

Espectrómetro AA Agilent 55B

Guía del usuario



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc.
1997, 2000, 2002, 2009, 2010, 2012 y
2013, 2016, 2017

No se permite la reproducción de parte alguna de este manual bajo ninguna forma ni por ningún medio (incluido 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.

Referencia del manual

8510154100

Edición

Duodécima edición, diciembre de 2016

Impreso en Malasia

Agilent Technologies Australia [M] Pty
Ltd

679 Springvale Road

Mulgrave, Victoria 3170, Australia

www.agilent.com

Garantía

El material contenido en este documento se proporciona “tal como es” y está sujeto a modificaciones, sin previo aviso, en ediciones futuras. Además, hasta el máximo permitido por la ley aplicable, Agilent rechaza cualquier garantía, expresa o implícita, en relación con este manual y con cualquier información contenida en el mismo, incluido, 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, utilización o uso de este documento o de cualquier información contenida en el mismo. En el caso que Agilent y el usuario tengan un acuerdo escrito separado 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 separado.

Licencias sobre la tecnología

El hardware y/o software descritos en este documento se suministran bajo una licencia y pueden utilizarse o copiarse únicamente de acuerdo con las condiciones de tal licencia.

Leyenda de derechos restringidos

En caso de que se utilice el software como parte de un contrato principal o subcontrato del gobierno de los EE.UU., se proporciona el software y se otorga licencia al mismo como “Software informático comercial”, tal y como se define en DFAR 252.227-7014 (junio de 1995), o bien como “artículo comercial”, como se define en FAR 2.101(a) o como “Software informático restringido” como se define en FAR 52.227-19 (junio de 1987) o cualquier otra normativa o cláusula de contrato de organismo oficial equivalente. El uso, la duplicación o la divulgación del software están sujetos a los términos de licencia comercial estándares de Agilent Technologies; los

departamentos y agencias de los EE.UU., salvo el Departamento de Defensa, no recibirán más derechos que los restringidos, tal y como se define en FAR 52.227-19(c)(1-2) (junio de 1987). Los usuarios del gobierno de los EE.UU. no recibirán más derechos que los limitados, tal y como se define en FAR 52.227-14 (junio de 1987) o en DFAR 252.227-7015 (b)(2) (noviembre de 1995), según sea de aplicación en los datos técnicos que hubiera.

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de **PRECAUCIÓN** indica un peligro. Advierte sobre un procedimiento de operación, una práctica o similar que, si no se realiza correctamente o no se pone en práctica, puede provocar daños en el producto o la pérdida de datos importantes. No avance más allá de un aviso de **PRECAUCIÓN** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de **ADVERTENCIA** indica un peligro. Advierte sobre un procedimiento de operación, una práctica o similar que, si no se realiza correctamente o no se pone en práctica, puede provocar daños personales o la muerte. No avance más allá de un aviso de **ADVERTENCIA** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

Contenido

1. Peligros y prácticas seguras	13
Verificación del estado de seguridad	14
Peligros eléctricos	14
Calor, vapores y humos	15
Gases comprimidos y bombonas	16
Tubos y conexiones para gas	17
Radiación ultravioleta	18
Otros	18
Símbolos de advertencia	19
Conformidad CE	20
Compatibilidad electromagnética	21
EN55011/CISPR11	21
ICES/NMB-001	22
Funcionamiento con llama	22
Disolventes inflamables	22
Gases comprimidos y bombonas	24
Acetileno	25
Óxido nitroso	26
Quemadores	26
Nebulizador	27
Trampa de líquidos	28
Peligros relacionados con el calor	29
Ácido perclórico	29

Contenido

Retroexpansiones	31
2. Introducción	35
Requisitos de preparación de instalaciones	35
Documentación	36
Convenciones	36
Especificaciones	36
Especificaciones ambientales	37
Suministros de gas	38
3. Instalación	39
Descripción general del instrumento	40
Conexiones	41
Alimentación	42
Mover el instrumento	43
Compartimento de lámparas	43
Lámparas de cátodo hueco	44
Lámpara de D ₂	45
Compartimento de la muestra	46
Nebulizador	46
Cámara de nebulización	49
Quemador	58
Panel frontal del compartimento de la muestra	60
Protector de llama	60
4. Interfaz	63
Introducción	63
Pantalla	64

Teclado	67
Páginas del sistema de AA Agilent 55B	69
Página Load Method	69
Página Instrument Parameters	69
Página Measurement Parameters	71
Página Options	72
Página Optimization	75
Página Calibration Parameters	76
Página Results	76
Desplazamiento por la interfaz	78
Cambio de una página a otra	78
Selección de menús	78
Movimiento de un campo a otro	79
5. Funcionamiento	81
Lista de comprobación anterior al análisis	81
Arranque del sistema	82
Desarrollo de método	83
Selección del idioma de la interfaz	83
Carga de un método	83
Configuración de los parámetros del instrumento	84
Configuración de los parámetros de medida	85
Definición de los patrones de calibración	86
Guardar o eliminar métodos	87
Optimización	87
Alineación de lámparas	88
Alineación del quemador	90
Encendido de la llama	90

Contenido

Optimización de la señal de la llama	92
Configuración del nebulizador	93
Ajuste de alto vacío	93
Ajuste de bajo vacío	94
Configuración de la tasa de absorción cero	95
Configuración de la tasa de absorción para disolventes orgánicos	95
Comprobaciones de rendimiento	96
Calibración del método	96
Medida manual de patrones	97
Medida de patrones con SIPS 10	97
Visualización del gráfico de calibración	98
Nuevo cálculo de la pendiente de calibración	98
Medida de la muestra	99
Medida manual de muestras	99
Medida de muestras con SIPS	100
Resultados	100
Impresión de los resultados	100
Salida a un sistema LIMS	101
Apagado del sistema	102
6. Mantenimiento	103
Programa de mantenimiento	103
A diario	103
Semanalmente	104
Una vez al año	104
Limpieza	104
General	104

Ventanas	104
Filtros	105
Quemadores	105
Limpieza del quemador	105
Nebulizador	107
Tarea de mantenimiento rutinaria	107
Extracción del bloque del nebulizador	108
Desmontaje del nebulizador	109
Limpieza de un nebulizador bloqueado	110
Nuevo montaje del nebulizador	111
Bola de impacto	112
Extracción de la bola de impacto	113
Instalación y ajuste de la bola de impacto	115
Cámara de nebulización	116
Desmontaje de la cámara de nebulización	117
Limpieza de la cámara de nebulización	117
Suministros de gas	118
Lámpara de D ₂	118
Fusibles	120
7. Piezas de repuesto	123
Introducción de muestras	123
Otros	126
Cubiertas/Puertas	126
Fusibles	126
Varios	126

8. Resolución de problemas/errores	127
Problemas habituales	127
Mensajes de Error	130
0804 LIMS port error (Error del puerto LIMS)	130
2851 SIPS comms error (Error de comunicaciones SIPS)	130
3800 EEPROM storage error (Error de almacenamiento EEPROM)	131
5004 Signals not increasing (Las señales no aumentan)	131
5005 Slope test failure (Fallo en la prueba de pendiente)	131
5006 Calibration fit failure (Fallo de ajuste de la calibración)	131
5008 Reslope signal out of range (Señal de nuevo cálculo de pendiente fuera de rango)	132
6000 Check HC lamp selection (Comprobar selección de lámpara HC)	132
9159 EEPROM checksum zero w/ (Puesta a cero de la suma de comprobación de la longitud de onda)	132
9160 EEPROM checksum mono correction (Corrección de la suma de comprobación del monocromador)	132
9307 RBC/Mains frequency below 48Hz (Frecuencia de RBC/corriente por debajo de 48 Hz)	132
9308 RBC/Mains frequency (Frecuencia de RBC/corriente)	133
9309 RBC/Mains frequency above 62Hz (Frecuencia de RBC/corriente por encima de 62 Hz)	133
9310 Optical RBC frequency (Frecuencia de la óptica del RBC)	134
9311 Instrument Fault +12V PSU (Fallo del instrumento +12V PSU)	134
9312 Instrument Fault -12V PSU (Fallo del instrumento +12V PSU)	134

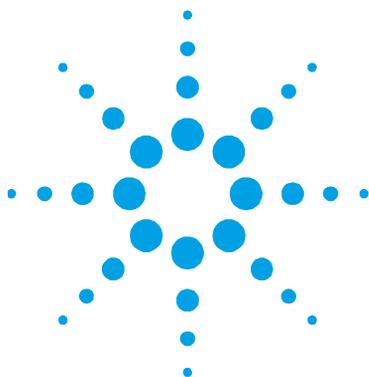
9313 Instrument Fault 5V PSU (Fallo del instrumento +12V PSU)	134
9316 Wavelength out of range (Longitud de onda fuera de rango)	134
9317 No Peak: Low HC Lamp Energy (Ausencia de pico: baja energía de lámpara HC)	135
9318 No Peak: High HC Lamp Energy (Ausencia de pico: alta energía de lámpara HC)	135
9319 No Peak: Low BC Lamp Energy (Ausencia de pico: baja energía de lámpara BC)	135
9320 No Peak: High BC Lamp Energy (Ausencia de pico: alta energía de lámpara BC)	136
9321 No Peak: Low HC Lamp Energy (Ausencia de pico: baja energía de lámpara HC)	136
9322 No Peak: High HC Lamp Energy (Ausencia de pico: alta energía de lámpara HC)	136
9323 Low Emission: No Peak (Baja emisión: ningún pico)	137
9324 High Emission: No Peak (Alta emisión: ningún pico)	137
9329 No Peak detected (Ningún pico detectado)	138
9330 No Peak detected (Ningún pico detectado)	138
9337 Instrument Fault 310V PSU (Fallo del instrumento +12V PSU)	139
9339 Mono resetting. Please wait (Restablecimiento del monocromador. Espere)	139
9415 Instrument Fault: Lamp code (Fallo del instrumento: código de lámpara)	139
9422 Instrument Fault: Lamp current (Fallo del instrumento: corriente de lámpara)	140
9514 Instrument Signal saturation (Saturación de la señal del instrumento)	140
9517 Low HC Lamp Energy (Baja energía de lámpara HC)	140

9518 High HC Lamp Energy (Alta energía de lámpara HC)	141
9524 Low BC Lamp Energy (Baja energía de lámpara BC)	141
9525 High BC Lamp Energy (Alta energía de lámpara BC)	141
9527 Instrument Fault: EHT failed (Fallo del instrumento: fallo de EHT)	142
9528 Background Lamp failed (Error en lámpara de fondo)	142
9529 Background Lamp interlock (Protector de la lámpara de fondo)	142
9530 Instrument Fault: Signal diagnostics (Fallo del instrumento: diagnóstico de la señal)	142
9531 No Lamp Current detected (No se detecta corriente en la lámpara)	142
9602 Instrument Fault: Mono Datum (Fallo del instrumento: dato del monocromador)	143
9911 No Burner Fitted (Ningún quemador acoplado)	143
9912 N ₂ O Burner not fitted (Quemador de N ₂ O no instalado)	143
9914 No Gas Control Unit (No hay unidad de control del gas)	143
9915 Flame Shield Open (Protector de llama abierto)	143
9916 Fault: Gas pressure sensor (Avería: sensor de presión del gas)	144
9917 No Oxidant gas pressure (No hay presión del gas oxidante)	144
9920 Fault: Flame detected (Avería: detectada llama)	144
9921 Flame Out Detected (Detectado apagado de llama)	144
9922 Flame Shutdown: Gas type (Apagado de la llama: tipo de gas)	145
9923 Flame Ignition Timeout (Ignición de la llama: agotado tiempo de espera)	145
9934 Flame Shutdown: host offline (Apagado de la llama: host OFF-LINE)	145

9937 Flame Pressure Relief Bung (Tapón de alivio de presión de llama)	145
9938 Liquid Trap Not Ready (La trampa de líquidos no está lista)	146
9xxx GPIB Fault (Avería en GPIB)	146
9xxx Instrument Error (Error del instrumento)	146
9xxx SpectrAA Error (Error del SpectrAA)	146
En esta guía	148

Contenido

Esta página se ha dejado intencionadamente en blanco.



1. Peligros y prácticas seguras

Verificación del estado de seguridad	14
Peligros eléctricos	14
Calor, vapores y humos	15
Gases comprimidos y bombonas	16
Tubos y conexiones para gas	17
Radiación ultravioleta	18
Otros	18
Símbolos de advertencia	19
Conformidad CE	20
Compatibilidad electromagnética	21
Funcionamiento con llama	22
Disolventes inflamables	22
Gases comprimidos y bombonas	24
Acetileno	25
Óxido nitroso	26
Quemadores	26
Nebulizador	27
Trampa de líquidos	28
Peligros relacionados con el calor	29
Ácido perclórico	29
Retroexpansiones	31

Se han diseñado el instrumento AA Agilent 55B y sus accesorios cuidadosamente de modo que, si se usan correctamente, se obtendrá un sistema analítico preciso, rápido, flexible y seguro.

Si el equipo se utiliza de un modo distinto al especificado por el fabricante, la protección que ofrece el equipo puede quedar anulada.

El funcionamiento de un espectrómetro de absorción atómica puede implicar el uso de gases comprimidos, llamas y materiales peligrosos tales como fluidos corrosivos y líquidos inflamables. El uso no cualificado, inadecuado o negligente de este instrumento puede provocar peligros de explosión, de incendio o de otro tipo, que pueden ser causa de muerte o de heridas graves en el personal o producir daños serios en el equipo y la propiedad.

Con el instrumento y con los manuales de uso, así como en los manuales de los accesorios de Agilent, se proporciona información sobre las prácticas de seguridad. Antes de usar el instrumento o los accesorios, lea estas prácticas de seguridad en su totalidad.

Siga en todo momento las prácticas de seguridad de interés.

Verificación del estado de seguridad

Las siguientes precauciones de seguridad generales deben aplicarse durante todas las fases de funcionamiento, mantenimiento y reparación de este instrumento.

Para garantizar que el instrumento continúa siendo seguro después de los procedimientos de mantenimiento o reparación, verifique que el instrumento se devuelve a un estado seguro para el usuario. Esto incluye realizar comprobaciones de rendimiento con el fin de verificar que los sistemas de seguridad de los instrumentos funcionan correctamente. Verifique el estado general del instrumento durante su funcionamiento por si hubiera desgaste o signos de corrosión que pudieran afectar a su uso o su seguridad.

Si no se cumplen estas normas o los avisos específicos que aparecen en diversas partes de este manual, se invalidan los estándares de seguridad de diseño, fabricación y utilización de este instrumento. Agilent Technologies no se responsabiliza del incumplimiento de estos requisitos por parte del usuario.

Peligros eléctricos

El instrumento y los accesorios contienen circuitos, dispositivos y componentes eléctricos que funcionan con voltajes peligrosos. El contacto con estos circuitos, dispositivos y componentes puede causar la muerte, heridas graves o un choque eléctrico doloroso.

Solo los técnicos de mantenimiento de Agilent pueden abrir los paneles o tapas fijados con cierres que precisen el uso de una herramienta para su retirada. Consulte los manuales o las etiquetas del producto suministradas con el PC, monitor, impresora/plotter, sistema de refrigeración de agua y bomba de vacío (en su caso) para determinar a qué piezas puede acceder el usuario.

La aplicación de un voltaje de alimentación equivocado, una conexión del instrumento a una salida incorrectamente cableada o la falta de una conexión a tierra adecuada pueden provocar un riesgo de incendio o una descarga eléctrica potencialmente grave, y podría dañar gravemente al instrumento y al equipo auxiliar que tenga conectado.

Utilice siempre un enchufe trifásico con una conexión a tierra con la potencia adecuada para la carga. La instalación debe respetar los reglamentos de seguridad locales, regionales y nacionales.

No conecte el instrumento a la fuente de alimentación eléctrica hasta que compruebe que la tensión de funcionamiento está ajustada correctamente para la fuente de alimentación eléctrica en la toma de corriente específica del laboratorio a la que se va a conectar el equipo.

Calor, vapores y humos

El calor, los vapores y los humos generados pueden ser peligrosos, tóxicos o dañinos para el personal.

El calor, los vapores y los humos deberán extraerse del instrumento por medio de un sistema de escape. El instrumento deberá conducir los gases hacia una disposición autónoma de campana colectora, conductos y ventilador de escape. El sistema debe conducir los gases hacia el exterior, nunca hacia el interior del edificio. Disponga la salida del sistema de modo que el escape no pueda volver a acceder al edificio a través de ninguna puerta, ventana, entrada de aire acondicionado u otro ventilador. Monte el sistema siguiendo las normativas locales en cuanto a ventilación.

El sistema de escape debe poder proporcionar una velocidad de ventilación de escape de al menos 6 metros cúbicos por minuto (200 scfm). Sitúe el ventilador de escape al menos a 3 metros (10 pies) de la llama y lo más próximo posible a la salida. El motor deberá montarse alejado de los gases calientes; no deberán usarse piezas plásticas, pues se fundirían. Disponga un amortiguador de contracorriente en el extremo de salida del sistema. Equipe la fuente de alimentación del ventilador de escape con una luz piloto situada inmediatamente adyacente al instrumento que indique si el ventilador de escape está encendido o apagado. Ponga SIEMPRE en marcha el ventilador de escape ANTES de encender la llama.

Utilice tubos ignífugos que cumplan las normativas locales de prevención de incendios. Disponga los tubos alejados de las alarmas antiincendios, de las cabezas de rociadores y de otros dispositivos sensibles al calor. No realice uniones por soldadura en los tubos, pues el escape caliente del conducto podría fundir la unión.

Compruebe periódicamente el sistema de escape realizando un test de humo para asegurarse de que funciona correctamente.

Durante el uso del espectrómetro de absorción atómica, tenga SIEMPRE la chimenea correctamente dispuesta para garantizar la debida ventilación.

Gases comprimidos y bombonas

Todos los gases comprimidos (aparte del aire) pueden crear un peligro si se escapan a la atmósfera. Incluso las pequeñas pérdidas de los sistemas de suministro de gas pueden representar un peligro. Cualquier fuga puede crear un riesgo de explosión o de incendio o bien originar una atmósfera con déficit de oxígeno. Tales peligros pueden ser causa de muerte, lesiones graves o asfixia, provocar efectos anestésicos y dañar seriamente el equipo y la propiedad.

Las bombonas se deben almacenar y manejar siguiendo estrictamente los códigos y normativas locales de seguridad. Las bombonas se deben utilizar y almacenar solo en posición vertical. Asegure las bombonas a una estructura fija o a un soporte diseñado específicamente para bombonas.

La zona de almacenamiento de las bombonas debe estar correctamente ventilada para evitar cualquier acumulación tóxica o explosiva. Para mover las bombonas, utilice un carrito con el diseño adecuado.

Mantenga las bombonas en un lugar fresco. Esta norma es aplicable a todas las bombonas de gas comprimido. Las bombonas disponen de una válvula de seguridad que libera su contenido si la temperatura supera los 52 °C (125 °F).

Asegúrese de que todas las bombonas estén debidamente etiquetadas de modo que no quede duda sobre su contenido. Si la etiqueta de la bombona es ilegible, no utilice la bombona y devuélvala a su proveedor. Asegúrese en todo momento de que tiene la bombona adecuada antes de conectarla al instrumento.

Si se suministra aire desde un compresor, es necesario extraer toda la humedad del aire antes de suministrarlo al módulo de control de gas. La humedad puede afectar a los tubos y componentes internos del sistema de control de gas y crear una situación potencialmente peligrosa.

Utilice solo reguladores y conectores aprobados.

No intente recargar las bombonas.

Recuerde que, para las conexiones de las bombonas, los conectores de rosca de la izquierda se utilizan para el combustible y los de la derecha, para los gases auxiliares.

Una vez finalizado el programa analítico, o al final de la jornada laboral, asegúrese siempre de que el suministro de gas esté apagado en las bombonas.

Tubos y conexiones para gas

Incluso las pequeñas pérdidas de los sistemas de suministro de gas pueden representar un peligro. Cualquier fuga puede crear un riesgo de explosión o de incendio o bien originar una atmósfera con déficit de oxígeno. Tales peligros pueden ser causa de muerte, lesiones graves o asfixia, provocar efectos anestésicos y dañar seriamente el equipo y la propiedad.

Peligros y prácticas seguras

Utilice solo reguladores y conectores aprobados. En caso de duda, consulte con su proveedor de gas local o con su representante local de Agilent.

Asegúrese de que todos los conectores de gas y conductos estén correctamente montados.

Disponga los tubos de gas de modo que no se dañen, se pisen o se puedan caer cosas encima de ellos.

No utilice en ningún caso tubos deshilachados o dañados.

Realice pruebas de fuga en todas las juntas y sellos cada día antes de usar el instrumento. Compruebe si hay fugas con un cepillo y agua jabonosa o con una disolución de detección de fugas. NUNCA utilice una llama desnuda para comprobar si hay fugas.

Radiación ultravioleta

Las llamas, las lámparas de cátodo hueco y las lámparas de deuterio emiten radiación ultravioleta peligrosa. Esta radiación puede provocar graves daños en los ojos y en la piel de las personas.

Lleve siempre puestas gafas de seguridad conformes con una norma aprobada y certificadas o garantizadas de otro modo para proteger sus ojos de la radiación UV. Nunca mire directamente hacia la luz emitida por una lámpara de cátodo hueco.

Al utilizar una llama, use siempre el espectrómetro con el protector de llama cerrado y el panel frontal y la chimenea del compartimento de la muestra colocados.

Otros

Otros mensajes aparecen en el manual donde corresponda y detallan avisos, información específica del tema o sugerencias útiles.

NOTA

El mensaje "Nota" proporciona orientación o información.

Símbolos de advertencia

A continuación se incluye una lista de los símbolos que aparecen junto a los mensajes de aviso en este manual y en el espectrómetro. Al lado del símbolo se describe el peligro al cual hace referencia. El comienzo del texto de la advertencia viene indicado por un icono de advertencia:

ADVERTENCIA

Las advertencias se marcan con un símbolo triangular. Los significados de los símbolos que aparecen junto a las advertencias en la documentación o en el mismo instrumento son los siguientes:



Líquido corrosivo



Descarga eléctrica



Peligro para los ojos



Peligro de explosión



Riesgo de incendio



*Material muy pesado
(peligro para los pies)*



*Material muy pesado
(peligro para las manos)*



Superficie caliente



Piezas móviles



Gas nocivo



Peligro tóxico

El siguiente símbolo puede aparecer en las etiquetas de advertencia adheridas al instrumento. Cuando vea este símbolo, consulte el manual de funcionamiento o de mantenimiento pertinente para saber cuál es el procedimiento correcto a seguir en relación con esta etiqueta de aviso.



Peligros y prácticas seguras

En el instrumento aparecen los siguientes símbolos informativos.

	Corriente de red encendida
	Corriente de red apagada
	Fusible
	Corriente alterna monofásica
	Llama apagada
	Llama encendida
	Indica que la lámpara está presente.
	Precaución, desconecte todas las fuentes de alimentación, riesgo de descarga eléctrica
	Corriente de fuga alta; verifique la correcta conexión a tierra

Conformidad CE

Su instrumento AA Agilent ha sido diseñado para cumplir los requisitos de la directiva de compatibilidad electromagnética (EMC) y la directiva de baja tensión -seguridad eléctrica- (conocida frecuentemente como LVD) de la Unión Europea. Agilent ha confirmado que cada producto cumple las directivas relevantes mediante la realización de pruebas con un prototipo y comparando con las normas EN (European Norm) prescritas.

Se indica que el producto cumple con estas directivas mediante lo siguiente:

- la marca CE que aparece en la parte posterior del producto, y
- el paquete de documentación que acompaña al producto, que contiene una copia de la Declaración de conformidad. La Declaración de conformidad es la declaración legal por parte de Agilent según la cual el producto cumple las directivas indicadas anteriormente, y muestra las normas EN con las que se ha probado el producto para demostrar la conformidad.

Compatibilidad electromagnética

EN55011/CISPR11

Equipo ISM del grupo 1: el grupo 1 contiene todo el equipo ISM en el cual se genera y/o usa intencionadamente energía de radiofrecuencia acoplada conductivamente, necesaria para el funcionamiento interno del propio equipo.

El **equipo de Clase A** es el equipo idóneo para su uso en todos los establecimientos salvo en los domésticos y en los directamente conectados a una fuente de alimentación de baja tensión que suministre a edificios usados con fines domésticos.

Este dispositivo cumple los requisitos de CISPR11, Grupo 1, Clase A, como equipo profesional de radiación. En consecuencia, podría haber dificultades potenciales para garantizar la compatibilidad electromagnética en otros entornos, debido a perturbaciones conducidas y radiadas.

El funcionamiento queda sujeto a las dos condiciones siguientes:

- 1 Este dispositivo no debe causar interferencias dañinas.
- 2 Este dispositivo debe aceptar cualquier interferencia recibida, incluso las que causen un funcionamiento indeseado.

Si este equipo causa una interferencia dañina en la recepción de radio o televisión, lo que puede determinarse apagando y encendiendo el equipo, se aconseja al usuario que pruebe una o varias de las siguientes medidas:

Peligros y prácticas seguras

- 1 Reubique la radio o la antena.
- 2 Aleje el dispositivo de la radio o del televisor.
- 3 Enchufe el dispositivo en una toma eléctrica diferente, de modo que el dispositivo y la radio o el televisor se encuentren en circuitos eléctricos diferentes.
- 4 Asegúrese de que todos los dispositivos periféricos también estén certificados.
- 5 Asegúrese de que se usen los cables correspondientes para conectar el dispositivo al equipo periférico.
- 6 Consulte con el distribuidor de su equipo, con Agilent Technologies o con un técnico experto si necesita ayuda.

Los cambios o modificaciones no aprobados expresamente por Agilent Technologies podrían anular la autoridad del usuario para usar el equipo.

ICES/NMB-001

Este dispositivo ISM cumple con la normativa canadiense ICES-001.

Cet appareil ISM est conforme à la norme NMB-001 du Canada.

Funcionamiento con llama

Disolventes inflamables

El uso no cualificado, inadecuado o negligente de disolventes inflamables en el espectrómetro de absorción atómica o en sus proximidades puede provocar peligros de explosión y riesgos de incendios. Estos pueden provocar la muerte o lesiones o quemaduras personales graves.

Recuerde en todo momento que la combinación de una llama y disolventes inflamables puede suponer un riesgo grave. Deberán seguirse estrictamente todas las prácticas de seguridad relevantes que rigen el uso de disolventes inflamables.

Para reducir la posibilidad de incendio o explosión:

- Al seleccionar inicialmente un disolvente orgánico, elija uno que tenga el punto de llama más alto y sea conforme con sus requisitos analíticos.
- Nunca utilice un disolvente con gravedad específica inferior a 0,75.
- Nunca deje contenedores sin tapar o disolventes inflamables cerca del quemador. A la hora de aspirar dichos disolventes, utilice siempre un contenedor tapado e introduzca el capilar a través de un orificio de 2 mm de diámetro en la tapa. Utilice siempre el menor volumen de disolvente según sus requisitos analíticos.
- Utilice siempre tubos resistentes a disolventes, como goma de nitrilo, para el sistema de drenaje y el venteo de vapor. Dirija el tubo de drenaje a un recipiente de recogida de residuos de cuello ancho adecuado (como se describe en el párrafo siguiente). El tubo de laboratorio de plástico convencional que se incluye con el instrumento no es adecuado para el drenaje de disolventes orgánicos o para el venteo de vapores orgánicos. Si se utilizan disoluciones orgánicas o tóxicas en la cámara de nebulización, el tubo de venteo debe conectarse al venteo de vapor en la trampa de líquidos y dirigirse a un sistema de escape activo. No dirija el tubo de vapor al recipiente de recogida de residuos. Si no utiliza líquidos tóxicos o peligrosos en la cámara de nebulización, deje sin tapar el venteo de vapor.
- Utilice recipientes de recogida de residuos pequeños de cuello ancho y vacíelos con frecuencia; no acumule volúmenes grandes de disolventes inflamables. No utilice recipientes de recogida de residuos de vidrio, sino de material que no estalle en caso de retroexpansión. Los recipientes de metal se corroen y resulta difícil determinar el nivel de líquido que contienen. Asegúrese de que el recipiente de recogida de residuos esté por debajo del instrumento y situado en una posición abierta y bien ventilada donde pueda verlo. Nunca sitúe el recipiente en un espacio confinado. Una vez finalizado el programa analítico, o al final de la jornada laboral, vacíe siempre el recipiente de recogida de residuos.

Peligros y prácticas seguras

- Una vez finalizado el programa analítico, o al final de la jornada laboral, vacíe siempre y limpie la trampa de líquidos.
- No mezcle residuos de ácido nítrico o perclórico con residuos de disolventes orgánicos.
- Mantenga limpios la ranura del quemador, la cámara de nebulización y la trampa de líquidos.
- Utilice siempre el encendedor interno para prender la llama, pues su funcionamiento indica que se han satisfecho todas las protecciones de seguridad.

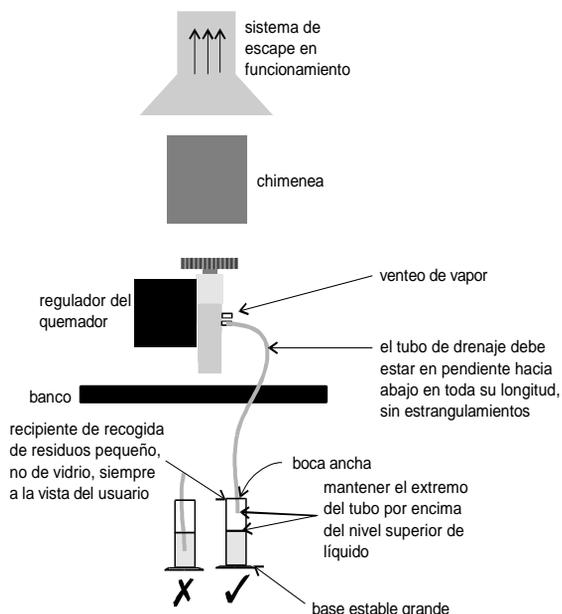


Figura 1. Cómo deben disponerse el drenaje y el venteo

Gases comprimidos y bombonas

Este espectrómetro debe usarse solamente con aire, óxido nítrico y acetileno para el funcionamiento con llama. No utilice nunca oxígeno o aire enriquecido en oxígeno como oxidante, pues se produciría una explosión.

NUNCA use ningún gas distinto del acetileno como gas combustible.

Acetileno

El uso no cualificado, inadecuado o negligente del acetileno puede provocar peligros de explosión y riesgos de incendios, que pueden ser causa de muerte, de lesiones personales graves o de quemaduras.

Utilice el acetileno a presiones inferiores a 105 kPa (15 psig). A presiones por encima de este nivel, el acetileno puede explotar de forma espontánea. En algunos casos, es posible que las normativas locales prohíban el uso de acetileno a presiones superiores a 62 kPa (9 psig). Su instrumento de AA Agilent se ha diseñado para su uso a presiones de entrada de combustible de entre 49 y 105 kPa (7-15 psig). Consulte la sección Especificaciones o la parte posterior del instrumento para conocer el rango exacto y la presión recomendada.

No utilice ningún tubo ni conector que reaccione químicamente con el acetileno. Nunca haga pasar acetileno por tubos de cobre, tubos de latón o conectores que contengan más de un 65% en cobre, pues se podría producir una explosión. Nunca ponga acetileno en contacto directo con cobre, plata, mercurio líquido, cloro gaseoso o lubricante, pues podría producirse una explosión.

Con el sistema AA Agilent 55B, utilice únicamente acetileno empaquetado en acetona. Algunos proveedores de gas ofrecen acetileno empaquetado en materiales distintos de acetona. Aunque estas alternativas pueden superar algunas de las desventajas de la acetona, también pueden introducir el problema, más grave, de la corrosión en el módulo de control de gas, y no deberán usarse con espectrómetros de absorción atómica de Agilent.

Si la presión de la bombona de acetileno cae por debajo de 700 kPa (100 psig), o si el consumo es superior a 1/7 del contenido de la bombona a la hora, podría arrastrarse acetona de la bombona al espectrómetro. La acetona del espectrómetro puede dañar los sellos, las juntas tóricas y las mangueras, reducir el rendimiento analítico y precipitar retroexpansiones.

Minimice la cantidad de acetona que se arrastra con el acetileno de esta manera:

- Cambie las bombonas cuando la presión de su contenido caiga por debajo de 700 kPa (100 psi)
- Asegúrese de que la tasa de extracción del acetileno de cada bombona no sea excesiva.

Si se observan altas tasas de consumo, conecte 2 o más bombonas en paralelo a un colector. De este modo se reducirá la tasa de extracción del acetileno de cada bombona.

Para reducir la posibilidad de incendio o explosión:

- Compruebe las tuberías de suministro periódicamente para ver si tienen fugas con un cepillo y agua jabonosa o con una disolución de detección de fugas (nunca use una llama desnuda para ver si hay fugas).
- Abra con suavidad la válvula de la bombona para comprobar si hay acetona en gotas o atomizada. Si la bombona muestra la presencia de acetona, deberá devolverse al distribuidor para que lo sustituya.

Utilice acetileno con 'calidad para instrumentos' con una pureza de al menos el 99,5 %.

Cierre el gas combustible en la bombona cuando termine el análisis con llama.

Consulte también las normativas locales sobre el uso de acetileno.

Óxido nítrico

La conversión de N_2O líquido a alta presión en N_2O gaseoso en el regulador puede provocar un excesivo enfriamiento y una posible congelación del regulador. Para evitar el mal funcionamiento del regulador y la posible retroexpansión, es necesario calentar el gas con un calentador en línea o de envoltura.

Quemadores

El uso inadecuado o negligente de los quemadores puede provocar peligro de explosión y de incendio, que pueden ser causa de muerte o de lesiones graves en el personal o producir daños en el equipo y la propiedad.

A la hora de manipular quemadores, recuerde que es posible que estén muy calientes. Lleve en todo momento guantes protectores para manipular los quemadores calientes.

Los quemadores están identificados claramente con la combinación de combustible/oxidante para la que se han diseñado. Acople siempre el quemador correcto. No intente nunca usar un quemador de aire y acetileno para óxido nitroso y acetileno, pues podría producirse una retroexpansión.

Utilice únicamente acetileno como gas combustible.

Utilice únicamente aire u óxido nitroso como oxidante. No intente nunca usar oxígeno o aire enriquecido en oxígeno, pues se provocará una retroexpansión.

Se incorporan protecciones en el quemador para minimizar la posibilidad de usar un quemador erróneo. Nunca interfiera ni trate de saltarse una protección acoplada a este instrumento.

Para minimizar la tasa de obstrucción del quemador, es necesario limpiar y pulir la ranura del quemador tal y como se describe en el capítulo Mantenimiento.

Nunca permita que se bloqueen los quemadores. La obstrucción progresiva del quemador puede incrementar la presión estática en la trampa de líquidos hasta el punto en el que se rompa el sello de líquidos. Esto puede provocar una retroexpansión y crear un peligro de explosión o de incendio.

Nunca deje que se acumule carbón en la ranura, pues las partículas incandescentes podrían separarse y caer por la ranura, provocando la retroexpansión.

Apague la llama antes de tratar de limpiar la ranura del quemador. Nunca limpie la ranura del quemador con una llama activa.

Nunca deje una llama sin supervisión.

Nunca desmonte, modifique o utilice incorrectamente un quemador.

Nebulizador

El montaje y acoplamiento incorrectos de los nebulizadores en un espectrómetro de absorción atómica pueden provocar peligros de explosión y de incendios, que pueden causar lesiones graves en el personal y producir daños en el equipo y la propiedad.

Asegúrese de que el nebulizador esté correctamente montado y acoplado a la cámara de nebulización antes de encender la llama. Los nebulizadores deben estar correctamente ajustados antes de encender la llama.

No quite un nebulizador con la llama encendida y tampoco utilice un dispositivo mecánico (como un alambre) para limpiar el capilar de un nebulizador con la llama activa. Apague SIEMPRE la llama antes de quitar el nebulizador de su bloque.

Compruebe periódicamente si hay fugas en las conexiones. Elimine todas las fugas antes de encender la llama.

Trampa de líquidos

El uso inadecuado de la trampa de líquidos puede crear peligro de explosión, riesgo de incendios y peligro de vapores tóxicos, que pueden provocar la muerte o lesiones personales graves.

La protección de la trampa de líquidos se incorpora para minimizar la posibilidad de tratar de usar el instrumento con una trampa vacía. Nunca interfiera con esta protección. Nunca trate de saltarse esta protección.

Llene siempre la trampa de líquidos con el mismo disolvente que se usa para las muestras.

La trampa se ha diseñado para proporcionar un sello de líquidos en todas las condiciones normales con disoluciones de gravedad específica superior a 0,75. Nunca utilice una disolución o un disolvente con gravedad específica inferior a 0,75; de lo contrario, podría romperse el sello de líquidos. Esto puede crear una retroexpansión y un peligro de explosión o de incendio.

Es necesario conectar un tubo de drenaje a la salida del drenaje (la boquilla inferior) en la trampa de líquidos y conducirlo a un recipiente de recogida de residuos adecuado. El extremo libre del tubo debe permanecer por encima del líquido en el recipiente de recogida de residuos. No utilice recipientes de recogida de residuos de vidrio, sino de material que no estalle en caso de retroexpansión.

Es necesario conectar un tubo de venteo al venteo de vapor (la boquilla superior) en la trampa de líquidos al analizar líquidos orgánicos o tóxicos. El tubo debe conducirse hacia fuera del compartimento de la muestra, paralelo al tubo de drenaje, y DEBE estar en pendiente hacia abajo para permitir que el drenaje del líquido desborde y evitar el bloqueo del tubo. NO dirija el tubo de vapor al recipiente de recogida de residuos. En caso necesario, debe usarse un sistema de escape activo para retirar los vapores tóxicos. Si no se analizan disoluciones de naturaleza tóxica, la salida del vapor debe dejarse sin tapar.

Peligros relacionados con el calor

Una llama abierta, los quemadores y otras superficies calientes pueden suponer peligros relacionados con el calor que pueden provocar quemaduras graves.

Al utilizar un sistema de llama, use siempre el espectrómetro con el protector de llama cerrado, la chimenea colocada y el panel frontal del compartimento de la muestra colocado. Mantenga las manos fuera del compartimento de la muestra mientras la llama esté prendida.

Antes de tocar la chimenea del instrumento, apague la llama y espere a que se enfríe la chimenea.

Al cambiar los quemadores, recuerde que es posible que estén muy calientes. Lleve siempre puestos guantes protectores al quitar un quemador del instrumento.

Ácido perclórico

La aspiración de ácido perclórico y de percloratos en una llama de óxido nitroso y acetileno puede crear un peligro de explosión que puede provocar la muerte o lesiones graves, incluida la deficiencia auditiva temporal o permanente.

No utilice ácido perclórico a menos que resulte absolutamente imprescindible para la preparación de muestras. Si es necesario usar ácido perclórico, se puede reducir el riesgo de explosión si se toman estas medidas:

- Utilice una llama de aire y acetileno en lugar de una de óxido nitroso y acetileno.
- Reduzca la concentración de ácido perclórico y metal en todas las disoluciones analíticas al nivel más bajo que sea practicable. La concentración de ácido perclórico debe reducirse en la etapa de digestión y seguir reduciéndose prolongando la etapa de expulsión de humo.
- Aspire todas las disoluciones durante el período más corto que sea practicable.
- Aspire agua destilada entre las muestras. Minimice la aspiración de aire.
- Utilice conjuntos de trampa y drenaje de líquidos/cámara de nebulización independientes para los análisis de ácido perclórico y de disolventes orgánicos con el fin de evitar que el ácido perclórico se mezcle con residuos de disolventes orgánicos.

NOTA

Cuando se llevan a cabo extracciones en disolvente de disoluciones de perclórico, parte del ácido podría disolverse en el disolvente orgánico que se aspira a continuación. Además, si la disolución orgánica se aspira mientras flota sobre la superficie del ácido, no permita que el tubo capilar caiga por debajo de la capa orgánica y aspire ácido perclórico acuoso.

-
- Nunca permita que se obstruya el quemador. Limpie el quemador con frecuencia, lavándolo a fondo tanto por dentro como por fuera.

- Minimice la cantidad de acetona que se arrastra con el acetileno tomando las siguientes precauciones:
 - Abra con suavidad la válvula de la bombona para comprobar si hay acetona en gotas o atomizada. Si la bombona muestra la presencia de acetona, deberá devolverse al distribuidor para que lo sustituya.
 - Almacene y use la bombona en posición vertical.
 - Utilice únicamente un instrumento por bombona.
 - Utilice únicamente acetileno con calidad para instrumentos.
 - Sustituya las bombonas cuando la presión caiga por debajo de 700 kPa (100 psig).

Al usar ácido perclórico, lleve puestos protectores de oídos aprobados y gafas de seguridad aprobadas y asegúrese de que todas las cubiertas de seguridad de los instrumentos están bien colocadas.

Retroexpansiones

El análisis realizado durante largos años ha demostrado que, en la mayor parte de los casos, las retroexpansiones están asociadas con uno o varios de los puntos siguientes. Si experimenta una retroexpansión, consulte esta lista para ver si alguno de los puntos es de relevancia y tome medidas para solucionar la situación.

- 1** Mantenga el quemador limpio. No debe permitirse que se acumulen depósitos dentro o sobre la ranura del quemador, pues podrían bloquearlo parcialmente (haciendo que se acumule la presión en la cámara de nebulización y rompa el sello que proporciona la trampa de líquidos); las partículas incandescentes podrían caer por la ranura hacia el interior de la cámara de nebulización y prender la mezcla de gas combustible del interior.

No se recomienda el uso de un objeto duro para cepillar las partículas de carbón incandescentes durante el funcionamiento con llama, debido al mayor riesgo de introducir una de las partículas por la ranura.

A la hora de usar un disolvente orgánico, el manguito del nebulizador debe colocarse en posición de toma de muestra reducida, con el fin de restringir la cantidad de combustible líquido que se alimenta a la llama (consulte el capítulo Funcionamiento para obtener más información).

- 2 La anchura de la ranura del quemador no debe superar la especificación de diseño máxima [Mark VIA: 0,47 mm (0,0185 pulg.) para N_2O , Mark 7: 0,46 mm (0,0181 pulg.) para N_2O ; o 0,54 mm (0,021 pulg.) para aire]. Incluso un pequeño incremento de la anchura puede aumentar enormemente la posibilidad de que se produzca retroexpansión.

La ranura del quemador debe limpiarse periódicamente siguiendo las instrucciones incluidas en el capítulo Mantenimiento de este manual.

- 3 Asegúrese de que la cámara de nebulización y la trampa de líquidos se mantienen limpias.

Si se analizan soluciones sucias (como aceite de motor), asegúrese de que la cámara de nebulización, la trampa de líquidos, el flotador y el tubo de drenaje se limpian y lavan periódicamente con un disolvente adecuado de modo que no se acumulen lodos en las piezas.

- 4 Asegúrese de que se usan las juntas tóricas correctas en el quemador, en el bloque del nebulizador y en el nebulizador, y de que permanecen sin daños.

Si se deterioran las juntas tóricas de la cámara de nebulización, se pueden producir fugas de gas, que podrían prenderse con la llama y a su vez prender fuego a la cámara de nebulización.

Si se deterioran las juntas tóricas del nebulizador, se puede producir fugas de oxidante, que pueden reducir el flujo total de gas a través de la ranura del quemador y, de este modo, aumentar la posibilidad de que se produzca retroexpansión.

- 5 Es necesario llenar la trampa de líquidos con la misma solución que la matriz usada para los patrones y las muestras.

- 6 Debe conectarse un tubo de drenaje a la boquilla inferior de la trampa de líquidos, que debe estar en pendiente hacia abajo hasta el vaso de drenaje de modo que el líquido de desecho fluya sin problemas.

No debe permitirse que el extremo del tubo de drenaje esté por debajo del nivel del líquido en el vaso. (Y a la inversa, no debe permitirse que el nivel de líquido suba como para que llegue al extremo del tubo.)

Si se usan líquidos orgánicos o tóxicos en la cámara de nebulización, debe acoplarse un tubo de venteo a la boquilla de venteo superior de la trampa de líquidos. Debe estar en pendiente hacia abajo (en paralelo al tubo de drenaje) para impedir que se bloquee en caso de drenaje de líquido, con el venteo hacia un sistema de escape activo.

Es necesario seguir todos los puntos anteriores, pues un ascenso repentino del líquido de desecho podría afectar a la presión en la cámara de nebulización y provocar una retroexpansión.

- 7 Dado que el N_2O se almacena bajo presión en la bombona como líquido, cuando se expande a través del regulador, podría enfriar el regulador tanto como para que se forme hielo en el exterior e impida que funcione correctamente.

Para evitar la congelación, utilice un calentador en el regulador de N_2O en la bombona de suministro. Contacte con el proveedor del regulador para solicitar un calentador adecuado.

- 8 Dado que el acetileno libre es inestable a presiones elevadas, debe almacenarse en la bombona disuelto en acetona.

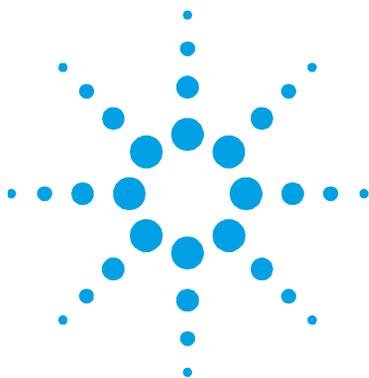
Si el gas se extrae demasiado deprisa, o si la presión de la bombona es inferior a 700 kPa, es posible que salga acetona en cantidad suficiente como para que afecte a rendimiento analítico, dañe los sellos, juntas tóricas y mangueras o incluso produzca una retroexpansión. Siga las recomendaciones sobre el uso del acetileno.

- 9 Es bien sabido que el ácido perclórico forma sales inestables. Los usuarios que utilicen este ácido deberán asegurarse de que se permita que la mínima cantidad alcance el espectrómetro y de que se laven a fondo el quemador, la cámara de nebulización y la trampa de líquidos después de cada análisis para garantizar que no se acumulen sales inestables.

Peligros y prácticas seguras

Si no se hace esto, se pueden producir retroexpansiones impredecibles.

- 10** La aspiración de disoluciones (en especial las alcalinas o amoniacaes) que contengan concentraciones elevadas de Ag, Cu y Hg, pueden producir la formación de acetiluros, que pueden descomponerse espontáneamente y provocar retroexpansiones.



2. Introducción

Requisitos de preparación de instalaciones	35
Documentación	36
Convenciones	36
Especificaciones	36
Especificaciones ambientales	37
Suministros de gas	38

El espectrómetro de absorción atómica de llama Agilent 55B (doble haz) combina una configuración de usuario mínima y un elevado número de muestras analizadas con una incomparable facilidad de uso. El instrumento se controla a través de un teclado y una pantalla incorporados, y puede actualizarse adquiriendo un PC y el software Agilent SpectrAA (para obtener más información, contacte con su oficina de ventas Agilent).

Entre las características del sistema de AA Agilent 55B se encuentran:

- monocromador automático, anchura de rendija y selección de gas
- dos posiciones de la lámpara de cátodo hueco fijas con selección automática de lámpara
- cámara de nebulización/nebulizador Mark 7 universal con quemador Mark 7
- corrección del ruido de deuterio y tubo fotomultiplicador de amplio rango (opcionales)

Requisitos de preparación de instalaciones

Antes de recibir su instrumento, se le habrá proporcionado una guía de preparación de instalaciones para sistemas de absorción atómica de Agilent, que describe los requisitos ambientales y operativos del sistema de AA de Agilent.

Para que se pueda instalar el sistema de AA de Agilent, deberá preparar su laboratorio de acuerdo con estas instrucciones. Conserve la guía de preparación de instalaciones como referencia futura. Si pierde la copia, puede solicitar otra en su oficina de ventas Agilent.

Documentación

Este manual abarca la configuración y el funcionamiento del sistema de AA Agilent básico solamente. Las instrucciones de funcionamiento del Sistema de bomba de introducción de muestras (SIPS) y otros accesorios de AA se proporcionan en los manuales que acompañan a dichos accesorios.

NOTA

Si controla el instrumento con un PC externo y el software SpectrAA, consulte la documentación y la ayuda que se proporcionan con dicho software.

Convenciones

En este manual se utilizan las siguientes convenciones:

Las comillas sencillas (' ') indican opciones de menú y nombres de campos (p. ej., seleccione la opción 'Cookbook' (Preconfigurado)).

El texto en **negrita** indica las teclas del teclado del instrumento AA de Agilent (p. ej., pulse la tecla **Read**).

El texto EN MAYÚSCULAS indica lo que debe escribir con el teclado (conectado a un PC externo).

Especificaciones

El instrumento AA de Agilent se ha diseñado exclusivamente para su uso en interiores. Consulte la Guía de preparación de las instalaciones del espectrómetro AA de Agilent para conocer las especificaciones.

Especificaciones ambientales

Para un *rendimiento analítico óptimo*, se recomienda que la temperatura ambiente del laboratorio esté entre 20 y 25 °C (68-77 °F) y que se mantenga constante dentro de un margen de ± 2 °C ($\pm 3,6$ °F) durante toda la jornada laboral.

Otras conexiones

Posterior

IEEE 488

RS-232C macho de 9 vías, de tipo rango D

Accesorios hembra de 9 vías, de tipo rango D

Lámpara UltrAA-lamp n.º 1 y 2: Burndy circular de 6 vías, opcional

ADVERTENCIA



Peligro de descarga eléctrica

Para mantener la seguridad, en esta conexión solo deben usarse las fuentes de alimentación de la lámpara UltrAA-lamp.

Delantero (compartimento de lámparas)

Lámpara de deuterio: conexión Molex de 3 vías, detrás del panel de la lámpara.

ADVERTENCIA



Peligro de descarga eléctrica

Para mantener la seguridad, en esta conexión solo debe usarse el conjunto de la lámpara de deuterio.

Lámparas de cátodo hueco: 2 posiciones de lámpara, selección automática.

ADVERTENCIA



Peligro de descarga eléctrica

Para mantener la seguridad, en esta conexión solo deben usarse lámparas de cátodo hueco.

Fusibles

T2.5 A H250 V, lámina IEC 127 5, 5 x 20 mm (100-120 & 220-240 VAC)

NOTA

Por motivos de seguridad, el usuario no puede acceder a ningún otro fusible o cortocircuito interno, que solo deberá ser reemplazado por personal autorizado de Agilent.

La información sobre fusibles en la parte posterior del instrumento es la más actualizada.

Suministros de gas

Parte posterior del instrumento

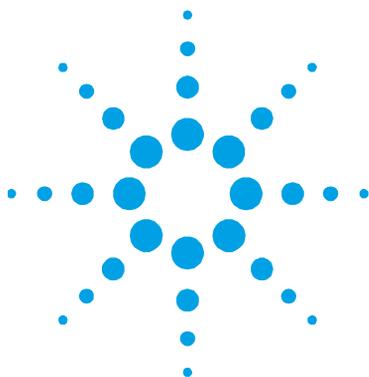
	C₂H₂	Aire	N₂O	Purga de aire
	Calidad para instrumento, pureza >99,0%	Limpio, seco, libre de aceite	Calidad para instrumento, pureza >99,5%	Debe estar limpio y seco. Debe usarse filtro de aire.
Rango permitido	65-100 kPa (9,5-14,5 psi)	245-455 kPa (35-65 psi)	245-455 kPa (35-65 psi)	245-455 kPa (35-65 psi)
Recomendado	75 kPa (11 psi)	350 kPa (50 psi)	350 kPa (50 psi)	
Velocidad de flujo normal (l/min)	0-10	13,5-20	11-16	10

#Hay adaptadores disponibles

Otras conexiones para gas

Compartimento de la muestra:

- Conector de aire/N₂O de tipo “push-on” para quemador
- Conector de C₂H₂ de tipo “push-on” para quemador



3. Instalación

Descripción general del instrumento	40
Conexiones	41
Alimentación	42
Mover el instrumento	43
Compartimento de lámparas	43
Lámparas de cátodo hueco	44
Lámpara de D2	45
Compartimento de la muestra	46
Nebulizador	46
Cámara de nebulización	49
Quemador	58
Panel frontal del compartimento de la muestra	60
Protector de llama	60

En este capítulo se describe cómo configurar el sistema de AA de Agilent. Incluye todos los procedimientos de instalación para los componentes del sistema que puede instalar el cliente.

Antes de configurar el sistema, deberá haber satisfecho todos los requisitos que se detallan en la guía de preparación de instalaciones para sistemas de absorción atómica.

Lista de verificación de instalación

Utilice la siguiente lista de verificación para asegurarse de que ha configurado correctamente el sistema. Debe:

- Conectar los componentes del sistema entre sí (consulte ‘Conexiones’, página 41)
- Conectar el equipo a la fuente de alimentación y verificar la configuración de los dos selectores de tensión (consulte ‘Alimentación’, página 42)

Instalación

- Instalar los componentes de hardware (es decir, lámparas, cámara de nebulización, nebulizador, quemador, protector de llama, panel frontal del compartimento de la muestra, chimenea) como se describe a lo largo de este capítulo.
- Disponga de un recipiente de recogida de residuos adecuado.

Descripción general del instrumento

Utilice la siguiente imagen etiquetada como guía a la hora de instalar los distintos componentes del sistema de AA de Agilent.

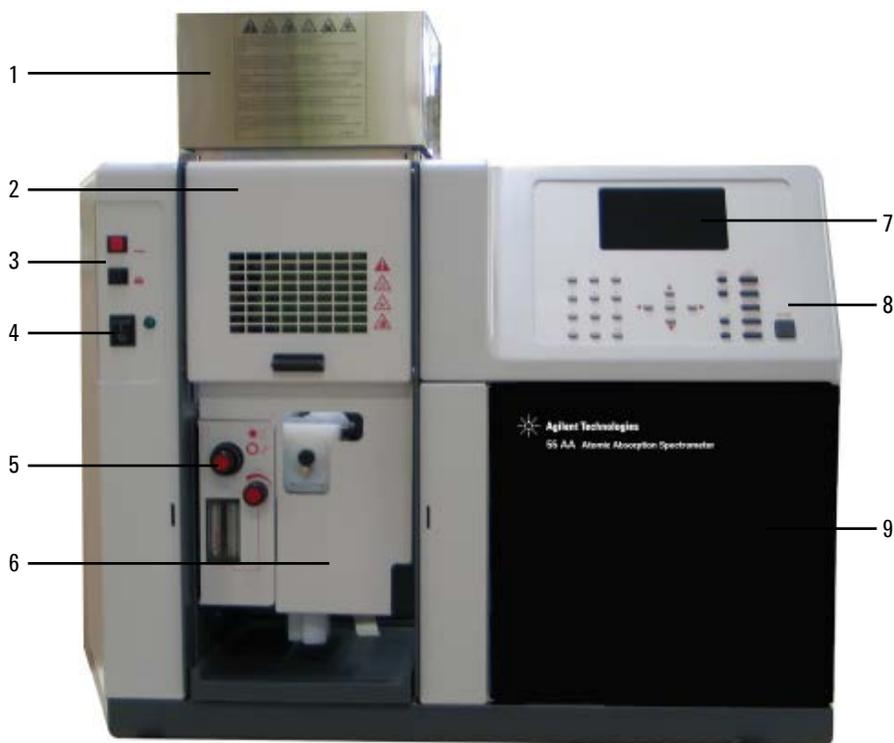


Figura 2. Vista delantera del espectrómetro

- | | | |
|-------------------------------------|--------------------------|---|
| 1 Chimenea | 2. Protector de llama | 3. Botones de encendido/apagado de la llama |
| 4. Interruptor de encendido/apagado | 5 Controles del quemador | 6 Panel frontal del compartimento de la muestra |
| 7 Pantalla LCD | 8 Teclado | 9. Compartimento de lámparas |

NOTA

No se incluye una vista posterior del instrumento, dado que todas las conexiones están claramente etiquetadas en el panel posterior del instrumento.

Conexiones

El instrumento AA de Agilent incluye un conjunto de conectores de tubos de gas y un cable eléctrico compatible con los requisitos eléctricos locales. El kit correspondiente al país debe solicitarse con el instrumento AA de Agilent.

Alimentación

La conexión eléctrica se encuentra en la parte posterior del instrumento. Consulte 'Alimentación' en la página 42 para obtener instrucciones sobre la conexión del instrumento a la fuente de alimentación eléctrica.

Tubos de gas

Tres tubos de goma están conectados permanentemente al instrumento. Cada tubo tiene dos metros de largo y está codificado con colores para aire (negro), óxido nitroso (azul) y acetileno (rojo). Cada uno lleva conectores hembra compatibles con los reguladores convencionales de EE.UU.

NOTA

En esta sección no se detallan los conectores de manguera de gas, pues se describen en la Guía de preparación de las instalaciones de AA de Agilent.

Impresora

Si utiliza una impresora, debe conectarse al instrumento mediante un cable RS-232 en el puerto RS-232C de 9 clavijas situado en la parte posterior del instrumento (la esquina superior izquierda cuando se mira desde atrás). Si la impresora no va conectada en serie, deberá usar un convertidor de serie a paralelo.

Accesorios

Para obtener información sobre la conexión de accesorios tales como el SIPS, consulte los manuales que acompañan a los accesorios.

Alimentación

Requisitos

Los requisitos eléctricos se detallan en la Guía de preparación de las instalaciones de AA de Agilent. Deberá comprobar los requisitos eléctricos y leer detenidamente la sección 'Fuentes de alimentación eléctricas' en la Guía de preparación de las instalaciones antes de conectar el sistema de AA Agilent 55B a la fuente de alimentación.

Consulte los manuales que se incluyen con la impresora y con el PC (en caso necesario) para conocer sus requisitos de alimentación.

Conexión

Antes de conectar el instrumento a la fuente de alimentación, asegúrese de que el espectrómetro esté apagado. Compruebe también que los dos selectores de voltaje situados en el panel posterior del instrumento estén ajustados a la tensión de la fuente de alimentación correcta (consulte la tabla en el panel posterior). El técnico ajustará los selectores de tensión cuando instale el instrumento por primera vez.

Para conectar la fuente de alimentación, conecte el cable de alimentación a la parte posterior del instrumento y el extremo libre del cable de alimentación a la fuente de alimentación eléctrica.

No oriente el equipo de modo que resulte difícil usar el dispositivo de desconexión.

Consulte los manuales suministrados con la impresora, con el PC (en caso necesario) y con otros accesorios si los hubiera para obtener instrucciones sobre el modo de conectarlos a la fuente de alimentación.

Mover el instrumento

ADVERTENCIA



Instrumento pesado

El instrumento pesa más de 50 kg (110 lb). No intente levantar el instrumento usted solo. Para levantar o llevar el instrumento a su sitio son necesarias siempre dos o más personas.

Compartimento de lámparas

El compartimento de lámparas se encuentra detrás de la puerta con bisagras en el lado derecho del instrumento. El compartimento de lámparas contiene alojamientos para dos lámparas de cátodo hueco.

El módulo de la lámpara de D_2 se encuentra dentro del compartimento de lámparas, en el lado inferior izquierdo, y está protegido para evitar la exposición accidental a radiación UV peligrosa.

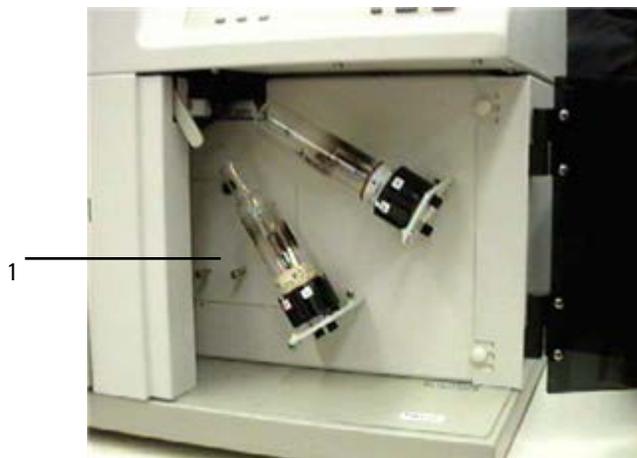


Figura 3. Compartimento de lámparas

1 Compartimento de lámparas de D_2

Lámparas de cátodo hueco

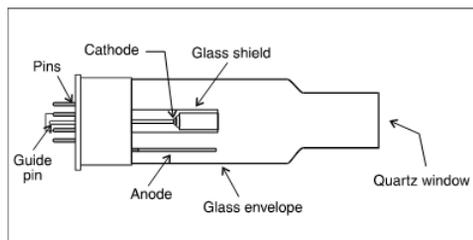


Figura 4. Lámpara de cátodo hueco

Puede usar los tipos de lámparas siguientes:

- De un solo elemento
- De múltiples elementos

Instalación de las lámparas de cátodo hueco

Para instalar una lámpara de cátodo hueco:

- 1 Abra la puerta del compartimento de lámparas.
- 2 Asegúrese de que la posición de lámpara esté apagada. Si no es así, vaya a la página Instrument Parameters (Parámetros del instrumento) y ajuste el campo 'Active current' (Corriente activa) en cero (consulte 'Página Instrument Parameters', página 69, para obtener más información).
- 3 Sujete la lámpara por la base, alineándola de modo que la cresta sobre la clavija de guía coincida con la ranura del conector.
- 4 Mantenga pulsado el botón blanco situado en el extremo del conector (consulte la imagen siguiente) y empuje la lámpara hacia el conector, soltando el botón cuando la lámpara quede totalmente insertada.

NOTA

Sujete la lámpara por la base. No toque la ventana de cuarzo situada en el extremo de la lámpara.

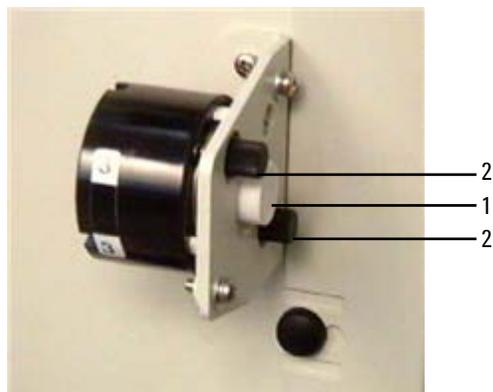


Figura 5. Montura de la lámpara de cátodo hueco
 1 Botón blanco 2. Manillas de alineamiento de la lámpara

Extracción de las lámparas de cátodo hueco

Para extraer una lámpara de cátodo hueco:

- 1 Abra la puerta del compartimento de lámparas.
- 2 Asegúrese de que la lámpara esté apagada. Si no es así, vaya a la página Instrument Parameters (Parámetros del instrumento) y ajuste el campo 'Active current' (Corriente activa) en cero (consulte 'Página Instrument Parameters', página 69, para obtener más información).
- 3 Sujete la lámpara por la base y presione el botón blanco situado en el extremo del conector para liberar la lámpara.
- 4 Retire con cuidado la lámpara del conector y suelte el botón blanco.

Lámpara de D₂

La corrección del ruido del arco de deuterio es opcional en los instrumentos de AA de Agilent. Si tiene esta opción, deberá reemplazar la lámpara de D₂ aproximadamente cada 1000 horas de uso. Para obtener instrucciones sobre el modo de cambiar una lámpara de D₂, consulte el capítulo Mantenimiento.

Compartimento de la muestra

Nebulizador

El nebulizador se encuentra en el bloque del nebulizador, que se acopla al lateral del regulador del quemador. Los siguientes componentes se conectan al bloque del nebulizador:

- tubo de drenaje
- trampa de líquidos
- cámara de nebulización (consulte la página 49).

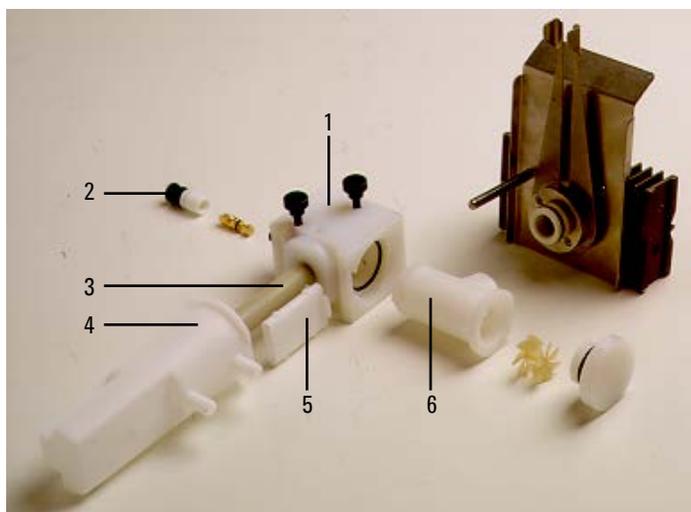


Figura 6. Componentes del nebulizador (para productos con números de serie anteriores a 0110xxxx):

1. Bloque del nebulizador

2. Nebulizador

3. Tubo de drenaje

4. Trampa de líquidos

5. Flotador

6. Cámara de nebulización



Figura 7. Componentes del nebulizador (para productos con números de serie 0110xxxx y posteriores):

- | | | |
|---------------------------|-----------------------|---------------------------|
| 1. Bloque del nebulizador | 2. Nebulizador | 3. Tubo de drenaje |
| 4. Trampa de líquidos | 5. Flotador (cautivo) | 6. Cámara de nebulización |

Tubo de drenaje

El tubo de drenaje es un tubo de plástico que se enrosca en la parte inferior del bloque del nebulizador para facilitar el drenaje de la solución de desechos hacia la trampa de líquidos.

Trampa de líquidos

La trampa de líquidos permite el drenaje del exceso de solución desde el conjunto del nebulizador. La trampa se ha diseñado para proporcionar un sello de gases bajo todos los flujos de gas normales cuando se usan disoluciones de gravedad específica superior a 0,75.

Es necesario llenar la trampa de líquidos con el disolvente que se utiliza para aspirar la solución analítica. Un flotador en la trampa activa un sensor de nivel, diseñado para inhibir la ignición si la trampa de líquidos no está llena hasta el nivel correcto o si no se ha colocado el tubo de drenaje. El sensor también se ha diseñado para apagar la llama si el nivel cae por debajo del mínimo necesario durante el funcionamiento.

Es necesario conectar un tubo de una cierta longitud a la salida del drenaje (la boquilla inferior) y conducirlo a un recipiente de recogida de residuos adecuado. El extremo libre del tubo debe permanecer en todo momento por encima del líquido en el recipiente de recogida de residuos. Utilice recipientes fabricados con un material inerte que no se corroa ni estalle en caso de retroexpansión. No utilice recipientes de recogida de residuos de vidrio o metal.

Si utiliza líquidos orgánicos o tóxicos en la cámara de nebulización, un tubo de una cierta longitud debe conectarse al venteo de vapor (boquilla superior) para ventear los vapores tóxicos hacia un sistema de escape activo. El tubo debe ir paralelo al tubo de drenaje, y debe estar en pendiente hacia abajo para impedir que se bloquee en caso de que el líquido desborde y drene desde el venteo de vapor. No dirija el tubo de venteo de vapor al recipiente de recogida de residuos. Si no utiliza soluciones peligrosas en la cámara de nebulización, puede dejar el venteo de vapor libre.

Flotador

En los productos con número de serie 0110xxxx y posteriores, el flotador está confinado en el tubo de drenaje y contiene un imán diseñado para accionar un interruptor de láminas cuando estén presentes el flotador y el tubo y la trampa esté llena hasta el nivel correcto.

Configuración

Para obtener instrucciones sobre cómo configurar el nebulizador para que se ajuste a sus requisitos analíticos, consulte el capítulo 5.

Instalación del nebulizador

NOTA

Cuando reciba el instrumento, el nebulizador estará montado e instalado en el compartimento de la muestra. Para obtener instrucciones sobre cómo retirar, desmontar y volver a montar el nebulizador, consulte la página 107.

- 1 Asegúrese de que el nebulizador esté correctamente montado en el bloque del nebulizador con el capilar metálico sobresaliendo por el manguito de bloqueo (como se describe en 'Reensamblaje del nebulizador', página 111).
- 2 Acople la cámara de nebulización al bloque del nebulizador e instale el conjunto completo en el compartimento de la muestra (como se describe en la página 56).

Cámara de nebulización

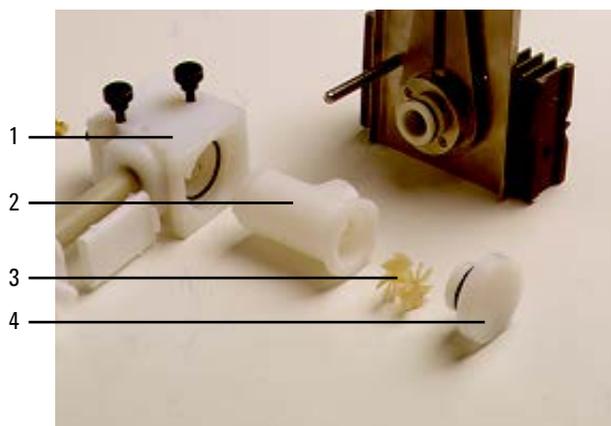


Figura 8. Componentes del nebulizador/cámara de nebulización (se muestran el tubo de drenaje y el flotador antiguos y el quemador Mark VI):

1. Bloque del nebulizador
2. Cámara de nebulización
3. Paletas de mezcla
4. Tapón de alivio de presión

La cámara de nebulización, unida a la parte posterior del bloque del nebulizador mediante un montaje de bayoneta ('girar y bloquear'), incorpora el quemador. Los gases combustibles y la solución de la muestra se mezclan en la cámara de nebulización antes de pasar por la ranura del quemador para su consumo en la llama.

La cámara de nebulización contiene los siguientes componentes:

- paletas de mezcla
- tapón de alivio de presión (también conocido como tapón de la cámara de nebulización).

Paletas de mezcla

Las paletas de mezcla se ajustan en el centro de la cámara de nebulización. Sirven para retirar las gotas de aerosol de mayor tamaño, que pueden provocar ruido fotométrico y obstrucción del quemador.

Un extremo de las paletas de mezcla tiene una protuberancia (o manilla) en el centro de las hojas. En el otro extremo, tres de las hojas presentan pequeños relieves en los bordes. Al instalar las paletas de mezcla, el extremo con la protuberancia va delante de la cámara de nebulización. Los relieves mantienen las paletas en su posición.

Tapón de alivio de presión

En el extremo de la cámara de nebulización se encuentra un tapón de alivio de presión. En el improbable caso de que se produzca una retroexpansión, este tapón es expulsado en sentido opuesto al usuario para evitar el exceso de presión.

El sistema del quemador/cámara de nebulización incorpora una protección diseñada para hacer dos cosas:

- inhibir la ignición si el tapón de alivio de presión no está correctamente colocado.
- apagar la llama si se expulsa el tapón como resultado de una retroexpansión.

NOTA

Aunque la cámara de nebulización ya esté montada, compruebe que lo esté correctamente antes de instalarla en el compartimento de la muestra. (Se incluyen instrucciones para el desmontaje de la cámara de nebulización en la página 117.) Compruebe especialmente la correcta posición de las paletas de mezcla, tal y como se describe en el paso 1 a continuación.

Montaje de la cámara de nebulización

NOTA

Si se toca o contamina de otro modo cualquier pieza de las paletas de mezcla, se degradará el rendimiento de la cámara de nebulización. Debe ser cuidadoso para evitar contaminar las paletas de mezcla a la hora de manipularlas. Para obtener instrucciones de limpieza, consulte el capítulo Mantenimiento.

Para montar la cámara de nebulización:

- 1 Disponga el extremo de las paletas de mezcla con la protuberancia en la abertura situada en la parte posterior de la cámara de nebulización, con cuidado de no contaminarlas. Alinee las paletas de mezcla de modo que la abertura situada entre dos cualesquiera de las hojas delanteras se encuentre en la parte inferior.
- 2 Deslice las paletas hacia el interior de la cámara de nebulización hasta que la paleta posterior esté a punto de entrar en el orificio.
- 3 Compruebe que las paletas continúan colocadas tal y como se describe en el paso 1 y, a continuación, empuje con cuidado la paleta posterior hacia el interior de la cámara de nebulización con un objeto romo, inerte y limpio (como un agitador de plástico) hasta que las paletas tropiecen con el tope.
- 4 Humedezca la junta tórica del tapón de alivio de presión con agua destilada para lubricarla.
- 5 Inserte el tapón de alivio de presión en la parte posterior de la cámara de nebulización y empújelo con firmeza hacia su posición en la máxima extensión utilizando un ligero movimiento de torsión.

Para unir la cámara de nebulización y el bloque del nebulizador:

- 1 Disponga la junta tórica en el hueco situado en la parte posterior del bloque del nebulizador, como se muestra en la imagen siguiente.



Figura 9. Junta tórica colocada en el bloque del nebulizador.

- 2 Sujetando el bloque del nebulizador con una mano, inserte el extremo delantero (montura de bayoneta) de la cámara de nebulización en el extremo posterior del bloque del nebulizador, con un movimiento de torsión en el sentido de las agujas del reloj, al tiempo que empuja la cámara de nebulización hacia el interior del bloqueo del nebulizador para bloquear la montura de bayoneta.

Acoplamiento del tubo de drenaje/flotador/trampa de líquidos en el bloque del nebulizador: Esto es para productos con números de serie anteriores a 0110xxxx. Para productos con números de serie 0110xxxx y posteriores, consulte las instrucciones de la página 54.

- 1 Enrosque el tubo de drenaje de plástico en la parte inferior del bloque del nebulizador.

ADVERTENCIA



Peligro de explosión

De no instalar el tubo de drenaje, se producirán explosiones violentas y sonoras tanto en la trampa de líquidos como en el vaso de drenaje cuando prenda la llama. La explosión podría ser suficientemente intensa como para provocar la muerte, lesiones personales o daños en el instrumento o en el laboratorio. NUNCA intente encender una llama sin el tubo de drenaje.

-
- 2 Consulte la figura siguiente e inserte el flotador (1) en la trampa de líquidos.

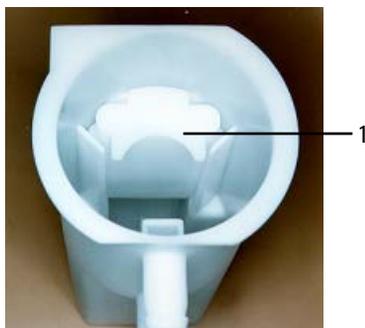


Figura 10. Vista superior de la trampa de líquidos, mostrando la correcta colocación del flotador

ADVERTENCIA



Riesgo de incendio

Para asegurar el correcto funcionamiento, el flotador debe insertarse en la trampa con su extremo abierto hacia abajo y la sección cóncava hacia dentro.

- 3 Añada el disolvente adecuado a la trampa de líquidos hasta que el flotador comience a subir.

ADVERTENCIA



Peligro de explosión

De no llenar la trampa de líquidos, se producirán explosiones violentas y sonoras tanto en la trampa de líquidos como en el vaso de drenaje cuando prenda la llama. **NUNCA** intente encender una llama si la trampa de líquidos no está llena.

- 4 Acople la trampa de líquidos a la parte inferior del bloque del nebulizador insertando el extremo del tubo de drenaje de plástico en el interior de la trampa de líquidos y con un movimiento de torsión en el sentido opuesto al de las agujas del reloj para acoplar el cierre de bayoneta.



Figura 11. Conjunto completo de nebulizador/cámara de nebulización

Ahora debe instalar el conjunto completo de nebulizador/cámara de nebulización (como en la imagen anterior) en el compartimento de la muestra del instrumento, como se describe en la página 56.

Acoplamiento del tubo de drenaje/flotador/trampa de líquidos al bloque del nebulizador (productos con números de serie 0110xxxx y posteriores. Para productos con números de serie anteriores a 0110xxxx, consulte las instrucciones de la página 52.)

- 1 Sostenga el conjunto de bloque de nebulizador/cámara de nebulización boca abajo de modo que el flotador caiga hacia abajo, hacia la mano, y enrosque el nuevo tubo de drenaje en el bloque del nebulizador. Consulte la Figura 12.

ADVERTENCIA



Peligro de explosión

De no instalar el tubo de drenaje, se producirán explosiones violentas y sonoras tanto en la trampa de líquidos como en el vaso de drenaje cuando prenda la llama. La explosión podría ser suficientemente intensa como para provocar la muerte, lesiones personales o daños en el instrumento o en el laboratorio. NUNCA intente encender una llama sin el tubo de drenaje.



Figura 12. Enrosque el tubo de drenaje de plástico en el bloque del nebulizador

- 2 Con las dos boquillas de venteo alineadas con el nebulizador, baje el tubo de drenaje hacia la trampa, asegurándose de que el flotador caiga en el espacio situado entre las dos costillas situadas enfrente de las dos boquillas de venteo. Consulte la Figura 13.



Figura 13. Baje el tubo de drenaje y el flotador hacia la trampa.

- 3 Empuje la trampa hacia su posición y gírela 1/4 de vuelta en sentido de las agujas del reloj para bloquearla en su posición. Consulte la Figura 13.



Figura 14. Bloquee la trampa en su posición

ADVERTENCIA



Peligro de explosión

De no llenar la trampa de líquidos, se producirán explosiones violentas y sonoras tanto en la trampa de líquidos como en el vaso de drenaje cuando prenda la llama. La explosión podría ser suficientemente intensa como para provocar la muerte, lesiones personales o daños en el instrumento o en el laboratorio. NUNCA intente encender una llama si la trampa de líquidos no está llena.

Ahora deberá instalar el conjunto completo de nebulizador/cámara de nebulización (como en la imagen anterior) en el compartimento de la muestra del instrumento, como se describe en la sección siguiente.

Instalación del conjunto del nebulizador/cámara de nebulización

Para instalar el conjunto del nebulizador/cámara de nebulización:

- 1 Coloque el conjunto del nebulizador/cámara de nebulización en su posición en el compartimento de la muestra de modo que las boquillas de salida de combustible y oxidante del instrumento se acoplen a los puertos de combustible y oxidante del bloque del nebulizador.

- 2 Empuje con firmeza el conjunto lateralmente. Apriete los tornillos de retención moleteados de forma alternativa (una vuelta cada uno cada vez) de modo que el conjunto suba uniformemente hasta su posición. Apriete ambos tornillos a mano con firmeza.
- 3 Disponga un recipiente de recogida de residuos con cuello ancho adecuado en un lugar conveniente sobre el suelo. El recipiente de recogida de residuos debe estar fabricado con un material que no sea de vidrio y que no estalle en caso de retroexpansión o fuego. Disponga el recipiente de recogida de residuos en una zona abierta y bien ventilada donde pueda verlo. Nunca sitúe el recipiente de recogida de residuos en un espacio confinado. Utilice recipientes estables pequeños y vacíelos con frecuencia. No acumule grandes volúmenes de líquido inflamable.
- 4 Acople un tubo de 9 mm de d.i. de longitud adecuada a la salida inferior de la trampa de líquidos. Dirija el extremo libre de este tubo hacia el recipiente de recogida de residuos. Asegúrese de que el tubo esté relativamente recto y sin estrangulamientos, curvas cerradas o pendientes hacia arriba (el líquido de desecho debe poder drenar libremente hacia el recipiente de recogida de residuos). El extremo libre del tubo debe permanecer por encima del líquido en el recipiente.

ADVERTENCIA



Peligro de fuego y de explosión

De no conectar correctamente el tubo de drenaje, se podría producir una retroexpansión o una explosión en el recipiente de recogida de residuos. Asegúrese de que el tubo esté configurado como se describe en el paso anterior. Utilice recipientes fabricados con un material que no estalle en caso de retroexpansión. No utilice recipientes de vidrio.

- 5 Si utiliza materiales que produzcan vapores peligrosos o inflamables, acople un tubo de 9 mm de d.i. y longitud adecuada a la salida superior de la trampa de líquidos. Dirija el extremo libre del tubo hacia fuera del compartimento de la muestra (paralelo al tubo de drenaje). El tubo debe estar en pendiente hacia abajo en toda su longitud para evitar que se bloquee en caso de drenaje de líquido desde el venteo de vapor. No dirija el tubo de vapor al recipiente de recogida de residuos. Debe ir hacia un sistema de escape activo.
-

ADVERTENCIA



Peligro de fuego y de explosión

De no conectar correctamente el tubo de venteo de vapor, se podría producir una retroexpansión o una explosión. Asegúrese de que el tubo esté configurado como se describe en el paso anterior.

Quemador

Están disponibles dos tipos de quemadores para su uso con el sistema de AA de Agilent: uno de aire y acetileno y uno de óxido nítrico y acetileno. Ambos quemadores incluyen una llave de protección diseñada para impedir el encendido si no hay un quemador instalado o bien si está instalado uno no adecuado para el tipo de llama seleccionado. Un asa permite girar el quemador a cualquier posición.

NOTA

Con este sistema solo deben usarse quemadores Mark VI A o Mark 7. No deben instalarse las versiones anteriores.

ADVERTENCIA**Peligro de explosión y de incendio y superficie caliente**

El uso inadecuado o negligente de los quemadores puede provocar peligro de explosión y de incendio, que pueden ser causa de muerte o de lesiones graves en el personal o producir daños en el equipo y la propiedad. A la hora de manipular quemadores, recuerde que es posible que estén muy calientes. Lleve en todo momento guantes protectores para manipular los quemadores calientes. Acople siempre el quemador correcto. No intente nunca usar un quemador de aire y acetileno con una llama de óxido nítrico y acetileno, pues podría producirse una retroexpansión. Nunca interfiera ni trate de saltarse las protecciones de los quemadores. Nunca intente desmontar ni modificar un quemador.

Para instalar un quemador:

- 1 Compruebe la junta tórica del quemador. Debe ser flexible y estar libre de cortes o grietas, para garantizar que el quemador forme un sello hermético a los gases con la cámara de nebulización.
- 2 Disponga el quemador en el compartimento de la muestra, con la ranura a lo largo del paso de luz y la placa con la advertencia situada hacia la parte delantera del instrumento.
- 3 Alinee la llave de protección con la guía en el regulador del quemador.
- 4 Baje el quemador de modo que la llave de protección introduzca la guía en el regulador del quemador y el cuello del quemador entre en el orificio para el quemador en la cámara de nebulización.
- 5 Empuje el quemador hacia abajo en su máxima extensión con un ligero movimiento de torsión.

ADVERTENCIA



Peligro de fuego y explosión

Las fugas de mezclas de gas podrían explotar o arder y provocar lesiones y daños. No deteriore la junta tórica al colocar el quemador.

- 6** Apriete las puntas del asa de rotación para mover el asa a izquierda o derecha y girar el quemador.

Debe alinear el quemador después de instalarlo (consulte la página 90).

Panel frontal del compartimento de la muestra

El panel frontal del compartimento de la muestra se ha diseñado para reducir los peligros de calor y radiación. Coloque siempre este panel antes de usar el sistema de AA de Agilent.

Para acoplar el panel frontal del compartimento de la muestra:

- 1** Coloque el panel en el compartimento de la muestra, orientado como se muestra en la imagen al principio de esta sección.
- 2** Alinee el panel de modo que los dos orificios pequeños se acoplen sobre las dos orejetas situadas en la parte superior del regulador del quemador, y baje el panel hasta que descansa sobre el regulador del quemador.

Protector de llama

El protector de llama gira sobre la parte delantera del compartimento de la muestra y se ha diseñado para reducir los peligros de calor y radiación de la llama. Un sistema de seguridad impide encender la llama salvo que el protector de llama esté cerrado. Coloque siempre el protector de llama antes de usar el sistema de AA de Agilent y déjelo cerrado salvo que tenga que acceder al quemador.

ADVERTENCIA



Peligro para los ojos

Algunas llamas emiten niveles peligrosos de radiación UV, que puede producir cataratas y cáncer de piel. Mantenga siempre el protector de llama, el panel frontal del compartimento de la muestra y la chimenea colocados cuando la llama esté activa.

Para acoplar el protector de llama:

- 1 Enganche el protector de llama sobre la barra situada en la parte superior del compartimento de la muestra.
- 2 Baje el protector de llama hasta que descansa sobre las protuberancias de acero inoxidable situadas a cada lado del compartimento de la muestra.

Para retirar el protector de llama, levántelo y desengánchelo de la parte delantera del compartimento de la muestra.

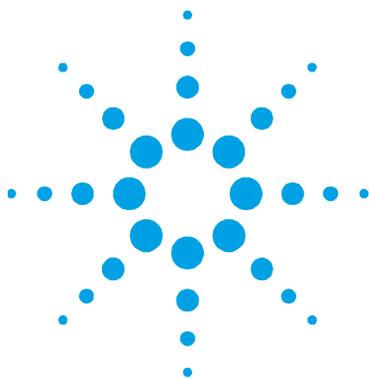
ADVERTENCIA



Superficie caliente

La chimenea y el protector de llama pueden calentarse mucho durante su uso y provocar graves quemaduras si se tocan. Lleve en todo momento guantes protectores para manipular una chimenea caliente.

Esta página se ha dejado intencionadamente en blanco.



4. Interfaz

Introducción	63
Pantalla	64
Teclado	67
Páginas del sistema de AA Agilent 55B	69
Página Load Method	69
Página Instrument Parameters	69
Página Measurement Parameters	71
Página Options	72
Página Optimization	75
Página Calibration Parameters	76
Página Results	76
Desplazamiento por la interfaz	78
Cambio de una página a otra	78
Selección de menús	78
Movimiento de un campo a otro	79

En este capítulo se proporciona una visión general de la interfaz de usuario del sistema de AA Agilent 55B para ayudarle a que se familiarice con sus distintos componentes. Debe leer detenidamente este capítulo mientras explora la interfaz.

Introducción

La interfaz de usuario del sistema de AA Agilent 55B consta de lo siguiente:

- Pantalla de cristal líquido (LCD)
- Teclado
- Altavoz, para proporcionar indicaciones o advertencias sonoras

- Puerto serie, para LIMS/impresora
- Memoria para el almacenamiento de hasta 30 métodos personalizados.



Figura 15. Área de teclado y visualización del sistema de AA Agilent 55B

Pantalla

La pantalla está dividida en cuatro áreas: área de estado, barra de señal, área de páginas y línea de mensajes; a continuación se detallan.

Área de estado

El área de estado muestra los detalles del método y los resultados de la disolución. Entre los detalles del método se incluyen la configuración relacionada con el método cargado actualmente, como el número de método y elemento. Los resultados de la solución incluyen el valor medio (en absorbancia (Abs) o transmitancia (T) si el método no está calibrado, o la concentración si está calibrado) y la precisión (en %RSD o %Pr, según el modo de medida). Los detalles del método se muestran en letra normal. Los resultados se muestran en letra grande.

Barra de señal

La barra de señal aparece en la parte superior de la pantalla en determinadas páginas, abarca toda la anchura de la pantalla y muestra gráficamente los valores de la señal, en función del tipo de lectura que realiza el instrumento. Si está optimizando una lámpara de cátodo hueco o una lámpara de D_2 , la barra de señal mostrará la emisión de la lámpara. Si está optimizando la señal de llama, la barra de la señal mostrará la absorción o emisión atómica.

La barra de señal solamente está activa si se selecciona la página Optimizar, Calibración, o Resultados. El resto del tiempo, la barra está en blanco.

Área de páginas

El área de páginas muestra el nombre de la página actual e información específica de la página, como campos de entrada y texto o gráficos. Consulte la página 69 para obtener información sobre las diferentes páginas del sistema.

Línea de mensajes

La línea de mensajes muestra mensajes de información, advertencia y error. Esta información puede ser el rango permisible del parámetro actual o un mensaje de advertencia o de error. Consulte el capítulo 8 para obtener una descripción detallada de los posibles mensajes de error así como las posibles soluciones para dichos errores.

También informa sobre el estado de calibración del método. Si en la línea de mensajes aparece el texto “Cal”, es que el método se ha calibrado. El texto “Rslp” indica que se ha calculado de nuevo la pendiente de la calibración. La ausencia de texto (“ ”) indica que el método no se ha calibrado.

Es posible que aparezcan distintos iconos en la línea de mensajes, que le proporcionarán información sobre el estado del instrumento. Algunos de estos iconos están animados, para indicar que el instrumento se encuentra activo. Los iconos y sus significados son los siguientes:

	Instrumento ocupado; espere
	Monocromador en rotación
	Instrumento calculando picos
	Rendija modificándose
	Lámparas de D ₂ calentándose
	Instrumento buscando orden cero
	Ningún quemador acoplado
	Quemador de aire/acetileno y secuencia de ignición
	Quemador de N ₂ O/acetileno (mostrando rendija más pequeña) y secuencia de ignición

Los iconos de estado del tipo de gas y de la presión del oxidante son los siguientes:

	Aire y acetileno, presión de oxidante presente
	Aire y acetileno, sin presión de oxidante
	Solo aire, presión de oxidante presente
	Solo aire, sin presión de oxidante
	Óxido nitroso y acetileno, presión de oxidante presente
	Óxido nitroso y acetileno, sin presión de oxidante

NOTA

Los iconos de tipo de gas solo se muestran cuando hay actividad de otro instrumento.

Teclado

Las teclas del teclado se dividen en varios grupos, como se indica a continuación.

Teclas de páginas

Existen siete teclas de páginas, cada una de las cuales le llevará a una página específica del sistema. Estas teclas son: Load Method (Método de carga), Instrument Parameters (Parámetros del instrumento), Options (Opciones), Optimization (Optimización), Measurement Parameters (Parámetros de medida), Calibration Parameters (Parámetros de calibración) y Results (Resultados). Para obtener una descripción de la función de cada página, consulte la página 69.

La tecla Calibration Parameters también se usa, de forma conjunta con la tecla Alt, para ver el gráfico de calibración. Para obtener más información, consulte la página 98.

Teclas numéricas

Se usa el teclado numérico (0-9 y punto decimal) para introducir valores en los campos de entrada. También se incluye en este grupo el botón Borrar (Clr) para borrar valores introducidos.

Teclas de cursor

Existen cuatro teclas de cursor: arriba, abajo, izquierda y derecha. Se usan para desplazarse por la pantalla. La tecla Enter (Entrar) se usa para actualizar la configuración del parámetro con el nuevo valor.

NOTA

Si el cursor sale de un campo sin que se pulse Enter, el contenido del campo volverá a su valor anterior.

Enter también se utiliza en la página Optimization para realizar un comando Rescale (Reescalar) (consulte la página 88).

Alt

Alt se usa junto con otras teclas para modificar el significado de estas. Utilice la tecla Alt con las teclas Arriba o Abajo para cambiar el contraste de la pantalla. Pulse las teclas Alt y Read (Lectura) al mismo tiempo para poner a cero el instrumento, o Alt y Calibration Parameters para mostrar el gráfico de calibración. Si se pulsa Alt sola, no sucederá nada.

La tabla siguiente muestra los accesos directos disponibles con el teclado.

Tabla 1. Accesos directos de teclado disponibles

Secuencia de teclas	Acción	Disponible
ALT+Calibrate	Mostrar gráfico de calibración	En cualquier sitio
ALT+Result	Mostrar el registro de errores	En cualquier sitio
ALT+Arriba	Aumentar el contraste de la pantalla LCD	En cualquier sitio
ALT+Abajo	Reducir el contraste de la pantalla LCD	En cualquier sitio
ALT+CLR	Apagado de la llama (para N20)	En cualquier sitio
ALT+Enter	Imprimir el método (si en serie==IMPRESORA)	En cualquier sitio
ALT+.	Guardar EEPROM de información general	En cualquier sitio
ALT+50	Página general de diagnóstico	En cualquier sitio
ALT+51	Diagnóstico de datos de EEPROM	En cualquier sitio
ALT+52	Página de diagnóstico del motor	En cualquier sitio
ALT+53	Prueba de bucle de RS232	En cualquier sitio
ALT+54	Página de presión del brazo del SIPS	En cualquier sitio
ALT+59	Página de diagnóstico del teclado	En cualquier sitio
ALT+Calibrate	Salir de diagnóstico del teclado	
ALT+Results	Salir de diagnóstico del teclado	
ALT+Izquierda	Texto de desplazamiento de menú	Cualquier menú
ALT+Derecha	Texto de desplazamiento de menú	Cualquier menú
ALT+Read	Puesta a cero del instrumento	Página Optimization
Read	Leer el patrón siguiente	Página Calibration
ALT+Read	Puesta a cero del instrumento	Página Calibration
Reslope	Realizar un nuevo cálculo de la pendiente	Página Calibration
ALT+Reslope	Soltar el patrón del nuevo cálculo de la pendiente	Página Calibration
Read	Tomar siguiente lectura	Página Results

Secuencia de teclas	Acción	Disponible
ALT+Read	Puesta a cero del instrumento	Página Results
Reslope	Realizar un nuevo cálculo de la pendiente	Página Results
ALT+Reslope	Soltar el patrón del nuevo cálculo de la pendiente	Página Results
Derecha	Página cebar bomba SIPS	Página Results
Arriba	Incrementar siguiente muestra	Página Results
Abajo	Reducir siguiente muestra	Página Results
Borrar	Borrar ventana de resultado, iniciar nueva página si en serie=IMPRESORA	Página Results

Varios

La tecla Read (Lectura) se usa para medir una solución (consulte las páginas 96 y 99). La tecla Reslope (Nuevo cálculo de pendiente) se usa para seleccionar el patrón del nuevo cálculo de pendiente, así como para realizar una operación de nuevo cálculo de pendiente (consulte la página 96).

Páginas del sistema de AA Agilent 55B

El sistema consta de siete páginas, a cada una de las cuales se accede pulsando su tecla correspondiente. Las páginas son las siguientes:

Página Load Method

La página Load Method (Cargar método) se usa para cargar un método de usuario o un método preconfigurado. Debe seguir las indicaciones que aparecen en esta página para cargar el tipo de método que desea. Para obtener más información, consulte la página 83.

Página Instrument Parameters

La página Instrument Parameters (Parámetros del instrumento) se usa para ajustar los parámetros del instrumento y para guardar y eliminar métodos.

NOTA

El elemento solo se puede seleccionar cargando un método adecuado (de usuario o preconfigurado).

La página incluye los siguientes campos específicos del instrumento:

Instrument Mode (Modo de instrumento)

Define el modo que desea usar, 'Absorbance' (Absorbancia) o 'Emission' (Emisión) (el valor predeterminado es Absorbance).

Active Lamp (Lámpara activa)

Define qué posición de lámpara se va a usar (el valor predeterminado es 1) en el modo 'Absorbance'.

Active Current (Corriente activa)

Define la corriente de la lámpara activa (el valor predeterminado es la corriente recomendada para la lámpara del elemento seleccionado).

Standby current (Corriente en espera)

Define la corriente para la lámpara en espera (el valor predeterminado es 0.0).

D₂ Correction (Corrección de D₂)

Solo está disponible en instrumentos con corrección del ruido de D₂. Define si se va a utilizar o no la corrección de D₂ (el valor predeterminado es No).

Gas Type (Tipo de gas)

Define el tipo de llama que se va a usar para el análisis (el valor predeterminado es el tipo de gas recomendado para el elemento seleccionado).

Longitud de onda

Define la longitud de onda que se va a usar para el elemento actual (el valor predeterminado es la primera longitud de onda que aparece).

NOTA

Las longitudes de onda que aparecen son específicas del elemento y del modo de instrumento.

Other λ (Otra λ)

Define la longitud de onda que se debe usar si se selecciona 'Other' (Otra) en el campo Wavelength (Longitud de onda). El rango es 180.0–900.0.

Slit (Rendija)

Define el ancho de banda espectral (SBW) para la longitud de onda actual (el valor predeterminado es la anchura de rendija recomendada para la longitud de onda actual).

Save Method (Almacenamiento del método)

Guarda en la memoria el método actual y la calibración (si se ha efectuado).

NOTA

Las condiciones que se usan en la página Measurement Parameters y Options también deben guardarse con esta función.

Delete Method (Eliminar método)

Elimina un método de la memoria.

Página Measurement Parameters

Esta página se usa para ajustar los parámetros de medida.

NOTA

Debido a la naturaleza del tipo de campo, el modo Measurement (Medida) se encuentra en la página Options (consulte la página 72). Este parámetro debe ajustarse antes de configurar los restantes parámetros de medida.

Batch No. & Next Sample (N.º de lote y siguiente muestra)

Identifica la siguiente muestra que se va a medir. No tiene ningún efecto sobre la lectura.

Pre-read Delay (Retraso en prelectura)

Define el tiempo permitido para que la muestra llegue al paso de luz y para que se establezca la señal.

Read Time (Tiempo de lectura)

Define el tiempo durante el cual se mide la señal.

Replicates (Réplicas)

Define el número de lecturas en cada disolución. Esta opción solo está disponible en el modo Integration (Integración).

Precision (Precisión)

Define el % de precisión para el modo de medida PROMT (Tiempo de medida optimizado para precisión). No está disponible si está activado el SIPS.

Página Options

Además de seleccionar el modo Measurement (Medida), esta página se usa para activar opciones tales como uso del SIPS y salida serie, así como para seleccionar el idioma de la interfaz.

Measurement Mode (Modo de medida)

Determina cómo se va a medir la señal. Están disponibles los siguientes modos:

Integration (Integración)

La señal se promedia a lo largo del 'Read time' (Tiempo de lectura) seleccionado para el número de réplicas configurado.

PROMT (Tiempo de medida optimizado para precisión)

La señal se promedia hasta que se consigue la precisión (%RSD) deseada o hasta el final del tiempo de lectura.

NOTA

Quando se utiliza el SIPS, este valor se ajusta al 0,3%.

Integrate Repeat (Integración de repeticiones)

Las réplicas se leen de forma continua sin necesidad de pulsar la tecla **Read** (Lectura). Si se pulsa la tecla **Read**, se tomará la réplica más reciente como el resultado de la disolución (muestra o patrón). Este modo NO debe usarse si se utiliza el accesorio SIPS.

SIPS

Muestra el submenú siguiente:

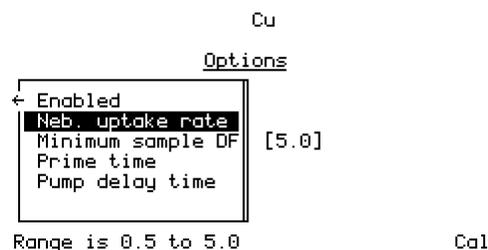


Figura 16. El submenú de opciones del SIPS

Enabled (Activado)

Activa el uso del SIPS (el valor predeterminado es 'No').

Neb. uptake rate (Tasa de absorción del neb.)

Controla la velocidad máxima de la bomba. Aunque se expresa en ml/min, la velocidad de flujo real puede ser inferior a este valor, en función del estado del tubo, de la viscosidad de la disolución, etc. Asegurarse de que la tasa de absorción del nebulizador supere el número introducido garantizará el correcto funcionamiento de la bomba. (Pero tenga cuidado con posteriores obstrucciones del nebulizador, que podrían invalidar esta condición.)

Minimum Sample DF (FD mínimo de muestra)

Define el factor de dilución mínimo de muestra que debe usarse. Su aplicación principal se realiza cuando se sospecha que la mayoría de muestras están fuera de rango. Esto evitará cambios innecesarios del factor de dilución, acelerando así el número de muestras analizadas.

Prime Time (Tiempo de cebado)

Define el retardo prelectura del SIPS, que es el tiempo necesario para bombear disoluciones introducidas con SIPS a través de los tubos para bomba desde el recipiente de la disolución hasta la pieza en T.

Pump Delay Time (Tiempo de retardo de la bomba)

Define el tiempo que requiere la absorbancia de la muestra para alcanzar el equilibrio después de un cambio en la velocidad de la bomba y para que se establezca la señal. Consulte el capítulo 5 para conocer cómo se usa el SIPS.

Serial Port (Puerto serie)

Muestra el submenú siguiente:

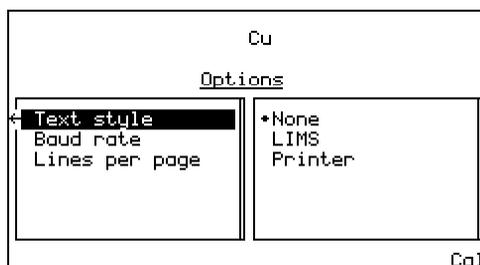


Figura 17. El submenú de opciones de Serial Port

Text Style (Estilo de texto)

Permite la salida en LIMS o en impresora (el valor predeterminado es None -Ninguno-). Todas las salidas precisan que el valor 'Baud rate' (Velocidad en baudios) esté correctamente configurado. La salida 'LIMS' tiene campos delimitados por comas. La salida 'Printer' tiene campos delimitados por espacios.

Consulte la página 100 para obtener información sobre la impresión de los resultados de la solución.

Baud Rate (Velocidad en baudios)

Define la velocidad en baudios que debe usarse para el puerto serie. El valor predeterminado es 9600.

Lines Per Page (Líneas por página)

Se usa si se selecciona 'Printer' (Impresora) como estilo de texto (el valor predeterminado es 66). Cada página tiene un encabezado. Para separar las páginas se utilizan saltos de página.

Language (Idioma)

Permite seleccionar el idioma de la interfaz (el valor predeterminado es inglés). Consulte la página 83 para obtener instrucciones sobre el modo de cambiar el idioma de la interfaz.

Página Optimization

La página Optimization se usa para optimizar las lámparas de cátodo hueco (y la lámpara de D₂), así como para optimizar la señal. En el modo Absorbance (Absorbancia) existen hasta tres opciones en esta página: Lámpara HC, lámpara D₂ y Signal (Señal). En el modo Emission (Emisión), solo existe una opción, Signal, pues, durante la optimización de la emisión, el sistema usa el patrón más alto para efectuar el procedimiento de cálculo de picos de la longitud de onda (es decir, no se usan lámparas).

La barra de la señal que aparece en la parte superior de la página facilita la optimización de las lámparas, la posición del quemador y la posición de la bola de impacto para obtener la señal óptima.

Consulte la página 87 para obtener instrucciones sobre la optimización del sistema.

Página Calibration Parameters

Esta página se usa para definir los patrones que se deben usar en la calibración, para medir los patrones y para seleccionar el nuevo cálculo de la pendiente.

Standard Conc. 0 (Conc. patrón 0)

Este campo se ajusta en cero y no se puede editar, pero permite medir el blanco.

Standards 1...5 (Patrones 1...5)

Define las concentraciones de los patrones de calibración. El valor debe ser mayor que cero y tener cuatro cifras significativas, con 0-3 decimales. Los patrones no pueden tener el mismo valor y deben introducirse en orden creciente. Si se introduce el valor cero se eliminan los patrones actual y siguiente.

El patrón del nuevo cálculo de pendiente se configura seleccionando el patrón deseado y pulsando la tecla **Reslope** (Nuevo cálculo de pendiente). El patrón seleccionado se marcará con un asterisco para indicar que se trata del patrón del nuevo cálculo de pendiente. Consulte la página 98 para obtener más información.

NOTA

Si está activado el SIPS, el cursor estará limitado al último campo de entrada, que es la concentración del patrón a granel. Los patrones 1-4 se calculan a partir del patrón a granel. El patrón del nuevo cálculo de pendiente se fija en 3. Consulte la página 98 para obtener más información.

Página Results

La página Results (Resultados) muestra los resultados de la disolución en formato de tabla y presenta información como nombre de muestra, concentración, %RSD o precisión, lectura media de la disolución, factor de dilución y el último valor de la réplica.

Cu

Sample	Conc	Results		DF	Reps
		%Pr	Mean		

Cal

Figura 18. La página Results

La columna Sample (Muestra) presenta texto en la forma nnn para una muestra, Std-n para un patrón y Reslope para el patrón del nuevo cálculo de pendiente.

La columna Conc muestra los valores de concentración de las disoluciones medidas, o bien el texto UNDER (POR DEBAJO) u OVER (POR ENCIMA) si la disolución está fuera de rango por debajo o por encima, o bien UNCAL si el método no está calibrado.

La columna Precision (Precisión) muestra %RSD en el modo Integration (Integración), %Pr en el modo PROMT y permanece en blanco en el modo Integrate Repeat (Integración de repeticiones) (con el encabezado %Pr).

La columna Mean (Media) siempre muestra la lectura media para cada disolución.

La columna DF (factor de dilución) solo incluye valores si el SIPS está activado, y estará en el rango 1.000...200.0.

La columna Reps (valor de última réplica) solo se usa para el modo Integration (Integración), y muestra el valor de cada réplica según se calcula. Cada valor sobrescribe al anterior.

Si se carga un método nuevo, o si cambia el modo Measurement (Medida) o Instrument (Instrumento), el contenido de la ventana Results (Resultado) se borra.

Desplazamiento por la interfaz

Cambio de una página a otra

Para acceder a una página determinada, pulse la tecla correspondiente a dicha página. Se conservarán las modificaciones realizadas en la página anterior, y se descargarán en el instrumento al abandonar la página. Los cambios realizados en una página dada solo se ejecutan cuando se abandona la página (se selecciona otra página). Una excepción es cuando se pasa de la página Load Method (Cargar método) a la página Instrument Parameters (Parámetros del instrumento) o a la inversa. Los parámetros no se descargarán en este momento, por lo que podrá cargar un método y editar los parámetros del instrumento al mismo tiempo, en lugar de tener que actualizar la configuración del instrumento dos veces (al abandonar cada página).

Selección de menús

Para los menús de Comando (es decir, los menús de un solo nivel que aparecen en la parte izquierda de la pantalla), utilice las teclas **Arriba** y **Abajo** para desplazarse de un elemento a otro y, en caso necesario, pulse **Enter** para seleccionar la opción que desee.

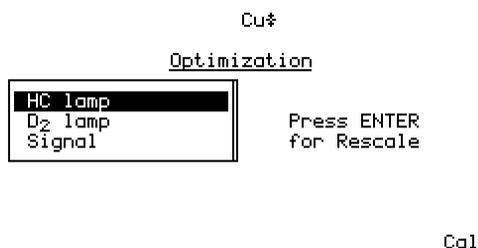


Figura 19. Ejemplo de un menú de Comando

Si el menú es un menú de Parámetro (es decir, el cuadro de lista de la izquierda contiene elementos que acceden a otros submenús), deberá pulsar la tecla de **flecha derecha** en la opción de menú requerida para acceder al submenú disponible.

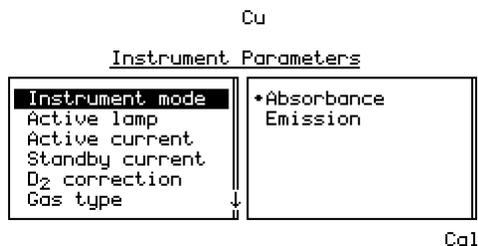


Figura 20. Ejemplo de un menú de Parámetro

NOTA

Una flecha que aparece en el marco que rodea un menú indica que hay elementos adicionales disponibles. Utilice las teclas de **flecha Arriba/Abajo** para desplazarse por la lista o de **flecha Izquierda/Derecha** para pasar de un menú al siguiente.

En el ejemplo anterior, puede pulsar la tecla de **flecha Derecha** para acceder a las opciones disponibles en el campo 'Instrument mode' (Modo de instrumento), usar la tecla de **flecha Arriba/Abajo** para resaltar la opción que desee y pulsar **Enter** para seleccionarla. Al pulsar **Enter** se acepta el valor actual y se devuelve el cursor al campo de la izquierda.

Movimiento de un campo a otro

El cursor muestra cuál es el campo seleccionado. Si el cursor se encuentra en un campo de entrada, se resaltará todo el campo. Para moverse de un campo de entrada a otro, utilice las teclas de **flecha Arriba/Abajo**.

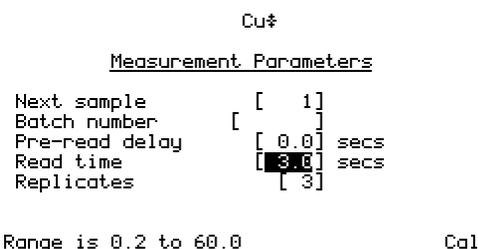
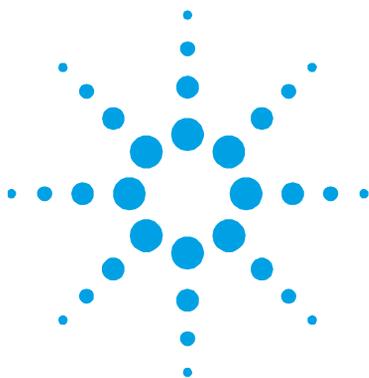


Figura 21. La página Measurement Parameters (Parámetros de medida), con el campo 'Read time' (Tiempo de lectura) resaltado

Interfaz

Según se introducen los datos (con el teclado numérico), aparecerá en el extremo del campo. Si se pulsa **Clr**, se eliminará todo el valor del campo. Si se pulsa **Enter**, el cursor irá al siguiente campo (siempre que el valor sea válido). Si el valor introducido no es válido, el cursor permanecerá en el campo de entrada y no se aceptará el valor.



5. Funcionamiento

Lista de comprobación anterior al análisis	81
Arranque del sistema	82
Desarrollo de método	83
Optimización	87
Configuración del nebulizador	93
Calibración del método	96
Medida de la muestra	99
Resultados	100
Apagado del sistema	102

En este capítulo se proporcionan instrucciones para usar el instrumento AA Agilent 55B, incluido cómo desarrollar métodos, optimizar el sistema, realizar medidas e imprimir los resultados.

En este capítulo se asume que tiene instalado correctamente el hardware adecuado, como se describe en el capítulo 3, y está familiarizado con la interfaz, como se describe en el capítulo 4.

Lista de comprobación anterior al análisis

Para preparar el espectrómetro AA Agilent 55B para el análisis:

- 1 Compruebe que todo el hardware requerido (incluido SIPS e impresora en caso necesario) esté correctamente instalado según las instrucciones del capítulo 3 y los manuales de accesorios adicionales.
- 2 Encienda el instrumento y los accesorios periféricos según se describe en la página 82.

- 3 Asegúrese de que el sistema de escape está en funcionamiento. Para ello, sujete un pañuelo de papel fino y de una sola capa en la boca de la campana de extracción o utilice el humo de una cerilla apagada. El pañuelo de papel o el humo deberán ser aspirados por la campana.
- 4 Compruebe los suministros de gas para asegurarse de que tiene suficiente gas para realizar el análisis. También debe comprobar que la presión de la bombona de acetona sea superior a 700 kPa (unas 100 psi) para asegurarse de que no se aspira acetona al interior del instrumento.
- 5 Ajuste la presión de suministro de los gases a los siguientes valores

	Recomendado		Permisible	
	kPa	PSI	kPa	PSI
Acetileno	75	11	65-100	9,5-14,5
Aire	350	50	245-455	35-65
Óxido nitroso	350	50	245-455	35-65

- 6 Inspeccione los tubos de gas para comprobar si presentan daños y, en su caso, sustitúyalos. Active los suministros de gas del instrumento y compruebe si los tubos y conexiones presentan fugas. Si aparecen fugas, apague de inmediato los suministros de gas y solucione el problema.
- 7 Desarrolle o cargue un método como se describe en la página 83.
- 8 Optimice el sistema como se describe en la página 87.
- 9 Ajuste la tasa de absorción del nebulizador como se describe en la página 93.
- 10 Calibre el sistema como se describe en la página 96.
- 11 Continúe con el análisis.

Arranque del sistema

El interruptor principal es de tipo basculante, y se encuentra en la parte delantera del instrumento, a la izquierda. Póngalo en la posición 'I' para arrancar el sistema. Deberá encenderse la luz indicadora verde.

Al arrancar el instrumento, aparecerá la pantalla de arranque en el área de visualización mientras el instrumento realiza sus pruebas de inicialización. Una vez finalizada la configuración de la inicialización, se mostrará la página Load Method (Cargar método).

Para obtener instrucciones sobre cómo arrancar los accesorios, consulte los manuales suministrados con ellos.

Desarrollo de método

Los métodos almacenan los parámetros que deben usarse para el análisis, como instrumento, medida y calibración. Es necesario tener un método cargado para poder analizar muestras. Existen dos tipos de métodos: métodos de usuario (métodos que define el usuario) y métodos preconfigurados (que contienen la configuración recomendada para el elemento seleccionado).

Selección del idioma de la interfaz

Antes de continuar, es posible que tenga que seleccionar el idioma de la interfaz. Esto se hace en la página Options (Opciones).

Para cambiar el idioma de la interfaz:

- 1 Pulse la tecla **Options** (Opciones). Si la página Options (Opciones) muestra el submenú SIPS, pulse la tecla de **Flecha izquierda** para volver al menú principal (consulte la página 72 para obtener más información).
- 2 Mueva el cursor a 'Language' (Idioma) y pulse la tecla de **Flecha derecha**.
- 3 Mueva el cursor al idioma que desee en la lista de opciones disponibles y pulse **Enter**.

NOTA

En estos idiomas también están disponibles teclados superpuestos (consulte el capítulo 7 para conocer la información sobre pedidos).

Carga de un método

Puede cargar un método preconfigurado, personalizar su propio método de usuario o cargar un método de usuario existente.

Para cargar un método preconfigurado:

- 1 Pulse el botón **Load Method** (Cargar método).
- 2 Seleccione la opción 'Cookbook' (Preconfigurado).
- 3 Seleccione el grupo de elementos adecuado.
- 4 Seleccione el elemento que desea en la lista y pulse **Enter**.

Se cargará el método preconfigurado y se actualizarán como corresponda los parámetros siguientes: elemento, número de método, modo de instrumento, corriente de lámpara activa, tipo de gas, longitud de onda y anchura de rendija. Además, se eliminarán todos los valores anteriores de concentración del patrón.

Para personalizar un método:

- 1 Cargue el método preconfigurado para el elemento deseado como se ha descrito anteriormente y modifique la configuración de los parámetros como sea necesario (consulte las secciones siguientes para obtener instrucciones sobre la configuración de los distintos parámetros).
- 2 Guarde el método en la página Instrument Parameters (Parámetros del instrumento) como se describe en la página 87.

Para cargar o modificar un método de usuario existente:

- 1 Pulse el botón **Load Method** (Cargar método).
- 2 Seleccione los métodos de 'User' (Usuario) y pulse **Enter**.
- 3 Seleccione el método que desea utilizar.
- 4 Modifique el método como precise.

Configuración de los parámetros del instrumento

La configuración del instrumento se define en la página Instrument Parameters (Parámetros del instrumento).

Para configurar los parámetros del instrumento, seleccione la página Instrument Parameters (Parámetros del instrumento) y especifique:

- 'Instrument mode' (Modo de instrumento): Absorbance (Absorbancia) o Emission (Emisión)
- 'Active lamp' (Lámpara activa): posición 1 o 2

- 'Active current' (Corriente activa) para la lámpara activa
- 'Standby current' (Corriente en espera) para la lámpara en espera
- 'D₂ correction' (Corrección de D₂): activada o desactivada
- 'Gas type' (Tipo de gas)
- 'Wavelength' (Longitud de onda)
- el ancho de banda espectral: la anchura de 'Slit' (Rendija)

Para obtener más información, consulte la página 69.

Configuración de los parámetros de medida

Todos los parámetros de medida se configuran en la página Measurement Parameters (Parámetros de medida), con la excepción del modo Measurement (Medida) y el uso de SIPS, que se ajustan en la página Options (Opciones).

Para configurar los parámetros de medida:

- 1 Seleccione la página Options (Opciones) (consulte la página 72) y especifique:
 - a 'Measurement mode' (Modo de medida)
 - b Si 'SIPS' está activado o no. Si elige activar SIPS, deberá configurar sus parámetros (consulte la página 72).
- 2 Seleccione la página Measurement Parameters (Parámetros de medida) y especifique:
 - a 'Next sample' (Siguiete muestra) que se va a medir.
 - b 'Batch no' (N.º de lote)
 - c 'Read time' (Tiempo de lectura)
 - d Número de 'Replicates' (Réplicas) (solo en modo Integration - Integración-)
 - e 'Precision' -Precisión- (solo en modo PROMT)
 - f 'Pre-read delay' (Retraso en prelectura)

Para obtener más información, consulte la página 71.

Definición de los patrones de calibración

Los patrones de calibración se introducen en la página Calibration Parameters (Patrones de calibración). Se pueden definir hasta cinco patrones. Los patrones de calibración deben ser únicos y deben introducirse en orden creciente.

Cal Zero (Cal. del cero) no se puede editar, y se incluye exclusivamente para la medida del blanco. El valor del campo siempre es cero.

NOTA

Si SIPS está activado (en la página Options -(Opciones-), el único campo editable en la página Calibration Parameters (Parámetros de calibración) es Conc5, que representa la concentración del patrón a granel. Conc1...4 se calculan a partir del patrón a granel, y el patrón del nuevo cálculo de pendiente se ajusta a 3. Para obtener más información, consulte la página 97.

Para introducir información de calibración:

- 1 Seleccione la página Calibration Parameters (Parámetros de calibración).
- 2 Resalte el campo 'Conc1' e introduzca la concentración del patrón 1. El número de decimales introducido ajustará el número de decimales usado para los restantes valores de patrón. Aunque cambie el número de decimales, las concentraciones seguirán siendo válidas (no las fuera de rango o las idénticas).
- 3 Introduzca las concentraciones de los demás patrones. Los valores deberán ser únicos y ascendentes.
- 4 Configure el patrón del nuevo cálculo de pendiente que se debe usar (en su caso) moviendo el cursor al patrón correspondiente y pulsando la tecla **Reslope** (Nuevo cálculo de pendiente). Un asterisco indica el patrón del nuevo cálculo de pendiente.

Para obtener más información, consulte la página 76.

Guardar o eliminar métodos

Los métodos se guardan en la página Instrument Parameters (Parámetros del instrumento). Existen 30 posiciones para guardar métodos personalizados. Las posiciones ocupadas se muestran en la página Load Method (Cargar método). Puede guardar un método en cualquier posición, aunque ya esté ocupada por uno existente. El nuevo método sobrescribirá al existente (sin solicitud de confirmación).

Para guardar un método:

- 1 Pulse el botón Instrument Parameters (Parámetros del instrumento).
- 2 Resalte la opción 'Save Method' (Guardar método) y pulse Enter.
- 3 Seleccione una posición vacía y pulse **Enter**.

El método se guardará en la posición seleccionada, y en la lista se mostrarán el número de la posición y el elemento del método.

Para eliminar un método:

- 1 Pulse el botón Instrument Parameters (Parámetros del instrumento).
- 2 Resalte la opción 'Delete Method' (Eliminar método) y pulse Enter.
- 3 En la lista, resalte el método que desea eliminar y pulse Enter. El método se eliminará, dejando una posición vacía en la lista.

Optimización

En esta sección se describe cómo optimizar los distintos componentes del sistema de AA Agilent 55B, incluida la lámpara, el quemador y la señal de llama.

Alineación de lámparas

Lámparas de cátodo hueco

Si está desarrollando un método nuevo, instale la lámpara y anote la posición, asegurando que esta posición se configura en el método para dicho elemento. Los números de cada posición de lámpara están claramente marcados. Deberá introducir el número de posición de la lámpara en la página Instrument Parameters (Parámetros del instrumento).

Si utiliza una lámpara con un método existente, revise el método para averiguar dónde debe instalarse la lámpara, instale la lámpara en esta posición y asegúrese de configurar dicha posición en el método para este elemento.

Deberá alinear una lámpara de cátodo hueco si:

- acaba de instalar la lámpara
- necesita la mejor relación señal-ruido posible
- utiliza una lámpara de un fabricante distinto de Agilent
- utiliza una posición usada previamente para una lámpara de un fabricante distinto de Agilent.

No es necesario alinear las lámparas en modo Emisión, pues no se usan (la optimización de la señal se lleva a cabo a la hora de aspirar el patrón a granel/superior).

Para alinear una lámpara de cátodo hueco:

- 1 Cargue un método adecuado, asegúrese de que la posición de lámpara necesaria está configurada en el software SpectrAA y espere a que se caliente la lámpara (aproximadamente 15 minutos). Si la lámpara no se enciende, revise el método y configure 'Active lamp' (Lámpara activa) y 'Active current' (Corriente activa) en la página Instrument Parameters (Parámetros del instrumento).
- 2 Pulse el botón **Optimize** (Optimizar) y asegúrese de que no haya nada en el paso de luz. (La opción 'HC lamp' (Lámpara HC) se selecciona automáticamente al entrar en la página.)

- 3 Mientras observa en pantalla la barra de señal de la lámpara, gire lentamente una de las manillas de ajuste de la lámpara. Si la señal disminuye, gire la manilla en la otra dirección hasta conseguir la máxima señal. Si la señal de la lámpara HC es demasiado pequeña, compruebe primero si tiene la lámpara correcta para el método actual. Si es así, pulse **Enter** para reescalar. De este modo, la señal volverá a estar dentro del rango para que se muestre. También deberá reescalar si la señal se vuelve demasiado grande.
- 4 Repita el paso anterior con la otra manilla de ajuste.

Lámpara de D₂

Solo es necesario alinear la lámpara de D₂ cuando se instala una nueva (consulte el capítulo 6 para obtener instrucciones para la instalación de una lámpara de D₂ nueva).

Para alinear una lámpara de D₂:

- 1 En la página Optimize (Optimizar), seleccione la opción 'D₂ lamp' (Lámpara de D₂).
- 2 Mientras observa en pantalla la barra de señal de la lámpara, gire lentamente una de las manillas de ajuste de la lámpara de D₂ (situadas delante del compartimento de lámparas de D₂). Si la señal disminuye, gire la manilla en la otra dirección hasta conseguir la máxima señal. Si la señal de la lámpara de D₂ es demasiado pequeña, compruebe primero si ha instalado correctamente la lámpara de D₂ (consulte la página 118). Si es así, pulse **Enter** para reescalar. De este modo, la señal volverá a estar dentro del rango para que se muestre. También deberá reescalar si la señal se vuelve demasiado grande.
- 3 Repita el paso anterior con la segunda manilla de ajuste de la lámpara de D₂.

Alineación del quemador

Para alinear el quemador:

- 1 Utilice una de las tiras de limpieza y alineamiento del quemador suministradas por Agilent (o una tarjeta de visita) para localizar el paso de luz.
- 2 Gire el quemador apretando las puntas del asa de rotación, hasta que la ranura quede en paralelo con el paso de luz.

NOTA

Agilent suministra las tiras de limpieza y alineamiento del quemador.

- 3 Sitúe la tarjeta a mitad de camino a lo largo de la ranura del quemador. Disponga la tarjeta con la línea vertical perpendicular a la ranura y ajuste la altura del quemador hasta que el haz de luz caiga dentro del área diana.



Figura 22. Alineación del quemador

- 4 Compruebe que la ranura esté paralela al paso de luz colocando la tarjeta en los extremos de la ranura del quemador. Reajuste en caso necesario.

Ahora puede encender la llama y optimizar la señal.

Encendido de la llama

Antes de encender la llama, deberá asegurarse de que:

- el área de trabajo esté totalmente libre de materiales peligrosos, incluidos líquidos corrosivos y disolventes inflamables

- la trampa de líquidos esté llena de un disolvente especial
- el tubo de drenaje esté situado correctamente en el recipiente de recogida de residuos, con el extremo del tubo lo más alto posible en el vaso por encima del nivel de líquido esperado
- esté colocado el quemador correcto
- se hayan acoplado el protector de llama, el panel frontal del compartimento de la muestra y la chimenea
- haya comprobado el sistema de escape y los suministros de gas, como se describe en la página 81.

Para encender la llama:

- 1 Pulse el botón 'Flame on' -Encender llama- (el botón negro situado en la parte izquierda del instrumento) y manténgalo pulsado hasta que se encienda la llama. Si la secuencia de encendido agota el tiempo de espera antes de que se encienda la llama, suelte el botón, espere unos cinco segundos y vuelva a iniciar la secuencia.

**ADVERTEN
CIA**



Peligro de explosión

El uso de una llama con un sistema de seguridad incompleto puede provocar una violenta explosión que puede causar la muerte, lesiones, pérdida auditiva o daños en la propiedad. Para evitar un encendido no seguro de la llama, el uso del encendedor incorporado está inhibido a menos que se satisfagan las protecciones de seguridad. Si no funciona el encendedor, y se satisfacen todas las protecciones de seguridad, llame a un técnico de soporte de Agilent para que busque y repare la avería. Nunca use un encendedor externo para encender la llama, pues se saltaría la autocomprobación inherente del sistema de seguridad.

- 2 Compruebe la configuración del regulador de gases y reajuste en caso necesario.
- 3 Una vez estabilizada la llama, ajuste las condiciones.
- 4 aspire 50 ml del disolvente adecuado. Cuando no esté aspirando una disolución, deberá aspirar el disolvente adecuado.

Optimización de la señal de la llama

Para optimizar la señal de la llama:

- 1 Pulse la tecla **Optimizar** y seleccione la opción 'Signal' (Señal).
- 2 Aspire el blanco y pulse las teclas **Alt** y **Read** (Lectura) juntas para poner a cero el instrumento.
- 3 Aspire una solución patrón que proporcione una absorbancia de al menos 0,2. Si está en el modo de emisión, aspire el patrón a granel o el de máxima concentración.
- 4 Observe la barra de señal y ajuste la altura del quemador utilizando la manilla exterior en el regulador del quemador para obtener la máxima absorbancia, pero conserve el quemador por debajo del paso de luz. Alterne entre aspirar el blanco y el patrón superior, tomando nota del valor de absorbancia neto. Cuando este valor deje de aumentar, la altura del quemador será la correcta. La altura del quemador controla la sensibilidad e influye también en las interferencias de atomización.
- 5 Mueva con cuidado el quemador horizontalmente girando la manilla de ajuste interna en el regulador del quemador. En general, una vez optimizada para la máxima sensibilidad, esta posición se puede usar para todos los análisis.
- 6 Ajuste la posición de la bola de impacto girando gradualmente su tornillo de ajuste, primero en el sentido de las agujas del reloj y después en el sentido opuesto hasta encontrar la máxima absorbancia.

CONSEJO

Puede encontrar la posición óptima de la bola para la mayor parte de las aplicaciones aspirando una disolución de cobre de 5 mg/l.

El sistema estará optimizado ahora. Ahora puede tomar lecturas, medir los patrones de calibración o realizar un nuevo cálculo de la pendiente, como se describe en las secciones siguientes.

Configuración del nebulizador

En esta sección se asume que ha ensamblado correctamente el nebulizador e instalado el conjunto de nebulizador/cámara de nebulización en el compartimento de la muestra.

El nebulizador es totalmente ajustable, lo que permite cambiar la posición del capilar interno para variar la tasa de absorción desde 0-8 ml/min, compensando el efecto de combustible de los disolventes orgánicos.

La configuración del manguito determina la posición del capilar en el venturi del nebulizador. Esto permite seleccionar la configuración del nebulizador que mejor se adapte a las características de las muestras.

Ajuste de alto vacío

Para muestras con niveles relativamente bajos de sólidos disueltos, se consigue el máximo rendimiento con el nebulizador en modo de alto vacío, donde el capilar debe dar la máxima caída de la presión (vacío) en la punta del mismo. Esta configuración utiliza columnas de plástico de diámetro estrecho (d. i. de 0,38 mm) Un nebulizador configurado de este modo mostrará una variación mínima en la tasa de absorción con variación en el nivel de líquido en los tubos de muestra. Sin embargo, podría ser más propenso a sufrir obstrucciones por las sales depositadas procedentes de la muestra.

Para configurar el nebulizador en modo de alto vacío:

- 1 Tome una longitud de la columna de plástico de diámetro estrecho (d. i. de 0,38 mm) incluido con el nebulizador y acople el extremo acampanado de este tubo en el capilar para nebulizador.
- 2 Configure el instrumento para medir absorbancia con un elemento fácilmente atomizado (como el cobre) en una llama de aire y acetileno. Dado que la tasa de absorción será baja, la sensibilidad inicial será menor de lo normal.
- 3 Ajuste el instrumento en modo de lectura continua.
- 4 Ponga a cero el instrumento pulsando las teclas **Alt** y **Read** (Lectura) al mismo tiempo.
- 5 Afloje el anillo de bloqueo y gire el anillo y el manguito totalmente en el sentido de las agujas del reloj.

- 6 Mientras nebuliza una solución patrón adecuada, observe la absorbancia. Gire lenta y cuidadosamente el manguito en el sentido opuesto al de las agujas del reloj hasta que la absorbancia alcance el máximo.
- 7 Sujete el manguito de modo que no gire y gire el anillo de bloqueo hasta que quede ajustado con firmeza contra el cuerpo de la cámara de nebulización para bloquearlo en su sitio.

El nebulizador ahora estará listo para su uso. Si acaba de instalar el nebulizador, debe llevar a cabo las comprobaciones de rendimiento que se describen en la página 96.

Ajuste de bajo vacío

En el modo de bajo vacío (la configuración de sólidos altos), la posición del capilar se ajusta próxima al extremo de la garganta del venturi. El mayor espacio alrededor de la punta del capilar reduce la obstrucción provocada por disoluciones con mayor contenido en sólidos. Con esta configuración, el vacío en la punta del capilar es relativamente bajo. En consecuencia, deberá usar un capilar de muestreo de plástico de diámetro ancho (d. i. de 0,64 mm) para conseguir las tasas de absorción necesarias para la máxima sensibilidad. En este ajuste, la tasa de absorción es más sensible a la variación en el nivel del líquido de la muestra.

Para configurar el nebulizador en modo de bajo vacío:

- 1 Ajuste el tubo de diámetro ancho (d. i. de 0,64 mm) en el capilar.
- 2 Afloje el anillo de bloqueo y gire el manguito (y el anillo) totalmente en el sentido de las agujas del reloj.

El nebulizador ahora estará listo para su uso.

NOTA

En esta configuración, la tasa de absorción será sensible al cabezal hidrostático del líquido en el contenedor de muestra, por lo que deberá tenerse cuidado para minimizar las variaciones en los niveles de líquido en los contenedores de muestra y de patrón.

Configuración de la tasa de absorción cero

Antes de ajustar el nebulizador para su uso con disolventes orgánicos, debe configurar la tasa de absorción cero como sigue, utilizando agua destilada como disolvente:

- 1** Ajuste el tubo de diámetro ancho (d. i. de 0,64 mm) en el capilar.
- 2** Gire el anillo de bloqueo en el sentido de las agujas del reloj hasta que suba contra el cuerpo del nebulizador.
- 3** Gire el manguito en el sentido de las agujas del reloj en toda su extensión.
- 4** Aspirando agua destilada, gire el manguito en el sentido opuesto al de las agujas del reloj hasta que aparezcan burbujas en el extremo del capilar.
- 5** Gire el manguito en el sentido de las agujas del reloj hasta que dejen de aparecer burbujas.

Este será el punto de absorción cero (no se aspira nada de disolución a través del nebulizador).

Configuración de la tasa de absorción para disolventes orgánicos

Debido al efecto de combustible de los disolventes orgánicos, debe ajustar cuidadosamente la tasa de absorción del nebulizador para todos los análisis con disoluciones orgánicas.

Configure la tasa de absorción como sigue, utilizando una llama de aire y acetileno y el disolvente seleccionado:

- 1** Ajuste el nebulizador para la tasa de absorción cero como se ha descrito anteriormente.
- 2** Ajuste los flujos de gas para dar una llama muy fina.
- 3** Gire lentamente el manguito en el sentido de las agujas del reloj hasta que la llama comience a enriquecerse en combustible (podría aparecer amarillenta).

El nebulizador ahora estará listo para su uso. Si acaba de instalar el nebulizador, debe llevar a cabo las comprobaciones de rendimiento que se describen en la siguiente sección.

Comprobaciones de rendimiento

Debe comprobar el rendimiento del nebulizador:

- En el momento de la instalación
- Semanalmente
- Cuando utilice un nuevo tipo de disolución.

Para comprobar el rendimiento del nebulizador:

- 1 Configure el nebulizador en modo de alto vacío según 'Ajuste de alto vacío' en la página 93 o, si utiliza disolventes orgánicos, ajuste el nebulizador a la máxima tasa de absorción (manguito girado totalmente en el sentido de las agujas del reloj).
- 2 Configure el instrumento para medir la absorbancia del cobre en una llama de aire y acetileno.
- 3 Con el sistema totalmente optimizado tal y como se describe en 'Optimización' en la página 87, aspire agua destilada desde una bombona calibrada de 10 ml durante un periodo de tiempo cuidadosamente cronometrado y calcule la tasa de absorción. Debe ser de aproximadamente 5 ml/min.
- 4 Ponga a cero el instrumento (pulse las teclas **Alt** y **Read** (Lectura) al mismo tiempo) mientras aspira agua destilada.
- 5 Aspire una disolución de cobre de 5 mg/ml y anote la lectura de absorbancia.

Agilent garantiza una absorbancia de 0,75 o superior con el sistema de atomización de llama Mark 7 en condiciones totalmente optimizadas.

Calibración del método

Todas las calibraciones usan el algoritmo New Rational, que proporciona la línea cuadrática de mínimos cuadrados de mejor ajuste en el dominio Abs/Conc frente a Abs:

$$A/C = a + b \cdot A + c \cdot A^2$$

(siendo A = Absorbancia; C = concentración; a,b,c son los coeficientes de la curva).

Los patrones de calibración se miden en la página Calibration Parameters (Patrones de calibración). Puede medir los patrones manualmente o usar SIPS para preparar y presentar los patrones automáticamente desde un patrón a granel.

NOTA

Si se vuelve a medir Cal. del cero, se ajustarán las señales de todos los patrones.

Si recibe un mensaje de error debido a un fallo de calibración, anote el número de error y consulte el capítulo 8 para ver una descripción del problema.

Medida manual de patrones

Para medir manualmente los patrones de calibración:

- 1 Defina los patrones que desea usar para la calibración como se describe en la página 86.
- 2 Seleccione el blanco de calibración resaltando el campo 'Conc0'; a continuación, aspire el blanco y pulse la tecla **Read** (Lectura).
- 3 Seleccione 'Conc1', aspire el primer patrón y pulse la tecla **Read** (Lectura).
- 4 Repita el paso anterior para los demás patrones.

Medida de patrones con SIPS 10

Se puede realizar la calibración automática a partir de un solo patrón con SIPS 10. (Consulte el manual del SIPS para obtener información sobre la instalación.)

Para calibrar un método con SIPS 10:

- 1 Configure el SIPS 10 como se describe en el manual del SIPS.
- 2 Desarrolle o modifique un método como se ha descrito anteriormente en esta sección.
- 3 Para incorporar el funcionamiento del SIPS en el método, active SIPS en la página Options (Opciones).
- 4 En el submenú SIPS, configure los parámetros como se requiera (consulte la página 72).

- 5 Seleccione la página Calibration Parameters (Parámetros de calibración).
- 6 Introduzca la concentración del patrón a granel en el campo Conc5. (Si el SIPS está activado, el cursor estará limitado al campo de entrada Conc5.) Los cuatro primeros patrones se calcularán automáticamente, con el patrón del nuevo cálculo de pendiente fijado en Conc3.
- 7 Asegúrese de que el tubo de diluyente esté conectado al vaso Mariott.
- 8 Asegúrese de que los tubos para bomba estén colocados en el patrón a granel y pulse **Read** (Lectura). Los patrones 0-5 se leen en orden. El SIPS se detiene cuando finaliza la calibración.

Visualización del gráfico de calibración

Para ver el gráfico de calibración, debe estar en la página Calibration Parameters (Parámetros de calibración), debe estar definido y medido al menos un patrón y la calibración debe ser válida (es decir, el ajuste debe ser bueno).

El gráfico de calibración se ve pulsando la tecla **Calibration Parameters** (Parámetros de calibración) de forma conjunta con la tecla **Alt**. Los punteros del gráfico se pueden mover con las teclas de **flecha**. Los números mostrados indican la señal y concentración actuales de la posición de los punteros.

Nuevo cálculo de la pendiente de calibración

Los nuevos cálculos de la pendiente suponen una forma rápida de ajustar la pendiente de la calibración actual. El patrón especificado (indicado en la página Calibration Parameters (Parámetros de calibración) mediante un asterisco) se vuelve a medir, se calcula la concentración para el patrón de nuevo cálculo de la pendiente (C_r) y se compara esta con la concentración anterior conocida para dicho patrón (C_s). Todos los posteriores resultados de la muestra se multiplican por el factor de corrección del nuevo cálculo de la pendiente, C_s/C_r .

Para realizar un nuevo cálculo de la pendiente:

- 1 En la página Calibration Parameters (Parámetros de calibración), resalte el patrón que desea usar como patrón de nuevo cálculo de la pendiente.
- 2 Pulse la tecla **Reslope** (Nuevo cálculo de la pendiente) para marcar el patrón como patrón de nuevo cálculo de la pendiente.

NOTA

Si utiliza SIPS, el patrón de nuevo cálculo de la pendiente será de forma predeterminada Conc3.

-
- 3 Aspire el patrón adecuado (si utiliza SIPS, el patrón se preparará automáticamente).
 - 4 En la página Results (Resultados), pulse la tecla **Reslope** (Nuevo cálculo de la pendiente).

El sistema medirá el patrón de nuevo cálculo de la pendiente seleccionado en el método y actualizará la calibración existente.

NOTA

Cal. del cero no se mide cuando se realiza un nuevo cálculo de la pendiente.

Medida de la muestra

Las muestras se miden en la página Results (Resultados). Puede medir las muestras manualmente o bien usar SIPS para facilitar la dilución on-line de las muestras fuera de rango.

Medida manual de muestras**Para medir las muestras manualmente:**

- 1 Ajuste los parámetros de medida como se describe en la página 85.
- 2 Pulse la tecla **Results** (Resultados).
- 3 Aspire la muestra adecuada (la resaltada en la página Results) y pulse la tecla **Read** (Lectura).
- 4 Repita el paso anterior para las demás muestras.

Medida de muestras con SIPS

Puede usar SIPS 10 para realizar la dilución automática de las muestras fuera de rango.

Para medir las muestras con SIPS 10:

- 1 Configure SIPS 10 como se describe en el manual de SIPS.
- 2 Active SIPS en la página Options (Opciones) y configure los parámetros como se requiera (consulte la página 72).
- 3 Ajuste los demás parámetros de medida como se describe en la página 85.
- 4 Pulse la tecla **Results** (Resultados).
- 5 Asegúrese de que el tubo de diluyente esté conectado al vaso Mariott.
- 6 Disponga los tubos para bomba en la muestra adecuada y pulse la tecla **Read** (Lectura).

Si la muestra está fuera de rango, SIPS diluirá automáticamente la muestra on-line y continuará la medición. El factor de dilución usado se proporciona en la página Results (Resultados), y se indica la concentración final con la dilución corregida.

Resultados

Los resultados de la disolución se muestran en la página Results (Resultados). Consulte la página 76 para obtener más información sobre la página Results (Resultados).

Impresión de los resultados

Los resultados de la disolución se pueden imprimir en una impresora externa, utilizando el cable RS-232 de 9 clavijas para conectar el instrumento al PC o a la impresora. Si la impresora no es en serie, use un convertidor de serie a paralelo.

Para imprimir los resultados:

- 1 Configure 'Text style' (Estilo de texto) en 'Printer' (Impresora) en la página Options (Opciones) y configure también 'Baud rate' (Velocidad en baudios) y 'Lines per page' (Líneas por página).

- 2 Asegúrese de que el cable RS-232 esté conectado a la impresora desde el puerto serie en la parte posterior del instrumento.
- 3 Pulse la tecla **Read** (Lectura) para medir la disolución actual. Según se va midiendo cada disolución, el resultado se va enviando a la impresora.

Salida a un sistema LIMS

Los resultados se pueden enviar a un sistema de gestión de información de laboratorio (LIMS) con la salida RS-232 situada en la parte posterior del instrumento. **Para ello:**

- 1 Conecte un cable RS-232 desde la parte posterior del instrumento a la entrada RS-232 del LIMS, por ejemplo el conector COM1 situado en la parte posterior de un PC.
- 2 Configure la velocidad en baudios de la conexión según el valor del sistema que controla.

Cada vez que se pulse la tecla READ (Lectura), se enviarán datos como sigue:

La disposición es la siguiente:

Id. del patrón de calibración, concentración, absorbancia de fondo, absorbancia media, absorbancias de las réplicas.

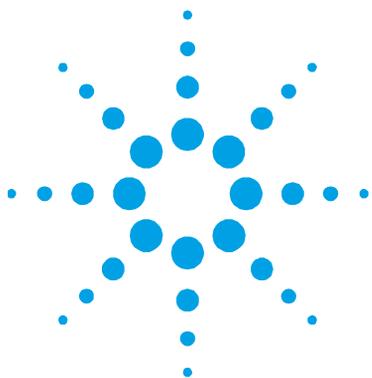
Número de lote, número de muestra, concentración, absorbancia de fondo, absorbancia media, absorbancias de las réplicas.

Apagado del sistema

Antes de apagar el sistema al final del día laboral, debe aspirar disolvente puro durante 10 minutos.

Para apagar el sistema:

- 1 Apague todos los accesorios como se indique en sus respectivos manuales.
- 2 Apague el instrumento.
- 3 Apague todos los suministros de gas en los reguladores y bombonas de gas.
- 4 Vacíe el recipiente de recogida de residuos.
- 5 Apague el ventilador de escape.
- 6 Retire y limpie los instrumentos que haya de acuerdo con las instrucciones que aparecen en el capítulo Mantenimiento.



6. Mantenimiento

Programa de mantenimiento	103
Limpieza	104
Quemadores	105
Nebulizador	107
Bola de impacto	112
Cámara de nebulización	116
Suministros de gas	118
Lámpara de D ₂	118
Fusibles	120

En este capítulo se describe cómo realizar el mantenimiento del sistema de AA Agilent 55B. Debe mantener una relación en el libro de registros del instrumento de todas las tareas de mantenimiento efectuadas. Antes de retirar ninguna pieza, deberá apagar el instrumento.

Programa de mantenimiento

A diario

- Verifique el sistema de escape
- Verifique los suministros de gas
- Verifique todos los tubos y las conexiones
- Limpie el instrumento
- Limpie el quemador.

Semanalmente

- Limpie la lámpara y las ventanas del compartimento de muestras
- Verifique el filtro de aire, la cámara de nebulización y la trampa de líquidos.

Una vez al año

- Solicite a un técnico de soporte de Agilent que realice el mantenimiento preventivo.

Limpieza

General

Limpie las superficies del instrumento como sigue:

- 1 Cuando termine, apague el instrumento y deje que se enfríe.
- 2 Retire los instrumentos presentes en el compartimento de la muestra (consulte las instrucciones que corresponda, en su caso).
- 3 Con un paño mojado en agua, limpie el compartimento de la muestra, la cubierta del instrumento, el protector de llama y la chimenea. En caso necesario, utilice un detergente suave para limpiar la cubierta. NO utilice un limpiador abrasivo. Si analiza las muestras biológicas, limpie el instrumento con clorhexidina al 95% en etanol.

Ventanas

Limpie las ventanas como sigue:

- 1 Limpie la ventana del compartimento de muestras y las ventanas del compartimento de lámparas con un chorro suave de aire filtrado o gas inerte, o bien con un limpiador de perilla, como los usados para limpiar las lentes de las cámaras.
- 2 Si las ventanas están sucias, límpielas con papel tissue para óptica sostenido entre pinzas de plástico y humedecido en disolución al 50% de etanol/agua.

Filtros

Verifique el filtro en la línea de suministro de aire y límpielo si es necesario (se incluyen instrucciones con el filtro).

Quemadores

Los quemadores deben limpiarse después de cada día de uso, en particular si las disoluciones analizadas presentaban un elevado contenido en sólidos o si se ha usado una llama rica en óxido nítrico y acetileno. Si no se limpian periódicamente, podrían acumularse depósitos duros difíciles de retirar.

CONSEJO

No es posible determinar a simple vista si el quemador está limpio o no. Ni siquiera en una lente de inspección de escasa potencia se pueden detectar niveles de contaminación bajos. Lo mejor es usar un microscopio binocular que permita mirar dentro de la ranura del quemador.

Limpieza del quemador

ADVERTENCIA



Peligro de explosión

El quemador se monta y sella correctamente durante la fabricación, y se realizan pruebas de presión. Para impedir fugas de gases y retroexpansiones, que podrían provocar la muerte, lesiones o daños en la propiedad, **NUNCA** se debe desmontar, modificar o tratar de modo incorrecto. Utilice **SIEMPRE** el procedimiento correcto para limpiar la ranura del quemador, dado que el uso de un quemador con una ranura sobredimensionada podría provocar una retroexpansión.

Para limpiar el quemador:

- 1 Retire la chimenea, el protector de llama y el panel frontal del compartimento de la muestra del instrumento.
- 2 Retire el quemador de la cámara de nebulización levantando el dispositivo quemador. Esto puede precisar un ligero movimiento de torsión.

Mantenimiento

- 3 Sumerja el quemador invertido en ácido nítrico diluido (5 %) de modo que la ranura quede totalmente sumergida en ácido. Deje que repose durante la noche para reblandecer los depósitos.
- 4 Aclare con agua destilada y coloque el quemador invertido en un baño de ultrasonidos con detergente de laboratorio diluido (como Decon 90) durante unos 10 minutos.
- 5 Lave con agua destilada y deje secar.

CONSEJO

Para acelerar el secado, seque el quemador con un papel o una toalla sin pelusa y, a continuación, utilice aire comprimido sin aceite o gas inerte.

-
- 6 Introduzca una tarjeta de visita no metálica o la tira de limpieza y alineamiento para quemadores Agilent en la ranura del quemador y vierta una pequeña cantidad de limpiador de metales (como Brasso) en cada lado justo por encima de la ranura del quemador.
 - 7 Deslice la tarjeta hacia arriba y abajo en la ranura (perpendicular a la parte superior) para retirar los depósitos que puedan estar presentes dentro de la ranura.

NOTA

Si los depósitos están muy endurecidos, su eliminación puede costar cierto esfuerzo, y podrían precisarse varias tarjetas. Otra posibilidad es usar una tira de plástico que sea un poco más fina que la ranura del quemador.

PRECAUCIÓN

En ninguna circunstancia debe usarse una tira o herramienta metálica en la ranura del quemador, pues arañaría la superficie y provocaría la rápida acumulación de carbono u otros sólidos.

-
- 8 Añada Brasso o un limpiador de metales similar a un paño y frote la parte superior de la ranura. Para depósitos particularmente duros, podría ser necesario usar las uñas o una espátula de madera o de plástico. Los bordes superiores finos situados a ambos lados de la ranura del quemador deberán aparecer brillantes para indicar que se han limpiado todos los depósitos.

- 9 Lave el quemador a fondo, preferiblemente en el baño de ultrasonidos de nuevo, para eliminar todas las trazas del limpiador de metales.
- 10 Seque el quemador e inspecciónelo con el microscopio.
- 11 En caso necesario, repita algunos o todos los pasos anteriores hasta que la ranura del quemador esté limpia.

NOTA

Al sumergir el quemador en ácido nítrico y usar el baño de ultrasonidos se eliminan de forma eficaz los depósitos químicos blandos dentro de la ranura. La retirada de los depósitos de carbono duros normalmente precisa un esfuerzo físico más significativo.

Si la anchura de la ranura supera los 0,47 mm (0,0185 pulg.) para un quemador de acetileno y óxido nítrico o bien los 0,54 mm (0,021 pulg.) para un quemador de aire y acetileno, el quemador no se puede reformar y deberá ser sustituido por uno nuevo.

Nebulizador

En esta sección se describe el modo de retirar, desmontar, limpiar y volver a montar el nebulizador.

Tarea de mantenimiento rutinaria

- Limpie el conjunto de nebulizador/cámara de nebulización a fondo al final de cada día laborable aspirando al menos 50 ml del disolvente adecuado a través del sistema.
- Compruebe periódicamente (a diario) todas las conexiones para ver si hay fugas con un cepillo y agua jabonosa o con una disolución de detección de fugas. Nunca utilice una llama desnuda para comprobar si hay fugas. Elimine todas las fugas antes de encender la llama. Compruebe si el nebulizador presenta fugas. Si se detectan fugas, vuelva a colocar las juntas tóricas internas.
- Compruebe periódicamente (a diario) el tubo de toma de muestras para ver si tiene obstrucciones, tanto en el extremo de la disolución como allá donde se une al capilar para nebulizador.

- Periódicamente (cada mes), retire y compruebe el nebulizador como se describe a continuación y vuelva a instalarlo (como se describe en el capítulo 3) y mida la tasa de absorción (como se describe en el capítulo 5).

Extracción del bloque del nebulizador

Para extraer el nebulizador:

- 1 Apague la llama.
- 2 Retire el quemador como se ha descrito en la sección anterior.
- 3 Retire la longitud de capilar del nebulizador.
- 4 Vierta aproximadamente 500 ml de agua a través de la parte superior de la cámara de nebulización para eliminar residuos tóxicos o corrosivos del tubo de drenaje de la cámara de nebulización y de la trampa de líquidos.

ADVERTENCIA



Líquido corrosivo y peligro tóxico

El contacto con sustancias corrosivas o tóxicas puede provocar la muerte, lesiones personales graves o quemaduras. Lleve siempre el equipo de seguridad adecuado y deseche los líquidos residuales siguiendo las normativas locales.

- 5 Separe el tubo de la salida de drenaje de la trampa de líquidos. Si está acoplado, separe el tubo de la salida de vapor de la trampa de líquidos.
- 6 Quite los dos tornillos retenedores moleteados que hay en el lateral del bloque del nebulizador.
- 7 Tire del conjunto completo de nebulizador/cámara de nebulización lateralmente (hacia el lado derecho del compartimento de la muestra) hasta que esté separado de la montura y retírelo del compartimento de la muestra.

- 8 Retire la trampa de líquidos sujetando el conjunto de nebulizador/cámara de nebulización con firmeza con una mano y girando la trampa de líquidos en sentido opuesto al de las agujas del reloj para desbloquear la montura de bayoneta.
- 9 Desenrosque el tubo de drenaje de plástico de la parte inferior del bloque del nebulizador.
- 10 Separe el bloque del nebulizador y la cámara de nebulización sujetando el bloque del nebulizador con firmeza con una mano y girando la cámara de nebulización en sentido opuesto al de las agujas del reloj para desbloquear la montura de bayoneta.
- 11 Desmonte el nebulizador como se describe en la sección siguiente.

Desmontaje del nebulizador

Separe el nebulizador siguiendo estos pasos. Mientras lo hace, inspeccione cuidadosamente todos los componentes para comprobar si hay desgaste y corrosión. Sustituya todos los elementos defectuosos. Si el nebulizador está bloqueado, límpielo como se describe en la siguiente sección.

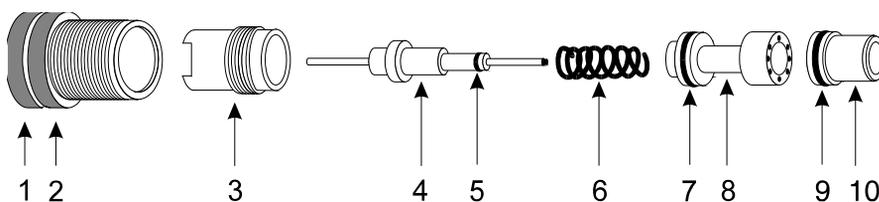


Figura 23. Componentes del nebulizador:

- | | | |
|---------------------------|--|--------------------------|
| 1. Manguito
abrazadera | 2. Anillo de bloqueo | 3. Guía para cojinete de |
| 4. Conjunto de capilar | 5. Junta tórica 1/32 d.i. x 3/32 d.e. x 1/32 pulg. | |
| 6. Muelle | 7. Junta tórica 3/16 d.i. x 5/16 d.e. x 1/16 pulg. | |
| 8. Guía de capilares | 9. Junta tórica 3/16 d.i. x 5/16 d.e. x 1/16 pulg. | |
| 10. Venturi | | |

Para desmontar el nebulizador:

- 1 Retire el manguito ajustador del capilar y el anillo de bloqueo desenroscando el manguito en el sentido opuesto al de las agujas del reloj.

- 2 Utilizando el extremo estrecho de la herramienta para nebulizador que se proporciona, desenrosque la guía para cojinete de abrazadera y retírela con cuidado del cuerpo del nebulizador.
- 3 Retire el conjunto de capilar y el muelle.
- 4 Antes de retirar el venturi, deberá mover la bola de impacto lateralmente para alejarla del venturi. Para ello, afloje el tornillo de sujeción que fija la bola de impacto al bloque ajustador y mueva la bola de impacto hacia un lado (consulte la página 113 en caso necesario).
- 5 Separe el venturi de la parte posterior a través del cuerpo del nebulizador (usando la herramienta de plástico que se proporciona) para soltar la guía de capilares. La guía de capilares deberá caer.
- 6 Finalmente, extraiga el venturi del cuerpo del nebulizador.

NOTA

Si tiene que cambiar la pieza de plástico blanca donde se enrosca el manguito porque se ha estropeado la rosca, desenrosque el inserto utilizando el otro extremo de la herramienta que usó en el paso 2 anterior. Consulte el capítulo 7 para conocer la información sobre pedidos.

Limpieza de un nebulizador bloqueado

- 1 Retire el nebulizador, desmóntelo y compruébelo como se ha descrito anteriormente.
- 2 Disponga el nebulizador en un limpiador ultrasónico que contenga solución detergente líquida al 0,5% como Triton X-100 durante entre 5 y 10 minutos.
- 3 Si el baño de ultrasonidos no despeja la obstrucción, pase un alambre para la limpieza del nebulizador sin rebabas (se suministran algunos con el nebulizador) cuidadosamente a través del nebulizador y repita el procedimiento de limpieza ultrasónica.
- 4 Lave el nebulizador en agua destilada y deje que se seque.

- 5 Compruebe si hay obstrucciones en la unión entre el capilar de plástico y el capilar para nebulizador. Si hubiera una obstrucción, corte la sección obstruida del capilar de plástico o coloque una pieza nueva.

Recorte solamente la cantidad necesaria del tubo de plástico para quitar la obstrucción. Si acorta en exceso el tubo, aumentará la tasa de absorción. Después de recortar la sección obstruida, es posible que haya que 'acampanar' el extremo del capilar para poder acoplarlo al nebulizador. Esto se puede hacer con una aguja caliente.

Nuevo montaje del nebulizador

ADVERTENCIA



Peligro de incendio y de explosión

El montaje y acoplamiento incorrectos de los nebulizadores en un espectrómetro de absorción atómica puede provocar peligro de explosión y de incendio, que pueden causar lesiones graves en el personal y producir daños en el equipo y la propiedad.

NOTA

Si va a colocar un nuevo venturi, también debe reemplazar todas las juntas tóricas. Si va a colocar un nuevo capilar, también debe colocar una nueva guía de capilares y un nuevo muelle. Si tiene que sustituir algunas de las juntas tóricas, sustitúyalas todas. Siempre debe sustituir las juntas tóricas como un conjunto. Si utiliza compuestos orgánicos, asegúrese de acoplar el kit de juntas tóricas para compuestos orgánicos. Si tiene que cambiar la pieza de plástico blanca donde se enrosca el manguito porque se ha estropeado la rosca, utilice la herramienta para retirar la antigua y colocar una nueva. Consulte el capítulo 7 para conocer la información sobre pedidos.

Para volver a montar los componentes del nebulizador:

- 1** Sostenga el bloque del nebulizador con el extremo delantero hacia arriba.
- 2** Coloque el venturi en el cuerpo del nebulizador, por el extremo fino (utilice la herramienta de plástico proporcionada para empujar el venturi lo más lejos posible).
- 3** Coloque la guía de capilares en el cuerpo del nebulizador, con el extremo de la junta tórica hacia arriba.
- 4** Disponga el muelle en el cuerpo del nebulizador.
- 5** Introduzca con cuidado el conjunto de capilar, por el extremo de la junta tórica, a través del muelle en el cuerpo del nebulizador.
- 6** Ponga el cojinete, por el extremo de la rosca, en el cuerpo del nebulizador y enrósquelo hasta el final, utilizando la herramienta proporcionada. No apriete en exceso.
- 7** Guíe cuidadosamente el manguito y el anillo de bloqueo sobre el capilar y enrósquelo en el cuerpo del nebulizador. Es posible que tenga que empujarlo ligeramente hasta coger rosca.

Consulte en la siguiente sección instrucciones para la retirada, sustitución y ajuste de la bola de impacto. Para obtener instrucciones sobre la instalación del bloque del nebulizador en el compartimento de la muestra, consulte 'Compartimento de la muestra' en la página 46.

Bola de impacto

En esta sección se describe cómo extraer y sustituir la bola de impacto.

Compruebe la bola de impacto para ver si presenta erosión u otros daños. Si la bola está dañada o rota, siga estos pasos para extraerla y colocar una nueva.

Extracción de la bola de impacto

Para extraer la bola de impacto:

- 1 Si aún no lo ha hecho, retire el bloque del nebulizador del compartimento de la muestra y retire la trampa de líquidos, el tubo de drenaje y la cámara de nebulización como se describe en la página 108.
- 2 Afloje el tornillo de sujeción que fija la bola de impacto al bloque ajustador (aproximadamente dos vueltas), como se muestra en esta imagen.

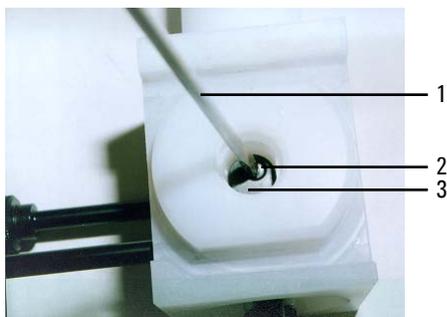


Figura 24. Bloque del nebulizador

1. Destornillador plano
2. Tornillo de sujeción
3. Bloque ajustador de la bola de impacto

- 3 Retire la bola de impacto del bloque del nebulizador, con un movimiento de torsión en caso necesario.

NOTA

Solo debe realizar el resto de este procedimiento si la bola se rompe y queda vidrio atrapado en el bloque ajustador.

-
- 4 Afloje el tornillo de retención que fija el ajustador de la bola de impacto 3-4 vueltas, como se muestra en esta imagen.

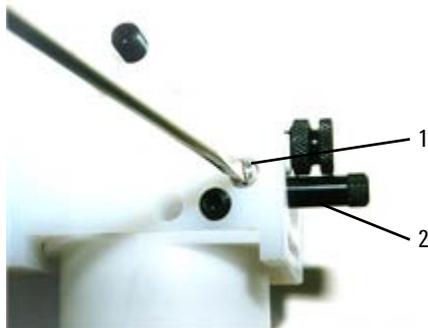


Figura 25. Lado de entrada de gas del bloque del nebulizador

1. Tornillo de retención

2. Ajustador de la bola de impacto

- 5 Desenrosque y retire el ajustador de la bola de impacto. Si el ajustador no sale una vez desenroscado, afloje más el tornillo de retención.
- 6 Retire el bloque ajustador de la bola de impacto del bloque del nebulizador (debe caer hacia fuera una vez retirado el ajustador de la bola de impacto) y empuje la parte rota de la bola de impacto hacia fuera del bloque ajustador.

CONSEJO

Si resulta difícil retirar el bloque ajustador por estar atrapado vidrio roto en la bola, utilice un trozo de alambre o similar para hacer palanca y sacar el vidrio roto de la cavidad del bloque del nebulizador.

ADVERTENCIA



Peligro para los ojos

Este procedimiento podría desprender pequeños fragmentos de vidrio. Para protegerse los ojos de los fragmentos de vidrio que puedan desprenderse, siempre se deben llevar gafas de seguridad al realizar este procedimiento.

- 7 Vuelva a colocar el bloque ajustador en el recorte del bloque del nebulizador y vuelva a colocar el ajustador de la bola de impacto enroscándolo suavemente hasta que quede fijado al bloque ajustador, como se muestra en esta imagen.

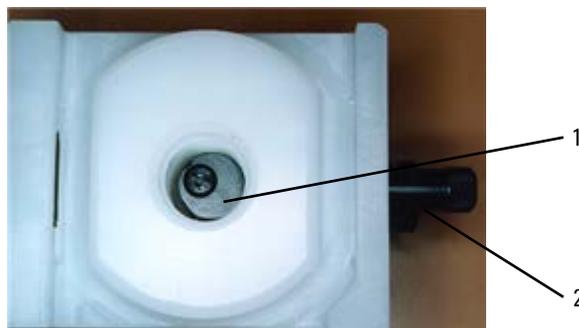


Figura 26. Bloque del nebulizador

1. Bloque ajustador de la bola de impacto 2. Ajustador de la bola de impacto

- 8** Gire el ajustador de la bola de impacto en el sentido de las agujas del reloj en su máxima extensión sin forzarlo.
- 9** Apriete el tornillo de retención 2-3 vueltas para asegurar el ajustador de la bola de impacto.

NOTA

El bloque ajustador de la bola de impacto deberá colocarse lo más cerca posible a la parte delantera del bloque del nebulizador, como se muestra arriba. Esto evitará tener que romper la bola de impacto cuando se instale una nueva.

Instalación y ajuste de la bola de impacto

Lo que se indica a continuación solo es necesario cuando se instala una bola de impacto nueva o si se sustituye el nebulizador.

Para instalar o ajustar la bola de impacto:

- 1** En caso necesario, retire la bola de impacto antigua como se describe en la sección anterior.
- 2** Introduzca cuidadosamente la nueva bola de impacto en el bloque del nebulizador, empujándola en su máxima extensión, de modo que la bola quede en la garganta de la boquilla del nebulizador (debe haber una pequeña separación de aproximadamente 0,5 mm entre el extremo del venturi y la bola).

NOTA

Dada la posición del bloque ajustador, solo podrá ajustarse hacia adelante, con lo que la bola de impacto se alejará de la boquilla.

- 3** Apriete con cuidado el tornillo de bloqueo de la bola de impacto.
- 4** Gire el ajustador de la bola de impacto en sentido contrario al de las agujas del reloj hasta que el bloque quede a mitad de camino en el recorte del bloque del nebulizador.
- 5** Compruebe que la bola de impacto no se deslice al interior del bloque realizando una suave presión rotatoria.
- 6** Vuelva a montar los componentes del nebulizador y de la cámara de nebulización e instale el conjunto completo en el compartimento de la muestra, como se describe en el capítulo 3.

Este ajuste de la bola de impacto está próximo a la posición de máxima sensibilidad, para elementos de atomizado sencillo. Esto puede confirmarse si se aspira un patrón de cobre de 5 ppm y se monitoriza la absorbancia. Gire gradualmente el ajustador de la bola de impacto, primero en el sentido de las agujas del reloj y después a la inversa, hasta que la señal alcance el máximo.

La configuración de sensibilidad reducida se consigue girando el ajustador de la bola de impacto en el sentido de las agujas del reloj hasta que la señal sea de aproximadamente el 40% de la señal máxima.

Cámara de nebulización

A menos que haya usado materiales orgánicos o peligrosos, limpie la cámara de nebulización al final de la jornada aspirando una disolución débil (aproximadamente al 0,1%) de un detergente como Triton X-100 durante 10 minutos.

Después de cada análisis que utilice materiales orgánicos o peligrosos, es necesario desmontar y limpiar la cámara de nebulización. Si solamente utiliza disoluciones acuosas, solo deberá realizar esto cada 1-4 semanas, en función de la frecuencia de uso.

Desmontaje de la cámara de nebulización

Para desmontar la cámara de nebulización:

- 1 Retire el conjunto del bloque del nebulizador/cámara de nebulización del compartimento de la muestra y separe la cámara de nebulización del bloque del nebulizador como se describe en la página 108.
- 2 Tire del tapón de alivio de presión desde la parte posterior de la cámara de nebulización.
- 3 Retire las paletas de mezcla insertando un objeto inerte como a través de la parte delantera de la cámara de nebulización y empujando en el centro de las paletas para quitarlas a través de la parte posterior de la cámara de nebulización.

Limpieza de la cámara de nebulización

Para limpiar la cámara de nebulización:

- 1 Lave los componentes de la cámara de nebulización con un disolvente adecuado y, a continuación, lávelos a fondo con detergente de laboratorio y agua tibia.
- 2 Limpie el interior de la cámara de nebulización con un cepillo para botellas.
- 3 En caso necesario, limpie las paletas de mezcla en un baño de ultrasonidos.
- 4 Lave todas las piezas a fondo con agua destilada y séquelas bien.
- 5 Inspeccione todas las juntas tóricas y cambie las que estén deformadas o agrietadas. La sustitución resulta más sencilla si las juntas tóricas están humedecidas con agua destilada.
- 6 Vuelva a colocar la cámara de nebulización siguiendo las instrucciones del capítulo 3.

NOTA

Puede usar grasa de alto vacío Dow Corning para engrasar moderadamente las juntas tóricas, limpiando de inmediato el exceso de lubricante con un paño limpio. No utilice lubricante de hidrocarburos ni de silicona. Agilent ofrece kits de repuesto de juntas tóricas (consulte el capítulo Piezas de repuesto para conocer la información sobre pedidos).

Suministros de gas

Cambie las bombonas de gas de acuerdo con las instrucciones suministradas por el fabricante. Consulte también el capítulo Peligros y prácticas seguras al principio de este manual.

A la hora de cambiar alguna bombona de gas, inspeccione todos los tubos de gas. Sustituya los tubos que presenten signos de daño o deterioro.

Pruebe todas las conexiones para ver si presentan fugas utilizando una disolución comercial de prueba de fugas, un detergente suave o un detector electrónico de fugas.

A la hora de cambiar las bombonas de gas:

- compruebe todos los conductos y tubos de suministro de gas para ver si presentan fugas
- pruebe el funcionamiento de todos los reguladores
- asegúrese de que las válvulas de apagado funcionan correctamente.

Lámpara de D₂

Es necesario cambiar la lámpara de D₂ cada 1000 horas de uso (aproximadamente). Si tiene que cambiar las lámparas de D₂ con frecuencia, solicite asesoramiento a su técnico de soporte de Agilent.

ADVERTENCIA



Superficie caliente

La lámpara de D₂ y su cubierta se calientan enormemente durante su funcionamiento. Para evitar quemaduras en la piel, permita que el conjunto se enfríe antes de retirarlo.

NOTA

No sujete las superficies ópticas de la lámpara de deuterio ni de la lámpara de cátodo hueco con las manos desnudas.

Para cambiar una lámpara de D₂:

- 1 Asegúrese de que el instrumento esté apagado. Espere a que la lámpara de D₂ y su carcasa se enfríen.
- 2 Retire la lámpara de cátodo hueco en la posición 1 si está colocada (consulte la página 44).
- 3 Afloje el tornillo de palomilla situado en la parte superior del compartimento de lámparas de D₂.
- 4 Utilice dos tornillos de alineamiento de lámparas para levantar el conjunto de lámpara y retirarlo del compartimento de lámparas.
- 5 Tire del enchufe blanco situado en el extremo de la lámpara de D₂ para sacarlo de su toma y, a continuación, retire el conjunto de la lámpara de D₂ totalmente del instrumento.
- 6 Afloje el tornillo de cabeza de estrella situado en el conjunto del portalámparas (con la etiqueta 1 en la siguiente figura) y deslícelo hacia fuera de la lámpara.
- 7 Deslice una lámpara de D₂ nueva a través de la abrazadera hasta que la apertura (2) quede alineada con la muesca situada en la placa de refuerzo (3) como en la figura 27.

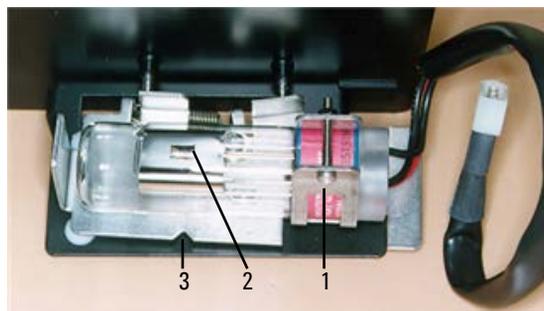


Figura 27. Alineamiento de la lámpara de D₂ (vista superior)

- 8 Consulte la figura 28 y gire la lámpara de modo que el lado que presenta la apertura (1) esté paralelo al borde superior del soporte (2).

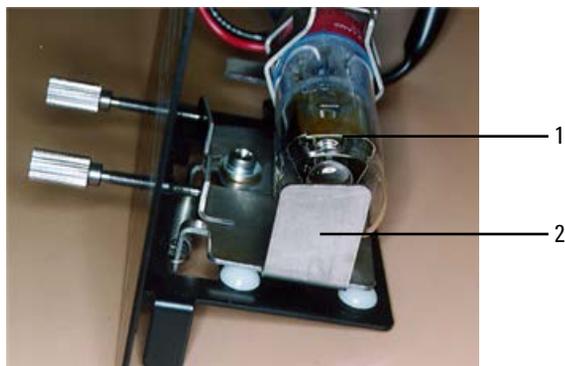


Figura 28. Alineamiento de la lámpara de D₂ (vista desde el extremo)

- 9** Apriete el tornillo que ha aflojado en el paso 6 para asegurar la lámpara en el portalámparas.
- 10** Vuelva a conectar el enchufe de la lámpara de D₂ en el compartimento de lámparas.
- 11** Vuelva a colocar el conjunto de la lámpara en el compartimento de lámparas.
- 12** Vuelva a colocar el tornillo de palomilla en la parte superior del compartimento de lámparas de D₂.

NOTA

Después de la instalación, es necesario alinear la nueva lámpara de D₂. Consulte el capítulo Uso para obtener instrucciones sobre cómo se alinean las lámparas.

Fusibles

El espectrómetro contiene dos fusibles (a los que puede acceder el usuario) situados en la parte posterior del instrumento. Para sustituir un fusible, es necesario desconectar el instrumento de la fuente de alimentación y cambiar el fusible fundido por uno del tipo y valor nominal indicados en la sección Especificaciones.

Los fusibles tienen un código marcado en la tapa (p. ej., T 2AH250V). Esto hace referencia a la característica del fusible ('T'= retardo de tiempo, 'F'= de acción rápida), el valor nominal de corriente (en amperios), la capacidad de rotura ('H'= intensa, 'L'= baja) y el valor nominal de tensión (en voltios). Este código debe coincidir con el código que aparece junto al soporte del fusible.

NOTA

Verifique siempre la información impresa en la parte posterior del instrumento para conocer el tipo de fusible correcto.

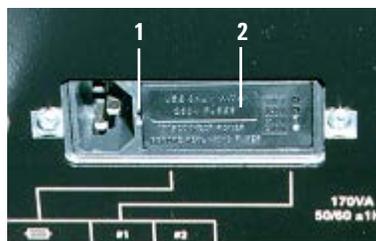
ADVERTENCIA



Peligro de descargas eléctricas y de incendio - Superficie caliente
Para evitar la reducción en la protección de seguridad o la fusión indeseada, verifique SIEMPRE que el código de la tapa del fusible coincida con el apantallamiento mostrado junto al soporte del fusible.

Para verificar un fusible:

- 1 Desconecte el instrumento de la fuente de alimentación.
- 2 Retire el soporte de fusibles, situado a la derecha de la conexión de entrada de corriente, como se muestra en la imagen siguiente, con un destornillador plano en la ranura (1) para hacer palanca en el soporte de fusibles (2) y quitarlo del instrumento.

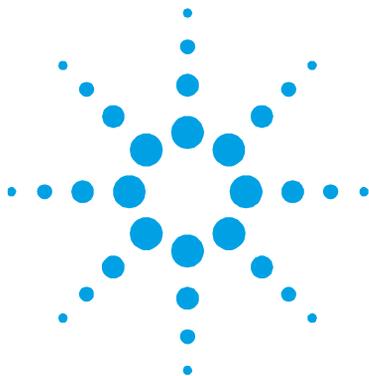


Mantenimiento

- 3** Verifique que los fusibles sean del tipo correcto y no estén dañados. En caso necesario, cambie los fusibles.
- 4** Cambie el soporte de fusibles del instrumento y vuelva a conectar el instrumento a la fuente de alimentación.

NOTA

Si un fusible se funde reiteradamente, podría indicar la existencia de otros problemas con el instrumento AA Agilent 55B. Deberá contactar con su oficina de ventas Agilent y solicitar una visita de mantenimiento.



7. Piezas de repuesto

Introducción de muestras	123
Otros	126
Cubiertas/Puertas	126
Fusibles	126
Varios	126

Este capítulo contiene información sobre las piezas de repuesto del sistema de AA Agilent 55B. A menos que se especifique lo contrario, solo deberán usarse piezas suministradas por Agilent. Consulte la página web de Agilent (www.agilent.com) para obtener la referencia y la información de pedidos.

Introducción de muestras

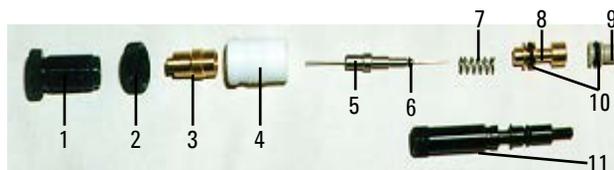


Figura 29. Componentes del nebulizador

- 1 Manguito, ajustador del capilar
- 2 Anillo de bloqueo
- 3 Guía para cojinete abrazadera
- 4 Soporte de cojinete de Ertalyte
- 5 Conjunto de capilar
- 6 Junta tórica 1/32 pulg. d.i. x 3/32 pulg. d.e. x 1/32 pulg. nitrilo
- 7 Muelle
- 8 Guía de capilares
- 9 Venturi
- 10 Junta tórica 3/16 pulg. d.i. x 5/16 pulg. d.e. x 1/16 pulg. nitrilo
Junta tórica 3/16 pulg. d.i. x 5*16 pulg. d.e. x 1/16 pulg. orgánica
- 11 Tornillo ajustador de la bola de impacto

Piezas de repuesto

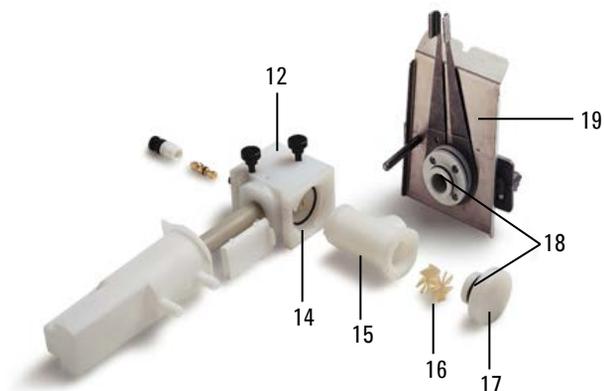


Figura 30. Conjunto de cámara de nebulización/nebulizador con quemador Mark 7. (Se muestran el tubo de drenaje, el flotador y la trampa de líquidos antiguos. En la imagen que aparece a continuación se muestran el tubo de drenaje, el flotador y la trampa de líquidos nuevos.)

- 12** Kit de bloque del nebulizador Mark 7
- 13** Kit, sistema de trampa de líquidos, integrada (formada por flotador, trampa de líquidos y tubo de drenaje)
- 14** Junta tórica, nitrilo
Junta tórica, orgánica
- 15** Cámara de nebulización, moldeo fluorado
- 16** Paletas de mezcla
- 17** Tapón de alivio de presión
- 18** Junta tórica, tapón de alivio de presión, nitrilo
Junta tórica, tapón de alivio de presión, orgánica
- 19** Quemador de aire y acetileno, Mark 7
Quemador de N₂O y acetileno, Mark 7

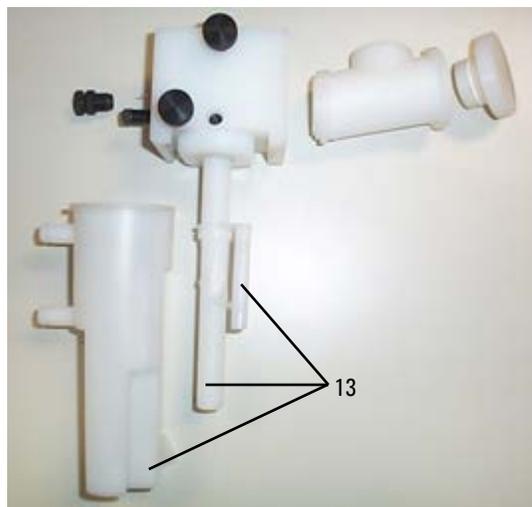
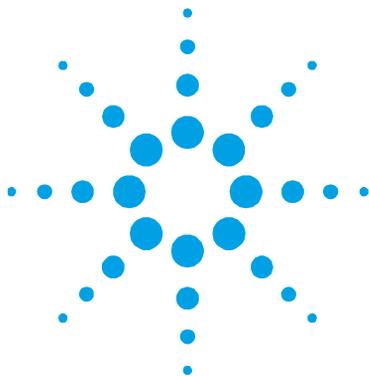


Figura 31. Conjunto de cámara de nebulización/nebulizador con el tubo de drenaje, el flotador y la trampa de líquidos nuevos



Figura 32. Diversos componentes del bloque del nebulizador

- 20 Bola de impacto de vidrio (paquete de 5)
- 21 Regulador de abrazadera de bola
- 22 Tornillo de bloqueo de la bola de impacto (PEEK)
- 23 Tornillo de retención (acero inoxidable)
- 24 Tapón gris, PEEK
- 25 Junta tórica 3/16 pulg. d.i.



8. Resolución de problemas/errores

Problemas habituales	127
Mensajes de error	130

Problemas habituales

En el siguiente esquema de resolución de problemas se proporcionan soluciones a los problemas más habituales que pueden aparecer durante la realización de análisis de AA de rutina. Tenga en cuenta que la lista no es exhaustiva.

Problema	Comprobación
1 Presión de oxidante baja	a) Compruebe la presión de suministro de gas.
2 Problema con el quemador	a) Compruebe si el tipo de quemador es correcto para el tipo de llama seleccionado y si está instalado correctamente.
3 Problema con la trampa de líquidos	a) Compruebe si la trampa de líquidos está llena y si el flotador se puede mover con libertad. b) Compruebe el funcionamiento del protector de la trampa de líquidos en el regulador del quemador.
4 Problema con el tapón de la cámara de nebulización	a) Compruebe que el tapón de alivio de presión está instalado correctamente en la cámara de nebulización. b) Compruebe el funcionamiento del protector del tapón de alivio de presión.
5 Falta de control en el flujo de gas	a) Realice la comprobación de 1a) b) Compruebe si hay obstrucciones en las líneas de suministro de gas.
6 Flujo de oxidante alto	a) Compruebe las juntas tóricas en el bloque del nebulizador. b) Compruebe que el nebulizador esté correctamente montado y ajustado. c) Compruebe si hay fugas.

Resolución de problemas/errores

- | | | |
|-----------|--|---|
| 7 | Se detecta llama cuando no la hay | a) Demasiada luz en el compartimento de la muestra. Asegúrese de que la chimenea y los protectores de llama estén colocados. Apague las luces próximas.
b) Problema con el sensor de llama. |
| 8 | Llama del encendedor demasiado pequeña | a) Presión de acetileno baja; compruebe el suministro.
b) Compruebe si el solenoide del encendedor funciona correctamente.
c) Compruebe si hay obstrucciones o carbón en el capilar del encendedor. |
| 9 | El encendedor no prende | a) Compruebe si hay una chispa para encender la lengua de fuego. Si no es así, póngase en contacto con un técnico de soporte de Agilent.
b) Compruebe el funcionamiento del botón de encendido.
c) Realice la comprobación del problema 8. |
| 10 | La llama no prende | a) Es posible que el flujo de oxidante sea demasiado alto - consulte el problema 5. Podría no aparecer un mensaje de error.
b) Realice la comprobación de los problemas 1, 2, 3, 8.
c) Compruebe el funcionamiento del botón de encendido.
d) Si aparece el mensaje de error "flame sensed" (detectada llama), realice la comprobación del problema 7.
e) Compruebe la protección del protector de llama. |
| 11 | Escaso rendimiento de luz | a) Compruebe el alineamiento de la lámpara.
b) Limpie las ventanas de las lámparas. |
| 12 | Altas lecturas de ganancia | a) Compruebe el suministro del tubo fotomultiplicador.
b) Cambie la lámpara HC.
c) Realice la comprobación del problema 11. |
| 13 | Escasa sensibilidad con la llama | a) Compruebe la tasa de absorción del nebulizador.
b) Compruebe que el capilar para nebulizador no esté bloqueado.
c) Compruebe el alineamiento de la bola de vidrio.
d) Compruebe si existe interferencia química.
e) Compruebe si la proporción entre combustible y oxidante es correcta.
f) Compruebe que el quemador esté limpio y libre de depósitos.
g) Compruebe que las disoluciones no hayan caducado.
h) Compruebe la selección y calibración de las longitudes de onda. |

- 14** Señales inestables con llama
- Compruebe el alineamiento del quemador.
 - Compruebe que el protector de llama y el panel frontal estén instalados en el compartimento de la muestra.
 - Compruebe la pureza de los suministros de gas. Ausencia de humedad o aceite en el suministro de aire.
 - Compruebe que el nebulizador, el quemador, la cámara de nebulización y las paletas estén limpias.
 - Compruebe que las paletas de mezcla estén instaladas.
 - Compruebe que el nebulizador esté correctamente configurado y que se use el capilar de plástico correcto (columna de diámetro ancho o estrecho).
 - Compruebe el ajuste de la bola de impacto.
 - Compruebe que la presión de la botella de acetileno sea >700 kPa y que no se permita que la acetona entre en el instrumento.
- 15** Al usar SIPS, los patrones altos se curvan en exceso
- 16** No aparece ningún pico
- Compruebe que la tasa de absorción del nebulizador sea más rápida que la máxima velocidad de la bomba del SIPS.
 - Realice la comprobación del problema 11.
 - Compruebe que se haya seleccionado la longitud de onda correcta.
 - Para la emisión de llama, compruebe que haya suficiente concentración de disolución y que se haya usado el patrón alto para optimizar.
 - Compruebe que se haya utilizado la lámpara de cátodo hueco correcta.
- 17** Poca energía de la lámpara de D_2
- Realice la comprobación del problema 11.
 - Reduzca la corriente de la lámpara de cátodo hueco.
 - Aumente la anchura de rendija.
 - Cambiar la lámpara de D_2 .
- 18** Excesiva energía de la lámpara de D_2
- Compruebe la energía de la lámpara de cátodo hueco.
 - Reduzca la anchura de rendija.
- 19** La señal no aumenta y se curva en exceso
- Compruebe las soluciones patrón (en particular el patrón alto).
 - Seleccione una longitud de onda diferente.
 - Reduzca la corriente de la lámpara.
 - Reduzca la anchura de rendija.
 - Opere dentro del rango de trabajo (Abs. entre 0,1 y 0,8).

Mensajes de Error

En esta sección se muestran todos los mensajes de error que pueden aparecer; se incluyen algunas de las posibles razones para que aparezcan los errores si no son evidentes.

Los mensajes de error aparecen en la línea inferior de la pantalla y permanecen allí durante cinco segundos. Constan de un código de gravedad de una sola letra, seguido por un número de cuatro dígitos y un mensaje breve.

Por ejemplo:

W1234 Check HC lamp selection (Comprobar selección de lámpara HC)

Los códigos de gravedad son:

I Información

Este tipo de mensaje solo proporciona información, como indicar al usuario que lleve a cabo alguna acción.

W Advertencia

Proporciona información sobre una dificultad o posible dificultad del sistema, de la que debe ser consciente el usuario.

E Error

Mensaje relacionado con un problema que hará finalizar la operación actual. El sistema continuará en funcionamiento, pero la operación habrá fallado.

0804 LIMS port error (Error del puerto LIMS)

Se ha identificado un error o problema de comunicación con el sistema de gestión de información de laboratorio (LIMS) a través del puerto RS-232C.

2851 SIPS comms error (Error de comunicaciones SIPS)

Se ha producido un problema de comunicación con la unidad de la bomba de introducción de muestras del SIPS. Compruebe que todos los cables de esta unidad estén conectados correctamente.

3800 EEPROM storage error (Error de almacenamiento EEPROM)

Se ha identificado un problema con el dispositivo de almacenamiento de métodos del usuario. No se han almacenado los parámetros del método, o bien se han recuperado con un error y, en consecuencia, se han pasado por alto.

5004 Signals not increasing (Las señales no aumentan)

La calibración ha fallado. Las lecturas de las señales de las disoluciones del patrón de calibración no aumentan en el orden esperado. El instrumento no puede realizar la calibración con esta secuencia de patrones.

Acciones sugeridas:

Sitúe el cursor en el último patrón medido y pulse Enter para borrar el campo y quitar la concentración no válida de la calibración. Si se ha medido más de un patrón, la calibración debería ser válida ahora, lo que se indica con el símbolo **Cal** en la parte inferior derecha de la pantalla.

También puede volver a medir el patrón anterior (asegurándose de usar el patrón correcto) volviendo a colocar el cursor en el campo adecuado y pulsando Read (Lectura).

5005 Slope test failure (Fallo en la prueba de pendiente)

La calibración ha fallado. La pendiente de la curva de calibración cambia demasiado entre dos lecturas sucesivas de la señal del patrón.

5006 Calibration fit failure (Fallo de ajuste de la calibración)

La calibración ha fallado. La curva de calibración no se ha podido ajustar a los patrones medidos. La calibración correcta se indica con el símbolo **Cal** en la parte inferior derecha de la pantalla.

5008 Reslope signal out of range (Señal de nuevo cálculo de pendiente fuera de rango)

La calibración del nuevo cálculo de pendiente ha fallado. La lectura de la señal del patrón del nuevo cálculo de pendiente estaba alejada en exceso para su uso. (El valor de la señal del nuevo cálculo de pendiente no puede diferir en más del 25% del valor original).

6000 Check HC lamp selection (Comprobar selección de lámpara HC)

Este mensaje solo se da a título informativo. Se trata de una indicación para que el usuario se asegure de que la palanca de selección de lámpara esté en la posición correcta tanto para el elemento del método seleccionado como para la corriente de la lámpara.

9159 EEPROM checksum zero wl (Puesta a cero de la suma de comprobación de la longitud de onda)

Este error indica que el instrumento requiere varios minutos para arrancar, pero no tiene ningún efecto sobre el funcionamiento. Si el error continúa, podría ser necesaria una visita de mantenimiento.

9160 EEPROM checksum mono correction (Corrección de la suma de comprobación del monocromador)

Este error indica que es posible que la longitud de onda del monocromador no sea exacta. Debido a ello, es posible que el instrumento no consiga encontrar la línea de resonancia de una lámpara de cátodo hueco determinada, lo que provoca errores del tipo **No Peak Detected** (No se detectan picos). Si el error continúa, podría ser necesaria una visita de mantenimiento.

9307 RBC/Mains frequency below 48Hz (Frecuencia de RBC/corriente por debajo de 48 Hz)

El instrumento ha detectado un fallo del suministro eléctrico: frecuencia de corriente baja.

Posibles causas:

- Fallo de la fuente de alimentación
- Fallo del combinador del haz rotatorio (RBC) solo en instrumentos de haz doble
- Fallo del suministro eléctrico al instrumento.

Si el error continúa, podría ser necesaria una visita de mantenimiento.

9308 RBC/Mains frequency (Frecuencia de RBC/corriente)

El instrumento ha detectado un fallo del suministro eléctrico: frecuencia de corriente fuera de rango.

Posibles causas:

- Fallo de la fuente de alimentación
- Fallo del combinador del haz rotatorio (RBC) solo en instrumentos de haz doble
- Fallo del suministro eléctrico al instrumento.

Si el error continúa, podría ser necesaria una visita de mantenimiento.

9309 RBC/Mains frequency above 62Hz (Frecuencia de RBC/corriente por encima de 62 Hz)

El instrumento ha detectado un fallo del suministro eléctrico: frecuencia de corriente alta.

Posibles causas:

- Fallo de la fuente de alimentación
- Fallo del combinador del haz rotatorio (RBC) solo en instrumentos de haz doble
- Fallo del suministro eléctrico al instrumento.

Si el error continúa, podría ser necesaria una visita de mantenimiento.

9310 Optical RBC frequency (Frecuencia de la óptica del RBC)

Fallo del instrumento. El instrumento ha detectado un problema con el RBC. Puede ser necesaria una visita de mantenimiento.

El sensor óptico o el circuito asociado podrían estar defectuosos.

9311 Instrument Fault +12V PSU (Fallo del instrumento +12V PSU)

Fallo del instrumento. El instrumento ha detectado un problema con el suministro de tensión de +12 voltios. Puede ser necesaria una visita de mantenimiento.

9312 Instrument Fault -12V PSU (Fallo del instrumento +12V PSU)

Fallo del instrumento. El instrumento ha detectado un problema con el suministro de tensión de -12 voltios. Puede ser necesaria una visita de mantenimiento.

9313 Instrument Fault 5V PSU (Fallo del instrumento +12V PSU)

Fallo del instrumento. El instrumento ha detectado un problema con el suministro de tensión de 5 voltios. Puede ser necesaria una visita de mantenimiento.

9316 Wavelength out of range (Longitud de onda fuera de rango)

El instrumento indica que el método actual ha especificado una longitud de onda fuera de rango para el tubo fotomultiplicador.

Posibles causas:

- Se ha especificado una longitud de onda adecuada para un tubo fotomultiplicador de amplio rango, pero el instrumento tiene actualmente uno de corto rango. Utilice una longitud de onda válida.

Tubos fotomultiplicadores disponibles actualmente:

- Amplio rango: hasta 900 nm

9317 No Peak: Low HC Lamp Energy (Ausencia de pico: baja energía de lámpara HC)

Baja energía en la lámpara de cátodo hueco.

Se ha aumentado al máximo la ganancia del instrumento, pero la señal de la lámpara de cátodo hueco era demasiado baja.

Posibles causas:

- Lámpara de cátodo hueco mal alineada
- El paso de luz está obstruido en el compartimento de la muestra
- Lámpara de cátodo hueco defectuosa
- Tubo fotomultiplicador o circuitos relacionados defectuosos

9318 No Peak: High HC Lamp Energy (Ausencia de pico: alta energía de lámpara HC)

Alta energía en la lámpara de cátodo hueco.

Se ha disminuido al mínimo la ganancia del instrumento, pero la señal de la lámpara de cátodo hueco era demasiado alta.

Posibles causas:

- Lámpara de cátodo hueco mal alineada
- Lámpara de cátodo hueco defectuosa
- Tubo fotomultiplicador o circuitos relacionados defectuosos

9319 No Peak: Low BC Lamp Energy (Ausencia de pico: baja energía de lámpara BC)

Baja energía de la lámpara con corrector de fondo (D_2).

Posibles causas:

- Lámpara de D_2 mal alineada
- El paso de luz está obstruido
- Lámpara de D_2 o circuitos defectuosos.

9320 No Peak: High BC Lamp Energy (Ausencia de pico: alta energía de lámpara BC)

Alta energía de la lámpara con corrector de fondo (D₂).

Posibles causas:

- Lámpara de D₂ mal alineada
- Lámpara de D₂ defectuosa
- Tubo fotomultiplicador o circuitos relacionados defectuosos

9321 No Peak: Low HC Lamp Energy (Ausencia de pico: baja energía de lámpara HC)

Baja energía en la lámpara de cátodo hueco. No se encuentra la longitud de onda de referencia del monocromador.

Se ha aumentado al máximo la ganancia del instrumento, pero la señal de la lámpara de cátodo hueco era demasiado baja.

Posibles causas:

- Lámpara de cátodo hueco mal alineada
- El paso de luz está obstruido
- Lámpara de cátodo hueco defectuosa.

Acción sugerida:

Compruebe si el paso de luz está obstruido en el compartimento de la muestra. Salga de la página/ventana Optimize (Optimizar) y vuelva a entrar. De este modo, el instrumento volverá a intentar el cálculo del pico.

9322 No Peak: High HC Lamp Energy (Ausencia de pico: alta energía de lámpara HC)

Alta energía en la lámpara de cátodo hueco. No se encuentra la longitud de onda de referencia del monocromador.

Se ha disminuido al mínimo la ganancia del instrumento, pero la señal de la lámpara de cátodo hueco era demasiado alta.

Posibles causas:

- Lámpara de cátodo hueco mal alineada
- Lámpara de cátodo hueco defectuosa
- Circuito EHT defectuoso.

9323 Low Emission: No Peak (Baja emisión: ningún pico)

El instrumento no ha conseguido detectar picos en la longitud de onda seleccionada. Energía de emisión baja en la longitud de onda seleccionada. Se ha aumentado al máximo la ganancia del instrumento, pero la señal era demasiado baja.

Posibles causas:

- Llama no encendida o incorrectamente alineada
- Selección incorrecta de la longitud de onda
- La solución patrón que se está aspirando actualmente presenta una concentración baja
- No se ha efectuado la *configuración de la emisión*
- Tubo fotomultiplicador o circuitos relacionados defectuosos

9324 High Emission: No Peak (Alta emisión: ningún pico)

El instrumento no ha conseguido detectar picos en la longitud de onda de emisión seleccionada. Se ha disminuido al mínimo la ganancia del instrumento, pero la señal era demasiado alta.

Posibles causas:

- No se ha efectuado la *configuración de la emisión*
- Selección incorrecta de la longitud de onda
- Tubo fotomultiplicador o circuito relacionado defectuosos
- La solución patrón que se está aspirando actualmente presenta una concentración alta.

9329 No Peak detected (Ningún pico detectado)

El instrumento no ha conseguido detectar picos en la longitud de onda seleccionada. Se ha aumentado al máximo la ganancia del instrumento, pero la señal de la lámpara de cátodo hueco era demasiado baja. Aparecerán lecturas incorrectas o con ruido si el instrumento no se optimiza de nuevo.

Posibles causas:

- Lámpara de cátodo hueco errónea para este elemento
- Lámpara de cátodo hueco mal alineada o paso de luz bloqueado
- Lámpara de cátodo hueco defectuosa
- La corriente de la lámpara se ha configurado en cero o en un valor bajo
- La posición de lámpara en el método no es correcta.

Acción sugerida:

Compruebe si el paso de luz está obstruido en el compartimento de la muestra. Salga de la página/ventana Optimize (Optimizar) y vuelva a entrar. De este modo, el instrumento volverá a intentar el cálculo del pico.

9330 No Peak detected (Ningún pico detectado)

El instrumento no ha conseguido detectar picos en la longitud de onda seleccionada. Es posible que haya otro pico cerca de esta longitud de onda. Aparecerán lecturas incorrectas o con ruido si el instrumento no se optimiza de nuevo.

Posibles causas:

- Lámpara de cátodo hueco incorrecta
- Selección incorrecta de la longitud de onda o del método
- Selección incorrecta de la anchura de rendija (SBW)
- La posición de lámpara en el método no es correcta.

Error en la corrección de la longitud de onda. El error **9621 Instrument Fault: W1 correction** (Error de instrumento: corrección de la longitud de onda) se produjo antes de este error.

Acción sugerida:

Compruebe si el paso de luz está obstruido en el compartimento de la muestra. Corrija las causas indicadas anteriormente, en su caso. Salga de la página/ventana Optimize (Optimizar) y vuelva a entrar. De este modo, el instrumento volverá a intentar el cálculo del pico.

9337 Instrument Fault 310V PSU (Fallo del instrumento +12V PSU)

Fallo del instrumento. El instrumento ha detectado un problema con el suministro de tensión de 310 voltios en la tarjeta de control. Puede ser necesaria una visita de mantenimiento.

9339 Mono resetting. Please wait (Restablecimiento del monocromador. Espere)

Este mensaje solo se da a título informativo. Puede producirse cuando se acaba de encender el instrumento. Si aparece este mensaje, el instrumento dedicará varios minutos a buscar su referencia de longitud de onda. Después de la espera, el instrumento funcionará correctamente. Si el mensaje continúa apareciendo y el retraso del arranque es un problema, se precisará una visita de mantenimiento.

9415 Instrument Fault: Lamp code (Fallo del instrumento: código de lámpara)

El instrumento no pudo reconocer el código de lámpara para una de las lámparas de cátodo hueco instaladas.

Posibles causas:

- Una de las lámparas de cátodo hueco instaladas está defectuosa
- Una avería electrónica en el circuito de reconocimiento de la lámpara del instrumento.

9422 Instrument Fault: Lamp current (Fallo del instrumento: corriente de lámpara)

El instrumento no pudo detectar ninguna corriente de lámpara para la lámpara de cátodo hueco seleccionada.

Posibles causas:

- No está instalada ninguna lámpara de cátodo hueco en la posición de lámpara seleccionada
- Lámpara de cátodo hueco defectuosa
- Circuitos de alimentación de la lámpara defectuosos.

9514 Instrument Signal saturation (Saturación de la señal del instrumento)

La señal del instrumento ha alcanzado la saturación en uno o varios valores de la señal. O bien la señal bajó por debajo de -0,3 Abs o subió demasiado (por encima del 130%) en un método de emisión de llama.

Acción sugerida:

Vuelva a optimizar el instrumento (o, para un método de emisión de llama, repita la *configuración de la emisión*).

9517 Low HC Lamp Energy (Baja energía de lámpara HC)

Baja energía en la lámpara de cátodo hueco.

Se ha aumentado al máximo la ganancia del instrumento, pero la señal de la lámpara de cátodo hueco era demasiado baja.

Posibles causas:

- Lámpara de cátodo hueco mal alineada
- El paso de luz está obstruido
- Lámpara de cátodo hueco defectuosa
- La posición de lámpara en el método no es correcta.

9518 High HC Lamp Energy (Alta energía de lámpara HC)

Alta energía en la lámpara de cátodo hueco.

Se ha disminuido al mínimo la ganancia del instrumento, pero la señal de la lámpara de cátodo hueco era demasiado alta.

Posibles causas:

- Lámpara de cátodo hueco mal alineada
- Lámpara de cátodo hueco defectuosa
- Tubo fotomultiplicador o circuitos defectuosos
- La lámpara estaba en una posición errónea cuando se optimizó el instrumento.

9524 Low BC Lamp Energy (Baja energía de lámpara BC)

Baja energía de la lámpara con corrector de fondo (D_2).

Posibles causas:

- Lámpara de D_2 mal alineada
- La longitud de onda seleccionada es inadecuada para la corrección del ruido de D_2
- El paso de luz está obstruido en el compartimento de la muestra
- Lámpara de D_2 defectuosa.

9525 High BC Lamp Energy (Alta energía de lámpara BC)

Alta energía de la lámpara con corrector de fondo (D_2).

Posibles causas:

- Lámpara de D_2 mal alineada
- La energía de la lámpara de cátodo hueco es demasiado baja
- Lámpara de D_2 defectuosa
- Circuito EHT defectuoso.

9527 Instrument Fault: EHT failed (Fallo del instrumento: fallo de EHT)

Fallo del instrumento. El instrumento ha detectado un problema con el suministro de EHT. Reinicie el instrumento. Si el problema continúa, podría ser necesaria una visita de mantenimiento.

9528 Background Lamp failed (Error en lámpara de fondo)

Fallo del instrumento. El instrumento ha detectado un problema con la lámpara con corrección del ruido de fondo (D_2). No se ha detectado corriente en la lámpara y posiblemente la lámpara de D_2 esté defectuosa. Cambie la lámpara de D_2 como se describe en el capítulo 6. Si el problema continúa, podría ser necesaria una visita de mantenimiento.

9529 Background Lamp interlock (Protector de la lámpara de fondo)

Fallo del instrumento. El instrumento ha detectado un problema con la lámpara con corrección del ruido de fondo (D_2). El interruptor de la protección de seguridad sugiere que la lámpara de D_2 no está instalada de forma segura en el instrumento. La lámpara no se encenderá en esta posición. Retire y vuelva a instalar el soporte de la lámpara de D_2 como se describe en el capítulo 6. Si el problema continúa, podría ser necesaria una visita de mantenimiento.

9530 Instrument Fault: Signal diagnostics (Fallo del instrumento: diagnóstico de la señal)

Fallo del instrumento. El instrumento ha detectado un problema con la electrónica de la señal en la tarjeta de control. Reinicie el instrumento. Si el problema continúa, será necesaria una visita de mantenimiento.

9531 No Lamp Current detected (No se detecta corriente en la lámpara)

El instrumento no pudo detectar ninguna corriente de lámpara para la lámpara de cátodo hueco seleccionada y ha interrumpido la búsqueda de picos. Corrija el problema y optimice el instrumento.

Posibles causas:

- No hay ninguna lámpara de cátodo hueco en la posición de lámpara seleccionada
- Lámpara de cátodo hueco defectuosa.

9602 Instrument Fault: Mono Datum (Fallo del instrumento: dato del monocromador)

Fallo del instrumento. El instrumento ha detectado un problema con el monocromador. Reinicie el instrumento. Si el problema continúa, será necesaria una visita de mantenimiento.

9911 No Burner Fitted (Ningún quemador acoplado)

Se ha intentado prender la llama sin que hubiera ningún quemador instalado en el compartimento de la muestra.

9912 N₂O Burner not fitted (Quemador de N₂O no instalado)

Acoplado quemador erróneo. Cambie a un quemador de N₂O y acetileno.

Posibles causas:

Acoplado quemador erróneo. El quemador acoplado es de aire y acetileno, pero se ha solicitado una llama de N₂O y acetileno.

Fallo en el circuito de detección del quemador.

9914 No Gas Control Unit (No hay unidad de control del gas)

No hay ninguna unidad de control de llama acoplada a este instrumento. Se ha intentado cargar un método de llama.

9915 Flame Shield Open (Protector de llama abierto)

Se ha detectado que el protector de llama está abierto o se ha quitado cuando la caja de gas trató de prender la llama.

9916 Fault: Gas pressure sensor (Avería: sensor de presión del gas)

Se detecta presión del oxidante en el depósito cuando se pulsa el botón Ignite (Encender), pero el control del gas está apagado. Se trata de una avería de la electrónica de la tarjeta de control o bien del sensor de presión.

9917 No Oxidant gas pressure (No hay presión del gas oxidante)

La presión de oxidante en el depósito no ha alcanzado la presión operativa requerida durante la secuencia de encendido o ha caído inesperadamente mientras había una llama. También se puede presentar este error si se utiliza el modo Solo aire.

Posibles causas:

- Cilindros de aire o de N₂O vacíos o apagados
- Sensor de presión defectuoso
- Regulación del suministro de gas averiada.

9920 Fault: Flame detected (Avería: detectada llama)

Cuando se pulsó el botón Ignite (Encendido), el sensor de llama detectó una llama presente antes de la secuencia de encendido. Por motivos de seguridad, este error impide que se encienda la llama.

Posibles causas:

- Excesiva luz en el compartimento de la muestra
- Sensor de llama defectuoso
- El conmutador de servicio de modificación manual de llama se encuentra en la posición Flame Sense (Detección de llama).

9921 Flame Out Detected (Detectado apagado de llama)

Después de la ignición de la llama, el sensor había detectado la llama, pero ahora ya no la detecta. Se trata de algo inesperado, pues no se ha indicado ningún comando de apagado de llama. Posibles causas:

- Es posible que el flujo de gas acetileno sea demasiado bajo como para mantener una llama

- Es posible que el flujo de oxidante sea demasiado alto como para mantener una llama
- Es posible que el detector esté defectuoso.

9922 Flame Shutdown: Gas type (Apagado de la llama: tipo de gas)

Se trata de un error interno del sistema. Si había una llama presente, este error hará que se apague la llama por motivos de seguridad.

9923 Flame Ignition Timeout (Ignición de la llama: agotado tiempo de espera)

La llama no se ha encendido en el plazo de 7 segundos durante una secuencia de encendido. Espere al menos 4 segundos a que se dispersen los gases y vuelva a intentarlo. Posibles causas:

- La bombona de gas acetileno está vacía o cerrada.
- El flujo de combustible es demasiado bajo (solo en la caja de gas MANUAL)
- El encendedor ha fallado.

9934 Flame Shutdown: host offline (Apagado de la llama: host OFF-LINE)

Se ha apagado la llama debido a una avería interna o a un corte eléctrico.

9937 Flame Pressure Relief Bung (Tapón de alivio de presión de llama)

Se ha detectado que no está colocado el tapón de alivio de presión mientras se intenta encender una llama o bien mientras está activa una llama. El tapón de alivio de presión se encuentra en la parte posterior del ensamblaje del nebulizador, en el compartimento de la muestra.

9938 Liquid Trap Not Ready (La trampa de líquidos no está lista)

La trampa de líquidos conectada a la parte inferior del ensamblaje del nebulizador no tiene líquido suficiente. Posibles causas:

- Líquido insuficiente en la trampa
- El flotador de la trampa de líquidos se ha atascado o se ha insertado mal.
- Sensor defectuoso.

9xxx GPIB Fault (Avería en GPIB)

Se trata de una avería interna del instrumento. Si está acoplada una unidad SIPS, compruebe que el cable esté instalado correctamente. Reinicie el instrumento. Si el error continúa, póngase en contacto con un técnico de soporte de Agilent.

9xxx Instrument Error (Error del instrumento)

Se trata de un error interno del instrumento y no debería aparecer.

Anote el número de error (p.ej. 9903). Reinicie el instrumento. Si el error continúa, póngase en contacto con un técnico de soporte de Agilent.

9xxx SpectrAA Error (Error del SpectrAA)

Se trata de un error interno del instrumento y no debería aparecer.

Anote el número de error (p.ej. 9903). Reinicie el instrumento. Si el error continúa, póngase en contacto con un técnico de soporte de Agilent.

En esta guía

La guía describe lo siguiente:

- Peligros y prácticas seguras
- Introducción
- Instalación
- Interfaz
- Funcionamiento
- Mantenimiento
- Piezas de repuesto
- Resolución de problemas y errores

© Agilent Technologies 1997, 2000,
2002, 2009-2010, 2012-2013, 2016-
2017
12/17



8510154100
Número 12



Agilent Technologies