo de gases	15
Columnas y horno del GC	16
Detectores	17
Pantalla táctil	18
Funcionamiento del sistema	19
Pantalla táctil	19
Interfaz del navegador	19
Sistema de datos	20
Interfaz del navegador	22
Indicador de estado	26
Estado del GC	27
Tonos de alerta	27
Condiciones de error	27
Eliminación de una condición de apagado	27
Descripción general del análisis de una muestra	28
Control del instrumento	29
Corrección de problemas	30

Este documento ofrece una descripción general del cromatógrafo de gases (GC) 8860 Agilent junto con instrucciones detalladas sobre su funcionamiento.

El 8860 cromatógrafo de gases



Figura 1. GC 8860

Antes de utilizar el GC

Antes de usar el GC, asegúrese de leer la información sobre la normativa y seguridad que se incluye en el DVD *Manuales del usuario y Herramientas para el GC y GC/MS de Agilent*, en la interfaz del navegador o en un navegador conectado. Los peligros de seguridad más comunes cuando se trabaja con el GC son:

- Quemaduras producidas por tocar las áreas calientes del GC.
- Liberación de gas a presión con contenido de compuestos químicos peligrosos al abrir los inyectores.
- Cortes por cristal o punciones causadas por los extremos afilados de la columna capilar.
- El uso del hidrógeno como gas portador del GC puede ser peligroso.

Cromatografía con un GC

La cromatografía es la separación de una mezcla de compuestos en sus componentes individuales.

Se requieren tres pasos principales en la separación y la identificación de los componentes de una mezcla mediante un GC. Ellos son:

- 1 **Inyectar** una muestra en el GC (se realiza en el inyector).
- 2 **Separar** la muestra en componentes individuales (se realiza dentro de la columna del horno).
- 3 **Detectar** qué compuestos había en la muestra (se realiza en el detector).

Durante este proceso se muestran mensajes de estado procedentes del GC, y el usuario puede hacer cambios en la configuración de los parámetros mediante la interfaz del navegador o el sistema de datos.

Inyectores

Los inyectores son los dispositivos por donde se inyectan las muestras en el GC. El GC 8860 de Agilent puede tener un máximo de dos inyectores, que se identifican como inyector frontal (Front Injector) e inyector posterior (Back Injector).

Los siguientes tipos de inyectores están disponibles:

- Inyector Split/Splitless (SSL)
- Inyector de empaquetadas con purga (PP)
- Inyector de columna empaquetada (PCI)
- Inyector de frío en columna (COC)

El tipo de inyector se elegirá en función del tipo de análisis que se haga, el tipo de muestra que se analice y la columna que se utilice.

Las muestras se pueden inyectar en los inyectores a mano mediante una jeringa o mediante un dispositivo de muestreo automático (tales como el muestreador automático de líquidos de Agilent o el muestreador del espacio de cabeza de Agilent).

Inyectores automáticos

El GC 8860 de Agilent puede incorporar hasta un inyector automático, que puede utilizarse en la posición delantera o en la trasera.

Válvulas automáticas para el muestreo de gases

Las válvulas de muestreo opcionales son dispositivos mecánicos sencillos que introducen una muestra de tamaño fijo en el flujo del gas portador. Las válvulas se usan más a menudo para muestrear gases o líquidos en flujos de circulación constante.

El GC 8860 de Agilent puede incorporar hasta tres válvulas en total. Pueden utilizarse hasta dos válvulas de muestreo de líquido no calentado o hasta tres válvulas de muestreo de gas, en cualquier combinación.

Las válvulas están situadas dentro de la caja de válvulas de muestreo.

Columnas y horno del GC

Las columnas del GC se encuentran dentro de un horno de temperatura controlada. Por lo general, un extremo de la columna está unido al inyector y el otro extremo está unido al detector.

Las columnas varían en longitud, diámetro y recubrimiento interno. Cada columna está diseñada para su uso con diferentes compuestos.

El propósito de la columna y del horno es separar la muestra inyectada en sus compuestos individuales a medida que pasa por la columna. Para contribuir a este proceso, el horno del GC puede programarse para acelerar el flujo de la muestra a través de la columna.

El GC 8860 de Agilent puede incorporar hasta tres columnas, identificadas como Columna 1 (Column #1), Columna 2 (Column #2) y Columna 3 (Column #3).

Detectores

Los detectores identifican la presencia de compuestos cuando éstos salen de la columna.

A medida que cada uno de los compuestos entra en el detector, se genera una señal eléctrica proporcional a la cantidad de compuesto detectada. Esta señal se envía normalmente a un sistema de análisis de datos, como OpenLAB CDS ChemStation de Agilent, donde aparece como pico de un cromatograma.

El GC puede incorporar hasta tres detectores (dos montados en la parte superior del GC y uno montado en un soporte lateral o en la posición auxiliar de la parte superior), identificados como Detector frontal (Front Detector), Detector posterior (Back Detector) y Detector auxiliar 2 (Aux 2 Detector).

Se ofrece una selección completa de detectores (FID, TCD, NPD, FPD+, ECD y MSD). El tipo de detector se elegirá en función del tipo de análisis que se requiera.



Figura 2. Ubicaciones de los detectores

NOTA

Un detector de montaje lateral solo puede ser un TCD, ECD o FID. No se admiten otros tipos de detectores en esta ubicación.

Un detector auxiliar montado en la parte superior solo puede ser un FPD+ o un TCD.

Pantalla táctil

La pantalla táctil muestra el estado del GC e información sobre su actividad, y permite iniciar, detener y preparar el GC para analizar una muestra.



Consulte **“Funcionamiento de la pantalla táctil”** para disponer de una descripción detallada de las funciones y capacidades de la pantalla táctil.

Funcionamiento del sistema

El GC puede controlarse usando la pantalla táctil, la interfaz del navegador y el sistema de datos Agilent.

Pantalla táctil

La pantalla táctil proporciona control directo de los ajustes de configuración, acceso a funciones de diagnóstico y mantenimiento, registros y acceso a la ayuda, además de la capacidad para realizar cambios temporales en valores establecidos. Use la pantalla táctil para:

La pantalla táctil proporciona controles para:

- Establecer la dirección IP del GC
- Seleccionar el idioma de la pantalla táctil
- Ver datos de estado y gráficos en tiempo real.
- Monitorizar el GC y estado del análisis
- Monitorizar el estado del sistema
- Realizar ajustes del sistema, por ejemplo configuración local del sistema, configuración de la dirección IP, etc.

La pantalla de inicio proporciona un control de análisis básico:



Preparar análisis (Prep Run): Suele ser necesario antes de las inyecciones manuales para salir del modo de ahorro de gas y para preparar los flujos de los inyectores.



Inicio (Start)

Algunas tareas, como por ejemplo el establecimiento de la dirección IP, solo pueden realizarse usando la pantalla táctil.

Interfaz del navegador

La interfaz del navegador proporciona muchas de las funciones de la pantalla táctil. La interfaz del navegador proporciona control y configuración del instrumento, además de la capacidad para utilizar el instrumento de forma independiente (sin un sistema de datos conectado). La interfaz del navegador puede verse usando cualquier dispositivo típico de navegación web, como por ejemplo un ordenador o tablet, siempre que el dispositivo esté conectado a la misma puerta de enlace que el GC. Use la interfaz del navegador para:

- Crear métodos
- Analizar muestras y secuencias de muestras
- Realizar pruebas de diagnóstico

- Comprobar estado y rendimiento del GC
- Realizar procedimientos de mantenimiento
- Comprobar detalles de mantenimiento y restablecer contadores
- Cambiar ajustes del idioma
- Acceder a ayuda online

Para conectarse a la interfaz del navegador:

- 1 En una tablet u ordenador conectado a la misma puerta de enlace que el GC, abra una ventana del navegador.
- 2 Navegue hasta **http://Nombre o dirección IP del GC**. Por ejemplo, si la dirección IP del GC fuera 10.1.1.100, navegue hasta **http://10.1.1.100**.
- 3 Si se solicita, introduzca el código de acceso. (El código de acceso está disponible en la pantalla táctil del GC.)

Para obtener más información en relación con la interfaz del navegador, consulte **“Interfaz del navegador”**.

Si un sistema de datos controla el GC, los cambios de los valores establecidos y otras características pueden estar deshabilitados en la interfaz del navegador. Si varios usuarios se conectan a un GC usando la interfaz del navegador, solo la primera conexión tendrá control normal.

Sistema de datos

El adaptador del sistema de datos proporcionado por sistemas de datos Agilent, como por ejemplo OpenLAB CDS, proporciona pleno control del GC para crear métodos, analizar muestras, etc. Utilice el sistema de datos para:

- Crear métodos
- Analizar muestras y secuencias de muestras
- Monitorizar el GC y estado del análisis
- Monitorizar el estado del sistema
- Realizar el seguimiento del uso y vida útil de los consumibles
- Realizar algunos ajustes del sistema
- Ver registros del sistema
- Establecer tabla del reloj del GC y eventos de conservación de recursos

Además, el adaptador del sistema de datos proporciona acceso a la información completa de ayuda y usuario. Desde cualquier lugar dentro del editor del método para el GC, seleccione **Interfaz del navegador de ayuda e información (Help and Information Browser Interface)** desde el árbol de navegación.

Tenga en cuenta también:

- El adaptador del sistema de datos no proporciona acceso directo a todas las características de diagnóstico y mantenimiento del GC.
- El sistema de datos no puede usar directamente ningún método o secuencia creados en la interfaz del navegador.

1 Procedimientos iniciales

- Al conectarse al GC, el adaptador del sistema de datos puede establecerse para restringir que cualquiera realice ciertos cambios en la pantalla táctil o con una interfaz del navegador.

Interfaz del navegador

Puede controlar y monitorizar el GC usando un navegador web que se encuentre en la misma puerta de enlace que el GC. No es necesaria una conexión a Internet. A esta interfaz del navegador se puede acceder usando clientes del navegador del ordenador y navegadores cliente de dispositivos móviles, como por ejemplo tablets. La interfaz del navegador proporciona pleno control del GC. Úsela para realizar tareas como por ejemplo:

- Configurar tipos y flujos de gas del GC
- Realizar procedimientos automatizados de mantenimiento
- Realizar pruebas de diagnóstico
- Crear, editar y cargar métodos
- Analizar muestras
- Crear, editar y cargar secuencias de muestras
- Monitorizar el rendimiento del GC (ver registros, estados actuales y gráficas)

Mientras se encuentre conectado a su GC con un sistema de datos, no puede editar métodos, editar secuencias e iniciar o detener análisis usando la interfaz del navegador. Consulte **“¿Qué es un método?”** para obtener más información.

The screenshot displays the GC web interface. At the top, there is a navigation bar with tabs for Method, Sequences, Diagnostics, Maintenance, Logs, Settings, and Help. Below this is a sidebar with a tree view of system components including Valves, Inlets, Columns, Oven, Detectors, Analog Out, Events, Signals, GC Performance, and Configuration. The main area shows a table of valve configurations:

Type	On	Load Time (min)	Inject Time (min)
1 No Valve	Off	0.1	0.1
2 No Valve	Off	0.1	0.1
3 No Valve	Off	0.1	0.1
4 No Valve	Off	0.1	0.1
5 No Valve	Off	0.1	0.1
6 No Valve	Off	0.1	0.1
7 No Valve	Off	0.1	0.1
8 No Valve	Off	0.1	0.1
9 No Valve	Off	0.1	0.1
10 No Valve	Off	0.1	0.1

Annotations on the right side of the screenshot:

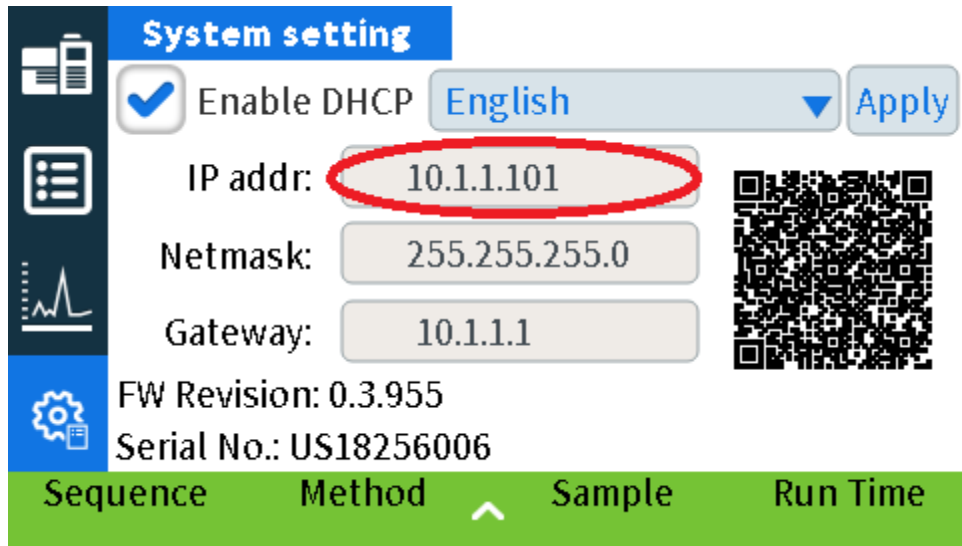
- Editar métodos, secuencias y ajustes del GC, entre otras cosas
- Acceder a su suite de Help & Information (Ayuda e información)
- Ver ayuda contextual sobre su pantalla actual

Al usar la interfaz del navegador, el GC almacena datos de análisis internamente. Puede concederse acceso para permitir que un ordenador conectado a la misma puerta de enlace acceda a dichos datos y los copie para el análisis. Tenga en cuenta que los datos de los análisis solo se eliminarán usando la interfaz del navegador directamente, o por medio del GC, de acuerdo con los ajustes de fecha o de espacio de disco.

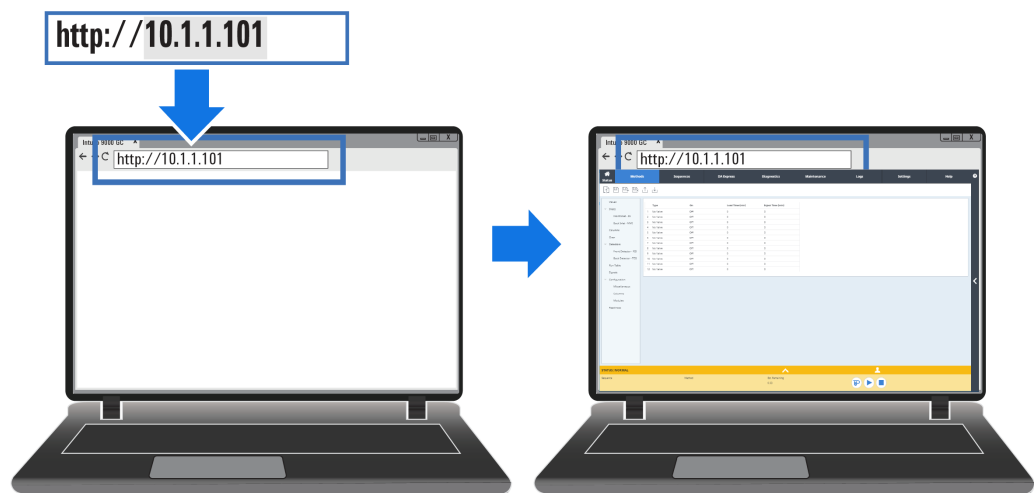
1 Procedimientos iniciales

Para conectarse al GC mediante un navegador:

- 1 Si no conoce la dirección IP o nombre del host del GC, use la pantalla táctil para encontrarlos.



- 2 Abra un navegador web. Los navegadores admitidos incluyen Chrome, Safari (en una tablet), Internet Explorer 11 y Edge. Asegúrese de que la versión del navegador esté actualizada.
- 3 Introduzca `http://xxx.xx.xx.xxx`, donde `xxx.xx.xx.xxx` es la dirección IP del GC. (Si se utiliza un nombre de host, introdúzcalo en su lugar.) En este ejemplo, la dirección IP del GC es 10.1.1.101. El acceso a la interfaz del navegador solo requiere que la tablet u ordenador estén conectados a la misma puerta de enlace que el GC; no se requiere ninguna conexión a Internet.



1 Procedimientos iniciales

Para obtener más información sobre cómo utilizar la interfaz del navegador, haga clic en la pestaña Ayuda (Help) para acceder a la suite de Help & Information (Ayuda e información), o haga clic en < en el lado derecho de la pantalla para acceder a la ayuda contextual. Consulte **“Ayuda desde un navegador”** y **“Ayuda contextual”** para obtener más información.

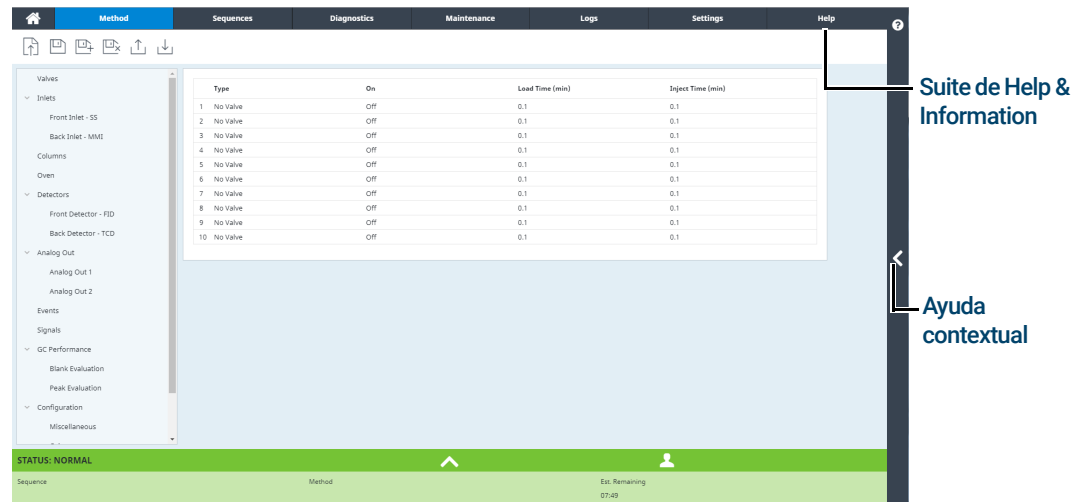


Figura 3. Acceder a la ayuda desde la interfaz del navegador

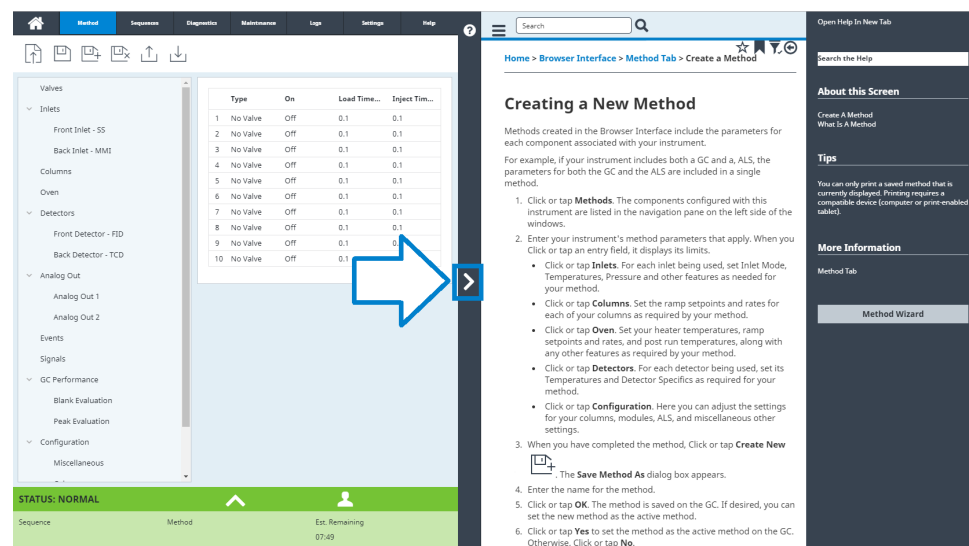


Figura 4. Ayuda contextual

1 Procedimientos iniciales

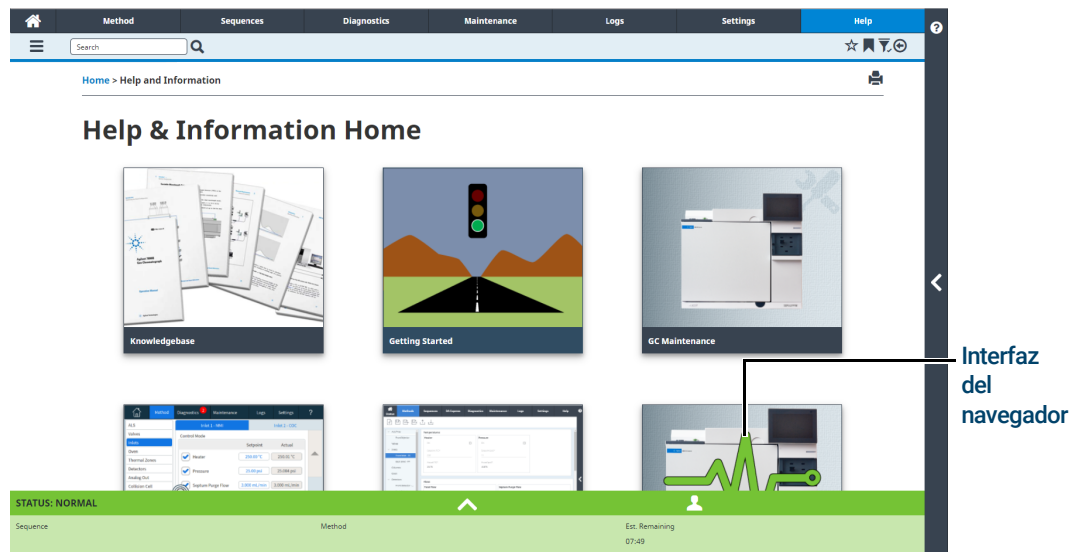


Figura 5. Contenido completo de Ayuda e información

Indicador de estado

El GC incluye un indicador de estado en el panel frontal para que pueda determinarse rápidamente el estado y la disponibilidad del GC. El indicador de estado cambia de color en función del estado del GC en cada momento.

- Verde: Indica que el GC está preparado para su funcionamiento.
- Amarillo: Indica que el GC no está preparado para su funcionamiento. Le llega la alimentación pero no todos los parámetros han alcanzado los valores establecidos para su funcionamiento. Es posible que aparezca una advertencia u otro mensaje. Compruebe la pantalla táctil del GC para obtener información adicional.
- Rojo: Indica un fallo u otro problema grave. Posiblemente hay un mensaje de error o de otro tipo. Compruebe la pantalla táctil del GC para obtener información adicional. El GC no puede usarse hasta que el fallo se haya solucionado.



Estado del GC

Cuando el GC está preparado para empezar un análisis, la interfaz del navegador muestra **ESTADO: (STATUS): PREPARADO PARA LA INYECCIÓN (READY FOR INJECTION)**. En cambio, cuando un componente del GC no está preparado para empezar un análisis, la interfaz del navegador muestra **ESTADO: (STATUS): NO LISTO (NOT READY)** y el indicador de estado en el panel frontal del GC estará en color amarillo. Al hacer clic en la pestaña **Diagnósticos (Diagnostics)**, se mostrarán indicaciones sobre el motivo por el que el GC no está listo.

Tonos de alerta

El GC ofrece información mediante pitidos.

Una serie de pitidos de aviso suena antes de que se produzca una parada. El GC empieza con un pitido. Cuanto más tiempo persista el problema, más pita el GC. Tras un breve periodo de tiempo, el componente que tiene un problema se apaga, el GC emite un pitido y se muestra en pantalla un breve mensaje. Por ejemplo, suena una serie de pitidos si el flujo de gas del inyector no puede alcanzar el valor establecido. Aparecerá en pantalla brevemente el mensaje **Corte del flujo del inyector (Inlet flow shutdown)**. El flujo se cortará después de 2 minutos.

ADVERTENCIA

Antes de reanudar las operaciones del GC, investigue y resuelva la causa del corte de hidrógeno.

Un solo pitido significa que hay un problema, pero que dicho problema no impedirá al GC ejecutar el análisis. El GC emitirá un solo pitido y mostrará un mensaje. El GC puede empezar el análisis, en cuyo caso desaparecerá el aviso.

Los mensajes de fallos indican problemas de hardware que requieren la intervención del usuario. Según el tipo de error del que se trate, el GC emitirá un solo pitido o no pitará.

Condiciones de error

Si ocurre un problema, la barra de estado del GC cambia a No listo (Not Ready), el indicador de estado del GC se enciende en amarillo, se muestra un número junto a la pestaña Diagnósticos (Diagnostics), y la bandeja de estado y la pestaña Diagnósticos (Diagnostics) indican la condición que hace que el GC no esté listo. Seleccione **Diagnósticos (Diagnostics)** para ver el problema y solucionarlo.

Eliminación de una condición de apagado

Cuando se produce el apagado de un componente, el GC pasa al estado no listo, el indicador de estado y la barra de estado se muestran en color amarillo y la pestaña Diagnósticos (Diagnostics) y la bandeja de estado muestran mensajes acerca de la condición que provocó el apagado.

Para borrar un apagado, seleccione **Diagnósticos (Diagnostics) > Borrar apagado - Activado (Clear shutdown - ON)** para activar todas las zonas, incluyendo aquella en la que se produjo el apagado, o seleccione **Borrar apagado - Desactivado (Clear shutdown - OFF)** para activar todas las zonas excepto aquella en la que se produjo el apagado. Tenga en cuenta que si borra el apagado pero no soluciona el problema que lo causó (por ejemplo, cambiar un cilindro de suministro de gas o arreglar una fuga), se producirá nuevamente un apagado del GC.

Descripción general del análisis de una muestra

El uso del GC implica las siguientes tareas:


- Configurar el hardware del GC para un método analítico.
- Puesta en marcha del GC. Consulte **“Para poner en marcha el GC”**.
- Preparación de cualquier muestreador que esté conectado. Instale la jeringa correspondiente al método definido; configure el uso de las botellas de disolvente y de residuos, y el tamaño de la jeringa; y prepare y cargue los viales de disolvente, residuos y muestras, según se necesite. Consulte la documentación que ha recibido junto con su ALS o Muestreador del espacio de cabeza (HS) si necesita conocer los detalles sobre su instalación, funcionamiento y mantenimiento.
- Carga del método analítico o la secuencia en el sistema de control del GC.
 - Consulte la documentación del sistema de datos de Agilent.
 - Para el funcionamiento del GC independiente, consulte la sección **“Cargar un método”**.
- Ejecución del método o la secuencia.
 - Consulte la documentación del sistema de datos de Agilent.
 - Para el funcionamiento del GC independiente, consulte la sección **“Para inyectar una muestra manualmente con una jeringa e iniciar un análisis”** y la sección **“Cómo ejecutar un método y procesar una sola muestra en el ALS”**.
- Monitorización de los análisis de muestras desde la pantalla táctil del GC, interfaz del navegador o sistema de datos de Agilent. Consulte la sección **“Vista de inicio”** o la documentación del sistema de datos de Agilent.
- Apagado del GC. Consulte **“Para apagar el GC durante menos de una semana”** o **“Para apagar el GC durante más de una semana”**.

Control del instrumento

El GC 8860 de Agilent se suele controlar mediante un sistema de datos conectado, como el OpenLAB CDS de Agilent. Consulte la ayuda en línea incluida en el sistema de datos de Agilent para ver más detalles sobre cómo cargar, ejecutar o crear métodos y secuencias usando dicho sistema de datos.

Corrección de problemas

Si el GC deja de funcionar debido a un fallo, compruebe si hay mensajes en la pantalla táctil o en la interfaz del navegador. El GC incluye funciones de diagnóstico que le ayudan a determinar la causa de un determinado fallo.

- 1 Utilice la pantalla táctil, interfaz del navegador o sistema de datos para visualizar la alerta. (Consulte **"Vista de inicio"** y **"Diagnósticos"** para disponer de los detalles.)
- 2 Haga clic en el botón  de la pantalla táctil, haga clic en el botón de parada de la interfaz del navegador o apague el sistema de datos en el componente implicado.
- 3 Diagnostique el problema mediante la herramienta de diagnóstico incorporada en el GC. Consulte **"Diagnósticos"**.
- 4 Resuelva el problema, por ejemplo, mediante el cambio de los cilindros de gas o la corrección de la fuga.

Una vez solucionado el problema, puede que necesite apagar y volver a encender el instrumento. La mayoría de los errores de apagado pueden solucionarse desde la LUI, aunque algunos requieren apagar y volver a encender.

Dónde encontrar la información 32

Ayuda desde un navegador 33

Ayuda contextual 37

El DVD de Manuales del usuario y Herramientas del GC y GC/MS de Agilent 39

Dónde encontrar la información

Agilent proporciona una amplia cantidad de documentación para la instalación, funcionamiento y mantenimiento del instrumento directamente desde el GC 8860. Asimismo, existen diversas alternativas para acceder al paquete completo Help and Information (ayuda e información) a través de un navegador o desde su sistema de datos de Agilent.

- **“Ayuda desde un navegador”.**
El conjunto completo de información para el usuario está disponible directamente desde el GC mediante el uso de un navegador conectado a Internet.
- **“Ayuda contextual”.**
Además del conjunto completo de documentación, la interfaz del navegador también ofrece información contextual.
- **“El DVD de Manuales del usuario y Herramientas del GC y GC/MS de Agilent”.**
La información sobre el GC 8860, detectores selectivos de masas y muestreadores también está disponible en el DVD que contiene los Manuales del usuario y las Herramientas para el GC y GC/MS de Agilent.

Cuando desembale el instrumento, asegúrese de buscar el *Cartel de inicio rápido* del GC 8860 para ayudarle a familiarizarse rápidamente con su GC, y para configurar y establecer los parámetros de su instrumento. Este cartel también puede consultarse en la sección de familiarización de la ayuda en el navegador.

Agilent
 8860 Gas Chromatograph

Quick Start

1 8860 GC System Ship Kit (G4500-6000)

Agilent GC and GC/MS User Manuals and Tools (G4500-64006)

2 Remove Protective Packaging (Remove a Embalagem de Proteção / Удалите защитную упаковку)

保護層包装材料を剥します / 移除保护包装

3

LAN

4

5 Select Settings tab to enter Network Information (Seleção a guia Parâmetros para inserir informações da rede / Выбери вкладку Settings и введи информацию о сети)

設定タブを選択してネットワーク情報を入力します / 选择“设置”选项并输入网络信息

6 Access the Browser Interface to configure the GC and get detailed installation instructions by connecting to the GC via your web browser (no internet required). (The GC and PC must be configured on the same gateway (for example, isolated LAN).)

Access a interface do Navegador para configurar o GC e obter instruções detalhadas de instalação conectando-se ao GC através do seu navegador da Web (não é necessário usar a Internet). (O GC e o PC devem ser configurados no mesmo gateway (por exemplo, uma LAN isolada).)

Доступ к интерфейсу веб-браузера и получение подробных инструкций по установке, подключившись к ГХ через веб-браузер (подключение к интернету не требуется). (ГХ и ПК должны быть сконфигурованы в одном сегменте интерфейса (например, изолированный LAN).)

アクセスブラウザを接続してGCのブラウザインターフェイスに接続し、詳細なインストール手順を閲覧してください。(インターネットに接続する必要はありません)。

GC и ПК 必须位于网络同一网段 (例如，独立的局域网中)。

访问浏览器网页配置 GC 并浏览详细安装说明 (不需要互联网连接)。浏览器和 GC 必须配置在相同网段 (例如，独立的局域网中)。

Where to find additional information (Onde encontrar informação adicional / Где найти дополнительную информацию)

How to find additional information (Como encontrar informação adicional / Как найти дополнительную информацию)

Accessing Help and information from Agilent Data Systems (Acessando ajuda e informação através do Sistema de Dados da Agilent / Доступ к справке и информации по из системы данных Agilent)

Help and information (http://10.1.1.101/info)

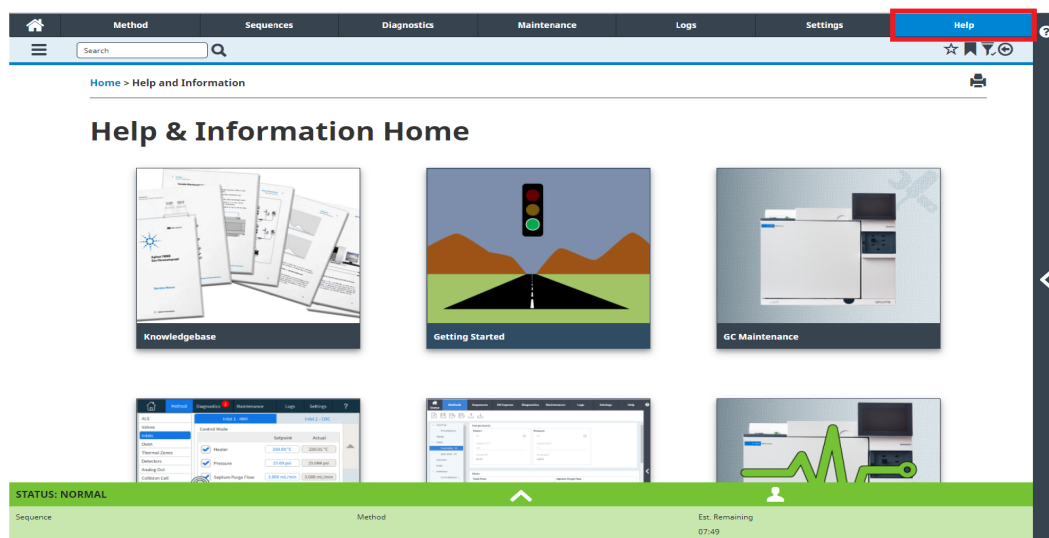
GC and GC/MS User Manuals & Tools

Ayuda desde un navegador

Puede acceder a una amplia cantidad de documentación integrada que se ha diseñado para ofrecer asistencia con temas como procedimientos iniciales, familiarización, instalación, funcionamiento, mantenimiento, resolución de problemas y otra información útil. **No se necesita acceso a Internet para utilizar el paquete de ayuda mejorado.** El acceso a esta ayuda solo requiere que la tablet u ordenador estén conectados a la misma puerta de enlace que el GC.

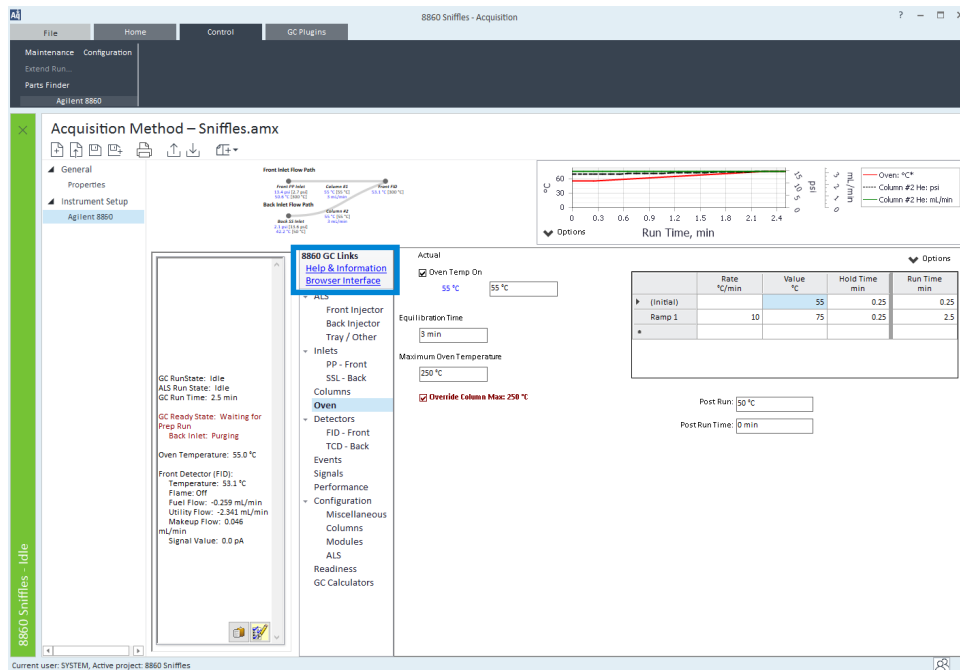
Esta versión mejorada de **Help & Information** (ayuda e información) está fácilmente disponible a través de:

- La interfaz del navegador. Acceda al paquete Help & Information (ayuda e información) haciendo clic en la pestaña **Help (ayuda)** en la interfaz del navegador. Consulte **“Interfaz del navegador”** para obtener instrucciones sobre la conexión a la interfaz del navegador.

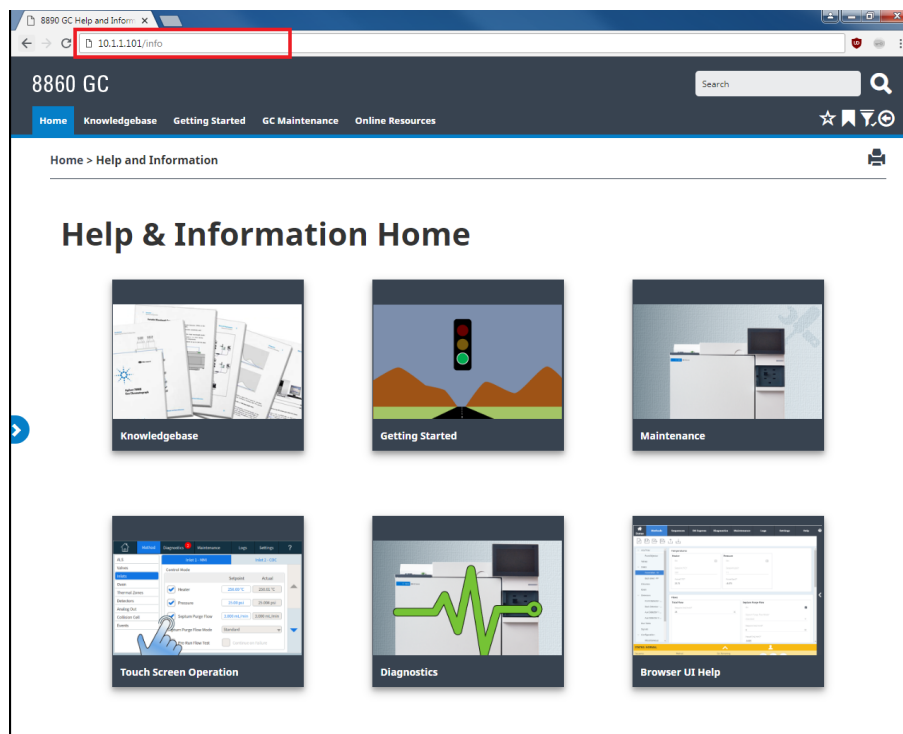


- Su sistema de datos de Agilent. Acceda al paquete Help & Information (ayuda e información) haciendo clic en el enlace **Help & Information Browser Interface (interfaz del navegador de ayuda e información)** en la parte superior de la vista tipo árbol.

2 Ayuda e información








- Un navegador web que se encuentre en la misma puerta de enlace que el GC. Acceda al paquete Help & Information (ayuda e información) escribiendo `http://xxx.xx.xx.xxx/info` en su navegador de Internet, donde `xxx.xx.xx.xxx` es la dirección IP o nombre del host de su GC.




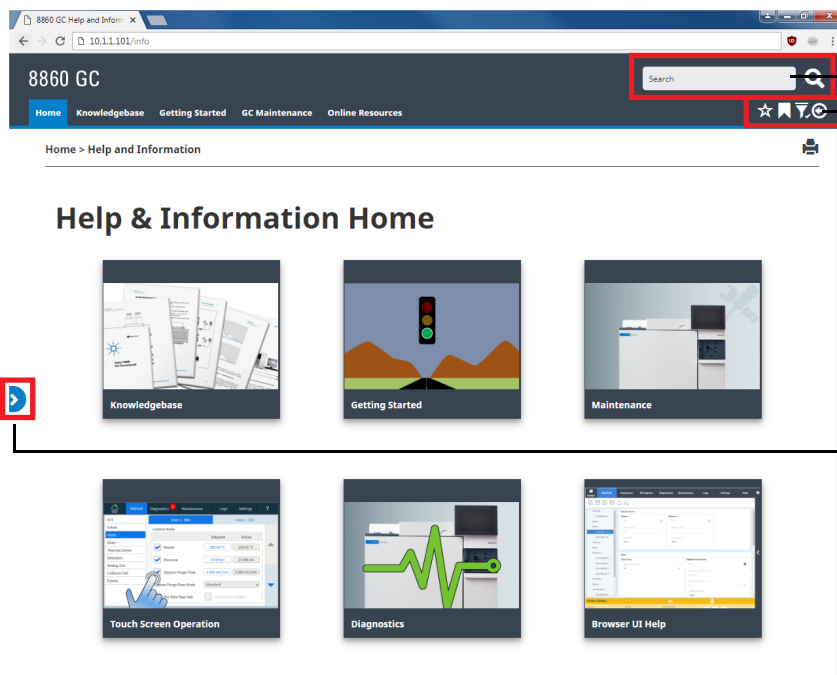
El acceso al paquete Help & Information (ayuda e información) proporciona la siguiente información:

- **Fondo de conocimientos:** manuales, información de instalación, información de seguridad y preparación de la instalación.
- **Procedimientos iniciales:** Tutorial de la interfaz de usuario del navegador, Cartel de inicio rápido, eFAM, Feature Tour del GC, el asistente de configuración del sistema y vídeos con instrucciones.
- **Mantenimiento:** información para realización de mantenimiento en su configuración (inyectores, detectores, etc.).
- **Funcionamiento del sistema:** información sobre el funcionamiento de su GC, como por ejemplo sus ajustes, o contadores EMF.
- **Diagnósticos:** información sobre las pruebas de diagnóstico, diagnósticos autoguiados y tareas disponibles en su GC.
- **Ayuda de la interfaz del navegador:** ayuda e instrucciones para el uso de la interfaz del navegador.
- **Recursos en línea:** enlaces a Agilent University, Agilent YouTube, Agilent Community, servicios, etc.

De forma predeterminada, la ayuda se filtra para mostrar únicamente información relacionada con la configuración de su GC. Si no parece haber información disponible, asegúrese de que todos los contenidos de ayuda estén habilitados. Para comprobar sus filtros activos, haga clic en el icono  en la esquina superior derecha de la pantalla Help & Information (ayuda e información). Estos filtros permiten mostrar u ocultar información relacionada con los diversos componentes de su GC, como por ejemplo información sobre detectores o inyectores específicos.

Además, puede establecer temas que visite frecuentemente como favoritos para facilitar el acceso. Para ello, desplácese hasta el tema que desee y haga clic en el icono . Una vez que se ha añadido un tema a sus favoritos, el icono  se rellena. Haga clic en este icono nuevamente para quitar el tema de sus favoritos. Puede ver sus favoritos en cualquier momento haciendo clic en el icono . Desde aquí, haga clic en cualquiera de los temas enumerados para acceder a ellos con rapidez, o haga clic en  para quitar el tema de sus favoritos.

El icono del historial  enumera los temas de ayuda visitados en la sesión actual del navegador. Desde aquí, seleccione cualquiera de los temas enumerados para volver a acceder a ellos. Seleccione **Clear History (borrar historial)** para eliminar todos los temas de su historial.



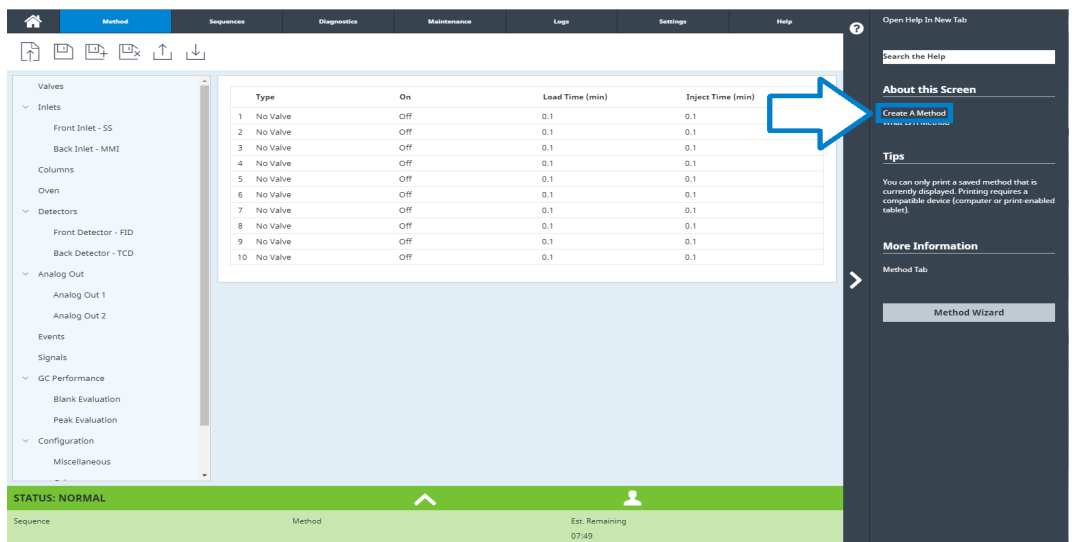
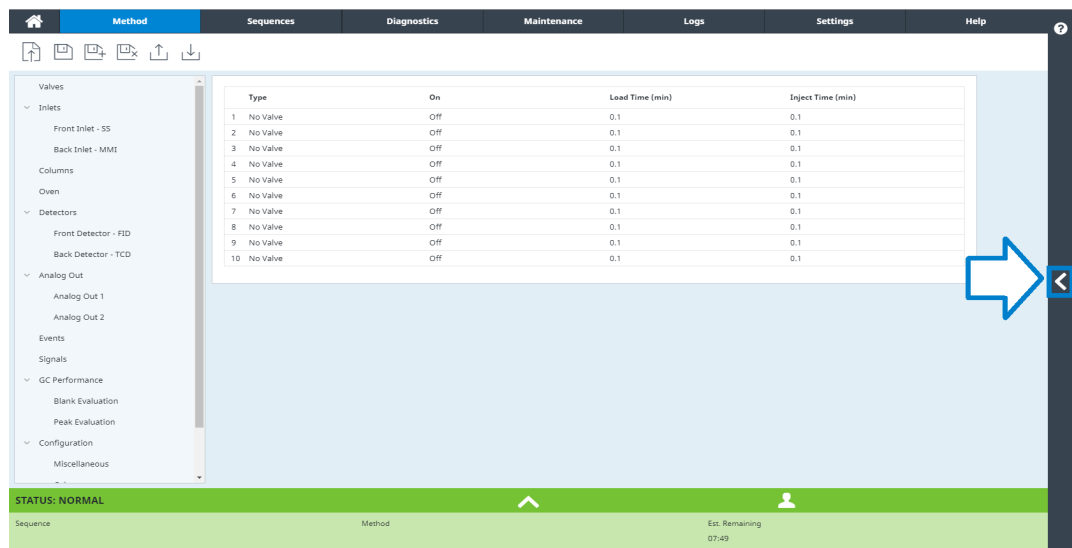
Buscar toda la información disponible

Añadir y quitar favoritos, Filtrar contenido y ver su historial

Mostrar/ocultar la tabla de contenido

Ayuda contextual

Puede acceder a información o ayuda contextual desde cada una de las páginas de la interfaz del navegador. Seleccione el símbolo < desde el lado derecho de la pantalla para acceder a información y consejos relacionados con la página visualizada. About This Screen (acerca de esta pantalla) proporciona diversos enlaces a temas de ayuda relevantes. Cuando se hace clic en estos enlaces, se abren los temas correspondientes dentro de la bandeja de ayuda. En Tips (consejos) se muestran fragmentos de información útil sobre la página actual. Asimismo, algunas páginas proporcionarán enlaces a documentación adicional, como por ejemplo el enlace al Asistente de método en el ejemplo anterior.



2 Ayuda e información

Para minimizar el tema visualizado actualmente, haga clic en el símbolo > entre la ayuda contextual y la página visualizada actualmente. Haga clic nuevamente en el símbolo > para minimizar la bandeja de ayuda contextual.

The screenshot displays the software's user interface. On the left is a navigation pane with categories like Valves, Inlets, Columns, Oven, Detectors, Analog Out, Events, Signals, GC Performance, and Configuration. The main area shows a table for configuring a new method:

	Type	On	Lead Time...	Inject Tim...
1	No Valve	Off	0.1	0.1
2	No Valve	Off	0.1	0.1
3	No Valve	Off	0.1	0.1
4	No Valve	Off	0.1	0.1
5	No Valve	Off	0.1	0.1
6	No Valve	Off	0.1	0.1
7	No Valve	Off	0.1	0.1
8	No Valve	Off	0.1	0.1
9	No Valve	Off	0.1	0.1
10	No Valve	Off	0.1	0.1

On the right, the help page titled 'Creating a New Method' provides instructions. A blue arrow points to a right-pointing chevron symbol (>) located between the help content and the main interface area. The help page includes sections for 'About this Screen', 'Tips', and 'More Information'. The 'More Information' section contains a 'Method Wizard' button.

El DVD de Manuales del usuario y Herramientas del GC y GC/MS de Agilent

El DVD que contiene los *Manuales del usuario y las Herramientas GC y GC/MS de Agilent* proporciona una recopilación exhaustiva de ayuda en línea y libros correspondiente a los cromatógrafos de gas, los detectores selectivos de masas y los muestreadores de GC actuales de Agilent. Ofrece versiones traducidas de la información más importante, como:

- Documentación para familiarizarse con el equipo
- Guía con información reglamentaria y de seguridad
- Información de preparación del emplazamiento
- Información de la instalación
- Guías de funcionamiento
- Información de mantenimiento
- Información para la resolución de problemas

3

Arranque y apagado

Para poner en marcha el GC 42

Para apagar el GC durante menos de una semana 43

Para apagar el GC durante más de una semana 44

Para poner en marcha el GC

El éxito del funcionamiento empieza con un GC con una instalación y un mantenimiento correctos. Los suministros de gases, alimentación eléctrica, ventilación de sustancias químicas peligrosas y el espacio libre alrededor del GC para su funcionamiento se detallan en la *8860 Guía de preparación del emplazamiento del cromatógrafo de gases* de Agilent.

- 1 Compruebe las presiones de la fuente de gas. Para conocer las presiones requeridas, consulte la *8860 Guía de preparación del emplazamiento del cromatógrafo de gases* de Agilent.
- 2 Abra las fuentes del gas portador y del gas reactivo y abra las válvulas de cierre locales.
- 3 Encienda el GC. Espere a que aparezca la vista **Encendido correcto (Power on successful)** en la pantalla táctil.
- 4 Instale la columna.
- 5 Compruebe que no haya fugas en las conexiones de la columna.
- 6 Establezca un método de uso para el GC.
Si utiliza un sistema de datos, descargue el método al GC.
Si se utiliza la interfaz del navegador, cargue un método.
- 7 Espere a que el detector o detectores se estabilicen antes de adquirir los datos. El tiempo que necesita el detector para lograr un estado estable depende de si el detector se ha apagado o si su temperatura se ha reducido mientras el detector seguía encendido.

Tabla 1 Tiempos de estabilización del detector

Tipo de detector	El tiempo de estabilización se inicia partiendo de una temperatura reducida (horas)	El tiempo de estabilización se inicia partiendo del detector apagado (horas)
FID	2	4
TCD	2	4
ECD	4	De 18 a 24
FPD+	2	12
NPD	4	De 18 a 24

Para apagar el GC durante menos de una semana

- 1 Espere a que termine el análisis actual.
- 2 Si el método activo ha sido modificado, guarde los cambios.

ADVERTENCIA

No deje nunca fluir un gas inflamable si el GC va a estar sin supervisión. Si se produce una fuga, el gas podría provocar un incendio o una explosión.

- 3 Reduzca la temperatura del horno a 50 °C o inferior. Baje las temperaturas del detector y del inyector entre 150 y 200 °C. Si lo desea, puede apagar el detector. Consulte **Tabla 1** para determinar si resulta conveniente apagar el detector durante un breve período de tiempo. El tiempo que se requiere para devolver el detector a un estado estable es uno de los factores.

Para apagar el GC durante más de una semana

- 1 Ponga el GC en modo de mantenimiento general seleccionando **Mantenimiento (Maintenance) > Instrumento (Instrument) > Realizar mantenimiento (Perform Maintenance) > Iniciar mantenimiento (Start Maintenance)** y espere a que esté listo.
- 2 Apague el interruptor de alimentación principal.

ADVERTENCIA

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

4

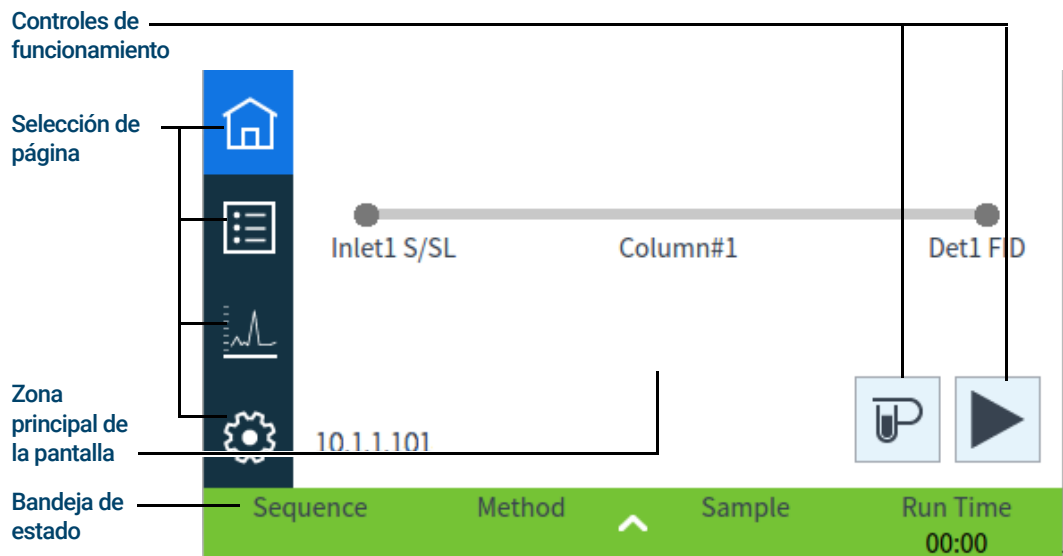
Funcionamiento de la pantalla táctil

Navegación	46
Controles de funcionamiento	47
Bandeja de estado/control	48
Introducir datos	49
Vista de inicio	50
Página de estado	51
Página de seguimiento	52

En esta sección se describe el funcionamiento básico de la pantalla táctil del GC Agilent.

Navegación





La pantalla táctil muestra el estado del GC e información sobre su actividad (temperaturas actuales, flujos, presiones e información sobre la disponibilidad del GC), y permite iniciar, detener y preparar el GC para analizar una muestra.



En la página de inicio, al seleccionar uno de los botones para la selección de página se cargará la página correspondiente.

La zona principal de la pantalla ofrece información relativa a la página/área seleccionada. Dicha zona contiene información de estado, controles y parámetros configurables entre otras cosas.

Dependiendo de la página seleccionada, aparecerán controles adicionales. Podrían aparecer botones para la selección de página, pestañas seleccionables, botones de siguiente y atrás, botones de desplazamiento vertical y otros. Consulte [Figura 6](#).

	On/Off	Actual	Setpoint	
 Oven Temperature	<input type="checkbox"/>	35.2	35.0	
 Inlet 2 Pressure(psi)	<input type="checkbox"/>	0	0	^
 Inlet 2 Temperature	<input type="checkbox"/>	127.3	250.0	
Inlet 2 Total Flow		-2.4	25.0	v
 Inlet 1 Pressure(psi)	<input type="checkbox"/>	0.01	11.00	
Sequence	Method	Sample	Run Time	01:02

Botones de desplazamiento vertical

Figura 6. Controles adicionales

Los botones de desplazamiento vertical se habilitan si son necesarios para acceder a información o configuración adicional.

Controles de funcionamiento

Los controles de funcionamiento están situados en la página de inicio. Los controles de funcionamiento se utilizan para iniciar, detener y preparar el GC para analizar una muestra.



El control **Prep Run** activa los procesos necesarios para llevar al GC al estado para el comienzo de un análisis (por ejemplo, apaga el flujo de purga del inyector para una inyección splitless). Normalmente es necesario hacer esto antes de las inyecciones manuales para salir del modo de ahorro de gas y para preparar el flujo de los inyectores.



El control **Start** inicia un análisis después de inyectar una muestra manualmente. (cuando se utiliza un muestreador automático de líquidos o una válvula de muestreo de gases, el análisis se activa automáticamente en el momento apropiado).



El control **Stop** detiene inmediatamente el análisis. Si el GC está en medio de un análisis, es posible que se pierdan los datos del mismo.

Para más información sobre los métodos de análisis, consulte [“Ejecución de métodos”](#).

Bandeja de estado/control

La bandeja de estado/control ofrece detalles sobre el estado actual del GC, la secuencia actual y el método (si está conectado a un sistema de datos de Agilent), el tiempo que resta de la operación que esté ejecutando el GC, los controles de funcionamiento y otros.

La bandeja de estado/control tiene códigos de color para mostrar el estado del análisis o de listo del GC.

- Verde - Preparado para un análisis
- Amarillo - No preparado o apagado
- Azul - Análisis en curso
- Púrpura - Preparando de la muestra
- Turquesa - Modo suspensión
- Rojo - Error

Asimismo, se muestra cualquier indicador de mantenimiento preventivo asistido (EMF). Consulte **"Mantenimiento preventivo asistido (EMF)"**.

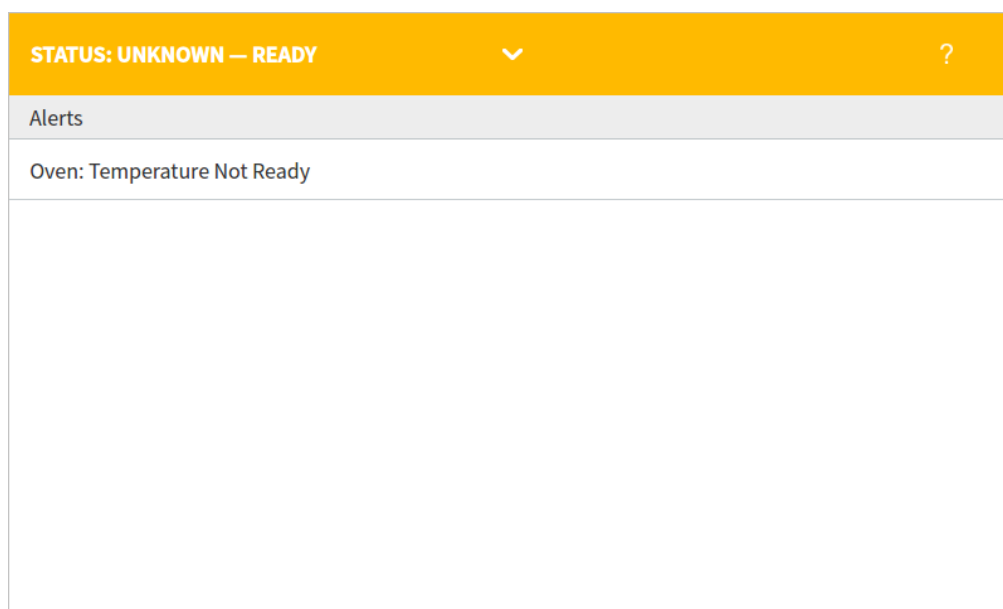


Figura 7. Bandeja de estado/control - ampliada

Se puede minimizar la bandeja seleccionando la flecha que hay sobre ella.

Introducir datos

Cuando toque un campo para la introducción de datos, aparecerá un teclado táctil o un teclado, según corresponda. Consulte **Figura 8**.

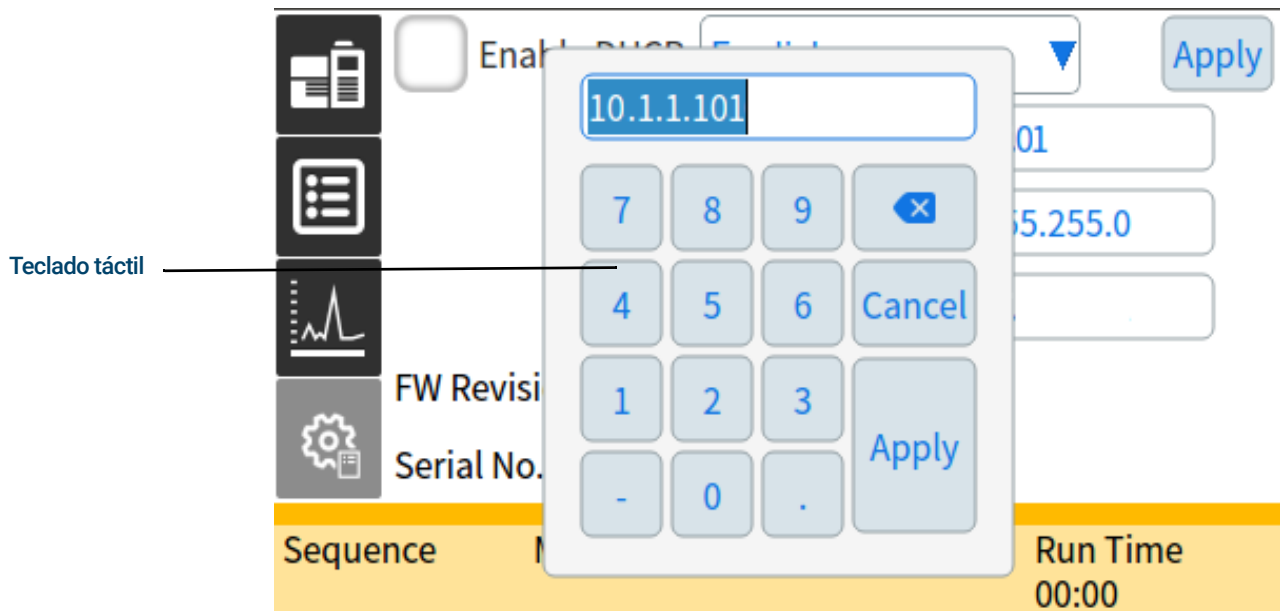


Figura 8. Teclado táctil para la introducción de datos

Si introduce un dato fuera de rango, se destacará en un color diferente.

Si el campo contiene una lista desplegable (indicada por una flecha hacia abajo a la derecha del contenido del campo), selecciónela para abrir la lista y seleccione la opción deseada.

Vista de inicio

La página Paso de flujo (Flow Path) de la vista de inicio muestra información sobre el recorrido del flujo (incluyendo las temperaturas y velocidades de los flujos actuales), estado del análisis (incluyendo elementos de estado seleccionables por el usuario), un gráfico en tiempo real del cromatograma actual y otros datos pertinentes. Consulte **Figura 9**.

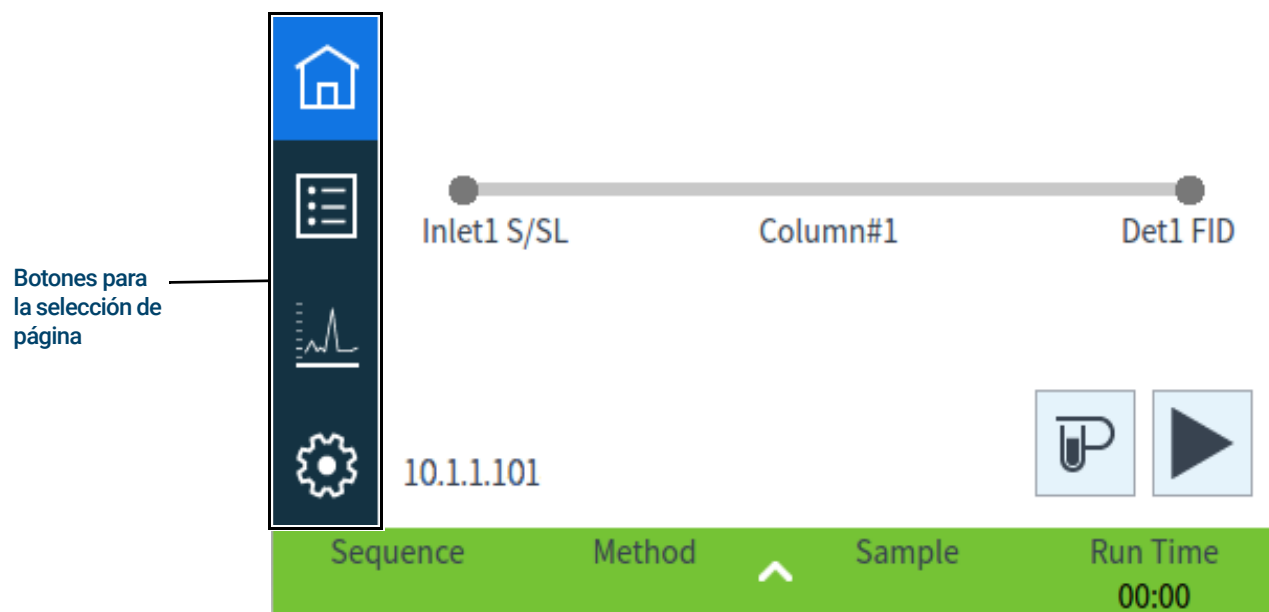


Figura 9. Vista de inicio

Las otras páginas disponibles desde la vista de inicio son:

- Estado
- Seguimiento
- Configuración

Seleccione las páginas que desee visualizar mediante el correspondiente botón para la selección de página que se encuentra en el lado izquierdo de la vista de inicio.

La página de paso de flujo incluye datos sobre el flujo de la muestra a través del GC. Esto incluye indicaciones visuales sobre si está instalado un ALS en el GC, los tipos de inyectores, la configuración de la columna, los tipos de detectores, además de los correspondientes valores establecidos.

A continuación describimos cada página.

Página de estado

La página de estado muestra una lista seleccionable por el usuario de parámetros junto con sus valores establecidos y valores reales. Consulte **Figura 10**.






	On/Off	Actual	Setpoint	
 Oven Temperature	<input type="checkbox"/>	35.2	35.0	
 Inlet 2 Pressure(psi)	<input type="checkbox"/>	0	0	^
 Inlet 2 Temperature	<input type="checkbox"/>	127.3	250.0	
 Inlet 2 Total Flow		-2.4	25.0	v
 Inlet 1 Pressure(psi)	<input type="checkbox"/>	0.01	11.00	
Sequence	Method	Sample	Run Time	01:02

Figura 10. Página de inicio - página de estado

Página de seguimiento

La página de seguimiento muestra el seguimiento de la señal seleccionada actualmente. Consulte **Figura 11**.

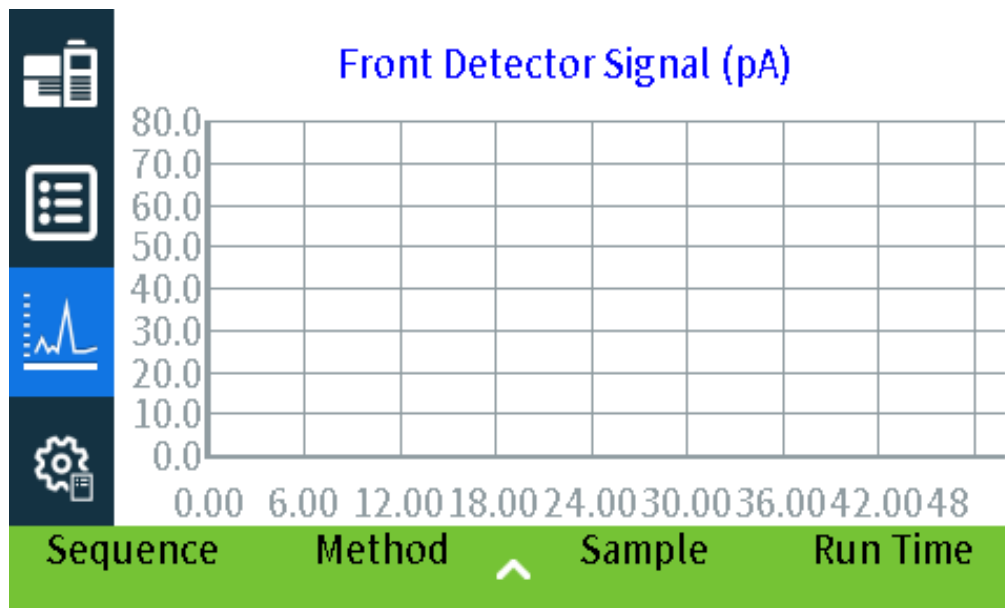


Figura 11. Página de inicio - página de seguimiento

Al seleccionar el nombre de la señal visualizada, se abre una ventana de diálogo con las opciones de seguimiento (Plot Options). Esto le permite seleccionar la señal que desea ver en pantalla. Consulte **Figura 12**.

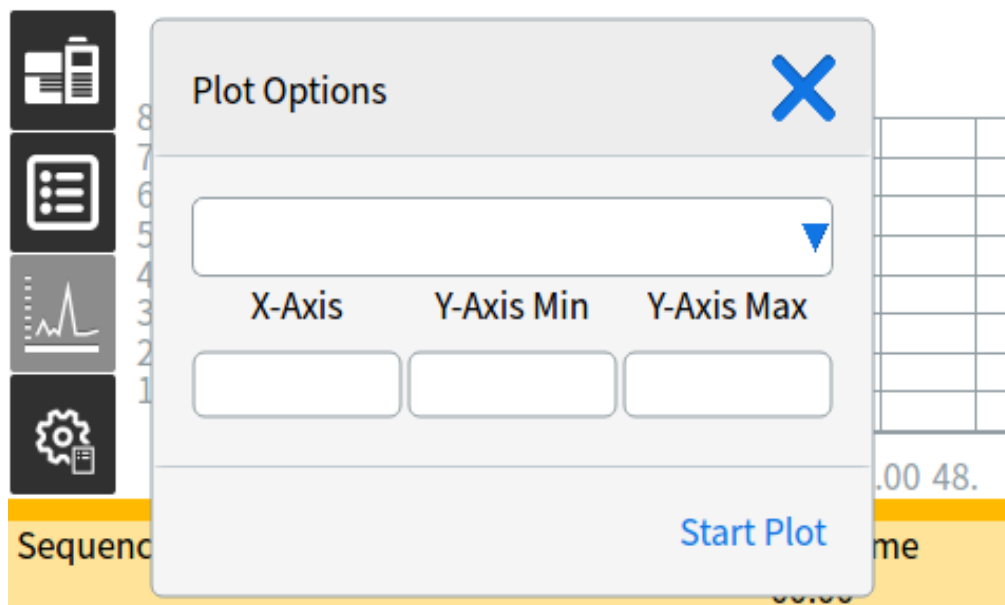


Figura 12. Ventana de diálogo Opciones de seguimiento

4 Funcionamiento de la pantalla táctil

Utilice la ventana de la lista desplegable para seleccionar los parámetros a mostrar en el seguimiento.

El intervalo en pantalla del **X-Axis** va de 1 a 60 minutos. El **Rango del eje Y (Y-Axis Range)** es infinito negativo a infinito. Al seleccionar cualquiera de los dos campos se abrirá un teclado que le permitirá establecer los valores correspondientes.

Si el seguimiento no está activo en ese momento, seleccione **Iniciar seguimiento (Start Plot)** para ponerlo en marcha. Si el seguimiento está activado, seleccione **Detener seguimiento (Stop Plot)** para detener la recopilación de datos y mostrarlos en pantalla. (Cuando se cambia el Nombre de señal (Signal Name), es posible que tenga que seleccionar **Detener gráfico (Stop Plot)** y, a continuación, **Iniciar gráfico (Start Plot)** para mostrar la señal.)

4 Funcionamiento de la pantalla táctil

- ¿Qué es un método? 56
- Qué se guarda en un método 57
- Qué ocurre cuando se carga un método 58
- Crear un método 59
- Cargar un método 61
- Ejecución de métodos 62
 - Pre Run y Prep Run 62
 - Preparación manual para el análisis 62
 - Para inyectar una muestra manualmente con una jeringa e iniciar un análisis 62
 - Cómo ejecutar un método y procesar una sola muestra en el ALS 63
 - Para cancelar un método 63
- Eventos 64
 - Uso de eventos programados 64
 - Programación de eventos por tiempo 65
 - Tabla de análisis 65
 - Edición de los eventos de la tabla de análisis 65
 - Eliminación de eventos programados 65
- Inyectores 66
 - Caudales del gas portador 66
 - Acerca del ahorro de gas 66
- Acerca de la programación de la temperatura del horno 68
 - Velocidades de rampa del horno 68
- Columnas 70
- Detectores 71
 - FID 71
 - FPD+ 72
 - NPD 74
 - TCD 75
 - ECD 76
- Válvulas 78
 - La caja de válvulas 78
 - Control de válvulas 78
 - Tipos de válvulas 79
 - Control de una válvula 80
- Señales de salida del GC 82
 - Señales analógicas 82
 - Señales digitales 84

¿Qué es un método?

Un método es el grupo de ajustes que se requieren para analizar una mezcla específica.

Como cada tipo de muestra reacciona de forma diferente en el GC (algunas muestras requieren una temperatura mayor del horno, otras requieren una presión de gas más baja o un detector diferente), es preciso crear un método exclusivo para cada tipo de análisis específico.

El GC también puede almacenar varios métodos especializados. El GC almacena tres métodos utilizados para la conservación de los recursos, llamados **SUSPENSIÓN (SLEEP)**, **CONDICIÓN (CONDITION)** y **ACTIVACIÓN (WAKE)**. Cuando se configura para el uso con un MS conectado, el GC también ofrece un método llamado **PURGA DE MS (MS VENT)**, utilizado para cambiar los valores establecidos del GC por valores adecuados para un proceso seguro de ventilación del MS. Cree estos métodos mediante un sistema de datos de Agilent. Consulte **"Conservación de recursos"** para obtener más información sobre estos métodos especializados.

Se pueden crear métodos y editarlos mediante la interfaz del navegador. Se pueden crear también nuevos métodos, editarlos y guardarlos en un sistema de datos conectado. Mientras un sistema de datos esté conectado a su GC, cualquier intento de conectarse a su GC a través de la interfaz del navegador hará que esta tenga una funcionalidad limitada. No podrá editar métodos, editar secuencias e iniciar o detener análisis hasta que se desconecte el sistema de datos. De forma similar, una vez que la interfaz del navegador se conecte a su GC, cualquier interfaz del navegador posterior que intente conectarse no podrá editar métodos, editar secuencias e iniciar o detener análisis hasta que se desconecte la primera sesión.

A los métodos y secuencias creados usando la interfaz del navegador no se puede acceder directamente desde un sistema de datos conectado. A los métodos y secuencias creados con un sistema de datos conectado no se puede acceder directamente usando la interfaz del navegador.

Qué se guarda en un método

Algunos de los ajustes guardados en un método definen cómo se procesará la muestra cuando se utilice ese método. Entre los ejemplos de ajustes de métodos se incluyen:

- El programa de temperatura del horno
- El tipo de gas portador y flujos
- El tipo de detector y flujos
- El tipo de inyector y flujos
- El tipo de columna
- El tiempo que se tardará en procesar una muestra

NOTA

En el caso de GC equipado con EPR (regulación electrónica de la neumática), los flujos del detector, de la columna y del inyector no se guardan con el método.

Los parámetros del análisis de datos y los informes se guardan también con un método cuando éste se crean en un sistema de datos de Agilent, por ejemplo software OpenLAB CDS o MassHunter. Estos parámetros describen cómo interpretar el cromatograma que genera la muestra y qué tipo de informe se va a imprimir.

El método del GC también incluye valores establecidos del muestreador. Consulte la documentación del muestreador para obtener detalles sobre valores de configuración del dispositivo compatible:

- Para el ALS 7650A, consulte el manual Instalación, funcionamiento y mantenimiento.
- Para el ALS 7693A, consulte el manual Instalación, funcionamiento y mantenimiento.
- Para el HS 7697A, consulte el manual de instalación y primer arranque y el manual de funcionamiento.
- Para el AS CTC PAL3, consulte el manual de instalación y primer arranque y el manual de funcionamiento.

Los parámetros de valores establecidos actuales se guardan cuando el GC se apaga y se cargan cuando vuelve a encender el instrumento.

Qué ocurre cuando se carga un método

Hay dos clases de métodos:

- El método activo—a veces se hace referencia a él como método actual. La configuración definida en este método es la configuración que mantiene actualmente el GC.
- Métodos almacenados—en el GC se pueden almacenar métodos creados por el usuario, además de un método SLEEP, un método WAKE, un método CONDITION, un método MS VENT y un método predeterminado.

En el caso de GC equipado con módulo EPC (control electrónico de la neumática), **cuando se carga un método** desde el GC o desde el sistema de datos de Agilent, los valores del método activo son reemplazados inmediatamente por los valores del método cargado.


En el caso de GC equipado con módulo EPR (regulación electrónica de la neumática), **cuando se carga un método** desde el GC o desde el sistema de datos de Agilent, los valores establecidos manualmente **no son** reemplazados por los valores del método cargado.

- El método cargado se convierte en el método activo (actual).
- El indicador de estado del panel frontal del GC se iluminará en amarillo (no preparado) y permanecerá en amarillo hasta que el GC alcance todos los ajustes especificados por el método que se acaba de cargar.

Crear un método

Los métodos pueden crearse mediante el sistema de datos de Agilent o a través de la interfaz del navegador. Para obtener más información sobre cómo crear un método mediante el sistema de datos, consulte la documentación suministrada junto con el sistema de datos.

Desde la interfaz del navegador:

- 1 Haga clic en **Método (Method)** en la cinta de opciones de control.
- 2 Haga clic en el botón **Crear nuevo (Create New)** . Se pide que nombre el método y lo guarde.
- 3 En el árbol de navegación, seleccione cada dispositivo del instrumento y establezca los valores deseados para cada parámetro del método.
- 4 Haga clic en **Configuración (Configuration)** > **Módulos (Modules)**. Compruebe la configuración del gas para cada inyector y detector. (La configuración del gas fue establecida inicialmente cuando se ejecutó el Asistente de configuración en la instalación.) Realice cualquier cambio si fuera necesario.

Haga clic en **Configuración (Configuration)** > **Columnas (Columns)**. Si las columnas instaladas incluyeran clavijas Smart ID, las configuraciones de las columnas se establecen en las clavijas Smart ID. Si no fuera así, edite la configuración de la columna como sea necesario. Haga doble clic en una columna para editarla.

- 5 Haga clic en **Columnas (Columns)**. Para cada columna, establezca el modo de control, seleccione la casilla de verificación **Activar (On)** y establezca el flujo en la columna.
- 6 Haga clic en **Inyectores (Inlets)** y a continuación seleccione el inyector delantero o trasero. Establezca el modo del inyector, temperaturas y otros parámetros necesarios para su método. Repítalo para el otro inyector, si hubiera.
- 7 Haga clic en **Detectores (Detectors)**. Para cada detector que se esté usando, establezca la temperatura y flujos de gas del detector. Seleccione todas las casillas de verificación para encender el detector.


NOTA

Recomendaciones de ajuste de la corrección del flujo de gas portador



- **Columna + Combustible = Constante** (portador de H₂ en modo Presión constante)
 - **Columna + Auxiliar = Constante** (portador de He/N₂ en modo Presión constante)
 - **Flujo de combustible y auxiliar constante** (cualquier portador en modo Flujo constante)
- 8 Haga clic en **Horno (Oven)**. Establezca la temperatura inicial del horno, temperaturas de rampa y tiempos para su método. Seleccione la casilla de verificación **Calentador encendido (Heater On)**. Para un análisis isotérmico, no cree ninguna rampa.
 - 9 Haga clic en **Señales (Signals)**. Seleccione las señales que se incluirán en el archivo de datos cuando se inicie un análisis. Normalmente será **Señal delantera (Front Signal)** o **Señal trasera (Back Signal)** para la salida del detector. Seleccione la casilla de verificación Guardar y seleccione una velocidad de datos que satisfaga las necesidades de su cromatografía.
 - 10 Haga clic en **ALS/Bandeja (ALS/Tray)** y seleccione el inyector delantero o trasero. Establezca el **Volumen de inyección (Injection Volume)**, lavados y bombas.

NOTA

Es importante hacer tanto el lavado de muestras como el de disolvente para eliminar el arrastre y mantener la jeringa limpia. El bombeo del émbolo varias veces elimina burbujas de aire en la jeringa para mejorar la reproducibilidad.

- 11 Si usa una bandeja, haga clic en **ALS/Bandeja (ALS/Tray) > Otro (Other)**. Establezca **Superposición de muestras (Sample Overlap)** si se desea.
- 12 Haga clic en el botón **Guardar (Save)**  para guardar el método.

Cargar un método

- 1 Conéctese al GC mediante la Interfaz del navegador. Consulte **"Interfaz del navegador"**.
- 2 Abra o cree el método deseado. Consulte **"Crear un método"**.
- 3 Si fuera necesario, haga clic en el botón **Guardar (Save)**  para guardar el método.
- 4 Haga clic en el botón **Descargar (Download)**  para cargar el método en el GC.

Ejecución de métodos

Pre Run y Prep Run

Con algunos inyectores y modos de funcionamiento, determinados valores del instrumento son diferentes entre análisis. Para restaurar los valores configurados para la inyección, debe establecer el GC en el estado Pre Run.


Debe utilizarse el estado Pre Run cuando:

- Se utilice ahorro de gas con cualquier inyector.
- Se utilice el modo splitless con cualquier inyector.
- Se utilice el modo por pulsos de presión con cualquier inyector.

NOTA

El ahorro de gas y el modo por pulsos de presión no son compatibles con GC equipados con EPR (regulación electrónica de la neumática).

•


Hay tres alternativas para iniciar Pre Run—manualmente (seleccione  antes de cada análisis), automáticamente (con muestreadores Agilent) o mediante **Preparación automática de análisis (Auto Prep Run)** (muestreadores ajenos a Agilent). A continuación se describen los tres métodos.

Durante el estado Pre Run:

- El estado que aparece en la pantalla táctil cambia para indicar que el GC se está preparando para la inyección.
- Los valores configurados cambian a los valores correctos para la inyección.
- Comienza el tiempo de equilibrado del inyector, detector y horno.

Cuando se cumplen todos los criterios para un análisis, la bandeja de estado/control indica que el GC está listo para la inyección de la muestra.



Preparación manual para el análisis

Seleccione  antes de inyectar una muestra manualmente. El GC entra en estado Pre Run. Cuando la pantalla táctil indique que el GC está preparado, inicie el análisis.


Si utiliza un sistema de muestreo automático de Agilent, la función **Prep Run** es automática.

Para inyectar una muestra manualmente con una jeringa e iniciar un análisis


- 1 Prepare la jeringa de la muestra para su inyección.
- 2 Cargue el método deseado Consulte **“Cargar un método”**.

- 3 Desplácese hasta la pantalla **Inicio (Home)** y seleccione **Prep Run** .
Consulte **“Controles de funcionamiento”** para obtener más información.
- 4 Espere a que aparezca el estado **Preparado (Ready)**.
- 5 Inserte la aguja de la jeringa a través del septum y en el inyector por completo.
- 6 Baje el émbolo de la jeringa para inyectar la muestra y simultáneamente seleccione **Iniciar (Start)** .

Cómo ejecutar un método y procesar una sola muestra en el ALS

- 1 Prepare la muestra para su inyección.
- 2 Cargue el vial de la muestra en el lugar asignado de la bandeja o torreta del ALS.
- 3 Cargue el método deseado (Consulte **“Cargar un método”**.)
- 4 Desplácese a la pantalla **Inicio (Home)** y seleccione **Iniciar (Start)**  para iniciar la limpieza de la jeringa del ALS, la carga de la muestra y el método de inyección de la muestra. Una vez cargada la muestra en la jeringa, se inyectará automáticamente cuando el GC esté preparado. Consulte **“Controles de funcionamiento”** para obtener más información.

Para cancelar un método

- 1 Seleccione **Detener (Stop)** .
- 2 Cuando esté listo para reanudar la ejecución de análisis, cargue la secuencia o el método apropiado (Consulte **“Cargar un método”**.)

Eventos

La programación por tiempo de análisis durante un método permite que ciertos valores establecidos cambien durante un análisis en función del tiempo de análisis cromatográfico. Por lo tanto, un evento que se programe para que ocurra a los 2 minutos se ejecutará 2 minutos después de cada inyección.

- Control de la conmutación de columna u otras válvulas
- Cambio de la definición de señales analógicas, cero o rango
- Control de un canal auxiliar de presión
- Cambio de polaridad de un detector de conductividad térmica (TCD)
- Realizar filamento de TCD de desvío de flujo de muestra
- Activación o desactivación del flujo de hidrógeno hacia un detector de nitrógeno-fósforo (NPD)
- Conmutación de la salida de señales digitales (requiere un sistema de datos de Agilent)
- Pausa (“congelación”) y reanudación de la salida de señales digitales (requiere un sistema de datos de Agilent)
- Realizar cálculos de señal en los detectores delantero y trasero.

Los cambios se introducen en la tabla del análisis, que especifica el valor a modificar, el momento del cambio y el nuevo valor. Al final del análisis cromatográfico, la mayoría de los valores modificados por una tabla de análisis programada vuelven a sus valores originales.

Se pueden programar las acciones de las válvulas, pero *no* vuelven a su posición original al final del análisis. Si desea que se restablezcan las posiciones originales de las válvulas, deberá incluir dicha acción en la programación de la tabla del análisis.

Uso de eventos programados

La página **Eventos (Events)** en la pestaña **Método (Method)** permite programar los siguientes eventos programados.

- Válvulas (1-10)
- Válvula multiposición
- Tipo de señal
- Definición de señales analógicas, cero y rango
- Presiones auxiliares (de 1 a 9)
- Polaridad negativa del TCD (activada/desactivada)
- Flujo de gas del detector (activado/desactivado), incluido gas combustible H₂ del NPD
- Flujo de purga del septum del inyector
- Rango de señal AO
- Fuente de señal AO
- Cero de señal AO
- Filamento de TCD de desvío

Programación de eventos por tiempo

- 1 Seleccione **Método (Method)**.
- 2 Seleccione **Eventos (Events)**.
- 3 Introduzca el tiempo en el que desea que ocurra el evento, seleccione el evento que desea programar, seleccione la posición del hardware que se está controlando y establezca el valor deseado.

Tabla de análisis

Los eventos programados se muestran en su orden de ejecución en la Tabla de análisis.

Edición de los eventos de la tabla de análisis

- 1 Seleccione el evento que desee editar. Si el evento no está inmediatamente visible, utilice las flechas hacia arriba y abajo situadas a la derecha para desplazarse hacia arriba y abajo por la tabla hasta que localice el evento.
- 2 Seleccione el parámetro que desee cambiar.
- 3 Introduzca el nuevo valor.

Eliminación de eventos programados

- 1 Seleccione el evento que desee eliminar.
- 2 Seleccione **Eliminar (Delete)**.

Inyectores

La página Inyectores (Inlets) de la pestaña Método (Method) permite modificar los parámetros del método y de cada inyector conectado a su GC. Los parámetros más comunes son la temperatura del calentador y la presión del inyector. Para modificar los parámetros del método del inyector:

- 1 Seleccione **Método (Method) > Inyectores (Inlets)**.
- 2 Seleccione el inyector que desea modificar.
- 3 Desplácese hasta el ajuste deseado y edítelo como sea necesario.

Caudales del gas portador

Las velocidades de flujo incluidas en la **Tabla 2** están recomendadas para todas las temperaturas de la columna.

Tabla 2 Tamaño de la columna y velocidad de flujo del portador


Tipo de columna	Tamaño de la columna	Velocidad de flujo del portador, mL/min		
		Hidrógeno	Helio	Nitrógeno
Empaquetado	1/8 pulgadas		30	20
	1/4 pulgadas		60	40
Capilar	0,05 mm de d.i.	0,5	0,4	n/a
	0,10 mm de d.i.	1,0	0,8	n/a
	0,20 mm de d.i.	2,0	1,6	0,25
	0,25 mm de d.i.	2,5	2,0	0,5
	0,32 mm de d.i.	3,2	2,6	0,75
	0,53 mm de d.i.	5,3	4,2	1,5

Acerca del ahorro de gas

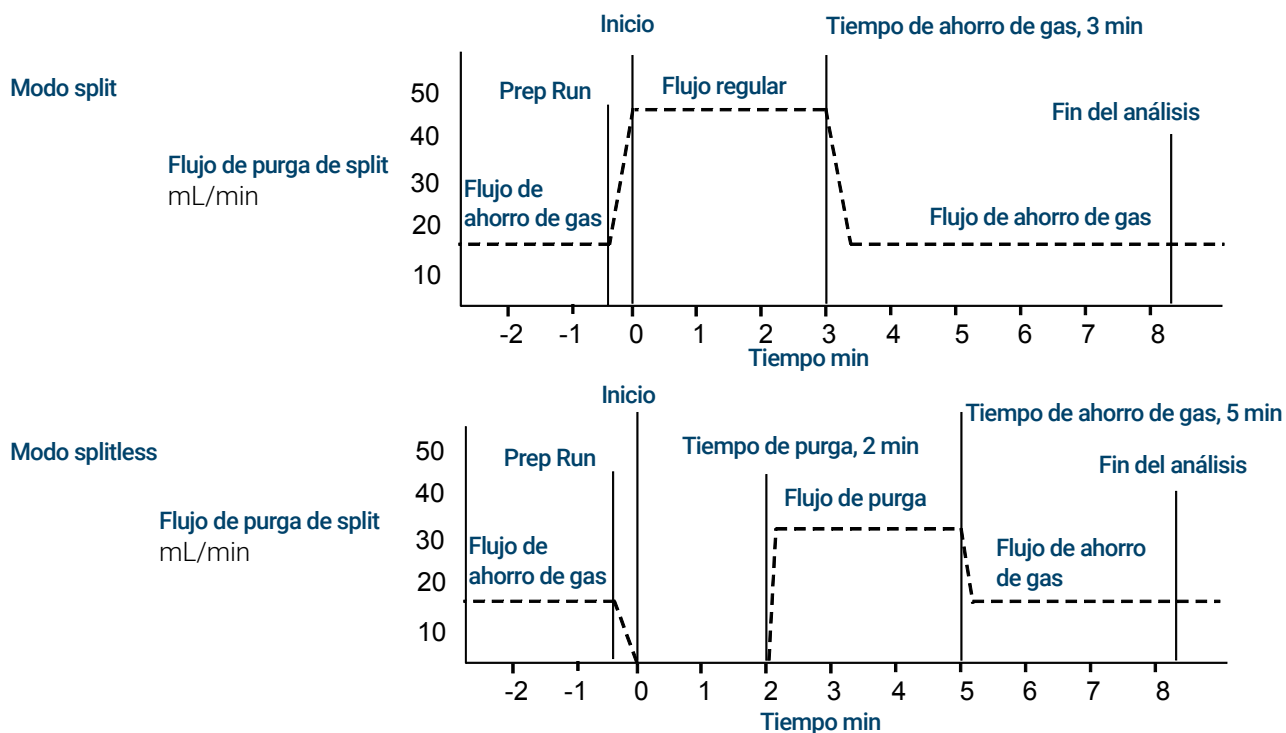
NOTA

El ahorro de gas no es compatible con GC equipados con EPR (regulación electrónica de la neumática).

El ahorro de gas reduce el flujo del gas portador desde la purga de split una vez que la muestra se encuentre en la columna. Se aplica al inyector split/splitless (todos los modos). Los mejores resultados se consiguen con aplicaciones split.

Se mantiene la presión del cabezal de la columna y la velocidad de flujo, mientras que se reducen los flujos de purga de split. Los flujos, excepto el flujo de columna, permanecen en el nivel reducido hasta que se pulsa .

5 Métodos



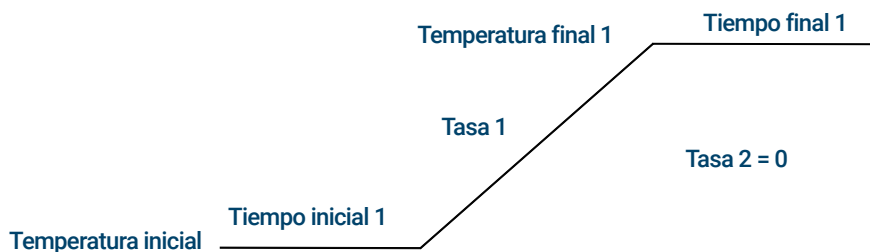
Cómo usar el ahorro de gas

- 1 Seleccione **Método (Method) > Inyectores (Inlets)**.
- 2 Desplácese hacia abajo hasta que la opción Ahorro de gas (Gas Saver) sea visible.
- 3 Seleccione la casilla de verificación junto a **Ahorro de gas (Gas Saver)** para habilitarla.
- 4 Introduzca el **Valor establecido (Setpoint)**. El valor establecido debe ser al menos 15 mL/min mayor que el flujo de columna.
- 5 Introduzca el **Tiempo (Time)**.

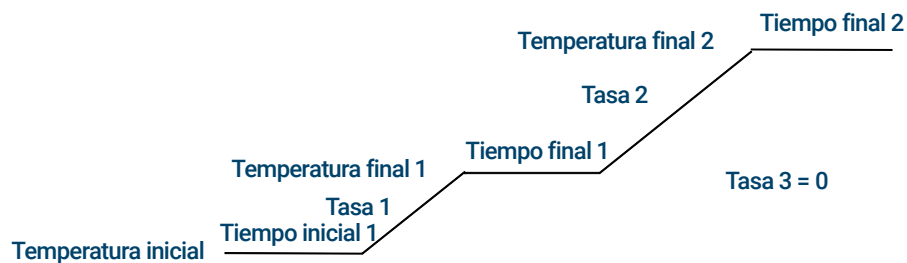
Acerca de la programación de la temperatura del horno

Puede programar la temperatura del horno desde la temperatura inicial hasta la temperatura final mediante el uso de hasta 5 rampas durante un análisis.

El programa de temperatura de rampa única aumenta la temperatura del horno hasta una temperatura final concreta a la velocidad especificada, y lo mantiene a dicha temperatura final durante el periodo de tiempo que se especifique. especificado.



El programa de temperatura de múltiples rampas es similar. Puede programar el horno desde una temperatura inicial hasta una temperatura final, aunque con varias velocidades, tiempos, y temperaturas intermedias. Asimismo, pueden programarse varias rampas para *reducciones* y aumentos de la temperatura.



Velocidades de rampa del horno

La velocidad más alta que pueda alcanzarse depende de numerosos factores, entre los que se incluyen la temperatura ambiente, las temperaturas de los inyectores y detectores, la cantidad de material presente en el interior del horno (columnas, válvulas, etc.) y si se trata o no del primer análisis del día.

La **Tabla 3** enumera las velocidades de rampa del horno habituales.

Tabla 3 Velocidades de rampa del horno

Rango de temperatura (°C)	Velocidad de rampa de horno de 100 V (°C/minuto)	Velocidad de rampa de horno de 200/220/230/240 V (°C/minuto)
50 a 70	30	75
70 a 115	30	45
115 a 175	30	40
175 a 300	30	30
300 a 425	20	20

Análisis isotérmicos

Un análisis isotérmico es aquel en el que el horno se mantiene a una temperatura constante. Para un análisis isotérmico, establezca Velocidad 1 (Rate 1) en cero.

- 1 Seleccione **Horno (Oven)** para abrir la lista de parámetros del horno.
- 2 Introduzca la temperatura del horno para el análisis isotérmico.
- 3 Introduzca el número de minutos (tiempo inicial) que desea que el horno se mantenga a esa temperatura. Este tiempo es la duración del análisis.
- 4 Si Velocidad 1 (Rate 1) ya no es 0, introduzca cero para un análisis isotérmico.

Columnas

El modo de flujo de columna determina si la presión o los flujos están disponibles como valores establecidos para los inyectores del GC. Cuando todas las columnas en el recorrido del flujo estén definidas, podrá introducir presiones o flujos. Si cualquier columna en el recorrido del flujo no está definida, los ajustes para el inyector pueden estar restringidos en función del tipo de inyector y si la columna está en modo de flujo o presión.

Hay dos modos de flujo diferentes que controlan el caudal másico a través de la columna: **Flujo constante (Constant flow)** y **Rampa de flujo (Ramped flow)**. Las velocidades de flujo se corrigen para el NTP (temperatura y presión normales, 25 °C y 1 atmósfera).

Hay dos modos de presión diferentes que controlan la presión en el cabezal de la columna: **Presión constante (Constant pressure)** y **Rampa de presión (Ramped pressure)**. Estas presiones son presiones manométricas—diferencia entre la presión absoluta y presión atmosférica local.

Flujo constante Mantenga un caudal másico constante del gas portador en la columna durante el análisis. Si la resistencia de la columna cambia debido a un programa de temperatura, la presión del cabezal de la columna se ajusta para mantener el caudal constante. Esto puede acortar los análisis significativamente.

Rampa de flujo Aumenta el caudal másico en la columna durante el análisis de acuerdo con un programa que introduzca. Un perfil de flujo de columna puede tener hasta tres rampas, cada una con un aumento programado seguido por un periodo de mantenimiento.

Los modos de presión no están disponibles si la columna no está definida o el modo del inyector se establece en control de flujo. Las presiones son presiones manométricas—diferencia entre la presión absoluta y la presión atmosférica local.

Ya que la mayoría de detectores presentan poca resistencia al flujo de la columna, la presión manométrica en el cabezal de la columna suele ser igual que la diferencia de presión entre el inyector de la columna y la salida. El detector selectivo de masas y el detector de emisión atómica son las excepciones.

- Presión constante — Mantiene una presión manométrica constante en el cabezal de la columna durante el análisis. Si la resistencia de la columna y la densidad del gas cambiaran durante un análisis, la presión manométrica no cambia aunque sí lo hace el caudal másico.
- Rampa de presión — Aumenta la presión manométrica del cabezal de la columna durante el análisis de acuerdo con un programa que introduzca. Un perfil de presión de la columna puede tener hasta tres rampas, cada una consistente en un aumento programado seguido por un periodo de mantenimiento.

NOTA

Los modos de flujo y modo de rampa de presión no son compatibles con GC equipados con SSL EPR (regulación electrónica de la neumática).

Los modos de presión no son compatibles con GC equipados con PPIP EPC.

Los modos de presión y modo de rampa de flujo no son compatibles con GC equipados con PCI EPR.

Detectores

Si necesita ayuda para crear un nuevo método, o solucionar problemas del detector, consulte las condiciones de funcionamiento recomendadas para cada detector.

La línea de gas auxiliar de la lista de parámetros del detector cambia en función de la configuración del instrumento. Si tiene un inyector con la *columna no definida*, el flujo auxiliar es constante.

FID

Reencendido automático del FID (desviación de encendido)

La **Desviación de encendido (Lit offset)** es la diferencia mínima esperada entre la señal de salida del FID con la llama encendida y la señal de salida con la llama apagada. El GC comprueba este valor durante los análisis y al cargar un método.

Durante un análisis, si la señal de salida es inferior al valor **Desviación de encendido (Lit offset)**, el FID intentará volver a encenderse tres veces. Si después del tercer intento la señal de salida no aumenta en al menos este valor, el detector apaga todas las funciones excepto la temperatura y el flujo de gas auxiliar.

Cuando se carga un método que incluye un valor para **Llama encendida (Flame On)**, el GC realiza una comprobación similar. Si la señal de salida del detector es menor que la **Desviación de encendido (Lit Offset)**, intentará volver a encender después de alcanzar los valores configurados en el método.

El valor predeterminado de la **Desviación de encendido (Lit Offset)** es 2,0 picoamperios. Este es un valor de trabajo adecuado para todos, excepto gases y sistemas muy limpios. Es posible que desee reducir dicho valor si el detector intenta volver a encender cuando la llama aún está encendida y esto provoca un apagado.

Para cambiar el valor **Desviación de encendido (Lit Offset)**:

- 1 Seleccione **Ajustes (Settings)**.
- 2 Seleccione **Configuración (Configuration)**.
- 3 Seleccione **Detectores (Detectors)**.
- 4 Seleccione su FID entre los detectores enumerados en la parte superior de la ventana.
- 5 Introduzca el nuevo valor.

NOTA

La nueva desviación de encendido introducida no se aplica/referencia con respecto a la salida del detector hasta el siguiente ciclo de apagado y encendido.

Condiciones de inicio recomendadas

Consulte la **Tabla 4** para obtener información sobre las directrices y normas para seleccionar los ajustes iniciales del detector para nuevos métodos.

Tabla 4 Condiciones de inicio recomendadas

Tipo de gas	Velocidad de flujo recomendada
Gas portador (hidrógeno, helio, nitrógeno)	
Columnas empaquetadas	de 10 a 60 mL/min
Columnas capilares	de 1 a 5 mL/min
Gases del detector	
Hidrógeno	40 mL/min*
Aire	450 mL/min*
Columna más auxiliar capilar (se recomienda N ₂ o He como alternativa)	50 mL/min*
Temperatura del detector	
Si < 150 °C, la llama no se encenderá. Agilent recomienda una temperatura ≥ 300 °C para evitar daños por condensación. La temperatura del detector debe ser aproximadamente 20 °C mayor que la temperatura de la rampa del horno más alta.	

* La relación hidrógeno/aire debe ser del 8% al 12% para mantener la llama encendida

FPD+

La muestra se quema en una llama rica en hidrógeno, donde algunas especies se reducen y excitan. El flujo de gas mueve las especies excitadas hasta una zona de emisión del enfriador por encima de la llama donde se descomponen y emiten luz. Un filtro pasobanda estrecho selecciona luz exclusiva para una especie, mientras que un escudo evita que emisiones intensas de carbono alcancen el tubo del fotomultiplicador (PMT).

La luz incide en una superficie fotosensible en el PMT donde un fotón de luz desprende un electrón. El electrón se amplifica dentro del PMT por una ganancia general de hasta un millón.

Almacenamiento

El FPD+ no debe almacenarse a temperaturas por encima de 50 °C.

Linealidad del FPD+

Existen varios mecanismos que producen emisiones de azufre. La especie excitada es diatómica, de manera que la intensidad de la emisión es aproximadamente proporcional al cuadrado de la concentración de átomos de azufre.

La especie excitada en el modo fósforo es monoatómica, lo que da lugar a una relación lineal entre la intensidad de emisión y la concentración de átomos.

Liners de inyector para uso con el FPD+

Se puede producir la adsorción de compuestos que contienen azufre en un liner de inyección, lo que podría degradar el rendimiento del GC. Utilice liners limpios y desactivados o un inyector de frío en columna, que inyecta directamente en la columna.

Para obtener mejores resultados, use liners Ultra inertes de Agilent:

- Splitless 5190-2293
- Split 5190-2295

Consideraciones sobre la temperatura del FPD+

El FPD+ proporciona dos zonas de temperatura, una para la línea de transferencia (la temperatura del detector principal) y una para el bloque de emisión. Para la temperatura de la línea de transferencia, se recomienda una temperatura que sea 25 °C superior a la temperatura de la columna más alta.

La temperatura del bloque de emisión abarca un rango de 125–175 °C. Normalmente, la temperatura predeterminada de 150 °C resulta suficiente para la mayoría de las aplicaciones. No obstante, cuando ajuste la temperatura de emisión, tenga en cuenta los siguientes aspectos:

- Si utiliza el horno del GC a alta temperatura (>325 °C) con la línea de transferencia establecida en 400 °C, establezca la temperatura del bloque de emisión a 165 °C para evitar que el sistema no esté listo si no es posible mantener la temperatura del bloque de emisión.
- Si utiliza línea de transferencia a 400 °C, establezca la temperatura del bloque de emisión al menos a 150 °C para evitar que el sistema no esté listo.
- Para análisis de azufre, la respuesta del área más alta se realizará con la temperatura del bloque de emisión más baja posible.
- Para análisis de fósforo, la respuesta de área es independiente de la temperatura del bloque de emisión.

Condiciones de inicio recomendadas

El FPD+ proporciona dos zonas de temperatura, una para la línea de transferencia (la temperatura del detector principal) y una para el bloque de emisión. Para la temperatura de la línea de transferencia, se recomienda una temperatura que sea 25 °C superior a la temperatura de la columna más alta. La temperatura del bloque de emisión abarca un rango de 125–175 °C. Normalmente, la temperatura predeterminada de 150 °C resulta suficiente para la mayoría de las aplicaciones.

Los flujos para la sensibilidad máxima de la llama del FPD+, que es rica en hidrógeno y pobre en oxígeno. El helio, ya sea como gas portador o gas auxiliar, puede enfriar los gases del detector por debajo de la temperatura de encendido.

Tabla 5 Condiciones de inicio recomendadas

Tipo de gas	Velocidad de flujo recomendada
Gas portador (hidrógeno, helio, nitrógeno)	
Columnas empaquetadas	de 10 a 60 mL/min
Columnas capilares	de 1 a 5 mL/min
Gases del detector	
Hidrógeno	60 mL/min

Tabla 5 Condiciones de inicio recomendadas (continuación)

Tipo de gas	Velocidad de flujo recomendada
Aire	60 mL/min
Columna más auxiliar capilar	60 mL.min

Como con el FID, el FPD tiene una desviación de encendido asociada con él. La desviación de encendido predeterminada para el FPD es 2,0 pA.

NPD

Cómo configurar el ajuste de la desviación del NPD en la tabla del reloj

Puede utilizar la función **Tabla del reloj (Clock table)** para iniciar **Ajuste de desviación (Adjust offset)** en el momento especificado.

Ampliación de la duración de la perla del NPD

Estas acciones, junto con el calentamiento automatizado y los procedimientos de ajuste, pueden prolongar considerablemente la vida útil de la perla.

- Utilice el valor más bajo posible para el **Ajuste de desviación (Adjust offset)**. De esta forma se aplicará una intensidad de corriente de perla más baja durante el funcionamiento.
- Analice muestras limpias.
- Apague la perla cuando no esté en uso.
- Mantenga la temperatura del detector alta (de 320 a 335 °C).
- Desactive el flujo de hidrógeno durante picos de disolvente y entre análisis.

Desactivación del hidrógeno durante un pico de disolvente Cuando utilice el NPD, la línea base cambia después de un pico de disolvente y puede requerir algún tiempo para estabilizarse, especialmente con disolventes clorados. Para minimizar este efecto, desactive el flujo de hidrógeno durante el pico de disolvente y actívelo nuevamente después de que el disolvente se eluya. Mediante esta técnica, la línea base recupera su valor original en menos de 30 segundos. Esto prolonga la vida útil de la perla. El hidrógeno puede activarse y desactivarse mediante la programación de la tabla de análisis. Consulte **"Eventos"**.

Desactivación del hidrógeno entre análisis Para ampliar la vida útil de la perla, desactive el flujo de hidrógeno entre análisis. Deje el resto de flujos y la temperatura del detector activados. Active el flujo de hidrógeno para el siguiente análisis; la perla se encenderá casi inmediatamente. El proceso puede automatizarse mediante la programación de la tabla de análisis.

Condiciones de inicio recomendadas

Tabla 6 Condiciones de inicio recomendadas

Tipo de gas	Velocidades de flujo recomendadas
Gas portador (hidrógeno, helio, nitrógeno [*])	Capilar: seleccione una velocidad de flujo óptima en función de las dimensiones de la columna.
Gases del detector	
Hidrógeno	de 1 a 3 mL/min
Aire	60 mL/min
Flujo auxiliar (<i>He, N₂[†]</i>)	de 1 a 20 mL/min, se recomienda menos
Tensión de la perla	
Perla Blos.	
<ul style="list-style-type: none"> Utilice Ajuste automático (Auto Adjust), Perla seca (Dry Bead), y deje que el GC establezca la intensidad de la corriente de perla automáticamente. 	

* La velocidad de flujo debe ser inferior a 3 mL/min cuando se utiliza hidrógeno como gas portador.

† Se recomienda utilizar helio para obtener las mejores gráficas de pico.

TCD

Los compuestos químicamente activos reducen la duración del filamento del TCD

El filamento del TCD de tungsteno-renio ha sido pasivado químicamente para protegerlo de los daños provocados por el oxígeno. No obstante, los compuestos químicamente activos, como los ácidos y compuestos halogenados pueden atacar al filamento. El síntoma inmediato es un cambio permanente en la sensibilidad del detector debido a un cambio en la resistencia del filamento.

Si es posible, deben evitarse estos compuestos. Si esto no fuera posible, puede que resulte necesario sustituir la celda del TCD con frecuencia.

Cambio de la polaridad del TCD durante un análisis

Polaridad negativa encendida (Negative polarity On) invierte el pico para que el integrador o el sistema de datos de Agilent pueda medirlo. **Polaridad negativa (Negative Polarity)** puede ser una entrada de la tabla de análisis; consulte **"Eventos"**.

Detección de hidrógeno con el TCD mediante gas portador helio

El hidrógeno es el único elemento con conductividad térmica superior a la del helio, y las mezclas de pequeñas cantidades de hidrógeno (<20%) con helio a temperaturas moderadas muestran conductividades térmicas inferiores a las correspondientes a cada componente por separado. Si se analiza hidrógeno usando helio como gas portador, es posible que aparezca un pico de hidrógeno como positivo, como negativo o como pico dividido.

Hay dos soluciones para este problema:

- Utilice nitrógeno o argón-metano como gas portador. De esta manera se evitan problemas inherentes al uso de helio como gas portador, aunque se reduce la sensibilidad para componentes diferentes al hidrógeno.

- Utilice el detector a temperaturas superiores— de 200 °C a 300 °C.

Puede identificar la temperatura para el funcionamiento correcto del detector mediante el análisis de un rango conocido de concentraciones de hidrógeno. Luego, vaya aumentando la temperatura de funcionamiento hasta que el pico de hidrógeno presente una forma normal y esté siempre en la misma dirección (negativa en relación con la respuesta normal al aire o propano) independientemente de la concentración. Esta temperatura también asegura alta sensibilidad y rango dinámico lineal.

Puesto que los picos de hidrógeno son negativos, debe activar la polaridad negativa en el momento adecuado para que el pico aparezca como positivo.

Condiciones de inicio recomendadas

Tabla 7 Condiciones de inicio recomendadas

Tipo de gas	Velocidades de flujo recomendadas
Gas portador (hidrógeno, helio, nitrógeno)	Empaquetada: de 10 a 60 mL/min Capilar: de 1 a 5 mL/min
Referencia (mismo tipo de gas como portador)	de 15 a 60 mL/min
Auxiliar capilar (mismo tipo de gas como portador)	Empaquetada: de 2 a 3 mL/min Capilar: de 5 a 15 mL/min
Temperatura del detector	
<135 °C, no se puede activar el filamento	
Si la temperatura del detector desciende por debajo de 120 °C, el filamento se apaga.	
La temperatura del detector debe ser entre 30 °C y 50 °C mayor que la temperatura de la rampa del horno más alta.	

ECD

Linealidad del ECD

El factor de respuesta del ECD con respecto a la curva de concentración es lineal para cuatro órdenes de magnitud o más (rango dinámico lineal = 10^4 o superior) para una amplia gama de compuestos. Aún resulta necesario ejecutar una curva de calibración de sus muestras para identificar los límites del rango lineal de sus materiales.

Notas del gas auxiliar del ECD

Si el tipo de gas portador es diferente al del gas auxiliar, la velocidad de flujo del gas auxiliar debe ser al menos tres veces mayor que la velocidad de flujo del gas portador.

La sensibilidad del ECD puede aumentar mediante la reducción de la velocidad de flujo del gas auxiliar.

La velocidad cromatográfica del ECD (para picos rápidos) puede aumentar mediante el incremento de la velocidad de flujo del gas auxiliar.

Programación de la temperatura del ECD

El ECD es sensible al flujo. Si utiliza programación de temperatura, donde la resistencia de flujo de la columna cambia con la temperatura, configure el instrumento como se indica a continuación:

- Establezca el gas portador en el modo **Flujo constante (Constant flow)**. Establezca el gas auxiliar del detector en **Auxiliar constante (Constant makeup)**.
- Si elije trabajar en el modo de presión constante, el gas auxiliar debe establecerse en el modo **Columna + auxiliar = constante (Column + makeup = constant)**.

Condiciones de inicio recomendadas para nuevos métodos de ECD

Utilice la siguiente información cuando seleccione temperaturas y flujos. La presión máxima de la fuente no debe superar los 100 psi. Utilice la presión máxima de la fuente para conseguir la velocidad de flujo auxiliar máxima.

Tabla 8 Condiciones de inicio recomendadas

Tipo de gas	Velocidades de flujo recomendadas
Gas portador	
Columnas empaquetadas (nitrógeno o argón-metano)	de 30 a 60 mL/min
Columnas capilares (hidrógeno, nitrógeno o argón-metano)	de 0,1 a 20 mL/min, en función del diámetro
Auxiliar capilar (nitrógeno o argón-metano)	de 10 a 150 mL/min (de 30 a 60 mL/min típica)
Temperatura	
de 250 °C a 400 °C	
Normalmente, la temperatura del detector debe establecerse 25 °C más alta que la temperatura de la rampa del horno más alta.	

Válvulas

La caja de válvulas

El GC incluye hasta tres válvulas en una caja de válvulas calentada en la parte superior del horno.

La caja de válvulas es la ubicación preferente para las válvulas, ya que es una zona de temperatura estable, aislada del horno de la columna.

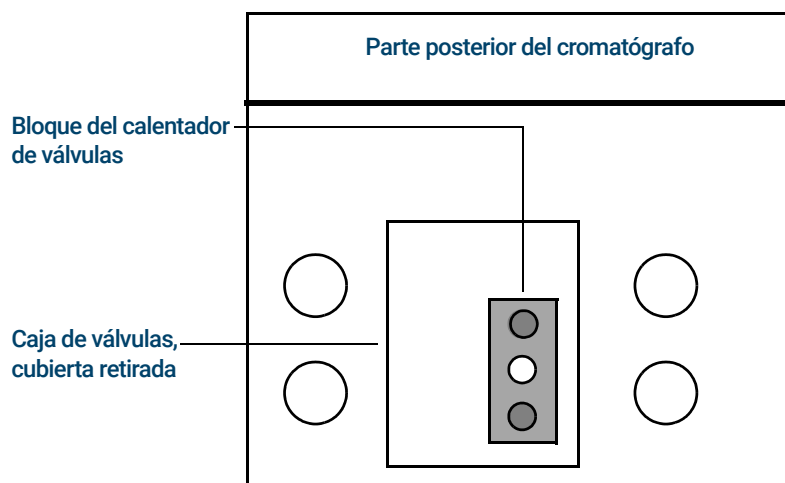


Figura 13. Diagrama de ubicaciones de válvulas en el GC

Control de válvulas

Las válvulas pueden controlarse manualmente desde la interfaz del navegador o mediante programación por tiempo. Tenga en cuenta que las válvulas de muestreo se restablecen automáticamente al final de un análisis.

Software controlador de válvulas

Un controlador de válvula es el software y los circuitos en el GC que controlan una válvula o su función correspondiente. Existen cuatro controladores denominados Válvula 1 a Válvula 4. Cada válvula se controla de forma independiente.

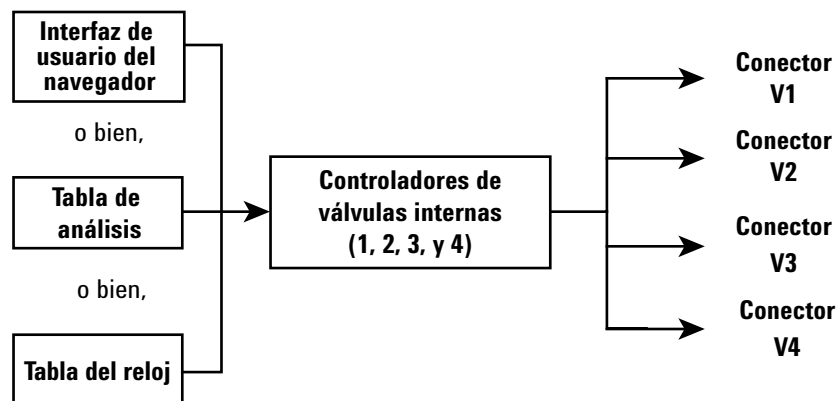
Tabla 9 Controladores de válvulas

Número de válvula	Tipo	Voltios	Potencia o intensidad	Uso
1, 2, 3 y 4	Fuente de alimentación	24 V CC	13 vatios	Control de válvulas neumático
5 y 6	Fuente de alimentación	24 V CC	100 mA	Relés y dispositivos de baja potencia
7 y 8	Cierre de contacto	48 V CC ó 48 V CA RMS		Controlar una fuente de corriente externa

Controladores de válvulas internas

Los controladores de válvulas 1, 2, 3 y 4 se utilizan normalmente para controlar válvulas accionadas neumáticamente y montadas en la caja de válvulas. El cableado correspondiente consiste en un conjunto de conectores en el interior de la cubierta derecha del GC.

Las válvulas accionadas neumáticamente se controlan mediante solenoides montados cerca de los conectores que controlan el flujo de aire hacia los actuadores de las válvulas.



No existe ninguna relación directa entre la ubicación de una válvula en la caja de válvulas y el controlador que la controla. Esto depende de cómo se realice el cableado de los solenoides y de cómo se conecten los actuadores.

Las conmutaciones de las válvulas manuales se realizan con la mano, y pueden estar calentadas o sin calentar.

Tipos de válvulas

Los tipos de válvula posibles son:

Muestreo Válvula de dos posiciones (carga e inyección). En la posición de carga, una corriente de muestra exterior fluye a través de un bucle adjunto (muestreo de gas) o interno (muestreo de líquido) y fuera para los residuos. En la posición de inyección, el bucle de muestreo lleno se inserta en el flujo de gas portador. Cuando la válvula cambia de **Carga (Load)** a **Inyección (Inject)**, se inicia un análisis, si no hubiera ya uno en curso. Vea el ejemplo en la [página 80](#).

Conmutación Válvula de dos posiciones con cuatro, seis o más puertos. Se trata de válvulas de uso general que se utilizan para tareas como la selección de la columna, el aislamiento de la columna, y muchas otras.

Otros Cualquiera.

No instalada. No hay ninguna válvula instalada en esta posición.

Control de una válvula

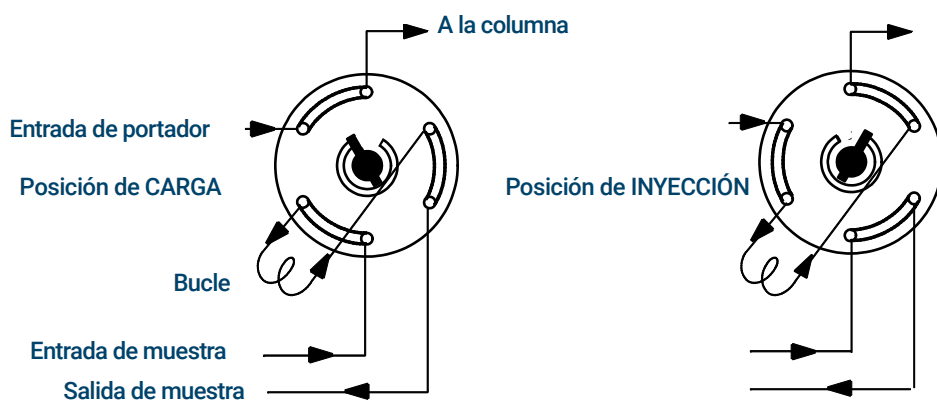
Desde las tablas de análisis o de reloj

Los comandos **Válvula activada (Valve On)** y **Válvula desactivada (Valve Off)** pueden programarse por tiempo o en horario continuado. Consulte **"Eventos"** y **"Programación de horario continuado"**.

Si se programa el giro de una válvula, esta *no* regresa automáticamente a su posición inicial al final del análisis. El propio usuario debe programar esta operación de restablecimiento.

Válvula de muestreo

Si una válvula se configura como válvula de muestreo, comienza un análisis automáticamente cuando se cambia a la posición de inyección. Esta acción puede realizarse mediante una subsecuencia o mediante una entrada en la tabla del reloj. Puede instalar dos válvulas de muestreo de gas.



Las válvulas de muestreo tienen dos posiciones:

Posición de carga El bucle (externo para muestreo de gases, interno para muestreo de líquidos) se lava con el gas de muestra. La columna se lava con gas portador.

Posición de inyección El bucle lleno se inserta en la corriente del gas portador. La muestra se lava hacia la columna. El análisis se inicia automáticamente.

El gas portador puede suministrarse mediante un canal del PCM (opcional). Para este propósito, configure la columna y configure un canal del PCM como inyector. A continuación, el canal puede programarse con cuatro modos de funcionamiento.

A continuación, se enumeran los parámetros de control de la válvula de muestreo de gas:

Tiempo de carga Tiempo en minutos que la válvula permanece en la posición de carga antes de estar lista.

Tiempo de inyección Tiempo en minutos que la válvula permanece en la posición de inyección antes de regresar a la posición de carga.

El ciclo de la válvula de muestreo es:

- 1 La válvula de muestreo gira hasta la posición de carga. **Tiempo de carga (Load time)** comienza. La válvula no está lista.
- 2 **Tiempo de carga (Load time)** finaliza. La válvula pasa a estar lista.
- 3 Si todo está dispuesto, el GC pasa a estar listo. Si algo no está listo:
 - Si utiliza la tabla del reloj o el control de secuencia, el GC espera hasta que todo esté listo y, a continuación, ejecuta el comando de inyección de la válvula.
 - Si no se utiliza la tabla del reloj ni el control de secuencia, la inyección de la válvula puede realizarse en cualquier momento mediante el teclado.
- 4 La válvula de muestreo gira (comando del teclado o control de secuencia) hasta la posición de inyección. **Tiempo de inyección (Inject time)** comienza. El análisis comienza.
- 5 **Tiempo de inyección (Inject time)** finaliza. Vuelta al paso 1.

Señales de salida del GC

La señal de salida del GC va hacia el dispositivo de tratamiento de datos, analógico o digital. Puede ser una salida del detector o la salida desde sensores de flujo, temperatura o presión. Se proporciona un canal para señales de salida.

La señal de salida puede ser analógica o digital, en función de su dispositivo de tratamiento de datos. La salida analógica está disponible en cualquiera de las dos velocidades; resulta adecuada para picos con anchuras mínimas de 0,004 minutos (velocidad de transferencia de datos rápida) o 0,01 minutos (velocidad de transferencia de datos normal). Los rangos de salida analógicos son 0 a 1 V, 0 a 10 V.

Las velocidades de salida digitales se establecen mediante su sistema de datos de Agilent, OpenLAB CDS o MassHunter Workstation.

Consulte la **Tabla 10** los datos para convertir las unidades que se muestran en la pantalla del GC a las unidades que se muestran en los sistemas de datos e integradores de Agilent.

Tabla 10 Conversiones de señales

Tipo de señal	1 unidad de visualización es equivalente a:
Detector:	
FID, NPD	1,0 pA ($1,0 \times 10^{-12}$ A)
FPD+	150 pA (150×10^{-12} A)
TCD	25 μ V ($2,5 \times 10^{-5}$ V)
ECD	1 Hz
Placa de entrada analógica (se utiliza para conectar el GC a un detector ajeno a Agilent)	15 μ V
Sin detector:	
Térmico	1 °C
Neumático:	
Flujo	1 mL/min
Presión	1 unidades de presión (psi, bar o kPa)
Diagnóstico	Combinado, algunas sin escala

Al emitir una señal de presión de columna, el GC informa de la presión en unidades absolutas. Por ejemplo, una presión de inyector de 68,9 kPa se indicaría como 170,2 kPa.

Señales analógicas

Si utiliza un registrador analógico, quizás deba ajustar la señal para que resulte más útil. Los valores **Cero (Zero)** e **Intervalo (Range)** de la lista de parámetros de la señal sirven para realizar esta operación.

Cero analógico

Cero Resta el valor que se haya introducido desde la línea base. Seleccione **Activado (On)** para establecer cero en el valor de señal actual, o introduzca un número entre -500,000 y +500,000 como el valor establecido que se restará de la línea base.

Esto se utiliza para corregir las desviaciones o valores superiores al del valor base. Se suele utilizar para corregir la desviación respecto del valor base que se produce como resultado del funcionamiento de una válvula. Tras realizar la puesta a cero, la señal de salida analógica es igual a la línea **Valor (Value)** de la lista de parámetros menos el valor establecido en **Cero (Zero)**.

Se puede programar la puesta a **Cero (Zero)** durante el análisis.. Para obtener detalles, consulte **“Eventos”**.

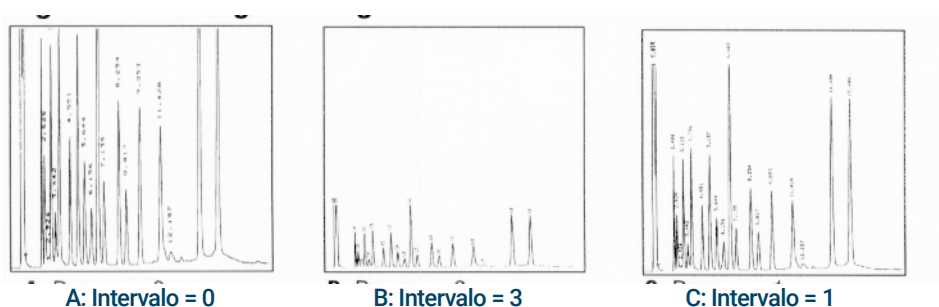
Intervalo analógico

Intervalo 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). **Intervalo (Range)** ajusta la escala de todas las señales analógicas.

Si un cromatograma tiene el aspecto de A o B en la siguiente figura, debe ajustarse la escala de los datos (como en C) para que todos los picos estén visibles en el papel.

Los valores de ajuste válidos son los comprendidos entre 0 y 13 y representan $2^0 (=1)$ a 2^{13} (=8192). Al cambiar un punto de ajuste en 1 unidad se 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.



Existen límites para los ajustes del intervalo utilizable con algunos detectores. La tabla enumera los valores del intervalo que son válidos según el detector.

Tabla 11 Límites del intervalo

Detector	Ajustes del intervalo utilizable (2^x)
FID	de 0 a 13
NPD	de 0 a 13

Tabla 11 Límites del intervalo (continuación)

Detector	Ajustes del intervalo utilizable (2 ^x)
FPD+	de 0 a 13
TCD	de 0 a 6
ECD	de 0 a 6
Entrada analógica	de 0 a 7

Se puede programar la ejecución de Intervalo (Range) durante el análisis. Consulte la sección “**Eventos**” para obtener detalles al respecto.

Velocidades de datos analógicos

El integrador o registrador deberá ser lo suficientemente rápido como para procesar los datos procedentes del GC. Si no puede funcionar a la velocidad del GC, los datos podrían alterarse. Normalmente, esto se traduce en picos anchos y pérdida de resolución.

La velocidad se mide en ancho de banda. El registrador o integrador deberá tener el doble de ancho de banda que la señal a medir.

El GC permite trabajar a dos velocidades. La velocidad rápida permite anchos de pico mínimo de 0,004 minutos (8 Hz ancho de banda), mientras que la velocidad estándar permite anchos de pico mínimos de 0,01 minutos (1,6 Hz ancho de banda).

Si se utiliza la función *picos rápidos*, el integrador debería funcionar a aproximadamente 15 Hz.

Selección de picos rápidos (salida analógica)

- 1 Seleccione **Ajustes (Settings) > Configuración (Configuration)**.
- 2 Seleccione Salida analógica (Analog Out).
- 3 Seleccione la casilla de verificación situada junto a Picos rápidos (Fast Peaks).

Agilent no recomienda el uso de **Picos rápidos (Fast Peaks)** con un detector de conductividad térmica. Dado que las corrientes de gas cambian a 5 Hz, la ganancia en ancho de pico se contrarresta con el incremento del ruido.

Señales digitales

El GC solo transmite señales digitales a un sistema de datos de Agilent. Las descripciones siguientes corresponden a las funciones que afectan a los datos enviados a sistemas de datos, no a los datos analógicos disponibles para los integradores. Puede acceder a estas funciones desde el sistema de datos. Estas funciones no están accesibles desde la pantalla táctil del GC o la interfaz del navegador.

Señal cero

Disponible solo desde un sistema de datos de Agilent.

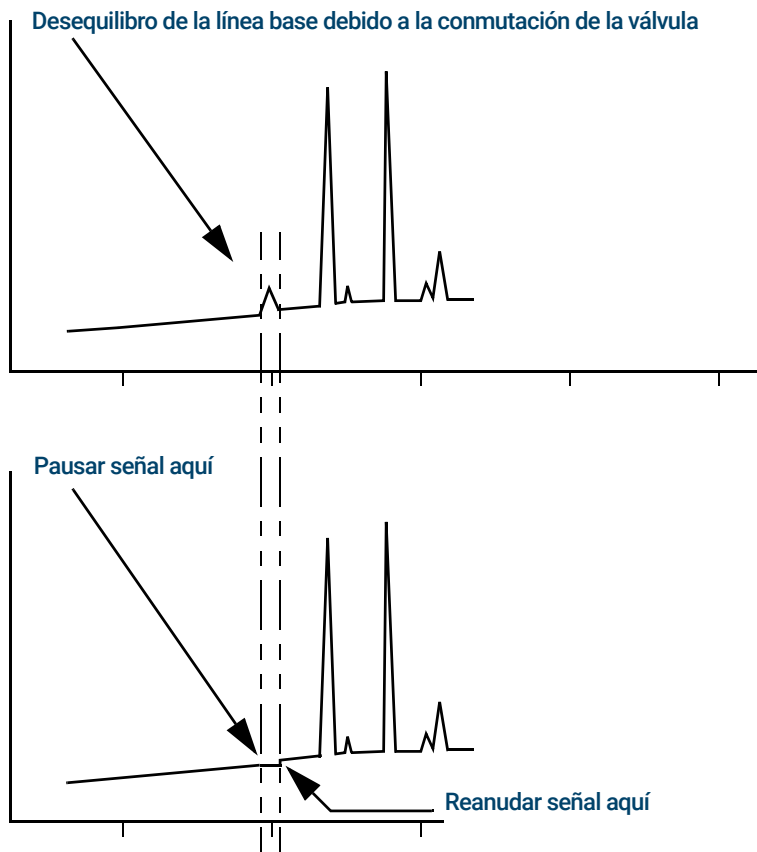
Las salidas de señales digitales responden al comando cero restando el nivel que tenga la señal en el momento en el de activar el comando a todos los valores futuros.

Congelación y reanudación de señales

Disponible solo desde un sistema de datos de Agilent.

Algunas operaciones de tiempo de análisis, como cambiar asignaciones de señales o cambiar una válvula, pueden causar desequilibrios de la línea base. Existen otros factores que también pueden causar desequilibrios de la línea base. El GC puede compensar esto pausando (congelando) la señal en un valor concreto, utilizando ese valor de señal durante un periodo de tiempo específico y, a continuación, reanudando la señal de salida normal.

Por ejemplo, en un sistema que utilice una válvula de intercambio, cuando la válvula conmuta, se produce una anomalía en la línea base. Al congelar y reanudar la señal se puede eliminar la anomalía para facilitar la identificación de picos y el funcionamiento del software de integración.



Velocidades de datos con sistema de datos de Agilent

El GC puede procesar datos a diferentes velocidades de datos, cada una corresponde a una anchura de pico mínima. La tabla muestra el efecto de la selección de la velocidad de datos.

Tabla 12 Procesamiento de datos del sistema de datos de Agilent

Velocidad de datos, Hz	Anchura de pico mínima, minutos	Ruido relativo	Detector	Tipo de columna
1000	0,0002	6,96	NPD	Diámetro estrecho, 0,05 mm
500	0,0004	5	FID/NPD	Diámetro estrecho, 0,05 mm
200	0,001	3,1	FID/FPD+/NPD	Diámetro estrecho, 0,05 mm
100	0,002	2,2	FID/FPD+/NPD	Capilar
50	0,004	1,6	ECD/FID/FPD+/NPD	↓ a
20	0,01	1	ECD/FID/FPD+/NPD	
10	0,02	0,7	ECD/FID/FPD+/NPD	
5	0,04	0,5	ECD/FID/FPD+/NPD /TCD	
2	0,1	0,3	ECD	
1	0,2	0,22	ECD	↓
0,5	0,4	0,16	ECD	
0,2	1,0	0,10	ECD	
0,1	2,0	0,07	ECD	

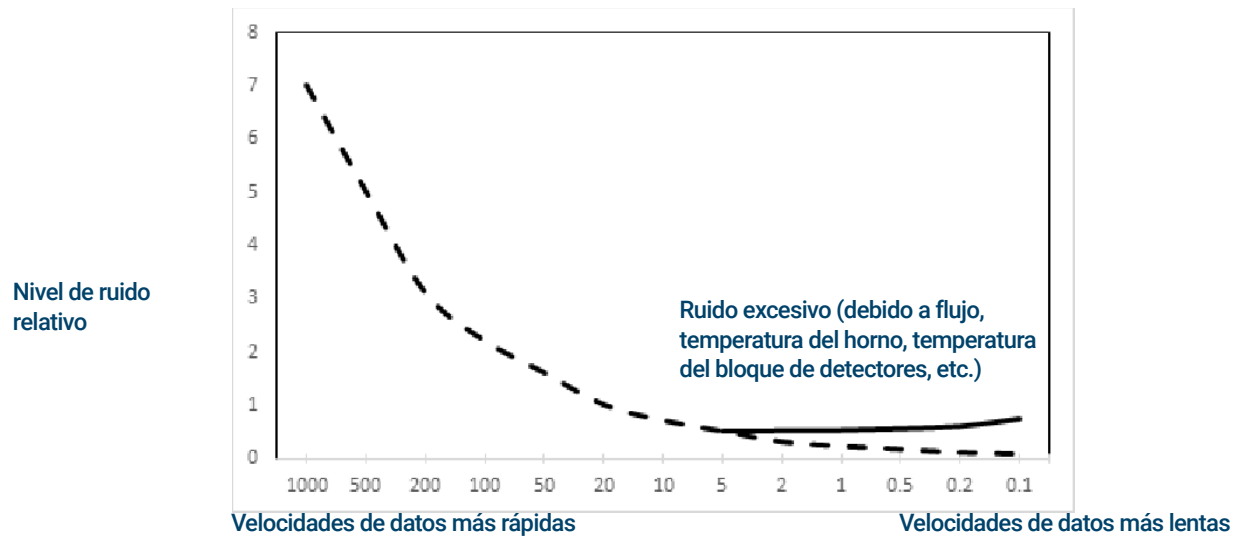
No puede cambiar la velocidad de datos durante un análisis.

Verá que se produce un ruido relativo más alto cuando las velocidades de muestreo son más rápidas. Si se duplica la velocidad de datos, la altura del pico puede duplicarse, mientras que el ruido relativo aumenta un 40%. Aunque el ruido aumente, la relación señal/ruido es mejor a velocidades más rápidas.

Este beneficio solo tiene lugar si la velocidad original era demasiado baja que provocaba un ensanchamiento de los picos y una resolución limitada. Se recomienda elegir velocidades que permitan que el producto de la velocidad de datos y la anchura de pico en segundos sea aproximadamente de 10 a 20.

La figura muestra la relación entre el ruido relativo y las velocidades de datos. El ruido disminuye a medida que la velocidad de datos también disminuye hasta que se obtienen velocidades de datos de aproximadamente 5 Hz. A medida que la velocidad de muestreo se ralentiza, otros factores, como por ejemplo el ruido térmico, aumentan los niveles de ruido.

5 Métodos



6

Secuencias

¿Qué es una secuencia? 90

Errores recuperables 91

¿Qué es una secuencia?


Una secuencia es una lista de muestras que se van a analizar junto con el método que se va a utilizar para cada análisis. Las secuencias pueden configurarse con la interfaz del navegador o desde el sistema de datos de Agilent conectado. Consulte la ayuda que se proporciona en la interfaz del navegador o en el sistema de datos si necesita más información.

Errores recuperables

Para obtener detalles sobre la forma en que funciona esta característica en su sistema de datos, consulte su ayuda y documentación.

Algunos tipos de errores, como un error de falta de vial de ALS o una falta de coincidencia en el tamaño de los viales del espacio de cabeza, no siempre pueden justificar la detención de una secuencia completa. Estos errores se denominan *errores recuperables*, ya que es posible recuperar y continuar ejecutando una secuencia, si se desea. Los sistemas de datos de Agilent ahora proporcionan funciones que permiten controlar la forma en que reaccionará el sistema ante estos tipos de errores. Al utilizar el sistema de datos de Agilent, el sistema de datos controlará si se interrumpe o no la secuencia, si se cancela completamente, si continúa con la siguiente muestra, y así sucesivamente, en cada tipo de error recuperable.

Tenga en cuenta que el sistema de datos solo controla lo que sucede en el *siguiente* análisis de la secuencia, no en el análisis *actual*, salvo cuando se define para cancelar inmediatamente. (En este caso, el sistema de datos normalmente cancela el análisis actual y la secuencia.)

Por ejemplo, si selecciona el control **Parar (Stop)**  del GC, siempre se detiene el análisis actual. No obstante, los sistemas de datos pueden permitirle elegir si continuar con el siguiente análisis o interrumpir o cancelar toda la secuencia.

Diagnósticos

Acerca de Diagnósticos	94
El informe de salud del sistema	94
Prueba automática	94
Diagnósticos autoguiados	95
Uso de la Vista de diagnósticos	96
Realizar pruebas de diagnóstico	97

Acerca de Diagnósticos

El GC cuenta con prestaciones para el diagnóstico de inyectores, detectores y otros componentes instalados. Esto incluye pruebas que realiza el operador y pruebas automáticas que realiza el propio GC sin la intervención del operador.

La vista Diagnósticos proporciona acceso al informe de salud del sistema y a las pruebas de diagnóstico iniciadas por el operador.

Además, esta vista proporciona una lista de las alertas actuales. Cuando surge una condición, el GC enumera el problema en Diagnósticos (Diagnostics). Seleccione una condición para ver una descripción del problema y tareas de diagnóstico recomendadas que podrían ayudar a resolverlo. Si se automatiza una tarea de diagnóstico enumerada, selecciónela para ejecutarla.

El informe de salud del sistema

Para acceder al informe de salud del sistema, seleccione **Informe de salud del sistema (System Health Report)**. Se abrirá la ventana System Health Report (informe de salud del sistema).

El informe de salud del sistema incluye los siguientes tipos de información:

- Información del sistema
- Datos sobre la configuración del sistema
- Condiciones del instrumento activo
- Datos sobre la columna
- Datos sobre el Mantenimiento preventivo asistido
- Los resultados de las pruebas de diagnóstico
- Información de la red
- Instantánea de información de estado

Prueba automática

El GC realiza pruebas continuas y automatizadas de los siguientes elementos. Si se produce un fallo, aparecerá una alerta en la pestaña de diagnóstico. Además, se realiza una anotación en el registro correspondiente.

A continuación se incluye una lista de diálogos de monitorización continua:

Detector:

- Tensión de alimentación
- Referencias del ADC (convertidor de analógico a digital)
- Extinción de la llama del FID
- Perla del NPD abierto/corto
- Encendedor abierto/corto
- Colector corto
- Electrómetro no conectado

- Filamento del TCD abierto o cortocircuitado
- Válvula de conmutación del TCD abierta o cortocircuitada
- Extinción de la llama del FPD

EPC (Control electrónico de la neumática) - Inyectores, detectores y otros módulos.

Referencias del ADC (convertidor de analógico a digital)

Movimientos del actuador

Térmico:

- Sensor abierto/corto
- Falta calentador
- Calentador erróneo
- Corriente del calentador:
 - Inactiva
 - Derivación

Error de configuración

Diagnósticos autoguiados

El GC ofrece varias comprobaciones de diagnóstico para solucionar problemas con el GC o método. A continuación se incluye una lista de pruebas de diagnóstico autoguiadas:

Pruebas del inyector:

- Prueba de fugas y restricciones
- Prueba de presión de suministro de gas
- Prueba de restricciones de la purga del split
- Prueba de caída de presión
- Prueba de purga del septum

Pruebas del detector:

- Prueba de restricciones del chorro del FID
- Prueba de corriente de descarga del FID

Uso de la Vista de diagnósticos

Para usar la vista de diagnósticos:

- 1 Seleccione **Diagnósticos (Diagnostics)**. Aparecerá la vista de diagnósticos. Esta vista incluye una lista de las alertas actuales.
- 2 Pulse en **Pruebas de diagnóstico (Diagnostic Tests)**. Se abre la página de Pruebas de diagnóstico.
- 3 Seleccione **Inyectores (Inlets)**, **Detectores (Detectors)** u **Otro (Other)**, según se desee. Se abrirá la página correspondiente. Por ejemplo, al seleccionar **Inyectores (Inlets)** se abre la página de pruebas de diagnóstico de los inyectores.

Realizar pruebas de diagnóstico

Para realizar una prueba de diagnóstico:

- 1** Acceda a la prueba deseada desde la vista de diagnósticos. Consulte **“Uso de la Vista de diagnósticos”**.
- 2** Seleccione la prueba deseada. Se abrirá la página de pruebas correspondiente. La página de pruebas incluye una descripción de la misma, además de indicaciones sobre los parámetros que se someterán a prueba.
- 3** Seleccione **Iniciar prueba (Start Test)**. Se iniciará la prueba. Los detalles de la prueba se muestran junto con los resultados de la misma.

La prueba que se esté ejecutando en un momento dado se puede cancelar con **Cancelar (Cancel)**. Se abrirá una ventana de diálogo que le permite confirmar si desea cancelar la prueba.

Mantenimiento preventivo asistido (EMF)	100
Tipos de contador	100
Umbrales	101
Umbrales predeterminados	101
Realización de mantenimiento	102
Contadores disponibles	103
Visualización de los contadores de mantenimiento	106
Para activar, restablecer o cambiar el límite de un contador EMF	107
Contadores EMF para muestreadores automáticos	108
Contadores para ALS 7693A y 7650 con firmware compatible con EMF	108
Contadores para ALS con firmware anterior	108
Contadores EMF para instrumentos MS	109

La selección de la pestaña de navegación de mantenimiento muestra los botones de los contadores de cada componente, permite ver el registro de mantenimiento e iniciar procedimientos automatizados de mantenimiento paso a paso para diferentes componentes. Estos procedimientos también incluyen pruebas automatizadas que puedan resultar necesarias para asegurar que el GC esté listo cuando el mantenimiento finalice. Consulte *8860 Maintaining Your GC manual* para obtener más información.

Mantenimiento preventivo asistido (EMF)

El 8860 ofrece contadores basados en tiempo y en inyecciones para el mantenimiento de diferentes piezas y consumibles. Utilice estos contadores para realizar un seguimiento del uso y sustituir o reacondicionar estos elementos antes de que la posible degradación afecte a los resultados cromatográficos.

Si utiliza un sistema de datos de Agilent, estos contadores se pueden establecer y restablecer desde dentro del sistema de datos.

Tipos de contador

Existen contadores para las inyecciones, los análisis y el tiempo. A continuación describimos cada uno de los tipos.

Los contadores de **inyección** se incrementan siempre que tenga lugar una inyección en el GC a través de un inyector ALS, un muestreador del espacio de cabeza o una válvula de muestreo. Las inyecciones manuales no incrementan los contadores. El GC no distingue entre inyecciones frontales o posteriores y solo incrementa contadores relacionados con el canal de flujo de inyección configurado.

Considere, por ejemplo, el siguiente GC:

Tabla 13

Canal de flujo frontal configurado	Canal de flujo posterior configurado
Inyector frontal	Inyector posterior
Entrada de inyector frontal	Entrada de inyector posterior
Columna 1 (horno del GC)	Columna 2 (horno del GC)
Unión purgada / Aux EPC 1	Detector posterior
Columna 3 (horno del GC)	
Detector frontal	

En este ejemplo, para una inyección frontal con el ALS, el GC incrementaría los contadores para el inyector frontal, el inyector frontal y el detector frontal, pero no incrementaría los contadores del inyector posterior, el inyector posterior o el detector posterior. Para las columnas, el GC incrementaría los contadores de inyección para las columnas 1 y 3 y el contador de los ciclos del horno para las 3 columnas.

Los contadores de **análisis** aumentan según el número de análisis realizados en el GC.

Los contadores de **tiempo** se incrementan según el reloj del GC. Al cambiar el reloj del GC, se cambia el tiempo de vida de los consumibles de los que se realiza el seguimiento.

Umbrales

La función EMF proporciona dos umbrales de advertencia: **Vencimiento del servicio (Service due)** y **Aviso del servicio (Service warning)**. Cuando se supera alguno de los umbrales, aparece una indicación en la pestaña **Mantenimiento (Maintenance)** de la barra de comandos de la pantalla táctil del GC.

Si selecciona la pestaña **Mantenimiento (Maintenance)** se abre la vista de mantenimiento.

Las selecciones están disponibles para cualquiera de los componentes instalados.

Cualquier elemento tiene dos umbrales configurables:

- **Vencimiento del servicio (Service Due)**: Cuando el contador supera este número de inyecciones, análisis o días, aparece un icono de aviso en rojo en el botón correspondiente, y se realiza una entrada en **Registro de mantenimiento (Maintenance Log)**.
- **Aviso del servicio (Service Warning)**: Cuando el contador supera este número de inyecciones o de días, aparece un icono de advertencia en naranja en el botón correspondiente, que indica que el componente necesitará mantenimiento en breve.

Ambos umbrales están establecidos de forma independiente para cada contador. Puede activar uno o los dos, como desee. El límite del **Vencimiento del servicio (Service Due)** debe ser mayor que el límite del **Aviso del servicio (Service warning)**.

Umbrales predeterminados

Los contadores seleccionados tienen umbrales predeterminados para utilizarlos como punto de inicio.

Si desea cambiar el límite predeterminado, introduzca un límite conservador en base a su propia experiencia. Utilice la función de aviso para alertarle cuando el servicio se aproxime y posteriormente realice un seguimiento del rendimiento para determinar si el umbral de **Vencimiento del servicio (Service Due)** es demasiado elevado o demasiado bajo.

Puede que tenga que ajustar los valores del umbral basados en las demandas de sus aplicaciones para todos los contadores EMF.

Realización de mantenimiento

Para muchos procedimientos de mantenimiento comunes, su GC contiene un tutorial detallado de cada procedimiento. Estos procedimientos están disponibles seleccionando **Mantenimiento (Maintenance)** > su componente deseado > **Realizar mantenimiento (Perform Maintenance)**. Una vez aquí, seleccione su procedimiento de mantenimiento deseado y seleccione **Iniciar mantenimiento (Start Maintenance)** para comenzar el tutorial.

Muchos procedimientos de mantenimiento requieren situar el GC en modo mantenimiento antes de realizar cualquier actividad de mantenimiento. Para ello, seleccione **Mantenimiento (Maintenance)** > **Instrumento (Instrument)** > **Realizar mantenimiento (Perform Maintenance)**, seleccione la casilla de verificación junto a Modo mantenimiento (Maintenance Mode) y seleccione **Iniciar mantenimiento (Start Maintenance)**. Situar el GC en modo mantenimiento puede incluir adicionalmente:

- Establecer temperaturas bajas para evitar quemaduras y otras lesiones.
- Establecer flujos reducidos para evitar riesgos de seguridad y prevenir daños en el instrumento.
- Purga del detector selectivo de masas (MSD)
- Otros ajustes para evitar daños al instrumento (electrónica, columnas, etc.) o a los instrumentos conectados (MSD).

Por ejemplo, para cambiar el filtro de limpieza de gas, seleccione **Mantenimiento (Maintenance)** > **Instrumento (Instrument)** > **Realizar mantenimiento (Perform Maintenance)**, seleccione la casilla de verificación junto a Mantenimiento del filtro de limpieza de gas (Gas Clean Filter Maintenance), y seleccione **Iniciar mantenimiento (Start Maintenance)**. Esto enfría los componentes requeridos del GC y le lleva a través del procedimiento para sustituir el filtro de limpieza de gas.

Contadores disponibles

Tabla 14 enumera los contadores más comunes disponibles. Los contadores disponibles variarán según las opciones del GC instaladas, los consumibles y las futuras actualizaciones.

Tabla 14 Contadores EMF comunes

Componente de GC	Piezas con un contador	Tipo	Valor predeterminado
Detectores			
FID	Colector	Número de inyecciones	
	Chorro	Número de inyecciones	
	Encendedor	Número de intentos de encendido	
TCD	Cambio de solenoide	Tiempo de encendido	
	Tiempo de encendido del filamento	Tiempo de encendido	
ECD	Insertar liner	Número de inyecciones	
	Tiempo desde el test de limpieza	Tiempo de encendido	6 meses
NPD	Perla	Número de inyecciones	
	Colector	Número de inyecciones	
	Desviación de la línea base de la perla	Valor pA	
	Voltaje de la línea base de la perla	Valor del voltaje	Perla Blo: 1,045
	Integral actual de la perla	Valor pA-seg	
FPD+	Tiempo de encendido de la perla	Tiempo de encendido	Perla Blo: 2400 h
	Encendedor	Número de intentos de encendido	
	PMT	Número de inyecciones	
	PMT	Tiempo de encendido	6 meses
Inyectores			
SSL	Sello de oro	Número de inyecciones	5000
	Sello de oro	Tiempo	90 días
	Liner	Número de inyecciones	200
	Liner	Tiempo	30 días
	Arandela del liner	Número de inyecciones	1000
	Arandela del liner	Tiempo	60 días

Tabla 14 Contadores EMF comunes (continuación)

Componente de GC	Piezas con un contador	Tipo	Valor predeterminado
	Septum	Número de inyecciones	200
	Trampa de purga de split	Número de inyecciones	10.000
	Trampa de purga de split	Tiempo	6 meses
PP	Liner	Número de inyecciones	200
	Liner	Tiempo	30 días
	Septum	Número de inyecciones	200
	Arandela del bloque superior	Número de inyecciones	10.000
	Arandela del bloque superior	Tiempo	1 año
COC	Septum	Número de inyecciones	200
Columnas			
Columna	Inyecciones en la columna	Número de inyecciones	
	Ciclos del horno	Número de inyecciones	
	Longitud	Valor	
	Número de ejecuciones	Número de análisis	
Válvulas			
Válvula	Rotor	Activaciones (número de inyecciones)	
	Temperatura máxima	Valor	
Instrumento			
Instrumento	Tiempo de encendido	Tiempo	
	Número de ejecuciones	Número de análisis	
	Filtros	Tiempo	
Inyectores ALS			
ALS	Jeringa	Número de inyecciones	800
	Jeringa	Tiempo	2 meses
	Aguja	Número de inyecciones	800
	Movimientos del émbolo	Valor	6000

Tabla 14 Contadores EMF comunes (continuación)

Componente de GC	Piezas con un contador	Tipo	Valor predeterminado
Espectrómetros de masas			
Espectrómetro de masas	Bomba	Tiempo (días)	1 año
	Filamento 1	Tiempo (días)	1 año
	Filamento 2	Tiempo (días)	1 año
	Fuente (tiempo desde la última limpieza)	Tiempo (días)	1 año
	EMV en última sintonización	V	2600

Visualización de los contadores de mantenimiento

Para visualizar los contadores de mantenimiento:

- 1 Seleccione la pestaña **Mantenimiento (Maintenance)**.
- 2 Seleccione el tipo de componente concreto. En la columna Status (estado) está la lista de contadores del componente seleccionado.
- 3 Desplácese, si es necesario, para ver otros componentes.

Para activar, restablecer o cambiar el límite de un contador EMF

Cuando utilice el GC sin un sistema de datos, active o cambie el límite para un contador de la siguiente forma:

- 1 Localice el contador que desea modificar. Consulte **“Visualización de los contadores de mantenimiento”**.
- 2 Seleccione la lista Componente (Component) correspondiente al elemento que desea cambiar.
- 3 Para modificar un umbral:
 - a Seleccione el valor del umbral. Aparecerá una ventana de diálogo para la introducción de datos.
 - b Introduzca el valor que desee. Consulte **“Umbrales predeterminados”**.
- 4 Para habilitar o deshabilitar un aviso, seleccione o desactive la selección **Habilitar (Enable)** del contador correspondiente.
- 5 Seleccione **Aplicar (Apply)**. Se cerrará la ventana de diálogo. El valor introducido aparecerá en el campo correspondiente.
- 6 Para restablecer el contador:
 - a Seleccione **Restablecer contador (Reset Counter)**. Aparecerá una ventana de diálogo de confirmación.
 - b Seleccione **Yes**. Se cerrará la ventana de diálogo de confirmación.
- 7 Seleccione **Aplicar (Apply)**.

Contadores EMF para muestreadores automáticos

El GC proporciona acceso a los contadores para el muestreador automático. La funcionalidad para los contadores ALS depende del modelo de ALS y de la versión de firmware. En todos los casos, el GC muestra el estado del contador EMF y permite al operador habilitar, deshabilitar y restablecer los contadores mediante la interfaz del navegador.

Contadores para ALS 7693A y 7650 con firmware compatible con EMF

Si utiliza un inyector Agilent 7693 con la versión de firmware G4513A.10.8 (o posterior) o un inyector 7650 con la versión de firmware G4567A.10.2 (o posterior), cada inyector realiza el seguimiento de sus contadores EMF de forma independiente.

- Los contadores del inyector se incrementarán siempre que el inyector se utilice en un GC de la serie 8860. Puede cambiar las posiciones en el mismo GC o instalar el inyector en un GC diferente sin perder los datos del contador ALS actual.
- El ALS informará cuando se supere un determinado límite solo si está montado en un GC 8860.

Contadores para ALS con firmware anterior

Si utiliza un inyector 7693 ó 7650 con firmware anterior, o si utiliza otro modelo de inyector, el GC realiza un seguimiento de los contadores de ese inyector. El GC utiliza el número de serie del inyector para distinguir entre los inyectores instalados pero solo mantiene hasta dos conjuntos de contadores: uno para el inyector frontal y uno para el inyector posterior.

- El GC realizará un seguimiento de los contadores del inyector independientemente de la posición de instalación (inyector frontal o posterior). Ya que el GC realiza un seguimiento del número de serie del inyector, usted puede cambiar la posición del inyector sin perder los contadores, siempre que el inyector permanezca instalado en el GC.
- Cada vez que el GC detecte un nuevo inyector (modelo o número de serie diferente), el GC restablece los contadores ALS en la posición del nuevo inyector.

Contadores EMF para instrumentos MS

En los sistemas GC-MS, GC-HS y GC-MS-HS, todos los contadores EMF están disponibles en la interfaz del navegador. Además, la mayoría de los contadores pueden ponerse a cero en la interfaz del navegador. Algunos tipos de contadores, por ejemplo un contador que requiera una calibración en un muestreador del espacio de cabeza, no se pueden poner a cero en la interfaz del navegador, pero sí pueden visualizarse.

Registros

Vista de registros	112
Registros de mantenimiento	112
Registro de análisis	112
Registro del sistema	112

En esta sección se describen las funciones de registro disponibles en el GC 8860 de Agilent.

Vista de registros

La vista de registros ofrece un listado de los eventos del GC incluyendo los eventos de mantenimiento, eventos de análisis y eventos del sistema, clasificados por fecha/hora.

Seleccione uno de los botones de la vista de registros para abrir la página del registro correspondiente.

Los elementos del registro de Maintenance (mantenimiento) y System (sistema) están clasificados por fecha y hora. Los elementos del registro Run (análisis) se clasifican según la hora relativa (el comienzo del análisis).

Utilice los botones de desplazamiento vertical para desplazarse por las entradas del registro.

Seleccione **Cancelar (Cancel)** para volver a la vista Registros (Logs).

Registros de mantenimiento

El registro de mantenimiento contiene entradas generadas por el sistema cuando:

- Ocurre un evento del sistema (por ejemplo, un apagado del detector)
- El contador de cualquiera de los componentes alcanza un límite monitorizado

La entrada del registro contiene una descripción del evento de mantenimiento y la fecha/hora en que ocurrió el evento. Además, cada tarea del usuario relacionada con el contador quede grabada 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 análisis

El registro de análisis se borra al comienzo de cada nuevo análisis. Durante el análisis, todas las desviaciones del método planificado (incluida la intervención de la pantalla táctil o interfaz del navegador) se enumeran en la tabla del registro de análisis.

Registro del sistema

El registro de eventos del sistema guarda los eventos significativos que ocurren durante el funcionamiento del GC. Algunos de los eventos también aparecen en el registro de análisis si ocurren durante un análisis.

Acerca de los parámetros 114

Service Mode 115

Acerca de 116

Calibración 117

Mantenimiento de la calibración de los módulos EPC – inyectores, detectores, PCM y AUX 118

Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión 119

Parámetros del sistema 120

Configurar la dirección IP para el GC 121

Cómo cambiar la configuración local 121

Para acceder a los datos de análisis almacenados 121

Para controlar el acceso a la interfaz del navegador 122

Herramientas 124

Cómo realizar un análisis para la compensación de la columna 125

Acercas de los parámetros

La vista de parámetros permite acceder al sistema y a los parámetros de configuración del GC.

Al seleccionar **Ajustes (Settings)**, en la barra de comandos de la pantalla táctil se mostrará la vista de ajustes.

- Seleccione **Programador (Scheduler)** para obtener acceso a los ajustes del programador del instrumento. Consulte **"Conservación de recursos"**.
- Seleccione **Modo de servicio (Service Mode)** para acceder a la configuración del modo de servicio del GC. Consulte **"Service Mode"**.
- Seleccione **Acercas de (About)** para obtener información acerca del GC. Consulte **"Acercas de"**.
- Seleccione **Calibración (Calibration)** para obtener acceso a las funciones de calibración. Consulte **"Calibración"**.
- Seleccione **Parámetros del sistema (System Settings)** para acceder a los parámetros del sistema del GC, incluyendo la dirección de red, la fecha y hora del sistema, la configuración de la pantalla táctil, la información sobre la configuración del sistema, etc. Consulte **"Parámetros del sistema"**.
- Seleccione **Herramientas (Tools)** para acceder a la página de herramientas. Consulte **"Herramientas"**.

Service Mode

La función Service Mode le permite visualizar los detalles de los componentes instalados en el sistema del GC. Eso incluye los números de serie, las versiones del firmware, las tensiones, corrientes, temperaturas y otros.

Si desea ver las especificaciones de los diversos componentes de su instrumento:

- 1 Seleccione el tipo de componente concreto. Se abrirá la página Service Mode del componente seleccionado.
- 2 Utilice los botones de selección del lado izquierdo de la página para visualizar la información relativa a la función.

Acerca de

La función Acerca de (About) permite visualizar detalles sobre los datos del GC.

La pantalla About muestra un listado con la fecha de fabricación, número de serie, revisión del firmware y revisión de la ayuda y la información.

Seleccione **Cerrar (Close)** en la página Acerca de (About) para volver a la vista Ajustes (Settings).

Calibración

La función Calibración le permite ajustar los siguientes elementos (cuando proceda):

- ALS
- Inyectores
- Horno
- Detectores
- Módulos del EPC

Cómo cambiar los parámetros de calibración:

- 1 Utilice los botones de selección del lado izquierdo de la página para visualizar la información relativa a la función.
- 2 Realice los cambios que desee en los valores de la calibración. Consulte **“Mantenimiento de la calibración de los módulos EPC – inyectores, detectores, PCM y AUX”, “Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión”** para obtener más información.
- 3 Seleccione **Aplicar (Apply)**. Los cambios realizados se guardarán en el GC.

Mantenimiento de la calibración de los módulos EPC – inyectores, detectores, PCM y AUX

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

Todos los módulos de inyector usan sensores de flujo, al igual que el canal 1 de un PCM. Si la función **Flujo cero automático (Auto zero flow)** está seleccionada, se pondrán a cero automáticamente después de cada análisis. Esta es la configuración recomendada. También pueden ponerse a cero manualmente—consulte **“Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión”**.

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.

Auto Zero flow

Una opción de calibración útil es **Flujo cero automático (Auto Zero flow)**. Cuando está activada, después de finalizar un análisis, el GC cierra el flujo de gases hacia 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.

Auto zero septum purge

Es similar a **Flujo cero automático (Auto zero flow)**, pero es para el flujo de purga del septum.

Condiciones cero

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.

Intervalos cero

Tabla 15 Intervalos cero de sensor de presión y de flujo

Tipo de sensor	Tipo de módulo	Intervalo cero
Flujo	Todos	Utilice Auto flow zero y/o Auto zero septum purge
Presión	Inyectores	
	Columnas capilares pequeñas (d.i. ≤ 0,32 mm)	Cada 12 meses
	Columnas capilares grandes (d.i. > 0,32 mm)	A los 3 meses, a los 6 meses, luego, cada 12 meses
	Canales auxiliares	Cada 12 meses
	Gases del detector	Cada 12 meses

Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión

- 1 Seleccione **Ajustes (Settings)** > **Calibración (Calibration)** > **Detectores (Detectors)**, y seleccione el detector deseado.
- 2 Seleccione **Activado (On)** junto al sensor deseado para ponerlo a cero.
- 3 Para **Sensores de flujo**. Verifique si el gas está conectado y fluyendo (encendido).
- 4 Para los **Sensores de presión**. Desconecte la línea de suministro de gas en la parte posterior del GC. No es recomendable cerrarla ya que podrían producirse fugas en la válvula.
- 5 Vuelva a conectar cualquier línea de gas desconectada en los pasos anteriores y restaure los flujos operativos

Parámetros del sistema

Entre los parámetros del sistema se encuentran la dirección de red, la fecha y hora del sistema, el tema de la pantalla táctil, el espacio en disco y los parámetros de datos, los valores locales, la información sobre la configuración del sistema y los valores de los parámetros de estado.

Utilice los botones de selección del lado izquierdo de la página para visualizar la información relativa a la función.

Seleccione **Guardar (Save)** para aplicar cualquier cambio del GC.

Configurar la dirección IP para el GC

Para el funcionamiento en red (LAN), el GC necesita una dirección IP. Se puede obtener de un servidor DHCP o se puede introducir directamente desde la pantalla táctil. En cualquiera de los casos, consulte los parámetros adecuados con su administrador de LAN.

Para utilizar un servidor DHCP

- 1 En la página Parámetros del sistema (System Settings), seleccione el botón de selección de página **Red (Network)**. Se abrirá la página de configuración de red.
- 2 Seleccione **Enable DHCP**.
- 3 Seleccione **Aplicar (Apply)**.
- 4 Cuando se le indique, reinicie el GC.

Para establecer la dirección LAN en la pantalla táctil

- 1 Seleccione la página Parámetros del sistema (System Settings).
- 2 Si **Habilitar DHCP (Enable DHCP)** está seleccionado:
 - a Elimine la selección **Habilitar DHCP (Enable DHCP)**.
 - b Cuando se le indique, reinicie el GC.
 - c Regrese a la página Parámetros del sistema (System Settings)
- 3 Introduzca el **Nombre de host (Host Name)** o la **Dirección IP (IP Address)** en su campo correspondiente
- 4 Introduzca la **Puerta de enlace (Gateway)** en el campo correspondiente.
- 5 Introduzca la máscara de subred en el campo **Máscara de red (Net Mask)**.
- 6 Seleccione **Aplicar (Apply)**.
- 7 Cuando se le indique, reinicie el GC.

Cómo cambiar la configuración local

- 1 En la página Parámetros del sistema (System Settings), seleccione la página **Local (Locale)**. Se abrirá la página de parámetros de configuración local.
- 2 Elija el **Idioma (Language)** deseado de la lista desplegable correspondiente.
- 3 Seleccione **Aplicar (Apply)**. El GC guardará todos los cambios realizados. El sistema cambia a la configuración local seleccionada. Es posible que tarde unos instantes.

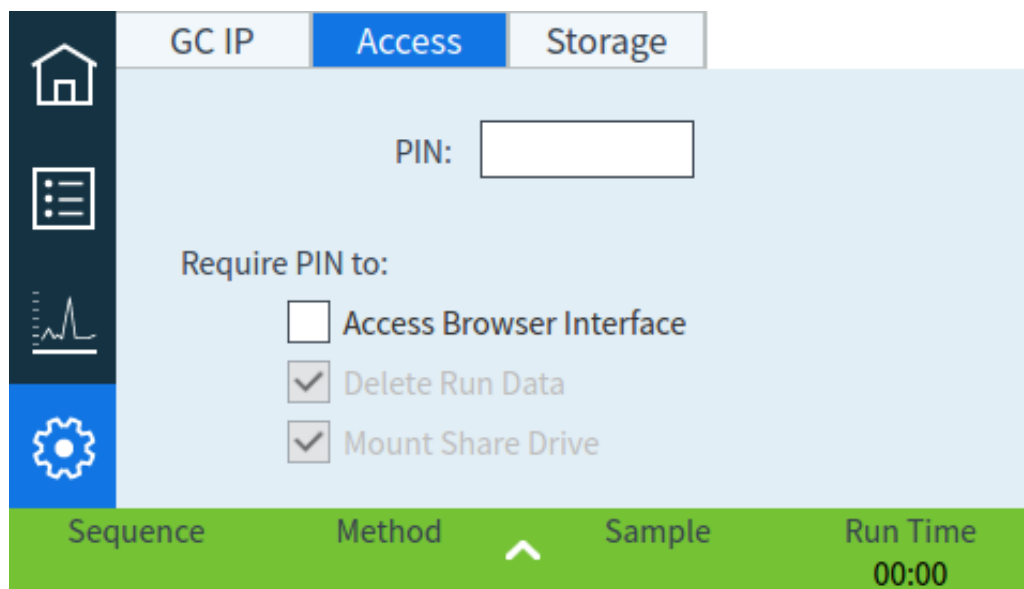
NOTA

El valor de reducción de luz de la pantalla debe ser menor que el valor de brillo de la pantalla.
El valor del brillo de la pantalla debe ser mayor que 0.

Para acceder a los datos de análisis almacenados

Si se usa la interfaz del navegador para realizar análisis y recopilar datos, el GC almacena los datos de los resultados internamente. Para acceder a dichos datos:

- 1 Desde la página **Ajustes (Settings)**, seleccione la pestaña **Acceso (Access)**. Anote el PIN mostrado.



- 2 Seleccione la pestaña **Almacenamiento (Storage)**. Anote la ruta a la partición del GC.
- 3 En su PC, asigne una unidad de red a la partición del GC. Cuando se lo pidan, conéctese usando las credenciales:
 usuario: results
 contraseña: el PIN (predeterminado: 0000).

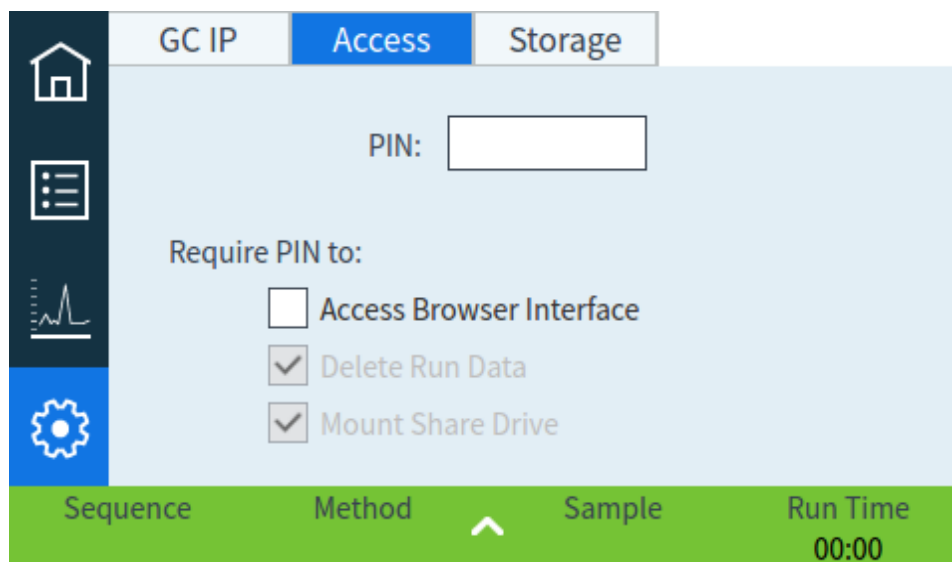
Para controlar el acceso a la interfaz del navegador

El GC se configura para que deba usarse un PIN de cuatro dígitos para realizar las siguientes acciones para su GC:

- Eliminar datos del análisis.
- Montar una unidad compartida.

De forma predeterminada, el PIN se establece en 0000. Adicionalmente, puede elegir que se requiera el PIN para acceder a la interfaz del navegador. Para establecer el PIN:

- 1 Desde la página **Ajustes (Settings)**, seleccione la pestaña **Acceso (Access)**.
- 2 Seleccione el PIN de cuatro dígitos para introducir un nuevo PIN.
- 3 Si se desea, seleccione la casilla de verificación junto a Acceder a la interfaz del navegador (Access Browser Interface) para requerir el PIN para el acceso a la interfaz del navegador.



Herramientas

La página de herramientas le permite realizar análisis de compensación de las columnas instaladas en el GC.

En los análisis con temperatura programada, aumenta el sangrado de la columna conforme sube la temperatura del horno. Esto hace que se eleve la línea base, lo que dificulta la detección de picos y la integración. La compensación de la columna corrige esta elevación de la línea base.

Los análisis para la compensación de la columna se realizan sin inyección de muestra. El GC recoge una serie de datos de los puntos donde se han instalado detectores. Si no se ha instalado ningún detector o este está desactivado, esa parte de la serie de datos se rellenará con ceros.

Cada serie de datos define un conjunto de curvas, una por cada detector, que se pueden sustraer del análisis real para obtener una línea base plana.

Cuando se emplea un sistema de datos conectado al GC, se envían a este tanto la señal sin procesar, como los datos para la compensación de la columna. Así se dispone de una señal compensada y de una señal sin compensar para el análisis.

Cómo realizar un análisis para la compensación de la columna

Todas las condiciones durante un análisis para la compensación de la columna y un análisis real deben ser idénticas. Se deben emplear el mismo detector y la misma columna y también se debe operar con las mismas condiciones de temperatura y de flujo de gas.

Se pueden realizar hasta cuatro análisis para la compensación de la columna. El GC conservará los resultados de estos análisis para su uso posterior.

Se puede utilizar cualquier análisis para la compensación de columna para compensar la línea base durante un análisis.

- 1 Con la página Herramientas (Tools) abierta, seleccione la **Compensación de la columna (Column Compensation)** que desee en la columna **Iniciar análisis especificado (Start Specified Run)**. El GC realiza el análisis para la compensación de columna. En este análisis no se produce ninguna inyección.
- 2 Utilice el sistema de datos conectado para editar el método. Establezca el detector en **Restar de señal: (Subtract from Signal:) Curva de compensación de columna nº x (Column compensation Curve #x)** (donde **x** es el número del análisis para la compensación de la columna).
- 3 Ejecute el método. Los resultados utilizan los datos del análisis para la compensación de la columna para compensar los cambios de la línea base de la columna.

Acerca de la configuración	128
Cambios en la configuración	129
Configuración de válvula	130
Cómo configurar las válvulas	130
Configuración del inyector	131
Columnas	132
Para configurar una única columna	132
Para configurar una columna empaquetada	133
Notas adicionales sobre la configuración de las columnas	134
Horno	135
Para configurar el horno	135
Configuración del detector	136
Configuración de salida analógica	137
Configuración del MSD	138
Configuración del MSD	138
Cómo habilitar o deshabilitar las comunicaciones del MS	138
Cómo utilizar el GC cuando el MS está apagado	139
Otros parámetros	140
Disponibilidad	141
Caja de válvulas	142
PCM	143
EPC auxiliares	144

Acercas de la configuración

Las propiedades de configuración de un dispositivo son constantes para una configuración del hardware del instrumento, a diferencia de la configuración del método, que puede cambiar de análisis de muestra en análisis de muestra. Dos posibles ajustes de configuración son el tipo de gas que fluye a través de un dispositivo neumático y el límite de la temperatura de funcionamiento de un dispositivo. El GC tratará de establecer las propiedades de configuración necesarias de cualquier dispositivo que se instale y sea detectado. Por ejemplo, si el GC detecta que está conectado a un MSD, configurará automáticamente la línea de transferencia calentada del MSD. Los únicos ajustes que deben configurarse manualmente son los elementos que puedan cambiarse en función de su análisis, como por ejemplo las columnas instaladas y el tipo de gas portador, o un elemento que se haya instalado en una ubicación no estándar. Por ejemplo, si se instala un módulo del EPC auxiliar en una posición del módulo EPC del inyector es posible que necesite ser configurado manualmente.

Asegúrese de que todos los dispositivos hayan sido configurados correctamente antes de analizar cualquier muestra.

Cambios en la configuración


Para cambiar las propiedades de la configuración de un dispositivo:

Seleccione **Método (Method)**.

The screenshot shows the 'Method' configuration screen. The top navigation bar includes 'Method', 'Sequences', 'Diagnostics', 'Maintenance', 'Logs', 'Settings', and 'Help'. The left sidebar shows a tree view with categories like 'Valves', 'Inlets', 'Columns', 'Oven', 'Detectors', 'Analog Out', 'Events', 'Signals', 'GC Performance', and 'Configuration'. The main area displays a table with the following data:

Type	On	Load Time (min)	Inject Time (min)
1 No Valve	Off	0.1	0.1
2 No Valve	Off	0.1	0.1
3 No Valve	Off	0.1	0.1
4 No Valve	Off	0.1	0.1
5 No Valve	Off	0.1	0.1
6 No Valve	Off	0.1	0.1
7 No Valve	Off	0.1	0.1
8 No Valve	Off	0.1	0.1
9 No Valve	Off	0.1	0.1
10 No Valve	Off	0.1	0.1

At the bottom, there is a status bar showing 'STATUS: NORMAL', 'Sequence', 'Method', and 'Est. Remaining 07:49'.


- 4 En la lista de la izquierda de la pantalla, seleccione el tipo de dispositivo. Las propiedades del tipo de dispositivo seleccionado aparecerán en el lado derecho de la pantalla.
- 5 Vaya a los ajustes del dispositivo y cambie la propiedad. Es posible que tenga que seleccionar de una lista o que tenga que introducir un valor numérico.
- 6 Cuando haya realizado todos los cambios necesarios, pulse el icono de Guardar .

Configuración de válvula


La configuración de válvula le permite especificar los tipos de válvulas, los volúmenes de loop, los periodos de paso, y los valores de inversión de BCD. La inversión de BCD le permite cambiar la señal de entrada del BCD (los unos se convierten en ceros y los ceros en unos). Esta función se adapta a las diferentes convenciones de codificación de los fabricantes de válvulas.

Recuerde que la página de válvulas aparece tanto si hay como si no hay válvulas instaladas en el GC.

Cómo configurar las válvulas

- 1 Seleccione **Método (Method) > Válvulas (Valves)**.
- 2 Utilice la lista desplegable **Tipo de válvula (Valve Type)** para seleccionar el tipo de válvula correspondiente. Los tipos de válvula posibles son:
 - **Muestreo de gases (Gas Sampling)** Válvula de dos posiciones (carga e inyección). En la posición de carga, una corriente de muestra exterior fluye a través de un bucle adjunto (muestreo de gas) o interno (muestreo de líquido) y fuera para los residuos. En la posición de inyección, el bucle de muestreo lleno se inserta en el flujo de gas portador. Cuando la válvula cambia de Carga a Inyección, se inicia un análisis, si uno aun no está en progreso.
 - **Cambio (Switching)** Válvula de dos posiciones con cuatro, seis o más puertos. Estas son válvulas de uso general que se utilizan para tareas como la selección de la columna, el aislamiento de la columna, y muchas más.
 - **Otra (Other)** Otra distinta.
 - **No instalada (Not installed)** Se sobreentiende.
- 3 Para entrar en el volumen de loop y en el periodo de paso, seleccione **Método (Method) > Configuración (Configuration) > Otros (Miscellaneous)** y establezca los valores deseados.
- 4 Cuando haya realizado todos los cambios necesarios, pulse el icono de Guardar .

Configuración del inyector

- 1 Seleccione **Método (Method)** > **Inyectores (Inlets)** > su inyector deseado. Las propiedades del tipo de dispositivo seleccionado aparecerán en el lado derecho de la pantalla.
- 2 Seleccione el tipo de gas que desea de la lista desplegable **Tipo de gas portador (Carrier Gas Type)**.
- 3 Seleccione Disponibilidad (Readiness) de la lista de dispositivos de la izquierda, y haga clic en la casilla de verificación junto a su inyector para permitir que se prepare. Si Disponibilidad (Readiness) está desactivado, el GC llega a estar listo incluso si ese dispositivo no ha alcanzado o no puede alcanzar sus valores establecidos.
- 4 Establezca los ajustes del segundo inyector, según sea necesario.
- 5 Cuando haya realizado todos los cambios necesarios, pulse el icono de Guardar .

Columnas

Longitud La longitud, en metros, de una columna capilar. Inserte **0** para una columna empaquetada o si desconoce la longitud.

Diámetro El diámetro interior, en milímetros, de una columna capilar. Inserte **0** para una columna empaquetada.

Espesor de película El espesor en micras de la fase estacionaria para columnas capilares.

Inyector Identifica la fuente del gas para la columna.

Salida Identifica el dispositivo en el que fluye el efluente de la columna.

Zona térmica Identifica el dispositivo que controla la temperatura de la columna.

Para configurar una única columna

Usted define una columna capilar insertando su longitud, su diámetro y el espesor de la película. Luego inserta el dispositivo que controla la presión en el inyector (extremo de la columna), el dispositivo que controla la presión en la salida de la columna y la zona térmica que controla su temperatura.

Con esta información, el instrumento puede calcular el flujo a través de la columna. Esto supone grandes ventajas cuando se utilizan columnas capilares, porque hacen posible:

- Insertar las relaciones de split directamente y haber calculado el instrumento y establecido las velocidades de flujo.
- Insertar la velocidad de flujo o la presión del cabezal o la velocidad lineal media. El instrumento calcula la presión necesaria para alcanzar la velocidad del flujo, la establece e informa de los valores. (Solo inyector split/splitless.)
- Realizar inyecciones splitless sin necesidad de medir los flujos de gas.
- Elija cualquier modo de columna. Excepto para las configuraciones más simples, tales como una columna conectada a un inyector específico y un detector, recomendamos que empiece haciendo un boceto de cómo se conectará la columna.


Para configurar una columna capilar:

- 1 Seleccione **Método (Method) > Configuración (Configuration) > Columnas (Columns)**.
- 2 Haga doble clic en la columna que quiere configurar.
- 3 En Tipo de columna (Type Column), seleccione **Capilar (Capillary)**.
- 4 Introduzca los valores de Longitud (Length), Diámetro (Diameter) y Espesor de película (Film Thickness) en los campos correspondientes.

Si desconoce las dimensiones de la columna— normalmente acompañan a la columna — o si no quiere utilizar las funciones de cálculo del GC, introduzca **0** para la **Longitud (Length)** o el **Diámetro (Diameter)**. La columna quedará como *no definida*.

NOTA

Agilent recomienda siempre definir columnas capilar.

- 5 En el menú desplegable Conexión del inyector (Inlet connection), seleccione el inyector correspondiente. Deberá seleccionar los inyectores del GC y los canales PCM que estén instalados.
- 6 En el menú desplegable Conexión de salida, seleccione la salida que desee.
 - Cuando se selecciona un detector, el extremo de salida de la columna se mantiene en 0 psig en el caso de FID, TCD, FPD+, NPD y ECD o en vacío en el caso de MSD.
 - Si la columna sale a un detector o un entorno no estándar (ni la presión ambiental ni el vacío completo), seleccione **Otro (Other)** e inserte la presión de salida.
- 7 En el menú desplegable Calentado por (Heated By), seleccione la zona térmica que desee.
- 8 Establezca la Temp. mín. (Min Temp), Temp. Máx. (Max Temp) y Temp. programa máx. (Max Program Temp) para su columna.
- 9 Establezca para la columna
 - Fabricante
 - Número de serie
- 10 Haga clic en OK para confirmar sus cambios.
- 11
- 12 Cuando haya realizado todos los cambios necesarios, pulse el icono de Guardar .

Para configurar una columna empaquetada

Para configurar una columna empaquetada:

- 1 Seleccione **Método (Method)** > **Configuración (Configuration)** > **Columnas (Columns)**.
- 2 Haga doble clic en la columna que quiere configurar.
- 3 En Tipo de columna (Column Type), seleccione **Empaquetada (Packed)**.
- 4 Establezca la Temp. mín. (Min Temp), Temp. Máx. (Max Temp) y Temp. programa máx. (Max Program Temp) para su columna.
- 5 Establezca para la columna
 - Fabricante
 - Número de serie
- 6 En el menú desplegable Conexión del inyector (Inlet connection), seleccione el inyector correspondiente. Deberá seleccionar los inyectores del GC y los canales PCM que estén instalados.

- 7 En el menú desplegable Conexión de salida, seleccione la salida que desee.
 - Cuando se selecciona un detector, el extremo de salida de la columna se mantiene en 0 psig en el caso de FID, TCD, FPD+, NPD y ECD o en vacío en el caso de MSD.
 - Si la columna sale a un detector o un entorno no estándar (ni la presión ambiental ni el vacío completo), seleccione **Otro (Other)** e inserte la presión de salida.
- 8 En el menú desplegable Calentado por (Heated By), seleccione la zona térmica que desee.
- 9 Seleccione **Aplicar (Apply)**. Se guardan los cambios en el GC.

Notas adicionales sobre la configuración de las columnas

Debe comprobar las configuraciones de todas las columnas para verificar que especifican el dispositivo de control de presión correcto en cada extremo. El GC utiliza esta información para determinar el recorrido del flujo del gas portador. Solo configure columnas que estén actualmente en uso en el recorrido del flujo del gas portador del GC. Las columnas que no se utilizan configuradas con el mismo dispositivo de control de la presión como una columna en el recorrido del flujo actual provocan resultados de flujo incorrectos.

Es posible, y a veces apropiado, configurar las dos columnas instaladas en el mismo inyector.


Algunos valores neumáticos cambian con la temperatura del horno debido a cambios en la viscosidad del gas. Esto puede confundir a los usuarios que observan cómo cambian los valores neumáticos establecidos, cuando la temperatura de su horno cambia. No obstante, la condición del flujo en la columna permanece como lo especifica el modo de la columna (flujo o presión constantes, rampa de flujo o presión) y los valores iniciales establecidos.

Horno

Horno en espera Cuando esté activada la opción, la temperatura del horno cambiará a la temperatura especificada después de que el GC haya estado inactivo durante el tiempo establecido. Por ejemplo, si el GC pudiera estar inactivo durante periodos de tiempo prolongados, se podría establecer una temperatura en espera con un valor relativamente alto, así se mantendría el sistema limpio entre análisis y se reduciría el arrastre.


Temperatura máxima Establece un límite superior a la temperatura del horno. Se utiliza para evitar daños accidentales en las columnas. El intervalo es de 70 a 425 °C. Consulte las recomendaciones del fabricante de la columna.

Para configurar el horno

- 1 Seleccione **Método (Method) > Horno (Oven)**.
- 2 Use la ventana de configuración del horno para establecer la Temperatura máxima del horno (Maximum Oven Temperature), Tiempo de equilibrado (Equilibration Time) y temperaturas del horno.
- 3 Cuando haya realizado todos los cambios necesarios, pulse el icono de Guardar .

Configuración del detector

Si está operando con una *columna definida*, puede elegir entre dos modos de gas auxiliar. Para determinar el gas auxiliar de un detector.

- 1 Seleccione **Método (Method) > Detectores (Detectors)**, y seleccione el detector que desea configurar.
- 2 Si está disponible, seleccione el tipo de gas auxiliar conectado al detector. En función de su tipo de detector y de la selección de gas portador, puede que el tipo de gas ya esté regulado.
- 3 Realice o introduzca los ajustes del detector, si procede:
 - **Desviación de encendido (Lit Offset)**. FID y FPD+. Consulte **"Detectores"**.
 - Disponibilidad. Active esta opción si utiliza ese detector. Cuando está desactivada, el GC llega a estar listo incluso si este dispositivo no ha alcanzado o no puede alcanzar sus valores establecidos.
 - Desviación objetivo. Solo para NPD. Introduzca la desviación objetivo predeterminada. El GC tratará de alcanzar lentamente este valor objetivo una vez que se haya realizado la lectura de los flujos del detector, la temperatura sea estable y el tiempo de perla seca haya transcurrido.
- 4 Cuando haya realizado todos los cambios necesarios, pulse el icono de Guardar .

Configuración de salida analógica

Cuando se conecta el GC a un integrador o registrador, este deberá ser lo suficientemente rápido para procesar los datos procedentes del GC. Si no puede adaptarse al GC, los datos podrían ser incorrectos o estar corruptos. Normalmente, esto se traduce en picos anchos y pérdida de resolución.

La velocidad se mide en cuanto al ancho de banda. El registrador o integrador deberá tener un ancho de banda del doble de la señal a medir.

El GC puede funcionar a dos velocidades. La velocidad rápida permite anchos de pico mínimo de 0,004 minutos (8 Hz ancho de banda), mientras que la velocidad estándar permite anchos de pico mínimos de 0,01 minutos (1,6 Hz ancho de banda).

Si se utiliza la velocidad rápida, el integrador debería funcionar a aproximadamente 15 Hz.

NOTA

Agilent no recomienda el uso de la velocidad rápida con un detector TCD. Dado que las corrientes de gas cambian a 5 Hz, la ganancia en ancho de pico se contrarresta con el incremento del ruido.

Cómo cambiar la configuración de salida analógica:

- 1 Seleccione **Método (Method) > Salida analógica (Analog Out)** y seleccione **Salida analógica 1 (Analog Out 1)** o **Salida analógica 2 (Analog Out 2)**.
- 2 Para usar picos rápidos para cualquiera de los dos canales de salida analógica, seleccione la casilla **(Picos rápidos) Fast Peaks** correspondiente.

Configuración del MSD

Configuración del MSD

El método para configurar un MSD conectado varía en función del modelo de MSD que se utilice.

5977B GC/MSD

El 5977B se conecta al GC a través de un cable LVDS conectado a uno de los puertos de comunicaciones de la parte trasera del GC. Debido a esto, el GC gestiona el MSD como si fuera un detector. No es necesario realizar ninguna configuración de las comunicaciones.

Para cambiar los ajustes de MSD:

- 1 Desde la pantalla táctil, seleccione la página de parámetros y posteriormente la pestaña de configuración de MSD. Consulte **Figura 17**.

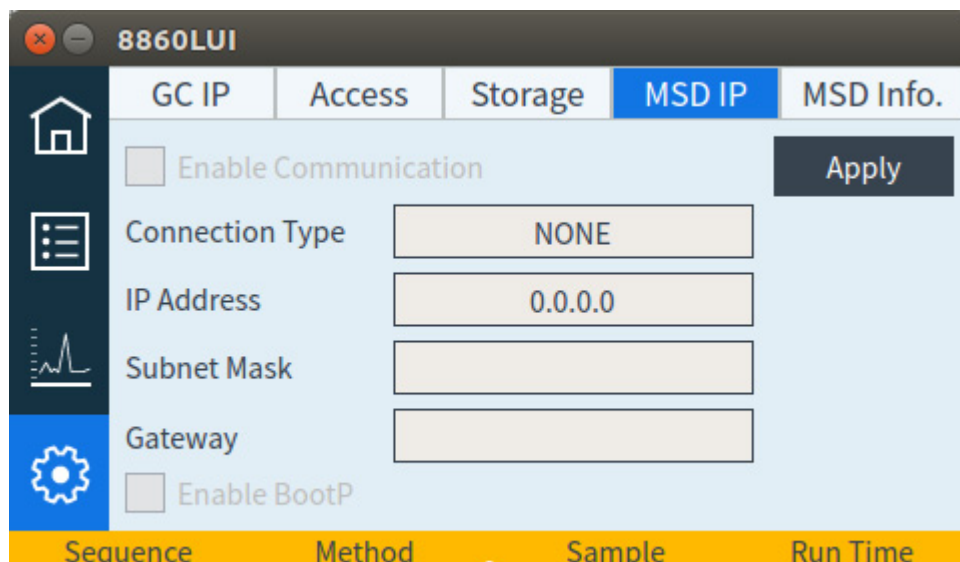


Figura 17. Página de parámetros del detector MSD

- 2 Introduzca los detalles para el MSD y para realizar el control correspondiente.

Cómo habilitar o deshabilitar las comunicaciones del MS

Para deshabilitar temporalmente las comunicaciones entre el GC y el MS:

- 1 Desde la interfaz del navegador, seleccione **Método (Method) > Detectores (Detectors)** y seleccione su MS. Alternativamente, desde la pantalla táctil, seleccione la página de parámetros y la pestaña **IP del MSD (MSD IP)**.
- 2 Desplácese hasta que sea visible la casilla de verificación Habilitar comunicación (Enable Communication).

- 3 Seleccione o anule la selección de la casilla de verificación que está junto a **Habilitar comunicación (Enable Communication)** para activar o desactivar la comunicación con el MS.

Cómo utilizar el GC cuando el MS está apagado

Para utilizar el GC mientras el MS está siendo reparado o en mantenimiento, haga lo siguiente:


Procure evitar ajustes que envíen gases portadores al MS, o que aumenten la temperatura de los componentes, ya que esto podría provocar un incendio cuando trabaje con el MS.

- 1 Deshabilitar las comunicaciones del MS. Consulte "**Cómo habilitar o deshabilitar las comunicaciones del MS**".
- 2 Si es necesario, desinstale el MS del GC por completo.

Otros parámetros

El GC proporciona la opción de cambiar las unidades de presión mostradas por el GC.

Para cambiar las unidades de presión visualizadas:

- 1 Seleccione **Método (Method)** > **Configuración (Configuration)** > **Otra (Miscellaneous)**.
- 2 Seleccione el tipo de unidades que desea en la lista **Unidades de presión (Pressure Units)**.
 - **psi**—libras por pulgada cuadrada, lb/in²
 - **bar**—unidad de presión cgs absoluta, dina/cm²
 - **kPa**—unidad de presión mks, 10³ N/m²
- 3 Habilite o deshabilite Ventilador lento (Slow Fan) para el horno.
- 4 Establezca el tipo Zona térmica auxiliar (Thermal Aux).
- 5 Establezca el Volumen de loop (Loop volume), Periodo de paso (Step Time) y BCD invertido (BCD Inverted) para cualquier válvula instalada.
- 6 Cuando haya realizado todos los cambios necesarios, pulse el icono de Guardar .

Disponibilidad

Los estados de varios componentes de hardware están entre los factores que determinan si el GC está listo para el análisis.

En algunas circunstancias, puede que no desee considerar la disponibilidad de un componente específico a la hora de determinar la disponibilidad del GC. Este parámetro le permite hacer la elección. Los siguientes componentes pueden hacer caso omiso de la opción de disponibilidad: inyectores, detectores, el horno y PCM.

Por ejemplo, supongamos que un calentador de inyector está defectuoso pero no planea utilizarlo hoy. Al quitar la selección de la casilla de verificación **Habilitar (Enable)** en **Disponibilidad (Readiness)** correspondiente a dicho inyector podrá utilizar el resto del GC. Después de reparar el calentador, vuelva a seleccionar la casilla de verificación, de no hacerlo así el análisis podría empezar antes de que el inyector esté en condiciones.

Para ignorar la disponibilidad de un componente, haga clic en **Método (Method) > Disponibilidad (Readiness)**. Haga clic en la casilla de verificación junto al componente deseado y retire su marca de selección.

Para volver a habilitar la disponibilidad de un componente, haga clic en **Método (Method) > Disponibilidad (Readiness)**. Haga clic en la casilla de verificación junto al componente deseado para restablecer la marca de selección.


Caja de válvulas

La caja de válvulas se monta encima del horno de la columna. Puede contener hasta tres válvulas montadas en bloques calientes.

Las posiciones de la válvula encima de los bloques están numeradas. Sugerimos que las válvulas se instalen en los bloques por orden numérico.

Todas las válvulas calientes en una caja de válvulas están controladas por el mismo valor de temperatura establecido.

Para configurar una válvula:

- 1 Seleccione **Método (Method)** > **Configuración (Configuration)** > **Otra (Miscellaneous)**.
- 2 Para cada válvula instalada, seleccione el tipo de válvula, a continuación establezca el volumen de loop, el periodo de paso, y el valor de inversión de BCD según proceda para el tipo de válvula.
- 3 Cuando haya realizado todos los cambios necesarios, pulse el icono de Guardar .

PCM

Para configurar un PCM:

- 1 Seleccione **Ajustes (Settings) > Configuración (Configuration) > PCM (PCMs)**.
- 2 Seleccione el modo auxiliar del PCM:
 - Presión directa (Forward Pressure): Se detecta la presión después de la válvula proporcional de flujo.
 - Retropresión (Back pressure): Se detecta la presión antes de la válvula proporcional de flujo.
- 3 Seleccione el tipo de gas para el canal 1, el canal de control de la presión directa.
- 4 Seleccione el Tipo de gas (Gas Type) para el canal auxiliar (canal 2).

El canal 1 del PCM proporciona presión directa o control de flujo directo. Puede utilizarse para proporcionar flujo o presión de la columna para sistemas con válvula, dispositivos de preparación de muestras o dispositivos de flujo avanzados como divisores o conmutadores.

El canal 2, o el canal auxiliar, solo puede proporcionar regulación de presión directa cuando se conecta normalmente, o regulación de retropresión cuando se invierte. Por lo tanto, el canal 2 (invertido) se usa como una fuga controlada. Si la presión de entrada descendiera por debajo del valor establecido, el regulador puede cerrarse para restablecerla. Si la presión de entrada subiera por encima del valor establecido, el regulador puede abrirse para restablecerla.

EPC auxiliares

Un controlador de presión auxiliar proporciona tres canales de regulación de la presión directa. Tres módulos se pueden instalar para un total de nueve canales.

La numeración de los canales depende del controlador instalado. Dentro de un único módulo, los canales se numeran y etiquetan.

Para configurar un EPC auxiliar:

- 1 Seleccione **Ajustes (Settings) > Configuración (Configuration) > EPC auxiliares (Aux EPCs)**.
- 2 Para cada canal, seleccione el tipo de gas.

Conservación de recursos	146
Métodos de suspensión (Sleep)	147
Métodos de condición y de activación	148
Cómo configurar el GC para conservar recursos	150

En esta sección se describen las funciones para el ahorro de recursos del GC.

Conservación de recursos

El GC proporciona un plan del instrumento para ahorrar recursos tales como electricidad y gases. Mediante el uso del programa del instrumento, puede asignar métodos de acondicionamiento, suspensión y activación que permiten programar el uso de recursos. El método de **Suspensión (Sleep)** establece los flujos y temperaturas en niveles bajos. El método de **Activación (Wake)** establece nuevos flujos y temperaturas, normalmente para restablecer las condiciones de funcionamiento. El método de **Condición (Condition)** establece flujos y temperaturas durante un tiempo determinado del análisis, normalmente durante el tiempo suficiente como para limpiar la posible contaminación.

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 de condición para restablecer los ajustes analíticos antes de utilizar el GC de nuevo. 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.

Métodos de suspensión (Sleep)

Utilice un sistema de datos conectado para crear un método de suspensión para reducir el uso de gas y de electricidad en periodos de poca actividad.

Cuando cree un método de suspensión, tenga en cuenta lo siguiente:

- **El detector.** Mientras puede reducir las temperaturas y el uso de gas, tenga en cuenta el tiempo de estabilización requerido para preparar el detector para su uso. El ahorro energético es mínimo.
- **Dispositivos conectados.** Si está conectado a un dispositivo externo, como el espectrómetro de masa, establezca flujos y temperaturas compatibles.
- **Los inyectores.** Mantenga el flujo suficiente para evitar la contaminación.

Consulte **Tabla 16** para ver las recomendaciones generales.

Tabla 16 Recomendaciones para el método de suspensión

Componente de GC	Comentario
Columnas	<ul style="list-style-type: none"> • Mantenga algo del flujo del gas portador para proteger las columnas.
Horno	<ul style="list-style-type: none"> • Reduzca la temperatura para ahorrar energía. • Desconecte para ahorrar el máximo de energía.
Inyectores	Para todos los inyectores: <ul style="list-style-type: none"> • Reduzca las temperaturas. Reduzca las temperaturas a 40 °C o desconecte para ahorrar el máximo de energía.
Split/Splitless	<ul style="list-style-type: none"> • Utilice el modo split para evitar la difusión de la contaminación desde la línea de purga. Utilice una relación de split reducida. • Reduzca la presión. Utilice niveles de ahorro de gas, en su caso.
PPIP/PCI	<ul style="list-style-type: none"> • Utilice el modo split para evitar la difusión de la contaminación desde la línea de purga. Utilice una relación de split reducida. • Reduzca la presión. Utilice niveles de ahorro de gas, en su caso. • Reduzca la temperatura.
Detectores	
FID	<ul style="list-style-type: none"> • Apague la llama. (Esto apagará el hidrógeno y los flujos de aire.) • Reduzca las temperaturas. (Mantenga a 150 °C o más para reducir la contaminación) • Apague el flujo auxiliar.
FPD+	<ul style="list-style-type: none"> • Apague la llama. (Esto apagará el hidrógeno y los flujos de aire.) • Reduzca las temperaturas. <ul style="list-style-type: none"> • Deje el bloque de emisión en 125-175 °C. • Reduzca la línea de transferencia en 150 °C. • Apague el flujo auxiliar.
ECD	<ul style="list-style-type: none"> • Reduzca el flujo auxiliar. Pruebe usar 15–20 mL/min y compruebe los resultados. • Mantenga la temperatura para evitar largos tiempos de recuperación y estabilización.
NPD	<ul style="list-style-type: none"> • Mantenga los flujos y las temperaturas. No se recomienda el modo de suspensión debido a los tiempos de recuperación y también porque el ciclo térmico puede reducir la duración de la perla.
TCD	<ul style="list-style-type: none"> • Deje el filamento puesto. • Deje la temperatura del bloque. • Reduzca los flujos de referencia y auxiliar.

Tabla 16 Recomendaciones para el método de suspensión (continuación)

Componente de GC	Comentario
Otros dispositivos	
Caja de válvulas	<ul style="list-style-type: none"> Reduzca la temperatura. (Mantenga la temperatura de la caja de válvulas suficientemente alta para evitar la condensación de la muestra, en su caso.)
Zonas térmicas auxiliares	<ul style="list-style-type: none"> Reduzca o apague. Consulte también los manuales de los dispositivos conectados (por ejemplo, un MSD).
Presiones o flujos auxiliares	<ul style="list-style-type: none"> Reduzca o apague, según corresponda a las columnas conectadas, las líneas de transferencia, etc. Consulte siempre los manuales de los dispositivos o instrumentos conectados (por ejemplo, de un MSD conectado), para mantener al menos los flujos o las presiones mínimas recomendadas.

Métodos de condición y de activación

El GC se puede programar para activarse de muchas maneras:

- Cargando el último método activo (Active Method) utilizado antes de entrar en suspensión.
- Mediante la carga del método **Activación (Wake)**
- Mediante la ejecución del método **Condición (Condition)** y, a continuación, cargando el último método activo
- Mediante la ejecución del método **Condición (Condition)** y, a continuación, cargando el método **Activación (Wake)**

NOTA

El GC también puede guardar métodos de activación (wake), suspensión (sleep) o condición (condition) que se hayan creado a través de un sistema de datos conectado. Aunque estos métodos no se visualizan en la pantalla del GC, una vez que se descarguen en el GC desde el sistema de datos, pueden funcionar en el programador del GC.

Estas opciones de elección proporcionan flexibilidad a la hora de preparar el GC después de un ciclo de suspensión.

El método Activación (Wake) establece temperaturas y flujos. El programa de temperatura del horno es isotérmico, ya que el GC no inicia un análisis. Cuando el GC carga un método de **Activación (Wake)**, permanece con estos ajustes hasta que cargue otro método usando la pantalla táctil, el sistema de datos o empezando una secuencia.

El método de **Activación (Wake)** puede incluir cualquier ajuste, aunque normalmente hará lo siguiente:

- Restablecer los flujos del inyector, el detector, la columna y la línea de transferencia.
- Restablecer las temperaturas.
- Encender la llama del FID o del FPD+.
- Restablecer los modos del inyector.

El método de Condición (Condition) establece los flujos y las temperaturas durante el programa del horno del método. Cuando finaliza el programa, el GC carga el método de **Activación (Wake)** o el último método que estaba activo (Active Method) antes de entrar en suspensión, según se indique en el programa del instrumento (o cuando se salga manualmente del estado de suspensión).

Un uso posible para un método de condición es establecer temperaturas y flujos más elevados de lo normal para acondicionar térmicamente cualquier posible contaminación que se pueda haber almacenado en el GC durante la suspensión.

Cómo configurar el GC para conservar recursos

Configure el GC para conservar recursos mediante la creación y uso de un Instrument Schedule (programa del instrumento):

- 1 Seleccione la pestaña **Ajustes (Settings)**.
- 2 Si es necesario, seleccione la pestaña **Sleep/Wake** (suspensión/activación).
- 3 Cree el **Instrument Schedule** (programa del instrumento). No tiene que programar eventos para todos los días. Por ejemplo, puede programar el GC 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.
- 4 Elija el método de activación **Set Wake Method** de cada día que desee, si procede. De esta forma se ejecutará el método de activación cuando se active el GC los días seleccionados.
- 5 Introduzca una hora de activación con **Wake Time** para cada día, con un reloj de 24 horas (por ejemplo, 9:00 AM es 09:00, 9:00 PM es 21:00).
- 6 Elija el método de suspensión **Set Sleep Method** de cada día que desee, si procede. De esta forma se ejecutará este método de suspensión para pasar el GC a estado de suspensión los días seleccionados.
- 7 Introduzca una **Hora de suspensión (Sleep Time)**, con reloj de 24 horas.
- 8 Si es necesario modifique los métodos de activación, suspensión o acondicionamiento. Para ello, seleccione **Edit Wake Method**, **Edit Conditioning Method**, o **Edit Sleep Method** según corresponda.
- 9 Seleccione las opciones del programador con **Scheduler Options**.
- 10 Decida cómo restablecer los flujos. Elija las opciones que desee:
 - **Wake to last active method before sleep** (Activar con el último método activo antes de la suspensión): A la hora especificada, el GC restablecerá el último método que estaba activo antes de entrar en suspensión.
 - **Perform a conditioning run before waking** (Realizar un análisis de acondicionamiento antes de activarse): A la hora especificada, el GC cargará el método de condición. Este método se ejecuta una vez.
- 11 Seleccione **Aplicar (Apply)**. Los cambios realizados se guardarán en el GC.

Programación de horario continuado	152
Cómo usar los eventos programados con horario continuado	152
Añadir eventos a la tabla del reloj	152
Eliminación de eventos programados con horario continuado	153

Programación de horario continuado

La programación de horario continuado permite que determinados valores cambien automáticamente en un momento especificado durante una jornada de 24 horas. Por lo tanto, un evento programado para que ocurra a las 14:35 horas ocurrirá a las 2:35 de la tarde. Un análisis o secuencia en ejecución tiene prioridad respecto a cualquier evento programado en la tabla del reloj que tuviera que ocurrir durante este tiempo. Cuando esto ocurre, dichos eventos no se ejecutan.

Los posibles eventos programables en horario continuado son:

- Control de válvulas
- Carga de método y secuencia
- Inicio de secuencias
- Inicio de análisis en blanco y de preparación
- Cambios de compensación de la columna
- Ajustes de la desviación del detector
- Inicio de análisis en blanco y de preparación

Cómo usar los eventos programados con horario continuado

La función Tabla del reloj permite programar eventos para que ocurran durante una jornada basada en un reloj de 24 horas. Se ignorarán los eventos de la tabla del reloj que coincidan con la ejecución de un análisis o secuencia ya en marcha.

Por ejemplo, la tabla del reloj podría utilizarse para realizar un análisis en blanco, incluso antes de iniciar la jornada laboral.

Añadir eventos a la tabla del reloj

- 1 Seleccione **Ajustes > Programador > Tabla del reloj (Settings > Scheduler > Clock Table)**.
- 2 Seleccione **Añadir (Add)**.
- 3 Elija los parámetros **Tipo de reloj (Clock Type)** y **Frecuencia (Frequency)** en sus menús desplegados correspondientes.
- 4 Establezca la hora a la que desea que el evento ocurra.
- 5 Seleccione **Añadir (Add)** para añadir esta entrada a la tabla del reloj.
- 6 Seleccione **Aplicar (Apply)**.
- 7 Repita este proceso hasta añadir todas las entradas.

Eliminación de eventos programados con horario continuado

- 1 Seleccione **Ajustes > Programador > Tabla del reloj (Settings > Scheduler > Clock Table)**.
- 2 Toque o haga clic en la opción **Seleccionar (Select)**.
- 3 Toque o haga clic en el evento que va a eliminar y, a continuación, seleccione **Eliminar (Delete)**.
- 4 Seleccione **Terminado (Done)** para aceptar el cambio.
- 5 Seleccione **Aplicar (Apply)**.

Información acerca del control de flujo y presión 156

Presión máxima de funcionamiento 157

Controladores de presión auxiliares 158

Restrictores 159

Selección de una frita 160

Ejemplo: Uso de los canales del PCM 161

PID 162

Información acerca del control de flujo y presión

El GC utiliza cuatro tipos de controladores electrónicos de flujo o presión; módulos de inyector, módulos detectores, módulos de control de la presión (PCM) y controladores auxiliares de la presión (EPC auxiliares).

Todos estos módulos se montan en las ranuras de la parte superior trasera del GC. Las ranuras se identifican mediante números, como se muestra a continuación.

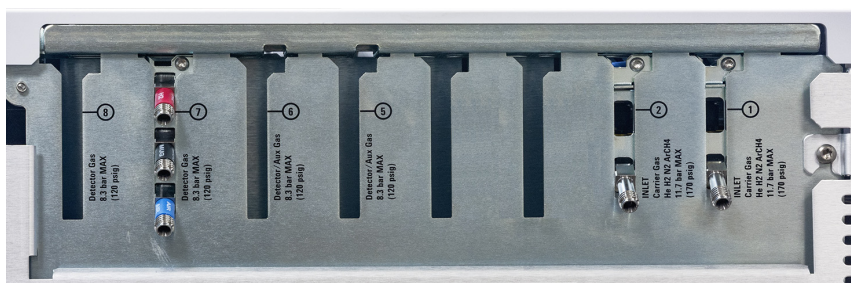


Figura 19. Ranuras para módulos EPC

Tabla 17 Módulos del EPC

Número	Uso
1	Módulo del inyector
2	Módulo del inyector
3	blanco
4	blanco
5	EPC auxiliar
6	Módulo del detector/EPC auxiliar
7	Módulo del detector
8	Módulo del detector

Presión máxima de funcionamiento

Con el fin de evitar un desgaste excesivo o la aparición de fugas, recomendamos que la presión constante máxima sea de 170 psi.

Controladores de presión auxiliares

El controlador de presión auxiliar (EPC auxiliar) es también un dispositivo de uso general. Dispone de tres canales regulados de presión directa independientes. Los canales se designan mediante números del 1 al 3.

Restrictores

El EPC auxiliar y el canal del PCM auxiliar usan restrictores de tipo frita para permitir un control de flujo preciso. Para funcionar de forma adecuada, debe haber una resistencia de flujo adecuada después del sensor de presión. Cada canal proporciona un restrictor de tipo frita. Hay cuatro fritas disponibles.

Tabla 18 Fritas de canal auxiliares

Marcado de fritas	Resistencia de flujo	Característica de flujo	A menudo utilizado con
Tres arandelas Azul	Alta	$3,33 \pm 0,3$ SCCM a 15 PSIG	Hidrógeno NPD
Dos arandelas Rojo	Media	$30 \pm 1,5$ SCCM H ₂ a 15 PSIG	Hidrógeno FID
Una arandela Marrón	Baja	400 ± 30 SCCM AIRE a 40 PSIG	Aire FID, Aire FPD+, QuickSwap, divisor, conmutador Deans
Ninguno (tubo de latón)	Cero	Sin restricción	Presurización del vial del espacio de cabeza

La frita de randela única (resistencia baja, flujo alto) está instalada en todos los canales del EPC auxiliar cuando se realiza el envío del instrumento (o del accesorio). No se envía ninguna frita en el canal auxiliar del PCM.

Cuando instale o sustituya una frita, utilice siempre una junta tórica nueva (5180-4181, 12/uds).

Selección de una frita

Las fritas cambian el rango de control de los canales. El objetivo consiste en encontrar una frita que permita el rango de flujos que se necesita con el suministro de una presión razonable.

- Si ha pedido un GC con canal auxiliar opcional, utilice la frita suministrada por la fábrica.
- Si ha pedido un canal auxiliar como accesorio (independiente del pedido del GC), consulte las instrucciones que acompañan al accesorio.
- En el caso de tratarse de un instrumento ajeno a Agilent, deberá realizar pruebas para encontrar la frita adecuada.

Cuando se cambia una frita, se modifican las características físicas del canal. Puede que sea conveniente o necesario cambiar los valores del PID para ese canal. Consulte **"PID"**.

Ejemplo: Uso de los canales del PCM

Los dos canales de un PCM son diferentes. El canal 1 se utiliza para *suministrar* una presión. El canal 2 puede utilizarse de la misma manera, aunque también puede utilizarse para *mantener* una presión mediante la inversión de las conexiones de entrada y salida.

Canal 1: Presión directa

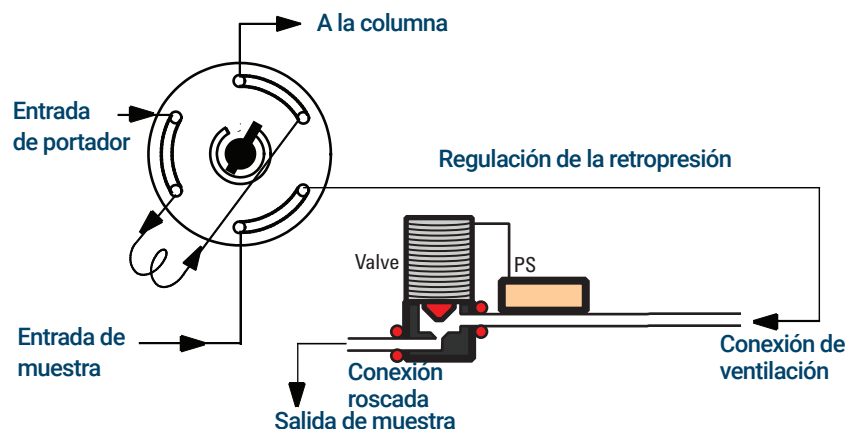
Idéntico al canal de gas portador para el inyector de columna empaquetada.

Canal 2: Canal de dos vías

Si se suministra gas por la conexión roscada y se suministra mediante las tuberías, funciona como un regulador de presión directa. No obstante, las conexiones pueden invertirse mediante determinados dispositivos, de manera que se mantenga fija la presión del gas suministrado. En este modo se comporta como una fuga controlada.

Esto puede servir para mantener el gas en una válvula de muestreo de gases a una presión fija, incluso si hubiera alguna variación en el suministro. El resultado es que se mejora la reproducibilidad de la cantidad de la muestra.

La figura muestra las conexiones con la válvula en la posición de carga.



PID

El comportamiento de un módulo de control de presión se regula mediante un conjunto de tres constantes, denominadas **P** (proporcional), **I** (integral), y **D** (diferencial).

Determinados gases o aplicaciones especiales (como por ejemplo presurización de vial de espacio de cabeza, divisor de flujo y aplicaciones de retroflujo) requieren el uso de valores de PID diferentes a los proporcionados en la fábrica.

Si necesita actualizar o cambiar los valores del PID neumático para una determinada aplicación, utilice el programa incluido en el DVD *Manuales del usuario y las Herramientas para el GC y GC/MS* que se suministra junto con el GC.

La tabla muestra un resumen de los valores personalizados del PID que se necesitan para determinadas aplicaciones. Tenga en cuenta que si actualiza un módulo auxiliar EPC, deberá cambiar la frita del canal utilizado. Consulte también "**Restrictores.**"

Tabla 19 PID y fritas

Aplicación	Módulo	Frita auxiliar	Seleccione valores del PID disponibles
Presurización del vial del espacio de cabeza	EPC auxiliar	Ningún color ni anillos	AUX_EPC_Headspace
Loop de muestreo del espacio de cabeza	PCM para el control de la retropresión		PCM_Headspace

- Descripción general de los inyectores 164
- Acerca del inyector split/splitless 165
 - Selección del liner del inyector S/SL correcto 165
- Acerca del inyector de columna empaquetada con purga 167
- Acerca del inyector de columna empaquetada 168
- Acerca del inyector de frío en columna 169
 - Modos de configuración del inyector COC 169
 - Precolumnas 169

Descripción general de los inyectores

Tabla 20 Comparación de inyectores

Inyector	Columna	Modo	Concentración de la muestra	Comentarios	Muestra a columna
Split/Splitless	Capilar	Split	Alta		Muy poca
		Split a pulsos*	Alta		Muy poca
		Splitless	Baja		Toda
		Splitless a pulsos*	Baja		Toda
Columna empaquetada con purga	Empaquetado	n/a	Cualquiera	Correcto, si la resolución no es crítica	Toda
	Capilares grandes	n/a	Cualquiera		Toda
Columna empaquetada	Empaquetado	n/a	Cualquiera		Toda
Frío en columna	Capilar	n/a	Baja o lábil	Discriminación y descomposición mínimas	Toda

* Los modos split a pulsos y splitless a pulsos no están disponibles para inyectores split/splitless en GC equipados con EPR (regulación electrónica de la neumática).

Acerca del inyector split/splitless

Este inyector se utiliza para análisis de split, splitless, splitless a pulsos o split a pulsos. Puede elegir el modo de funcionamiento de la lista de parámetros del inyector. El *modo split* se utiliza generalmente para análisis de componentes principales, mientras que el *modo splitless* se utiliza para análisis de trazas. Los *modos splitless a pulsos* y *split a pulsos* se utilizan para el mismo tipo de análisis que split o splitless, aunque permiten inyectar muestras más grandes. El *Modo de suspensión* se utiliza para crear métodos de suspensión, o si se requiere que todo el gas fluya hasta la columna.

NOTA

Los modos split a pulsos y splitless a pulsos no son compatibles con GC equipados con EPR (regulación electrónica de la neumática).



Este inyector está disponible en GC equipados con EPC (control electrónico de la neumática) y EPR (regulación electrónica de la neumática).

Selección del liner del inyector S/SL correcto

Liner del split

Un liner adecuado para el funcionamiento del modo split ofrecerá muy poca restricción al recorrido del flujo de split entre la base del liner y el sello de oro del inyector y entre el exterior del liner y el interior del cuerpo del puerto de inyección. El liner del split de Agilent preferente, referencia 5183-4647, incorpora una perla de posicionamiento de vidrio en la parte inferior para facilitar el proceso. Asimismo, incorporará lana de vidrio en el interior del liner que permita la vaporización completa de la muestra en todo el rango de puntos de ebullición de la muestra. Seleccione un liner adecuado en la [Tabla 21](#).

Tabla 21 Liners del modo split

Liner	Descripción	Volumen	Modo	Desactivado	Referencia
	Caída de presión baja – Perla de posicionamiento	870 µL	Split – Inyección rápida	Sí	5183-4647
	Diámetro interior 4 mm, fibra de vidrio	990 µL	Split – Inyección rápida	No	19251-60540
	Caída de presión baja, lana de vidrio	870 µL	Split	Sí	5190-2295

Liner splitless

NOTA

Los modos split a pulsos y splitless a pulsos no son compatibles con GC equipados con EPR (regulación electrónica de la neumática).

El volumen del liner debe contener el vapor del disolvente. El liner debe desactivarse para minimizar la descomposición de la muestra durante el tiempo de splitless. El volumen de vapor del disolvente puede reducirse mediante el uso del modo splitless a pulsos. Utilice la Calculadora de Volúmenes de Vapor para determinar los requisitos de volumen de vapor.

Volumen de vapor < 300 µL Utilice liner de 2 mm (volumen de 250 µL), 5181-8818 o similar.











Volumen de vapor 225 – 300 µL Considere el modo splitless a pulsos para reducir el volumen de vapor.

Volumen de vapor > 300 µL Utilice liner de 4 mm, 5062-3587 o similar.

Volumen de vapor > 800 µL Considere el modo splitless a pulsos para reducir el volumen de vapor.

Para muestras termolábiles o reactivas, utilice liners G1544-80700 (parte superior abierta) o G1544-80730 (puntas en la parte superior).

Tabla 22 Liners de modo splitless

Liner	Descripción	Volumen	Modo	Desactivado	Referencia
	Una sola punta, fibra de vidrio	900 uL	Splitless	Sí	5062-3587
	Una sola punta	900 uL	Splitless	Sí	5181-3316
	Dos puntas	800 uL	Splitless	Sí	5181-3315
	2 mm, cuarzo	250 uL	Splitless	No	18740-80220
	2 mm, cuarzo	250 uL	Splitless	Sí	5181-8818
	1,5 mm	140 uL	Inyección directa, purga y trampa, Espacio de cabeza	No	18740-80200
	Una sola punta, fibra de vidrio	900 uL	Splitless	Sí	5062-3587
	Una sola punta	900 uL	Splitless	Sí	5181-3316
	4 mm, una sola punta	Conexión de columna directa		Sí	G1544-80730
	4 mm, dos puntas	Conexión de columna directa		Sí	G1544-80700

Acercas del inyector de columna empaquetada con purga

El inyector se utiliza con columnas empaquetadas cuando no se requieren separaciones altamente eficientes. Asimismo, puede utilizarse con columnas capilares de orificio ancho, si son admisibles los flujos superiores a 10 mL/min.

El inyector se controla por flujo al usar una columna indefinida (columnas empaquetadas), y se controla por flujo o presión al usar columnas capilares.

Acercas del inyector de columna empaquetada

El inyector se utiliza con columnas empaquetadas cuando no se requieren separaciones altamente eficientes.

Se controla el flujo del inyector, independientemente de que la columna esté definida o no definida.

Este inyector solo está disponible en GC equipados con EPR (regulación electrónica de la neumática).

Acerca del inyector de frío en columna

Este inyector introduce muestras líquidas directamente en una columna capilar. Para este propósito, tanto el inyector como el horno deben estar fríos en el momento de la inyección, a una temperatura igual o inferior al punto de ebullición del disolvente.

Debido a que la muestra no se vaporiza inmediatamente en el inyector, se minimizan los problemas relacionados con la discriminación y la alteración de muestras. Si se realiza correctamente, la inyección de frío en columna también ofrece resultados exactos y precisos.

El inyector puede funcionar en modo de seguimiento del horno, en el que la temperatura del inyector sigue al horno de la columna, o pueden programarse hasta tres rampas de temperatura.

Modos de configuración del inyector COC

El hardware del inyector COC debe configurarse para uno de los tres usos, en función del tipo de inyección y tamaño de columna.

- 0,25 mm o 0,32 mm automatizado en columna.
- 0,53 mm automático en columna o precolumna.
- 0,2 mm manual.

Precolumnas

Puesto que la inyección de la muestra se realiza directamente en la columna, se sugiere encarecidamente el uso de una precolumna, o salvacolumna, para proteger la columna. Una precolumna es una columna desactivada conectada entre el inyector y la columna analítica. Si decide utilizar una, se recomienda que se instale al menos 1 m de precolumna por cada 1 mL de muestra inyectada. Puede consultarse la información para realizar pedidos de precolumnas en el catálogo de Agilent de consumibles y suministros.

Sensor de hidrógeno	172
Registros del instrumental	172
Calibración	172
Información de estado	172
Funcionamiento con un sistema de datos de Agilent	172

Sensor de hidrógeno

El módulo del sensor de hidrógeno opcional comprueba la presencia de hidrógeno libre sin quemar en el horno de la columna del GC. Durante el funcionamiento normal con hidrógeno como gas portador, las fugas desde los inyectores o detectores pueden llegar a provocar que se introduzca gas hidrógeno directamente en el horno. Las mezclas de hidrógeno y aire son potencialmente explosivas en concentraciones del 4-74,2% de hidrógeno por volumen. El sensor supervisa el nivel de hidrógeno libre en el horno e interrumpe todos los flujos de gas hidrógeno si el nivel de hidrógeno en el horno es $> 1\%$.

En el caso de una interrupción por seguridad del flujo de hidrógeno, el GC registra el evento en el registro de eventos.

Consulte el manual de *Resolución de problemas* para obtener más información sobre interrupciones en el GC y cómo borrar estos eventos.

El GC solo puede interrumpir los flujos de gas hidrógeno que hayan sido configurados correctamente. Configure siempre los tipos de gas usados en los inyectores, detectores, etc.

Registros del instrumental

El GC registrará los siguientes eventos del sensor de hidrógeno en su registro de eventos:

- Interrupciones por seguridad del flujo de hidrógeno provocadas por el sensor de hidrógeno
- Calibraciones
- Pruebas del sensor de hidrógeno

Calibración

Para que el sensor de hidrógeno ofrezca un rendimiento óptimo, requiere ser calibrado periódicamente. Si el sensor no estuviera calibrado puntualmente o si se realizara la calibración de forma errónea (por ejemplo, falta de gas de calibración), el sensor continuará funcionando según los datos de calibración que tenga en ese momento.

Información de estado

La pantalla de diagnósticos mostrará un aviso si la calibración se realiza de forma errónea.

Funcionamiento con un sistema de datos de Agilent

El uso del sensor de hidrógeno con un sistema de datos de Agilent proporciona funciones adicionales. Utilice el sistema de datos para:

- Imprimir informes de calibración. El informe incluye una gráfica de todos los datos de calibración almacenados en el GC.
- Acceder al control del calendario de calibración automatizado (encendido/apagado).
- Almacenar la información de número de lote y fecha de caducidad de la botella de gas de calibración.

- Visualizar la información de estado del sensor de hidrógeno en la interfaz de usuario del estado del GC. El estado muestra el nivel de hidrógeno actual (en porcentaje) y cualquier mensaje relacionado con el sensor de hidrógeno.
- Mostrar, si lo desea, el nivel de hidrógeno medido como una señal de diagnóstico.
- Visualizar e imprimir todas las entradas registradas de calibraciones, información sobre botellas y apagados.

- Acerca de la comprobación cromatográfica 176
- Para preparar una comprobación cromatográfica 177
- Para comprobar el rendimiento del FID 179
 - Cómo comprobar el rendimiento del FID con un inyector de columna empaquetada (PCI) 179
 - Cómo comprobar el rendimiento de un FID con inyector split/splitless o inyector de frío en columna empaquetada con purga 182
- Para comprobar el rendimiento del TCD 186
 - Cómo comprobar el rendimiento del TCD con un inyector de columna empaquetada (PCI) 186
 - Cómo comprobar el rendimiento de un TCD con un inyector split/splitless o inyector de frío en columna empaquetada con purga 188
- Cómo comprobar el rendimiento del NPD 192
- Cómo comprobar el rendimiento del ECD 195
- Cómo comprobar el rendimiento del FPD+ (muestra 5188-5953) 198
 - Preparación 198
 - Rendimiento del fósforo 198
 - Rendimiento del sulfuro 201
- Cómo comprobar el rendimiento del FPD+ (muestra 5188-5245, Japón) 203
 - Preparación 203
 - Rendimiento del fósforo 203
 - Rendimiento del sulfuro 206

Esta sección describe el procedimiento general para verificar el rendimiento frente a los estándares de fábrica originales. El proceso de comprobación aquí descrito asume un GC que ha estado en uso durante un periodo de tiempo. Por lo tanto, los procesos le piden que realice los acondicionamientos, reemplace el hardware consumible, instale la columna de verificación, etc.

Acerca de la comprobación cromatográfica

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

Las pruebas suponen lo siguiente:

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

Para preparar una comprobación cromatográfica

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

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

NOTA

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

- 1 Compruebe los indicadores/las fechas de las trampas de suministro de gas. Reemplace/reacondicione 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 23 Partes recomendadas para la comprobación según el tipo de inyector

Parte recomendada para la comprobación	Referencia
Inyector split/splitless	
Jeringa, 10 µL	5181-1267
Arandela	5188-5365
Septum	5183-4757
Liner	5190-2295
Inyector de columna empaquetada con purga	
Jeringa, 10 µL	5181-1267
Arandela	5080-8898
Septum	5183-4757
Inyector de columna empaquetada	
Jeringa, 10 µL	5181-1267
Arandela	5080-8898
Septum	5183-4757

Tabla 23 Partes recomendadas para la comprobación según el tipo de inyector

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

Tabla 24 Estándares para la comprobación

Estándar	Referencia	Número de ampollas
Comprobación del FID	5188-5372	3
Comprobación del TCD	18710-60170	3
Comprobación del ECD	18713-60040	3
Comprobación del NPD	18789-60060	3
Comprobación del FPD+ (metil-paratión)	5188-5953	3
Comprobación del espacio de cabeza OQ/PV	5182-9733	1

Para comprobar el rendimiento del FID

Dependiendo del inyector que se utilice, el rendimiento del FID se comprueba de forma diferente. En el caso de GC equipados con un inyector de columna empaquetada (PCI), utilice **“Cómo comprobar el rendimiento del FID con un inyector de columna empaquetada (PCI)”**. Para los otros tipos de inyectores, utilice **“Cómo comprobar el rendimiento de un FID con inyector split/splitless o inyector de frío en columna empaquetada con purga”**.

Cómo comprobar el rendimiento del FID con un inyector de columna empaquetada (PCI)

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Columna de evaluación, 10% OV-101, 5 ft, OD 1/8, ID 2 mm (G3591-81093)
 - FID MDL muestra (5188-5372)
 - 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 **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**).
- 2 Compruebe lo siguiente:
 - Chorro de columna empaquetada instalado. En caso contrario, seleccione e instale un chorro de columna empaquetada.
 - Adaptador instalado para columna empaquetada. En caso contrario, instálelo.
 - Gases de grado cromatográfico conectados y configurados: helio como gas portador, nitrógeno, hidrógeno y aire.
 - 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.
- 3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.
- 4 Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento para PCI en el Manual de mantenimiento.)
 - Acondicione térmicamente la columna de evaluación durante al menos 30 minutos a 180 °C. (Consulte el procedimiento para PCI en el Manual de mantenimiento.)
 - Asegúrese de configurar la columna.
- 5 Compruebe la señal de la línea base del FID. La salida debe ser de 5 pA a 20 pA y relativamente estable. Si utiliza un generador de gas o un gas ultra puro, la señal puede estabilizarse por debajo de 5 pA.) Si la salida está fuera del intervalo o es inestable, solucione este problema antes de continuar.
- 6 Si la salida es demasiado baja:
 - Compruebe que el electrómetro está encendido.

- Verifique que la llama todavía esté encendida.
- Compruebe que la señal está establecida para el detector correcto.

7 Cree o cargue un método con los valores de parámetros enumerados en **Tabla 25**.

Tabla 25 Comprobación de condiciones del FID - inyector de columna empaquetada

Columna y muestra	
Tipo	10% OV-101, 5 ft, OD 1/8, ID 2 mm (G3591-81093)
Muestra	FID MDL muestra (5188-5732)
Flujo de columna	20 mL/min
Modo de columna	Modo de flujo
Inyector de columna empaquetada	
Temperatura	250 °C
Detector	
Temperatura	300 °C
Flujo de H ₂	30 mL/min
Flujo de aire	400 mL/min
Flujo auxiliar (N ₂)	Desactivado
Modo	Flujo de auxiliar constante APAGADO
Llama	Activado
Desviación de encendido	2 pA normalmente
Horno	
Temperatura constante	180 °C
Tiempo	15 min


Tabla 25 Comprobación de condiciones del FID (continuación)- inyector de columna

Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 µL
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de la jeringa	10 µL
Prelavado del disolvente A	2
Pos lavado del disolvente A	2
Volumen de lavado del disolvente A	8 µL
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0,20
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	6000
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

- 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 muestreo con la interfaz del navegador.

- 9** Inicie el análisis.

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse  en la interfaz del navegador.

Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

a Pulse  para preparar el inyector para una inyección splitless.

b Cuando el GC esté listo, inyecte 1 µL de la muestra de comprobación y pulse  en la interfaz del navegador.

c El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas y con nitrógeno como gas auxiliar.

Cómo comprobar el rendimiento de un FID con inyector split/splitless o inyector de frío en columna empaquetada con purga

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413).
 - Evaluación del rendimiento del FID (comprobación) muestra (5188-5372).
 - 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 **"Para preparar una comprobación cromatográfica"**).
- 2 Compruebe lo siguiente:
 - Chorro de columna capilar instalada. En caso contrario, seleccione e instale un chorro de columna capilar.
 - Adaptador de columna capilar instalado. En caso contrario, instálelo.
 - Gases de grado cromatográfico conectados y configurados: helio como gas portador, nitrógeno, hidrógeno y aire.
 - 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.
- 3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte **"Para preparar una comprobación cromatográfica"**.
- 4 Instale la columna de evaluación.
 - Acondicione térmicamente la columna de evaluación durante al menos 30 minutos a 180 °C.
 - Asegúrese de configurar la columna.
- 5 Compruebe la señal de la línea base del FID. La salida debe ser de 5 pA a 20 pA y relativamente estable. Si utiliza un generador de gas o un gas ultra puro, la señal puede estabilizarse por debajo de 5 pA.) Si la salida está fuera del intervalo o es inestable, solucione este problema antes de continuar.
- 6 Si la salida es demasiado baja:
 - Compruebe que el electrómetro está encendido.
 - Verifique que la llama todavía esté encendida.
 - Compruebe que la señal está establecida para el detector correcto.
- 7 Cree o cargue un método con los valores de parámetros enumerados en **Tabla 26**.

Tabla 26 Condiciones de comprobación del FID

Columna y muestra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Muestra	Comprobación de FID 5188-5372
Flujo de columna	6.5 mL/min
Modo de columna	Flujo constante para GC equipados con EPC. Modo de presión constante (30 psi) para GC equipados con EPR.
Inyector split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Flujo de purga	40 mL/min
Tiempo de purga	0.5 min
Ahorro de gas	Desactivado
Inyector de columna empaquetada con purga	
Temperatura	250 °C
inyector de frío en columna	
Temperatura	Seguimiento de horno
Purga del septum	15 mL/min
Detector	
Temperatura	300 °C
Flujo de H2	30 mL/min
Flujo de aire	400 mL/min
Flujo auxiliar (N2)	25 mL/min
Desviación de encendido	2 pA normalmente
Horno	
Temperatura inicial	75 °C
Tiempo inicial	0.5 min
Tasa 1	20 °C/min
Temperatura final	190 °C
Tiempo final	0 min


Tabla 26 Condiciones de comprobación del FID

Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 (máximo)
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de la jeringa	10 µL
Prelavado del disolvente A	2
Pos lavado del disolvente A	2
Volumen de lavado del disolvente A	8
Prelavados del disolvente B	0
Pos lavados del disolvente B	0
Volumen de lavado del disolvente B	0
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0,20
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	6000
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



- 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 la interfaz del navegador del GC.

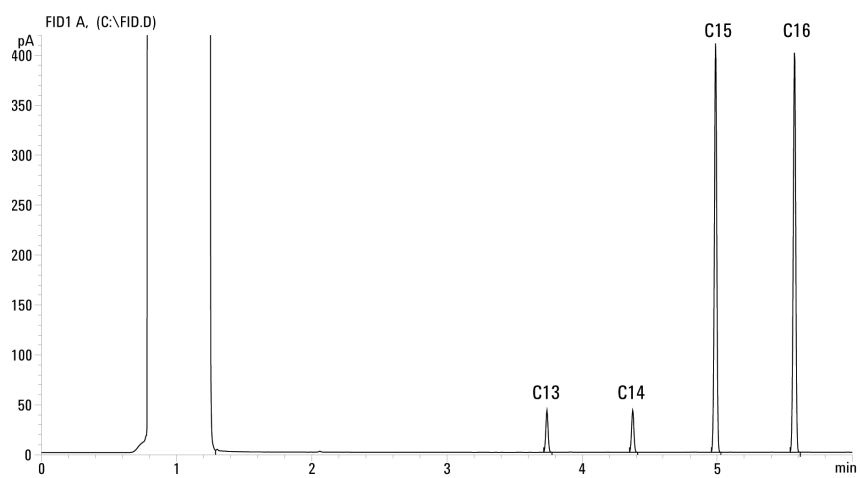
- 9 Inicie el análisis.

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse .

Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- a Seleccione  para preparar el inyector para una inyección splitless.
- b Cuando el GC esté listo, inyecte 1 µL de la muestra de comprobación y seleccione  en el GC.
- c El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas y con nitrógeno como gas auxiliar.

17 Comprobación cromatográfica



Para comprobar el rendimiento del TCD

Dependiendo del inyector que se utilice, el rendimiento del TCD se comprueba de forma diferente. En el caso de GC equipados con un inyector de columna empaquetada (PCI), utilice **“Cómo comprobar el rendimiento del TCD con un inyector de columna empaquetada (PCI)”**. Para los otros tipos de inyectores, utilice **“Cómo comprobar el rendimiento de un TCD con un inyector split/splitless o inyector de frío en columna empaquetada con purga”**.


Cómo comprobar el rendimiento del TCD con un inyector de columna empaquetada (PCI)

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Columna de evaluación, 10% OV-101, 5 ft, OD 1/8, ID 2 mm (G3591-81093)
 - Evaluación del rendimiento del FID/TCD (comprobación) muestra (18710-60170)
 - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector
 - Hexano de grado cromatográfico
 - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra
 - Helio de grado cromatográfico como gas portador, auxiliar o de referencia
 - Inyector y hardware del inyector (consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**).
- 2 Compruebe lo siguiente:
 - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador y gas de referencia.
 - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
 - Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con hexano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- 3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.
- 4 Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento para PCI en el Manual de mantenimiento.)
 - Acondicione térmicamente la columna de evaluación durante al menos 30 minutos a 180 °C. (Consulte el procedimiento para **PCI** en el Manual de mantenimiento.)
 - Configure la columna
- 5 Cree o cargue un método con los valores de parámetros enumerados en **Tabla 27**.



Tabla 27 Comprobación de condiciones del TCD - inyector de columna empaquetada

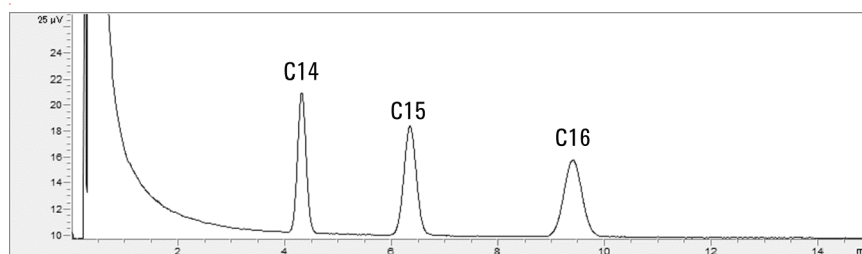
Columna y muestra	
Tipo	10% OV-101, 5 ft, OD 1/8, ID 2 mm (G3591-81093)
Muestra	Comprobación del FID/TCD 18710-60170
Flujo de columna	20 mL/min
Modo de columna	Modo de flujo
Inyector de columna empaquetada	
Temperatura	250 °C
Detector	
Temperatura	300 °C
Flujo de referencia (He)	20 mL/min
Flujo auxiliar (He)	Desactivado
Salida de la línea base	< 30 cuentas de pantalla en la OpenLAB CDS ChemStation Edition de Agilent (< 750 μ V)
Horno	
Temperatura constante	180 °C
Tiempo	15 min
Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 μ L
Volumen de inyección	1 μ L
Tamaño de la jeringa	10 μ L
Prelavado del disolvente A	2
Pos lavado del disolvente A	2
Volumen de lavado del disolvente A	8 μ L
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0,20
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	6000
Tiempo de parada de la pre-inyección	0
Tiempo de parada de la post-inyección	0
Inyección Manual	
Volumen de inyección	2 μ L
Sistema de datos	
Tasa de datos	5 Hz

- 6 Muestra la salida de señal. Se acepta una salida estable en cualquier valor entre 12,5 y 750 μV (incluidos).
- Si la salida de línea base es de $< 0,5$ unidades de visualización ($< 12,5 \mu\text{V}$), compruebe que el filamento del detector está encendido. Si la desviación sigue siendo de $< 0,5$ unidades de visualización ($< 12,5 \mu\text{V}$), su detector requiere servicio.
 - Si la salida de línea base es > 30 unidades de visualización ($> 750 \mu\text{V}$), puede que haya contaminación química que contribuye en la señal. Limpie el TCD térmicamente. Si después de varias limpiezas sigue sin dar una señal aceptable, compruebe la pureza del gas. Utilice gases de mayor pureza y/o instale trampas.
- 7 Si utiliza un sistema de datos, prepare el sistema de datos para realizar un análisis utilizando el método de comprobación cargado. Asegúrese de que el sistema de datos producirá un cromatograma.
- 8 Inicie el análisis.

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse  en el GC.

Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- Haga clic en  para preparar el inyector para una inyección splitless.
- Cuando el GC esté listo, inyecte 1 μL de la muestra de comprobación y pulse  en el GC.
- El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.



Cómo comprobar el rendimiento de un TCD con un inyector split/splitless o inyector de frío en columna empaquetada con purga

- Prepare lo siguiente:
 - Columna de evaluación, HP-5 30 m \times 0,32 mm \times 0,25 μm (19091J-413)
 - Evaluación del rendimiento del FID/TCD (comprobación) muestra (18710-60170)
 - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector
 - Hexano de grado cromatográfico
 - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra
 - Helio de grado cromatográfico como gas portador, auxiliar o de referencia
 - Inyector y hardware del inyector; consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.

- 2 Compruebe lo siguiente:
 - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador y gas de referencia.
 - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
 - Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con hexano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- 3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte **"Para preparar una comprobación cromatográfica"**.
- 4 Instale la columna de evaluación.
 - Acondicione térmicamente la columna de evaluación durante al menos 30 minutos a 180 °C.
 - Configure la columna
- 5 Cree o cargue un método con los valores de parámetros enumerados en **Tabla 28**.


Tabla 28 Condiciones de comprobación del TCD

Columna y muestra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Muestra	Comprobación del FID/TCD 18710-60170
Flujo de columna	6.5 mL/min
Modo de columna	Flujo constante para GC equipados con EPC. Modo de presión constante (30 psi) para GC equipados con EPR.
Inyector split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Flujo de purga	60 mL/min
Tiempo de purga	0.75 min
Inyector de columna empaquetada con purga	
Temperatura	250 °C
inyector de frío en columna	
Temperatura	Seguimiento del horno
Purga del septum	15 mL/min



Tabla 28 Condiciones de comprobación del TCD (continuación)

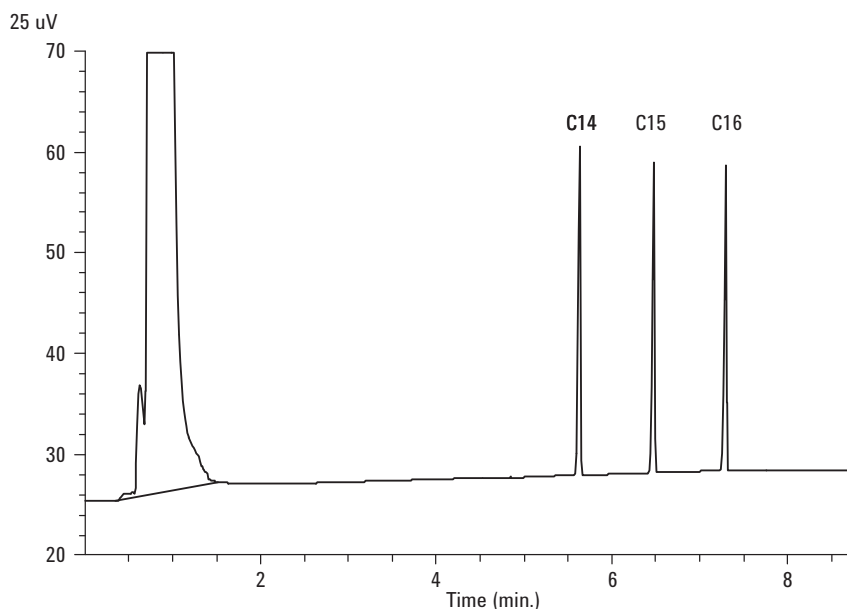
Detector	
Temperatura	300 °C
Flujo de referencia (He)	30 mL/min
Flujo auxiliar (He)	2 mL/min
Salida de la línea base	< 30 cuentas de pantalla en la OpenLAB CDS ChemStation Edition de Agilent (< 750 μ V)
Horno	
Temperatura inicial	75 °C
Tiempo inicial	0.5 min
Tasa 1	20 °C/min
Temperatura final	190 °C
Tiempo final	6,25 min
Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 (máximo)
Volumen de inyección	1 μ L
Tamaño de la jeringa	10 μ L
Prelavado del disolvente A	2
Pos lavado del disolvente A	2
Volumen de lavado del disolvente A	8
Prelavados del disolvente B	0
Pos lavados del disolvente B	0
Volumen de lavado del disolvente B	0
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0,20
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	6000
Tiempo de parada de la pre-inyección	0
Tiempo de parada de la post-inyección	0
Inyección Manual	
Volumen de inyección	1 μ L
Sistema de datos	
Tasa de datos	5 Hz

- 6 Muestra la salida de señal. Se acepta una salida estable en cualquier valor entre 12,5 y 750 μV (incluidos).
 - Si la salida de línea base es de $< 0,5$ unidades de visualización ($< 12,5 \mu\text{V}$), compruebe que el filamento del detector está encendido. Si la desviación sigue siendo de $< 0,5$ unidades de visualización ($< 12,5 \mu\text{V}$), su detector requiere servicio.
 - Si la salida de línea base es > 30 unidades de visualización ($> 750 \mu\text{V}$), puede que haya contaminación química que contribuye en la señal. Limpie el TCD térmicamente. Si después de varias limpiezas sigue sin dar una señal aceptable, compruebe la pureza del gas. Utilice gases de mayor pureza y/o instale trampas.
- 7 Si utiliza un sistema de datos, prepare el sistema de datos para realizar un análisis utilizando el método de comprobación cargado. Asegúrese de que el sistema de datos producirá un cromatograma.
- 8 Inicie el análisis.

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse .

Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- a Seleccione  para preparar el inyector para una inyección splitless.
- b Cuando el GC esté listo, inyecte 1 μL de la muestra de comprobación y seleccione  en la pantalla táctil.
- c El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.



Cómo comprobar el rendimiento del NPD

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm (19091J-413).
 - Evaluación del rendimiento del NPD (comprobación) muestra (18789-60060).
 - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector.
 - Asotano de grado cromatográfico.
 - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra.
 - Inyector y hardware del inyector; consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.
- 2 Compruebe lo siguiente:
 - Chorro de columna capilar instalada. En caso contrario, seleccione e instale un chorro de columna capilar.
 - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, nitrógeno, hidrógeno y aire.
 - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
 - Vial de 4-mL con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- 3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.
- 4 Retire las tapas protectoras de las válvulas de distribución del inyector.
- 5 Instale la columna de evaluación.
 - Acondicione térmicamente la columna de evaluación durante al menos 30 minutos a 180 °C.
 - Asegúrese de configurar la columna
- 6 Cree o cargue un método con los valores de parámetros enumerados en **Tabla 29**.

Tabla 29 Condiciones de comprobación del NPD

Columna y muestra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm (19091J-413)
Muestra	Comprobación del NPD 18789-60060
Modo de columna	Flujo constante
Flujo de columna	6,5 mL/min (helio)

Tabla 29 Condiciones de comprobación del NPD (continuación)


Inyector split/splitless	
Temperatura	200 °C
Modo	Splitless
Flujo de purga	60 mL/min
Tiempo de purga	0.75 min
Inyector de columna empaquetada con purga	
Temperatura	200 °C
inyector de frío en columna	
Temperatura	Seguimiento de horno
Purga del septum	15 mL/min
Detector	
Temperatura	300 °C
Flujo de H2	3 mL/min
Flujo de aire	60 mL/min
Flujo auxiliar (N2)	Auxiliar + columna = 3 mL/min
Salida	20 unidades de visualización (20 pA)
Horno	
Temperatura inicial	60 °C
Tiempo inicial	0 min
Tasa 1	20 °C/min
Temperatura final	200 °C
Tiempo final	3 min

Tabla 29 Condiciones de comprobación del NPD (continuación)



Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 (máximo)
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de la jeringa	10 µL
Prelavado del disolvente A	2
Pos lavado del disolvente A	2
Volumen de lavado del disolvente A	8
Prelavados del disolvente B	0
Pos lavados del disolvente B	0
Volumen de lavado del disolvente B	0
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0,20
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	6000
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

7 Si utiliza un sistema de datos, prepare el sistema de datos para realizar un análisis utilizando el método de comprobación cargado. Asegúrese de que el sistema de datos producirá un cromatograma.

8 Inicie el análisis.

Si está realizando una inyección utilizando un muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o cree una secuencia de muestra y pulse  en la interfaz del navegador.

Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- a** Seleccione  para preparar el inyector para una inyección splitless.
- b** Cuando el GC esté listo, inyecte 1 µL de la muestra de comprobación y pulse .
- c** El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.

Cómo comprobar el rendimiento del ECD




- 1 Prepare lo siguiente:
 - Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413).
 - Evaluación del rendimiento del ECD (comprobación) muestra (18713-60040, Japón 5183-0379).
 - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector.
 - Asotano de grado cromatográfico.
 - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra.
 - Inyector y hardware del inyector; consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.
- 2 Compruebe lo siguiente:
 - Limpie el liner de mezcla indentado de sílice fundida. En caso contrario, instálelo.
 - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, nitrógeno como gas auxiliar.
 - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
 - Vial de 4-mL con tapón de difusión relleno con hexano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- 3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.
- 4 Instale la columna de evaluación.
 - Acondicione térmicamente la columna de evaluación durante al menos 30 minutos a 180 °C.
 - Asegúrese de configurar la columna.
- 5 Visualice la salida de señal para determinar la salida de la línea de base. Se acepta una salida de la línea de base estable entre los valores 0,5 y 1000 Hz (unidades de visualización OpenLAB CDS ChemStation Edition) (incluidos).
 - Si la salida de la línea de base es < 0,5 Hz, compruebe que el electrómetro está encendido. Si la desviación sigue siendo de < 0,5 Hz, su detector requiere servicio.
 - Si la salida de línea base es > 1000 Hz, puede que haya contaminación química que contribuye en la señal. Acondicione térmicamente el ECD. Si después de varias limpiezas sigue sin dar una señal aceptable, compruebe la pureza del gas. Utilice gases de mayor pureza y/o instale trampas.
- 6 Cree o cargue un método con los valores de parámetros enumerados en **Tabla 30**.

Tabla 30 Condiciones de comprobación del ECD

Columna y muestra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Muestra	Comprobación del ECD (18713-60040 o Japón: 5183-0379)
Modo de columna	Flujo constante
Flujo de columna	6,5 mL/min (helio)
Inyector split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Flujo de purga	60 mL/min
Tiempo de purga	0.75 min
Inyector de columna empaquetada con purga	
Temperatura	250 °C
inyector de frío en columna	
Temperatura	Seguimiento de horno
Purga del septum	15 mL/min
Detector	
Temperatura	300 °C
Flujo auxiliar (N2)	25 mL/min (constante + auxiliar)
Salida de la línea base	Debería ser < 1000 cuentas de visualización. En Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 1000 Hz)
Horno	
Temperatura inicial	80 °C
Tiempo inicial	0 min
Tasa 1	15 °C/min
Temperatura final	180 °C
Tiempo final	10 min

Tabla 30 Condiciones de comprobación del ECD (continuación)

Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 (máximo)
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de la jeringa	10 µL
Prelavado del disolvente A	2
Pos lavado del disolvente A	2
Volumen de lavado del disolvente A	8
Prelavados del disolvente B	0
Pos lavados del disolvente B	0
Volumen de lavado del disolvente B	0
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0,20
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	6000
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

- 7 Si utiliza un sistema de datos, prepare el sistema de datos para realizar un análisis utilizando el método de comprobación cargado. Asegúrese de que el sistema de datos producirá un cromatograma.
- 8 Inicie el análisis.
 Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse .
 Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):
 - a Seleccione  para preparar el inyector para una inyección splitless.
 - b Cuando el GC esté listo, inyecte 1 µL de la muestra de comprobación y pulse .
- 9 El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas. Faltará el pico de Aldrin cuando utilice la muestra japonesa 5183-0379.

Cómo comprobar el rendimiento del FPD+ (muestra 5188-5953)

Para comprobar el rendimiento del FPD+, primero compruebe el rendimiento del fósforo y luego el del azufre.

Preparación

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413).
 - Evaluación del rendimiento del FPD+ (comprobación), muestra (5188-5953), 2,5 mg/L ($\pm 0,5\%$) metil paratión en isooctano.
 - Filtro de fósforo.
 - Filtro de sulfuro y espaciador de filtro.
 - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector.
 - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra.
 - Asotano de grado cromatográfico para disolvente de lavado de jeringa.
 - Inyector y hardware del inyector; consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.
- 2 Compruebe lo siguiente:
 - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, nitrógeno, hidrógeno y aire.
 - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
 - Vial de 4-mL con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- 3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.
- 4 Verifique que la **desviación de encendido** se haya establecido correctamente. Normalmente, debe ser de 2,0 pA para el método de comprobación.
- 5 Instale la columna de evaluación.
- 6 Regule el horno, el inyector y el detector a 250 °C y acondicione térmicamente durante 15 minutos como mínimo.
- 7 Asegúrese de configurar la columna.

Rendimiento del fósforo

- 1 Si aun no está instalado, instale el filtro de fósforo.
- 2 Cree o cargue un método con los valores de parámetros enumerados en **Tabla 31**.

Tabla 31 FPD+ Condiciones de comprobación (P)

Columna y muestra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Muestra	Comprobación de FPD (5188-5953)
Modo de columna	Flujo constante
Flujo de columna	6,5 mL/min
Inyector split/splitless	
Temperatura	180 °C Split/splitless
Modo	Splitless
Flujo de purga	60 mL/min
Tiempo de purga	0.75 min
Inyector de columna empaquetada con purga	
Temperatura	180 °C
inyector de frío en columna	
Temperatura	Seguimiento de horno
Purga del septum	15 mL/min
Detector	
Temperatura	200 °C (activado)
Flujo de hidrógeno	60 mL/min (activado)
Flujo de aire (oxidante)	60 mL/min (activado)
Modo	Flujo de auxiliar constante APAGADO
Flujo auxiliar	60 mL/min (activado)
Tipo de gas auxiliar	Nitrógeno
Llama	Activado
Desviación de encendido	2 pA normalmente
Voltaje del PMT	Activado
Bloque de emisión	125 °C

Tabla 31 FPD+ Condiciones de comprobación (continuación)(P)

Horno	
Temperatura inicial	70 °C
Tiempo inicial	0 min
Tasa 1	25 °C/min
Temperatura final 1	150 °C
Tiempo final 1	0 min
Tasa 2	5 °C/min
Temperatura final 2	190 °C
Tiempo final 2	7 min
Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 (máximo)
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de la jeringa	10 µL
Prelavado del disolvente A	2
Pos lavado del disolvente A	2
Volumen de lavado del disolvente A	8
Prelavados del disolvente B	0
Pos lavados del disolvente B	0
Volumen de lavado del disolvente B	0
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0,20
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	6000
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

- 3 Encienda la llama del FPD+, si no está encendida.
- 4 Muestra el monitor y la salida de señal. Esta salida normalmente se encuentra en torno a 10. Espere mientras la salida se estabiliza. Esto tarda aproximadamente 1 hora.


Si la salida es demasiado alta:

- Compruebe la instalación de la columna. Si está instalada demasiado alta, la fase estacionaria se quema en la llama y aumenta la salida medida.
- Compruebe si hay fugas.
- Acondicione térmicamente el detector y la columna a 250°C.
- Flujos incorrectos establecidos para el filtro instalado.



Si la salida de la línea base es cero, compruebe que el electrómetro está encendido y la llama arde.

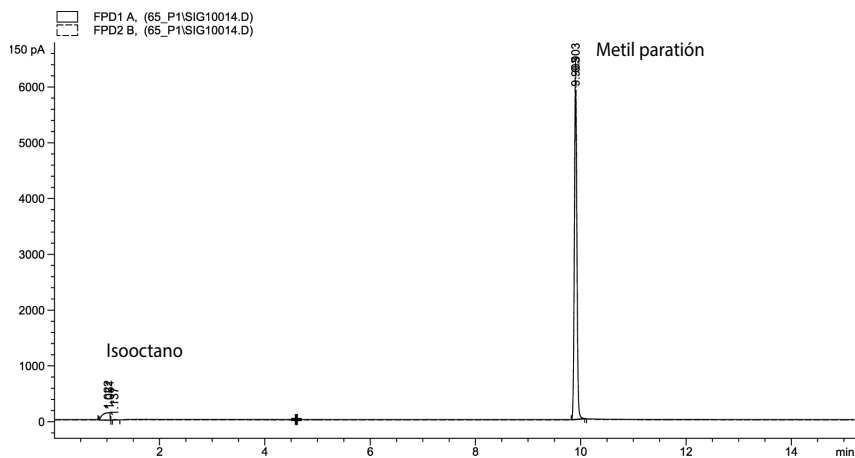
- 5 Si utiliza un sistema de datos, prepare el sistema de datos para realizar un análisis utilizando el método de comprobación cargado. Asegúrese de que el sistema de datos producirá un cromatograma.

- 6 Inicie el análisis.

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse .

Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- a Seleccione  para preparar el inyector para una inyección splitless.
- b Cuando el GC esté listo, inyecte 1 µL de la muestra de comprobación y pulse .
- c El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.



Rendimiento del sulfuro

- 1 Instale el filtro de azufre y el espaciador de filtro.
- 2 Encienda la llama del FPD+, si no está encendida.
- 3 Muestra el monitor y la salida de señal. Esta salida normalmente funciona entre 50 y 60 pero puede llegar hasta 70. Espere mientras la salida se estabiliza. Esto tarda aproximadamente 1 hora.

Si la salida es demasiado alta:

- Compruebe la instalación de la columna. Si está instalada demasiado alta, la fase estacionaria se quema en la llama y aumenta la salida medida.


17 Comprobación cromatográfica

- Compruebe si hay fugas.
- Acondicione térmicamente el detector y la columna a 250°C.
- Flujos incorrectos establecidos para el filtro instalado.



Si la salida de la línea base es cero, compruebe que el electrómetro está encendido y la llama arde.

- 4 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.

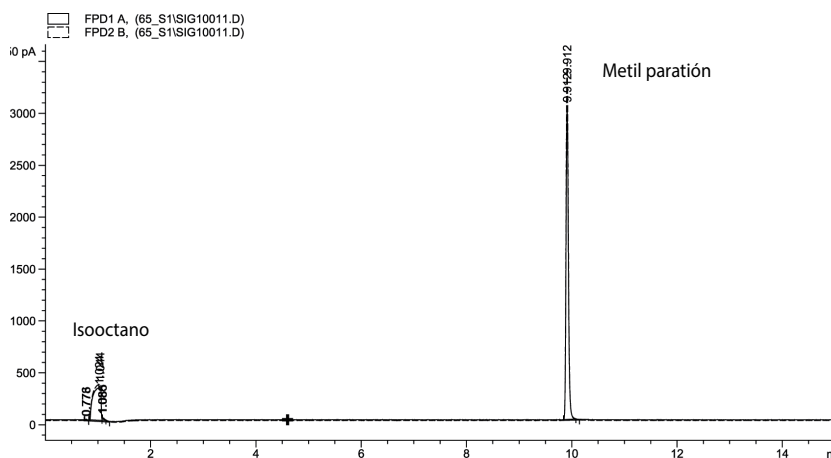
- 5 Inicie el análisis.

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse .

Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- a Seleccione  para preparar el inyector para una inyección splitless.
- b Cuando el GC esté listo, inyecte 1 µL de la muestra de comprobación y pulse .

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



Cómo comprobar el rendimiento del FPD+ (muestra 5188-5245, Japón)

Para comprobar el rendimiento del FPD+, primero compruebe el rendimiento del fósforo y luego el del azufre.

Preparación

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Columna de evaluación, DB5 15 m × 0,32 mm × 1,0 µm (123-5513).
 - Evaluación del rendimiento del FPD (comprobación), muestra (5188-5245, Japón), composición: n-Dodecano 7499 mg/L (± 5%), Dodecanotiol 2,0 mg/L (± 5%), Tributildifosfato 2,0 mg/L (± 5%), tert-Butildisulfuro 1,0 mg/L (± 5%), en isooctano como disolvente.
 - Filtro de fósforo.
 - Filtro de sulfuro y espaciador de filtro.
 - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector.
 - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra.
 - Asotano de grado cromatográfico para disolvente de lavado de jeringa.
 - Inyector y hardware del inyector; consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.
- 2 Compruebe lo siguiente:
 - Gases de grado cromatográfico conectados y configurados: helio como gas portador, nitrógeno, hidrógeno y aire.
 - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
 - Vial de 4-mL con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- 3 Reemplace las partes consumibles (liner, séptum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte **“Para preparar una comprobación cromatográfica”**.
- 4 Verifique que la desviación de encendido se haya establecido correctamente. Normalmente, debe ser de 2,0 pA para el método de comprobación.
- 5 Instale la columna de evaluación.
 - Regule el horno, el inyector y el detector a 250 °C y acondicione térmicamente durante 15 minutos como mínimo.
- 6 Configure la columna.

Rendimiento del fósforo

- 1 Si aun no está instalado, instale el filtro de fósforo.
- 2 Cree o cargue un método con los valores de parámetros enumerados en **Tabla 32**.

Tabla 32 FPD+ Condiciones de comprobación del fósforo

Columna y muestra	
Tipo	DB-5MS, 15 m × 0,32 mm × 1,0 μm (123-5513)
Muestra	Comprobación del FPD (5188-5245)
Modo de columna	Flujo constante
Flujo de columna	7.5 mL/min
Inyector split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Flujo de purga total	69,5 mL/min
Flujo de purga	60 mL/min
Tiempo de purga	0.75 min
Inyector de columna empaquetada con purga	
Temperatura	250 °C
inyector de frío en columna	
Temperatura	Seguimiento del horno
Purga del septum	15 mL/min
Detector	
Temperatura	200 °C (activado)
Flujo de hidrógeno	60.0 mL/min (activado)
Flujo de aire (oxidante)	60.0 mL/min (activado)
Modo	Flujo de auxiliar constante apagado
Flujo auxiliar	60.0 mL/min (activado)
Tipo de gas auxiliar	Nitrógeno
Llama	Activado
Desviación de encendido	2 pA normalmente
Voltaje del PMT	Activado
Bloque de emisión	125 °C

Tabla 32 FPD+ Condiciones de comprobación del fósforo (continuación)

Horno	
Temperatura inicial	70 °C
Tiempo inicial	0 min
Tasa 1	10 °C/min
Temperatura final	105 °C
Tiempo final	0 min
Tasa 2	20 °C/min
Temperatura final 2	190 °C
Tiempo final 2	7,25 min para sulfuro 12,25 min para fósforo
Ajustes de ALS (si está instalado)	
Lavados de la muestra	2
Bombeos de la muestra	6
Volumen del lavado de la muestra	8 (máximo)
Volumen de inyección	1 µL
Tamaño de la jeringa	10 µL
Prelavado del disolvente A	2
Pos lavado del disolvente A	2
Volumen de lavado del disolvente A	8
Prelavados del disolvente B	0
Pos lavados del disolvente B	0
Volumen de lavado del disolvente B	0
Modo de inyección (7693A)	Normal
Volumen de espacio de aire (7693A)	0,20
Retraso de viscosidad	0
Velocidad de suministro de inyección (7693A)	6000
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

- 3 Encienda la llama del FPD+, si no está encendida.
- 4 Muestra el monitor y la salida de señal. Esta salida normalmente se encuentra en torno a 10. Espere mientras la salida se estabiliza. Esto tarda aproximadamente 1 hora.


Si la salida es demasiado alta:

- Compruebe la instalación de la columna. Si está instalada demasiado alta, la fase estacionaria se quema en la llama y aumenta la salida medida.
- Compruebe si hay fugas.
- Acondicione térmicamente el detector y la columna a 250°C.
- Flujos incorrectos establecidos para el filtro instalado.



Si la salida de la línea base es cero, compruebe que el electrómetro está encendido y la llama arde.

- 5 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.

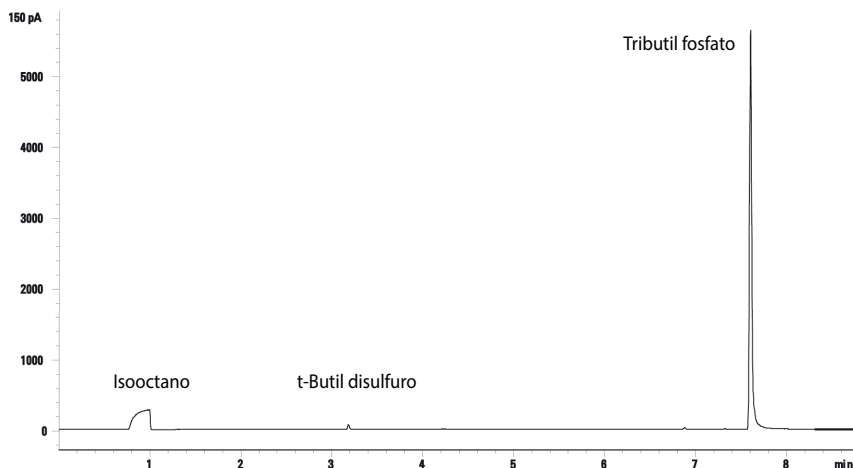
- 6 Inicie el análisis.

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse .

Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- a Seleccione  para preparar el inyector para una inyección splitless.
- b Cuando el GC esté listo, inyecte 1 µL de la muestra de comprobación y pulse .

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



Rendimiento del sulfuro

- 1 Instale el filtro de azufre.
- 2 Encienda la llama del FPD+, si no está encendida.
- 3 Muestra el monitor y la salida de señal. Esta salida normalmente funciona entre 50 y 60 pero puede llegar hasta 70. Espere mientras la salida se estabiliza. Esto tarda aproximadamente 2 hora.

Si la salida es demasiado alta:

- Compruebe la instalación de la columna. Si está instalada demasiado alta, la fase estacionaria se quema en la llama y aumenta la salida medida.


17 Comprobación cromatográfica

- Compruebe si hay fugas.
- Acondicione térmicamente el detector y la columna a 250°C.
- Flujos incorrectos establecidos para el filtro instalado.



Si la salida de la línea base es cero, compruebe que el electrómetro está encendido y la llama arde.

- 4 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.

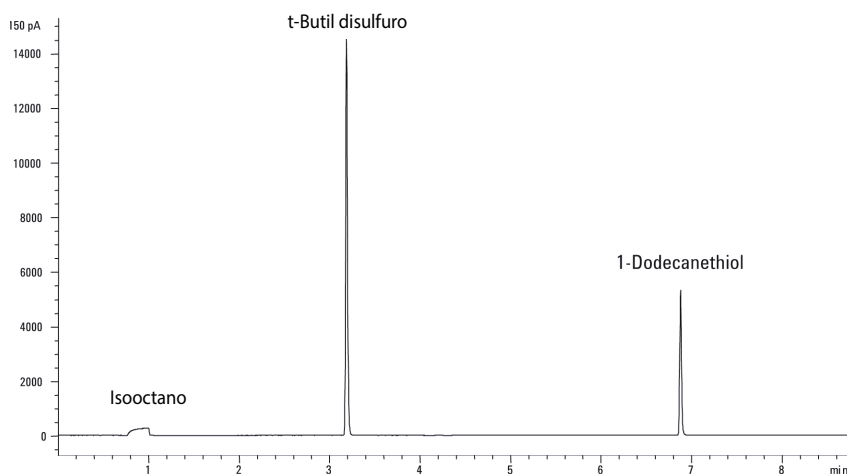
- 5 Inicie el análisis.

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse .

Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- a Seleccione  para preparar el inyector para una inyección splitless.
- b Cuando el GC esté listo, inyecte 1 μL de la muestra de comprobación y pulse .

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



Factores de conversión de unidades para FPD+ y ECD **210**

Factores de conversión del FPD+ **210**

Factor de conversión del ECD **211**

Cómo usar los factores de conversión **212**

Referencias **213**

El GC 8860 cumple con los siguientes estándares de la empresa:
Q31/0115000033C005-2016-02.

La prueba de metrología china del GC 8860 se realiza según el estándar de la empresa Q31/0115000033C005-2016-02. En este capítulo se proporciona información y técnicas para determinar adecuadamente el ruido y la desviación cuando se pruebe un FPD+ o un ECD.

Factores de conversión de unidades para FPD+ y ECD

En el momento de esta publicación, la prueba de metrología china necesita las métricas de ruidos y desviación que se muestran a continuación:

Detector	Unidades del informe
FID	A
TCD	mV
NPD	A
FPD+	A
ECD	mV

No obstante, la recogida de datos se debe realizar mediante la señal digital de salida disponible a través del GC y del sistema de datos. Para el FID, NPD y TCD, el sistema de datos proporciona los datos en las unidades que se desee. No obstante, para el ECD y el FPD+, Agilent informa de la señal de salida a su sistema de datos en “unidades de visualización” (DU). En esta sección se describe cómo convertir/escalar los resultados digitales del FPD+ y del ECD para que sean coherentes con los requisitos de la metrología china.

Los factores de conversión del FPD+ y el ECD convierten la señal de salida digital de las unidades de visualización del sistema de datos de Agilent a un valor absoluto de intensidad o tensión. Agilent ha desarrollado los factores de conversión de manera empírica, en base a las mediciones de un único sistema que emite simultáneamente datos analógicos y digitales. Los factores de conversión incluyen también:

- La escala de conversión que se aplica a las señales analógicas respecto a las digitales
- Una configuración para rango de señales analógicas de 5 (2⁵) en el GC
- El filtro exclusivo del 35900 ADC
- Las diferencias de ancho de banda (BW) que se asocian al canal digital del GC (5 Hz) y al canal analógico del 35900 ADC (3 Hz)

Las diferencias en el ancho de banda del canal entre las señales analógica y digital se pueden considerar de la forma siguiente:

$$BW = \text{canal del 35900 ADC} / \text{canal digital del GC} = \sqrt{(3 \text{ Hz} / 5 \text{ Hz})} = 0.7$$

Factores de conversión del FPD+

El factor de conversión del FPD+, es el mismo tanto si se usa el filtro de fósforo como el de azufre:

$$\text{FPD+ (fósforo): } 1 \text{ DU} = 1 \times 10^{-12} \text{ A}$$

$$\text{FPD+ (azufre): } 1 \text{ DU} = 1 \times 10^{-12} \text{ A}$$

Factor de conversión del ECD

En el caso del ECD, el estándar de la metrología china se estableció en base a un modelo anterior de ECD. Agilent establece una relación entre unidades de visualización y hercios (la unidad base del ECD) con una proporción diferente para el ECD en comparación con el ECD empleado para desarrollar el estándar. El ECD establece una relación de 1 DU por 1 Hz, mientras que el ECD antiguo establecía una relación de 1 DU por 5 Hz. Por lo tanto, la conversión también incluye la diferencia de la señal digital del informe entre el ECD y el ECD. Para convertir la señal del ruido del ECD a un valor comparable con el de las especificaciones del CMC, utilice la fórmula siguiente:

ECD: 1 DU = 0.2 mV

El factor de conversión del ECD muestra que el factor de conversión comparable para el ECD debería ser $1 \text{ mV/DU} = 1 \text{ mV/1 Hz}$.

Cómo usar los factores de conversión

Para usar los factores de conversión, multiplique el ruido ASTM del canal de señal digital del GC que figura en el informe del sistema de datos de Agilent por el factor de conversión adecuado.

Por ejemplo, si aplica los factores de conversión del FPD+ y del ECD a una muestra estadística de los resultados de los ruidos digitales medidos para ambos detectores en Agilent:

Ruido ASTM medio del FPD+, DU^{12} : 1,54

Ruido ASTM medio del ECD, DU^3 : 0,16

Aplicar los factores de conversión:

FPD+: $1.54 \text{ DU} \times (1 \times 10^{-12} \text{ A/1 DU}) = 1.54 \times 10^{-12} \text{ A}$

ECD: $0,16 \text{ DU} \times (0,2 \text{ mV/1 DU}) = 0,032 \text{ mV}$

- 1 Los datos de Agilent para el ruido del FPD+ en este ejemplo solo representan el modo sulfuro.
- 2 Los datos recogidos con fines comparativos se deberán adquirir con una desviación de FPD+ nominal de < 100 DU en el modo azufre y de < 20 DU en el modo fósforo y con una velocidad de transferencia de datos de 5 Hz.
- 3 Los datos recogidos con fines comparativos se deberán adquirir con una línea base del FPD de menos de 150 DU y con una velocidad de transferencia de datos de 5 Hz.

Referencias

"Calculation of Performance Factors for the HP 6890 Gas Chromatograph Using Different Data Handling Devices" Agilent Technologies publication 5964-0282E.

"Calculation of Performance Factors for the HP 6890 Gas Chromatograph Using Different Data Handling Devices" Agilent Technologies publication 5091-9207E.

"Calculation of Performance Factors for the HP 6890 Gas Chromatograph Using Different Data Handling Devices" Agilent Technologies publication 5965 8901E.

Los términos de la **Tabla 33** se utilizan en la descripción de este producto. Los agrupamos aquí para su comodidad.

Tabla 33 Términos

Término	Definición
ADC	Convertidor analógico a digital
ALS	Muestreador automático de líquidos
AS	Muestreador automático
BCD	Decimal con codificación binaria
COC	Inyector de frío en columna
DHCP	Protocolo de creación de host dinámico
ECD	Detector de captura de electrones
ELVDS	Puerto para comunicaciones externas con MSD de Agilent
EMF	Mantenimiento preventivo asistido
EPC	Control electrónico de la neumática
EPR	Regulación electrónica de la neumática
FID	Detector de ionización de llama
FPD+	Detector fotométrico de llama plus
GC	Cromatógrafo de gases
HS	muestreador de cabeza (Headspace)
LAN	Red de área local
LUI	Interfaz de usuario local
LVDS	Señalización diferencial de baja tensión
MS	Espectrómetro de masas
MSD	Detector selectivo de masas
NPD	Detector de nitrógeno-fósforo
NTP	Temperatura y presión normales (25 °C y 1 atmósfera)
PCI	Inyector de columna empaquetada
PCM	Módulo de control de presión
PID	Proporcional, integral y diferencial
PP	Inyector de empaquetadas con purga
PTFE	Politetrafluoroetileno
SSL	Inyector split/splitless
TCD	Detector de conductividad térmica

Esta página ha sido dejada en blanco deliberadamente.

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Segunda edición, julio de 2019



G2790-95014

