

# **Agilent 7820A**

## **Cromatógrafo de gases**

**Diagnóstico y resolución de  
problemas**

# Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2010

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

## Número de referencia del manual

G4350-95015

## Edición

Segunda edición, junio de 2010

Primera edición, Marzo de 2009

Impreso en China

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd.

412 Ying Lun Road

Waigaoqiao Free Trade Zone

Shanghai 200131 República Popular China

## Garantía

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

## Avisos de seguridad

### CAUTION

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

### WARNING

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

# Contenido

## 1 Conceptos y tareas generales

- Conceptos 8
  - Cómo solucionar problemas mediante este manual 8
  - Teclado en pantalla 8
  - La tecla [Status] 9
  - Condiciones de error 9
- Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados 10
  - Configuración de las columnas 10
  - Configuración del muestreador automático de líquidos 10
  - Configuración del gas 10
- Para visualizar el registro de análisis, el registro de mantenimiento y el registro de eventos 11
- Información que hay que obtener antes de llamar a Agilent para una reparación 12

## 2 Síntomas del ALS y del detector

- Errores del émbolo 16
- La aguja de la jeringa se dobla durante la inyección en el inyector 17
- El FID no se enciende 18
- El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de encendido 19
- Corrosión en el colector del detector de ionización de llama y el tapón incandescente del encendedor 20
- Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD 21
- Apagado de dispositivos (defectuosos) 22

## 3 Síntomas cromatográficos

- Tiempos de retención no reproducibles 26
- Áreas de pico no reproducibles 27
- Contaminación o efecto memoria 28
  - Aísle la fuente 28

Busque las causas posibles: todas las combinaciones de inyector y detector.	28
Picos mayores de lo esperado	30
No se muestran picos/no hay picos	31
Subida de la línea base durante el programa de temperatura del horno	32
Poca resolución en el pico	33
Colas en los picos	34
Colas en los picos del NPD	34
Discriminación deficiente del pico del punto de ebullición o del peso molecular	36
Para todos los inyectores que funcionan en modo split con cualquier detector.	36
Para todos los inyectores que funcionan en modo splitless con cualquier detector.	36
Descomposición de la muestra en el inyector/Falta de picos	37
Asimetría de picos al inicio	38
Detector de ruido, que incluye picos de oscilación, derivación y fantasma en la línea base	39
Línea base con mucho ruido	39
Oscilación y derivación de la línea base	40
Aparición de picos fantasmas en la línea base	40
Poca altura o área bajo el pico (sensibilidad baja)	42
La llama del FID se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse	44
Salida de la línea base del FID por encima de 20 pA	46
Atenuación del disolvente del NPD	47
Baja respuesta del NPD	48
Salida de la línea base del NPD > 8 millones	49
El proceso de ajuste de desviación del NPD no funciona correctamente	50
Baja selectividad del NPD	51
Se observan picos negativos con el TCD	52
La línea base del TCD tiene picos de arrastre de ruido sinusoidal amortiguados (línea base de "ringing")	53
Los picos del TCD tienen una caída negativa en la cola	54

#### **4 Síntomas de que el GC no está listo**

El GC nunca llega a estar listo	56
---------------------------------	----

El flujo nunca llega a estar listo	57
La temperatura del horno nunca se enfría/se enfría muy lentamente	58
El horno no se calienta nunca	59
La temperatura nunca llega a estar lista	60
No se puede establecer un flujo o una presión	61
Un gas no alcanza el valor establecido de presión o flujo	62
Un gas excede el valor establecido de presión o flujo	63
La presión o el flujo del inyector fluctúa	64
No se puede mantener la presión en un valor establecido bajo en un inyector split	65
El flujo de columna medido no es igual al flujo mostrado	66
El FID no se enciende	67
El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de inyección	68
Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD	69

## 5 Síntomas de cortes

Cortes de columna	72
Cortes de hidrógeno	73
Cortes térmicos	75

## 6 Síntomas de encendido y de comunicación del GC

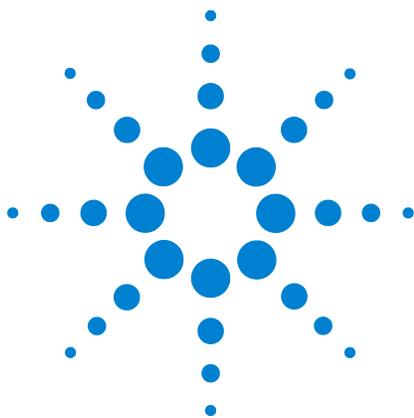
El GC no se enciende	78
El PC no se puede comunicar con el GC	79
El GC se enciende y luego se detiene durante el inicio (durante la autocomprobación)	80

## 7 Revisión de fugas

Sugerencias para la revisión de fugas	82
Para revisar si hay fugas externas	84
Para revisar si hay fugas en el GC	85
Para revisar fugas en los inyectores	86
Para establecer límites de advertencia para la prueba de fugas	87
Para desactivar un límite de advertencia para la revisión de fugas en los inyectores	88

## 8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas

- Para medir el flujo de una columna 90
  - Medición del flujo de columna del FID, TCD, y uECD 90
  - Medición del flujo de columna NPD 92
- Para medir el flujo de purga de split o de septum 94
- Para medir el flujo de un detector 95
  - Medición de los flujos del FID, TCD, y uECD 95
  - Medición de flujos del NPD 97
- Para realizar la autocomprobación del GC 99
- Para revisar o supervisar la retropresión de la línea de purga de split 100
  - Para establecer un límite de advertencia para la revisión de trampas en los inyectores 101
  - Para desactivar un límite de advertencia para la revisión de trampas en los inyectores 102
- Para ejecutar la revisión de trampa en los inyectores 103
- Para ajustar la desviación de encendido del FID 105
- Para verificar si la llama del FID está encendida 106
- Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido 107
- Para medir la corriente de descarga del FID 108
- Para medir la salida de línea base del FID 109
- Para medir la corriente de descarga del NPD 110
- Para verificar que se ha encendido la perla del NPD 111
- Para hacer caso omiso del estado de preparación de un dispositivo 112



# 1

## Conceptos y tareas generales

Conceptos 8

Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados 10

Para visualizar el registro de análisis, el registro de mantenimiento y el registro de eventos 11

Información que hay que obtener antes de llamar a Agilent para una reparación 12



## Conceptos

En este manual se ofrece una lista de los síntomas y las tareas correspondientes que hay que realizar en caso de que se produzcan fallos asociados con el hardware o el resultado cromatográfico del GC, los mensajes que avisan de que el GC no está listo y otros problemas típicos.

En cada sección se describe un problema y hay una lista donde se enumeran las causas posibles para que pueda hacer un diagnóstico del mismo y solucionarlo. Estas listas no están diseñadas para usarse en el desarrollo de métodos nuevos. Continúe con la solución de problemas en el supuesto de que los métodos funcionen correctamente.

En este manual también se incluyen las tareas más comunes para la solución de problemas, así como la información que es necesario tener a mano a antes de llamar a Agilent para una reparación.

### Cómo solucionar problemas mediante este manual

Como método general para solucionar un problema, siga los pasos que se describen a continuación:

- 1 Observe los síntomas del problema.
- 2 Busque los síntomas en este manual haciendo uso de la Tabla de contenido o la herramienta de búsqueda **Search**. Repase la lista de posibles causas del síntoma.
- 3 Examine cada una de las causas posibles o realice una prueba que limite la lista de causas posibles hasta que el síntoma esté resuelto.

### Teclado en pantalla

Al solucionar problemas, abra el teclado en pantalla a fin de obtener acceso a toda la información disponible en el GC. A menos que se especifique lo contrario, todos los procedimientos contenidos en este manual suponen que se utiliza el teclado en pantalla (controlador remoto) al describir la forma en que se obtiene acceso a la configuración o información del GC.

## La tecla [Status]

También asegúrese de utilizar las teclas **[Status]** e **[Info]** del teclado en pantalla al usar esta información para la resolución de problemas. Estas teclas le mostrarán información adicional relacionada con el estado del GC y sus componentes, la cual le resultará útil.

## Condiciones de error

Si se produce un problema, se muestra un mensaje de error. Si el mensaje indica que el hardware se ha dañado, podría haber más información disponible. Abra el teclado en pantalla (controlador remoto), establezca conexión con el GC y pulse la tecla del componente correspondiente (por ejemplo, **[Front Det]**, **[Oven]** o **[Front Inlet]**).

## Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados

Ciertos elementos configurables del GC deben mantenerse siempre actualizados. El incumplimiento de esta norma podría dar lugar a la reducción de la sensibilidad, a errores cromatográficos y a posibles riesgos respecto a la seguridad.

### Configuración de las columnas

Vuelva a configurar el GC cada vez que recorte o cambie una columna. Compruebe también que el sistema de datos refleje correctamente el tipo, longitud, d.i. y espesor de película de la columna. El GC se basa en esta información para calcular los flujos. Si no se actualiza el GC después de alterar una columna se podrían provocar flujos incorrectos, relaciones de división cambiadas o incorrectas, alteraciones en el tiempo de retención y desplazamientos de los picos.

### Configuración del muestreador automático de líquidos

Mantenga la configuración del muestreador automático de líquidos (ALS) al día a fin de asegurar un funcionamiento correcto. Entre los elementos del ALS que se deben mantener al día se incluye el tamaño de la jeringa instalada y el uso de las botellas de disolvente y de residuos.

### Configuración del gas

#### **ADVERTENCIA**

**Configure siempre el GC de forma adecuada cuando trabaje con hidrógeno. El hidrógeno se escapa rápidamente y representa un peligro para la seguridad si se descarga demasiado en el aire o en el horno del GC.**

---

Vuelva a configurar el GC cada vez que cambie el tipo de gas. Si el GC se ha configurado para un gas distinto del que realmente está pasando por las tuberías, se producirán velocidades de flujo incorrectas.

## Para visualizar el registro de análisis, el registro de mantenimiento y el registro de eventos

El GC actualiza varios registros de sucesos internos, cada uno de los cuales guarda hasta 250 entradas. Utilice dichos registros para solucionar problemas, especialmente cuando ya no aparezca ningún mensaje en la pantalla.

Para obtener acceso a los registros, pulse [**Logs**] a fin de cambiarse al registro deseado. En la pantalla se indicará el número de entradas que contiene el registro. Desplácese por la lista.

**Registro de análisis** En cada análisis, el registro de análisis anota las desviaciones respecto al método planeado. El registro se borra al inicio de cada análisis. La información del registro de análisis puede utilizarse para cumplir con los estándares de las Buenas Prácticas de Laboratorio (GLP) y se puede cargar en los sistemas de datos de Agilent. Si un registro de análisis contiene entradas, se encienden las luces indicadoras **Run Log** del teclado en pantalla.

**Registro de eventos** Este registro captura eventos como los cortes, las advertencias, los errores y los cambios de estado del GC (inicio del análisis, detención del análisis, etc.) que se producen durante el funcionamiento del GC. Cuando el registro de eventos está lleno, el GC sobrescribe las entradas, empezando por la más antigua.

## Información que hay que obtener antes de llamar a Agilent para una reparación

Reúna la siguiente información antes de ponerse en contacto con Agilent para una reparación:

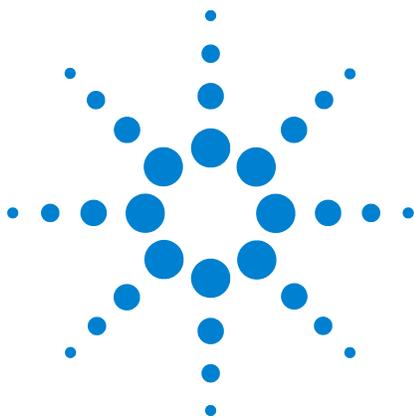
- Síntomas
- Descripción del problema
- Hardware instalado y parámetros o configuración vigentes en el momento en que se ha producido el error (muestra, tipo de suministro de gas, velocidades de flujo de los gases, detectores e inyectores instalados, etc.)
- Todos los mensajes que aparezcan en la pantalla del GC
- Los resultados de todas las pruebas de diagnósticos que haya ejecutado
- Detalles del instrumento. Consiga la siguiente información:
  - El número de serie del GC, el cual se encuentra en una pegatina situada , en la esquina inferior derecha del GC.
  - Revisión del firmware del GC (pulse [**Status**] y, a continuación, [**Clear**])
  - Configuración de la fuente de alimentación del GC (ubicada en una etiqueta del panel trasero del GC a la izquierda del cable de alimentación)



- Pulse la tecla [**Status**] para mostrar los mensajes **Error**, **Not Ready** y **Shutdown** anteriores.

Para obtener los números de contacto de servicio o soporte, consulte el sitio Web de Agilent en [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem).

## **1 Conceptos y tareas generales**



## 2 Síntomas del ALS y del detector

Errores del émbolo 16

La aguja de la jeringa se dobla durante la inyección en el inyector 17

El FID no se enciende 18

Apagado de dispositivos (defectuosos) 22

## Errores del émbolo

Si el ALS comunica un error del émbolo delantero o trasero, verifique si se debe a alguna de las siguientes causas posibles:

- El émbolo de la jeringa está adherido o no está bien conectado a su soporte.

## La aguja de la jeringa se dobla durante la inyección en el inyector

**ADVERTENCIA**

**Cuando vaya a resolver problemas del inyector, mantenga las manos alejadas de la aguja de la jeringa, ya que es muy punzante y podría contener sustancias químicas peligrosas.**

---

Consulte la documentación de operación del ALS para obtener información adicional:

[Instalación, funcionamiento y mantenimiento del muestreador automático de líquidos 7693A](#)

- Compruebe que la tuerca de septum del GC no esté demasiado apretada.
- Compruebe que la jeringa esté instalada correctamente en su mecanismo de soporte.
- Compruebe que el soporte de la aguja y la guía estén limpios. Elimine todos los residuos o depósitos de septum.
- Compruebe que esté utilizando la jeringa apropiada. La longitud total del cuerpo de la jeringa y la aguja debe ser de 126,5 mm aproximadamente.
- Verifique que las dimensiones del vial de muestras cumplan las especificaciones.
- Compruebe que los tapones de sellado estén debidamente instalados. Consulte la documentación del muestreador.

## El FID no se enciende

- Verifique que la desviación de encendido sea  $\leq 2,0$  pA.
- Compruebe que el encendedor del FID esté incandescente durante la secuencia de encendido (consulte la sección [Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido](#)).
- Vea si hay algún chorro que esté bloqueado o parcialmente bloqueado.
- Compruebe las velocidades de flujo del FID. La relación de hidrógeno y aire afecta en gran medida el encendido. Si los parámetros de flujo no son los óptimos, podrían impedir que se encienda la llama (consulte la sección [Para medir el flujo de un detector](#)).
- Si la llama todavía sigue sin encenderse, podría haber una fuga importante en el sistema. Si hay fugas considerables, el resultado es que las velocidades de flujo medidas no son las reales, lo que produce condiciones de encendido que no son idóneas. Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas, en especial la conexión de la columna al FID.
- Compruebe la velocidad de flujo de la columna.
- Vea si hay fugas en la conexión de la columna del FID.
- Asegúrese de que la temperatura del FID sea lo suficientemente alta para la ignición ( $>150$  °C).

## El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de encendido

### ADVERTENCIA

Manténgase a una distancia prudente con respecto a la chimenea del FID mientras realice esta tarea. Si utiliza hidrógeno, la llama del FID no será visible.

- 1 Retire la cubierta superior del detector.
- 2 Coloque la llama del FID en posición **On**.
- 3 Observe el tapón incandescente por la chimenea del FID. El orificio pequeño debe estar incandescente durante la secuencia de encendido.

Si la prueba falla, verifique si el problema se debe a alguna de las siguientes causas posibles:

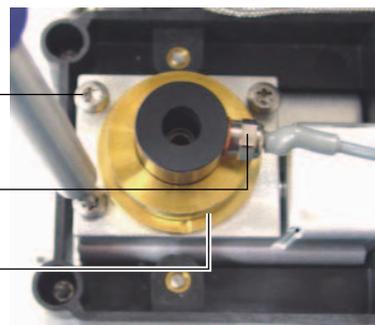
- El encendedor podría estar mal; así que sustitúyalo.
- La temperatura del detector está establecida en  $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$  . Agilent recomienda utilizar el FID a  $\geq 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- El encendedor no está haciendo una buena conexión con la toma de tierra:
  - El encendedor debe estar bien atornillado en el conjunto almenado del FID.
  - Los tres tornillos Torx T-20 que sujetan el conjunto del colector en su sitio deben estar apretados.
  - La tuerca estriada de latón que sujeta el conjunto de la tuerca almenada del FID en su sitio debe estar apretada.

Realice tareas de mantenimiento del FID si estas piezas están corroídas u oxidadas.

Tornillos Torx T-20 (3)

Encendedor

Tuerca estriada



## **Corrosión en el colector del detector de ionización de llama y el tapón incandescente del encendedor**

Agilent recomienda inspeccionar el colector y el tapón incandescente del encendedor durante el mantenimiento del FID para ver si existe corrosión.

El proceso de combustión del FID produce condensación. Dicha condensación, combinada con disolventes o muestras cloradas, produce corrosión y pérdida de sensibilidad.

Para evitar la corrosión, mantenga la temperatura del detector por encima de 300 °C .

## Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD

- Inspeccione el chorro para ver si está atascado.
- Mida los flujos reales del detector (consulte la sección [Para medir el flujo de un detector](#)).
- Verifique el estado de la perla. [Sustitúyala](#) si es necesario.
- Verifique que los parámetros de flujo sean correctos.
- Haga una revisión de fugas a fondo en todo el sistema, particularmente en la conexión de columna del detector (consulte la sección [Revisión de fugas](#)).
- Establezca el tiempo de equilibrio en 0.0.

## Apagado de dispositivos (defectuosos)

De forma predeterminada, el GC monitoriza el estado de todos los dispositivos configurados (inyectores, detectores, calentadores de la caja de válvulas, calentador del horno, módulos EPC, etc.) y pasa a estar listo cuando todos ellos llegan al valor establecido. Si el GC detecta un problema en alguno de esos dispositivos, nunca pasa a estar listo o podría llegar al estado de corte a fin de protegerse o de evitar comprometer la seguridad. No obstante, es probable que en alguna ocasión no desee que el estado de preparación de algún dispositivo evite que se inicie un análisis. Un ejemplo importante es cuando un inyector o un calentador de detector esté defectuoso. Normalmente, dicho error evita que el GC pase a estar listo e inicie el análisis. Sin embargo, puede establecer el GC a fin de que haga caso omiso de este problema y pueda utilizarse el otro inyector o detector hasta que se repare el dispositivo.

No es posible hacer caso omiso de todos los dispositivos. Puede pasarse por alto el estado de preparación de los inyectores, los detectores, el horno o el módulo EPC. El estado de preparación de otros dispositivos y componentes nunca puede pasarse por alto, por ejemplo, los dispositivos de inyección tales como la válvula de intercambio o el muestreador automático de líquidos.

Para hacer caso omiso del estado de un dispositivo:

- 1 Cierre el flujo de gas y apague el calentador del dispositivo como corresponda (asegúrese de que no se comprometa la seguridad).
- 2 Pulse **[Config]** y luego seleccione el elemento.
- 3 Desplácese hasta **Ignore Ready** y pulse **[On/Yes]** para establecerlo en **True**.

Ahora puede utilizar el GC hasta que se repare el dispositivo.

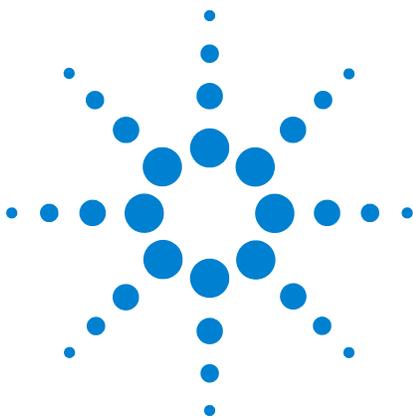
### PRECAUCIÓN

No pase por alto el estado de preparación de un dispositivo que se esté utilizando a menos que no le importe si llega al valor establecido.

Asegúrese de volver a establecer el dispositivo dañado en **Ignore Ready = False** después de que se repare. Si no lo hace, se continuará haciendo caso omiso del estado del mismo (temperatura, flujo, presión, etc.), aunque se utilice el dispositivo en el análisis.

Para que se tome en cuenta la preparación del dispositivo, establezca **Ignore Ready** en **False**.

## 2 Síntomas del ALS y del detector



## 3 Síntomas cromatográficos

Tiempos de retención no reproducibles	26
Áreas de pico no reproducibles	27
Contaminación o efecto memoria	28
Picos mayores de lo esperado	30
No se muestran picos/no hay picos	31
Subida de la línea base durante el programa de temperatura del horno	32
Poca resolución en el pico	33
Colas en los picos	34
Discriminación deficiente del pico del punto de ebullición o del peso molecular	36
Descomposición de la muestra en el inyector/Falta de picos	37
Asimetría de picos al inicio	38
Detector de ruido, que incluye picos de oscilación, derivación y fantasma en la línea base	39
Poca altura o área bajo el pico (sensibilidad baja)	42
La llama del FID se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse	44
Salida de la línea base del FID por encima de 20 pA	46
Atenuación del disolvente del NPD	47
Baja respuesta del NPD	48
Salida de la línea base del NPD > 8 millones	49
El proceso de ajuste de desviación del NPD no funciona correctamente	50
Baja selectividad del NPD	51
Se observan picos negativos con el TCD	52
La línea base del TCD tiene picos de arrastre de ruido sinusoidal amortiguados (línea base de "ringing")	53
Los picos del TCD tienen una caída negativa en la cola	54



## Tiempos de retención no reproducibles

- Sustituya el septum.
- Vea si hay alguna fuga en el inyector, el liner (según sea pertinente) y la conexión de la columna (consulte la sección “Revisión de fugas”).
- Verifique que haya presión suficiente en el suministro de gas portador. La presión suministrada al GC debe ser al menos 40 kPa (10 psi) superior a la presión máxima del inyector que se requiere a la temperatura final del horno.
- Ejecute réplicas de estándares conocidos para verificar el problema.
- Verifique que el tipo de liner utilizado sea el adecuado para la muestra que se vaya a inyectar
- Si se trata del primer análisis, tenga en cuenta si se ha estabilizado el GC.
- Si está utilizando un FID o un NPD y los tiempos de retención aumentan (derivación), compruebe si existe contaminación en el chorro.

## Áreas de pico no reproducibles

Compruebe el funcionamiento de la jeringa del ALS (consulte la sección de resolución de problemas del manual [Instalación, funcionamiento y mantenimiento del muestreador automático de líquidos 7693A de Agilent](#)).

- Sustituya la jeringa.
- Vea si existen fugas en el inyector, el liner (según sea pertinente) y la conexión de la columna (consulte la sección [“Revisión de fugas”](#)).
- Compruebe el nivel de muestras de los viales.
- Ejecute réplicas de estándares conocidos para verificar el problema.
- Si se trata del primer análisis, tenga en cuenta si se ha estabilizado el GC.

## Contaminación o efecto memoria

Si en el resultado hay contaminación o picos inesperados, haga lo siguiente:

### Aísle la fuente

- 1 Lleve a cabo un análisis en blanco con disolvente, utilizando una fuente de disolvente limpio y puro. Si la contaminación desaparece, el problema podría estar en la muestra o estar relacionado con el disolvente.
- 2 Lleve a cabo un análisis en blanco (saque la jeringa del inyector e inicie un análisis). Si la contaminación desaparece, el problema está en la jeringa.
- 3 Saque la columna del detector y tapone su conexión. Lleve a cabo otro análisis en blanco. Si la contaminación desaparece, el problema está en el inyector o en la columna. Si la contaminación persiste, el problema está en el detector.

### Busque las causas posibles: todas las combinaciones de inyector y detector.

#### Inyector, muestreador, muestra y suministro de gas

- Revise el tipo de septum y la instalación.
- Realice una operación de mantenimiento [completo en el inyector](#): sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Compruebe si hay efecto memoria por arrastre de muestras de análisis previos. Realice varios análisis en blanco, sin inyección, para ver si los picos fantasma desaparecen o se hacen más pequeños.
- Compruebe el flujo de purga del septum. Si es demasiado bajo, el septum puede haber acumulado contaminación o puede haber condensado atascado en la línea de purga.
- Revise todos los indicadores y las fechas de las trampas de gas.
- Verifique la pureza del gas.
- Compruebe si hay contaminación en las conexiones y tuberías de suministro.
- Si sospecha que hay contaminación en el inyector, realice el procedimiento de acondicionamiento térmico ([SS](#), [PP](#)).

- Compruebe el nivel de disolvente de las botellas de lavado del ALS.
- Sustituya la jeringa del ALS si es necesario.
- Compruebe el volumen de inyección de la muestra.

### **Columna, método**

- Realice el mantenimiento de la columna: **Limpie térmicamente** los contaminantes, **elimine** la parte contaminada de la columna cerca del inyector e **invierta y acondicione térmicamente** la columna según sea necesario.
- Si sospecha que existe contaminación en la columna, lleve a cabo el procedimiento de **acondicionamiento térmico**.
- Verifique que la temperatura y el tiempo del programa del horno son suficientes para las muestras que se están inyectando.

### **Detector, suministro de gas del detector**

- Revise todos los indicadores y las fechas de las trampas de gas.
- Verifique la pureza del gas.
- Compruebe si hay contaminación en las conexiones y tuberías de suministro.
- Si sospecha que hay contaminación en el detector, realice el procedimiento de acondicionamiento térmico (**FID**, **TCD** y **uECD**).

## Picos mayores de lo esperado

- Compruebe las dimensiones de cada columna configurada en comparación con las dimensiones de la columna real (consulte la sección “Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados”).
- Compruebe el volumen de inyección del muestreador automático.
- Revise los tapones de los viales.
- Compruebe el tamaño de la jeringa configurada. Algunos tamaños de jeringas se especifican a capacidad media. Si el volumen máximo de la jeringa está marcado a media altura y no en la parte superior del cuerpo de la jeringa, introduzca **dos veces** el volumen de la etiqueta al configurar el tamaño de la jeringa.

## No se muestran picos/no hay picos

- Si utiliza un muestreador automático:
  - Asegúrese de que haya muestra en el vial.
  - Verifique que el soporte del émbolo del ALS esté sujeto al émbolo de la jeringa.
  - Compruebe que la jeringa esté correctamente instalada y que extraiga la muestra.
  - Verifique que la torreta o la estén correctamente cargadas y que las inyecciones no procedan de viales que estén fuera del orden.
  - Asegúrese de que la muestra entre en la jeringa.
- Verifique que el detector que se esté usando esté asignado a una señal.
- Compruebe que la columna esté instalada correctamente.
- Asegúrese de que la columna no esté bloqueada (consulte la sección [“Para medir el flujo de una columna”](#)). Realice el [mantenimiento de la columna](#).
- Compruebe si hay fugas (consulte la sección [“Revisión de fugas”](#)).
- Compruebe los parámetros de flujo y mida los flujos reales del detector (consulte la sección [“Para medir el flujo de un detector”](#)).

Si el problema está en el detector, consulte la [Tabla 1](#).

**Tabla 1** Diagnóstico y solución de problemas del detector

Detector	Solución
FID	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Verifique que el electrómetro esté encendido.</li> <li>• Verifique que la llama todavía esté encendida.</li> </ul>
TCD	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Verifique que el filamento esté encendido.</li> <li>• Asegúrese de que el gas de referencia no esté establecido en cero.</li> </ul>

## Subida de la línea base durante el programa de temperatura del horno

- Inspeccione la columna para detectar sangrados.
- Compruebe si hay fugas u oxígeno en el suministro de gas portador.
- Compruebe el indicador o fecha de la trampa de oxígeno del suministro de gas.
- Realice análisis en blanco con disolvente para evaluar la línea base sin muestra.
- Realice análisis en blanco “sin inyección” (extraiga la jeringa del inyector e inicie un análisis) para evaluar la línea base sin disolvente.
- Compruebe si hay contaminación (consulte la sección [Contaminación o efecto memoria](#)).
- Tenga en cuenta el efecto del espesor de la película de la columna en el sangrado.
- Compruebe si hay fugas en las conexiones de la columna (consulte la sección [Revisión de fugas](#)).
- Prepare y utilice un perfil de compensación de la columna.

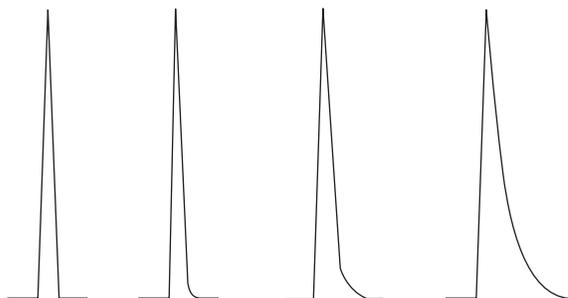
## Poca resolución en el pico

- Establezca el flujo de la columna en la velocidad lineal óptima.
- Instale y utilice los consumibles desactivados del inyector (por ejemplo, un liner).
- Realice el mantenimiento de la columna: **Limpie térmicamente** los contaminantes, **elimine** la parte contaminada de la columna cerca del inyector e **invierta y acondicione térmicamente** la columna según sea necesario.
- Compruebe la **instalación de la columna** en ambos extremos.
- Seleccione una columna con una resolución más alta.

## Colas en los picos

En la figura siguiente se muestra un ejemplo de picos en cola. Al diagnosticar los picos en cola, tenga en cuenta lo siguiente:

- Qué picos están en cola.
- Si los picos en cola son compuestos activos, todos los compuestos o si hay tendencias (por ejemplo diluyentes rápidos o diluyentes lentos).



- Compruebe si la columna tiene una contaminación fuerte.
- Tenga en cuenta la fase estacionaria de la columna (columna activa).
- Verifique que la columna se haya cortado e instalado correctamente.
- Tenga en cuenta el tipo de adaptador, liner y sello de inyector que se esté utilizando. Es posible que uno de esos elementos o todos ellos estén contaminados o activos.
- Compruebe si hay partículas sólidas en los adaptadores (si están instalados) y el liner.
- En la inyección sin división (splitless) capilar, tenga en cuenta la compatibilidad entre el disolvente y la columna.
- Verifique que la técnica de inyección sea adecuada.
- Verifique la temperatura del inyector.
- Compruebe si hay volumen muerto en el sistema. Compruebe si la [instalación de la columna](#) es correcta en ambos extremos.
- Inspeccione todas las líneas de transferencia para ver si hay puntos fríos.

## Colas en los picos del NPD

Para el NPD, haga lo siguiente:

- Verifique que esté utilizando la perla correcta para la muestra que se esté analizando. Si está analizando fósforo, instale una perla negra. Las perlas blancas pueden provocar colas en los picos cuando se analiza fósforo.

- Verifique que esté instalado el **chorro** adecuado. Utilice un chorro extendido.
- **Sustituya** los aislantes de cerámica.

## Discriminación deficiente del pico del punto de ebullición o del peso molecular

Si tiene problemas con la discriminación del pico del punto de ebullición o el peso molecular (discriminación del inyector), haga lo siguiente:

- Compruebe si hay contaminación en el inyector. Limpie y cambie el liner si es necesario. Sustituya todos los consumibles del inyector. Consulte el [manual de mantenimiento](#).
- Ajuste la temperatura del inyector.
- Ejecute estándares en contraste con un método conocido para determinar el comportamiento que se espera.

### Para todos los inyectores que funcionan en modo split con cualquier detector.

- Compruebe el tipo de liner.
- Aumente la temperatura del inyector y verifique que la caperuza de aislamiento esté instalada y tenga aislamiento.
- Revise el corte de la columna y su instalación en el inyector. Consulte el tema sobre el inyector [SS](#).

### Para todos los inyectores que funcionan en modo splitless con cualquier detector.

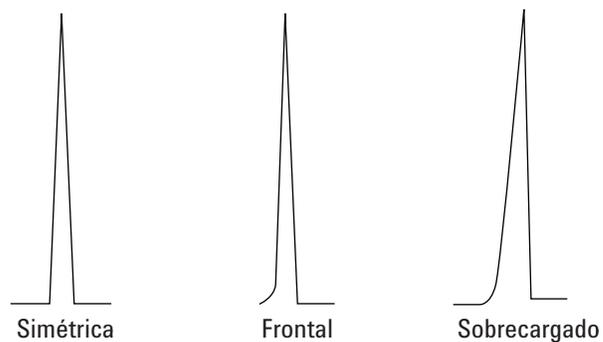
- Compruebe si hay fugas en el inyector (consulte la sección [“Revisión de fugas”](#)).
- Compruebe el tipo de liner.
- Verifique que la temperatura de inicio del horno sea inferior al punto de ebullición del disolvente.
- Revise el corte de la columna y su instalación en el inyector. Consulte el tema sobre el inyector [SS](#).
- Compruebe que el volumen de vapor del disolvente no exceda la capacidad del liner.
- Compruebe que el tiempo de retarde de la purga sea correcto.

## Descomposición de la muestra en el inyector/Falta de picos

- Baje la temperatura del inyector.
- Compruebe si hay aire o agua en el gas portador; verifique la pureza del gas y el funcionamiento de las trampas.
- Verifique que el liner sea apropiado para la muestra que se esté analizando.
- Realice una operación de mantenimiento [completo en el inyector](#): sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Instale un liner desactivado (si se utiliza un liner).
- Compruebe si existen fugas en el septum, el liner y las conexiones de columnas (consulte la sección [“Revisión de fugas”](#)).
- Instale un liner de conexión directa de Agilent.
- Utilice un método de presión a pulsos para transferir la muestra a la columna de forma más rápida.
- Acondicione térmicamente el inyector. Consulte lo siguiente:
  - [Para limpiar térmicamente los contaminantes del inyector split/splitless](#)
  - [Para limpiar térmicamente los contaminantes del inyector de empaquetado con purga](#)

## Asimetría de picos al inicio

En la figura siguiente se muestran ejemplos de los tres tipos de picos: simétrico, con asimetría al inicio y sobrecargado.



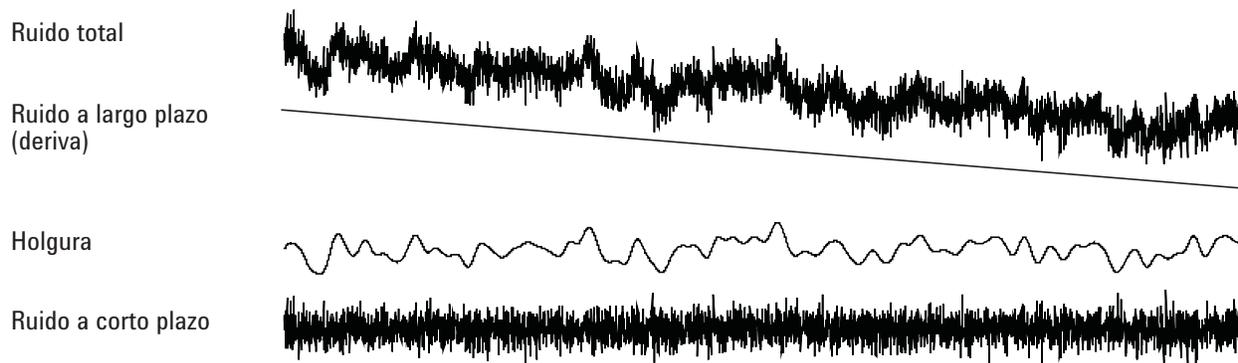
Si se produce asimetría de picos al inicio o sobrecargados, pruebe a hacer lo siguiente:

- Verifique que el volumen de inyección sea apropiado.
- Asegúrese de que la columna esté **correctamente instalada**.
- Verifique que se esté utilizando la técnica de inyección apropiada.
- Si se utilizan la inyección splitless capilar, tenga en cuenta la solubilidad del compuesto en el disolvente de inyección.
  - Cambie el disolvente.
  - Utilice una precolumna.
- Compruebe la pureza del disolvente de muestras.

## Detector de ruido, que incluye picos de oscilación, derivación y fantasma en la línea base

El ruido debe medirse en condiciones de funcionamiento “normal”, con una columna conectada y un gas portador activado. El ruido tiene normalmente un componente de alta frecuencia (de origen electrónico) y componentes de baja frecuencia que se conocen como oscilación y derivación.

La oscilación es aleatoria en cuanto a su dirección, pero a una frecuencia más baja que el ruido electrónico a corto plazo. El ruido a largo plazo (derivación) es un cambio monótonico de la señal sobre un periodo que es largo en comparación con el ruido electrónico y de oscilación (vea las ilustraciones siguientes). Los términos como “corto” y “largo” son relativos a la anchura de los picos cromatográficos.



### Línea base con mucho ruido

Las líneas base con mucho ruido o los valores de salida del detector altos pueden indicar fugas, contaminación o problemas eléctricos. Es inevitable que haya algo de ruido en cualquier detector, aunque las atenuaciones altas pueden ocultarlo. Como el ruido limita la sensibilidad del detector, debería reducirse al mínimo.

- Para todos los detectores, compruebe si hay fugas en las conexiones de la columna (consulte la sección “[Revisión de fugas](#)”).
- Para el TCD, verifique la recogida de datos a  $\leq 5$  Hz.

Si el ruido aparece de repente en una línea base previamente limpia, haga lo siguiente:

- Piense en los cambios recientes que se hayan hecho en el sistema.
- Acondicione térmicamente el inyector. Consulte lo siguiente:
  - [Para limpiar térmicamente los contaminantes del inyector split/splitless](#)

- Para limpiar térmicamente los contaminantes del inyector de empaquetado con purga
- Verifique la pureza de los gases portadores y detectores.
- Verifique que se ha hecho un montaje correcto después de un mantenimiento reciente.
- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación.

Si el ruido aumenta gradualmente hasta llegar a un nivel inaceptable, compruebe si se debe a las siguientes causas posibles:

- Limpie térmicamente el detector (FID, TCD, uECD).
- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación.
- Inspeccione la columna y el inyector para ver si hay contaminación.
- Inspeccione el chorro del FID o del NPD para ver si hay contaminación.

Otros factores que pueden contribuir al ruido:

- La columna está instalada demasiado alta en el detector.
- La temperatura del horno excede a las temperaturas máximas recomendadas para la columna.

### Oscilación y derivación de la línea base

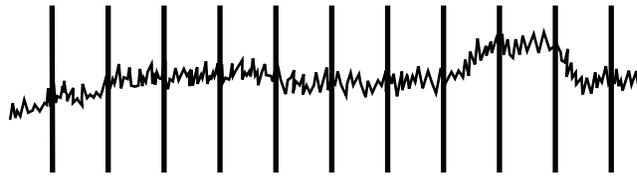
La oscilación o la derivación de la línea base puede producirse cuando se cambia un parámetro de temperatura o de flujo. Si el sistema no se ha estabilizado en las condiciones nuevas antes de empezar un análisis, es de esperar que haya algunos cambios en la línea base.

Si experimenta oscilación de la línea base, compruebe si hay fugas, especialmente en el septum y en la columna (consulte la sección “Revisión de fugas”). La derivación de la línea base se ve con más frecuencia durante la programación de la temperatura. Para corregir la derivación de la línea base, haga lo siguiente:

- Verifique que se utiliza la compensación de la columna y el perfil es actual (para compensar el sangrado).
- Verifique que la columna esté acondicionada.
- Compruebe el sangrado de columna mientras esté a temperatura de funcionamiento.
- Compruebe el modo de la señal asignada a la columna en el sistema de datos.

### Aparición de picos fantasmas en la línea base

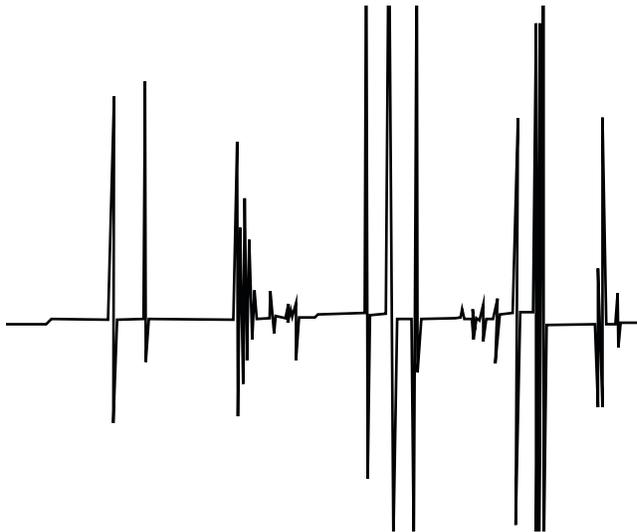
Hay dos tipos de picos fantasma en la salida de la línea base: cíclicos y aleatorios.



**Figura 1** Picos fantasma cíclicos

Los picos fantasma cíclicos pueden producirse por lo siguiente:

- Un motor eléctrico
- El sistema de calefacción/refrigeración del edificio
- Otras interferencias electrónicas del laboratorio



**Figura 2** Picos fantasma aleatorios

Los picos fantasma son perturbaciones aisladas de la línea base que aparecen como movimientos selectos repentinos (y grandes). Si van acompañados de ruido, resuelva primero el problema del ruido, ya que es posible que los picos fantasmas desaparezcan al mismo tiempo.

- Compruebe si el detector está contaminado.
- Para una columna empaquetada, compruebe que la salida de dicha columna esté sellada correctamente con lana de vidrio.
- Revise la instalación de la columna empaquetada.
- Compruebe si el chorro es el adecuado.

## Poca altura o área bajo el pico (sensibilidad baja)

- Si utiliza un inyector en modo split, compruebe la relación de split.
- Compruebe si hay fugas (consulte la sección “[Revisión de fugas](#)”).
- Compruebe si hay contaminación en el inyector (consulte la sección “[Contaminación o efecto memoria](#)”).
- Revise todas las columnas y verifique que se hayan cortado e instalado correctamente en cada uno de los extremos.
- Verifique que el tipo de columna sea correcto.
- Realice el mantenimiento de la columna: [Limpie térmicamente](#) los contaminantes, [elimine](#) la parte contaminada de la columna cerca del inyector e [invierta y acondicione térmicamente](#) la columna según sea necesario.
- Verifique que el tipo de liner sea apropiado para la muestra.
- Verifique que los parámetros de flujo del detector sean correctos.
- Compruebe la [pureza del gas que se suministra](#).
- Revise todos los indicadores y las fechas de las trampas.
- Verifique que los parámetros del método sean correctos.
- Compruebe la estabilidad de la muestra.
- Compruebe el tamaño de la jeringa configurada. Algunos tamaños de jeringas se especifican a capacidad media. Si el volumen máximo de la jeringa está marcado a media altura y no en la parte superior del cuerpo de la jeringa, introduzca **dos veces** el volumen de la etiqueta al configurar el tamaño de la jeringa.
- Si la caída en el área o la altura del pico se produjo gradualmente debido a la subida de la línea base, en lugar de que haya sido un cambio repentino, vea si hay contaminación en el detector. Limpie térmicamente el detector ([FID](#), [TCD](#), [uECD](#)).

Si utiliza un FID:

- Inspeccione el chorro para comprobar si existe suciedad.

Si está utilizando un uECD:

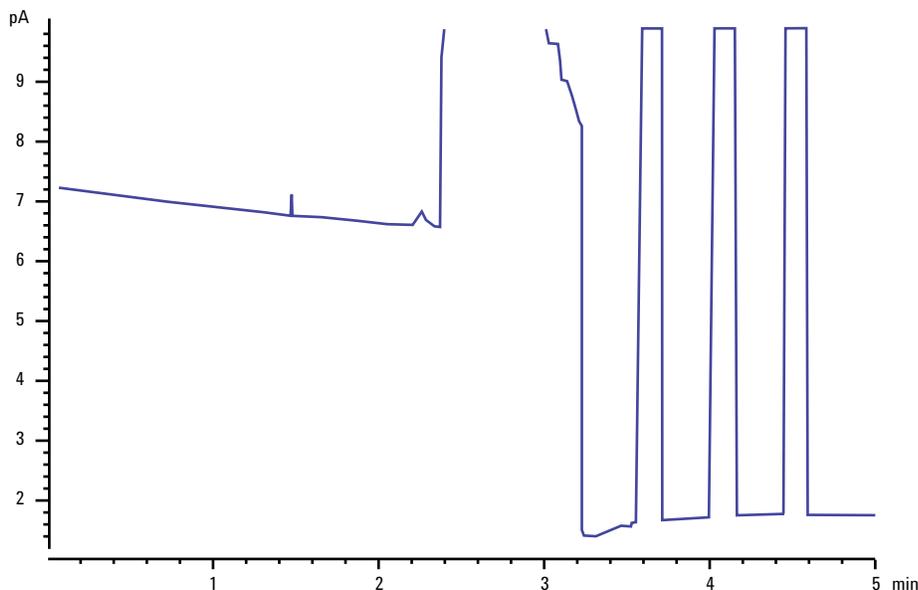
- Sustituya el liner de mezcla indentado de sílice fundida.
- Sustituya y vuelva a instalar la columna.

Si utiliza un NPD:

- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación.
- Sustituya los aislantes de cerámica.
- Sustituya la perla.

## La llama del FID se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse

A continuación se puede ver un ejemplo de cromatograma donde se muestra la extinción de la llama por un gran pico de disolvente.



Tras la extinción de la llama, el GC tratará de encenderla tres veces.

Si la llama del FID se paga durante un análisis, haga lo siguiente:

- Observe si la llama se extinguió por un pico aromático o agua.
- Inspeccione el chorro para ver si está bloqueado.
- Verifique que los parámetros de flujo sean correctos. Verifique que la **desviación de encendido (Lit offset)** se haya establecido correctamente.

Si la llama del FID trata de volver a encenderse pero ya está encendida, haga lo siguiente:

- Verifique que la **desviación de encendido (Lit offset)** del FID se haya establecido correctamente para el análisis (normalmente  $\leq 2,0$  pA).
- Observe si la llama se extinguió por un pico aromático o agua.
- Inspeccione el chorro para ver si está parcialmente bloqueado. Mida los flujos reales de hidrógeno, aire y gas auxiliar del detector (consulte la sección [“Para medir el flujo de un detector”](#)).

- Compruebe si hay fugas en la conexión de la columna del detector (consulte la sección “[Revisión de fugas](#)”).

## Salida de la línea base del FID por encima de 20 pA

- Verifique la pureza del suministro del gas portador y detector.
- Inspeccione la columna para detectar sangrados.
- Inspeccione los indicadores y las fechas de las trampas de suministro de gas y asegúrese de que las trampas no estén gastadas.
- Verifique que el detector se haya vuelto a montar correctamente después de un mantenimiento reciente.
- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación. [Limpie térmicamente](#) el detector.
- Compruebe que la corriente de descarga actual del FID sea  $< 2,0$  pA (consulte la sección [“Para medir la corriente de descarga del FID”](#)).

## Atenuación del disolvente del NPD

Si la línea base no se recupera después de un pico de disolvente, pruebe a hacer lo siguiente:

- Abra o cierre el hidrógeno en torno al pico de disolvente.
- Utilice nitrógeno como gas auxiliar.
- Establezca el flujo total de la columna y el gas auxiliar en menos de 10 ml/min.
- Aumente el flujo de aire en 10 ml/min.
- Aumente la temperatura del detector hasta los 325°C.

## Baja respuesta del NPD

- Realice una operación de mantenimiento **completo en el inyector**: sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Realice el mantenimiento de la columna: **limpie térmicamente** los contaminantes según sea necesario. Una gran concentración de disolvente ha eliminado el plasma de aire/hidrógeno. Aumente la tensión de la perla.
- Mida el flujo de gas real en el detector (consulte la sección “**Para medir el flujo de un detector**”).
- Inspeccione el chorro para ver si está parcialmente bloqueado.
- Verifique que la perla esté activada. Mire por el orificio de ventilación de la tapa del detector para ver si la perla está al rojo vivo. **Sustituya** el aislante o el colector.

## Salida de la línea base del NPD > 8 millones

- El colector está cortocircuitado en la carcasa del detector. Desmonte el colector y los aislantes y vuelva a instalarlos.

## **El proceso de ajuste de desviación del NPD no funciona correctamente**

- Inspeccione el chorro para ver si está atascado.
- Mida los flujos reales del detector (consulte la sección [Para medir el flujo de un detector](#)).
- Verifique el estado de la perla. [Sustitúyala](#) si es necesario.
- Verifique que los parámetros de flujo sean correctos.
- Haga una revisión de fugas a fondo en todo el sistema, particularmente en la conexión de columna del detector (consulte la sección [Revisión de fugas](#)).
- Establezca el tiempo de equilibrio en 0.0.

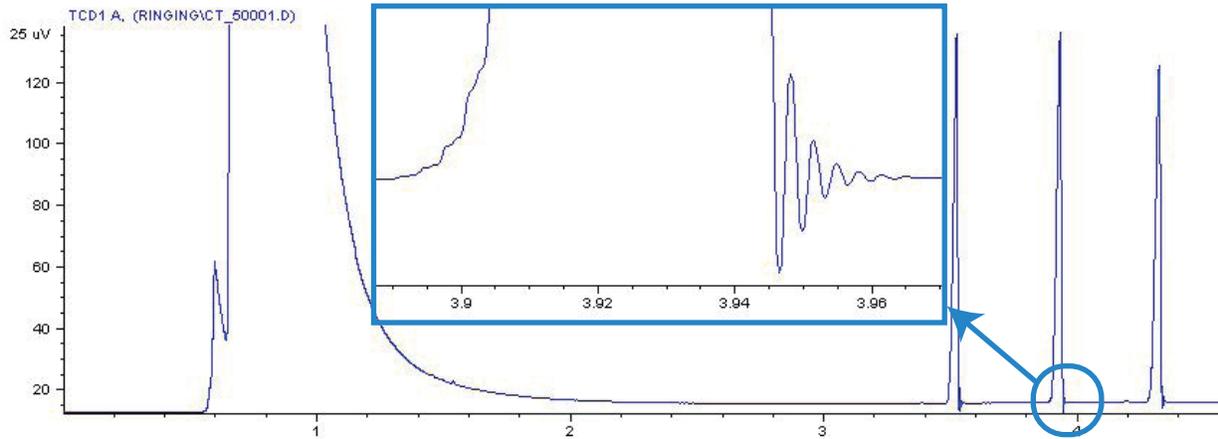
## Baja selectividad del NPD

- Verifique si el flujo del hidrógeno es correcto ( $\leq 3$  ml/min).
- Inspeccione la perla; es posible que esté defectuosa o gastada.
- Verifique que el voltaje de la perla sea correcto.
- **Sustituya** el colector y los aislantes.

## **Se observan picos negativos con el TCD**

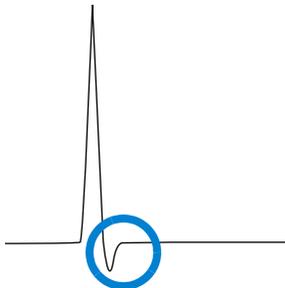
- Verifique que se esté utilizando el tipo de gas correcto.
- Vea si hay fugas en el sistema, especialmente en la conexión de la columna del detector (consulte la sección [“Revisión de fugas”](#)).
- Tenga en cuenta la sensibilidad para analitos.
- Compruebe los parámetros de flujo y mida los flujos reales del detector (consulte la sección [“Para medir el flujo de un detector”](#)).

## La línea base del TCD tiene picos de arrastre de ruido sinusoidal amortiguados (línea base de "ringing")

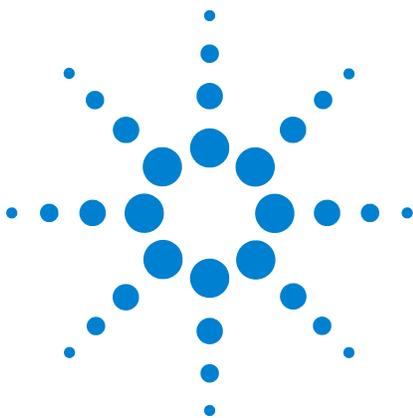


Se ha seleccionado una velocidad de transmisión de datos errónea en el sistema de datos. Para el TCD, la velocidad de transmisión de datos debe ser  $\leq 5$  Hz.

## Los picos del TCD tienen una caída negativa en la cola



- Vea si hay fugas en la conexión del adaptador de columna del detector (consulte la sección “[Revisión de fugas](#)”).
- Actualice el detector a un filamento menos activo químicamente.



## 4 Síntomas de que el GC no está listo

- El GC nunca llega a estar listo 56
- El flujo nunca llega a estar listo 57
- La temperatura del horno nunca se enfría/se enfría muy lentamente 58
- El horno no se calienta nunca 59
- La temperatura nunca llega a estar lista 60
- No se puede establecer un flujo o una presión 61
- Un gas no alcanza el valor establecido de presión o flujo 62
- Un gas excede el valor establecido de presión o flujo 63
- La presión o el flujo del inyector fluctúa 64
- No se puede mantener la presión en un valor establecido bajo en un inyector split 65
- El flujo de columna medido no es igual al flujo mostrado 66
- El FID no se enciende 67
- El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de inyección 68
- Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD 69

En esta sección se incluyen los fallos y los síntomas que se producirán cuando el GC está encendido pero no puede realizar análisis. Esta circunstancia se indica mediante la advertencia “Not Ready” (no preparado), un mensaje de error u otros síntomas.



## El GC nunca llega a estar listo

Normalmente el GC pasa a estar listo una vez que los flujos y las temperaturas alcanzan el valor establecido. Si el GC no pasa a estar listo después de un periodo de tiempo largo:

- Pulse [**Status**] o una tecla de un componente (por ejemplo, [**Front inlet**]) para ver qué valores o condiciones no están listos.
- Vea si hay un problema en el muestreador.
- Vea si hay un problema en la base de datos.
- Si realiza inyecciones manuales en modo splitless o modo de ahorro de gas, es posible que tenga que pulsar [**Prep Run**] a fin de preparar el inyector para la inyección. Hágalo, por ejemplo para:
  - Alternar entre las posiciones de la válvula de purga del inyector antes de una inyección splitless
  - Preparar una inyección a pulsos
  - Apagar el ahorro de gas.

Para más información sobre [**Prep Run**], consulte el manual [Guía de usuarios avanzados del GC 7820 de Agilent](#).

## El flujo nunca llega a estar listo

Si el flujo de gas no pasa nunca a estar listo, compruebe lo siguiente:

- Revise el suministro de gas para comprobar que el [suministro de presión sea suficiente](#).
- Compruebe el tipo de gas configurado. El tipo de gas configurado debe coincidir con el gas real que pasa por el GC.
- Vea si hay fugas en las tuberías de suministro de gas del GC (consulte la sección [“Revisión de fugas”](#)).

## La temperatura del horno nunca se enfría/se enfría muy lentamente

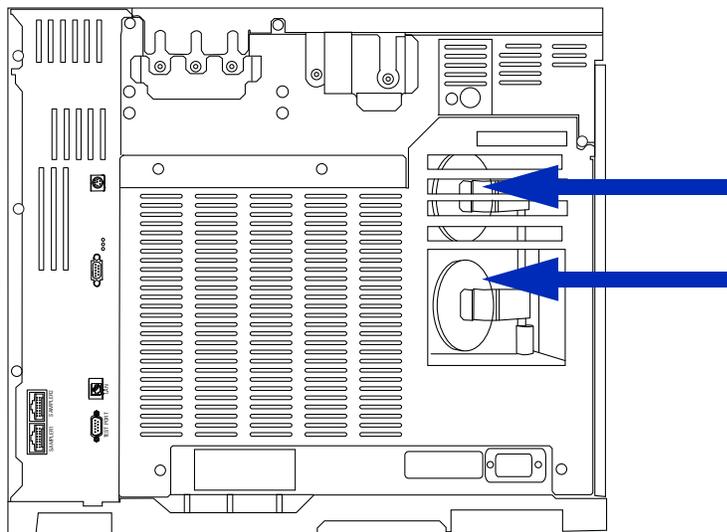
Si el horno no se enfría o se enfría con mucha lentitud:

### ADVERTENCIA

**El tubo de expulsión que sale de la parte trasera del GC estará muy caliente. Mantenga las manos y la cara alejadas del sistema de escape.**

- Compruebe el funcionamiento de la compuerta del horno.
  - 1 Baje la temperatura del horno un mínimo de 20 grados.
  - 2 Verifique que los flap de la parte trasera del GC estén **abiertos**. Escuche para verificar que el ventilador esté funcionando. La figura siguiente ilustra la ubicación de los dos flap del horno.

Si no funcionan con facilidad, póngase en contacto con Agilent para su reparación.



## El horno no se calienta nunca

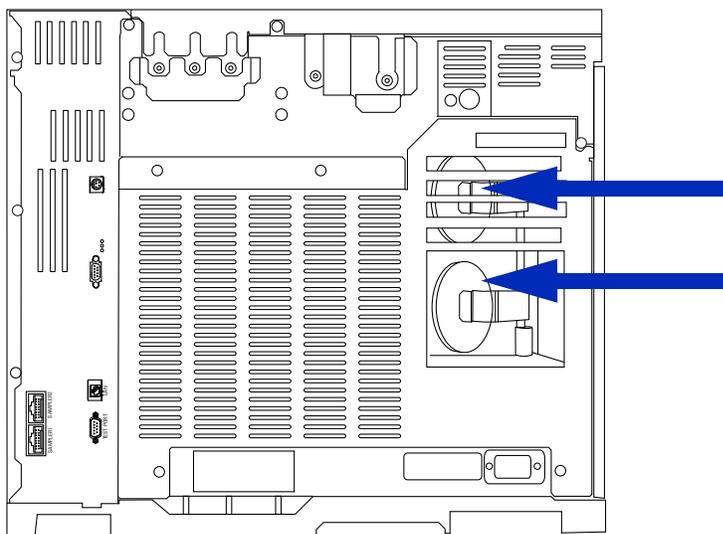
- Pulse **[Status]** para ver si hay errores de los que informar a Agilent.

### ADVERTENCIA

**El tubo de expulsión que sale de la parte trasera del GC estará muy caliente. Mantenga las manos y la cara alejadas del sistema de escape.**

- Apague y vuelva a encender el GC.
- Compruebe el funcionamiento de la compuerta del horno.
  - 1 Suba la temperatura del horno un mínimo de 20 grados.
  - 2 Verifique que los flap de la parte trasera del GC estén **cerrados**. La figura siguiente ilustra la ubicación de los dos flap del horno.

Si el flap está atascado y no se cierra o si los flap están cerrados pero el horno no se calienta, póngase en contacto con Agilent.



## La temperatura nunca llega a estar lista

Para que se considere que está lista, la temperatura debe estar en el valor establecido  $\pm 1$  °C durante 30 segundos.

- Vea si falta alguna caperuza de aislamiento en el inyector o en el detector.
- Vea si una gran diferencia de temperatura entre el horno y el inyector o el detector.
- Compruebe si falta aislamiento alrededor del inyector o del detector.

## No se puede establecer un flujo o una presión

Si no puede establecer un flujo o una presión mediante los inyectores split/splitless, haga lo siguiente:

- Compruebe el modo de la columna.
- Compruebe que la columna capilar esté configurada para el inyector correcto.
- Compruebe las dimensiones de la columna configurada.
- Compruebe que el filamento esté encendido.

## Un gas no alcanza el valor establecido de presión o flujo

Si un inyector no alcanza su valor establecido de presión, se apagará en un tiempo determinado según el tipo de inyector. Haga lo siguiente:

- Compruebe que haya suficiente presión en el suministro de gas. La presión del suministro debe ser al menos 10 psi mayor que el valor establecido que se desea.
- Vea si hay fugas (consulte la sección “[Revisión de fugas](#)”). Si utiliza el modo de ahorro de gas, asegúrese de que la velocidad de flujo sea lo suficientemente alta como para mantener la presión de la cabeza de columna más alta que se utiliza durante un análisis.
- Vea si hay alguna columna instalada de forma incorrecta.

Si utiliza un inyector split/splitless:

- Compruebe la relación de split. Aumente el flujo de split.

## Un gas excede el valor establecido de presión o flujo

Si un gas excede su valor establecido de presión o de flujo, haga lo siguiente:

Si utiliza un inyector split/splitless:

- Reduzca la relación de split.
- Sustituya el filtro de purga de split.
- Verifique que se haya seleccionado el liner correcto (si se utiliza un liner).
- Vea si hay contaminación.

Si utiliza un FID o un NPD:

- Vea si hay algún chorro bloqueado.

Válvulas:

- Vea si algún rotor está mal alineado.

## La presión o el flujo del inyector fluctúa

La fluctuación de la presión del inyector provoca alteraciones en la velocidad de flujo y en los tiempos de retención durante un análisis. Haga lo siguiente:

- Compruebe que el purificador de gas o generador de gas esté funcionando a su capacidad o se aproxime a ésta.
- Revise el suministro de gas para comprobar que el [suministro de presión sea suficiente](#).
- Verifique que el regulador de presión de suministro funcione adecuadamente.
- Vea si hay fugas (consulte la sección [“Revisión de fugas”](#)).
- Compruebe si hay grandes restricciones en el liner del inyector o en la trampa de purga de split.
- Verifique que esté instalado el liner adecuado.

## No se puede mantener la presión en un valor establecido bajo en un inyector split

Si el GC no puede mantener una presión en un valor establecido bajo, compruebe lo siguiente:

- Considere utilizar un liner diseñado para el análisis split.
- Vea si el liner está bloqueado.
- Vea si hay contaminación en la línea de purga de split. Póngase en contacto con el servicio de Agilent para sustituirla, si es necesario.
- Para el inyector split/splitless, sustituya el sello de oro.

## El flujo de columna medido no es igual al flujo mostrado

Si el flujo de columna real no coincide con el flujo calculado que se muestra en el GC, haga lo siguiente:

- Verifique que los flujos medidos estén corregidos a 25 °C y 1 atmósfera.
- Verifique que las dimensiones correctas de la columna se hayan configurado con exactitud, incluso la longitud de columna real (recortada).
- La línea o trampa de purga de split podría estar parcialmente bloqueada, lo que crea una presión real en el inyector superior a la presión del valor establecido.

## El FID no se enciende

- Verifique que la desviación de encendido sea  $\leq 2,0$  pA.
- Compruebe que el encendedor del FID esté incandescente durante la secuencia de encendido (consulte la sección [Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido](#)).
- Vea si hay algún chorro que esté bloqueado o parcialmente bloqueado.
- Compruebe las velocidades de flujo del FID. La relación de hidrógeno y aire afecta en gran medida el encendido. Si los parámetros de flujo no son los óptimos, podrían impedir que se encienda la llama (consulte la sección [Para medir el flujo de un detector](#)).
- Si la llama todavía sigue sin encenderse, podría haber una fuga importante en el sistema. Si hay fugas considerables, el resultado es que las velocidades de flujo medidas no son las reales, lo que produce condiciones de encendido que no son idóneas. Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas, en especial la conexión de la columna al FID.
- Compruebe la velocidad de flujo de la columna.
- Vea si hay fugas en la conexión de la columna del FID.
- Asegúrese de que la temperatura del FID sea lo suficientemente alta para la ignición ( $>150$  °C).

## El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de inyección

### ADVERTENCIA

Manténgase a una distancia prudente con respecto a la chimenea del FID mientras realice esta tarea. Si utiliza hidrógeno, la llama del FID no será visible.

- 1 Retire la cubierta superior del detector.
- 2 Coloque la llama del FID en posición **On**.
- 3 Observe el tapón incandescente por la chimenea del FID. El orificio pequeño debe estar incandescente durante la secuencia de encendido.

Si la prueba falla, verifique si el problema se debe a alguna de las siguientes causas posibles:

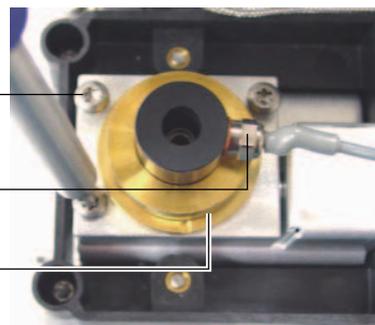
- El encendedor podría estar mal; así que sustitúyalo.
- La temperatura del detector está establecida en  $< 150^{\circ}\text{C}$ . Agilent recomienda utilizar el FID a  $\geq 300^{\circ}\text{C}$ .
- El encendedor no está haciendo una buena conexión con la toma de tierra:
  - El encendedor debe estar bien atornillado en el conjunto almenado del FID.
  - Los tres tornillos Torx T-20 que sujetan el conjunto del colector en su sitio deben estar apretados.
  - La tuerca estriada de latón que sujeta el conjunto de la tuerca almenada del FID en su sitio debe estar apretada.

Realice tareas de mantenimiento del FID si estas piezas están corroídas u oxidadas.

Tornillos Torx T-20 (3)

Encendedor

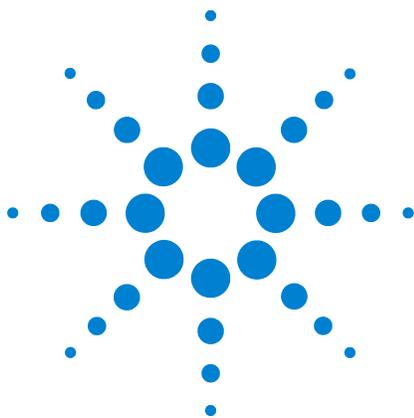
Tuerca estriada



## Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD

- Inspeccione el chorro para ver si está atascado.
- Mida los flujos reales del detector (consulte la sección [Para medir el flujo de un detector](#)).
- Verifique el estado de la perla. [Sustitúyala](#) si es necesario.
- Verifique que los parámetros de flujo sean correctos.
- Haga una revisión de fugas a fondo en todo el sistema, particularmente en la conexión de columna del detector (consulte la sección [Revisión de fugas](#)).
- Establezca el tiempo de equilibrio en 0.0.

## **4 Síntomas de que el GC no está listo**



## 5 Síntomas de cortes

Cortes de columna 72

Cortes de hidrógeno 73

Cortes térmicos 75

## Cortes de columna

El GC hace un seguimiento de las corrientes de gas de entrada y de gas auxiliar. Si un gas portador (que puede incluir un módulo de flujo auxiliar) no puede alcanzar el valor de flujo o presión establecidos, el GC supone que existe una fuga. Transcurridos 25 segundos emitirá un pitido para avisarle y después, emitirá pitidos a intervalos. Unos 5 minutos después, el GC desconectará los componentes por motivos de seguridad. El GC:

- Muestra el mensaje **Front inlet pressure shutdown**.
- Se apaga para evitar daños en la columna.
- Abre a medias los flap de la parte trasera del horno.
- Hace que el valor establecido de la temperatura del horno parpadee en **Off**.
- Cierra todos los flujos de la columna. Los parámetros correspondientes parpadearán en **Off**. Por ejemplo, el flujo de columna de un inyector split/splitless se cortaría.
- Apaga todos los demás calentadores. Los parámetros de temperatura correspondientes parpadearán en **Off**.
- Los intentos de activar una zona que ha sufrido un corte fallarán y se emitirá un mensaje de error.

Para que vuelva a funcionar.

### 1 Arregle la causa del corte.

- Vea si hay una columna rota cerca del inyector.
- Vea si hay fugas.
- Sustituya el septum del inyector.
- Sustituya la arandela del inyector.
- Compruebe la presión de suministro.

### 2 Pulse la tecla del dispositivo que inició el corte.

Desplácese al parámetro neumático que parpadea en **Off** y, a continuación, pulse [**On**] u [**Off**].

Por ejemplo, si el inyector frontal se queda sin gas portador, pulse [**Front Inlet**], desplácese hasta el parámetro del flujo o de presión y, a continuación, pulse [**On**].

## Cortes de hidrógeno

El gas hidrógeno se puede utilizar como gas portador o como gas combustible en algunos detectores. Cuando se mezcla con el aire, el hidrógeno puede formar mezclas explosivas.

El GC hace un seguimiento de las corrientes de gas de entrada y de gas auxiliar. Si una corriente no puede alcanzar el valor de flujo o presión establecidos y si dicha corriente está configurada para utilizar hidrógeno, el GC supone que existe una fuga. Transcurridos 25 segundos emitirá un pitido para avisarle y después, emitirá pitidos a intervalos. Unos 5 minutos después, el GC desconectará los componentes por motivos de seguridad. El GC:

- Muestra en la pantalla **Hydrogen Safety Shutdown**.
- Cierra la válvula de suministro de gas portador al inyector y cierra y apaga tanto los controles de flujo como de presión. Los parámetros correspondientes parpadearán en **Off**.
- Abre las válvulas de purga de split en los inyectores y .
- Apaga el calentador del horno y del ventilador y abre los flap del horno.
- Apaga todos los calentadores (incluidos todos los dispositivos conectados a los controles de los calentadores auxiliares, tales como los calentadores de la caja de válvulas y los ). Los parámetros correspondientes parpadearán en **Off**.
- Hace sonar una alarma.

### ADVERTENCIA

**El GC no puede detectar fugas en las corrientes de gas del detector. Por ello, es de suma importancia que las conexiones del FID, NPD y de cualquier otro detector que utilice hidrógeno estén siempre conectadas a una columna o tengan un tapón instalado, y que las corrientes de hidrógeno se configuren de forma que el GC las reconozca.**

Para recuperarse de un estado de corte de hidrógeno:

- 1 Arregle la causa del corte:
  - Sustituya el septum del inyector.
  - Sustituya la arandela del inyector.
  - Ve a si hay alguna columna rota.

- Compruebe la presión de suministro.
  - Vea si hay fugas en el sistema consulte la sección [Revisión de fugas](#).
- 2 Apague y vuelva a encender el GC.
  - 3 Cuando el GC se encienda de nuevo, pulse la tecla del dispositivo que inició el corte. Desplácese al parámetro neumático que parpadea en **Off** y, a continuación, pulse [**On**] u [**Off**]. Por ejemplo, si el inyector frontal se queda sin gas portador, pulse [**Front Inlet**], desplácese hasta el parámetro del flujo o de presión y, a continuación, pulse [**On**].

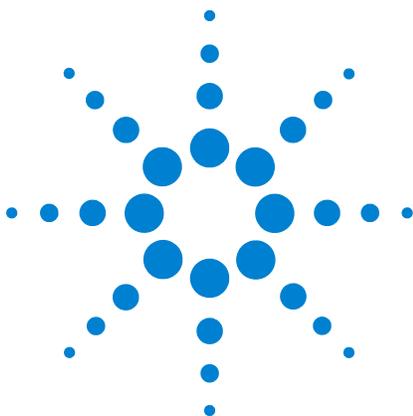
## Cortes térmicos

Un fallo térmico significa que el horno u otra zona calentada no se encuentra dentro de su rango de temperatura permisible (inferior a la temperatura mínima o superior a la temperatura máxima).

Para que vuelva a funcionar:

- 1 Arregle la causa del corte:
  - Vea si falta aislamiento.
- 2 La mayoría de los cortes térmicos se pueden eliminar apagando la zona térmica.

## 5 Síntomas de cortes



## 6 Síntomas de encendido y de comunicación del GC

El GC no se enciende 78

El PC no se puede comunicar con el GC 79

El GC se enciende y luego se detiene durante el inicio (durante la autocomprobación) 80

## **El GC no se enciende**

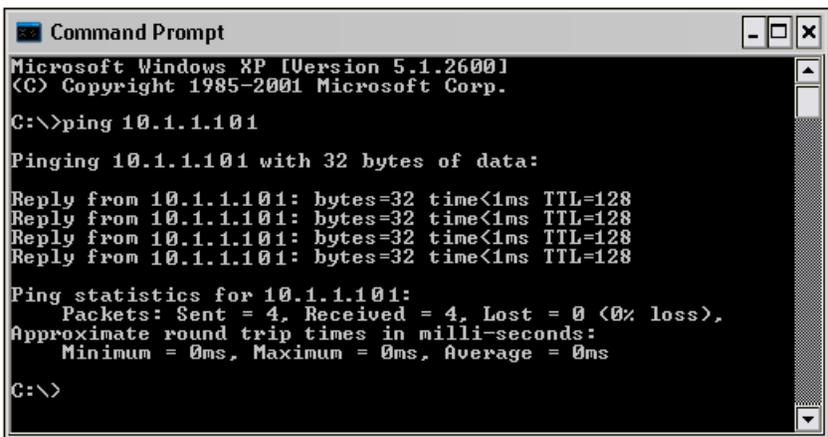
Si el GC no se enciende:

- Examine el cable de alimentación eléctrica.
- Verifique el suministro eléctrico del edificio.
- Si el problema está en el GC, apague la alimentación eléctrica del GC. Espere 30 segundos y vuelva a encender el GC.

## El PC no se puede comunicar con el GC

- Realice la prueba **ping**

El comando **ping** de MS-DOS verifica las comunicaciones a través de la conexión TCP/IP. Para usarlo, abra la ventana del símbolo del sistema. Escriba **ping** seguido de una dirección IP. Por ejemplo, si la dirección IP es 10.1.1.101, escriba **ping 10.1.1.101**. Si las comunicaciones LAN funcionan correctamente, obtendrá una respuesta satisfactoria. Por ejemplo:



```

Microsoft Windows XP [Version 5.1.2600]
(C) Copyright 1985-2001 Microsoft Corp.

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128

Ping statistics for 10.1.1.101:
    Packets: Sent = 4, Received = 4, Lost = 0 (0% loss),
    Approximate round trip times in milli-seconds:
        Minimum = 0ms, Maximum = 0ms, Average = 0ms

C:\>

```

Si la prueba ping es satisfactoria, compruebe la configuración del software.

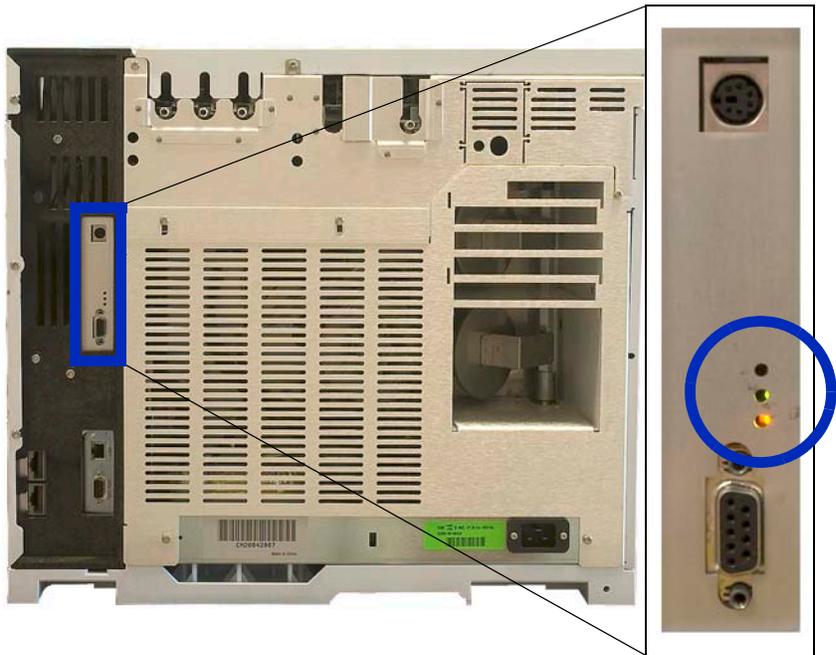
Si la prueba ping no es satisfactoria, haga lo siguiente:

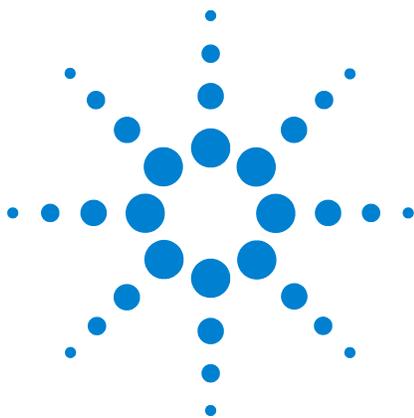
- Examine el cableado de la red LAN.
- Compruebe la dirección IP, la máscara de subred y las direcciones de puerta de enlace.
- Vea si algún otro software está conectado al GC. Por ejemplo, solamente se puede conectar un teclado en pantalla al GC al mismo tiempo. Los sistemas de datos de Agilent también bloquean la conexión con otros sistemas de datos.

## El GC se enciende y luego se detiene durante el inicio (durante la autocomprobación)

Si el GC se enciende pero no aparece la pantalla normal:

- 1 Ponga el interruptor de alimentación del GC en **Off**. Espere un minuto y luego ponga la alimentación del GC en **On**.
- 2 Si el GC no vuelve a la normalidad, anote todos los mensajes que aparezcan en la pantalla. Vea el panel trasero del GC y busque los indicadores LED (verde, amarillo o rojo) que están encima del conector REMOTE para ver si están parpadeando o si se iluminan de forma constante. Póngase en contacto con Agilent para realizar una revisión y facilite la información que aparezca en la pantalla al personal de soporte técnico de Agilent (consulte también la sección [“Información que debe recopilarse antes de llamar a Agilent para realizar una reparación”](#)).





## 7 Revisión de fugas

Sugerencias para la revisión de fugas	82
Para revisar si hay fugas externas	84
Para revisar si hay fugas en el GC	85
Para revisar fugas en los inyectores	86

## Sugerencias para la revisión de fugas

Cuando revise las fugas, tenga en cuenta dos partes del sistema: los puntos de fuga externos y los puntos de fuga del GC.

- Los **puntos de fuga externos** incluyen la botella de gas comprimido (o purificador de gas), el regulador y sus conexiones, las válvulas de cierre del suministro y las conexiones a los adaptadores del suministro del GC.
- Los **puntos de fuga del GC** incluyen inyectores, detectores, conexiones de columna, conexiones de válvula y conexiones entre los módulos de flujo y los inyectores y detectores.

### ADVERTENCIA

**El hidrógeno ( $H_2$ ) es inflamable y hay peligro de explosión cuando se mezcla con el aire en un espacio cerrado (por ejemplo, un medidor de flujo). Purgue los flujómetros con gas inerte cuando sea necesario. Mida siempre los gases por separado. Apague siempre los detectores para evitar el autoencendido de la llama o perla.**

---

### ADVERTENCIA

**Podría haber gases de muestra peligrosos.**

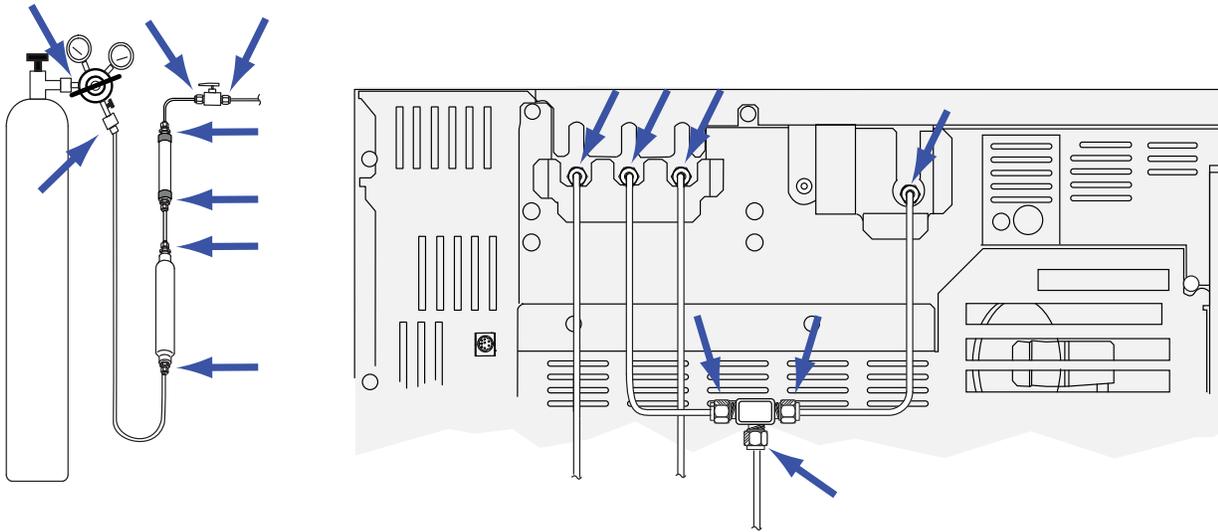
---

- 1 Prepare lo siguiente:
  - Detector de fugas electrónico capaz de detectar el tipo de gas
  - Llaves de 7/16-pulg., 9/16-pulg. y 1/4-pulg. para apretar las conexiones Swagelok y las conexiones de columna.
- 2 Compruebe todos los puntos de fuga posibles asociados con cualquier operación de mantenimiento que se haya llevado a cabo recientemente.
- 3 Compruebe las conexiones y adaptadores que se someten a ciclos térmicos, ya que dichos ciclos térmicos tienden a aflojar algunos tipos de conexiones. Utilice el detector de fugas electrónico para determinar si hay fugas en una conexión.
  - Comience revisando primero todas las conexiones que se hayan hecho recientemente.

- No se olvide de revisar las conexiones de las líneas de suministro de gas después de cambiar las trampas o las botellas de suministro.

## Para revisar si hay fugas externas

Revise si hay fugas en las siguientes conexiones:



- Piezas de mampara del suministro de gas
- Conexión de la botella de gas
- Conexiones del regulador
- Trampas
- Válvulas de cierre
- Conexiones en-T

Realice una prueba de caída de presión.

- 1 Apague el GC.
- 2 Establezca la presión del regulador en 415 kPa (60 psi).
- 3 Gire totalmente el botón de ajuste de presión del regulador en el sentido contrario al de las agujas del reloj para cerrar la válvula.
- 4 Espere 5 minutos. Si hay una caída de presión apreciable, significa que hay una fuga en las conexiones externas. Si la presión no baja indica que no hay fugas en las conexiones externas.

## Para revisar si hay fugas en el GC

Revise si hay fugas en las siguientes conexiones:

- Septum del inyector, cabezal con septum, liner, trampa de purga de split, línea de trampa de purga de split y conexiones de purga de split.
- Conexiones de la columna a inyectores, detectores, válvulas, divisores y uniones
- Conexiones desde los módulos de flujo a inyectores, detectores y válvulas
- Adaptadores de columna

Primero, emplee la prueba de fugas integrada en el GC para revisar si hay fugas en las conexiones para entrada de columna, el septum, el liner, la línea de trampa de purga de split, etc. Consulte la sección [“Para revisar fugas en los inyectores”](#). Corrija cualquier fuga que encuentre mediante la prueba. Si el GC aún muestra síntomas de fuga, revise los otros puntos posibles de fuga.

## Para revisar fugas en los inyectores

El GC proporciona una revisión de fugas integrada y en tiempo real para todos los inyectores. Dicha revisión es más útil para encontrar fugas en los inyectores durante y después de darle mantenimiento a los inyectores. Aunque no es tan exhaustiva o sensible como la prueba completa de presión en los inyectores, normalmente se realiza con la columna instalada y configurada y ofrece una evidencia rápida de que los inyectores no tienen ninguna fuga considerable. Agilent recomienda ejecutar la prueba antes y durante el mantenimiento de los inyectores, de modo que a medida que apriete las conexiones podrá ver que el inyector detiene la fuga. La prueba es apropiada para todas las aplicaciones, aunque algunas requieren pruebas de fuga más sólidas.

La revisión de fugas en los inyectores detecta fugas en:

- Las conexiones para entrada de columna
- El sello de oro (si corresponde)
- Carcasa de trampa de purga de split (si corresponde)
- Tuerca de septum y septum (si corresponde)
- Conjunto de tuerca de bloque de inserto y cabezal con septum (si corresponde)

Para ejecutar la prueba:

- 1 En el teclado del GC, pulse [**Service Mode**], desplácese hasta **Front inlet leak check** o **Back inlet leak check**, y luego pulse [**Enter**].
- 2 La pantalla se verá más o menos como la [Figura 3](#):

**Figura 3** Pantalla de ejemplo de la revisión de fugas en los inyectores frontales. El ejemplo supone que se ha ejecutado la prueba anteriormente (desplace la pantalla para ver todas la líneas).

- 3 Verifique que **Test pressure** sea aceptable. Por lo general, la presión predeterminada de 10 psi funciona bien. Si lo desea, escriba otra presión de inyector.
  - Para repetir los resultados, utilice el mismo valor con el mismo hardware.
  - Escriba una presión de prueba superior si utiliza una columna que produzca alta retropresión.
- 4 Desplácese hasta **Test Inlet** y pulse [**On/Yes**].
- 5 Después de un instante, la prueba se estabiliza.

- La lectura de **TotalFlow** muestra el flujo total del gas portador a través del inyector. La lectura de **Col** muestra el flujo a través de la columna.
  - La velocidad aproximada de la fuga equivale a **TotalFlow – Col**, en ml/min.
  - Puede considerar que el inyector no tiene fugas si la lectura de **Col** es *aproximadamente igual* a la lectura de **TotalFlow**.
- 6 Mientras monitorice las lecturas, apriete las conexiones, reemplace el septum, cambie la arandela del -liner y así sucesivamente, como sea necesario. Si la reparación detiene la fuga, verá que la lectura de **Col** disminuye para ser *aproximadamente* igual a la lectura de **TotalFlow**.

**NOTA**

**Si ejecutó la prueba en un inyector sin fugas antes de realizar el mantenimiento, el resultado de la prueba de fugas después del mantenimiento debe ser más o menos igual al resultado antes del mismo.**

## Para establecer límites de advertencia para la prueba de fugas

El GC brinda dos alertas relacionadas con la revisión de fugas en los inyectores:

- **Warning if pressure check:** Si la presión medida sobrepasa el límite, encienda el indicador de Service Due.
- **Fault if pressure check:** Si la presión medida excede el límite, ponga el GC en el estado Not Ready.

Puede determinar resultados razonables de la revisión de fugas en los inyectores y luego establecer el GC para que pase ya sea al estado Not Ready o que establezca el indicador de Service Due si falla la revisión de fugas. Para establecer uno o ambos límites:

- 1 Una vez que se haya determinado que el inyector no tiene fugas, ejecute la revisión de fugas en los inyectores (puede suponer que el inyector no tiene fugas si las lecturas de **TotalFlow** y **Col** son muy cercanas y se siente satisfecho con los resultados cromatográficos del GC).
- 2 Tome nota del resultado de **TotalFlow**.
- 3 Desplácese hasta **Warning if pressure check** o **Fault if pressure check**.
- 4 Escriba un límite mediante el teclado y pulse [**Enter**].

- Seleccione una velocidad de flujo que sea mayor que la lectura aceptable de TotalFlow. De manera ideal, escriba un valor que corresponda a los problemas cromatográficos conocidos.
  - Los límites de advertencia y de error podrían ser distintos, por ejemplo la advertencia con un límite menor y el error con uno mayor.
- 5 Si lo desea, repita los pasos con **Fault if pressure check**.
  - 6 La prueba se encuentra configurada.
  - 7 Vuelva a ejecutar la prueba de forma periódica. Cuando la prueba falle, corrija las fugas.

Para borrar una condición de Not Ready o para apagar el indicador de Service Due:

- 1 Pulse [**Service Mode**], desplácese hasta **Front inlet leak check** o **Back inlet leak check**, y luego pulse [**Enter**].
- 2 Desplácese hasta **Reset the test results?** y pulse [**On/Yes**].

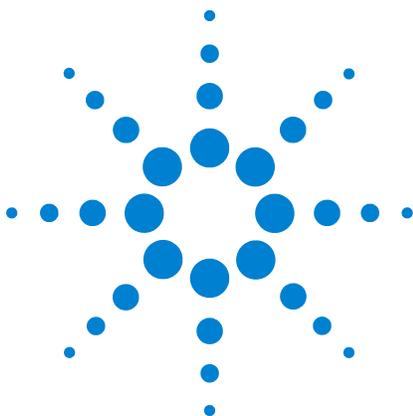
### Para desactivar un límite de advertencia para la revisión de fugas en los inyectores

- 1 Pulse [**Service Mode**], desplácese hasta **Front inlet leak check** o **Back inlet leak check**, y luego pulse [**Enter**].
- 2 Desplácese hasta el límite de advertencia y pulse [**Off/No**].

#### **ADVERTENCIA**

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

---



## 8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas

- Para medir el flujo de una columna 90
- Para medir el flujo de purga de split o de septum 94
- Para medir el flujo de un detector 95
- Para realizar la autocomprobación del GC 99
- Para revisar o supervisar la retropresión de la línea de purga de split 100
- Para ejecutar la revisión de trampa en los inyectores 103
- Para ajustar la desviación de encendido del FID 105
- Para verificar si la llama del FID está encendida 106
- Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido 107
- Para medir la corriente de descarga del FID 108
- Para medir la salida de línea base del FID 109
- Para medir la corriente de descarga del NPD 110
- Para verificar que se ha encendido la perla del NPD 111
- Para hacer caso omiso del estado de preparación de un dispositivo 112



## Para medir el flujo de una columna

### Medición del flujo de columna del FID, TCD, y uECD

El procedimiento siguiente se puede usar para medir el flujo de columna de un FID, TCD, y uECD.

#### ADVERTENCIA

**El hidrógeno (H<sub>2</sub>) es inflamable y hay peligro de explosión cuando se mezcla con el aire en un espacio cerrado (por ejemplo, un medidor de flujo). Purgue los flujómetros con gas inerte cuando sea necesario. Mida siempre los gases por separado. Apague siempre los detectores para evitar el autoencendido de la llama o perla.**

---

#### ADVERTENCIA

**Tenga cuidado. Puede que el detector esté tan caliente que produzca quemaduras. Si el detector está caliente, póngase unos guantes resistentes al calor para protegerse las manos.**

---

1 Prepare lo siguiente:

- Tubo adaptador de flujómetro apropiado (se puede encontrar en el kit de envío del GC)
- Flujómetro electrónico calibrado para las velocidades de flujo y de gas de interés

2 Apague el detector.

3 Cierre los flujos del detector.

4 Conecte el adaptador apropiado al sistema de escape del detector.

#### NOTA

Los diámetros de tubo de flujómetro varían según el modelo; adecúe el adaptador al tubo del flujómetro según sea necesario.

---

Un tubo adaptador de goma de 1/8 pulg. se acopla directamente al sistema de ventilación del uECD o del TCD.



Se suministra un adaptador aparte (19301-60660) para el FID. Inserte el adaptador en el sistema de ventilación del detector hasta donde sea posible. Percibirá resistencia cuando la arandela del adaptador se introduzca de forma

forzada en el sistema de ventilación del detector. Gire y empuje el adaptador durante la inserción para asegurar que se logra un buen sello.



- 5 Conecte el flujómetro a su adaptador para medir las velocidades de flujo.

## Medición del flujo de columna NPD

1 Prepare lo siguiente:

- Herramienta adaptador del flujómetro del NPD (G1534-60640)



- Inserto de medición de flujo (19301-60660)
- Flujómetro electrónico calibrado para las velocidades de flujo y de gas de interés

2 Establezca la tensión de la perla en 0,0 V.

3 Enfríe el NPD hasta 100 °C.

### ADVERTENCIA

**Tenga cuidado. Puede que el detector esté tan caliente que produzca quemaduras. Si el detector está caliente, póngase unos guantes resistentes al calor para protegerse las manos.**

4 **Extraiga la perla** y guárdela con cuidado hasta que vuelva a instalarse.

5 Inserte la herramienta adaptador del flujómetro del NPD en el colector del NPD.

6 Acople el inserto de medición de flujo en la herramienta adaptador del flujómetro del NPD.



- 7 Coloque el tubo del flujómetro sobre el inserto de medición de flujo para comenzar la medición.

## Para medir el flujo de purga de split o de septum

### ADVERTENCIA

El hidrógeno ( $H_2$ ) es inflamable y hay peligro de explosión cuando se mezcla con el aire en un espacio cerrado (por ejemplo, un medidor de flujo). Purgue los flujómetros con gas inerte cuando sea necesario. Mida siempre los gases por separado. Apague siempre los detectores para evitar el autoencendido de la llama o perla.

---

Los flujos de purga de split o de purga de septum salen por el módulo neumático de la parte superior trasera del GC. Vea la siguiente figura.

Para medir los flujos de purga de split o de purga de septum, acople el flujómetro al tubo apropiado. Quite la tapa neumática del GC para obtener acceso a los sistemas de escape del inyector posterior.

- La purga de split tiene una conexión roscada Swagelok de 1/8-pulg. Cree y utilice un tubo adaptador de 1/8-pulg. (como se muestra a continuación) para convertir la conexión roscada de 1/8-pulg. en un tubo de 1/8-pulg. Con ello se impide que en torno a las roscas del tubo del flujómetro de goma haya fugas que provocarían una lectura de flujo incorrecta.



- La purga de septum es un tubo de 1/8-pulg. Utilice el adaptador de goma rojo que se muestra en la ilustración para medir los flujos.

## Para medir el flujo de un detector

### Medición de los flujos del FID, TCD, y uECD

#### ADVERTENCIA

El hidrógeno ( $H_2$ ) es inflamable y hay peligro de explosión cuando se mezcla con el aire en un espacio cerrado (por ejemplo, un medidor de flujo). Purgue los flujómetros con gas inerte cuando sea necesario. Mida siempre los gases por separado. Apague siempre los detectores para evitar el autoencendido de la llama o perla.

1 Prepare lo siguiente:

- Tubo adaptador de flujómetro apropiado (se puede encontrar en el kit de envío del GC)
- Flujómetro electrónico calibrado para las velocidades de flujo y de gas de interés

#### PRECAUCIÓN

Para evitar que se dañe la columna, enfríe el horno antes de cerrar el flujo de la misma.

2 Establezca la temperatura en la temperatura ambiente ( $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

3 Cierre el flujo de la columna y la presión.

4 Apague (si procede): la llama del FID y el filamento del TCD.

5 Enfríe el detector.

6 Conecte el adaptador apropiado al sistema de escape del detector.

#### NOTA

Los diámetros de tubo de flujómetro varían según el modelo; adecúe el adaptador al tubo del flujómetro según sea necesario.

Un tubo adaptador de goma se acopla directamente al sistema de ventilación del uECD o del TCD.



Se suministra un adaptador aparte (19301-60660) para el FID. Inserte el adaptador en el sistema de ventilación del detector hasta donde sea posible. Percibirá resistencia cuando la arandela del adaptador se introduzca de forma

## 8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas

forzada en el sistema de ventilación del detector. Gire y empuje el adaptador durante la inserción para asegurar que se logra un buen sello.



- 7 Conecte el flujómetro a su adaptador.
- 8 Mida la velocidad de flujo real de cada gas de manera individual.

## Medición de flujos del NPD

1 Prepare lo siguiente:

- Herramienta adaptador del flujómetro del NPD (G1534-60640)



- Inserto de medición de flujo (19301-60660)
  - Flujómetro electrónico calibrado para las velocidades de flujo y de gas de interés
- 2 Establezca la tensión de la perla en 0,0 V.
- 3 Enfríe el NPD hasta 100 °C.

### ADVERTENCIA

**Tenga cuidado. Puede que el detector esté tan caliente que produzca quemaduras. Si el detector está caliente, póngase unos guantes resistentes al calor para protegerse las manos.**

- 4 **Extraiga la perla** y guárdela con cuidado hasta que vuelva a instalarse.
- 5 Inserte la herramienta adaptador del flujómetro del NPD en el colector del NPD.
- 6 Acople el inserto de medición de flujo en la herramienta adaptador del flujómetro del NPD.



- 7 Coloque el tubo del flujómetro sobre el inserto de medición de flujo para comenzar la medición.

## Para realizar la autocomprobación del GC

- 1 Apague el GC.
- 2 Espere un minuto y luego vuelva a encenderlo. Si aparece la pantalla principal de estado del GC, significa que el instrumento ha pasado la prueba.

## Para revisar o supervisar la retropresión de la línea de purga de split

Agilent proporciona una prueba integrada que mide la retropresión de la trampa y la línea de purga de split para los inyectores split/splitless. La prueba mide la presión generada en el paso de flujo de purga de split a una velocidad de flujo específica seleccionada por el usuario. La velocidad de flujo puede ser el valor establecido de **Split flow** del método o bien, el valor predeterminado de 400 ml/min utilizado por Agilent para comparar los valores habituales.

Al ejecutar la prueba en un sistema limpio, puede establecer una línea base para la retropresión prevista en la línea de purga de split. A continuación, puede volver a ejecutar la prueba de forma periódica para determinar si la trampa necesita ser reemplazada antes de que tenga impacto en la cromatografía.

La presión medida por la prueba depende de:

- El liner instalado
- La velocidad de flujo utilizada

Por lo tanto, el valor medido real varía entre las distintas configuraciones y entre un GC y otro.

La prueba verifica lo siguiente:

- Restricción del liner
- Contaminación del sello de oro (sólo en inyectores split/splitless)
- Restricciones de la línea de purga de split, tal como la contaminación en las muestras condensadas de la línea y la trampa de purga de split

La prueba también puede proporcionar una medida de la idoneidad del hardware instalado. Ejecute la prueba con los valores establecidos y el hardware del método. Si la presión de prueba medida se aproxima a la presión deseada del cabezal de la columna, quiere decir que hasta una cantidad mínima de restricción en la línea de purga de split podría ocasionar que el GC pase al estado de no listo. Quizá sea recomendable instalar otro liner o ajustar el método. (En los liners splitless, primero intente reinstalar el liner. Los liners splitless crean más retropresión que los liners split, de modo que pequeñas variaciones de la orientación podrían marcar una diferencia en las presiones bajas del cabezal).

## Para establecer un límite de advertencia para la revisión de trampas en los inyectores

Para utilizar la revisión de trampa de inyector a fin de supervisar la trampa de purga de split:

- 1 Si la trampa de purga de split existente se ha utilizado en varias inyecciones de muestras, reemplácela. Asegúrese de que el GC esté limpio:
  - Reemplace el hardware del inyector si es necesario.
  - Verifique que la línea de purga de split esté libre de contaminación o de restricciones.
- 2 Ejecute la revisión de trampa de inyector. Consulte la sección [“Para ejecutar la revisión de trampa en los inyectores”](#).
- 3 Tome nota de la presión. La lectura corresponde a la retropresión que debe esperar en un sistema limpio con el liner instalado.
- 4 Determine un límite práctico de retropresión de purga de split.

Utilice el GC de forma normal. Vuelva a ejecutar la revisión de trampa de inyector de forma periódica. Debe cambiar la trampa de purga de split cuando:

- Se presenten problemas cromatográficos relacionados con una restricción en la purga de split, por lo general la baja reproducibilidad en el área de modo de split.
- La presión de prueba indicada llegue o sobrepase el valor establecido de presión del cabezal de la columna del método.

Ejecute la revisión de trampa de inyector y tome nota de la presión. Cambie la trampa de purga de split.

- 5 Establezca un límite y un comportamiento de advertencia, si lo desea.

Ahora que ya sabe que la trampa necesita cambiarse, puede establecer uno o dos límites en la prueba. Utilice dichos límites para establecer el indicador de Service Due y forzar al GC a pasar al estado de Not Ready. Los dos límites son:

- **Warning if pressure check:** Si la presión medida sobrepasa el límite, encienda el indicador de Service Due.
- **Fault if pressure check:** Si la presión medida excede el límite, ponga el GC en el estado Not Ready.

Para establecer un límite de advertencia:

- a Pulse [**Service Mode**], desplácese hasta **Front inlet trap check** o **Back inlet trap check**, y luego pulse [**Enter**].
- b Desplácese hasta el límite deseado.
- c Escriba un límite mediante el teclado y pulse [**Enter**].

(Para desactivar una advertencia, selecciónela y pulse [**Off/No**]).

La prueba se encuentra configurada.

- 6 Vuelva a ejecutar la prueba de forma periódica. Si la prueba falla, reemplace la trampa de purga de split.

Para borrar una condición de Not Ready o para apagar el indicador de Service Due:

- 1 Pulse [**Service Mode**], desplácese hasta **Front inlet trap check** o **Back inlet trap check**, y luego pulse [**Enter**].
- 2 Desplácese hasta **Reset the test results?** y pulse [**On/Yes**].

### **Para desactivar un límite de advertencia para la revisión de trampas en los inyectores**

- 1 Pulse [**Service Mode**], desplácese hasta **Front inlet trap check** o **Back inlet trap check**, y luego pulse [**Enter**].
- 2 Desplácese hasta la advertencia y pulse [**Off/No**].

## Para ejecutar la revisión de trampa en los inyectores

En el teclado en pantalla (controlador remoto):

- 1 Pulse **[Service Mode]**, desplácese hasta **Front inlet trap check** o **Back inlet trap check**, y luego pulse **[Enter]**. La pantalla se verá más o menos como la [Figura 4](#):

```

FRONT INLET TRAP CHECK
Inlet Pressure      5.471 psi<
Test Inlet          (ON to Start)
Test flow rate      400mL/min
Warning if pressure check OFF
Fault if pressure check OFF
  Last test results
    Tue Oct 20 16:07 2009
Test pressure OK:   4.8
Reset the test results? (yes)

```

- Figura 4** Pantalla de ejemplo de la revisión de trampas en los inyectores frontales. El ejemplo supone que se ha ejecutado la prueba anteriormente (desplace para ver todas la líneas de la pantalla).

- 2 Desplácese hasta **Test flow rate** y escriba una velocidad de flujo. La velocidad de flujo habitual de esta prueba es de 400 ml/min, pero podría haber otros valores que sean más apropiados para su configuración.
- 3 Desplácese hasta **Test Inlet** y pulse **[On/Yes]** a fin de iniciar la prueba.
- 4 Espere mientras se estabiliza la prueba. Una vez que esté estable, la línea **Test Inlet** de la pantalla se cambia a **Test pressure OK x.xx**, donde x.xx es la presión actual.

Si el inyector no logra llegar al valor establecido de la prueba, vea si hay alguna fuga (en el inyector, la trampa de purga de split o la línea de purga de split) o alguna presión baja en el suministro de gas.

- 5 Tome nota del valor de **Inlet Pressure** resultante. Si la presión medida excede cualquier límite que haya configurado, el GC responderá como corresponda. Consulte la sección [“Para revisar o supervisar la retropresión de la línea de purga de split”](#).

Si la presión de un liner splitless parece ser anormalmente alta para un sistema limpio, intente reinstalar el liner.

Si la presión de un sistema limpio se encuentra dentro de esos rangos, pero se acerca a la presión de operación del método, considere la idea de cambiar el hardware o el método. Consulte también la sección [No se puede mantener la presión en un valor establecido bajo en un inyector split](#).

- 6 Pulse **[Off/No]** para detener la prueba.

### NOTA

Los resultados más recientes de la prueba se muestran en la parte inferior de la pantalla. Desplácese hacia abajo para verlos.

---

Para borrar una condición de Not Ready o el indicador de Service Due, desplácese hasta **Reset the test results?** y pulse **[On/Yes]**.

## Para ajustar la desviación de encendido del FID

Para ajustar el valor de **Lit offset** del FID:

- 1 Pulse **[Config]**.
- 2 Desplácese hasta **Front detector** o **Back detector** (detector frontal o detector posterior, según el detector que esté instalado) y pulse **[Enter]**.
- 3 Desplácese hasta **Lit offset**. Cuando la línea **Lit offset** esté resaltada, introduzca el nuevo parámetro del detector y pulse **[Enter]**.
- 4 La desviación de encendido debe ser  $\leq 2,0$  pA o inferior al resultado normal del FID cuando está encendido.

## **Para verificar si la llama del FID está encendida**

Para verificar si la llama del FID está encendida, sujete un espejo u otra superficie reflectante sobre el sistema de escape del colector. Si la condensación es estable, indica que la llama está encendida.

Normalmente el resultado del FID estará entre 5,0 y 20,0 pA cuando está encendido y  $< 2,0$  pA cuando no lo está.

## Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido

**ADVERTENCIA**

Manténgase a una distancia prudente con respecto a la chimenea del FID mientras realice esta tarea. Si utiliza hidrógeno, la llama del FID no será visible.

---

- 1 Retire la cubierta superior del detector.
- 2 Coloque la llama del FID en posición **On**.
- 3 Observe el tapón incandescente por la chimenea del FID. El orificio pequeño debe estar incandescente durante la secuencia de encendido.

## Para medir la corriente de descarga del FID

- 1 Cargue el método analítico.
  - Asegúrese de que los flujos sean aceptables para la ignición.
  - Caliente el detector a la temperatura de funcionamiento o a 300 °C.
- 2 Apague la llama del FID.
- 3 Compruebe que el electrómetro del FID esté encendido.
- 4 Pulse **[Front Det]** o **[Back Det]** y, a continuación, desplácese a **Output**.
- 5 Compruebe que la potencia de salida sea estable y < 1,0 pA.

Si la potencia de salida es inestable o > 1,0 pA, apague el GC, revise que el montaje de las piezas de la parte superior del FID sea correcto y compruebe si hay contaminación. Si la contaminación se limita al detector, [acondicione térmicamente el FID](#).

- 6 Encienda la llama.

## Para medir la salida de línea base del FID

- 1 Cargue el método de verificación con la columna instalada.
- 2 Establezca la temperatura del horno en 35 °C.
- 3 Pulse **[Front Det]** o **[Back Det]** y, a continuación, desplácese a **Output**.
- 4 Cuando la llama esté encendida y el GC esté listo, verifique que la potencia de salida sea estable y < de 20 pA (puede tardar un poco).
- 5 Si la potencia de salida no es estable o es > de 20 pA, el sistema o el gas podrían estar contaminados. Si la contaminación se limita al detector, [acondicione térmicamente el FID](#).

## Para medir la corriente de descarga del NPD

- 1 Cargue el método analítico.
- 2 Establezca **NPD Adjust Offset** en **Off** y la tensión de la perla, **Bead Voltage** en **0,00 V**.
  - Deje el NPD a la temperatura de funcionamiento.
  - Deje los flujos abiertos o cerrados.
- 3 Pulse [**Front Det**] o [**Back Det**] y, a continuación, desplácese a **Output**.
- 4 Compruebe que la potencia de salida (corriente de descarga) sea estable y  $< 1,0$  pA.
- 5 La potencia de salida debería bajar lentamente hacia  $0,0$  pA y estabilizarse en las *décimas* de un picoamperio. Una corriente  $> 2,0$  pA indica la existencia de un problema.

## Para verificar que se ha encendido la perla del NPD

**ADVERTENCIA**

**Gases de escape calientes. El sistema de escape del detector está caliente y puede producir quemaduras.**

---

Para comprobar que la perla esté encendida, mire por el orificio de ventilación de la tapa del detector para ver si la perla está al rojo vivo.

La potencia del NPD es seleccionada por el usuario como parte del proceso de ajuste de desviación y normalmente está entre 5,0 y 50,0 pA.

**ADVERTENCIA**

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

---

## Para hacer caso omiso del estado de preparación de un dispositivo

De forma predeterminada, el GC monitoriza el estado de todos los dispositivos configurados (inyectores, detectores, calentadores de la caja de válvulas, calentador del horno, módulos EPC, etc.) y pasa a estar listo cuando todos ellos llegan al valor establecido. Si el GC detecta un problema en alguno de esos dispositivos, nunca pasa a estar listo o podría llegar al estado de corte a fin de protegerse o de evitar comprometer la seguridad. No obstante, es probable que en alguna ocasión no desee que el estado de preparación de algún dispositivo evite que se inicie un análisis. Un ejemplo importante es cuando un inyector o un calentador de detector esté defectuoso. Normalmente, dicho error evita que el GC pase a estar listo e inicie el análisis. Sin embargo, puede establecer el GC a fin de que haga caso omiso de este problema y pueda utilizarse el otro inyector o detector hasta que se repare el dispositivo.

No es posible hacer caso omiso de todos los dispositivos. Puede pasarse por alto el estado de preparación de los inyectores, los detectores, el horno o el módulo EPC. El estado de preparación de otros dispositivos y componentes nunca puede pasarse por alto, por ejemplo, los dispositivos de inyección tales como la válvula de intercambio o el muestreador automático de líquidos.

Para hacer caso omiso del estado de un dispositivo:

- 1 Cierre el flujo de gas y apague el calentador del dispositivo como corresponda (asegúrese de que no se comprometa la seguridad).
- 2 Pulse **[Config]** y luego seleccione el elemento.
- 3 Desplácese hasta **Ignore Ready** y pulse **[On/Yes]** para establecerlo en **True**.

Ahora puede utilizar el GC hasta que se repare el dispositivo.

### PRECAUCIÓN

No pase por alto el estado de preparación de un dispositivo que se esté utilizando a menos que no le importe si llega al valor establecido.

Asegúrese de volver a establecer el dispositivo dañado en **Ignore Ready = False** después de que se repare. Si no lo hace, se continuará haciendo caso omiso del estado del mismo (temperatura, flujo, presión, etc.), aunque se utilice el dispositivo en el análisis.

Para que se tome en cuenta la preparación del dispositivo, establezca **Ignore Ready** en **False**.

