



Cromatógrafo de gases Agilent 6890N

Información para el usuario

Contenido

- ▶ Tareas operativas básicas
- ▶ Métodos y secuencias
- ▶ Inyectores
- ▶ Detectores
- ▶ Horno y columnas
- ▶ El inyector automático de líquidos
- ▶ Control de válvulas

- ▶ Mensajes
- ▶ Diagnóstico
- ▶ Mantenimiento
- ▶ Índice íntegro
- ▶ Contenido íntegro
- ▶ Preparación de las instalaciones e Instalación
- ▶ Información de seguridad e historial de publicación



Tareas operativas básicas



Operaciones básicas



Información general



Teclado y pantalla



Control del flujo y la presión



Tratamiento de la señal



Control de válvulas

Métodos y secuencias



Métodos analíticos



Secuencias analíticas

Temas relacionados



Automatización del instrumento



Control del flujo y la presión



El inyector automático de líquidos



Horno de la columna



Tratamiento de la señal



Control de válvulas

Inyectores

-  **Introducción a los inyectores**
-  **Inyector "split/splitless" (con/sin división)**
-  **Inyector de empaquetadas con purga**
-  **Inyector de refrigeración en columna**
-  **Inyector de vaporización con temperatura programada**
-  **Interfase de volátiles**
-  **Inyectores sin control EPC**
-  **Módulo de control de la neumática**

Detectores



Utilización de los detectores



Detector de ionización de llama



Detector de conductividad térmica



Detector de nitrógeno-fósforo



Detector de captura electrónica de micro-celda



Detector fotométrico de llama

Preparación de las instalaciones



Preparación de las instalaciones



Instalación



Conexiones SWAGELOK

Diagnóstico

Problemas del flujo y la presión

Mantenimiento de la calibración EPC

Procedimiento: Llevar a cero los sensores de flujo y presión

Medida de las velocidades de flujo

Interpretación de las medidas del flujómetro

Un gas no alcanza el valor establecido de presión o flujo

Un gas excede el valor establecido de presión o flujo

La presión o el flujo del inyector fluctúa

El flujo medido no es igual al visualizado

Problemas de señales

Test plot (Cromatograma de prueba)

Problemas de métodos

Discrepancias en el método

Problemas del inyector

Inyector "split/splitless" (con/sin división)

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Procedimiento: Test de fugas para un inyector con/sin división con control EPC

Procedimiento: Test de fugas en un inyector con/sin división sin control EPC

Procedimiento: Corrección de fugas

Inyector de empaquetadas con purga

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Procedimiento: Test de fugas de un inyector de empaquetadas con purga con control EPC

Procedimiento: Test de fugas de un inyector de empaquetadas con purga sin control EPC

Procedimiento: Corrección de fugas

Procedimiento: Limpieza del inyector

Inyector de refrigeración en columna

Problemas del hardware del inyector de refrigeración en columna

El inyector se enfría muy despacio

El inyector no puede alcanzar el valor establecido de temperatura

La aguja de la jeringa se dobla durante las inyecciones

Procedimiento: Test de fugas para el inyector de refrigeración en columna

Procedimiento: Corrección de fugas

Inyector de vaporización a temperatura programada

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Procedimiento: Detección de las fugas del inyector PTV

Corrección de fugas

Interfase de volátiles

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Procedimiento: Test de fugas del sistema

Procedimiento: Preparación de la interfase para el test de fugas

Procedimiento: Corrección de fugas

Módulo de control de la neumática

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Problemas del detector

Detector de ionización de llama

Condiciones que impiden el funcionamiento del detector

Desconexión automática del detector

Condiciones y cromatograma de control

Detector de conductividad térmica

Condiciones que impiden el funcionamiento del detector

Corrección de los problemas de rendimiento del TCD

Procedimiento: Limpieza térmica

Condiciones y cromatograma de control

Detector de nitrógeno-fósforo

Condiciones que impiden el funcionamiento del NPD

Condiciones y cromatograma de control

Detector de captura electrónica de micro-celda

Condiciones y cromatograma de control

Detector fotométrico de llama

Condiciones que impiden el funcionamiento del detector

Procedimiento: Utilización del FPD

Problemas del encendido de la llama

Test de fugas

Condiciones y cromatograma de control

Mantenimiento

Información general sobre el mantenimiento

Fusibles y baterías

Programa de mantenimiento

Cambio del hardware del horno y de las columnas

Instalación de columnas y trampas

Utilización del inserto del horno en cromatografía rápida

Cambio del hardware del inyector

Inyector "split/splitless" (con/sin división)

Inyector de empaquetadas con purga

Inyector de refrigeración en columna

Inyector de vaporización con temperatura programada

Interfase de volátiles

Módulo de control de la neumática

Cambio del hardware del detector

Detector de ionización de llama

Detector de conductividad térmica

Detector de nitrógeno-fósforo

Detector de captura electrónica de micro-celda

Detector fotométrico de llama

Control electrónico de la presión

Procedimiento: Cambio de una frita del canal auxiliar

Mantenimiento de la calibración EPC

Procedimiento: Llevar a cero los sensores de flujo y presión

Medida de las velocidades de flujo

Medida de velocidades flujo con flujómetro de burbuja

Dónde medir los flujos

Procedimiento: Medida de flujos de gas con un flujómetro de burbuja

Interpretación de las medidas del flujómetro

Horno y columnas



Columnas y trampas



Horno de la columna

Contenido íntegro

1. Información general

Tablas de control	24
Utilización de las tablas de control	25
Partes específicas	27
Control de gases	27
Columnas	27
Señales.....	27
Automatización	27
Métodos y secuencias.....	27
Válvulas	28
Estrategia.....	28
Información sobre el mantenimiento.....	29
Fusibles y baterías	29
Programa de mantenimiento	30
Precauciones generales	31
Muchas piezas internas del GC incluyen voltajes peligrosos.....	31
Las descargas electrostáticas son una amenaza para la electrónica del GC.....	31
Muchas piezas están muy calientes	32
Desconexión del GC.....	33
Durante menos de una semana	33
Durante más de una semana.....	33

2. Teclado y pantalla

La pantalla	36
Panel de estado	39
Teclado	40
Teclas de acción instantánea [Start], [Stop] y [Prep Run]	41
Teclas de función.....	42
Teclas acceso directo [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #].....	43
[Temp], [Pres] y [Flow]	43
[Det Control].....	44
[Ramp #]	45
[Info].....	46
[Status]	48
La tabla de estado Ready/Not Ready (preparado/no preparado)	48
Tabla de estado de los parámetros.....	49
Procedimiento: Configuración de la tabla de estado de los parámetros	49

Teclas varias.....	50
[Time]	50
Procedimiento: Fijar la hora y la fecha	51
Procedimiento: Utilización del cronómetro	51
Procedimiento: Configuración de [Post Run]	51
[Run Log].....	52
[Options]	53
[Config].....	56
Teclas modificadoras	58
[Mode/Type].....	58
[Clear]	59
[Delete]	59
[.]	60
[-]	60
Almacenaje y automatización	61
Parámetros por defecto	62
Procedimiento: Cargar los parámetros por defecto	62

3. Control del flujo y la presión

Desconexión del hidrógeno	66
Desconexión de la columna	66
Apertura y cierre de los flujos de gas.....	67
Corrientes con control electrónico de la neumática (EPC)	67
Corrientes sin control electrónico de la neumática (no EPC)	67
Control electrónico de la neumática (EPC)	68
Interpretación de las lecturas de flujo y presión.....	68
Configuración.....	69
Columnas e inyectores.....	70
Configuración de la columna	71
Procedimiento: Configuración de una columna capilar	72
Notas adicionales sobre la configuración de la columna	73
Configuración del gas portador	74
Procedimiento: Configuración del gas portador.....	74
Seleccionar un modo de columna	75
Modos de flujo	75
Modos de presión.....	75
Procedimiento: Selección de un modo de columna	76

Introducción del valor inicial del flujo o presión o velocidad lineal media.....	77
Procedimiento: Configuración del flujo o presión inicial y de la velocidad lineal promedio	79
Introducción del programa de flujo o presión (opcional).....	80
Procedimiento: Programación de la presión o flujo en columna	80
Introducción del resto de los parámetros del inyector	82
Procedimiento: Configuración del resto de los parámetros del inyector	83
Detectores	85
Configuración del gas.....	88
Gas auxiliar	88
Canales auxiliares.....	89
Procedimiento: Cambio de una frita del canal auxiliar.....	92
Mantenimiento de la calibración EPC	93
Sensores de flujo	93
Sensores de presión.....	93
Condiciones del cero	93
Procedimiento: Llevar a cero los sensores de flujo y presión.....	94
Control no EPC	95
Inyectores.....	95
Purga del septum	95
Medida de las velocidades de flujo	96
Medida de velocidades de flujo con un flujómetro de burbuja	96
Dónde medir los flujos.....	97
Adaptadores para medir las velocidades de flujo.....	97
Procedimiento: Medición de flujos de gas con un flujómetro de burbuja.....	98
Interpretación de las medidas del flujómetro.....	99
Problemas del flujo y la presión	100
Un gas no alcanza el valor establecido de presión o flujo	100
Un gas excede el valor establecido de presión o flujo.....	101
La presión o el flujo del inyector fluctúa.....	101
El flujo medido no es igual al visualizado	102

4. Horno de la columna

Capacidades del horno	104
Seguridad del horno	105
Configuración del horno.....	106
Procedimiento: Configuración de un análisis isotérmico	107

Realización de un análisis de temperatura programada.....	108
Parámetros para programar la temperatura del horno	109
Velocidades de las rampas del horno	110
Procedimiento: Configuración de un programa de rampa individual	111
Procedimiento: Configuración de un programa de múltiples rampas	112
Cromatografía rápida	113
Horno de rápido calentamiento	113
Configuración del horno	113
Utilización del inserto del horno en cromatografía rápida	114
Para instalar el inserto del horno.....	114
Retirada del inserto	116
Funcionamiento criogénico	117
Parámetros de control criogénico	117

5. Columnas y trampas

Columnas capilares	121
Colgador de columna	121
Procedimiento: Preparación de columnas capilares	122
Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector con/sin división ...	124
Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector de refrigeración en columna	126
Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector para empaquetadas con purga	127
Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector PTV e interfase de volátiles	130
Procedimiento: Instalación de columnas capilares en detectores NPD y FID	130
Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el TCD	133
Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el μ -ECD	134
Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el FPD	137
Férrulas para columnas capilares	140
Férrulas de grafito y Vespel-grafitado	140
Férrulas de Vespel	140
Columnas empaquetadas metálicas	141
Sumario: instalación de columnas empaquetadas metálicas.....	141
Conexiones.....	142
Preparación de columnas empaquetadas metálicas	143
Procedimiento: Fabricación de un espaciador de tubo de Teflón	144
Procedimiento: Instalación de férrulas en una columna metálica	146

Procedimiento: Instalación de un adaptador en la conexión del detector	147
Procedimiento: Instalación de columnas empaquetadas metálicas	148
Férrulas para columnas empaquetadas metálicas	149
Columnas empaquetadas de vidrio	151
Sumario: Instalación de columnas empaquetadas de vidrio.....	151
Procedimiento: Instalación de columnas empaquetadas de vidrio	153
Férrulas y arandelas para columnas empaquetadas de vidrio.....	155
Acondicionamiento de columnas	156
Procedimiento: Pasos preliminares del acondicionamiento de columna	157
Procedimiento: Acondicionamiento de columna capilar	158
Procedimiento: Acondicionamiento de columnas empaquetadas	159
Acondicionamiento de trampas químicas	160
Calibración de la columna capilar (opcional)	161
Modos de calibración.....	161
Procedimientos de la calibración de columna.....	162
Procedimiento: Estimar la longitud o diámetro actual de la columna a partir de un tiempo de elución	162
Procedimiento: Estimar la longitud o diámetro actual de la columna a partir de la velocidad de flujo medida.....	164
Procedimiento: Estimar la longitud y diámetro actual de la columna.....	166
6. Tratamiento de la señal	
Utilización de las tablas de control de la señal.....	169
Tipo de señal.....	169
Valor.....	169
Parámetros de salida analógica: zero (cero), range (rango) y attenuation (atenuación).....	173
Analog Zero (Cero analógico)	173
Procedimiento: Llevar a cero la salida de la señal.....	173
Range (sólo para salidas analógicas)	174
Attenuation (sólo para salidas analógicas).....	175
Velocidad de muestreo.....	175
Procedimiento: Selección de picos rápidos.....	176
Tratamiento de datos digitales	176
Digital Zero (Cero digital).....	176
Variaciones del nivel de línea base	176
Cerity\ChemStation	177

Compensación de columna	179
Procedimiento: Creación de un perfil de compensación de columna	181
Procedimiento: Realización de un análisis con compensación de columna	181
Procedimiento: Representación gráfica de un perfil almacenado de compensación de columna	183
Test plot (Cromatograma de prueba)	183

7. Automatización del instrumento

Ejecución de eventos durante el análisis	186
Programación del tiempo de análisis	186
Utilización de los parámetros programados	187
Procedimiento: Programación de parámetros durante el análisis	188
La tabla de análisis	189
Procedimiento: Adición de parámetros a la tabla del análisis	189
Procedimiento: Edición de parámetros en la tabla de análisis	190
Procedimiento: Borrar eventos programados	190
Programación horaria	191
Utilización de parámetros horarios	191
Procedimiento: Programación de los eventos horarios	192
Procedimiento: Adición de eventos a la tabla horaria	195
Procedimiento: Edición de eventos horarios	195
Procedimiento: Borrar eventos horarios	196

8. Métodos analíticos

¿Qué es un método?	198
¿Qué se puede hacer con un método?	198
Creación de un método	199
Procedimiento: Almacenaje de un método	200
Procedimiento: Carga de un método previamente almacenado	201
Procedimiento: Carga del método por defecto	202
Discrepancias en el método	203
Cambios de configuración introducidos por el usuario	203
Cambios de configuración del hardware	203
Procedimiento: Modificación de un método previamente almacenado	204
Procedimiento: Borrar un método almacenado	204
Listado de un método	204

9. El inyector automático de líquidos

Tabla de control del inyector	207
Procedimiento: Edición de los parámetros del inyector	208
Configuración del inyector	209
Procedimiento: Configuración de un inyector con una torreta con viales para ocho muestras	210
Procedimiento: Configuración de un inyector con una torreta con viales para tres muestras	210
Parámetros de la bandeja de muestras	211
Procedimiento: Edición de los parámetros de la bandeja de muestras	211
Procedimiento: Configuración del lector de códigos de barras.....	211
Almacenaje de los parámetros del inyector	212

10. Control de válvulas

La caja de válvulas.....	214
Calentamiento de las válvulas	214
Programación de la temperatura de la válvula.....	215
Configuración de una zona térmica auxiliar	215
Control de válvulas.....	216
Los controladores de válvulas.....	216
Los controladores de válvulas internas	216
Los controladores de válvulas externas	217
Configuraciones de válvulas	218
Procedimiento: Configuración de la válvula	219
Control de válvulas.....	220
Procedimiento: Control de las válvulas desde el teclado	220
Desde las tablas de programación del análisis u horaria.....	220
Ejemplos del control de válvulas.....	221
Válvula simple: selección de columna.....	221
Válvula de muestreo de gases	222
Válvula de posición múltiple de selección de corriente y válvula de muestreo	223

11. Secuencias analíticas

¿Qué es una secuencia?	227
¿Qué se puede hacer con una secuencia?	227

Definición de una secuencia	229
Secuencia prioritaria	229
Subsecuencias	230
Post secuencia.....	230
Procedimiento: Creación de una secuencia	230
Procedimiento: Creación de una subsecuencia del inyector	231
Procedimiento: Creación de una subsecuencia de válvulas.....	232
Procedimiento: Configuración de los parámetros post-secuencia.....	233
Procedimiento: Almacenaje de una secuencia	233
Procedimiento: Carga de una secuencia previamente almacenada	234
Procedimiento: Modificación de una secuencia previamente almacenada	235
Procedimiento: Borrar una secuencia	236
Control de la secuencia	236
Estado de la secuencia	237
Procedimiento: Inicio/ejecución de una secuencia	237
Procedimiento: Interrupción y reinicio de una secuencia.....	238
Procedimiento: Detención de una secuencia	238
Abortar una secuencia.....	239
Consideraciones especiales al utilizar un integrador	240

12. Mensajes

Mensajes de “no preparado”	245
Zona de temperatura no preparada.....	248
Presión y/o flujo no preparados.....	249
Detector no preparado.....	250
Válvula no preparada	252
Otros mensajes de estado “no preparado”	253
Mensajes de desconexión automática	255
Mensajes de aviso	262
Mensajes de fallos	267

13. Introducción a los inyectores

Tipos de inyector	277
Utilización de hidrógeno.....	277
Procedimiento: Unidades de presión: Seleccionar psi, kPa, bar	280
Tablas de control del inyector y de la columna.....	281

Tablas de control de la columna.....	282
Tabla de control de la columna—columnas capilares definidas	282
Tabla de control de la columna—columnas empaquetadas o capilares sin definir ...	284
¿Qué es el ahorrador de gas?	286
Procedimiento: Utilización del ahorrador de gas	287
“Pre Run” y “Prep Run” (Pre-análisis y preparación del análisis).....	287
Tecla [Prep Run]	288
Procedimiento: Auto Prep Run (Preparación automática del análisis).....	288
Purga del septum	289

14. Inyector “split/splitless” (con/sin división)

Utilización del inyector split/splitless (con/sin división)	293
Versiones estándar y de alta presión	293
Aumentar la presión del septum	293
Alineadores.....	294
Procedimiento: Cambio del alineador.....	294
Neumática del modo “split” (con división)	296
Tabla de control—operación “split” (con división)	297
Procedimiento: Utilización del modo “split” (con división) con columna definida	298
Procedimiento: Utilización del modo con división con columna no definida	299
Neumática del modo sin división	300
Tabla de control—funcionamiento sin división	301
Parámetros de operación	302
Procedimiento: Utilización del modo “splitless” (sin división)	
con la columna definida.....	303
Procedimiento: Utilización del modo “splitless” (sin división)	
con una columna no definida	304
Modos con y sin división a pulsos	305
Tabla control; modo “pulsed split” (con división a pulsos)	306
Procedimiento: Utilización del modo con división a pulsos	307
Tabla de control—funcionamiento sin división a pulsos	308
Procedimiento: Utilización del modo sin división a pulsos.....	309
Mantenimiento del inyector “split/splitless”	310
Cambio de los septa	311
Procedimiento: Cambio del septum	312
Cambio de la arandela	314
Procedimiento: Cambio de la arandela	315

Cambio del sello de la base del inyector	317
Procedimiento: Cambio del sello de la base del inyector	317
Cambio del cartucho de filtro de la trampa de la salida de división	319
Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas	320
Procedimiento: Test de fugas para un inyector con/sin división con control EPC	321
Procedimiento: Test de fugas en un inyector con/sin división sin control EPC	323
Procedimiento: Corrección de fugas	325
Procedimiento: Limpieza del inyector	326

15. Inyector de empaquetadas con purga

Utilización del inyector de empaquetadas con purga	328
Alineadores e insertos.....	329
Procedimiento: Instalación de los alineadores	331
Procedimiento: Instalación de insertos de vidrio	332
Tabla de control.....	334
Columnas empaquetadas o no definidas.....	334
Columnas capilares definidas.....	334
Procedimiento: Utilización de columnas empaquetadas y capilares no definidas...	335
Procedimiento: Utilización de columnas capilares definidas	335
Mantenimiento del inyector de empaquetadas con purga	336
Procedimiento: Cambio de los septa	337
Procedimiento: Cambio de la arandela	340
Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas	342
Procedimiento: Test de fugas de un inyector de empaquetadas con purga con control EPC	343
Procedimiento: Test de fugas de un inyector de empaquetadas con purga sin control EPC	344
Procedimiento: Corrección de fugas	346
Procedimiento: Limpieza del inyector	347

16. Inyector de refrigeración en columna

Utilización del inyector de refrigeración en columna	350
Hardware	351
Inyección automática o manual con tuerca del septum.....	353
Tuercas del septum.....	353
Septa	354
Inyección manual con una torre de refrigeración y septum duckbill.....	355

Procedimiento: Cambio de la tuerca del septum o de la torre de refrigeración y el septum	356
Procedimiento: Instalación de un inserto	357
Procedimiento: Verificación del tamaño de aguja apropiado para la columna	358
Procedimiento: Inyección manual con la tuerca del septum	359
Procedimiento: Inyección manual con la torre de refrigeración	359
Espacios de retención.....	361
Temperatura del inyector	361
CryoBlast (opcional)	361
Modo de seguimiento del horno.....	361
Modo de programación de temperatura	362
Consideraciones criogénicas.....	362
Rango de los parámetros	362
Procedimiento: Programación de la temperatura.....	363
Procedimiento: Funcionamiento del inyector de refrigeración en columna	364
Mantenimiento del inyector de refrigeración en columna	365
Problemas del hardware del inyector de refrigeración en columna.....	367
El inyector se enfría muy despacio.....	367
El inyector no puede alcanzar el valor establecido de temperatura	367
La aguja de la jeringa se dobla durante las inyecciones	367
Procedimiento: Cambio de la aguja de sílice fundida de la jeringa	368
Procedimiento: Instalación de una aguja de sílice fundida	369
Cambio de los septa	370
Procedimiento: Cambio de los septa.....	371
Procedimiento: Limpieza del inyector	373
Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas	376
Procedimiento: Test de fugas para el inyector de refrigeración en columna	376
Procedimiento: Corrección de fugas	378

17. Inyector de vaporización con temperatura programada

Introducción al PTV Agilent	382
Modos operativos	382
Requisitos del sistema.....	382
Componentes del sistema.....	383
Cabezas de muestreo	384
Calentamiento del inyector	385
Rampas de temperatura adicionales	385

Refrigeración del inyector	386
Configuración del PTV	386
Comportamiento de la desconexión.....	388
Utilización de los modos “split” (con división)	389
Distribución del flujo	389
Consideraciones sobre la temperatura.....	390
Introducción en modo de división en frío (cold split)	390
Introducción en modo de división en caliente (hot split).....	390
Parámetros de la tabla de control—operación del modo “split” (con división)	391
Procedimiento: Utilización del modo “split” (con división)	
con una columna definida	391
Procedimiento: Utilización del modo “split” (con división)	
con una columna no definida	392
Modos a pulsos	394
Parámetros de la tabla de control—modo “pulsed split” (con división a pulsos)	395
Procedimiento: Utilización del modo "pulsed split" (con división a pulsos)	
con una columna definida.....	396
Procedimiento: Utilización del modo “pulsed split” (con división a pulsos)	
con una columna no definida	397
Utilización de los modos “splitless” (sin división)	398
Distribución de flujo	398
Consideraciones sobre la temperatura.....	401
Introducción en modo sin división en frío (cold splitless).....	401
Introducción en modo sin división en caliente (hot splitless)	401
Parámetros de la tabla de control—operación del modo “splitless” (sin división)	402
Valores iniciales	402
Procedimiento: Utilización del modo “splitless” (sin división)	
con la columna definida)	404
Procedimiento: Utilización del modo “splitless” (sin división)	
con una columna no definida	405
Operación del modo “pulsed splitless” (sin división a pulsos).....	406
Parámetros de la tabla de control—operación del modo “pulsed splitless”	
(sin división a pulsos).....	406
Procedimiento: Utilización del modo “pulsed splitless” (sin división a pulsos)	
con una columna definida.....	407
Procedimiento: Utilización del modo “pulsed splitless” (sin división a pulsos)	
con una columna no definida	408

Utilización del modo de eliminación de disolvente	409
Distribución de flujo	409
Consideraciones sobre la temperatura, presión y flujo.....	411
Secuencia de operaciones	412
Líneas de tiempo.....	414
¿Cuándo comienza el análisis?	415
Parámetros de la tabla de control—operación de la eliminación de disolvente	415
Procedimiento: Utilización del modo “solvent vent” (eliminación de disolvente) con una columna definida	417
Procedimiento: Utilización del modo “solvent vent” (eliminación de disolvente) con una columna no definida.....	418
Inyección de volumen grande	419
Requisitos de la ChemStation.....	419
Valores calculados	421
Posibles ajustes	425
Mantenimiento del PTV	428
Adaptadores del inyector	428
Procedimiento: Cambio de los adaptadores del inyector	428
Procedimiento: Instalación de columnas	429
Cabeza sin septum.....	430
Procedimiento: Retirada de la cabeza sin septum.....	430
Procedimiento: Limpieza de la cabeza sin septum	431
Procedimiento: Cambio de la férula de teflón	433
Cabeza del septum.....	434
Procedimiento: Retirada de la cabeza del septum.....	434
Procedimiento: Cambio del septum	435
Alineadores de vidrio del inyector	436
Procedimiento: Cambio de los alineadores	438
Cambio del cartucho de filtro de la trampa de la salida de división	439
Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas	440
Procedimiento: Detección de las fugas del inyector PTV	441
Corrección de fugas.....	444
Puntos potenciales de fugas.....	444
Fungibles y piezas de recambio.....	445

18. Interfase de volátiles

Utilización de la interfase de volátiles	448
Modo con división	450
Introducción a la neumática.....	450
Utilización de la tabla de control	451
Parámetros de operación	453
Relación de “split” (división).....	453
Procedimiento: Operación en modo “split” (con división) con una columna definida	454
Procedimiento: Operación en modo “splitless” (sin división) con una columna no definida	455
Modo sin división.....	456
Introducción a la neumática.....	456
Utilización de la tabla de control	457
Parámetros de operación	460
Procedimiento: Operación en modo “splitless” (sin división)	461
Modo directo	462
Introducción a la neumática.....	462
Preparación de interfase para introducir la muestra directamente	464
Procedimiento: Desconexión de la línea de salida de división	464
Procedimiento: Configuración de una inyección directa	467
Utilización de la tabla de control	467
Parámetros de operación	469
Procedimiento: Operación en modo “direct” (directo).....	469
Mantenimiento de la interfase de volátiles	470
Procedimiento: Instalación de columnas	471
Procedimiento: Cambio o limpieza de la interfase	476
Cambio del cartucho de filtro de la trampa de la salida de división	479
Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas	480
Procedimiento: Test de fugas del sistema	481
Procedimiento: Preparación de la interfase para el test de fugas	483
Procedimiento: Corrección de fugas	484
Conexión a un muestreador de gas externo	485
Procedimiento: Conexión del muestreador con espacio de cabeza 7694	486
Procedimiento: Conexión del concentrador de purga y trampa 7695	490

19. Inyectores sin control EPC

Inyector de empaquetadas con purga	495
Inyector con/sin división (split/splitless)—modo con división (split)	495
Inyector con/sin división (split/splitless)—modo sin división (splitless)	495
Configuración.....	496
Procedimiento: Configuración de un inyector sin control EPC.....	496
Tablas de control del inyector	497
Tablas de control de la columna.....	498
Procedimiento: Determinación del flujo portador para el inyector de empaquetadas con purga	498
Procedimiento: Determinación de los flujos para el inyector en modo de división (split)	499
Procedimiento: Determinación de los flujos para el modo sin división (splitless)	501

20. Módulo de control de la neumática

Utilización del módulo de control de la neumática	504
Operación del PCM	506
Con un inyector	506
Con una válvula o cualquier otro mecanismo	507
Tablas de control	507
Columna empaquetadas o no definida	507
Columnas capilares definidas.....	508
Procedimiento: Utilización de columnas empaquetadas y capilares no definidas	508
Procedimiento: Utilización de columnas capilares definidas	509
Mantenimiento del PCM	509
Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas	509

21. Utilización de los detectores

Utilización de hidrógeno.....	512
Procedimiento: Configuración de las tablas control del detector	513
Flujo de gas auxiliar	515
Gas auxiliar	515
Procedimiento: Definir el gas auxiliar	517
Procedimiento: Cambio del modo de flujo del gas auxiliar.....	517
Máximas velocidades de flujo.....	518
Tecla [Det Control].....	519

22. Detector de ionización de llama

Información general	521
Neumática del FID.....	521
Consideraciones especiales	522
Condiciones que impiden el funcionamiento del detector	522
Desconexión automática del detector	522
Jets.....	522
Reencendido automático—Lit offset	523
Procedimiento: Cambio del valor de autoencendido	524
Electrómetro	524
Velocidad de muestreo.....	524
Procedimiento: Utilización de picos rápidos.....	525
Operación del FID	526
Presiones del gas	527
Operación con control EPC	528
Procedimiento: Utilización del FID	529
Condiciones y cromatograma de control	530
Condiciones de control del FID.....	530
Cromatograma de control típico del FID	532
Mantenimiento del detector de ionización de llama	533
Corrección de los problemas de hardware del FID	534
Sustitución o limpieza del jet	534
Procedimiento: Retirada e inspección del jet.....	535
Procedimiento: Limpieza del jet.....	537
Procedimiento: Instalación del jet.....	538
Limpieza del colector.....	539
Procedimiento: Retirar el colector	540
Procedimiento: Limpieza del colector.....	542
Procedimiento: Montaje del detector.....	543
Procedimiento: Cambio del cable de encendido del FID	544
Tubo del catalizador de níquel	547
Flujos de gas.....	547
Temperatura.....	548
Relleno del catalizador	549

23. Detector de conductividad térmica

Información general	554
Neumática del TCD	556
Condiciones que impiden el funcionamiento del detector.....	556
Pasivación del filamento.....	557
Gas portador, de referencia y auxiliar	557
Polaridad negativa.....	558
Análisis de hidrógeno.....	558
Operación del TCD	559
Presiones del gas	560
Operación del TCD.....	561
Procedimiento: Utilización del TCD	562
Condiciones y cromatograma de control	563
Condiciones de control del TCD	563
Cromatograma de control normal del TCD.....	565
Mantenimiento del detector de conductividad térmica	566
Corrección de los problemas de rendimiento del TCD	566
Procedimiento: Limpieza térmica	567

24. Detector de nitrógeno-fósforo

Información general	570
Requisitos del software.....	570
Neumática del NPD	571
Condiciones que impiden el funcionamiento del NPD	572
Pureza del gas	572
Lecho.....	572
Ajust offset (Ajuste de la compensación).....	573
Abortar el ajuste de la compensación	574
Apagado del detector.....	574
Fijar “Adjust offset” (Ajuste de compensación) en la tabla horaria.....	575
Tiempo de equilibrado.....	575
Procedimiento: Cambio del tiempo de equilibrado	575
Apagar el hidrógeno durante un pico de disolvente.....	576
Apagar el hidrógeno entre dos análisis	576
Voltaje del lecho.....	576
Alargar la vida del lecho.....	577
Programación de la temperatura.....	577

Electrómetro	578
Velocidad de muestreo	578
Procedimiento: Fijar la velocidad de muestreo para el NPD	578
Jets y colectores	579
Funcionamiento del NPD	580
Presiones del gas	581
Operación con control EPC	582
Procedimiento: Utilización del NPD.....	583
Condiciones y cromatograma de control	584
Condiciones de control del NPD	584
Cromatograma de control típico del NPD.....	586
Mantenimiento del detector de nitrógeno-fósforo	587
Piezas de recambio del NPD	587
Corrección de los problemas de hardware del NPD.....	588
Procedimiento: Sustitución del conjunto del lecho	591
Procedimiento: Limpieza del detector y colector; cambio de aislantes y anillas	596
Sustitución o limpieza del jet.....	603
Procedimiento: Retirada e inspección del jet.....	604
Procedimiento: Limpieza del jet.....	606
Procedimiento: Sustitución del jet y su colocación en el detector	607
25. Detector de captura electrónica de micro-celda	
Información reglamentaria y de seguridad	609
El isótopo ^{63}Ni	610
Licencias del ECD	610
Licencia específica.....	610
Licencia general	611
Precauciones con el μ -ECD	612
Precauciones de seguridad al manipular μ -ECDs	613
Información general	614
Linealidad	614
Gas del detector	615
Temperatura.....	615
Electrómetro	615
Funcionamiento del μ-ECD	616
Procedimiento: Funcionamiento del μ -ECD	617

Condiciones y cromatograma de control	619
Condiciones de control del μ -ECD	619
Cromatograma de control normal del μ -ECD	621
Mantenimiento del detector	622
Corrección de problemas de funcionamiento	623
Comprobación de las posibles fugas de gas.....	625
Limpieza térmica	626
Realización de un test de limpieza (test de fuga de radioactividad).....	628
26. Detector fotométrico de llama	
Información general	630
Linealidad	630
Efectos del apagado (quenching)	631
Saturación del PMT	632
Filtros ópticos	632
Alineador de sílice fundida.....	633
Condiciones que impiden el funcionamiento del detector.....	633
Desconexión automática del detector	633
Requisitos de compatibilidad.....	633
FPD de longitud de onda dual.....	634
Utilización del detector	635
Consideraciones sobre la temperatura del detector	635
Configuración del calentador.....	635
Compensación del encendido (Lit offset)	636
Procedimiento: Cambio del valor de compensación de encendido	636
Secuencia de ignición o encendido de la llama	637
Ignición o encendido de la llama.....	638
Electrómetro on/off.....	639
Velocidad de adquisición de datos del electrómetro	639
Procedimiento: Utilización de la característica de picos rápidos	639
Operación del FPD	640
Procedimiento: Utilización del FPD	642
Condiciones y cromatograma de control	643
Condiciones de control del FPD.....	643
Cromatogramas de control normales del FPDs	645
Mantenimiento del detector	646
Problemas del encendido de la llama	646
Cambio de los filtros de longitud de onda.....	647

Test de fugas	648
Identificación de piezas	649
Limpieza/cambio de las ventanas, filtros y sellos.....	653
Limpieza/cambio del jet.....	655
Cambio del alineador de sílice fundida de la línea de transferencia	657
Cambio del tubo fotomultiplicador	660

27. Operaciones básicas

Muestras	662
Preparación del GC para analizar muestras.....	662
Análisis de muestras - Inyección manual	662
Análisis de muestras - Inyector automático del GC o inyección por válvula	663
Métodos	664
Creación de métodos	664
Configuración de una velocidad de flujo o presión en columna	665
Secuencias	666
Creación de secuencias	666
Iniciar/detener/interrumpir una secuencia.....	668
Mantenimiento	669
Cambiar la columna	669
Comprobación del rendimiento.....	671

28. Preparación de las instalaciones

Rangos de temperatura y humedad.....	675
Requisitos de ventilación.....	675
Ventilación de la salida del horno.....	676
Ventilación de gases tóxicos o nocivos.....	676
Requisitos de la mesa.....	677
Requisitos eléctricos	680
Toma de tierra del GC	680
Voltaje de la línea.....	680
EE.UU., horno de calentamiento rápido, 240 V	682
Instalación canadiense	683
Configuración del GC para un MSD	683
Requisitos de los gases	683
Los gases para las columnas empaquetadas	683
Gases para columnas capilares	684
Pureza del gas.....	686

Las tuberías de gases	687
Tubos de suministro para los gases portador y del detector	689
Reguladores de presión de dos pasos	690
Conexiones entre el regulador de presión y los tubos de suministro de gas	691
Trampas.....	691
Requisitos de la refrigeración criogénica	692
Elección de refrigerante.....	693
Utilización del dióxido de carbono.....	693
Utilización del nitrógeno líquido.....	695
Suministro de aire al mecanismo de activación de la válvula	696

29. Instalación

Paso 1. Desembalaje del GC.....	702
Paso 2. Colocación del GC sobre el banco de trabajo	702
Paso 3. Encendido del equipo	704
Paso 4. Conexión de los tubos a la botella de suministro de gas	705
Paso 5. Colocación de las trampas a los tubos de suministro de gas	706
Paso 6. Conexión de una T SWAGELOK™ al tubo	707
Paso 7. Conexión de los tubos a la entrada del inyector.....	708
Paso 8. Conexión del tubo a las entradas del detector.....	709
El 6890 con Control Electrónico de la Presión	709
Paso 9. Comprobación de fugas	710
Paso 10. Conexión del suministro de líquido criogénico	711
Conexión del dióxido de carbono líquido.....	711
Instalación de nitrógeno líquido	712
Paso 11. Conexión del aire para el mecanismo de activación de la válvula	714
Paso 12. Fijar las presiones de la fuente.....	715
Paso 13. Conexión de cables.....	716
Diagramas de cables	720
Cable analógico, uso general.....	720
Cable de arranque/parada remota.....	722
Cable decimal de código binario.....	723
Cable para el envío de señales eléctricas al exterior	724
Paso 14. Configuración del GC	726
Procedimiento: Preparación de una configuración de LAN.....	726

30. Conexiones SWAGELOK

©Agilent Technologies 2001

Todos los derechos reservados. Queda totalmente prohibida la reproducción, adaptación o traducción sin el previo consentimiento por escrito, a excepción de las permitidas por las leyes de los derechos de autor.

Nº de referencia G1530-95210

Primera edición, JUNIO de 2001

Producido en EE.UU.

Sustituye a los números de referencia G1530-95307, G1530-95447, G1530-95457 y G1530-95467.

HP® es una marca comercial registrada de Hewlett-Packard Co.

Microsoft®, Windows® y Windows NT® son marcas comerciales registradas de Microsoft Corp.

Información de seguridad

El Cromatógrafo de Gases 6890 reúne las siguientes clasificaciones de la Comisión Electrotécnica Internacional, IEC (International Electrotechnical Commission): Safety Class 1, Transient Overvoltage Category II, y Pollution Degreee 2.

Esta unidad se ha diseñado y probado frente a estándares de seguridad reconocidos y desarrollados para su uso en lugares cerrados. Si se utiliza el instrumento de manera diferente a la especificada por el fabricante, puede dañarse la protección incorporada en el instrumento. Siempre que la protección de seguridad del 6890 se vea comprometida, desconectar la unidad de la red y asegurarla frente a una posible operación desatendida.

Para la realización de tareas de servicio o mantenimiento, dirigirse al personal cualificado. La sustitución de piezas o las modificaciones no autorizadas en el instrumento pueden derivar en peligros de seguridad. Antes de retirar las cubiertas, desconectar el cable AC. El usuario no debe intentar sustituir la batería o los fusibles del instrumento. La batería contenida en este instrumento es reciclable.

Símbolos de seguridad

Las notas de aviso incluidas en este manual o en el instrumento deben contemplarse durante todas las fases de operación, servicio y reparación del instrumento. El no seguimiento de estas precauciones, invalida los estándares de seguridad del diseño y uso de este instrumento.

Agilent Technologies no se responsabiliza del incumplimiento por parte del usuario de estas normas.

AVISO

Las notas de aviso llaman la atención sobre condiciones o posibles situaciones que pudieran provocar daños al usuario.

PRECAUCIÓN

Las notas de precaución llaman la atención sobre condiciones o posibles situaciones que pudieran producir daños al equipo o al trabajo del usuario.

Consultar la documentación suministrada para más información.

Indica una superficie caliente.

Indica voltajes peligrosos.

Indica una toma de tierra.

Indica peligro de radioactividad.

Indica peligro de explosión.



Electromagnética compatibilidad

Este dispositivo cumple con los requisitos de CISPR 11. La operación está sujeta a las dos condiciones siguientes:

1. No puede provocar interferencias peligrosas.
2. Debe aceptar cualquier interferencia recibida, incluidas aquellas que puedan provocar un funcionamiento no deseado.

Si el equipo provoca interferencias peligrosas frente a la recepción de radio o televisión, lo cual puede determinarse apagando y encendiendo el aparato, se anima al usuario a tomar una o más de las siguientes medidas:

1. Posicionar de nuevo la radio o la antena.
2. Alejar el equipo de la radio o televisión.

3. Enchufar el equipo a una toma eléctrica diferente, de manera que el equipo y la radio o televisión estén en circuitos eléctricos separados.
4. Asegurarse de que todos los dispositivos periféricos estén certificados.
5. Asegurarse de utilizar cables apropiados para conectar el dispositivo al equipo periférico.
6. Consultar al proveedor, Agilent Technologies, o a un técnico experimentado para recibir ayuda.
7. Los cambios o modificaciones no aprobadas expresamente por Agilent Technologies podrían anular la autoridad del usuario para manejar el equipo.

Certificado de la Emisión de Sonidos para la República Federal de Alemania

Presión sonora $L_p < 65$ dB(A)
Durante una operación normal
En la posición del operador
De acuerdo con la norma ISO 7779 (Type Test)

Al operar el 6890, con la opción de válvula criogénica, la presión sonora = 74,6 dB(A) durante el funcionamiento de la válvula crio con pulsos cortos.

Schallemission

Schalldruckpegel $L_p < 65$ dB(A)
Am Arbeitsplatz
Normaler Betrieb
Nach DIN 45635 T. 19
(Typprüfung)

Bei Betrieb des 6890 mit Cryo Ventil Option treten beim Öffnen des Ventils impulsförmig Schalldrucke L_p bis ca. 74.6 dB(A) auf.

1 Información general

Tablas de control

Utilización de las tablas de control

Partes específicas

- Control de gases
- Columnas
- Señales
- Automatización
- Métodos y secuencias
- Válvulas

Estrategia

Información sobre el mantenimiento

- Fusibles y baterías
- Programa de mantenimiento

Precauciones generales

- Muchas piezas internas del GC incluyen voltajes peligrosos
- Las descargas electrostáticas son una amenaza para la electrónica del GC
- Muchas piezas están muy calientes

Desconexión del GC

- Durante menos de una semana
- Durante más de una semana

Cromatógrafo de gases 6890

El cromatógrafo de gases 6890 se denominará “GC” en el resto del manual.

Tablas de control

Este GC está controlado por una larga lista de parámetros (temperaturas, tiempos, opción de señal, etc.) organizados en tablas de control. La siguiente es una tabla típica de control del horno:

OVEN	
Temp	24 50
Init time	5.00
Rate 1	10 <
Final temp 1	150
Final time 1	5
Rate 2 (off)	0.00

Título de la tabla de control

Parámetros visualizados en la pantalla

Parámetros no visualizados actualmente

- Título de la tabla de control—Esta línea identifica la tabla. No se mueve cuando el resto de la tabla se mueve hacia arriba o hacia abajo.
- Parámetros visualizados en pantalla—La pantalla tiene cuatro líneas. El título utiliza una línea dejando tres para mostrar los parámetros y, en la línea Temp, se muestra el valor actual.
- Parámetros no visualizados actualmente: Esta tabla contiene seis líneas de parámetros. Las tres inferiores pueden moverse a la ventana de visualización cuando sea necesario.

Equipo instalado

El instrumento sólo muestra las tablas de control para los elementos físicamente presentes. No hay manera de ver una tabla de control de un inyector, detector u otro dispositivo que no esté instalado.

Las tablas de control que listan muchas funciones del instrumento, como [Status] o [Config], sólo muestran elementos instalados. Por consiguiente, el ejemplo presentado en este manual puede ser algo diferente a lo que aparezca en el instrumento de cada usuario.

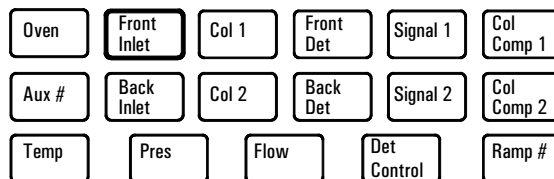
Utilización de las tablas de control

El procedimiento general para poner a punto el instrumento es:

1. Pulsar una tecla para acceder a una tabla de control. Aparece en la pantalla. La primera línea es un título que identifica la tabla.
2. Revisar los valores de la tabla (habrá que desplazarse hacia arriba o hacia abajo si la tabla es larga).
3. Editar los parámetros seleccionados en la tabla.
4. Repetir este proceso con otras tablas hasta completar lo deseado.
5. Analizar la muestra.

La ventaja de una tabla es que contiene grupos de parámetros relacionados. Es posible revisarlos y modificarlos fácil y rápidamente, sin tener que ejecutar secuencias de teclas para cada uno de ellos.

Por ejemplo, para configurar el inyector frontal, pulsar [Front Inlet]



La tabla de control para el tipo de inyector aparece en la pantalla en la posición frontal. En la [Figura 1](#) se muestran tablas de control para tres tipos de inyectores, todos con control electrónico de la neumática (EPC).

Refrigeración en columna

FRONT INLET (COC)		
Mode:	Track oven	
Temp	53	53
Pressure	10.0	10.0 <

Empaquetadas con purga

FRONT INLET (PP)		
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Total flow	5.0	

Split/Splitless

Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
FRONT INLET (S/SL)		
Split ratio	100	
Split flow	76.6	
Tot flow	80.4	80.4
Gas saver	0n	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.0	

Parte superior de la tabla. Utilizar las teclas de desplazamiento para que aparezca.

La línea del título no se mueve.

Pueden visualizarse tres líneas de la tabla en la pantalla

Parte inferior de la tabla. Utilizar las teclas de desplazamiento para hacerlas aparecer en pantalla.

Figura 1 Tablas de control de algunos inyectores

Utilizar las teclas del cursor (▲ y ▼) para mover el cursor (<) a la línea que se desee modificar, introducir el nuevo valor y pulsar [Enter]. Repetir hasta lograr la tabla deseada.

Las tablas cambian dependiendo de los modos seleccionados y de la configuración del instrumento. Las tablas de cada usuario serán, probablemente, algo diferentes a éstas.

Partes específicas

Control de gases

El GC puede controlar todas las corrientes de gas (inyectores, detectores y tres flujos auxiliares) desde el teclado, utilizando el control electrónico de la neumática (EPC). El EPC permite establecer el flujo y la presión además de varios modos de programa.

También hay disponibles algunos inyectores y detectores no EPC. Funcionan de manera convencional, utilizando controladores de flujo, reguladores de presión y un flujómetro independiente. Sólo se dispone de control on/off desde el teclado.

Columnas

Es posible controlar el comportamiento del gas portador en la columna, especificando un flujo constante o en rampa o una presión constante o en rampa. Los sistemas de inyección EPC mantienen este comportamiento durante todo el análisis, incluso con programación de la temperatura.

¡La columna debe configurarse antes que el inyector!

Señales

Las señales son corrientes de datos que salen del GC para ser procesados por otro dispositivo. Existe una amplia gama, tanto analógicas como digitales.

Automatización

La tabla de control del análisis (Run Time Table) ejecuta comandos a tiempos especificados después de la inyección. La tabla de control horario (Clock Time Table) ejecuta comandos a horas especificadas del día.

Métodos y secuencias

El método activo es el conjunto de tablas de control y valores que están actualmente controlando el GC. Pueden almacenarse hasta cinco métodos en la memoria.

Una secuencia es una lista de posiciones de muestra y los métodos almacenados que se utilizarán para analizarlas. Pueden almacenarse hasta cinco secuencias. Las muestras pueden proceder de un inyector automático de líquidos o de una válvula de muestreo con una válvula de selección de corriente. Las secuencias pueden interrumpirse para analizar muestras urgentes.

Válvulas

Pueden utilizarse válvulas de intercambio para realizar operaciones con varias columnas. Las válvulas de muestreo de gases pueden utilizarse manualmente o con una válvula de posición múltiple de selección de corriente. Si se utiliza una válvula de posición múltiple, puede combinarse con una secuencia para controlar la selección de la muestra y el análisis.

Estrategia

El GC está organizado en torno a una serie de tablas de control, cada una con un grupo de parámetros relacionados. Se controla visualizando y editando las tablas para satisfacer las necesidades analíticas del usuario. Algunas sugerencias para esto son:

- El contenido de muchas tablas depende del equipo presente. Mientras que el GC es capaz de detectar muchos de sus componentes, parte de la información (como el gas portador en uso) debe ser introducida por el usuario. Configurar (definir) siempre los elementos del instrumento, antes de intentar utilizarlos.
- A la hora de configurar el instrumento para el análisis, configurar primero el gas portador, a continuación el modo de la columna y finalmente el inyector. Los detectores pueden configurarse en cualquier momento.
- Utilizar la tecla [Config] de forma rutinaria para verificar que la configuración es la que se desea.
- Utilizar la tecla [Info] como ayuda para los rangos de los parámetros, la siguiente actividad a realizar y otros consejos.
- Muchos parámetros requieren que se haga una selección de una lista de opciones. La tecla [Mode/Type] abre estas listas. Si algún parámetro parece requerir algún valor distinto a un número o a [On] u [Off], pulsar [Mode/Type] para ver si existe un menú subyacente.

Información sobre el mantenimiento

Fusibles y baterías

El GC requiere fusibles y baterías para un buen funcionamiento. A estos, sólo puede acceder el personal de servicio de Agilent.

Tabla 1 Fusibles y baterías de la tarjeta principal

Designación del fusible	Características y tipo de fusible
F1, F2, F3, F4	8 A, 250 Vac, IEC 127 Tipo F (sin tiempo de retraso), cuerpo de vidrio
Designación de la batería	Características y tipo de batería
BT1	Batería de litio de 3 volt, Panasonic BR3032

Tabla 2 Fusibles de la tarjeta AC

Designación del fusible	Voltaje de línea	Características y tipo de fusible
F1, F2	120 V	20 A, 250 Vac, IEC 127 Tipo F (sin tiempo de retraso), cuerpo de cerámica
F1, F2	200 V - 240 V	15 A, 250 Vac, IEC Tipo F (sin tiempo de retraso), cuerpo de cerámica
F3, F4	Toda	8 A, 250 Vac, IEC Tipo F (sin tiempo de retraso), cuerpo de vidrio

Programa de mantenimiento

La frecuencia de realización de las tareas de mantenimiento depende de:

- El nivel de uso del GC
- El tipo de muestras inyectadas
- Si las inyecciones son manuales o automáticas
- Si el instrumento se utiliza para múltiples aplicaciones o se dedica sólo a una
- Otros factores ambientales, como suciedad, temperatura ambiente, etc.

Tabla 3 Programa de mantenimiento

Frecuencia de las tareas de mantenimiento	Elementos
Diaria	Cambio de los septa, analizar una muestra de calibración, comprobar si las tuercas del alineador y la columna están bien apretadas ¹
Semanal	Cambio de los alineadores de vidrio y las arandelas, si hubiera
Mensual	Limpieza del bloqueo de la línea de salida del inyector con/sin división Realización de un control de fugas de hidrógeno. Comprobar todas las conexiones de suministro inicial. En el GC, comprobar las posibles fugas en las conexiones de la columna al inyector y al detector.
Trimestral	Renovar las botellas de gas ²
Semianual	Limpiar los detectores, realizar el test de limpieza en el μ -ECD
Anual	Acondicionar de nuevo o reemplazar los bloqueos internos y externos y los filtros químicos

¹ Muy importante para programas de temperatura que utilicen férrulas Vespel o Vespel/grafito

² Durante el uso normal, las botellas de tamaño A suministrarán a dos cromatógrafos de doble canal durante unos tres meses. Cambiar la botella cuando la presión caiga por debajo de 500 psig.

Precauciones generales

Muchas piezas internas del GC incluyen voltajes peligrosos

Si el GC está conectado a fuentes de corriente, aunque el interruptor esté apagado, aún persisten voltajes peligrosos potenciales en:

- La conexión entre el cable de alimentación del detector y el interruptor
- La conexión entre el cable de alimentación del GC y la fuente de alimentación AC, la propia fuente AC y las conexiones desde la fuente de suministro AC al interruptor.

Con el GC encendido, también existen voltajes peligrosos en:

- Todas las tarjetas electrónicas del instrumento
- Los hilos y cables internos conectados a estas tarjetas.

AVISO

Todas estas piezas están protegidas con cubiertas. Con las cubiertas colocadas, resultará difícil entrar en contacto accidental con los voltajes peligrosos.

A menos que así se indique específicamente, no retirar nunca una cubierta a no ser que el detector, el inyector o el horno, estén apagados.

Si el material aislante del cable de alimentación está desgastado, debe sustituirse el cable. Contactar con Agilent.

Las descargas electrostáticas son una amenaza para la electrónica del GC

Las tarjetas de circuitos impresos (PC) del GC pueden ser dañadas por las descargas electrostáticas. No tocar ninguna de las tarjetas a no ser que sea absolutamente necesario. Si deben manejarse, utilizar una muñequera antiestática y tomar todas las precauciones necesarias. Utilizar muñequera antiestática siempre que se tenga que retirar el panel lateral de la electrónica.

Muchas piezas están muy calientes

Muchas piezas del GC funcionan a temperaturas lo suficientemente altas como para provocar quemaduras serias. Estas piezas incluyen, pero no se limitan a:

- Los inyectores
- El horno
- Los detectores
- Las tuercas que conectan la columna a un puerto de inyección o detector

Siempre se deben dejar enfriar estas áreas del GC a temperatura ambiente, antes de trabajar sobre ellas. Se enfriarán más rápidamente si primero se fija la temperatura de la zona caliente a la temperatura ambiente. Apagar la zona después de que haya alcanzado este valor. Si se han de realizar tareas de mantenimiento sobre las partes calientes, utilizar una llave o guantes. Siempre que sea posible, enfriar la parte del instrumento en la que se vaya a trabajar antes de empezar.

AVISO

Cuidado al trabajar por detrás del instrumento. Durante los ciclos de refrigeración, el GC emite gases de escape calientes que pueden provocar quemaduras.

El material aislante de los inyectores, detectores, caja de válvulas y las tazas de aislamiento, es de fibra cerámica refractaria. Para evitar inhalar partículas de fibra, se recomiendan los siguientes procedimientos de seguridad: ventilar el área de trabajo; utilizar mangas largas, guantes, gafas de seguridad y un respirador desechable para polvo/humos; desechar el material aislante en una bolsa de plástico sellada y, después de haberlo manejado, lavarse las manos con un jabón suave y agua fría.

Desconexión del GC

Durante menos de una semana

En general, siempre puede dejarse el GC encendido, cuando no se esté utilizando. Si no se va a utilizar el GC durante una semana aproximadamente, conservar los gases y la energía de la siguiente manera:

- Reducir la temperatura del detector, inyector y columna a 150–200°C para ahorrar energía.
- Apagar los flujos de gases corrosivos o potencialmente peligrosos, como oxígeno e hidrógeno.
- Reducir los flujos de los gases portador y auxiliar.
- Apagar el suministro de refrigerante en su fuente.

AVISO

No dejar nunca activado el flujo de gases inflamables, si no va a controlarse el GC durante largos periodos de tiempo. Si tiene lugar una fuga, el gas podría provocar un incendio o explosión.

Mantener el instrumento con una temperatura inferior y flujos menores de gas portador y auxiliar, previene la generación de impurezas en la columna, inyector y detector.

Durante más de una semana

1. Ajustar todas las zonas calientes al valor de temperatura ambiente y apagar los flujos de gas de soporte del detector. Dejar el flujo de gas portador encendido.
2. Cuando el GC esté frío, apagarlo.
3. Apagar todos los suministros de gas y refrigerante en sus respectivas fuentes.
4. Retirar la columna y tapar su extremo para prevenir la entrada de contaminación. Guardar la columna en un lugar frío y seco.
5. Para prevenir la entrada de contaminación, tapar las conexiones del inyector y detector con la columna.
6. Si se retiran las conexiones de gas del GC, tapar las conexiones de entrada del panel posterior del GC y del regulador de entrada.
7. Si así se desea, colocar de nuevo el cartucho del filtro de bloqueo de salida de “split” (división) (si está presente).

2 Teclado y pantalla

La pantalla

Panel de estado

Teclado

Teclas de acción instantánea [Start], [Stop] y [Prep Run]

Teclas de función

Teclas acceso directo [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]

[Temp], [Pres] y [Flow]

[Det Control]

[Ramp #]

[Info]

[Status]

La tabla de estado Ready/Not

Ready (preparado/no preparado)

Tabla de estado de los parámetros

Procedimiento: Configuración de la tabla de estado de los parámetros

Teclas varias

[Time]

Procedimiento: Fijar la hora y la fecha

Procedimiento: Utilización del cronómetro

Procedimiento: Configuración de [Post Run]

[Run Log]

[Options]

[Config]

Teclas modificadoras

[Mode/Type]

[Clear]

[Delete]

[.]

[–]

Almacenaje y automatización

Parámetros por defecto

Procedimiento: Cargar los parámetros por defecto

Teclado y pantalla



Figura 2 Controles del GC

La pantalla

Se puede considerar como una ventana para visualizar las tablas de control. La línea superior es un título, el resto de las líneas muestran el contenido de la tabla. Si la tabla tiene más de tres líneas, utilizar las teclas de desplazamiento para acceder a las otras.

Teclas de desplazamiento (▲, ▼)

Mueven la tabla de control hacia arriba o hacia abajo en la pantalla.

Cursor (<)

Señala la línea que está en posición de edición. Los cambios realizados utilizando el teclado se aplican a la línea que contiene el “cursor”.

Asterisco (*)

Un asterisco intermitente significa que debe pulsarse [Enter] para almacenar un valor o [Clear] para abortar la entrada. No puede realizarse ninguna otra tarea hasta haber realizado esto.

COLUMN 1			
Dim	10.0 m	320 u	
Pressure	0.0	Off	
Flow		1	*
Velocity		0.0	
Mode: Constant flow			

Si el asterisco parpadea, no se puede llevar a cabo ninguna otra función hasta pulsar [Enter] o [Clear].

El asterisco a la izquierda de una tabla Mode/Type indica la selección actual.

COLUMN 1			
Dim	10.0 m	320 u	
Pressure	0.0	Off	
Flow		1	<
Velocity		0.0	
Mode: Constant flow			

Pulsar [Mode/Type] dos veces.

COLUMN 1 MODE		
Constant pressure		<
*Constant flow		
Ramped pressure		
Ramped flow		

Pitidos

Si un flujo de gas no puede alcanzar el valor determinado, se oyen una serie de pitidos. El flujo se interrumpe después de 1 o 2 minutos.

Si se corta el flujo de hidrógeno u ocurre una desconexión térmica, suena un pitido continuo. Cancelar el sonido pulsando [Clear].

Cualquier otro tipo de fallo, aviso o desconexión, viene acompañado de un pitido.

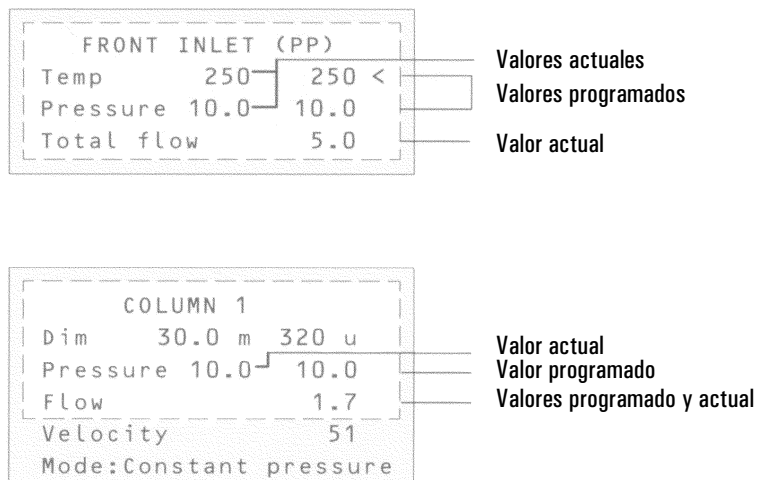
Parámetro que parpadea

Si el sistema corta el flujo de algún gas, desconecta la válvula de posición múltiple o el horno, la palabra OFF parpadeará en la línea correspondiente de la tabla de control, como ayuda para identificar dónde tuvo lugar el problema.

La línea del detector On/Off parpadea si hay alguna desconexión neumática o algún fallo en otra parte del detector, como en un filamento TCD.

Valor actual y programado

Cuando hay dos valores en una misma línea de una tabla de control, el izquierdo es siempre el actual y el derecho el programado. Cuando sólo hay un valor, puede ser el actual o el programado, dependiendo de la tabla. En algunas tablas de control, como las de las columnas, el número más a la derecha es a la vez el actual y el programado.

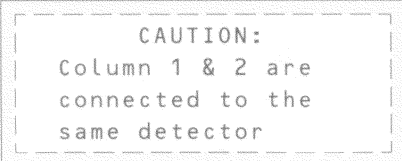


Mensajes

Caution (de precaución). Son recordatorios de que el instrumento puede estar configurado incorrectamente. Aparece cuando:

- [Column 1] y [Column 2] están configuradas para un inyector o un detector.
- Como inyector se utiliza un canal de flujo auxiliar y el tipo de gas portador auxiliar se configura como aire. No puede utilizarse aire como gas portador.

Mensaje de precaución:



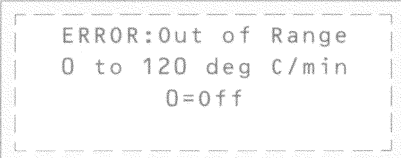
```
CAUTION:  
Column 1 & 2 are  
connected to the  
same detector
```

Pulsar [Clear] para borrar el mensaje. Después, se puede configurar de nuevo el instrumento, si se desea, o continuar con la configuración actual.

Error (de error). Significan que:

- El valor introducido está fuera del rango permitido.
- El instrumento no tiene el hardware necesario para soportar la operación solicitada.

Mensaje de error:



```
ERROR:Out of Range  
0 to 120 deg C/min  
0=0ff
```

Pulsar [Clear] para borrar el mensaje. Debe introducirse un valor nuevo, cambiar el hardware o configurar de nuevo el instrumento antes de continuar.

Popups (inesperados). Aparecen cuando tiene lugar alguna desconexión, fallo o aviso. Contienen el tipo y número del error y una breve descripción. Ver el [“Aviso”](#).

Mensaje inesperado:



```
SHUTDOWN (# 6):  
  
Back inlet  
flow shutdown
```

Pulsar [Clear] para borrar el mensaje.

Panel de estado

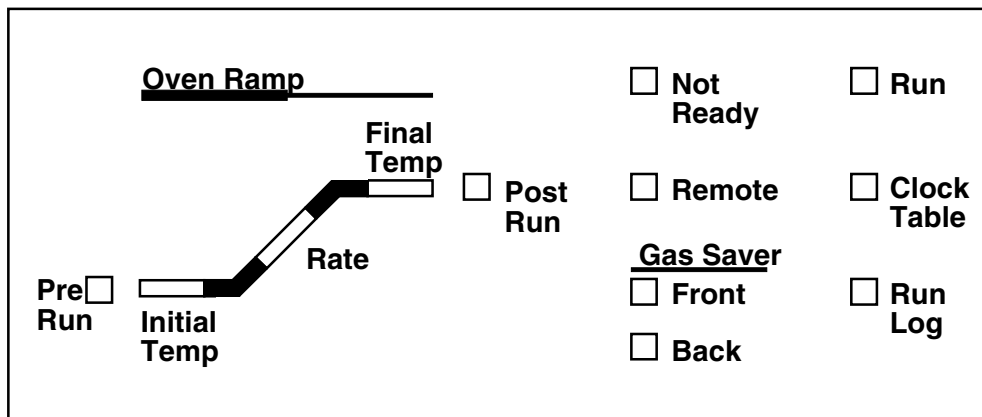


Figura 3 Panel de estado

Tabla 4 Indicadores de la pantalla

Indicador	Descripción
Pre Run	Se enciende cuando el GC está en estado de <i>Pre análisis</i> (después de pulsar [Prep Run]). Ver página 287 para obtener más información.
Oven Ramp LEDs	Muestra el progreso del programa de temperatura del horno. El Indicador de velocidad (Rate) parpadea si el horno no es capaz de seguir el programa.
Post Run	Se enciende cuando el instrumento está ejecutando un post-análisis.
Not Ready	Se enciende cuando el GC aún no está preparado para realizar el análisis. Parpadea cuando el instrumento tiene una o más condiciones de fallo. Pulsar la tecla [Status] para ver qué parámetros no están preparados o qué fallos han tenido lugar.
Run	Se enciende cuando el instrumento está ejecutando un análisis cromatográfico.
Remote	Indica que se ha establecido comunicación con un dispositivo remoto.
Clock Table	Indica que la tabla horaria contiene datos.
Gas Saver	Indica que el sistema de ahorro de gas frontal o posterior está activado.
Run Log	Indica que el registro de análisis contiene datos. Esta información puede utilizarse para patrones de las Buenas Prácticas de Laboratorio (GLP).

Teclado

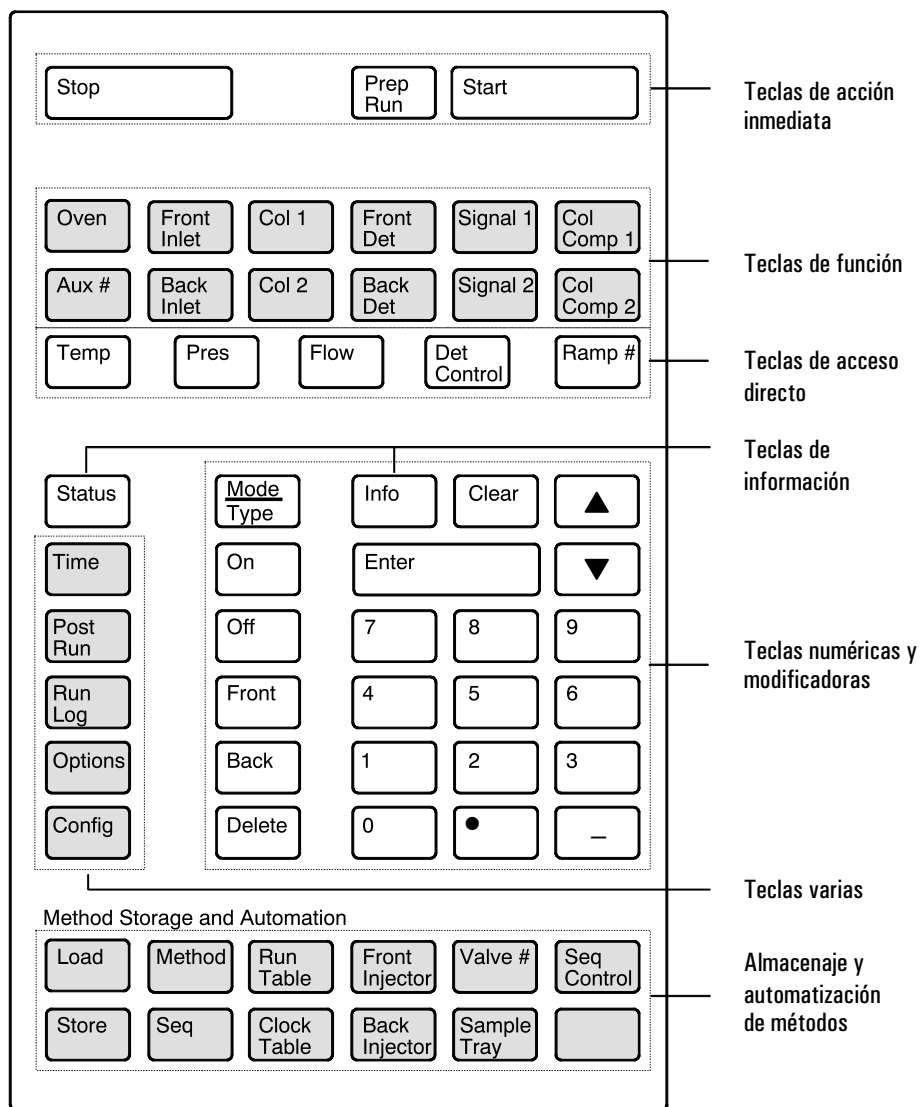


Figura 4 Teclado

Teclas de acción instantánea [Start], [Stop] y [Prep Run]

Estas teclas provocan una acción instantánea del instrumento realice una actividad en ese momento.

[Start] y [Stop]

Inician e interrumpen cualquier tipo de análisis. [Stop] cancela un pre-análisis, post-análisis o recuperación después de fallo de alimentación y aborta una secuencia local.

[Prep Run]

Si se están utilizando una o más de las siguientes funciones, se debe pulsar [Prep Run] para preparar el análisis:

- Gas saver—cancela el flujo del sistema de ahorro de gas y cambia el flujo de entrada al valor establecido para el mismo.
- Splitless injection—cierra la válvula de purga.
- Pulsed split or splitless injection—aumenta la presión del inyector al valor del pulso.
- Solvent vent injection—cambia la presión del inyector al valor de la presión de salida y el flujo de la salida de “split” (división) al valor de flujo establecido para la salida.

Al pulsar [Prep Run], se enciende el indicador *Pre Run*. Cuando éste parpadea, el instrumento está preparándose para un análisis y esperando a que se alcancen los valores programados (distintos de los asociados con Prep Run). Una vez preparados estos valores, el indicador permanece encendido y tiene lugar el acondicionamiento de preparación al análisis. Tras un tiempo de equilibrio de 6 segundos, el instrumento está preparado para el análisis y el indicador de estado “no preparado”, *Not Ready*, se apaga.

Si se pulsa [Prep Run] cuando el indicador *Pre Run* parpadea, dejará de hacerlo antes de que los parámetros estén preparados. En este momento, las partes del sistema de ahorro de gas y de la válvula de purga del inyector “split/splitless”, están preparadas para el análisis.

En la mayoría de los sistemas automáticos de inyección, no es necesaria la tecla [Prep Run]. Si el muestreador o controlador de automatización (integrador o workstation) no soporta la función de preparación del análisis, Prep Run, debe configurarse el instrumento a Auto Prep Run. Ver el ejemplo de “[Config]” en la [página 56](#).

Teclas de función

La [Tabla 5](#) lista las teclas de función, una breve descripción de su uso y dónde encontrar información detallada.

Tabla 5 Teclas de función

Tecla	Utilizada para:	Más información en:
[Oven]	Fijar la temperatura del horno, tanto la isotérmica como programada.	Ver "Horno de la columna" .
[Aux #] [1] y [Aux #] [2]	Controlar las zonas de temperaturas elevadas como la caja de válvulas calentada, el detector selectivo de masas, una línea de transferencia del detector de emisión atómica o de un dispositivo "desconocido". Permite programar las temperaturas.	Ver "Control de válvulas" .
[Aux #] [3], [Aux #] [4], y [Aux #] [5]	Proporcionar neumática auxiliar a un inyector, detector u otro dispositivo. Permite programar la presión.	Ver "Control del flujo y la presión" y "Control de válvulas" .
[Front Inlet] y [Back Inlet]	Controlar los parámetros operativos del inyector.	Ver "Inyector "split/splitless" (con/sin división)", "Inyector de empaquetadas con purga", "Inyector de refrigeración en columna", "Inyector de vaporización con temperatura programada", "Interfase de volátiles", "Inyectores sin control EPC", "Módulo de control de la neumática" .
[Col 1] y [Col 2]	Controlar la presión, flujo o velocidad en columna. Permite fijar rampas de presión o flujo.	Ver "Control del flujo y la presión", "Inyector "split/splitless" (con/sin división)", "Inyector de empaquetadas con purga", "Inyector de refrigeración en columna", "Inyector de vaporización con temperatura programada", "Interfase de volátiles", "Inyectores sin control EPC", "Módulo de control de la neumática", "Detector de ionización de llama", "Detector de conductividad térmica", "Detector de nitrógeno-fósforo", "Detector de captura electrónica de micro-celda", "Detector fotométrico de llama" .
[Front Det] y [Back Det]	Controlar los parámetros operativos del detector.	Ver "Detector de ionización de llama", "Detector de conductividad térmica", "Detector de nitrógeno-fósforo", "Detector de captura electrónica de micro-celda", "Detector fotométrico de llama" .
[Signal 1] y [Signal 2]	Asignar una señal, normalmente al detector frontal o posterior.	Ver "Tratamiento de la señal" .
[Col Comp 1] y [Col Comp 2]	Crear un perfil de compensación de columna.	Ver "Tratamiento de la señal" .

Teclas acceso directo [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]

Permiten rápido acceso a un parámetro desde una tabla.

[Temp], [Pres] y [Flow]

Si no hay ninguna tabla de control abierta, al pulsar estas teclas se muestra:

- [Temp] Temperatura del horno
- [Pres] La presión del inyector frontal (en el canal de presión posterior o auxiliar si el inyector frontal no está instalado)
- [Flow] El flujo en las columnas 1 o 2 si el inyector es EPC. Si no, el flujo en el detector frontal o posterior.

Si el parámetro está en la tabla de control abierta, el cursor salta a esa línea:

Tabla [Front Det] abierta, cursor en

Mkup (He)

Temp	24	Off
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
FRONT DET (FID)		
Mkup (He)	0.0	Off <
Flame		Off
Output		2.1

Pulsar
[Temp]

El cursor se mueve a la línea Temp

FRONT DET (FID)		
Temp	24	Off <
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mode:	Const makeup	
Mkup (He)	0.0	Off
Flame		Off
Output		2.1

Si el parámetro no se encuentra en la tabla abierta, la tecla abre la tabla apropiada. Ej., si la tabla de control del horno está abierta y se pulsa [Pres], se abre la tabla del inyector frontal con el cursor en la línea de presión, Pressure.

Tabla [Oven] abierta

OVEN		
Temp	24	50
Init time		5.00
Rate 1		10 <
Final temp 1		150
Final time 1		5
Rate 2 (off)		0.00

Pulsar
[Pres]

Tabla [Front inlet] abierta

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:		Splitless
Temp	24	Off
Pressure	0.0	Off <
Purge time		0.00
Purge flow		0.0
Total flow		0.0
Gas saver		Off

[Det Control]

Cuando se visualiza la tabla de control del detector, [Det Control] desplaza el cursor al control on/off de ese detector.

Tabla [Front Det] abierta, cursor en la línea Temp

FRONT DET (TCD)		
Temp	24	Off <
Ref flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off
Filament		Off
Output		2.1
Negative polarity		Off

Pulsar [Det Control]

Temp	24	Off
Ref flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off
FRONT DET (TCD)		
Filament		Off <
Output		2.1
Negative polarity		Off

Cursor en Filament, la línea On/Off para el detector de conductividad térmica

Con una tabla de control distinta del detector, [Det Control] abre la tabla de control del detector frontal (o posterior, si no hay instalado ningún detector frontal). El cursor está en el control on/off de ese detector.

[Front Inlet]

FRONT INLET (S/SL)			
Mode:	Splitless		
Temp	24	Off	<
Pressure	0.0	Off	
Purge time	0.00		
Purge flow	0.0		
Total flow	0.0		
Gas saver	Off		

[Det Control]

Temp	24	Off
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mode:	Const makeup	
Mkup (N2)	0.0	Off
FRONT DET (FID)		
Flame	Off	<
Output (off)	0.0	

Cursor en Flame, el control on/off para el detector de ionización de llama

[Ramp #]

Con una tabla de control abierta que no tenga rampas de temperatura, flujo o presión, [Ramp #] más un número abre la tabla de control del horno. Si no hay rampas especificadas, el cursor está en la línea Rate 1 (off).

Pulsar [Ramp # [2]]

OVEN		
Rate 1 (off)	0.00	<

Se abre la tabla de control del horno. Como no hay rampas de temperatura fijadas en esta tabla, el cursor está en la línea Rate 1 (off).

En una tabla de control que contenga rampas de temperatura, flujo o presión, [Ramp #] (1-6) mueve el cursor a la primera línea del número de rampa especificado. Si el número de rampa no existe, el cursor va al número de rampa más alto de la tabla de control.

Tabla [Col 1] abierta, cursor en la línea Pressure

COLUMN 1		
Dim	10.0 m	320 u
Pressure	10.0	10.0 <
Flow		1.7
Velocity		51
Mode:	Ramped pres	
Init Pres		10.0
Init time		2.0
Rate 1		10.0
Final pres 1		20.00
Final time 1		15.00
Rate 2 (off)		0.00

Pulsar [Ramp #] [2]

Dim	10.0 m	320 u
Pressure	10.0	10.0
Flow		1.7
Velocity		51
Mode:	Ramped pres	
Init Pres		10.0
Init time		2.0
Rate 1		10.0
Final pres 1		20.0
Final time 1		15.0
COLUMN 1		
Rate 2 (off)		0.00 <

El cursor se mueve a la línea Rate 2.

[Info]

Este es un sistema de ayuda sensible al contexto que proporciona información sobre los parámetros activos (línea con el cursor).

Estos mensajes de información pueden estar en varias formas diferentes,

- Definiciones
- Rangos de valores
- Acciones a realizar

Son posibles los siguientes ejemplos, dependiendo de la tabla de control en la que se esté. Pulsar [Info].

Definición:

```
SPLIT RATIO INFO  
Split flow divided  
by column flow.  
0.1 to 7500
```

Rangos de valores:

```
ERROR: Out of range  
  
0 to 999.99 minutes
```

Realizar una acción:

```
MODE/TYPE INFO  
* is present mode.  
Move cursor to new  
mode and press ENTER
```

[Status]

La tecla [Status] tiene dos tablas asociadas con ella. Se pasa de una a otra presionando esta tecla.

La tabla de estado Ready/Not Ready (preparado/no preparado)

Esta tabla lista los parámetros que no están preparados, (*Not Ready*) o presenta el mensaje de preparado para la inyección (*Ready for Injection*). Si hubiera fallos, avisos o discordancias en el método, aparecerían aquí. Consultar [página 203](#) y [página 243](#) para obtener información detallada sobre las pantallas de estado no preparado, fallo y aviso. Las pantallas de discordancias en el método se tratan en la [página 203](#).

Mensaje "Ready for injection" (Preparado para la inyección)

```

STATUS
Ready for Injection
WARNING(S):
Sig 1 buffer full
    
```

Ready—comprobar los avisos.

Mensaje "Not Ready" (No preparado)

```

STATUS - Not Ready
Oven temp
Back det shutdown
FAULT(S):
B TCD filament short
WARNING(S):
Sig 1 buffer full
METHOD MISMATCH(ES):
Oven maximum temp
    
```

Not ready—elementos que no están preparados. Si aparece not ready, comprobar los fallos o avisos.

Fault—un problema de hardware que requiere la intervención del usuario.

Warning—problemas de los que se ha de ser consciente, pero que no impedirán que el instrumento ejecute el análisis.

Method mismatch—el mensaje aparece si el hardware o la configuración del usuario ha cambiado tras cargar un método o encender el equipo.

Tabla de estado de los parámetros

Esta tabla lista los parámetros contenidos en las tablas de control activas del instrumento. Este es un modo rápido de visualizar los valores activos durante un análisis sin tener que abrir muchas tablas de control.

STATUS	
Oven temp	250
Sig 1 Back	30
Column 2 flow	0.8
B inlet P10.0	10.0
Time left	9.50

Procedimiento: Configuración de la tabla de estado de los parámetros

Es posible cambiar el orden de la lista. Por ejemplo, si se quiere que aparezcan los tres parámetros más importantes en la ventana al abrir la tabla.

1. Pulsar [Config] [Status].
2. Ir al parámetro que se desee que aparezca primero y pulsar [Enter]. Aparecerá este valor al principio de la lista.
3. Ir al parámetro que se desee que aparezca después y pulsar [Enter]. Este valor aparecerá el segundo de la lista.
4. Continuar, hasta que la lista esté en el orden deseado.

Pulsar [Config][Status]

a. Ir a Signal 1 y pulsar [Enter].

CONFIGURE STATUS	
Oven temp	
Column 1 flow	
Signal 1	<
Signal 2	
Front inlet pres	
Time left	

b. Signal 1 será el primer elemento de la lista.

CONFIGURE STATUS	
Signal 1	<
Oven temp	
Column 1 flow	
Signal 2	
Front inlet pres	
Time left	

Teclas varias

[Time]

La tabla de control del tiempo no tiene título. La primera línea siempre muestra la fecha y hora actual y la última, muestra un cronómetro. Las dos líneas intermedias varían como se muestra a continuación.

Entre análisis

10:00:29	18 Mar 95	Hora y fecha actual
Last runtime	18.05	Tiempo del anterior y próximo análisis en minutos
Next runtime	80.00	
t=0:00.0	1/t= 0.00 <	Cronómetro

Durante un análisis

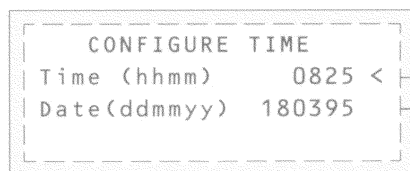
Elapsed time	18.05	Tiempo transcurrido del análisis
Time left	71.95	Cuenta atrás del tiempo que queda de análisis

Durante el post-análisis

Last runtime	20.04	Tiempo del último análisis
Post time	8.77	Cuenta atrás del tiempo que queda de post-análisis

Procedimiento: Fijar la hora y la fecha

Pulsar [Config][Time]



Introducir la hora nueva.

Introducir la fecha nueva.

Procedimiento: Utilización del cronómetro

En el modo de cronómetro, se muestran tanto el tiempo (hasta 0,1 segundos) como la inversa del tiempo (hasta 0,01 min⁻¹). El cronómetro es útil cuando se miden los flujos con un flujómetro de burbuja.

1. Ir a la línea del cronómetro de la tabla de control del tiempo, Time Control.
2. Pulsar [Enter] para iniciar el cronómetro.
3. Pulsar [Enter] de nuevo, para detenerlo.
4. Pulsar [Clear] para llevarlo a cero.

Es posible acceder a otras funciones mientras el cronómetro está funcionando. Pulsar [Time] de nuevo para acceder a la pantalla del cronómetro.

Procedimiento: Configuración de [Post Run]

Utilizar esta tecla para programar el instrumento para limpiar la columna después del análisis. Para configurar un Post Run:

1. Pulsar [Post Run]



Cuando Time se fija a 0,00, no están disponibles otras líneas de la tabla de control.

2. Introducir el tiempo de post-análisis (limpieza de columna) `Time`, en minutos.

```
POST RUN
Time          10.00
Oven temp     50
Column 2 pres 10.0 <
```

Una vez introducido un valor para `Time`, se activan las demás líneas de la tabla de control.

3. Introducir la temperatura del horno `Oven temp` y la presión en columna, `Column pres`.

```
POST RUN
Time          10.00
Oven temp     250 <
Column 2 pres 15.0
```

El instrumento está programado ahora para mantener la temperatura del horno a 250°C durante 10 minutos después de un análisis, con la presión en cabeza de la columna 2 fijada a 15,0 psi.

El indicador `Post Run` en el panel de estado, está encendido durante el tiempo posterior al análisis.

Si se pulsa [`Time`] posteriormente al análisis, puede visualizarse el tiempo restante.

[Run Log]

Las desviaciones del método planificado (incluyendo las intervenciones en el teclado) durante el análisis más reciente se listan en la tabla de registros de los análisis, `Run Log`. Pueden almacenarse hasta 50 datos. Esta información puede utilizarse como patrón para las Buenas Practicas de Laboratorio (GLP). El registro del análisis puede cargarse a una workstation o imprimirse en el integrador.

Pulsar [Run Log]

```
  RUN LOG (1 of 3)
Not ready:
Multiposition valve
at runtime      0.00
  RUN LOG (2 OF 3)
Not ready:
Oven temp      26
at runtime     0.00
  RUN LOG (3 of 3)
Valve 4 setpt:
Valve          0N
at runtime     0.05
```

El indicador Run Log está encendido si hay datos en el registro del análisis en curso. El registro del análisis se borra al iniciarse un nuevo análisis.

Si no se registran desviaciones, el mensaje que aparece es:

```
  RUN LOG

No deviations found
```

[Options]

Esta tecla permite el acceso a las opciones de configuración de los parámetros del instrumento.

Pulsar [Options]
(Opciones)

```
  OPTIONS
|Service Counters
|Calibration
|Communication
Keyboard and Display
Diagnostics
```

Ir a la línea apropiada y pulsar [Enter] para acceder a la tabla de control asociada.

Calibration (Calibración)

Lista los parámetros que pueden calibrarse. Las pantallas de calibración se tratan en el Manual de Servicio del Agilent 6890.

Una opción útil de calibración es `Auto flow zero`. Cuando está activa, después del final de un análisis, el GC corta el flujo de gases al inyector, espera a que el flujo caiga a cero, mide y graba la salida en el sensor de flujo y restaura el gas. Esto dura unos dos segundos. La compensación del cero se utiliza para corregir futuras medidas de flujo.

Para activar esto, seleccionar `Calibration` en el menú `OPTIONS`, después elegir entre el inyector frontal o trasero, y activar `Auto flow zero`.

Communication (Comunicación)

Permite el acceso a los parámetros de comunicaciones. Las pantallas de comunicación se tratan en [“Instalación”](#).

Diagnostics (Diagnósticos)

Los parámetros de diagnósticos son utilizados por los representantes de mantenimiento. Los diagnósticos se tratan en el Manual de Servicio del Agilent 6890.

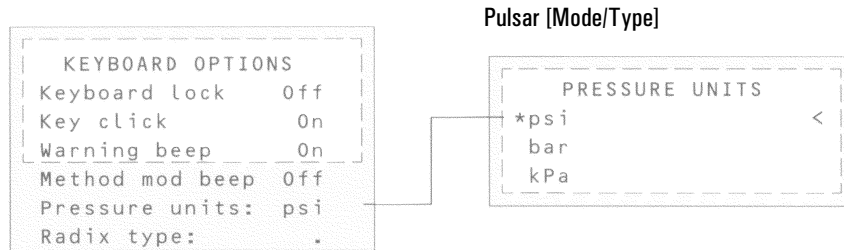
Keyboard and display (Teclado y Pantalla)

A los parámetros de la interfase de usuario se accede desde la tabla de control del teclado y la pantalla. Los siguientes parámetros se activan o desactivan pulsando las teclas [On] / [Off].

- `Keyboard lock`—las siguientes teclas y funciones están operativas cuando el teclado está bloqueado:
[Start], [Stop] y [Prep Run]
[Load][Method] y [Load][Seq]
[Seq]—para editar las secuencias existentes
[Seq Control]-para iniciar o detener secuencias.
- `Key click`—el sonido de las teclas puede activarse o desactivarse.
- `Warning beep`—permite oír los pitidos de aviso.
- `Method mod beep`—activar, [ON], para escuchar un pitido agudo cuando se modifique algún parámetro del método.

Pulsar [Mode/Type] para cambiar las unidades de presión y el tipo de separador numérico.

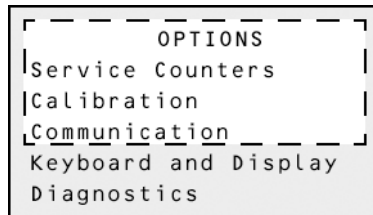
- Pressure units
 - psi—libras por pulgada al cuadrado, lb/pulgada²
 - bar—unidades de presión cgs absolutas, dina/cm²
 - kPa—unidad de presión mks, 10³ N/m²
- Radix type—determina el tipo de separador numérico—1,00 o 1.00



Service Counters

Realiza un seguimiento del uso de la jeringa, el septum y el alineador, contando cada inyección realizada (independientemente de que se trate del inyector frontal/trasero y del tipo de inyección).

1. En el teclado, pulsar [Options].



2. En la tabla de control abierta, seleccionar Service Counters. Pulsar [Enter].
3. Ir al contador deseado. Pulsar [Clear] para poner el contador a 0.

SERVICE COUNTERS	
Runs since service	
Syringe 1	0
Syringe 2	0
Front Septum	0
Back Septum	0
Front Liner	0
Back Liner	0
Column 1	0
Column 2	0

[Config]

La tecla [Config] permite establecer la configuraciones para el control del instrumento. El modo y dimensiones de la columna, inyector y tipo de gas auxiliar son críticos para el buen funcionamiento del control electrónico de la neumática.

Usar [Config] con otras teclas para parámetros no modificados frecuentemente.

Pulsar [Config] [Oven]

CONFIGURE OVEN	
Maximum temp	450
Equip time	3.00
Cryo (N2)	Off
Quick cryo cool	Off
Ambient temp	25
Cryo timeout	Off
Cryo fault	Off

Pulsar la tecla [Config] para obtener un listado de los parámetros configurables:

```
CONFIG
Oven
Front inlet
Back inlet
Column 1
Column 2
Front detector
Back detector
Signal 1
Signal 2
Aux #
Status
Time
Valve #
Front injector
Back injector
Sample tray
Instrument <
```

Ir al parámetro Instrument.
Pulsar [Enter] para acceder a la tabla de control Config Instrument.
Los tipos mostrados dependerán del equipo instalado

```
CONFIG INSTRUMENT
Serial#US00100001
Auto prep run      On <
F inlet type       None
B inlet type       PP
```

Teclas modificadoras

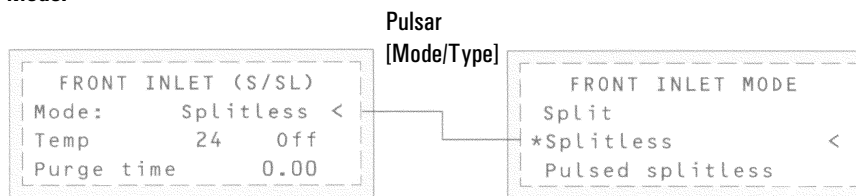
Estas teclas amplían las funciones de algunas teclas de control de parámetros.

[Mode/Type]

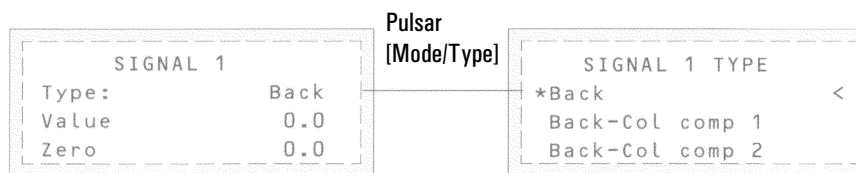
Usar esta tecla para acceder a una lista de posibles modos o tipos asociados con valores no numéricos. Para cambiar el modo o tipo, ir a la línea deseada y pulsar [Enter]. Un asterisco (*) marca el modo o tipo actual.

A continuación se muestran varios ejemplos de funciones **Mode/Type**.

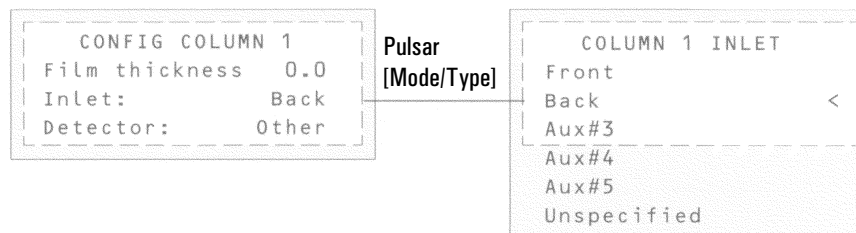
Mode:



Type:



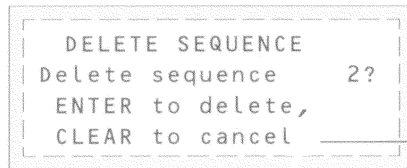
**Ejemplos de casos cuando las palabras "Mode" o "Type" no aparecen.
En caso de dudas, pulsar [Info] para saber si se va a utilizar [Mode/Type].**



[Clear]

La tecla [Clear] se utiliza para:

- Borrar valores mal introducidos en la tabla de control *antes* de pulsar [Enter] (cuando el * todavía está en intermitente).
- Salir del Mode/Type seleccionado antes de pulsar [Enter].
- Volver al nivel superior en tablas de control vinculadas (config, option).
- Llevar el cronómetro a cero.
- Borrar un mensaje de información y volver a la pantalla previa.
- Borrar mensajes de error (mensajes instantáneos, errores en datos de valores, etc.).
- Cancelar una función durante una secuencia, método, tabla horaria o tabla de análisis y cargar o almacenar secuencias y métodos.

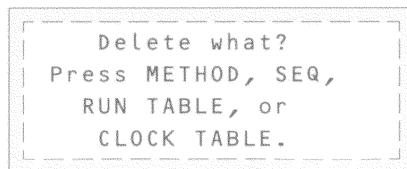


Pulsar [Clear] para cancelar

[Delete]

Borra métodos y secuencias o datos de la tabla de análisis o la horaria.

Pulsar [Delete]

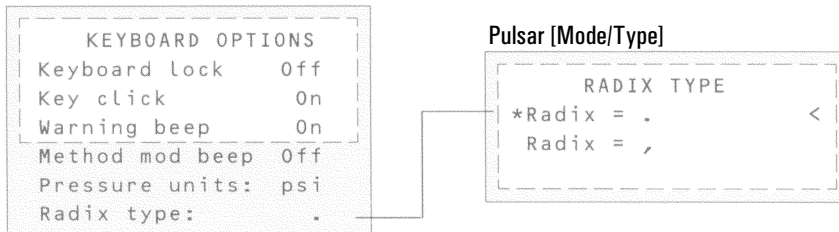


[Delete] aborta el proceso de ajuste de la compensación para los detectores de nitrógeno-fósforo (NPD) y de captura electrónica (ECD), sin interrumpir otros parámetros del detector.

[.]

Es el símbolo del decimal. Este parámetro puede cambiarse de un punto a una coma decimal en la tabla de control de opciones del teclado, que está vinculada a la tabla de control de opciones (Options).

Pulsar [Options] (Opciones)



[-]

El guión se utiliza para indicar rangos de números (incluidos).

Rango de muestra: 1 a 3, pulsar [1] [-] [3]

Rango # de botella: 1 a 10, pulsar [1] [-] [1] [0]

Esta tecla también se utiliza como signo menos para los valores negativos.

Para -5, pulsar [-] [5]

Almacenaje y automatización

La [Tabla 6](#) lista las teclas de almacenaje y automatización, una breve descripción de su uso y dónde encontrar información detallada.

Tabla 6 Teclas de almacenaje y automatización de métodos y secuencias

Tecla	Utilizada para:	Más información en:
[Load]	Cargar hasta nueve métodos y cinco secuencias almacenados.	"Métodos analíticos" "Secuencias analíticas"
[Store]	Almacenar hasta nueve métodos y cinco secuencias. Los métodos y secuencias almacenados quedan etiquetados y con registro de fecha.	"Métodos analíticos" "Secuencias analíticas"
[Method]	Revisar una tabla de métodos almacenados. Puede cargar, almacenar, borrar o fijar un método por defecto.	"Métodos analíticos"
[Seq]	Revisar una tabla de secuencias almacenadas. La tecla [Seq] cambia entre la tabla de control de secuencias almacenadas y la tabla de control de definición de secuencia.	"Secuencias analíticas"
[Run Table]	Visualizar una tabla de actividades y el momento del análisis en que tienen lugar.	"Automatización del instrumento"
[Clock Table]	Mostrar la tabla de actividades programadas en el orden en que ocurren, según un reloj de 24 horas. Es posible cargar, almacenar o borrar.	"Automatización del instrumento"
[Front Injector] o [Back Injector]	Editar parámetros de control del inyector como volúmenes de inyección, lavados de muestra y disolvente, etc.	"El inyector automático de líquidos"
[Valve#]	Activar o desactivar las válvulas GSV y de selección, 1 a 8. Fija la posición de la válvula de posición múltiple.	"Control de válvulas"
[Sample Tray]	Mostrar el estado de la bandeja.	"El inyector automático de líquidos"
[Seq Control]	Iniciar, detener, pausar o reanudar una secuencia, así como visualizar su estado.	"Secuencias analíticas"

Parámetros por defecto

El software del GC incluye valores por defecto para la mayoría de los parámetros, si no se especifican otros. Estos valores son parámetros operativos razonables para inyectores y detectores. Una vez que se cambia el parámetro, su valor por defecto se borra.

En algún momento, puede desearse volver a cargar los parámetros por defecto. Esto borra todos los parámetros actuales, excepto los de los métodos almacenados, y se sustituyen por el conjunto de valores por defecto.

Procedimiento: Cargar los parámetros por defecto

1. Pulsar [Method]
2. Ir a la línea de `Set default method` y pulsar [Enter].

```
1: <empty>
2: 13:25 16 Feb 94
3: <empty>
   STORED METHODS
4: <empty>
5: 14:02 16 Feb 94
Set default method <
```

3. Aparecerá el mensaje:

```
SET DEFAULT METHOD
ENTER to load
default method.
CLEAR to cancel.
```

4. Pulsar [Enter] para cargar los parámetros por defecto.

3 Control del flujo y la presión

Desconexión del hidrógeno

Desconexión de la columna

Apertura y cierre de los flujos de gas

Corrientes con control electrónico de la neumática (EPC)

Corrientes sin control electrónico de la neumática (no EPC)

Control electrónico de la neumática (EPC)

Interpretación de las lecturas de flujo y presión

Configuración

Columnas e inyectores

Configuración de la columna

Procedimiento: Configuración de una columna capilar

Notas adicionales sobre la configuración de la columna

Configuración del gas portador

Procedimiento: Configuración del gas portador

Seleccionar un modo de columna

Modos de flujo

Modos de presión

Procedimiento: Selección de un modo de columna

Introducción del valor inicial del flujo o presión o velocidad lineal media

Procedimiento: Configuración del flujo o presión inicial y de la velocidad lineal promedio

Introducción del programa de flujo o presión (opcional)

Procedimiento: Programación de la presión o flujo en columna

Introducción del resto de los parámetros del inyector

Procedimiento: Configuración del resto de los parámetros del inyector

Detectores

Configuración del gas

Gas auxiliar

Canales auxiliares

Procedimiento: Cambio de una frita del canal auxiliar

Mantenimiento de la calibración EPC

Sensores de flujo

Sensores de presión

Condiciones del cero

Procedimiento: Llevar a cero los sensores de flujo y presión

Control no EPC

Inyectores

Purga del septum

Medida de las velocidades de flujo

Medida de velocidades de flujo con un flujómetro de burbuja

Dónde medir los flujos

Adaptadores para medir las velocidades de flujo

Procedimiento: Medición de flujos de gas con un flujómetro de burbuja

Interpretación de las medidas del flujómetro

Problemas del flujo y la presión

Un gas no alcanza el valor establecido de presión o flujo

Un gas excede el valor establecido de presión o flujo

La presión o el flujo del inyector fluctúa

El flujo medido no es igual al visualizado

Control del flujo y la presión

El cromatógrafo de gases 6890 (el GC) tiene dos tipos de control de gas. Ambos pueden estar presentes en el mismo instrumento.

- EPC—Control electrónico de la neumática. Los flujos y presiones (de inyectores, detectores y hasta tres corrientes de gas auxiliar) se configuran en el teclado.
- No EPC —Control convencional del flujo/presión. Los inyectores utilizan controladores de flujo y reguladores de presión en un módulo de neumática, a la izquierda del GC. Los controles del detector están en la parte superior del GC detrás de los detectores. Los flujos se miden con un medidor de burbuja u otro dispositivo.

Tabla 7 Controles del detector y el inyector

Tipo de módulo	Tipo de control	Localización del control
Inyector	EPC	Interna, vía teclado
Inyector	no EPC	Módulo a la izquierda
Detector	EPC	Interna, vía teclado
Detector	no EPC	Cubierta superior, detrás de los detectores
Auxiliar	EPC	Interna, vía teclado

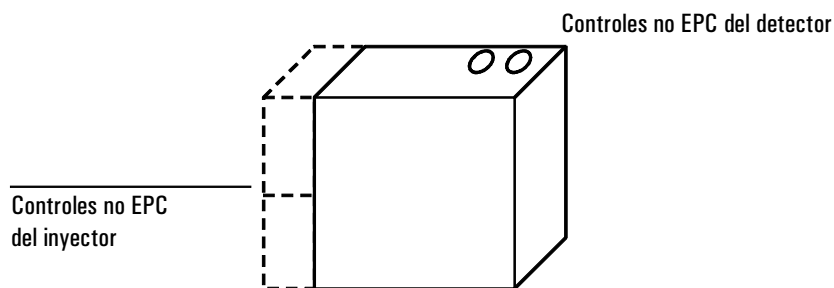


Figura 5 Localización del control

El módulo de la neumática (líneas de puntos) está presente si hay instalado un inyector sin control EPC.

Desconexión del hidrógeno

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

El GC controla las corrientes de gas en el inyector y de gases auxiliares. Si alguna de ellas se interrumpe porque no ha podido alcanzar el valor de flujo o presión establecido y si esa corriente está configurada para utilizar hidrógeno, el GC presupone que ha tenido lugar alguna fuga y realiza una *desconexión de seguridad del hidrógeno*. Los efectos son:

- La válvula de suministro de gas portador al inyector se cierra y los controles de flujo y presión se apagan.
- Se abren las válvulas de división en los inyectores “split/splitless” (con/sin división) y PTV.
- El calentador del horno y el ventilador se apagan. Las solapas de la parte posterior se abren completamente.
- Las zonas calientes más pequeñas también se apagan.

Para recuperarse de este estado, reparar la causa de la desconexión (válvula del tanque cerrada, fuga importante, otras). Apagar y encender el instrumento de nuevo.

AVISO

El GC no puede detectar fugas en las corrientes de gas del detector. Por ello, es vital que las conexiones a columna del FID, NPD y cualquier otro detector que utilice hidrógeno, tengan siempre conectada una columna o protector y que la corriente de hidrógeno esté configurada de manera que el GC pueda controlarlo.

Desconexión de la columna

Si el suministro de gas portador se desconecta, el calentador del horno se apaga para evitar dañar la columna si se calienta en ausencia del gas. Las solapas de la parte posterior se abren a medias.

Para recuperarse de este estado, reparar la causa de la desconexión (válvula del tanque cerrada, fuga importante, otras). Encender el horno y el inyector o canal auxiliar afectado de nuevo.

Apertura y cierre de los flujos de gas

Todos los flujos de gas pueden abrirse o cerrarse desde el teclado sin afectar a los valores del flujo o presión. Sin embargo, el efecto de un comando “Off” depende de si la corriente de gas está controlada electrónicamente o no.

Corrientes con control electrónico de la neumática (EPC)

Las válvulas del módulo de control EPC de gases están diseñadas para medir el gas, más que para una operación On/Off (abrir/cerrar). Cuando este tipo de válvula se lleva a la posición Off, aún puede quedar un pequeño flujo, de unos 0,2 ml/min, en ella. La pantalla mostrará este flujo incluso cuando aparezca OFF. Observar que se trata de una fuga interna, no de una fuga hacia el exterior.

Corrientes sin control electrónico de la neumática (no EPC)

Las válvulas del módulo de control de gases no EPC están diseñadas sólo para las operaciones On/Off (abrir/cerrar). Cuando están cerradas, son herméticas al gas.

Control electrónico de la neumática (EPC)

El GC puede controlar electrónicamente todos los flujos y presiones de gas del instrumento. Proporciona:

- Control del flujo y/o presión de todos los inyectores, incluida la programación del flujo y presión para el gas portador a través de la columna
- Control del flujo mediante la regulación de la presión, a través de restrictores fijos para todos los gases del detector
- Control de la presión para tres canales auxiliares
- Un modo de ahorro de gas que permite reducir el consumo de gas portador con el inyector “split/splitless”, el inyector PTV y la interfase de volátiles.
- Entrada directa de las relaciones de división, suponiendo que la columna esté configurada

El hardware de control se encuentra en la parte superior posterior del instrumento. Los valores se introducen en las tablas de control del inyector, detector o auxiliar.

Interpretación de las lecturas de flujo y presión

La tarjeta de control EPC utiliza sensores para la presión atmosférica y la temperatura de los módulos de la neumática de flujo, para eliminar las condiciones locales que causan variaciones en el tiempo de retención.

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

Por consiguiente, el flujo que aparece en el instrumento y el flujo medido con un medidor de burbuja pueden no coincidir, ya que las lecturas del medidor de burbuja representan las condiciones locales en lugar de las normales. Sin embargo, los tiempos de retención son independientes del entorno local.

MUY IMPORTANTE

El 6890 con EPC mide flujos y presiones continuamente. Esto afecta en gran medida a cómo el usuario configura el instrumento y las reglas para hacerlo son diferentes al modo convencional de cromatografía de gases. Las diferencias se describen en las próximas páginas.

Configuración

El GC identifica los inyectores y detectores EPC y la mayor parte del resto de dispositivos, realizando controles de presencia durante el encendido. Parte de la información debe introducirse manualmente. Esto se denomina configuración. Algunas cosas que se deben configurar son:

- Una descripción de la columna (opcional, pero extremadamente útil para columnas capilares)
- Inyectores y detectores no EPC (configurados en la fábrica, si se instalan allí)
- El gas portador en uso
- Algunos gases del detector (si hay opción)

La información de configuración se almacena en una sección de memoria de batería, independiente de la línea de alimentación.

Columnas e inyectores

El GC, con un inyector de control EPC, permite especificar directamente el flujo de gas en las columnas capilares. Para utilizar esta función:

1. Configurar la columna (longitud de suministro, diámetro interno y espesor de película).
2. Configurar el gas portador. (¿Qué gas se está utilizando?)
3. Seleccionar un modo de columna (flujo o presión constante, flujo o presión en rampa).
4. Introducir el valor inicial del flujo o presión o la velocidad lineal media.
5. Introducir un programa de flujo o presión (opcional).
6. Introducir el resto de los parámetros del inyector.

El resto de este capítulo está orientado para un inyector “split/splitless” (con/sin división) de columnas capilares. Si se dispone de un inyector distinto, puede aplicarse la misma discusión, pero algunos detalles varían. Los procedimientos utilizados como ejemplos en el resto de este capítulo están simplificados, ya que muestran los modos más comunes de hacer las cosas pero no todas las alternativas. Para obtener detalles completos, ver [“Introducción a los inyectores”](#) y [“Utilización de los detectores”](#).

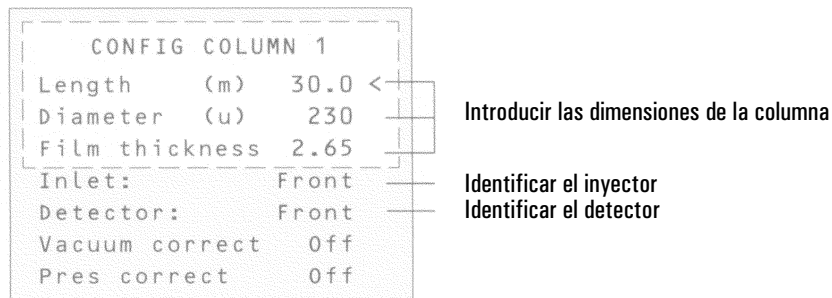
Configuración de la columna

Se define (configura) la columna capilar introduciendo su longitud, diámetro y espesor de película. Con esta información, el instrumento puede calcular el flujo a través de la columna. Esto tiene grandes ventajas cuando se utilizan columnas capilares, ya que resulta posible:

- Introducir directamente relaciones de división y permite al instrumento calcular y establecer los flujos apropiados.
- Introducir la velocidad de flujo o la presión en cabeza o la velocidad lineal media. El instrumento calcula la presión necesaria para alcanzar ese flujo o velocidad, lo fija e informa de los tres valores.
- Realización de inyecciones “splitless” (sin división), sin necesidad de medir flujos de gases.
- Elegir cualquiera de los cuatro modos de flujo (discutido en breve). Si la columna no está definida, las opciones están limitadas y varían dependiendo del inyector.

Procedimiento: Configuración de una columna capilar

1. Pulsar [Config] [Col 1] o [Config] [Col 2]. Aparece la pantalla de configuración de la columna.
2. Si fuera necesario, utilizar las teclas ▲ y ▼ para desplazar el cursor a la línea Length (longitud).



3. Introducir la longitud de la columna, en metros, seguido de [Enter].
4. Ir a Diameter, introducir el diámetro interno de la columna, en micras, seguido de [Enter].
5. Ir a Filmthickness, introducir el espesor de la película, en micras, seguido de [Enter]. La columna queda *definida*.

Si no se conocen las dimensiones de la columna (normalmente se indican con la columna) o si no desea utilizar las funciones de cálculo del GC, introducir 0, tanto para la longitud como para el diámetro. La columna quedará *no definida*.

6. Ir a Inlet y pulsar [Front] o [Back] para identificar el inyector al que está conectado la columna.
7. Ir a Detector y pulsar [Front] o [Back] para identificar el detector al que está conectado la columna.

Con esto se completa la configuración de la columna capilar. Ver [“Introducción a los inyectores”](#) y [“Utilización de los detectores”](#) para obtener más detalles.

Notas adicionales sobre la configuración de la columna

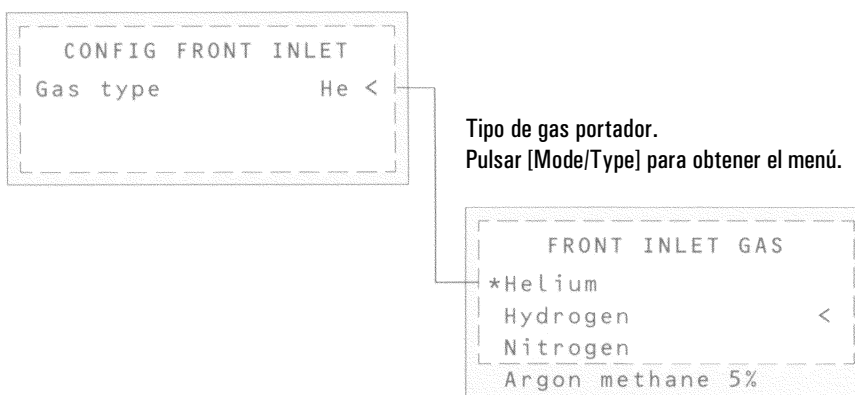
- **Vacuum correct**—Si el detector tiene salida de gases a la atmósfera, este parámetro debe estar desactivado (Off). Si alguna columna está directamente conectada a un detector selectivo de masas, el parámetro debe estar activado (On). Esto permite al GC compensar la presión atmosférica local (Off) o la presión reducida de un detector selectivo de masas (On).
- **Pres correct**—Algunos detectores, como el de emisión atómica, funcionan a presiones que no son ni la atmosférica ni la de vacío. Este parámetro permite al usuario introducir un valor apropiado de presión.
- Las columnas empaquetadas deben introducirse como no definidas. Para ello, introducir `o` como longitud o diámetro.
- Debe comprobarse la configuración de ambas columnas para verificar que especifican inyectores separados. Si sólo se está utilizando una columna, es importante que se indique la segunda para un inyector diferente, incluso aunque esté sin definir. Si no, pueden obtenerse algunos cálculos de flujo inusuales.
Es posible, y a veces apropiado, configurar ambas columnas instaladas para el mismo inyector.
- Algunos valores de la neumática cambian con la temperatura del horno ya que cambia la resistencia de la columna y la viscosidad del gas. Esto puede confundir a los usuarios que observen cambios en los valores de la neumática cuando cambian las temperaturas del horno. Sin embargo, la condición del flujo en la columna permanece como se especifica en el modo de columna (flujo o presión constante, flujo o presión a rampas) y en los valores iniciales de los parámetros.

Configuración del gas portador

El GC necesita saber qué gas portador se utiliza.

Procedimiento: Configuración del gas portador

1. Pulsar [Config] [Front Inlet] o [Config] [Back Inlet].
2. Pulsar [Mode/Type] para visualizar el menú del gas portador.



3. Desplazarse al gas que se va a utilizar. Pulsar [Enter].

Esto completa la configuración del gas portador. Ver *“Tabla de control de la columna—columnas empaquetadas o capilares sin definir”* para obtener más detalles.

Seleccionar un modo de columna

Modos de flujo

Los flujos se corrigen a condiciones NTP (temperatura y presión normales, 25°C y 1 atmósfera). Para obtener más detalles, consultar las páginas [68](#) y [99](#).

- **Constant flow**—Mantiene un flujo másico constante de gas portador en la columna, durante todo el análisis. Si la resistencia de la columna cambia debido a un programa de temperatura, la presión en la cabeza de columna se ajusta para mantener la velocidad de flujo constante. Esto puede acortar significativamente los análisis.
- **Ramped flow**—Aumenta el flujo másico en la columna durante el análisis, de acuerdo con el programa introducido. El perfil de flujo en la columna puede tener hasta tres rampas, cada una consistente en un aumento programado seguido de un periodo constante.

Modos de presión

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

- **Constant pressure**—Mantiene una presión medida constante en la cabeza de columna, durante todo el análisis. Si cambia la resistencia de la columna, la presión medida no cambia pero sí lo hace el flujo másico.
- **Ramped pressure**—Aumenta la presión medida en la cabeza de columna durante el análisis, de acuerdo con el programa introducido. Un perfil de presión en columna puede tener hasta tres rampas, cada una consistente en un aumento programado seguido de un periodo constante.

Procedimiento: Selección de un modo de columna

1. Pulsar [Col 1] o [Col 2].
2. Desplazarse a la línea `Mode`.
3. Pulsar [Mode/Type] para visualizar el menú del modo de columna.

```
COLUMN 1 (He)
Dim 30.0 m 230 u
Pressure 0.0 Off
Flow 0.0
Velocity 0.0
Mode: Constant flow <
```

Aquí aparece la elección de gas portador.

Estas son la longitud y diámetro interno de la columna, introducidos.

Pulsar [Mode/Type] para visualizar el menú del modo de columna.

```
COLUMN 1 MODE
Constant pressure <
*Constant flow
Ramped pressure
Ramped flow
```

4. Desplazarse al modo de columna que se desea. Pulsar [Enter].

Esto completa la selección del modo de columna. Lo siguiente que se debe especificar son las condiciones del inyector durante el análisis completo (si se selecciona alguno de los modos constantes) o al principio del análisis (si selecciona alguno de los modos en rampa).

Introducción del valor inicial del flujo o presión o velocidad lineal media

Si la columna está *definida*, pueden introducirse cualquiera de estas cantidades (el GC calculará y mostrará las otras dos).

Por ejemplo, puede haberse seleccionado `Constant pressure` como modo de columna. Si se decide especificar, como condición inicial, el flujo en columna. El GC calculará la presión necesaria para alcanzar este flujo (así como la velocidad lineal media) y mantendrá esta *presión* constante durante el análisis.

Si se selecciona `Constant flow` como modo y se especifica el flujo en columna como condición inicial, el GC calculará, también en este caso, la presión necesaria para alcanzar este flujo, pero ajustará la presión según sea necesario para mantener el flujo constante.

Si la columna es *no definida*, sólo puede introducirse la presión. Sigue pudiendo especificarse el flujo constante, pero el GC no puede saber cuál es el flujo.

Ver en la siguiente tabla los flujos recomendados para varios diámetros de columna. Estos son cercanos al óptimo para una amplia variedad de componentes.

Tabla 8 Tamaño de columna y velocidad de flujo del gas portador

Columna	Tamaño	Velocidad de flujo del gas portador	
		Hidrógeno	Helio
Empaquetada	1/8"		30
	1/4"		60
Capilar	50 μm d.i.	0,5	0,4
	100 μm d.i.	1,0	0,8
	200 μm d.i.	2,0	1,6
	250 μm d.i.	2,5	2,0
	320 μm d.i.	3,2	2,6
	530 μm d.i.	5,3	4,2

Estas velocidades de flujo, en ml/min a temperatura y presión normales (25°C y 1 atm) son las recomendadas para todas las temperaturas de la columna.

Para las columnas capilares, las velocidades de flujo son proporcionales al diámetro de la columna y un 20% menor para el helio que para el hidrógeno.

Procedimiento: Configuración del flujo o presión inicial y de la velocidad lineal promedio

1. Pulsar [Col 1] o [Col 2].

```

COLUMN 1
Dim  50.0 m230 u
Pressure  2.5  2.5
Flow      10.0
Velocity  74
Mode: Constant flow <

```

Longitud y diámetro interno de la columna.

Se fija uno de estos. El GC calcula los otros dos.

Modo de columna; ver abajo.

La tabla de control tendrá uno de estos, dependiendo del modo de columna seleccionado:

```

Mode: Const flow <

```

```

Mode: Const pressure <

```

```

Mode: Ramped flow <
Init flow      4.0
Init time      2.0
Rate 1         0.5
Final flow     18.0
Final time     12.0
Rate 2 (Off)   0.00

```

```

Mode: Ramped pressure<
Init pressure10.0
Init time      1.0
Rate 1         1.0
Final pressure1 25.0
Final time     15.0
Rate 2 (Off)   0.00

```

2. Desplazarse a la línea Pressure o Flow o Velocity.
3. Introducir el valor inicial deseado, después pulsar [Enter]. El GC calculará y mostrará los otros dos valores. Ajustarlos, si se quiere, repitiendo los pasos 2 y 3 pero observar que al cambiar cualquiera de ellos cambian los tres.

Esto completa el proceso de configuración de las condiciones iniciales del gas portador.

Introducción del programa de flujo o presión (opcional)

Si se selecciona el modo de columna de rampas de presión o de rampas de flujo, la tabla de control de la columna contiene datos para configurar las rampas.

Se empieza con un valor inicial, bien de presión, `Init Pres`, o de flujo, `Init Flow`, y un tiempo inicial, `Init time`. Al final de ese tiempo, se inicia la pendiente 1, `Rate 1` y continúa hasta alcanzar el valor final de presión o flujo, `Final pres` (o `Final flow`). Permanece en ese valor durante `Final time 1` (Tiempo final 1). Puede entonces añadirse una segunda y tercera rampa, cada una con su velocidad, `Rate`, un valor final, `Final value` (presión o flujo) y un tiempo final, `Final time`.

El programa termina cuando alcanza un `Rate` con valor 0 (off).

Cuando está ejecutándose un programa de flujo o presión, las líneas `Pressure`, `Flow` y `Velocity` utilizadas para establecer condiciones constantes, muestran el progreso del programa.

El programa del horno determina la duración del análisis. Si el programa de flujo o presión termina antes que el análisis, el flujo (o presión) permanecen en el último valor final.

Procedimiento: Programación de la presión o flujo en columna

1. Pulsar [Col 1] o [Col 2].

COLUMN 1		
Dim	50.0 m	250 u
Pressure	10.0	10.0
Flow		0.0
Velocity		0.0
Mode:	Ramped pres	
Init Pres		10.0
Init time		1.5
Rate 1		0.5
Final pres 1		20.0
Final time 1		2.5
Rate 2 (Off)		0.00

La presión (de este ejemplo) es el parámetro controlado; los otros son valores registrados.

Debido a que el Modo es `Ramped pres`, la rampa aparece en unidades de presión.

2. Desplazarse a `Init Pres` (o `Init flow`). Introducir el valor deseado y pulsar [Enter].
3. De modo similar, introducir un valor para `Init time`. Esto completa la parte inicial del programa (presión constante).
4. Para iniciar una rampa, introducir un valor positivo para `Rate 1`. No importa si se está programando hacia arriba o hacia abajo; la velocidad siempre es positiva.
5. Si `Rate 1` es cero, el programa termina aquí. Si se introduce cualquier otro valor, aparecen las líneas del valor final para la primera rampa y el cursor se mueve hacia la línea.
6. Introducir los valores para `Final pres 1` (o `Final flow 1`) y `Final time 1`. Con esto se completa la primera rampa.
7. Para introducir una segunda (o tercera) rampa, desplazarse a la línea `Rate` apropiada y repetir los pasos 5 y 6.

RESUMEN

Observar que, excepto cuando se selecciona el tipo de gas portador, sólo se han estudiado las tablas de columna. Esto es fundamental para el funcionamiento con éxito del 6890 con inyectores EPC.

LO PRIMERO: Configurar la columna

DESPUÉS: Configurar el resto del instrumento

Introducción del resto de los parámetros del inyector

El inyector “split/splitless” (con/sin división) tiene cuatro modos operativos:

- Split (con división): la muestra se divide entre la columna y el flujo de purga.
- Splitless (sin división): la muestra no se divide. La mayoría entra a la columna. Desde el inyector se purga una pequeña cantidad, para evitar el excesivo ensanchamiento de los picos y las colas de disolvente.
- Pulsed split (con división a pulsos): similar al “Split”, a excepción de que la presión del inyector se eleva antes y durante la inyección y recupera su valor normal en un momento especificado por el usuario. El flujo total se incrementa también, de manera que la relación de división no cambia. Esta clase especial de “programación” es independiente del programa de flujo o presión de tres rampas.

- Pulsed splitless (sin división a pulsos):

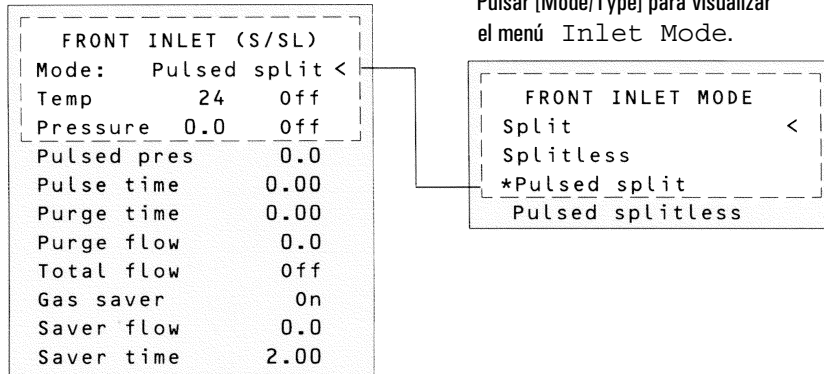
como el “Pulsed split”, pero sin división. El inyector “split/splitless” (con/sin división) tiene una característica de ahorro de gas, que reduce el flujo de gas portador que entra en el inyector y sale por la válvula de división, una vez completada la inyección. No se altera el flujo en columna.

El flujo de purga del septum se fija automáticamente en todos los inyectores EPC.

Y, por supuesto, puede controlarse la temperatura del inyector.

Procedimiento: Configuración del resto de los parámetros del inyector

1. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet].
2. Desplazarse a la línea Mode.
3. Pulsar [Mode/Type] para visualizar el menú del modo del inyector.



4. Mover el cursor hasta el modo de inyector deseado. Pulsar [Enter]. La tabla del inyector puede cambiar, dependiendo de la elección. Las posibilidades para el caso de columna definida se muestran en la página siguiente.
5. Ir a Temp. Introducir la temperatura deseada. Pulsar [Enter].
6. Si se selecciona `split`, y la columna es definida, puede introducirse directamente la relación de división.

Para obtener detalles de los parámetros del inyector, ver [“Introducción a los inyectores”](#).

Modo con división

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Split
Temp	24 Off <
Pressure	0.0 Off
Split ratio	100
Split flow	0.0
Tot flow	0.0 Off
Gas saver	0n
Saver flow	0.0
Saver time	2.00

Temperatura del inyector

Parámetros de división

Parámetros del sistema de ahorro de gas

Modo sin división

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Splitless
Temp	24 Off <
Pressure	0.0 Off
Purge time	0.00
Purge flow	0.0
Total flow	Off
Gas saver	0n
Saver flow	0.0
Saver time	2.00

Parámetros sin división

Modos a pulsos

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Pulsed Split
Temp	24 Off <
Pressure	0.0 Off
Pulsed pres	0.0
Pulse time	0.00
Split ratio	100
Split flow	0.0
Tot flow	0.0 Off
Gas saver	0n
Saver flow	0.0
Saver time	2.00

Parámetros a pulsos

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Pulse Splitless
Temp	24 Off <
Pressure	0.0 Off
Pulsed pres	0.0
Pulse time	0.00
Purge time	0.00
Purge flow	0.0
Total flow	Off
Gas saver	0n
Saver flow	0.0
Saver time	2.00

Figura 6 Tablas control para el inyector “Split/Splitless”

Detectores

Aunque los detectores con control EPC incluyen regulación de la presión, siguen siendo necesarios los reguladores externos para que el control electrónico tenga un suministro estable de gas con el que trabajar.

Pueden utilizarse bloqueos para eliminar contaminantes del suministro de gas. En ese caso, deben estar lo más cerca posible de la parte posterior del GC.

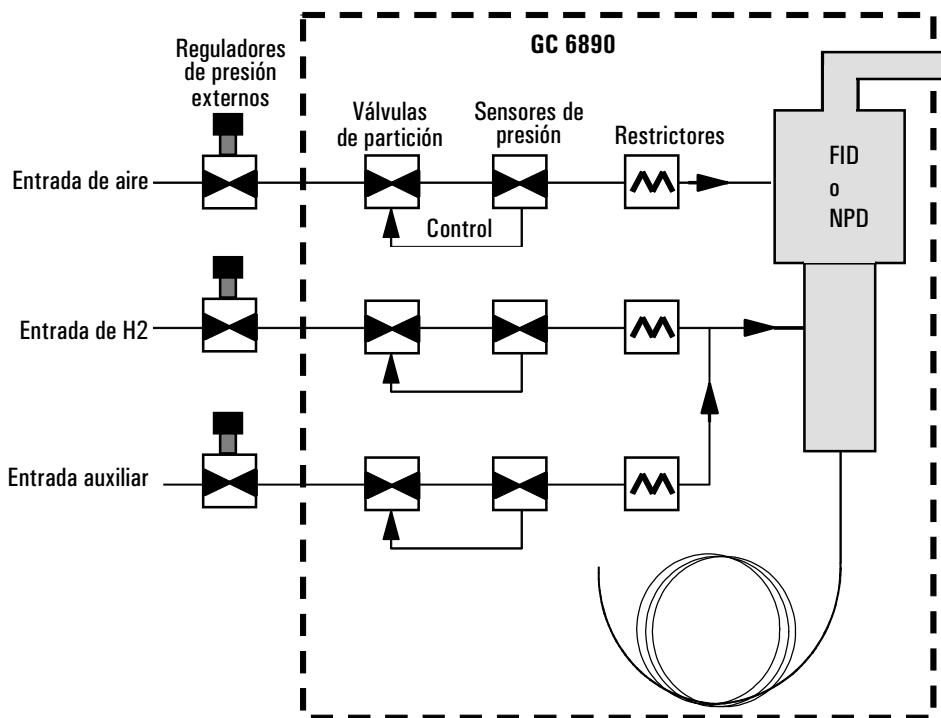


Figura 7 Conexiones internas/externas: FID y NPD con control EPC
Para obtener más detalles, ver [“Detector de ionización de llama”](#), [“Detector de nitrógeno-fósforo”](#).

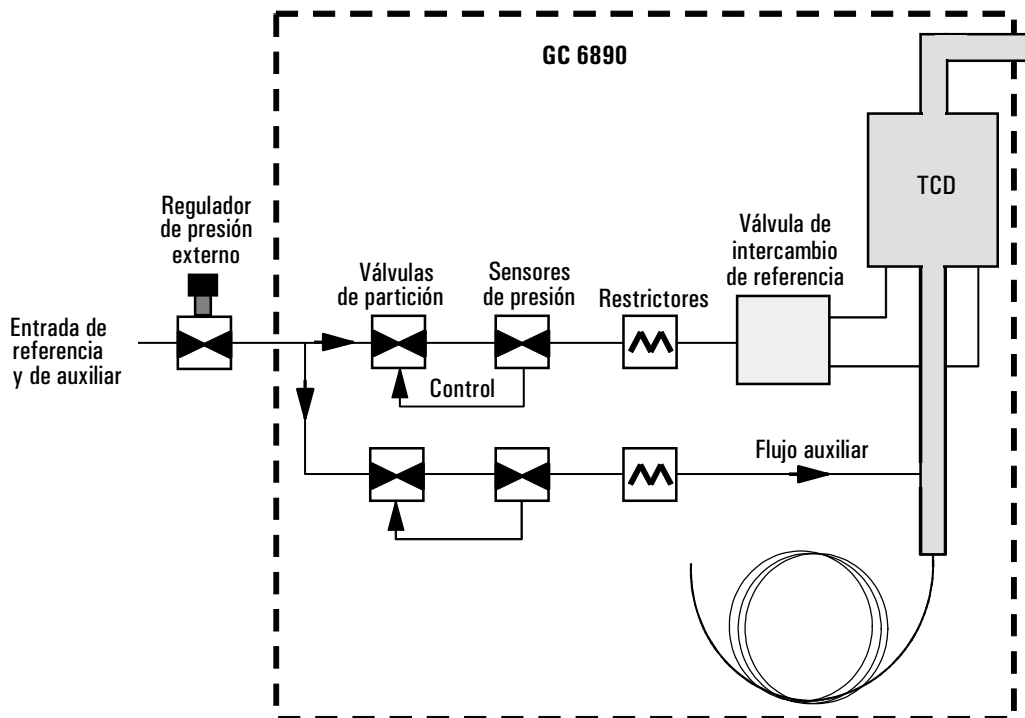


Figura 8 Conexiones internas/externas: TCD con control EPC
Para obtener más detalles, ver [“Detector de conductividad térmica”](#).

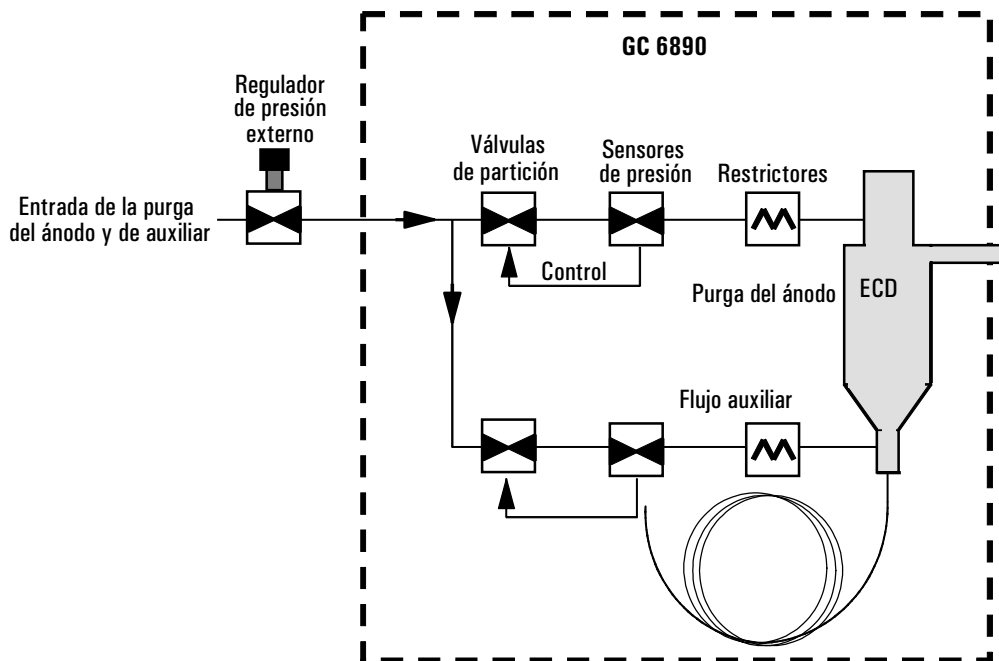


Figura 9 Conexiones internas/externas: ECD con control EPC
Para obtener más detalles, ver [“Detector de captura electrónica de micro-celda”](#).

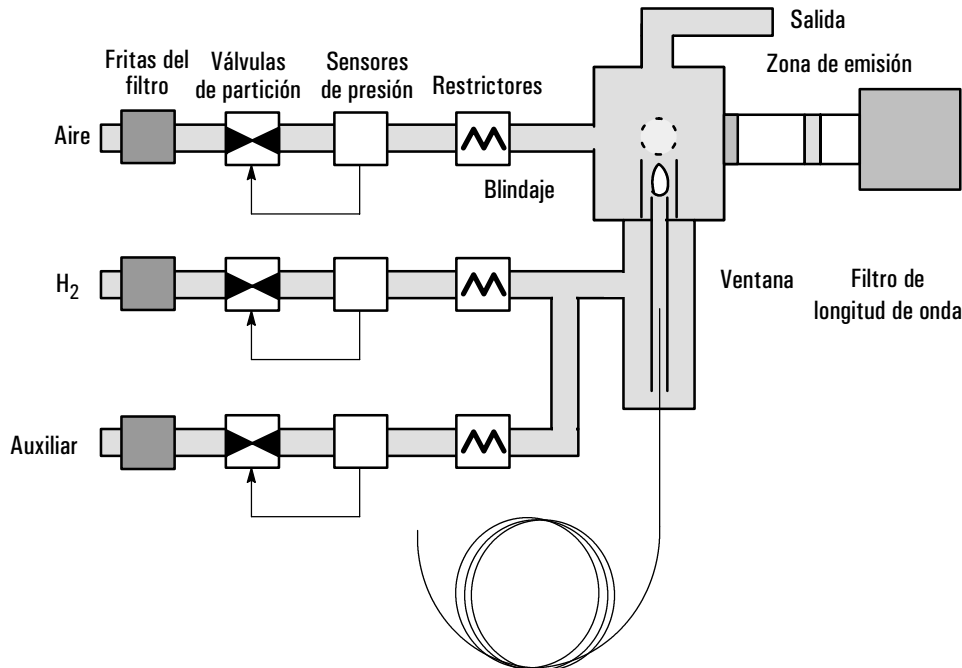


Figura 10 Conexiones internas/externas: FPD con EPC
Para obtener más detalles, ver [“Detector fotométrico de llama”](#).

Configuración del gas

El GC presupone que el hidrógeno se conecta al sitio correspondiente para el H₂ en los detectores FID, FPD y NPD, y el aire en el lugar correspondiente a la entrada de aire (ver las etiquetas en los módulos de gas con EPC).

Algunas de las posiciones permiten elegir los gases. En estos casos (la mayoría gases auxiliares), debe identificarse el gas utilizando el proceso de configuración, [Config] .

Gas auxiliar

Es posible seleccionar un flujo auxiliar constante o flujo (auxiliar + en columna) constante. Ver [“Detector de ionización de llama”](#), [“Detector de conductividad térmica”](#), [“Detector de nitrógeno-fósforo”](#), [“Detector de captura electrónica de micro-celda”](#), [“Detector fotométrico de llama”](#) para obtener más detalles, ya que varían con el tipo de detector.

Canales auxiliares

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

Si se especifica un canal auxiliar como inyector, `Inlet`, durante la configuración de la columna, el canal permite programar el tiempo del análisis así como tres rampas. El caso más común es cuando se utiliza una válvula de muestreo de gases.

Los canales auxiliares se controlan mediante un valor de presión. Para trabajar adecuadamente, debe haber una adecuada resistencia al flujo posterior al sensor de presión. El regulador de la neumática del canal auxiliar proporciona un restrictor de tipo frita para cada canal. Hay cuatro fritas disponibles:

Marca de la frita	Resistencia al flujo	Nº Referencia
Punto azul	Alta	19234-60660
Punto rojo	Media	19231-60770
Punto marrón	Baja	19231-60610
Ninguna (tubo de latón)	Zero	G1570-20540

Los tres canales llevan una frita de punto rojo cuando se entrega el instrumento.

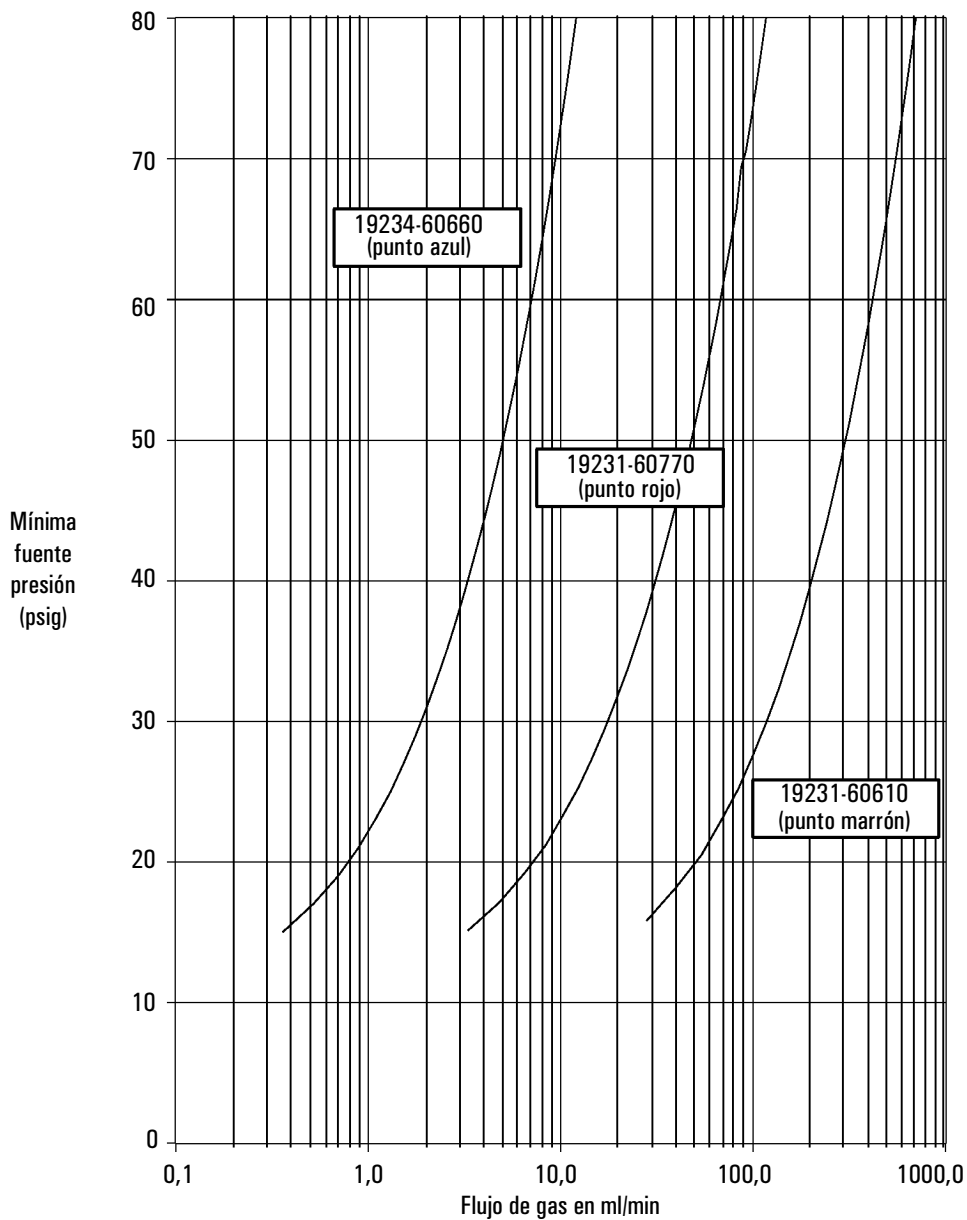
Las dos figuras siguientes muestran las relaciones aproximadas de presión/flujo para las tres fritas con punto, suponiendo que no haya una resistencia adicional significativa posterior a las fritas.

Si se instala la frita de resistencia nula, el usuario debe inducir resistencia al flujo y generar las relaciones presión/flujo.

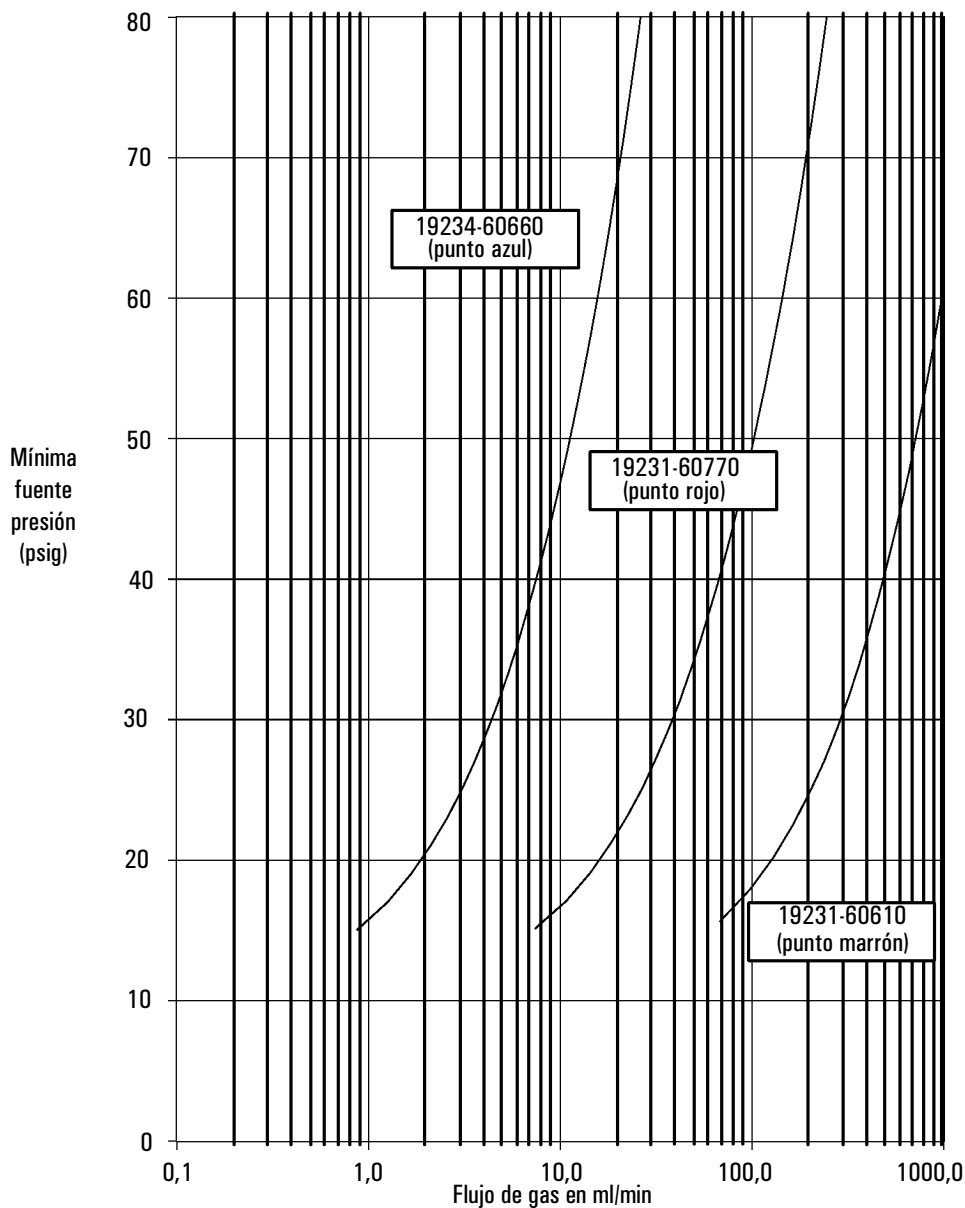
AVISO

Cuando se utiliza hidrógeno, se pueden generar flujos peligrosamente elevados, si la resistencia al flujo es insuficiente después del tubo de suministro. Utilizar siempre la frita de resistencia alta (punto azul) o media (punto rojo) con el hidrógeno.

Requisitos de presión para restrictores de flujo AUX EPC
con aire, nitrógeno o helio
(condiciones ambientales: 25°C, 14,7 psia)

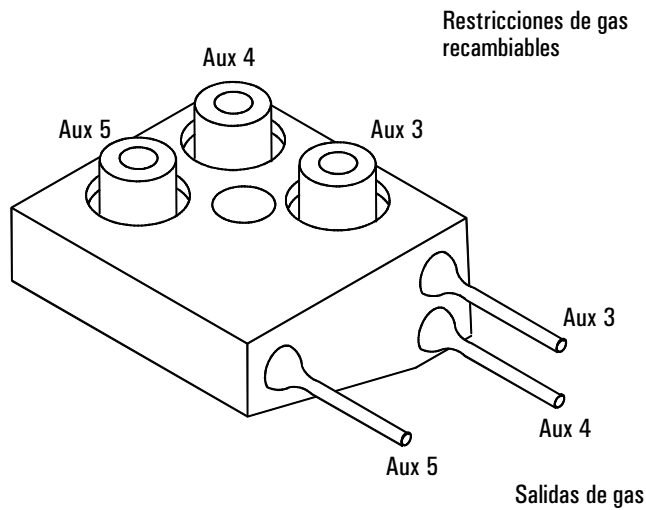


Requisitos de presión para restrictores de flujo AUX EPC
 con hidrógeno
 (condiciones ambientales: 25°C, 14,7 psia)



Procedimiento: Cambio de una frita del canal auxiliar

1. Localizar el bloque que conecta los tres tubos de salida de gas de los canales auxiliares al módulo de la neumática.
2. Retirar el tornillo que sujeta el bloque al módulo de la neumática. Separar el bloque del módulo y girarlo de manera que las fritas queden en la parte superior.



3. Retirar la frita a cambiar del bloque. Retirar también la arandela que la sella.
4. Colocar una arandela en la frita nueva. Colocar la combinación arandela/frita, en el bloque.
5. Conectar de nuevo el bloque al módulo de la neumática. Apretar el tornillo firmemente.

Mantenimiento de la calibración EPC

Los módulos de control del gas con EPC contienen sensores de flujo y/o presión calibrados en fábrica. La sensibilidad (pendiente de la curva) es bastante estable, pero la compensación del cero requiere una actualización periódica.

Sensores de flujo

Los módulos del inyector con/sin división y empaquetadas con purga utilizan sensores de flujo. Si la función `Auto flow zero` (flujo automáticamente a cero) (ver [página 54](#)) esta activada, el flujo se lleva a cero automáticamente después de cada análisis. Esta es la forma recomendada. También puede llevarse a cero manualmente (ver la página siguiente).

Sensores de presión

Todos los módulos de control EPC utilizan sensores de presión. Pueden llevarse a cero individualmente o como grupo. No hay posibilidad de cero automático.

Condiciones del cero

IMPORTANTE Los sensores de flujo se llevan a cero con el gas portador conectado y fluyendo. En cambio en los sensores de presión se realiza con la línea de suministro de gas desconectada del módulo de control del gas.

Tabla 9 Intervalos de cero en el sensor de flujo y presión

Tipo de sensor	Tipo de módulo	Intervalo de cero
Flujo	Toda	Usar <code>Auto flow zero</code>
Presión	Inyectores	
	Columnas empaquetadas	Cada 12 meses
	Columnas capilares pequeñas (d.i. 320 µm o inferior)	Cada 12 meses
	Columnas capilares grandes (d.i. > 320 µm)	A los 3 meses, a los 6 meses y a partir de entonces, cada 12 meses
	Canales auxiliares	Cada 12 meses
	Gases del detector	Cada 12 meses

Procedimiento: Llevar a cero los sensores de flujo y presión**Para llevar a cero el sensor de flujo o presión en un módulo específico**

1. Pulsar [Options], ir a "Calibration" y pulsar [Enter]
2. Ir al módulo para llevarlo a cero y pulsar [Enter]

```

CALIB FRONT DETECTOR
H2 zero          0.0 <
H2 flow          0.0
Oxidizer zero   0.0
Oxidizer flow   0.0
Makeup zero     0.0
Makeup flow     0.0
Factory calibration
  
```

Nota: Tras la calibración a cero o del flujo, la línea Factory Calibration se sustituye por la hora y fecha de la recalibración. Para recuperar la calibración de fábrica, seleccionar la línea de la hora y fecha y pulsar [Delete]. Así se destruye la calibración del usuario.

3. Ir a la línea del cero y pulsar [Info]

```

CAL FLOW ZERO INFO
Press ON to zero.
Will momentarily
disrupt inlet flow.
  
```

o

```

CAL PRES ZERO INFO
Press ON to zero
after applied
pressure = 0
  
```

4. Para cancelar, pulsar [Clear]
5. Para llevar a cero el flujo, verificar que el gas portador esté conectado y abierto.
6. Pulsar [On] para llevar a cero o [Clear] para cancelar.

4. Para cancelar, pulsar [Clear]
5. Para llevar a cero la presión, verificar que la línea de suministro de gas no está conectada.
6. Pulsar [On] para llevar a cero o [Clear] para cancelar.

Para llevar a cero todos los sensores de presión en todos los módulos

1. Pulsar [Options], ir a "Diagnostics" y pulsar [Enter]
2. Ir a "Electronics" y pulsar [Enter]
3. Ir a "Pneumatics Board" y pulsar [Enter]
4. Ir a "Zero all p sensors" y pulsar [Info]

```

ZERO P SENSORS INFO
Press ON to zero
all pres sensors,
when applied pres=0
  
```

5. Para cancelar, pulsar [Clear]
6. Para llevar a cero, verificar que las líneas de suministro de gas estén desconectadas de todos los módulos.
7. Pulsar [On] para llevar a cero o [Clear] para cancelar.

Control no EPC

Las tablas de control del gas de un inyector sin control electrónico de la neumática (EPC) proporcionan un control on/off, pero no controlan la velocidad de flujo ni la presión. Deben fijarse manualmente y verificarse con un medidor de burbuja u otro flujómetro. Consultar su manejo en la página [96](#).

Inyectores

Los reguladores de presión, controladores de flujo y otros controles para los inyectores no EPC, se localizan en un módulo a la izquierda del GC. Ver [“Introducción a los inyectores”](#) para obtener más información sobre su funcionamiento.

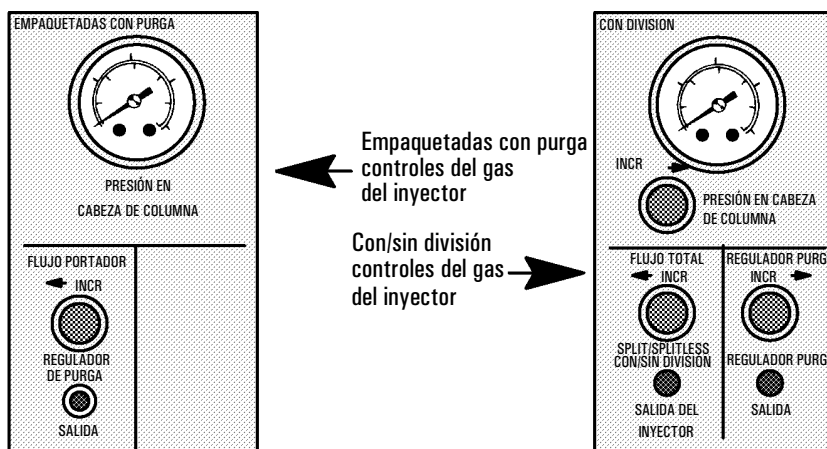


Figura 11 Controles de gas del inyector no EPC

Purga del septum

El flujo de purga del septum se fija automáticamente en el inyector de empaquetadas con purga no EPC; puede medirse en una salida del panel frontal. La purga del septum es ajustada por el usuario en el inyector “split/splitless” (con/sin división) sin control EPC.

Medida de las velocidades de flujo

Esta sección describe cómo medir las velocidades de flujo en el GC y como convertirlas a las condiciones utilizadas por el GC. Si el GC utiliza un control electrónico de la neumática, tener en cuenta que los sensores de flujo y presión son a menudo más precisos que los económicos y anticuados medidores de flujo o flujómetros. Si se puede, establecer un flujo o presión **calibrado**, compatible en cierta medida con el GC (tras la conversión a NTP; ver [página 99](#)) que verificará que los reguladores del GC operan correctamente y no necesitan sustituirse.

Medida de velocidades de flujo con un flujómetro de burbuja de burbuja

Un flujómetro de burbuja es una herramienta muy básica y fiable para medir flujos de gas. Crea un menisco de burbuja a través del tubo por el que fluye el gas. El menisco actúa como barrera y su movimiento refleja la velocidad del gas a través del tubo. La mayoría de los flujómetros tienen secciones de diferente diámetros, de manera que pueden medir, adecuadamente, amplio rango de flujos.

Un flujómetro de burbuja con rangos de velocidad de 1, 10 y 100 ml/min es adecuado para medir tanto las velocidades de flujo bajas (las de los gases portadores) como las altas (la del aire del FID).

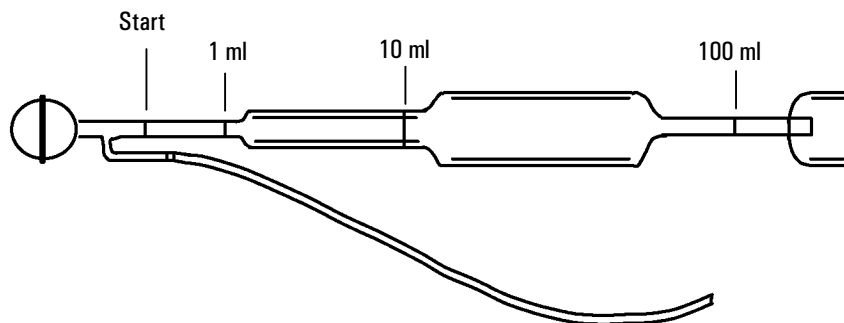
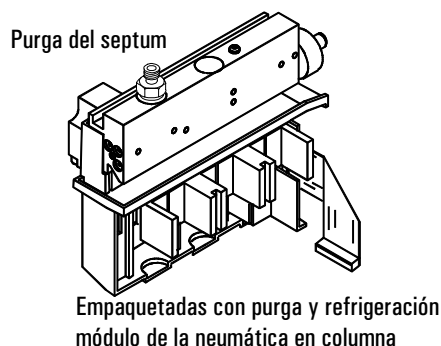
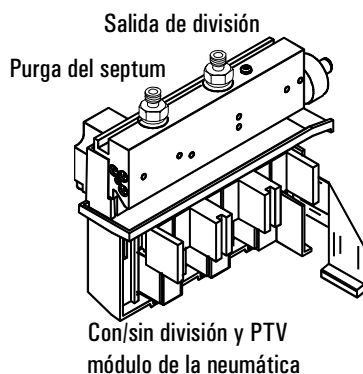


Figura 12 Medidor de burbuja de tres volúmenes

Dónde medir los flujos

Inyectores EPC: Los flujos de purga del septum y de salida con división salen a través del módulo de la neumática situado en la parte posterior del GC.



Detectores: Medir todos los flujos, incluyendo el del portador, a la salida del detector. Utilizar las tablas de control para seleccionar un gas cada vez.

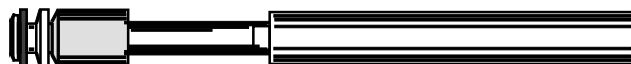
Inyectores no EPC: Las salidas de flujo están en el panel frontal. Ver la [Figura 11](#).

Adaptadores para medir las velocidades de flujo

Un tubo adaptador de goma se acopla directamente a una salida de gases de un NPD, ECD o TCD.



Se incluye un adaptador separado para el FID y detectores similares. Insertar el adaptador en la salida de gases del detector, tanto como sea posible. Se debe apreciar resistencia a medida que se introduce la arandela del adaptador en la salida de gases del detector. Girar y empujar el adaptador durante su inserción, para asegurar un buen sellado.



Procedimiento: Medición de flujos de gas con un flujómetro de burbuja**Herramientas:**

- Flujómetro de burbuja graduado a 1, 10 y 100 ml. Bulbo medio relleno de agua jabonosa.
- Adaptador para el detector o la salida
- Cronómetro interno del GC

AVISO

No medir hidrógeno junto con aire u oxígeno. Pueden crearse mezclas explosivas que pueden encenderse con el encendedor automático.

Para evitar este peligro:

Apagar el encendedor automático antes de comenzar.

Medir siempre los gases por separado.

1. Acoplar la línea de entrada del flujómetro de burbuja a la conexión donde se va a medir el flujo. Utilizar el adaptador apropiado, si fuera necesario.
2. Mantener el flujómetro vertical (apretar y soltar el bulbo para crear un menisco en el flujómetro). Hacerlo varias veces para humedecer las paredes antes de tomar medidas.
3. Pulsar [Time] para acceder a la pantalla del cronómetro. Apretar el bulbo.
4. Pulsar [Enter] para iniciar el cronómetro, cuando el menisco pase por la línea START (inferior) del flujómetro de burbujas.
5. Pulsar [Enter] de nuevo para detener el cronómetro, cuando el menisco pase por la línea de 1 ml, 10 ml o 100 ml.
6. Calcular la velocidad de flujo en ml/min a partir del valor de $1/t$:
 - Si se utiliza la línea de 1 ml, la velocidad de flujo en ml/min = $1/t$.
 - Si se utiliza la línea de 10 ml, la velocidad de flujo en ml/min = $10 \times 1/t$.
 - Si se utiliza la línea de 100 ml, la velocidad de flujo en ml/min = $100 \times 1/t$.
7. Pulsar [Clear] para reiniciar el cronómetro. Repetir la medida al menos una vez, para verificar el flujo.

Interpretación de las medidas del flujómetro

Las medidas del flujómetro de burbuja proporcionan velocidades de flujo a la temperatura y presión atmosférica local. Los flujómetros electrónicos pueden calibrarse para temperaturas distintas a 25°C o presiones distintas de 1 atm. Sin embargo, la pantalla del GC muestra valores corregidos para las condiciones de Temperatura y Presión Normales (NTP). Si no se corrige la velocidad de flujo del medidor a las condiciones normales, las lecturas no estarán de acuerdo con el GC.

Para convertir las medidas de la velocidad de flujo a las condiciones normales (25°C y 1 atmósfera), es preciso conocer:

- La presión atmosférica local o la presión calibrada en el medidor electrónico
- La temperatura del flujómetro de burbuja en el momento de la medida o la temperatura de calibración del medidor electrónico.

La conversión es:

$$\text{Vel. flujo a NTP} = \frac{\text{Vel. flujo}_{\text{local}} \times 298 \times \text{Presión}_{\text{local}}}{\text{Temperatura}_{\text{local}}}$$

donde:

Vel. flujo a NTP es el flujo en ml/min corregido a temperatura (25°) y presión (1 atmósfera) normales

Vel. flujo_{local} es el flujo en ml/min medido por el flujómetro

Temperatura_{local} es la temperatura del flujómetro de burbuja en el momento de la medida o la temperatura de calibración del medidor. Unidades en grados Kelvin (Kelvin = Centígrados + 273).

Presión_{local} es la presión atmosférica en el momento de la medida o la temperatura de calibración del medidor. Unidades en atmósferas (1 atm = 1,01325 bars = 760 Torr = 760 mm Hg (a 0°C) = 101,325 kPa = 14,7 psi).

Problemas del flujo y la presión

Un gas no alcanza el valor establecido de presión o flujo

El gas no puede alcanzar la presión introducida en el teclado. Si un inyector EPC no alcanza su valor de presión, se desconectará al cabo de un tiempo determinado por el tipo de inyector:

Tipo de inyector	t. antes de la desconexión
Empaq. con purga, refrig. en columna	2 minutos
Split/splitless, PTV, interfase volátiles	5,5 minutos
Auxiliar	4 minutos

- La presión de suministro de gas es demasiado baja para alcanzar el valor establecido. La presión a nivel de suministro debe ser al menos 10 psi superior al valor establecido deseado.
- Hay una gran fuga en el sistema. Utilizar un detector electrónico para localizarlas; corregirlas. No olvidar comprobar la columna (una columna rota es una fuga enorme).
- Si se utiliza un sistema de ahorro de gas, asegurarse de que la velocidad de flujo del mismo sea lo suficientemente elevada para mantener la máxima presión en la cabeza de columna utilizada durante el análisis.
- El flujo es demasiado bajo para la columna utilizada.
- La columna está taponada o mal instalada.
- El sensor de presión del inyector o detector no está funcionando correctamente. Contactar con Agilent.

Si se utiliza un inyector “split/splitless” (con/sin división), PTV o interfase de volátiles:

- La relación de división es muy baja. Aumentar el flujo con división.
- La válvula de control de partición del inyector está atascada por contaminación u otro fallo. Contactar con Agilent.

Si se utiliza un inyector para empaquetadas con purga o de refrigeración en columna:

- La válvula de control del inyector está atascada, cerrada, por contaminación u otro fallo. Contactar con Agilent.

Un gas excede el valor establecido de presión o flujo

- El sensor de presión para ese dispositivo no está funcionando correctamente. Contactar con Agilent.

Si se utiliza un inyector “split/splitless” (con/sin división), PTV o de interfase de volátiles

- La relación de “split” (división) es demasiado alta. Reducirla.
- La válvula de control de partición está atascada, cerrada. Ponerse en contacto con Agilent.
- La trampa de la línea de salida de “split” está contaminada. Ponerse en contacto con Agilent.

Si se utiliza un inyector para empaquetadas con purga o de refrigeración en columna:

- La válvula de control de partición está atascada, abierta. Ponerse en contacto con Agilent.

La presión o el flujo del inyector fluctúa

Una fluctuación en la presión del inyector causará variaciones en la velocidad de flujo y en los tiempos de retención durante el análisis.

- Hay una pequeña fuga en el sistema. Utilizar un detector electrónico para localizarlas; corregirlas. También deben comprobarse las fugas en las conexiones de suministro de gases.
- Hay grandes restricciones presentes, como obstrucciones en el alineador o en el bloqueo de la salida de “split” (división), en los inyectores “split/splitless” (con/sin división) o PTV. Asegurarse de utilizar el alineador adecuado. Cambiar los alineadores con grandes caídas de presión debidas al diseño o empaquetamiento compacto. Si el alineador no parece ser la causa del problema, el bloqueo de la salida de “split” (división) puede estar bloqueado. Contactar con Agilent.

- Cambios extremos en la temperatura ambiente durante los análisis. Corregir el problema de temperatura del laboratorio o trasladar el instrumento a un sitio mejor.
- Se han añadido grandes volúmenes al sistema (esto puede ocurrir si se está utilizando una válvula de muestreo). Disminuir el volumen de muestra. Utilizar inyectores EPC que corrigen las variaciones de temperatura y presión.

El flujo medido no es igual al visualizado

Si se ha comprobado el flujo en un inyector con un flujómetro de burbuja, corregido la medida a condiciones normales y descubierto que no coincide con el flujo calculado que aparece en el GC.

- La longitud, el diámetro interno de la columna o el tipo de gas, no están configurados correctamente. Introducir la información correcta. Pulsar [Config] [Column 1] o [Config] [Column 2] para introducir las especificaciones de la columna. Pulsar [Config] [Front Inlet] o [Config] [Back Inlet] para introducir el tipo de gas. Si se ha cortado una cantidad considerable de una columna capilar, su longitud actual puede que no coincida con la original. Configurar la columna con una nueva longitud.
- No se ha introducido un nuevo valor de presión después de haber seleccionado el modo de flujo constante. Introducir una nueva presión cada vez que el flujo constante se active o desactive.
- Se está utilizando una columna WCOT corta (<15 m) de 0,58 a 0,75 mm de d.i. con un inyector de capilares “split/splitless” (con/sin división). El controlador de flujo total está programado para un valor alto, lo que crea alguna presión en el inyector y provoca flujo en la columna, incluso aunque el valor programado de presión sea cero. (En estas situaciones, puede mostrarse en pantalla la presión actual incluso con un valor programado de cero). Con columnas cortas, de 530 a 750 mm, mantener la velocidad de flujo total tan baja como sea posible (por ejemplo, 20 a 30 ml/min). Instalar una columna más larga con mayor resistencia (por ejemplo, de 15 a 30 m).
- La línea de la salida de división puede estar parcialmente taponada, creando una presión en el inyector mayor que el valor establecido. Sustituir la línea.
- Se está usando un detector selectivo de masas y no se ha seleccionado la compensación de vacío.

4 Horno de la columna

Capacidades del horno

Seguridad del horno

Configuración del horno

Procedimiento: Configuración de un análisis isotérmico

Realización de un análisis de temperatura programada

Parámetros para programar la temperatura del horno
Velocidades de las rampas del horno

Procedimiento: Configuración de un programa de rampa individual

Procedimiento: Configuración de un programa de múltiples rampas

Cromatografía rápida

Horno de rápido calentamiento
Configuración del horno

Utilización del inserto del horno en cromatografía rápida

Para instalar el inserto del horno
Retirada del inserto

Funcionamiento criogénico

Parámetros de control criogénico

Horno de la columna

Capacidades del horno

Capacidades	Rango
Rango de temperatura	-80°C (N ₂ líquido) o -60°C (CO ₂) al límite configurado
Temperatura máxima	450°C
Programación de la temperatura	Hasta seis rampas
Tiempo máximo de análisis	999,99 minutos
Velocidades de la rampa de temperatura	0 a 120°C/min, dependiendo de la configuración del instrumento

El horno soporta dos inyectores y dos detectores, hasta cuatro válvulas en una zona calentada sobre el horno y dos válvulas en el interior del horno, además de columnas capilares o empaquetadas.

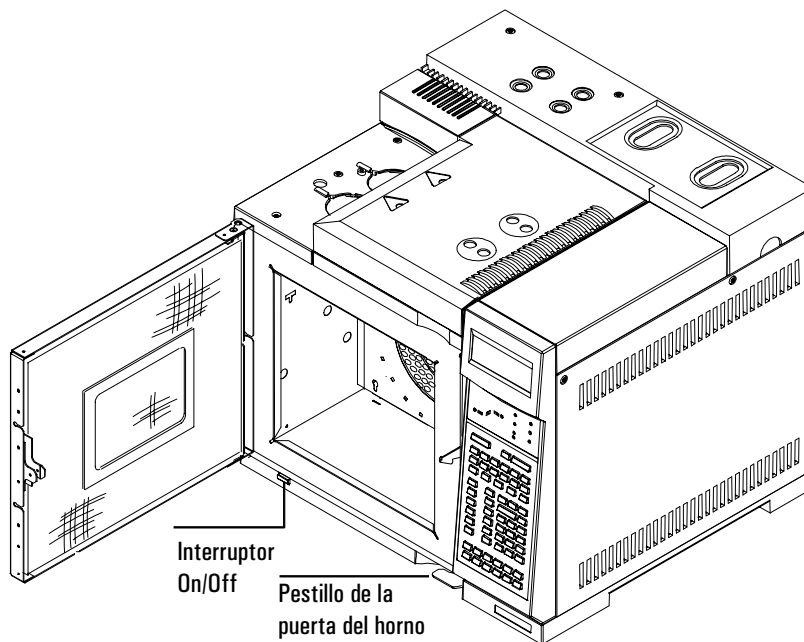


Figura 13 Horno de la columna

Seguridad del horno

Por seguridad, al abrir la puerta del horno se apagan el calentador, el ventilador y la válvula criogénica (si hubiera) pero se mantienen sus valores en memoria.



```
OVEN
Temp 350 door open
Init time      2.00
Rate 1(off)   0.00
```

Al cerrar la puerta, el horno vuelve al funcionamiento normal.

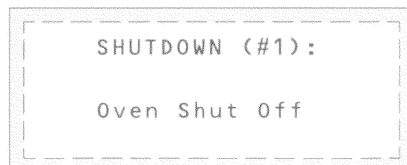
Si el horno no puede alcanzar o mantener un valor introducido de temperatura durante el funcionamiento normal por encima de la temperatura ambiente, se supone que existe un problema y el horno se apaga.

Los posibles problemas son:

- No funcionan las solapas de ventilación del horno
- No funciona adecuadamente el ventilador, el calentador o el sensor de temperatura del horno
- Un problema electrónico

Cuando ocurre una desconexión, parpadea la línea Off en la tabla de control del horno y el horno permanece apagado hasta que se enciende de nuevo mediante [Oven] [On] o editando el valor Temp en la tabla de control del horno.

Cuando el horno se desconecta automáticamente, aparece el siguiente mensaje:



```
SHUTDOWN (#1):
Oven Shut Off
```

Ver [“Desconexión”](#) para obtener más información sobre la desconexión.

Configuración del horno

La configuración del horno establece la temperatura máxima, el tiempo de equilibrio y los valores criogénicos, si está instalada esta opción.

Pulsar [Config] [Oven]

Máximo rango de la temperatura: 70 a 450°C

```
CONFIGURE OVEN
Maximum temp    450
Equib time      3.00 <
Cryo not installed
```

`Maximum temp` Valor permitido máximo para la temperatura del horno. Algunos accesorios, como la caja de válvulas, las válvulas y las columnas, tienen sus propios límites de temperatura. Cuando se configure `Maximum temp`, deben considerarse estos límites de manera que los accesorios no se dañen. Los valores para el horno se verifican al introducirlos; aparece un mensaje cuando se introduce un valor inconsistente con un máximo definido previamente.

```
ERROR: Out of Range
-60 to 450 deg C
Current max: 300,
set with CONFIG OVEN
```

`Equib time` Es el tiempo requerido para que se equilibre la temperatura del horno después de haberla modificado. El tiempo de equilibrado se inicia cuando la temperatura actual del horno está a 1°C del valor programado. El `Equib time` puede estar entre 0 y 999,99 minutos.

Procedimiento: Configuración de un análisis isotérmico

Un análisis isotérmico es aquel en que el horno se mantiene a temperatura constante. Para crear un análisis isotérmico, fijar Rate 1 en cero.

1. Pulsar [Oven] para acceder a la tabla de control del horno.

OVEN		
Temp	30	30 <
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	

2. Introducir la temperatura del horno para el análisis isotérmico. Observar que, probablemente, los valores serán diferentes a los utilizados en este ejemplo.

OVEN		
Temp	35	50
Init time	0.00	<
Rate 1 (off)	0.00	

3. Introducir el número de minutos (Init time) que desea que el horno permanezca a esta temperatura. Este tiempo es la duración del análisis.

OVEN		
Temp	50	50
Init time	2.00	
Rate 1 (off)	0.00	<

4. Si Rate 1 no es 0, introducir el valor cero para un análisis isotérmico.

Realización de un análisis de temperatura programada

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

Un programa de una sola rampa eleva la temperatura inicial hasta un valor final, a una velocidad especificada, y la mantiene durante un periodo de tiempo indicado.

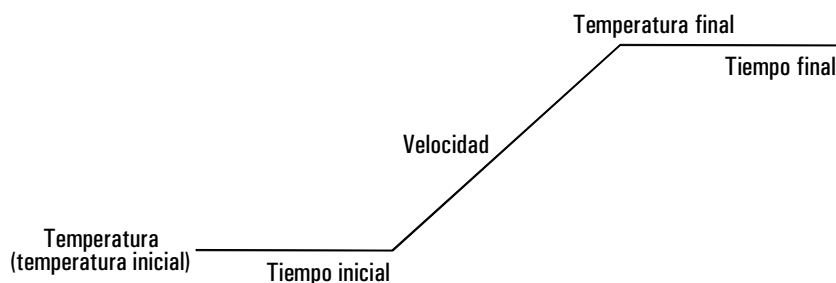


Figura 14 Rampa individual

El programa de temperatura con múltiples rampas es similar. Puede programarse el horno desde una temperatura inicial a un valor final, pero con varias velocidades, tiempos y temperaturas intermedias. Pueden programarse múltiples rampas para un *descenso* de la temperatura como para un incremento.

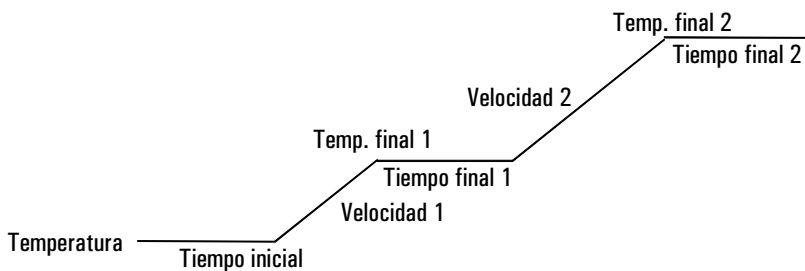


Figura 15 Rampas múltiples

Parámetros para programar la temperatura del horno

Temp Temperatura inicial de un análisis programado. Cuando el programa se inicia, este valor se copia en un parámetro temporal denominado **Init temp**. Al final del análisis, **Temp** recupera el valor de **Init temp** y el horno vuelve a la temperatura inicial.

Init temp Igual que **Temp** excepto durante un análisis programado (**Init temp** permanece constant; **Temp** cambia según indique el programa). Al cambiar **Init temp** cambia la temperatura inicial del siguiente análisis. El cambio de **Temp** causa una modificación inmediata pero el valor no se salva para el siguiente análisis.

Init time Tiempo en minutos que el horno permanecerá a temperatura inicial después de haber comenzado un análisis programado.

Rate Velocidad en °C/min a la que el horno será calentado o enfriado.

Final temp Temperatura del horno al final del periodo de calentamiento o enfriamiento.

Final time Tiempo en minutos que el horno se mantendrá a la temperatura final de un periodo de temperatura programada.

La duración total del análisis se determina por el programa de temperatura del horno. El tiempo máximo permitido para un análisis es 999,99 minutos. Si el programa sigue ejecutándose cumplido ese intervalo de tiempo, el análisis finaliza.

Velocidades de las rampas del horno

Para utilizar velocidades rápidas (se requiere tener opción a una corriente de 240 V), el servicio eléctrico debe ser capaz de suministrar $\geq 200\text{V}$ a $\geq 15\text{ Amp}$.

La velocidad más elevada que puede alcanzarse depende de muchos factores, incluyendo la temperatura ambiente, temperaturas de los inyectores y detectores, la cantidad de material dentro del horno (columnas, válvulas, etc.) y de si éste es el primer análisis del día o no. El inserto opcional del horno para la cromatografía rápida (ver [página 114](#)) aumenta las velocidades de las rampas del horno para la columna posterior. La [Tabla 10](#) lista las velocidades típicas de las rampas del horno.

Tabla 10 Velocidades de las rampas del horno

Rango de temperatura (°C)	Velocidad de la rampa del horno de 100/120 V (°C/minuto)		Velocidad de la rampa del horno de 200/220/230/240 V (°C/minuto)	
	Sin inserto	Con inserto opcional	Sin inserto	Con inserto opcional
50 a 70	75	120	120	120
70 a 115	45	95	95	120
115 a 175	40	65	65	110
175 a 300	30	45	45	80
300 a 450	20	35	35	65

Procedimiento: Configuración de un programa de rampa individual

En este ejemplo se aumenta la temperatura del horno de 50°C a 150°C a una velocidad de 10°C/minuto.

1. Pulsar [Oven] para acceder a la tabla de control del horno.
2. Introducir una temperatura inicial (Temp).

OVEN		
Temp	35	50 <
Init time		0.00
Rate 1 (off)		0.00

3. Introducir el t (Init time) que el horno ha de permanecer al valor de Temp.

OVEN		
Temp	35	50
Init time		2.00
Rate 1 (off)		0.00 <

4. Introducir la vel. (Rate 1) a la que debe aumentar la temperatura del horno.

OVEN		
Temp	35	50
Init time		2.00
Rate 1		10.00 <
Final temp		00.0

5. Introducir la temperatura final (Final temp 1).
6. Introducir el t (Final time 1) que ha de permanecer a Final temp 1.

OVEN		
Final temp 1		150
Final time 1		5.00
Rate 2 (off)		0.00 <

7. Para finalizar el programa después de Ramp 1, fijar Rate 2 a cero.

Procedimiento: Configuración de un programa de múltiples rampas

Configurar la primera rampa como se describe en la página anterior.

En un programa de temperatura multi-rampa, el `Final time` para una rampa es también el `Init time` de la siguiente. Por consiguiente, sólo hay un `Init time` (anterior a Ramp 1).

1. Introducir la velocidad (`Rate 2`) a la que se desea que aumente la temperatura del horno en la segunda rampa.
2. Introducir la temperatura final (`Final temp 2`).
3. Introducir el número de minutos (`Final time 2`) que desea que el horno se mantenga a la temperatura final.

```
OVEN
Final temp 2      250
Final time 2     10.00
Rate 3 (off)     0.00 <
```

4. Para finalizar el programa de temperatura después de Ramp 2, fijar `Rate 3` en cero.

Para añadir rampas adicionales, repetir las etapas descritas anteriormente.

Cromatografía rápida

El GC 6890 tiene varias opciones para incrementar el procesamiento y el tiempo del ciclo. Éstas son el horno de rápido calentamiento (optativo en algunos países), el inserto del horno para la cromatografía rápida (ver [página 114](#)) y la refrigeración criogénica (ver [página 117](#)).

Horno de rápido calentamiento

El horno de rápido calentamiento requiere lo siguiente:

- Un GC equipado con un horno de rápido calentamiento. Un horno de rápido calentamiento es compatible con la mayoría de los GCs con opción potencia de alimentación de 200–240 V. Un GC encargado para los Estados Unidos, Canadá, Suiza, China y Australia debe encargarse con el horno de rápido calentamiento o convertirse (contactar con el servicio de Agilent).
- El servicio eléctrico debe ser capaz de suministrar ≥ 200 V a ≥ 15 amperios.
- En los Estados Unidos, el servicio eléctrico debe ser de 240 V.

Configuración del horno

Los GCs encargados con el horno de rápido calentamiento vendrán adecuadamente configurados de fábrica. Si se convierte un horno normal a horno de rápido calentamiento y se tiene el adecuado servicio eléctrico instalado, será necesario configurar el GC para utilizar el nuevo calentador del horno adecuadamente.

AVISO

No llevar a cabo este procedimiento a menos que el GC satisfaga **todos** los criterios listados bajo [“Horno de rápido calentamiento”](#) más arriba.

La conversión de un horno normal a uno de rápido calentamiento (e inversa) requiere el cambio del calentador del horno, fusibles internos y circuito eléctrico por parte del personal cualificado de Agilent. El cambio de la configuración del horno desde el teclado sin los adecuados cambios de hardware podría dañar el instrumento y generar peligro de incendio.

-
1. Pulsar [Config], ir a [Instrument] y pulsar [Enter].
 2. Para cambiar el tipo de horno, pulsar [.][] y después [Mode/Type].
 3. Seleccionar el tipo adecuado de horno (rápido o normal) y después pulsar [Enter].

Utilización del inserto del horno en cromatografía rápida

El inserto del horno del GC 6890 de Cromatografía Rápida reduce el volumen del horno, de modo que la columna y la muestra se calientan más rápidamente, dando lugar a una mayor separación y a una cromatografía más rápida. Más aún, el horno de volumen más pequeño se refrigera más rápidamente que el horno de tamaño normal, reduciéndose el tiempo global del ciclo analítico.

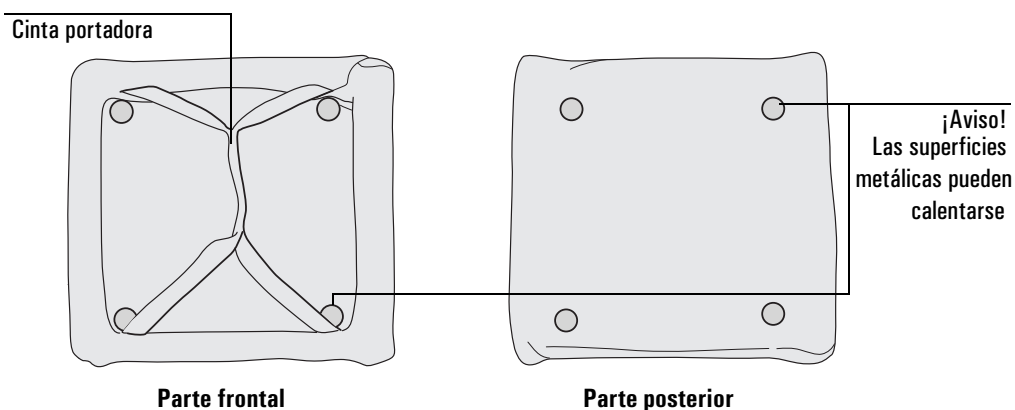


Figura 16 Inserto del horno

El inserto del horno se utiliza con cualquier inyector, columna y detector montado en la posición **posterior**. No es compatible con ningún otro accesorio que obstruya el acceso a la parte posterior del horno o requiera el uso del inyector frontal o de la parte frontal del horno.

Para instalar el inserto del horno

1. Apagar el horno del GC y dejarlo enfriar.

Precaución

Los recortes de las paredes interiores del horno pueden tener bordes afilados que podrían dañar el tejido del inserto del horno.

- Orientar el inserto del horno como se muestra en la [Figura 17](#) de abajo. Doblar el borde superior, alejándolo del usuario e insertarlo entre las conexiones de la columna para el inyector/detector frontal y el colgador de columna posterior.

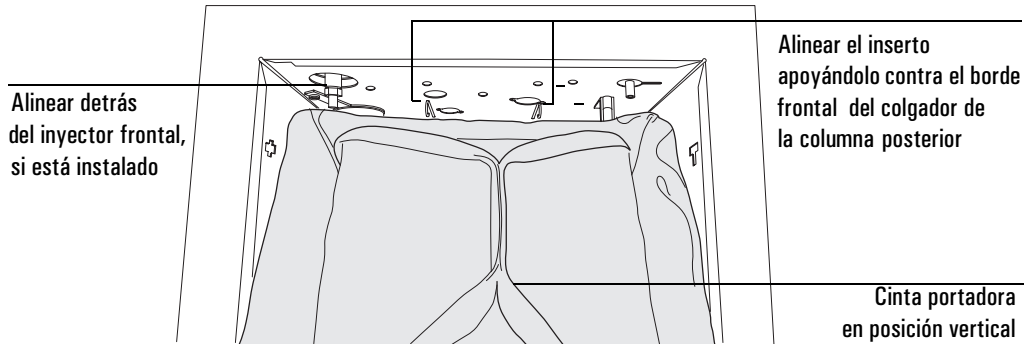


Figura 17 Instalación del inserto enfrente del colgador de la columna posterior

- Empujar el fondo del inserto en su sitio como muestra la [Figura 18](#). Mantener el inserto derecho como se muestra.
- Si hay algún detector TCD, μ -ECD o NPD instalado en la posición del detector frontal, tapar el adaptador auxiliar y establecer un flujo de purga.

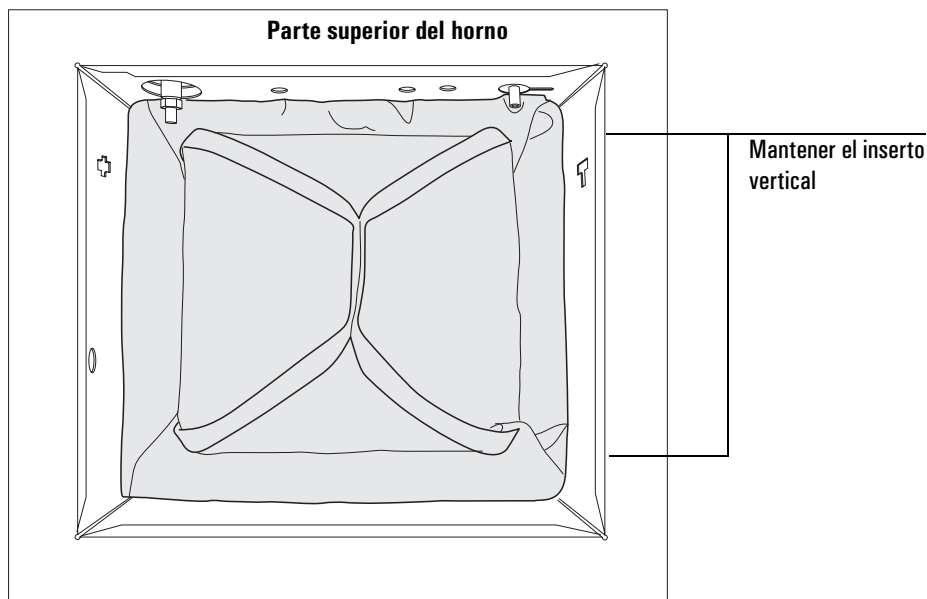


Figura 18 Inserto del horno instalado en el horno

Retirada del inserto

1. Para retirar el inserto, apagar el horno, inyector y las zonas calientes del detector y dejarlos enfriar.

AVISO

Los fijadores metálicos del inserto del horno pueden permanecer calientes incluso después de que el horno se haya enfriado. Manipular el inserto únicamente sujetándolo por su cinta portadora o utilizar guantes resistentes al calor.

2. Utilizar la cinta portadora para retirar el inserto del horno, sacando primero el borde del fondo.

Funcionamiento criogénico

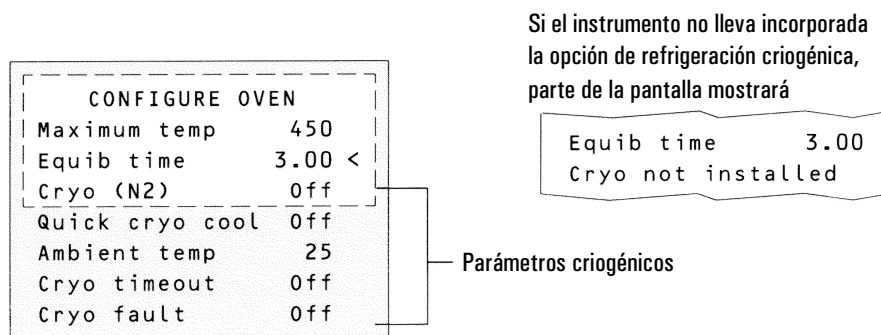
La válvula criogénica permite que el horno funcione por debajo de la temperatura ambiente. La temperatura mínima obtenible depende del tipo de válvula instalada.

El GC detecta la presencia y el tipo de válvula criogénica y desactiva los parámetros si no hay ninguna instalada. Cuando la refrigeración criogénica no sea necesaria o no se dispone de refrigerante, debe desactivarse el funcionamiento criogénico. Si no se hiciera, puede no ser posible desarrollar el control apropiado de la temperatura del horno, particularmente a temperaturas cercanas a la ambiente.

Ver [“Requisitos de la refrigeración criogénica”](#) para obtener información sobre la instalación y los refrigerantes.

Parámetros de control criogénico

Todos los parámetros criogénicos están en la tabla de control [Config] [Oven].



Cryo [ON] permite la refrigeración criogénica, [OFF] la desactiva.

Quick cryo cool Esta función es independiente de Cryo. “Quick cryo cool” hace que el horno se enfríe más rápido después de un análisis que lo que lo haría sin asistencia. Esta función es útil cuando es necesaria la máxima productividad aunque utiliza más refrigerante. “Quick cryo cool” se desactiva cuando el horno alcanza el valor programado y “Cryo” le sustituye, si fuera necesario.

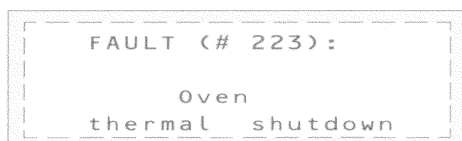
Ambient temp Temperatura del laboratorio. Este parámetro determina la temperatura a la que se activa la refrigeración criogénica:

- Temperatura ambiente + 25°C, en funcionamiento “Cryo” normal
- Temperatura ambiente + 45°C, en “Quick Cryo Cool”.

Cryo timeout Este mensaje de error se produce (y el horno se apaga) cuando el análisis no tiene comienzo en el tiempo especificado (de 10 a 120 minutos) después de que el horno se equilibre. Al seleccionar “Cryo Timeout Off” se inutiliza esta característica. Se recomienda que se mantenga encendido ya que esta función ahorra refrigerante al final de una secuencia o por si la automatización falla.

Cryo fault Desconecta el horno si no se alcanza el valor de temperatura programado después de 16 minutos de funcionamiento “cryo” continuo. Se trata del tiempo para *alcanzar* el parámetro, no para la estabilización y preparación. Por ejemplo, con un inyector de refrigeración en columna y control “cryo” en modo de seguimiento del horno, el horno puede tardar de 20 a 30 minutos en estar preparado.

Si la temperatura cae por debajo del mínimo permitido (−90°C para nitrógeno líquido, −70°C para CO₂ líquido), el horno se desconecta y muestra el siguiente mensaje:



```
FAULT (# 223):  
Oven  
thermal shutdown
```


5 Columnas y trampas

Columnas capilares

Colgador de columna

Procedimiento: Preparación de columnas capilares

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector con/sin división

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector de refrigeración en columna

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector para empaquetadas con purga

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector PTV e interfase de volátiles

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en detectores NPD y FID

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el TCD

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el μ -ECD

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el FPD

Férrulas para columnas capilares

Férrulas de grafito y Vespel grafitado

Férrulas de Vespel

Columnas empaquetadas metálicas

Sumario: instalación de columnas empaquetadas metálicas

Conexiones

Preparación de columnas empaquetadas metálicas

Procedimiento: Fabricación de un espaciador de tubo de Teflón

Procedimiento: Instalación de férrulas en una columna metálica

Procedimiento: Instalación de un adaptador en la conexión del detector

Procedimiento: Instalación de columnas empaquetadas metálicas

Férrulas para columnas empaquetadas metálicas

Columnas empaquetadas de vidrio

Sumario: Instalación de columnas empaquetadas de vidrio

Procedimiento: Instalación de columnas empaquetadas de vidrio
Férrulas y arandelas para columnas empaquetadas de vidrio

Acondicionamiento de columnas

Procedimiento: Pasos preliminares del acondicionamiento de columna
Procedimiento: Acondicionamiento de columna capilar
Procedimiento: Acondicionamiento de columnas empaquetadas

Acondicionamiento de trampas químicas

Calibración de la columna capilar (opcional)

Modos de calibración

Procedimientos de la calibración de columna

Procedimiento: Estimar la longitud o diámetro actual de la columna a partir de un tiempo de elución

Procedimiento: Estimar la longitud o diámetro actual de la columna a partir de la velocidad de flujo medida

Procedimiento: Estimar la longitud y diámetro actual de la columna

Columnas y trampas

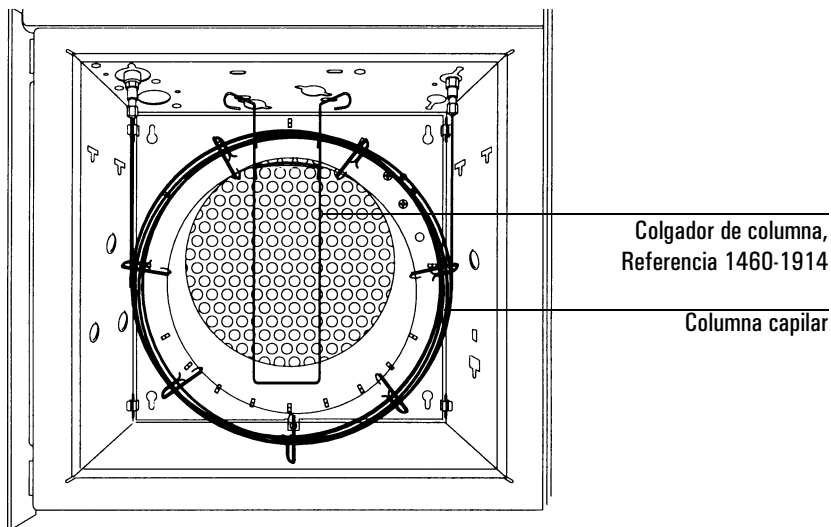
Columnas capilares

Esta sección contiene información sobre la preparación e instalación de columnas capilares en inyectores y detectores. Consultar la página [141](#) para las columnas empaquetadas metálicas y la página [151](#) para las empaquetadas de vidrio.

Colgador de columna

Las columnas capilares de Agilent están montadas sobre estructuras alámbricas que se cuelgan en un soporte adaptado al techo interior del horno.

Se puede adaptar el colgador de columnas en dos posiciones. Utilizar aquella que mejor centre la columna en el horno. Los extremos de la columna deben curvarse suavemente en las conexiones del inyector y detector. No permitir que ninguna sección de la columna quede en contacto con las superficies del horno.



Procedimiento: Preparación de columnas capilares

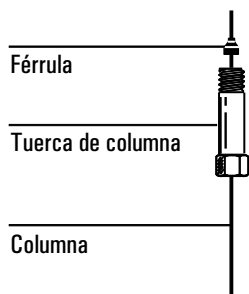
Antes de la instalación debe prepararse la columna capilar. Una preparación apropiada garantiza un extremo de columna sin picos ni contaminado con grafito u otro material.

AVISO Utilizar gafas de seguridad como protección frente a las partículas que puedan saltar al manipular, cortar o instalar columnas capilares de vidrio o sílice fundida. Tener cuidado al manejar estas columnas y evitar pincharse.

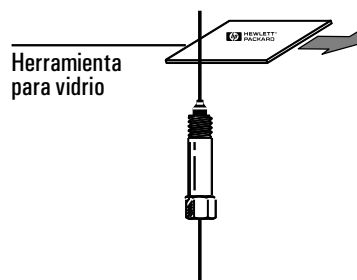
Materiales necesarios

Tuerca y férrula de columna
Columna capilar
Cortador de columnas
Loop de muestra
Isopropanol
Pañuelos de papel

1. Colocar una tuerca y una férrula en la columna capilar.



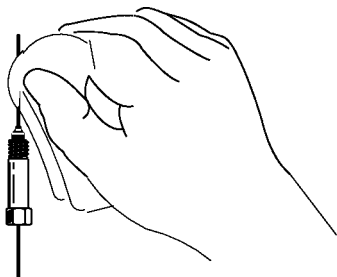
2. Marcar la columna utilizando una herramienta para vidrio. La marca debe ser cuadrada para asegurar un corte limpio.



3. Cortar el extremo de la columna sujetándola contra el cortador de columna y doblándola hacia el lado contrario. Revisar el extremo con una lupa para asegurarse de que no haya picos o esté mellado.



4. Limpiar las paredes de la columna con un pañuelo humedecido con isopropanol, para eliminar las huellas dactilares y el polvo.



Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector con/sin división

Antes de instalar la columna, asegurarse de que esté instalado el alineador adecuado. Las instrucciones para elegir e instalar alineadores se encuentran en [“Alineadores”](#).

Materiales necesarios

Tuerca y ferrula de columna

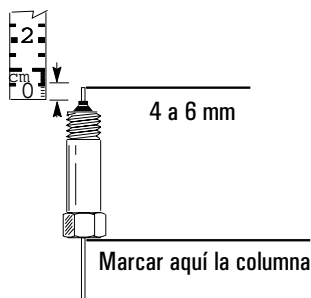
Cortador de columnas

Líquido corrector

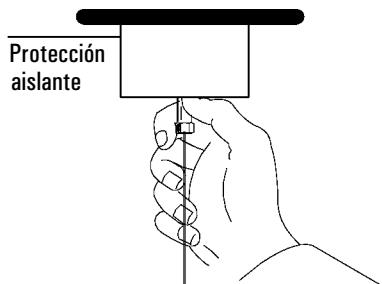
Llave inglesa de 1/4"

Regla métrica

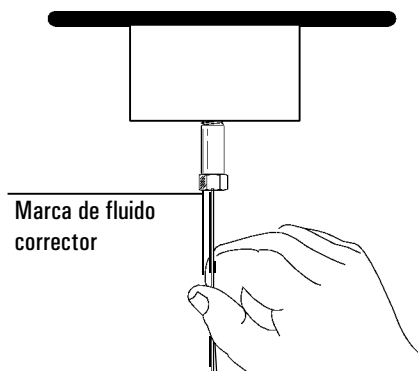
1. Preparar la columna. Consultar las instrucciones en la página [122](#).
2. Colocar la columna de manera que sobresalga de 4 a 6 mm de la ferrula. Marcar la columna con fluido corrector, a nivel de la tuerca.



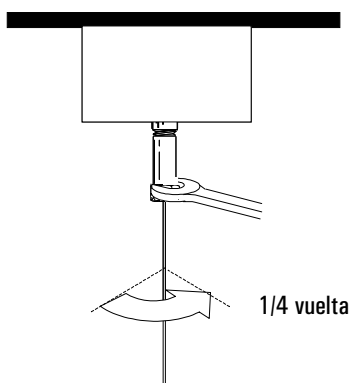
3. Insertar la columna en el inyector y deslizar la tuerca y la ferrula hacia arriba, hasta la base del inyector. Apretar a mano la tuerca, hasta agarrar la columna.



- Ajustar la posición de la columna de manera que la marca de fluido corrector coincida con la parte inferior de la tuerca.



- Apretar la tuerca de 1/4 a 1/2 vuelta adicional de manera que la columna no se salga de la conexión al tirar suavemente de ella.



- Después de instalar la columna en el inyector y detector, establecer el flujo de gas portador a través del inyector. Calentar el horno, el inyector y el detector hasta la temperatura operativa. Dejar que se enfríen y volver a apretar las conexiones.

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector de refrigeración en columna

Antes de instalar la columna, asegurarse de tener instalado el hardware adecuado para la columna y el tipo de inyección que se esté realizando. Ver [“Hardware para el inyector de refrigeración en columna”](#) para obtener información detallada.

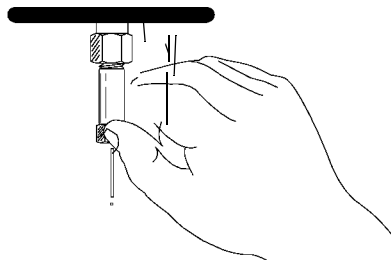
Materiales necesarios

Tuerca y ferrula de columna

Cortador de columnas

Llave inglesa de 1/4"

1. Preparar la columna. Consultar las instrucciones en la página [122](#).
2. Insertar la columna suavemente en el inyector hasta el fondo. Insertar la tuerca en la conexión del inyector y apretarla firmemente con la mano.



3. Apretar 1/4 de vuelta adicional con una llave o hasta que la columna no se mueva.
4. Si se utiliza un sistema de inyección automática con columnas de 250 μm o 320 μm , verificar la instalación empujando la jeringa manualmente en el inyector.
5. Después de instalar la columna en el inyector y detector, establecer el flujo de gas portador a través del inyector. Calentar el horno, el inyector y el detector, hasta las temperaturas de operación. Dejar que se enfríen y volver a apretar las conexiones.

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector para empaquetadas con purga

Antes de instalar una columna en este inyector, asegurarse de haber instalado un alineador capilar y un inserto de vidrio. Las instrucciones para elegir e instalar este hardware se encuentran en [“Alineadores e insertos”](#). Si no está instalada la taza aislante, empezar por el paso 1; si no empezar por el paso 4.

Materiales necesarios

Tuerca y férrula de columna

Cortador de columnas

Líquido corrector

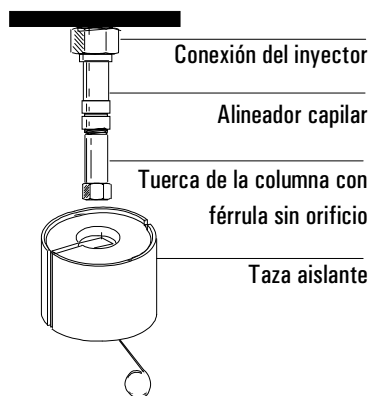
Llave inglesa de 1/4"

Regla métrica

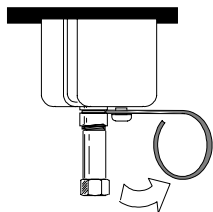
Taza aislante

Férrula sin orificio para utilizar como cierre a la hora de instalar la taza aislante.

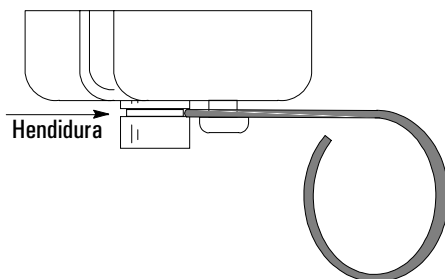
1. Instalar un tapón en la conexión del inyector.



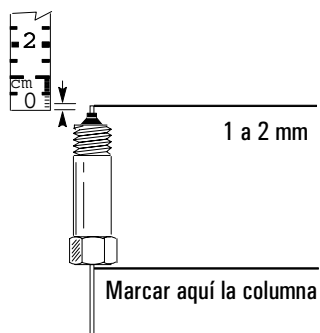
2. Instalar la taza aislante, si fuera necesario. Llevar el muelle de la taza hacia la derecha. Deslizarla sobre la conexión del inyector de manera que el aislamiento de la parte superior de la taza quede al nivel del techo del horno.



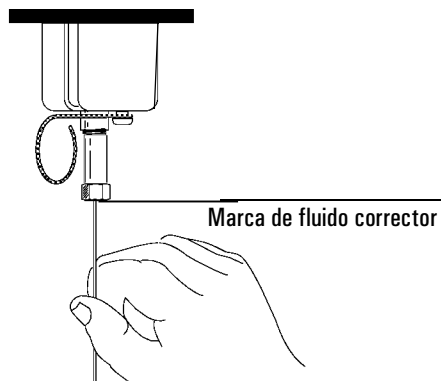
3. Colocar el muelle en la hendidura del alineador del inyector. Retirar la tuerca de la columna y apartar la ferrula sin orificio a un lado.



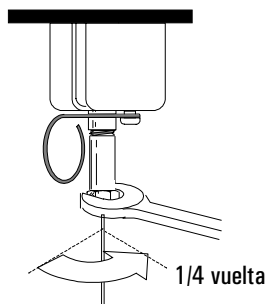
4. Preparar la columna. Consultar las instrucciones en la página [122](#).
5. Colocar la columna de modo que sobresalga de 1 a 2 mm por encima del extremo de la tuerca de la columna. Marcar la columna con fluido corrector, a nivel de la tuerca.



- Empujar la columna 1 cm hacia arriba y guiarla hacia el alineador del inyector. Deslizar la tuerca y la ferrula hacia arriba, hasta el alineador del inyector. Ajustar la posición de la columna de manera que la marca de fluido corrector coincida con la parte inferior de la tuerca. Apretar a mano la tuerca, hasta agarrar la columna.



- Apretar la tuerca de 1/4 a 1/2 vuelta adicional, de manera que la columna no se salga cuando se tire suavemente de ella.



- Después de instalar la columna en el inyector y detector, establecer el flujo de gas portador a través del inyector. Calentar el horno, el inyector y el detector, hasta las temperaturas de operación. Dejar que se enfríen y apretar de nuevo las conexiones.

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector PTV e interfase de volátiles

Los procedimientos de instalación de columna para estos dos inyectores son exclusivos para ellos. Los detalles se encuentran en [“Procedimiento: Instalación de columnas”](#) y [“Procedimiento: Instalación de columnas”](#).

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en detectores NPD y FID

Asegurarse de que esté instalado el jet adecuado en el detector, antes de instalar la columna. Los detalles sobre la elección e instalación de los jets se encuentran posteriormente en este capítulo.

Hay dos tipos de conexiones para los detectores NPD/FID:

- *Adaptable (Adaptables)*– para utilizar con columnas tanto empaquetadas como capilares
- *Capillary optimized (Optimizadas para capilares)*– para utilizar con columnas capilares únicamente. Si la conexión adaptable no tiene instalado un adaptador para capilares, empezar por el paso 1. Si se dispone de una conexión optimizada para capilares o si ya está instalado el adaptador capilar en la conexión adaptable, comenzar por el paso 5.

Materiales necesarios

Para ambos tipos de conexiones:

Tuerca y ferrula de columna

Cortador de columnas

Llave inglesa de 1/4"

Regla métrica

Líquido corrector

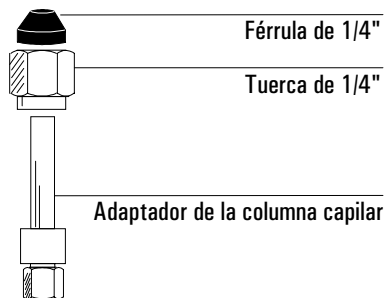
Sólo para la conexión adaptable:

Tuerca y ferrula de 1/4"

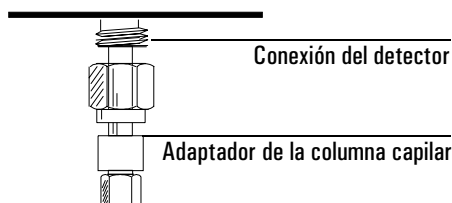
Adaptador para columnas capilares

Llave inglesa de 9/16"

1. Instalar una tuerca de latón y una ferrula de grafito/Vespel en el adaptador.

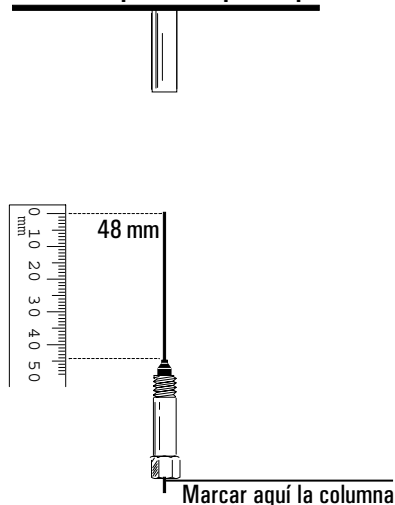
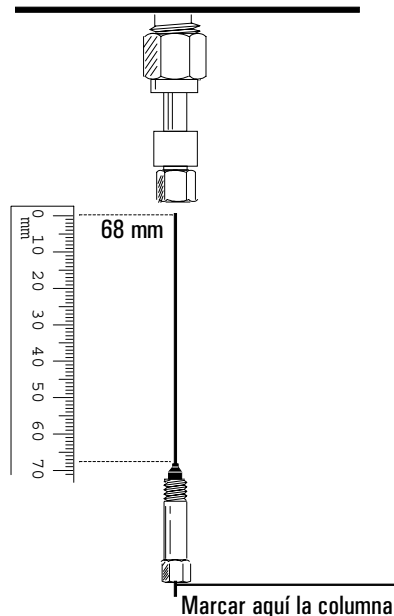


2. Insertar el adaptador en la base del detector, tanto como sea posible. Mantener el adaptador en esta posición y apretar la tuerca, a mano. Utilizar una llave para apretar la tuerca 1/4 de vuelta adicional.

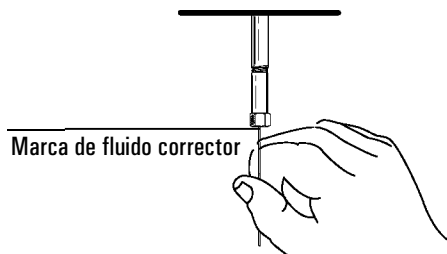


3. Preparar la columna (consultar las instrucciones en la página [122](#)). Si el d.i. de la columna es mayor de 100 mm, seguir los pasos 7-9. Si el d.i. de la columna es inferior a 100 mm, seguir los pasos 4-6, y después los pasos 8 y 9.

4. Si el diámetro interno de la columna es inferior a 100 mm:
Colocar la columna de manera que sobresalga de la férula unos 48 mm (conexión *optimizada para capilares*) o 68 mm (conexión *adaptable*). Marcar la columna con fluido corrector en el punto de coincidencia con la tuerca.

Conexión optimizada para capilares**Conexión adaptable**

5. Insertar la columna en el detector. Deslizar la tuerca y la férula hacia arriba en la columna, hasta la base del detector. Apretar a mano la tuerca, hasta agarrar la columna.
6. Ajustar la posición de la columna de manera que la marca de fluido corrector coincida con la parte inferior de la tuerca. Seguir con el paso 8.



7. Insertar suavemente la columna hasta el fondo del detector; sin intentar forzarla más.
8. Apretar la tuerca firmemente a mano, y sacar la columna aproximadamente 1 mm. Usar una llave para apretar la tuerca 1/4 de vuelta adicional.
9. Después de instalar la columna en el inyector y detector, establecer el flujo de gas portador a través del inyector. Calentar el horno, el inyector y el detector, hasta las temperaturas de operación. Dejar que se enfríen y volver a apretar las conexiones.

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el TCD

Materiales necesarios

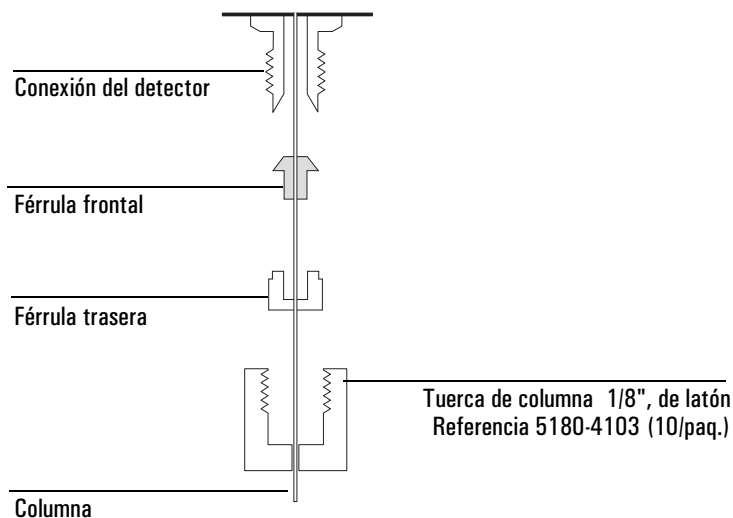
Adaptador de la columna capilar

Conjunto de tuerca y férrula de la columna

Cortador de columnas

Llaves inglesas

1. Montar las férrulas y la tuerca de latón de 1/8" en la columna tal y como se muestra.



Consultar las férrulas adecuadas en la [Tabla 11](#). Cortar un pequeño trozo de columna para retirar cualquier fragmento de férrula dentro de la columna.

2. Insertar la columna en el detector hasta que toque fondo. No intentar forzarlo.
3. Deslizar la tuerca y férrula de la columna hacia arriba hasta el detector y apretar la tuerca bien a mano.
4. Sacar la columna 1 mm. Usar una llave para apretar la tuerca 1/4 de vuelta adicional. La columna no debe moverse.

Tabla 11 Férrulas para el detector TCD

Diámetro externo de la columna	Férrula trasera	Férrula frontal
0,8 mm	G1530-80400	G1530-80410
0,53 mm	G1530-80400	G1530-80420
0,45 mm	G1530-80400	G1530-80430
Férrula maciza	G1530-80400	G1530-80440

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el μ -ECD

El detector se entrega con un adaptador de columna capilar instalado.

Si se ha retirado, debe reemplazarse antes de instalar una columna capilar.

El μ -ECD necesita el alineador mellado, que se estrecha cerca de un extremo y es transparente.

Materiales necesarios

Adaptador de la columna capilar

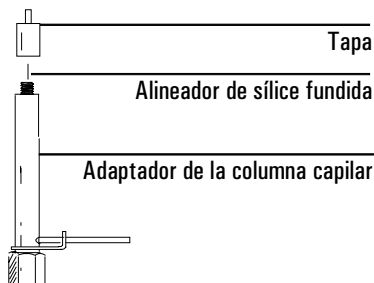
Alineador de sílice fundida, tuerca mellada de 1/4" y férrula de Vespel grafitado de 1/4"

Tuerca y férrula de columna

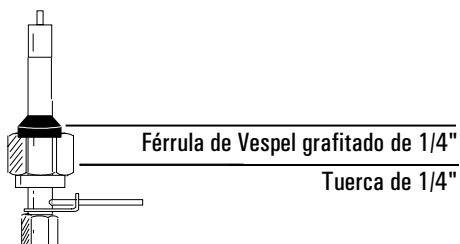
Cortador de columnas

Llaves inglesas de 1/4" y 9/16"

1. Retirar la tapa del adaptador y revisar el alineador. Cambiarlo si está roto y reinstalar la tapa. El estrechamiento debe estar en el extremo de la tapa del adaptador.

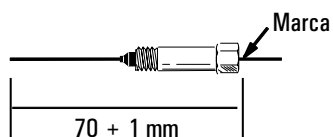


2. Instalar una tuerca de 1/4" y una férula de Vespel grafitado en el adaptador.

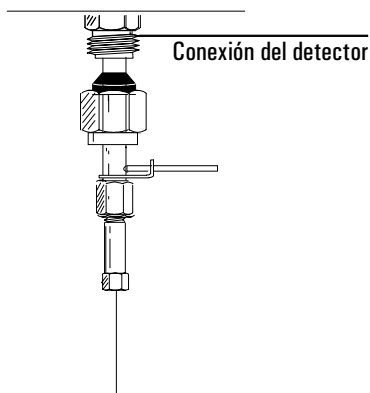


3. Preparar la columna. Consultar las instrucciones en la página [122](#).
4. Si el d.i. de la columna es 200 mm o más, presionar la columna en el adaptador hasta que se detenga en el estrechamiento. Tirar hacia atrás de 1 a 2 mm y apretar la tuerca firmemente.

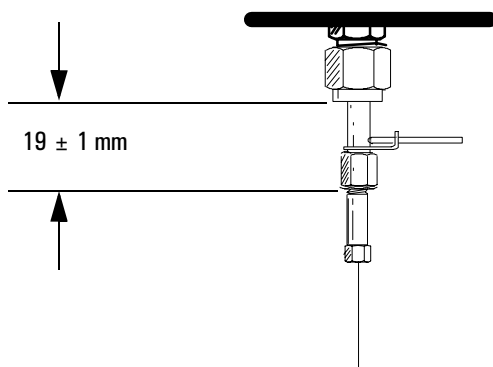
Si el d.i. es menor de 200 mm, marcar la columna a 70 ± 1 mm desde el extremo. Insertar la columna y la tuerca en el adaptador con la marca en la parte posterior de la tuerca y apretar ésta firmemente.



5. Lentamente, instalar el adaptador, directamente en la conexión del detector. Asegurarse de que el adaptador se asiente bien en la conexión del detector—agitar todo lo que fuera necesario. Cuidado no romper el extremo de la columna.



Si el adaptador está bien instalado, la distancia entre la tuerca de 1/4" y el fondo del adaptador será de 19 ± 1 mm. Si es 22–23 mm, instalar de nuevo el adaptador en la conexión del detector.

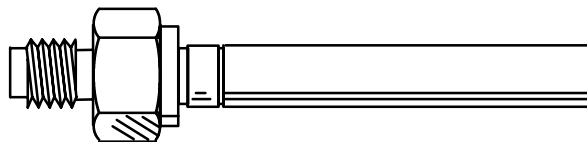


6. Deslizar la tuerca y la ferrula hacia arriba hasta la conexión del detector y apretar firmemente la tuerca, a mano. Utilizar una llave inglesa de 9/16" para apretar la tuerca 1/4 de vuelta adicional.
7. Después de instalar la columna en el inyector y detector, establecer el flujo de gas portador a través del inyector. Calentar el horno, el inyector y el detector, hasta las temperaturas de operación. Dejar que se enfríen y volver a apretar las conexiones.

Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el FPD

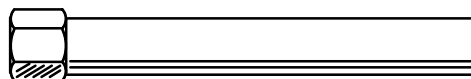
El FPD utiliza una conexión adaptable que puede utilizarse tanto para columnas empaquetadas como para columnas capilares. Si la conexión adaptable no tiene un adaptador para capilares instalado, comenzar con el paso 1. Si el adaptador para capilares ya está instalado en la conexión adaptable, comenzar con el paso 5.

El FPD utiliza un adaptador especial para columnas capilares. El adaptador de capilares FPD, n° ref. 19256-80570, permite a las columnas de sílice fundida de 530 mm de d.i. ir directamente hasta la base de la llama del FPD, minimizando las colas de los picos o la pérdida de los centros químicos activos.



19256-80590

Adaptador de 1/8" del FPD



19256-80570

Adaptador de capilares del FPD

Materiales necesarios

Tuerca y ferrula de columna

Adaptador de columnas capilares al FPD

Tuerca y ferrula de 1/4"

Cortador de columnas

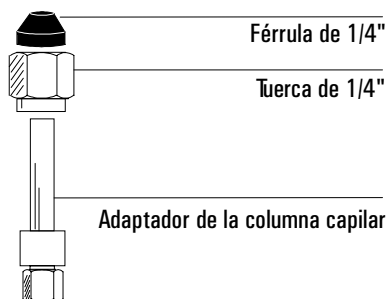
Llave inglesa de 1/4"

Llave inglesa de 9/16"

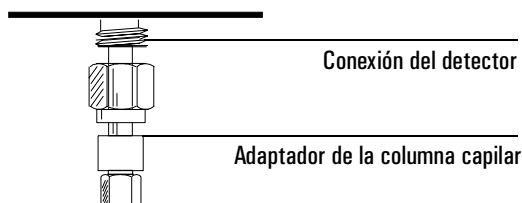
Regla métrica

Líquido corrector

1. Instalar una tuerca de latón y una férrula de grafito/Vespel en el adaptador.



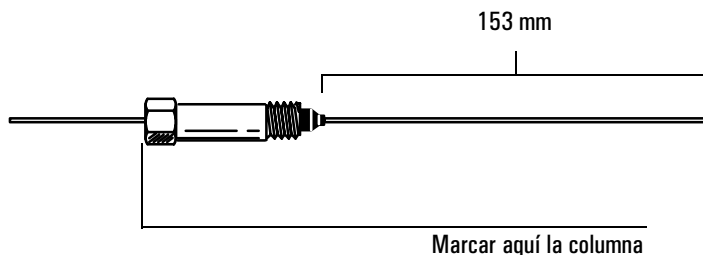
2. Insertar el adaptador en la base del detector, tanto como sea posible. Mantener el adaptador en esta posición y apretar la tuerca, a mano. Utilizar una llave para apretar la tuerca 1/4 de vuelta adicional.



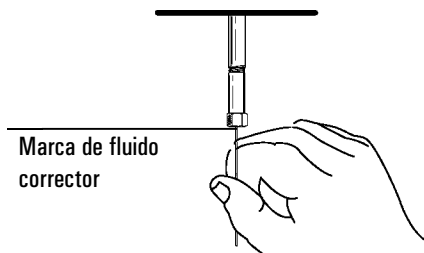
3. Instalar una tuerca de columna (ref. 18740-20870) y férrula de grafito (1,0 mm d.i., ref. 5080-8773 o 0,5 mm d.i., ref. 5080-8853) en la columna.
4. Después de instalar la tuerca y la férrula, preparar el extremo de la columna, cortando un pequeño trozo de la columna. Consultar las instrucciones en la [página 122](#).
5. Colocar la férrula a unos 153 mm desde el extremo de la columna.

La altura óptima depende del tipo de muestra y de las velocidades del flujo de gas. Si es demasiado elevada, el extremo de la columna quedará expuesto a la llama. Si es demasiado bajo, la muestra quedará expuesta al acero inoxidable, provocando ligeras colas.

Marcar la columna en un punto al nivel del fondo de la tuerca. El fluido corrector funciona bien.



6. Insertar la columna en el detector. Deslizar la tuerca y la férula hacia arriba en la columna, hasta la base del detector. Apretar a mano la tuerca, hasta agarrar la columna.
7. Ajustar la posición de la columna de manera que la marca de fluido corrector coincida con la parte inferior de la tuerca. Seguir con el paso 8.



8. Apretar la tuerca firmemente a mano, y sacar la columna aproximadamente 1 mm. Usar una llave para apretar la tuerca 1/4 de vuelta adicional.
9. Después de instalar la columna en el inyector y detector, establecer el flujo de gas portador a través del inyector. Calentar el horno, el inyector y el detector, hasta las temperaturas de operación. Dejar que se enfríen y volver a apretar las conexiones.

Férrulas para columnas capilares

La [Tabla 12](#) lista algunas de las férrulas utilizadas con columnas capilares y alineadores/adaptadores de inyectores y detectores. Consultar el catálogo de Agilent para columnas y consumibles para un listado más completo.

Férrulas de grafito y Vespel-grafitado

Colocar algunas férrulas en un recipiente petri en el horno del GC, a 250 - 300°C durante 30 minutos, para eliminar los compuestos absorbidos por el grafito. Dejar un grupo variado en el horno, para asegurarse que se mantienen limpias.

La férrula debe poder desplazarse por la columna pero no caer por su propio peso. Si se ajusta adecuadamente, 1/4 de vuelta adicional después de apretarla a mano, dará lugar a un buen sellado. Si está floja, la tuerca debe comprimir la férrula alrededor de la columna. Esto no supone un problema con férrulas blandas de grafito, pero las férrulas duras pueden requerir tanta fuerza que la conexión del inyector, la tuerca o la férrulas, pueden resultar dañadas. Con férrulas duras, es mejor empezar con un agujero de tamaño menor y agrandarlo para ajustar a la columna.

Férrulas de Vespel

Son más resistentes a las fugas que las de grafito pero tienen menor límite de temperatura. Apretarlas de nuevo tras unos cuantos ciclos de temperatura.

Tabla 12 Hardware utilizado con columnas capilares

Item*	Uso típico	Nº Referencia
Férrula de Vespel grafitado de 1/4", paq. de 10	Alineadores/adaptadores del inyector/detector	5080-8774
Férrula de 0,5 mm, de grafito, paq. de 10	Columnas capilares	5080-8773
Férrula de 0,5 mm, de grafito, paq. de 10	Columnas capilares	5080-8853
Tuerca de columna	Conectar la columna al inyector o detector.	5181-8831
Cutter de columna	Cortar columnas capilares	5181-8836

* d.i. de férrulas y arandelas

Columnas empaquetadas metálicas

Sumario: instalación de columnas empaquetadas metálicas

Hay dos tamaños de columnas metálicas empaquetadas, de 1/4" y 1/8", para usos comunes. Este procedimiento general se aplica a ambos tamaños de columna, así como se utilizan las columnas PTFE con el detector FPD.

1. Preparar la columna empaquetada (página [143](#)).
2. Consultar en la [Tabla 13](#) o en la [Tabla 14](#) las conexiones necesarias.
3. Instalar el adaptador, si fuera necesario (página [147](#)).
4. Instalar la columna (página [148](#)).
5. Establecer el flujo de gas portador a través del inyector. Calentar el horno, el inyector y el detector, hasta las temperaturas de operación. Dejar que se enfríen y volver a apretar las conexiones.

Conexiones

Tabla 13 Conexiones para las columnas metálicas empaquetadas de 1/4" y 1/8"

Inyector o detector	Columna metálica empaquetada de 1/4"		Columna metálica empaquetada de 1/8"	
	Dónde instalar	Comentarios	Dónde instalar	Comentarios
Empaquetadas con purga inyector	Alineador de 1/4"	Ver en "Procedimiento: Instalación de los alineadores" las instrucciones de instalación del alineador.	Alineador de 1/8"	Ver en "Procedimiento: Instalación de los alineadores" las instrucciones de instalación del alineador.
Adaptable NPD*, FID o FPD	Adaptador de 1/4" (Ref. 19231-80530)	Retirar o instalar el adaptador según se desee. Ver en la página 147 las instrucciones de instalación de un adaptador.	Adaptador de 1/8" (Ref. 19231-80520)	Ver en la página 147 las instrucciones de instalación de un adaptador.
ECD	Conexión del detector	Retirar el adaptador, si fuera necesario.	Adaptador de 1/8". (Ref. 19301-80530)	Ver en la página 147 las instrucciones de instalación de un adaptador.
TCD	Adaptador de 1/4" (Ref. G1532-20710)	Ver en la página 147 las instrucciones de instalación de un adaptador.	Conexión del detector	Retirar el adaptador, si fuera necesario.

* No retirar los protectores del NPD hasta estar preparado para conectar la columna y operar con el detector. El no seguimiento de este sencillo procedimiento puede reducir la eficacia del colector o ralentizar el periodo de estabilización del lecho, la primera vez que se utilice el detector.

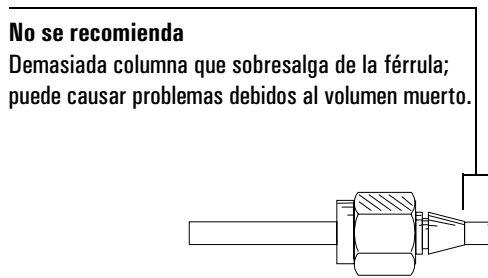
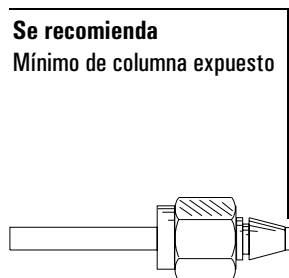
El adaptador de diámetro externo de 1/8" del FPD, ref. 19256-80590, permite la instalación de columnas PTFE concéntricas en torno al alineador de sílice fundida, eliminando las superficies expuestas de acero inoxidable calientes.

Tabla 14 Conexiones del FPD a una columna PTFE

Columna PTFE de 1/4"		Columna PTFE de 1/8"	
Dónde instalar	Comentarios	Dónde instalar	Comentarios
Adaptador de 1/4" (Ref. 19231-80530)	Retirar o instalar el adaptador según se desee. Ver en la página 147 las instrucciones de instalación de un adaptador.	Adaptador de 1/8" (Ref. 19256-80590)	Ver en la página 147 las instrucciones de instalación de un adaptador.

Preparación de columnas empaquetadas metálicas

Antes de instalar estas columnas, debe colocarse una férula en el extremo de la columna nivelada con éste. Esto previene los problemas debidos al volumen muerto de la conexión.



Utilizar las siguientes instrucciones para instalar nuevas tuercas y férulas SWAGELOK en las columnas metálicas de 1/8" o 1/4". Si la columna ya tiene las férulas instaladas, seguir con las instrucciones de instalación de adaptadores (página [147](#)) o de instalación de columnas empaquetadas metálicas (página [148](#)).

Procedimiento: Fabricación de un espaciador de tubo de Teflón**Materiales necesarios**

Tubo de teflón de 1/4" o 1/8"

Conjunto de tuerca y ferrula de 1/4" o 1/8"

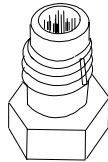
Tornillo de mesa

Conexión macho SWAGELOCK

Llave inglesa de 9/16" o 7/16"

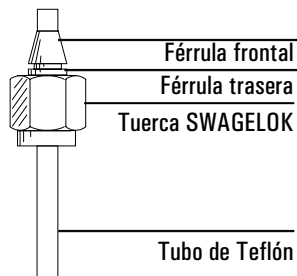
Cuchilla o cuchillo afilado

1. Fijar una conexión SWAGELOK macho a un tornillo o mordaza de mesa.

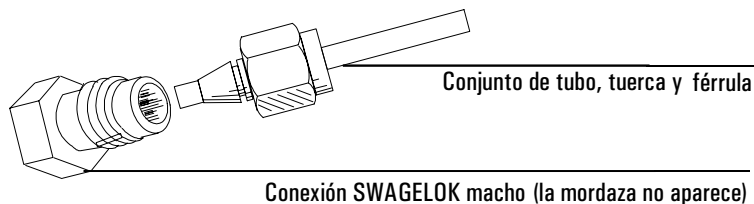


Conexión SWAGELOK macho

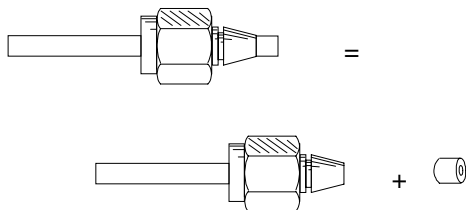
2. Deslizar una tuerca SWAGELOK, ferrula trasera y ferrula frontal por un trozo de tubo de Teflón. Si el extremo del tubo no está cortado recto, utilizar una cuchilla o cuchillo afilado para conseguir un extremo plano y suave.



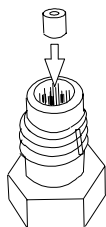
3. Insertar el tubo de Teflón, las férrulas y la tuerca en la conexión SWAGELOK colocada en la mordaza o tornillo de mesa. Apretar la tuerca $\frac{3}{4}$ de vuelta, a mano, para fijar las férrulas al tubo.



4. Aflojar la tuerca y retirar el conjunto de tuerca, tubo y férrula de la conexión SWAGELOK macho.
5. Cortar el extremo del tubo que sobresale de la férrula, con una cuchilla o cuchillo afilado. Esta pieza de tubo es el espaciador.



6. Insertar el espaciador en la conexión sujeta por la mordaza.



La conexión SWAGELOK macho y el espaciador deben guardarse a mano, para su utilización siempre que se vayan a instalar en una columna nuevas férrulas.

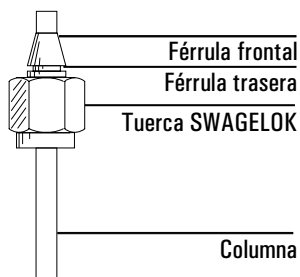
Procedimiento: Instalación de férrulas en una columna metálica**Materiales necesarios**

Conexión macho SWAGELOK con espaciador de tubo de teflón

Conjunto de tuerca y férrula SWAGELOK

Llaves inglesas

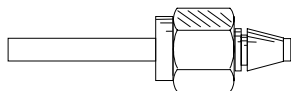
1. Instalar una nueva tuerca SWAGELOK y férrulas en la columna.



2. Instalar el espaciador de tubo de Teflón en la conexión macho. Introducir completamente la columna con su tuerca y férrulas en la conexión sujeta a la mordaza. Apretar la tuerca fuertemente, a mano.

Utilizar una llave para apretar la tuerca 1-1/4 vuelta adicional para columnas de 1/4" o 3/4 vuelta para columnas de 1/8".

3. Desatornillar la tuerca de la columna de la conexión sujeta por la mordaza y retirar la columna. En ese momento, las férrulas deben colocarse en la columna, con ésta correctamente posicionada.



Procedimiento: Instalación de un adaptador en la conexión del detector

Este es un procedimiento general para instalar muchos tipos de adaptadores en conexiones de detectores. Consultar las referencias de los adaptadores en la [Tabla 13](#).

Materiales necesarios

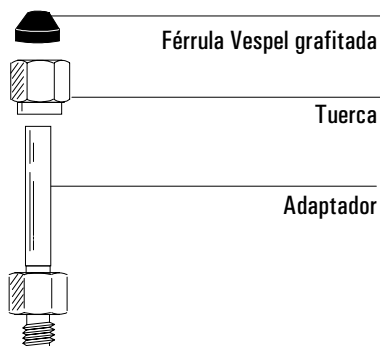
Llave inglesa de 7/16" o 9/16"

Férrula de Vespel grafitado

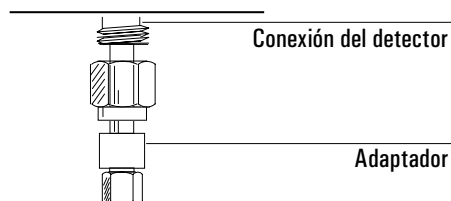
Tuerca

Adaptador

1. Colocar una tuerca de latón y una férrula de Vespel grafitado en el adaptador.



2. Insertar el adaptador en la base del detector, tanto como sea posible. Mantener el adaptador en esta posición y apretar la tuerca, a mano.



Columna de 1/4", apretar 3/4 de vuelta adicional con una llave inglesa de 9/16".

Columna de 1/8", apretar 1/4 de vuelta adicional con una llave inglesa de 7/16".

3. Continuar con la "Instalación de columnas empaquetadas metálicas" en la página [148](#).

Procedimiento: Instalación de columnas empaquetadas metálicas

Antes de seguir con este procedimiento, asegurarse de que esté instalado un adaptador o alineador (página [147](#)), si fuera necesario, y que la columna esté preparada (página [143](#).)

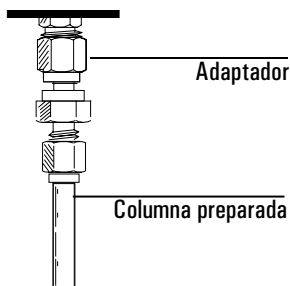
Materiales necesarios

Columna metálica preparada

Adaptador de columna, si fuera necesario

Llave inglesa

1. Insertar la columna en el adaptador, detector o alineador del inyector, hasta el fondo. Apretar la tuerca fuertemente, a mano.



2. Si se va a instalar una columna directamente en la conexión del detector:
Columna de 1/4", apretar 3/4 de vuelta adicional con una llave inglesa de 9/16".
Columna de 1/8", apretar 1/4 de vuelta adicional con una llave inglesa de 7/16"
3. Si se va a instalar una columna directamente en un adaptador:
Apretar la tuerca de la columna utilizando dos llaves en sentido opuesto, una en la tuerca de la columna y otra en el alineador o cuerpo del adaptador. Esto evita que el alineador o adaptador gire mientras se aprieta la tuerca.
Columna de 1/4", apretar 3/4 de vuelta adicional con una llave inglesa de 9/16".
Columna de 1/8", apretar 1/4 de vuelta adicional con una llave inglesa de 7/16"
4. Establecer el flujo de gas portador a través del inyector. Calentar el horno, el inyector y el detector, hasta las temperaturas de operación. Dejar que se enfríen y volver a apretar las conexiones.

Férrulas para columnas empaquetadas metálicas

La [Tabla 15](#) lista algunas de las tuercas y férrulas utilizadas con columnas empaquetadas metálicas. Consultar el catálogo de Agilent para columnas y consumibles para un listado más completo.

Las férrulas preparadas inadecuadamente dan lugar a fugas y contaminación. A continuación se ofrecen algunos consejos para evitar problemas.

Férrulas de grafito y Vespel grafitado. Colocar éstas en una placa petri y calentarlas en el horno del GC a 250 - 300°C durante 30 minutos antes de utilizarlas, para eliminar los compuestos orgánicos absorbidos por el grafito. Dejar un grupo de férrulas variadas en el horno del GC, para asegurarse de disponer siempre de algunas limpias.

Férrulas de Vespel. Estas férrulas están más a prueba de fugas que las de grafito, pero tienen un límite menor de temperatura. Deben volver a apretarse tras varios ciclos de temperatura, para asegurar un buen sellado. Asegurarse de utilizar la férrula adecuada para el tamaño de la columna que se esté utilizando.

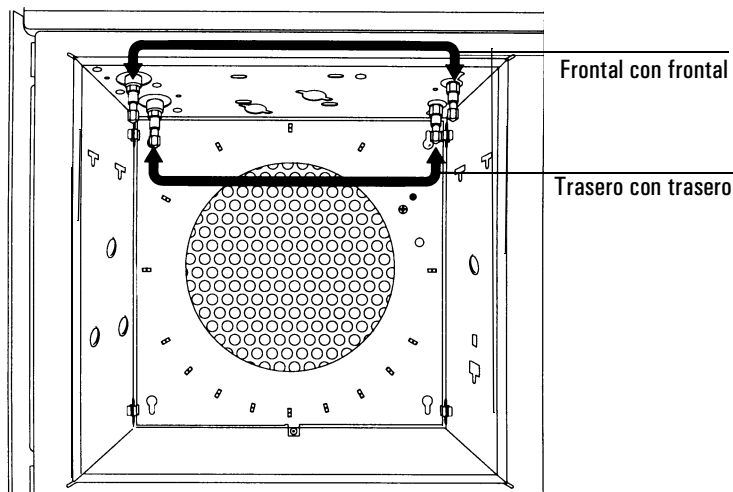
Tabla 15 Tuercas y férrulas utilizadas con las columnas metálicas empaquetadas

Item *	Uso típico	Nº Referencia
Conexión de acero inoxidable de 1/4", paq. de 20 (<i>tuercas, férrula frontal, férrula posterior</i>)	1/4"	5080-8753
Conexión de acero inoxidable de 1/8", paq. de 20 (<i>tuercas, férrula frontal, férrula posterior</i>)	1/8"	5080-8751
Conexión de latón de 1/4", paq. de 20 (<i>tuercas, férrula frontal, férrula posterior</i>)	1/4"	5080-8752
Conexión de latón de 1/8", paq. de 20 (<i>tuercas, férrula frontal, férrula posterior</i>)	1/8"	5080-8750
Férrula de Vespel grafitado de 1/4" paq. de 10	Alineadores/adaptadores del inyector/detector Columnas de 1/4"	5080-8774
Férrula de Vespel grafitado de 1/8" paq. de 10	Columnas de 1/8"	0100-1107

* d.i.s de arandelas y férrulas

Columnas empaquetadas de vidrio

Las columnas empaquetadas de vidrio deben instalarse simultáneamente en el inyector y el detector, y paralelas a la puerta del horno:



Se pueden instalar columnas empaquetadas de vidrio directamente en el inyector para empaquetadas con purga, en el μ -ECD y en las conexiones adaptables del NPD, FID y FPD. El TCD requiere un adaptador.

Hay disponibles tres tipos de columnas empaquetadas de vidrio. Debe asegurarse que la columna sea compatible con la conexión del inyector y el detector utilizado. La [Tabla 16](#) resume las conexiones del inyector y detector necesarias y la configuración apropiada de la columna.

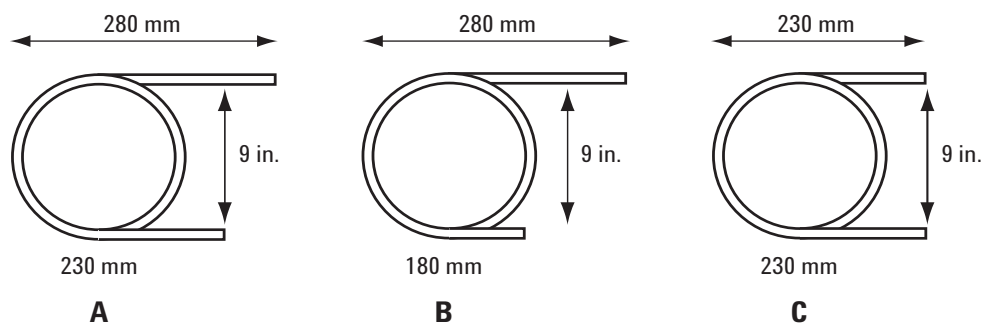
Sumario: Instalación de columnas empaquetadas de vidrio

1. Consultar en la [Tabla 16](#) la información sobre las conexiones y la configuración de columna necesarias.
2. Retirar o instalar un adaptador, si fuera necesario (consultar la página [147](#)).
3. Seguir el procedimiento general de instalación de columnas de vidrio, en la página [153](#).

Tabla 16 Instalación de columnas empaquetadas de vidrio

Inyector o detector	Dónde instalar	Configuración de la columna	Comentarios
Empaquetadas con purga inyector	Conexión del inyector (sin alineador instalado) o alineador de 1/4"*	A o B, dependiendo del detector C (funciona con todos los detectores)	Dejar al menos 50 mm de columna vacía para evitar que la aguja de la jeringa contacte con el tapón de lana de vidrio o con el relleno de la columna.
<i>Adaptables</i> NPD, FID o FPD No pueden utilizarse con el detector <i>optimizado para capilares</i>	Conexión del detector	A	Retirar el adaptador, si hubiera. Debe haber al menos 40 mm de columna vacía para prevenir que el extremo inferior del jet toque el relleno de la columna o el tapón de lana de vidrio.
μ -ECD	Conexión del detector	A	Retirar el adaptador de la columna capilar, si hubiera.
TCD	Adaptador de 1/4" (Ref. G 1532-20710)	B	Las instrucciones para instalar adaptadores están en la página 147 .

* Consultar las instrucciones de instalación de alineadores en el ["Procedimiento: Instalación de los alineadores"](#)

**Figura 19 Configuración de la columna**

Procedimiento: Instalación de columnas empaquetadas de vidrio**Materiales necesarios****Se recomienda:**

Dos férrulas de Vespel grafitado de 1/4"

Dos tuercas de 1/4"

Llave inglesa de 9/16"

Alternativa:

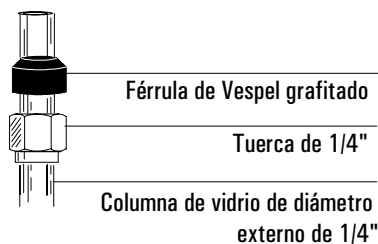
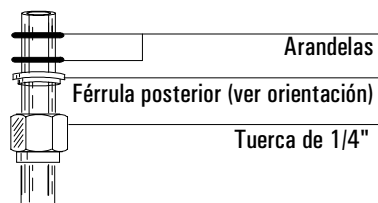
Cuatro arandelas

Dos férrulas posteriores

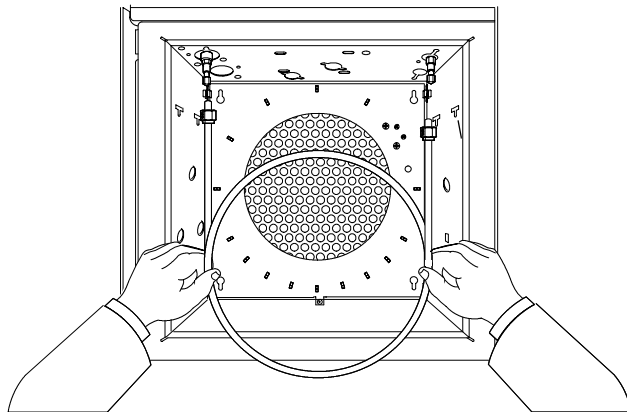
Dos tuercas de 1/4"

Llave inglesa de 9/16"

1. Instalar una tuerca de latón y una férrula de Vespel grafitado, en cada extremo de la columna. Método alternativo: Instalar una tuerca de 1/4", una férrula posterior y dos arandelas en cada extremo de la columna. Una arandela extra debajo de la tuerca, evita que ésta caiga en la parte enrollada de la columna.

Se recomienda**Método alternativo de instalación**

2. Insertar la columna en el inyector hasta el fondo. Insertar la columna en el adaptador del detector pero *sin* forzarla. Podría ser necesario insertar el extremo largo de la columna en ángulo con el inyector, para evitar tocar el suelo del horno.



3. Sacar la columna de 1 a 2 mm tanto del inyector como del detector. Apretar ambas tuercas a mano, fuerte.
4. Apretar ambas tuercas 1/4 de vuelta con una llave. Si se utilizan férulas Vespel, seguir con el paso 5. Si se utilizan arandelas, seguir con el paso 6.

Precaución Apretar demasiado la tuerca de la columna o forzarla al introducirla en el inyector o detector, puede romper la columna.

5. Establecer el flujo en columna y elevar la temperatura del inyector, del detector y del horno a los valores operativos. Después, fijar la temperatura ambiente para el horno y dejar que se enfríe.
6. Utilizar la llave para apretar la tuerca 1/2 vuelta adicional. Apretar más fuerte, según sea necesario, para prevenir las posibles fugas.

Férrulas y arandelas para columnas empaquetadas de vidrio

La [Tabla 17](#) lista férrulas y arandelas utilizadas con columnas empaquetadas de vidrio. Consultar el catálogo de Agilent para columnas y consumibles para un listado más completo.

Las férrulas preparadas inadecuadamente dan lugar a fugas y contaminación. Para evitar problemas, colocar férrulas de Vespel grafitado en un recipiente petri y calentarlas en el horno del GC a 250 - 300°C durante 30 minutos antes de utilizarlas, para eliminar los compuestos orgánicos absorbidos por el grafito. Dejar un grupo de férrulas variadas en el horno del GC, para asegurarse de disponer siempre de algunas limpias.

Tabla 17 Consumibles para las columnas empaquetadas de vidrio

Item*	Uso típico	Nº Referencia
Férrula de Vespel grafitado de 1/4" paq. de 10	Alineadores del inyector/detector, columnas empaquetadas de vidrio de 1/4"	5080-8774
Arandela de silicona, 6,0 mm	Columnas empaquetadas de vidrio de 1/4"	0905-0322

* d.i.s. de arandelas y férrulas

Acondicionamiento de columnas

El acondicionamiento implica establecer un flujo de gas portador en columna y calentarla durante hora y media en el caso de columnas capilares y, durante una noche, si son columnas empaquetadas. Así se eliminan contaminantes y se adecua la columna para el uso analítico

Las columnas empaquetadas nuevas deben acondicionarse ya que a menudo contienen componentes volátiles del proceso de recubrimiento. Puede también ser necesario acondicionar una columna usada, que haya estado guardada durante algún tiempo sin cierres ni tapones.

El acondicionamiento no es tan importante en columnas capilares ya que contienen una cantidad mínima de fase estacionaria.

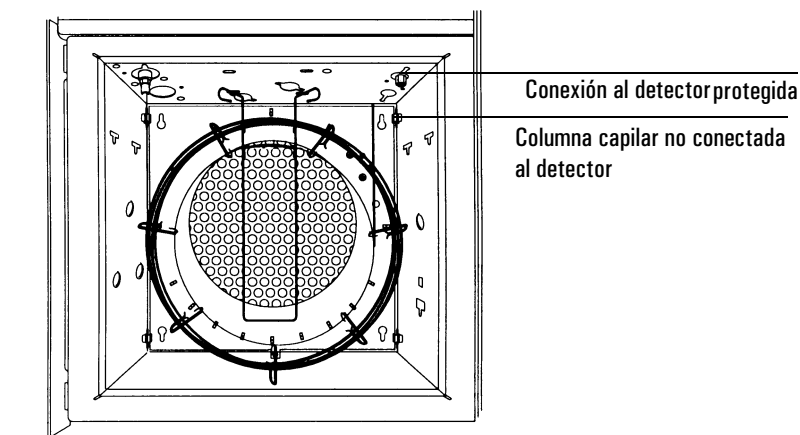
Los siguientes procedimientos incluyen los pasos preliminares y el procedimiento de acondicionamiento, que varía para columnas empaquetadas y capilares.

Procedimiento: Pasos preliminares del acondicionamiento de columna**Materiales necesarios**

Dos llaves inglesas de 7/16"

Férrula sin perforar y tuerca para capilares para la conexión al detector

1. Apagar los detectores. Cortar los gases de soporte del detector.
¡Es especialmente importante cerrar el hidrógeno!
2. Si la columna a acondicionar no está ya instalada, conectar un extremo a un inyector disponible. En caso de dudas sobre cómo instalar una columna, consultar las instrucciones, incluidas anteriormente en este capítulo.
¡NO conectar el otro extremo a un detector!
3. Si se va a acondicionar una columna capilar en un inyector "split/splitless", instalar el alineador apropiado y adaptar la columna de manera normal, asegurándose de que sobresalga de 5 a 7 mm de la férrula.
4. Tapar las conexiones del detector con la férrula sin orificio y la tuerca de la columna.



Procedimiento: Acondicionamiento de columna capilar**AVISO**

¡No utilizar hidrógeno como gas portador para el acondicionamiento!
Podría entrar en el horno y crear riesgo de explosión.

1. Seleccionar una presión en columna apropiada, en **psi (kPa)**, en esta tabla.

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

2. Introducir la presión seleccionada. Dejar que el gas pase por la columna a temperatura ambiente, de 15 a 30 minutos, para eliminar el aire.
3. Programar la temperatura del horno desde el valor ambiente al máximo permitido para la columna. Aumentar la temperatura a una velocidad de 10 a 15°C/min y mantenerla a la máxima temperatura durante 30 minutos.
4. Si no se va a utilizar inmediatamente la columna acondicionada, sacarla del horno. Tapar ambos extremos para evitar que entren aire, humedad u otros contaminantes.

Procedimiento: Acondicionamiento de columnas empaquetadas**AVISO**

¡No utilizar hidrógeno como gas portador para el acondicionamiento!
Podría entrar en el horno y crear riesgo de explosión.

1. Pulsar [Col 1] o [Col 2] para abrir la tabla de control de la columna.
2. Introducir un flujo apropiado:
 - 20 a 30 ml/min para columnas de vidrio de d.i. de 2 mm o para columnas metálicas de d.e. de 1/8"
 - 50 a 60 ml/min para columnas de vidrio de d.i. de 4 mm o para columnas metálicas de d.e. de 1/4"
3. La temperatura de acondicionamiento nunca es mayor que el límite máximo de la columna; 30°C menos que el máximo es, normalmente, suficiente. Elevar lentamente la temperatura del horno hasta la temperatura de acondicionamiento de la columna.

OVEN		
Temp	45	50
Init temp		50
Init time		5
Rate 1		15.00
Final temp 1		250
Final time 1		720.00
Mode: Constant flow		

4. Continuar acondicionando toda la noche a la temperatura final. Si no se va a utilizar inmediatamente la columna acondicionada, sacarla del horno. Después de quitar la columna, tapar ambos extremos para evitar que entren aire, humedad u otros contaminantes.

Acondicionamiento de trampas químicas

Si las trampas están preacondicionadas, no será necesario realizar un procedimiento de acondicionamiento antes de utilizarlas. Sin embargo, todas las trampas necesitan una regeneración periódica, por ejemplo, después de utilizar de una a cuatro botellas de gas, o si no se han utilizado gases de la máxima pureza. Pueden reacondicionarse las trampas de humedad y de carbón activo de Agilent. Las trampas de oxígeno de Agilent no pueden reacondicionarse; deben reemplazarse si se contaminan. Seguir las instrucciones del fabricante para reacondicionar las trampas.

También pueden volver a rellenarse las trampas de tamiz molecular y de carbón activo. Las instrucciones para rellenar las trampas se entregan con cada una de ellas.

Tabla 18 Solicitud de información sobre las trampas de Agilent

Item	Nº Referencia
Trampa de humedad (empaquetada con tamiz molecular de 5A, 45/60 mallas)	5060-9077
Trampa de humedad acondicionada (empaquetada con tamiz molecular preacondicionado de 5A, malla 45/60)	5060-9084
Trampa de carbón activo	5060-9096
Tamiz molecular de 5A (100 gramos, malla 45/60)	5080-6759
Carbón activo (100 gramos, malla 30/60)	5080-6751
Protector para los extremos de trampas, 1/8", 6 por paquete	5180-4124
Conexiones reductoras para trampas	5062-3502

Calibración de la columna capilar (opcional)

Preparación

A medida que se utilizan columnas capilares, pueden cortarse ocasionalmente partes, con lo que cambia la longitud de la columna. Si la medida de la longitud actual no resulta práctica, y si se está utilizando el control EPC con una columna definida, se puede utilizar una rutina de calibración interna para estimar la longitud actual de la columna. De modo similar, si no se conoce el diámetro interno de la columna o se considera impreciso, se puede estimar el diámetro a partir de medidas relacionadas.

Antes de calibrar la columna, asegurarse de que:

- Se está utilizando una columna capilar
- La columna está definida
- No hay rampas del horno
- La fuente de gas de la columna (normalmente el inyector) está encendida, On y no a cero

Observar también que la calibración de la columna falla, si la corrección de la longitud de la columna calculada es ≥ 5 m, o si la corrección del diámetro calculado es ≥ 20 μm .

Modos de calibración

Hay tres formas de calibrar la longitud y/o diámetro de la columna:

- Calibrar utilizando una velocidad de flujo en columna actualmente medida.
- Calibrar utilizando un tiempo de pico no retenido (tiempo de elución)
- Calibrar la longitud y el diámetro usando la vel. flujo y el tiempo de elución.

Precaución

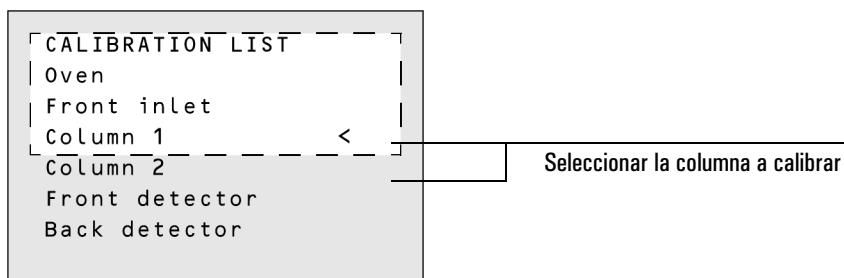
Cuando se mida la velocidad de flujo en columna, asegurarse de convertir la medida a la temperatura y presión normales si el dispositivo de medida no registra los datos a dichas condiciones normales. Si se introducen datos no corregidos, la calibración será errónea. Consultar la página [“Procedimiento: Medición de flujos de gas con un flujómetro de burbuja”](#) para obtener más detalles.

Procedimientos de la calibración de columna

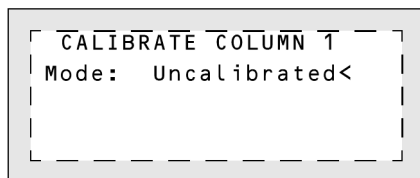
Se describen a continuación utilizando la Columna 1 como ejemplo.

Procedimiento: Estimar la longitud o diámetro actual de la columna a partir de un tiempo de elución

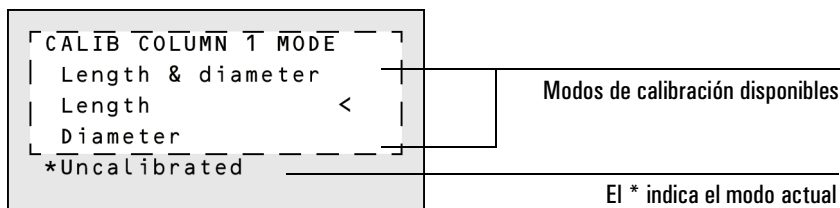
1. Configurar la rampa 1 del horno a 0, 00, y verificar después que la columna está definida. Para obtener más información, ver [“Procedimiento: Configuración de un análisis isotérmico”](#) o [“Configuración de la columna”](#).
2. Llevar a cabo el análisis utilizando un compuesto no retenido y registrar el tiempo de elución.
3. Pulsar [Options]. Ir a Calibration y pulsar [Enter].
4. Desde la lista de calibración, seleccionar Column 1 o Column 2 y pulsar [Enter].



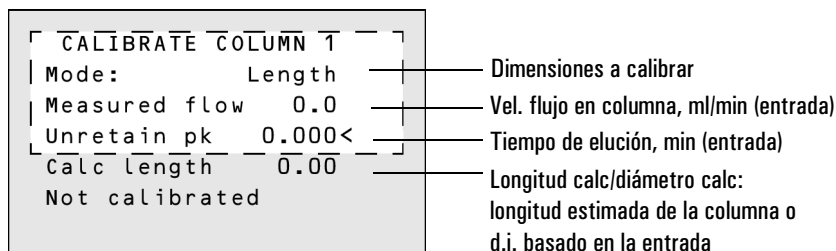
5. El GC muestra el modo actual de calibración para la columna. En este ejemplo, la columna no está calibrada.



6. Para recalibrar o cambiar el modo de calibración, pulsar [Mode/Type] para ver el menú de modos de calibración de la columna.



7. Ir a Length (Longitud) o Diameter (Diámetro) y pulsar [Enter]. Aparecerá el siguiente menú:



8. Ir a Unretain pk e introducir el tiempo de elución actual del análisis realizado arriba.
9. Al pulsar [Enter], el GC estimará la longitud o diámetro de la columna basándose en la entrada del tiempo de elución y utilizará esos datos para todos los cálculos.

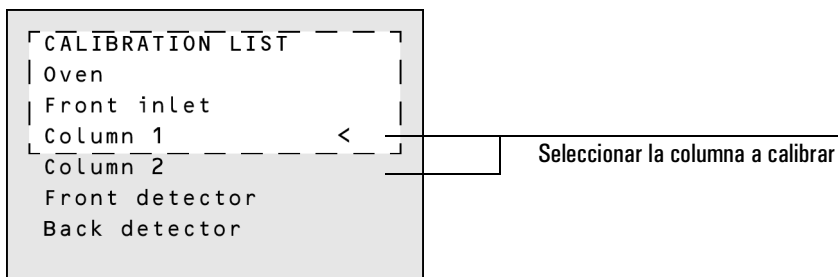
Procedimiento: Estimar la longitud o diámetro actual de la columna a partir de la velocidad de flujo medida

1. Configurar la rampa 1 del horno a 0,00, y verificar después que la columna está definida. Para obtener más información, ver [“Procedimiento: Configuración de un análisis isotérmico”](#) o [“Configuración de la columna”](#).
2. Establecer las temperaturas del horno, inyector y detectores a 35°C y dejarlos enfriar a temperatura ambiente.
3. Retirar la columna del detector.

Precaución

Cuando se mida la velocidad de flujo en columna, asegurarse de convertir la medida a la temperatura y presión normales si el dispositivo de medida no registra los datos a dichas condiciones normales. Si se introducen datos no corregidos, la calibración será errónea. Consultar la página [“Procedimiento: Medición de flujos de gas con un flujómetro de burbuja”](#) para obtener más detalles.

4. Medir la velocidad de flujo actual en columna utilizando un flujómetro de burbuja. Registrar el valor. Volver a instalar la columna.
5. Pulsar [Options]. Ir a Calibration y pulsar [Enter].
6. Desde la lista de calibración, seleccionar Column 1 o Column 2 y pulsar [Enter].



7. El GC muestra el modo actual de calibración para la columna.
En este ejemplo, la columna no está calibrada.

```

CALIBRATE COLUMN 1
Mode: Uncalibrated<
  
```

8. Para recalibrar o cambiar el modo de calibración, pulsar [Mode/Type] para visualizar el menú de modos de calibración de la columna.

```

CALIB COLUMN 1 MODE
Length & diameter
Length <
Diameter
*Uncalibrated
  
```

Modos de calibración disponibles

El * indica el modo actual

9. Ir a Length (Longitud) o Diameter (Diámetro) y pulsar [Enter].
Aparecerá el siguiente menú:

```

CALIBRATE COLUMN 1
Mode: Length
Measured flow 0.0<
Unretain pk 0.000
Calc length 0.00
Not calibrated
  
```

Vel. flujo en columna, ml/min (entrada)

Tiempo de elución, min (entrada)

Longitud calculada: longitud estimada de la columna basada en la entrada

Diámetro calculado: d.i. estimado de la columna basado en la entrada

10. Ir a Measured flow (Flujo medido) e introducir la velocidad de flujo en columna corregida (en ml/min) del análisis realizado antes.
11. Al pulsar [Enter], el GC estimará la longitud o diámetro de la columna basándose en la entrada del tiempo de elución y utilizará esos datos para todos los cálculos.

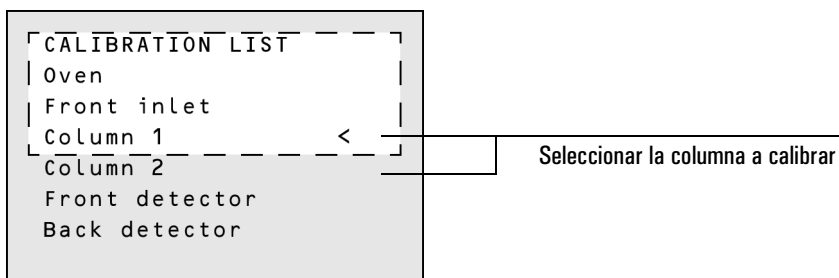
Procedimiento: Estimar la longitud y diámetro actual de la columna

1. Configurar la rampa 1 del horno a 0,00, y verificar después que la columna está definida. Para obtener más información, ver [“Procedimiento: Configuración de un análisis isotérmico”](#) o [“Configuración de la columna”](#).
2. Llevar a cabo el análisis utilizando un compuesto no retenido y registrar el tiempo de elución.
3. Establecer las temperaturas del horno, inyector y detectores a 35°C y dejarlos enfriar a temperatura ambiente.
4. Retirar la columna del detector.

Precaución

Cuando se mida la velocidad de flujo en columna, asegurarse de convertir la medida a la temperatura y presión normales si el dispositivo de medida no registra los datos a dichas condiciones normales. Si se introducen datos no corregidos, la calibración será errónea. Consultar la página [“Procedimiento: Medición de flujos de gas con un flujómetro de burbuja”](#) para obtener más detalles.

5. Medir la velocidad de flujo actual en columna utilizando un flujómetro de burbuja. Registrar el valor. Volver a instalar la columna.
6. Pulsar [Options]. Ir a Calibration y pulsar [Enter].
7. Desde la lista de calibración, seleccionar Column 1 o Column 2 y pulsar [Enter].



8. El GC muestra el modo actual de calibración para la columna. En este ejemplo, la columna no está calibrada.

```

┌ CALIBRATE COLUMN 1 ───┐
│ Mode: Uncalibrated<   │
└────────────────────────┘

```

9. Para recalibrar o cambiar el modo de calibración, pulsar [Mode/Type] para visualizar el menú de modos de calibración de la columna.

```

┌ CALIB COLUMN 1 MODE ─┐
│ Length & diameter <  │
│ Length                │
│ Diameter              │
│ *Uncalibrated        │
└────────────────────────┘

```

Modos de calibración disponibles

El * indica el modo actual

10. Ir a Length (Longitud) o Diameter (Diámetro) y pulsar [Enter]. Aparecerá el siguiente menú:

```

┌ CALIBRATE COLUMN 1 ───┐
│ Mode: Length & diam<  │
│ Measured flow 0.0     │
│ Unretain pk 0.000    │
│ Calc length 0.00     │
│ Not calibrated       │
└────────────────────────┘

```

Vel. flujo en columna, ml/min (entrada)

Tiempo de elución, min (entrada)

Longitud calculada: longitud estimada de la columna basada en la entrada

Diámetro calculado: d.i. estimado de la columna basado en la entrada

11. Ir a Measured flow (Flujo medido) e introducir la velocidad de flujo en columna corregida (en ml/min) del análisis realizado antes.
12. Ir a Unretain pk e introducir el tiempo de elución actual del análisis realizado arriba.
13. Al pulsar [Enter], el GC estimará la longitud o diámetro de la columna basándose en la entrada del tiempo de elución y utilizará esos datos para todos los cálculos.

6 Tratamiento de la señal

Utilización de las tablas de control de la señal

Tipo de señal

Valor

Parámetros de salida analógica: zero (cero), range (rango) y attenuation (atenuación)

Analog Zero (Cero analógico)

Procedimiento: Llevar a cero la salida de la señal

Range (sólo para salidas analógicas)

Attenuation (sólo para salidas analógicas)

Velocidad de muestreo

Procedimiento: Selección de picos rápidos

Tratamiento de datos digitales

Digital Zero (Cero digital)

Variaciones del nivel de línea base

Cerity/ChemStation

Compensación de columna

Procedimiento: Creación de un perfil de compensación de columna

Procedimiento: Realización de un análisis con compensación de columna

Procedimiento: Representación gráfica de un perfil almacenado de compensación de columna

Test plot (Cromatograma de prueba)

Tratamiento de la señal

La señal es el resultado del GC a un dispositivo de tratamiento de datos, analógico o digital. Puede ser el resultado de un detector o de sensores de temperatura, flujo o presión. Hay dos canales de salida para la señal disponibles.

La señal resultante puede ser analógica o digital, dependiendo del dispositivo de tratamiento de datos. La salida analógica puede producirse a dos velocidades, una adecuada para picos con anchuras mínimas de 0,004 minutos (velocidad rápida de muestreo) y otra para 0,01 minutos (velocidad normal). Los rangos de salida analógica son de 0 a 1 V, de 0 a 10 V y de 0 a 1 mV.

La salida digital al software Cerity y ChemStation puede producirse a 11 velocidades, que van desde 0,1 Hz a 200 Hz y resulta adecuada para picos entre 0,001 y 2 minutos de anchura. Fijar esta velocidad desde el software Cerity o ChemStation.

Utilización de las tablas de control de la señal

Tipo de señal

A la hora de asignar señales al detector, usar la tecla [Mode/Type] y elegir en la tabla de control del tipo de señal, Signal Type, o pulsar una tecla o combinación de teclas. Las teclas [Front], [Back], [-], [Col Comp 1] y [Col Comp 2] podrán funcionar juntas o combinadas. Por ejemplo, pulsar [Back] para el detector posterior o [Back] [-][Front] para el detector posterior menos el frontal.

Las señales que no son del detector constituyen señales de test, térmicas, de la neumática y de diagnóstico. Acceder a ellas pulsando [Mode/Type]. Las señales de diagnóstico son para el uso de los representantes de Soporte y por ello, no se describen aquí con detalle.

El tipo de señal puede programarse como un parámetro programado del análisis. Consultar [“Programación del tiempo de análisis”](#) para obtener más detalles.

Valor

Value (valor) en la tabla de control de la señal es lo mismo que Output en la tabla de control del detector, si el tipo de señal es Front o Back. Si se está restando una señal de otra (como Front - Back), el Value (valor) de la señal será la diferencia. No puede introducirse un valor establecido para Value.

Al interpretar Value puede estar implicado un factor de conversión, por ejemplo una unidad de FID es un picoamperio; una unidad de ECD es 1 Hz. A continuación se listan las unidades para el detector y otro tipo de señales.

Tabla 19 Conversión de la señal

Tipo de señal	1 unidad en pantalla equivale a:
Del detector:	
FID, NPD	1,0 pA ($1,0 \times 10^{-12}$ A)
FPD	150 pA (150×10^{-12} A)
TCD	25 mV ($2,5 \times 10^{-5}$ V)
μ -ECD	1 Hz
Tarjeta de entrada analógica (para conectar el GC a un detector no Agilent)	15 μ V
Otras:	
Térmica	1°C
Neumática:	
Flujo	1 ml/min
Presión	1 unidad de presión en pantalla (psi, bar o kPa)
Diagnóstico	Mixta, alguna sin escalar

Pulsar [Signal 1] o [Signal 2]

SIGNAL 1	
Type:	Front <
Value	0.0
Zero	0.0
Range	0
Attn	0

Muchas opciones, ver cambiar tipo de señal

Valor de "output" (salida) actual

Sólo para señales de salida analógica

Para cambiar el tipo de señal, pulsar [Mode/Type]:

SIGNAL 1 TYPE	
*Front	<
Back	
Front - col comp 1	
Front - col comp 2	
Back - col comp 1	
Back - col comp 2	
Col comp 1	
Col comp 2	
Test plot	
Thermal Signals	
Pneumatic Signals	
Diagnostic Signals	

Señales del detector.
Ir al tipo de señal adecuada
y pulsar [Enter].

Piloto del test

Otras señales distintas a las del detector.
Ir a estas líneas y pulsar [Enter] para
obtener la lista ampliada de señales
- ver la página siguiente.

Figura 20 Tabla de control de la señal

Señales térmicas:

SIGNAL	1	TYPE	
Oven	temp		<
Front inlet	temp		
Front det	temp		
Aux 1	temp		

Señales neumáticas:

SIGNAL	1	TYPE	
Column 1	flow		<
Column 2	flow		
Column 1	pres		
Column 2	pres		
F inlet	flow		
F inlet	pres		
F det	H2 pres		
F det	air pres		
F det	makeup pres		
F det	air flow		
F det	makeup flow		

En los submenús sólo se listan los elementos instalados.

Señales de diagnóstico:

SIGNAL	1	TYPE	
Test	signal		<
Atm	pressure		
+5V	monitor		
+24V	monitor		
+15V	monitor		
-15V	monitor		
Line	sense		
F det	ignitor V		
Raw	ADC reading		
ADC	reading noise		
Mux	ADC noise		
Mux	ADC offset		
Pneu	10 volts		
Pneu	adc offset		
Attn	out 1		
Attn	out 2		
DAC	out 1		
DAC	out 2		
F det	1st order		
F det	2nd order		
B det	1st order		
B det	2nd order		
B	TCD bridge V		
B	TCD valve V		
F det	data		
B det	data		
F det	offset		
B det	offset		
F inl	module temp		
B inl	module temp		
F det	module temp		
B det	module temp		
Aux	module temp		
F inl	gas voltage		
Oven	rtd reading		
F det	rtd reading		
B det	rtd reading		
F inl	rtd reading		
B inl	rtd reading		
Aux 1	rtd reading		
Aux 2	rtd reading		

Parámetros de salida analógica: zero (cero), range (rango) y attenuation (atenuación)

Con un registrador analógico, habrá que ajustar la señal para hacerla más útil. Zero, Range, y Attn de la tabla de control de la señal, se encargan de ello.

Pulsar [Signal 1] o [Signal 2].

Type:	Front
Value	0.0
SIGNAL 1	
Zero	0.0 <
Range	0
Attn	0

Resta a la línea base el valor introducido (pulsar [On] para fijar el Valor actual u [Off] para cancelar)

Escala los datos procedentes del detector (Los valores válidos van de 0 a 13, dependiendo del tipo de detector)

Escala la presentación del resultado a registradores gráficos (Los valores válidos van de 0 a 10)

Analog Zero (Cero analógico)

Se utiliza para corregir la elevación o compensación de la línea de base. Una aplicación común consiste en corregir las variaciones de la línea base que tienen lugar como resultado de operaciones con la válvula. Después de calibrar a cero, la señal analógica resultante es igual al valor de la línea Value de la tabla de control menos el valor de Zero.

Zero puede programarse como un parámetro del análisis. Para obtener más detalles, ver [“Procedimiento: Programación de parámetros durante el análisis”](#).

Procedimiento: Llevar a cero la salida de la señal

1. Comprobar que el detector esté encendido y en estado preparado.
2. Pulsar [Signal 1] o [Signal 2] para acceder a la tabla de control de la señal.

SIGNAL 1	
Type:	Front
Value	15
Zero	0.0 <
Range	0
Attn	0

Pulsar [On] para fijar la señal actual (15 en este caso) o introducir un número.

3. Ir a Zero.

Parámetros de salida analógica: zero (cero), range (rango) y attenuation (atenuación)

4. Pulsar [On] para fijar Zero en el valor actual de la señal,

o

Introducir un numero entre -500000 y +500000. Un valor más pequeño que el valor de Zero actual, eleva la línea base.

Range (sólo para salidas analógicas)

Range también se conoce como ganancia, escala o tamaño. Varía el tamaño de los datos que van del detector a los circuitos de señal analógica, para evitar sobrecargar estos circuitos. Range escala todas las señales analógicas (1 mV, 1 V, etc.).

Si un cromatograma es similar al A o B de la [Figura 21](#), los datos necesitan ser escalados (como en C) de manera que todos los picos sean visibles en el papel.

Los valores válidos van de 0 a 13 y representan de 2^0 (1) a 2^{13} (8192). Al cambiar un parámetro en una unidad cambia la anchura del cromatograma en un factor de 2. Los cromatogramas de la [Figura 21](#) lo ilustran. Usar el valor más pequeño posible para minimizar el error de integración.

Consultar la escala de la salida en la [Tabla 20](#).

Tabla 20 Escala de salida

Analógico	Una unidad en pantalla =	Digital	Una cuenta en pantalla =
0 a 1 mV	$1 \text{ mV} / (2^{\text{Range}} \times 2^{\text{Attn}})$	Software Cerity y ChemStation	1 cuenta de altura

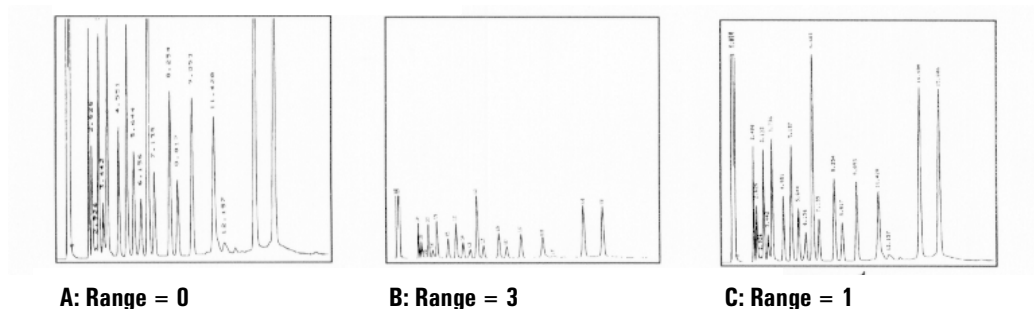


Figura 21 Efecto de la configuración del rango en el cromatograma

Parámetros de salida analógica: zero (cero), range (rango) y attenuation (atenuación)

Hay límites para los valores utilizables del rango, para algunos detectores. La tabla siguiente lista el rango válido de valores por detector.

Detector	Valores utilizables del rango rango (2^x)
FID	0 a 13
NPD	0 a 13
FPD	0 a 13
TCD	0 a 6
μ-ECD	0 a 6
Entrada analógica	0 a 7

El rango puede ser programado. Consultar [“Procedimiento: Programación de parámetros durante el análisis”](#) para obtener más detalles.

Attenuation (sólo para salidas analógicas)

Attenuation (Att n) escala la presentación de salida en registradores de 0 a 1 mV. Los valores válidos van de 0 a 10 y representan de 2⁰ a 2¹⁰. Como con el rango (range), cada valor superior reduce el tamaño del cromatograma a la mitad, mientras que cada valor inferior dobla el tamaño.

La atenuación es adicional al rango. Por consiguiente, el factor total de escala es:

$$2^{\text{Range}} \times 2^{\text{Attenuation}}$$

La atenuación puede programarse en el análisis. Consultar [“Procedimiento: Programación de parámetros durante el análisis”](#) para obtener más detalles.

Velocidad de muestreo

El integrador o registrador debe ser lo suficientemente rápido para procesar los datos procedentes del GC. Si no, los datos podrían resultar dañados. Normalmente aparecerían picos ensanchados y pérdida de resolución.

La velocidad se mide en términos de la anchura de banda. El registrador o integrador debe tener una anchura de banda dos veces la de la señal que se mide.

El GC permite operar a dos velocidades. La velocidad más rápida, que sólo se debe utilizar con los detectores FID, FPD y NPD, permite obtener anchuras mínimas de pico de 0,004 minutos (anchura de banda de 8 Hz), mientras que la velocidad estándar, que se puede utilizar con todos los detectores, permite obtener anchuras de pico mínimas de 0,01 minutos (anchura de banda de 1,6 Hz).

Si se utiliza la función de picos rápidos, *fast peaks*, el integrador debe operar a alrededor de 15 Hz.

Procedimiento: Selección de picos rápidos

1. Pulsar [Config][Signal 1] o [Config][Signal2].



2. Pulsar [ON] (sólo FID).

Tratamiento de datos digitales

Digital Zero (Cero digital)

Las salidas de señal digital responden al comando `Zero`, restando el nivel de señal en el instante de utilizar el comando, de todos los valores futuros.

Variaciones del nivel de línea base

Algunas operaciones durante el tiempo de análisis, como el cambio de la asignación de la señal o el cambio de una válvula, pueden producir grandes cambios en la posición de la línea de base. Esto puede complicar el procesado de la señal mediante dispositivos externos. El GC proporciona dos comandos en la tabla de análisis para minimizar tales problemas; consultar [“Programación del tiempo de análisis”](#).

`Store signal value` Salva el valor de la señal en el momento de utilización del comando.

`Sig zero - value` Crea un nuevo cero restando el valor almacenado del valor actual de la señal y aplica este cero a todos los valores futuros.

Cuando estos comandos rodean un comando de variación de la línea base, el efecto es llevar la nueva línea base al nivel previo, como muestra la [Figura 22](#).

El parámetro `Store` debe tener lugar antes del que modifica la línea base, y el parámetro `zero - value` debe tener lugar después de que la línea base se haya estabilizado en el nivel desplazado.

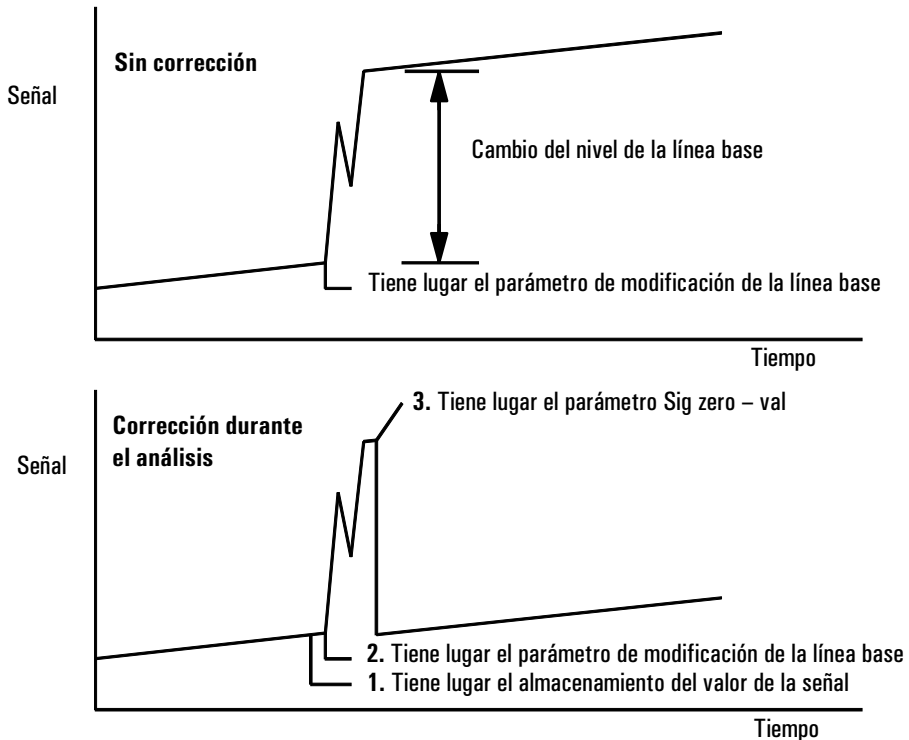


Figura 22 Corrección del desplazamiento del nivel de la línea base en las señales digitales

Cerity\ChemStation

El GC puede procesar datos a 11 velocidades diferentes, cada una correspondiente a una anchura mínima de pico. La tabla muestra el efecto de la selección de la velocidad de muestreo.

Tabla 21 Procesado de la señal en Cerity\ChemStation

Velocidad de muestreo (Hz)	Anchura mínima de pico (minutos)	Ruido relativo	Detector	Columna
200	0,001	3,1		Diámetro estrecho (50 μ m)
100	0,002	2,2	Sólo FID/FPD/NPD	Capilar
50	0,004	1,6		
20	0,01	1		
10	0,02	0,7		
5	0,04	0,5		en
2	0,1	0,3	Todos los tipos	
1	0,2	0,22		
0,5	0,4	0,16		
0,2	1,0	0,10		
0,1	2,0	0,07		Empaquetada lenta

No es posible modificar la velocidad de muestreo durante un análisis.

Se observa mayor ruido relativo a mayores velocidades de muestreo. Al doblar la velocidad de muestreo se dobla la altura de pico mientras que el ruido relativo aumenta sólo un 40%. Aunque el ruido aumenta, la relación señal/ruido es mejor a velocidades más rápidas.

Esta ventaja sólo tiene lugar si la velocidad original era muy lenta, ensanchándose los picos y resultando una menor resolución. Se recomienda elegir las velocidades de manera que el producto de la velocidad de muestreo y la anchura de pico, en segundos, esté entre 10 y 20.

La [Figura 23](#) muestra la relación entre el ruido relativo y las velocidades de muestreo. El ruido disminuye al hacerla la velocidad de muestreo hasta un valor de ésta de 5 Hz. Al descender la velocidad de muestreo, otros factores como el ruido térmico, aumentan los niveles de ruido.

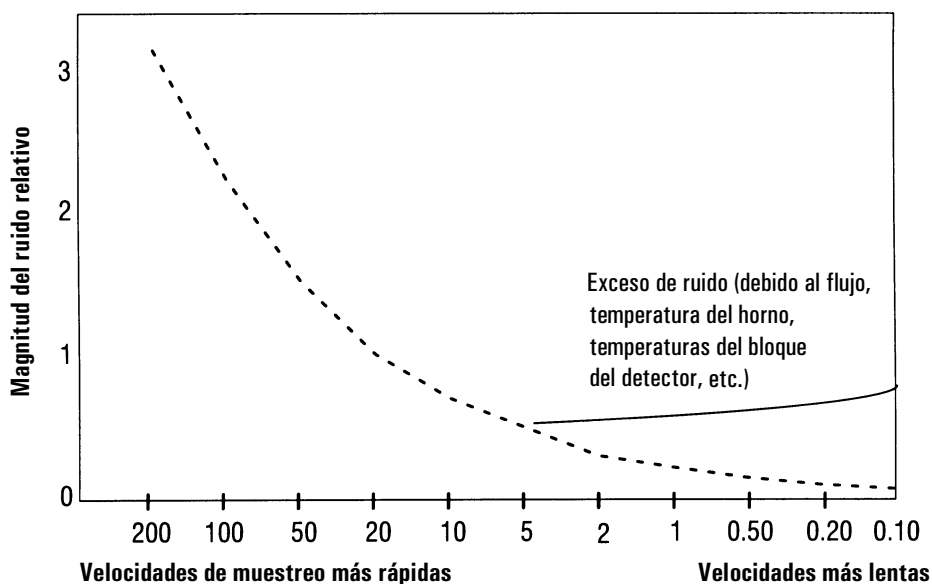


Figura 23 Relación entre el ruido y la velocidad de datos

Compensación de columna

Los picos se integran con más exactitud y repetitividad sobre una línea base plana que sobre una ascendente. La compensación de columna corrige el ascenso de la línea base durante la programación de temperatura. Para ello se realiza un análisis en blanco, sin inyectar muestra. Este análisis se graba y se resta del análisis *real*, para obtener una línea base plana. La [Figura 24](#) ilustra este concepto.

Todas las condiciones deben ser idénticas en el análisis de compensación de columna y en el *real*. Debe utilizarse el mismo detector y la misma columna, operando bajo las mismas condiciones de temperatura y flujo de gas. Pueden almacenarse dos perfiles de línea de base (como [Col Comp 1] y [Col Comp 2]).

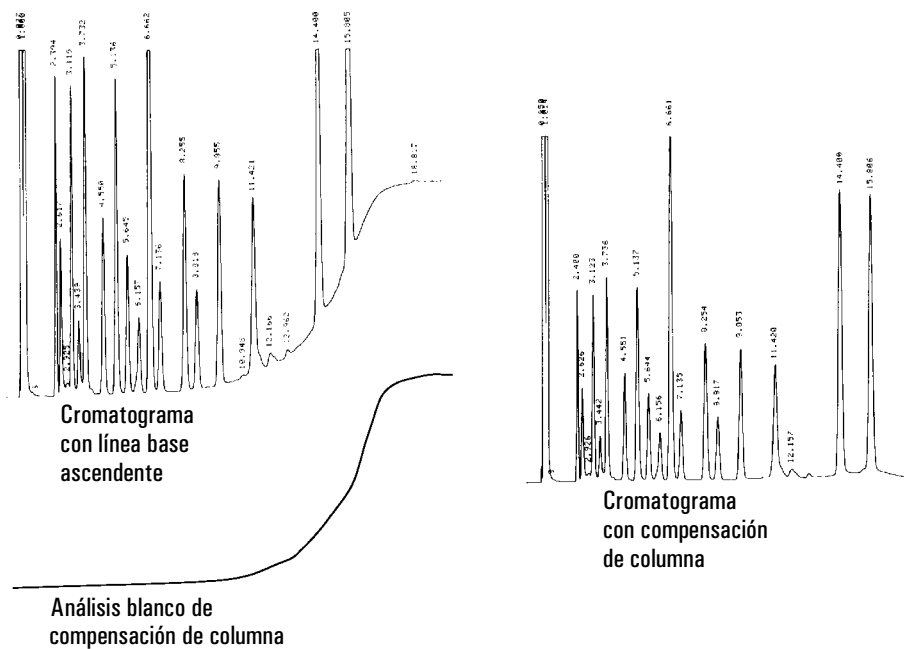
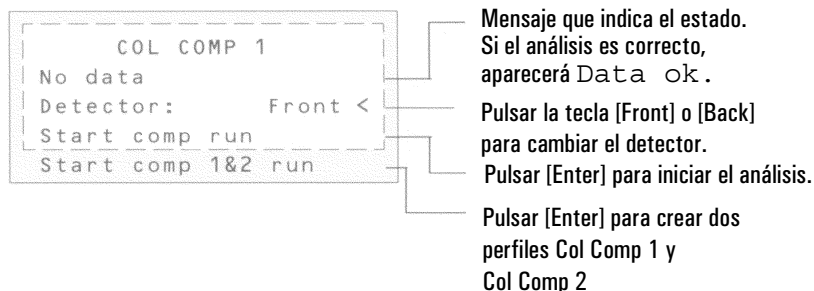


Figura 24 Compensación de la columna

Procedimiento: Creación de un perfil de compensación de columna

1. Configurar el instrumento para un análisis.
2. Realizar un análisis en blanco para verificar que la línea base esté limpia. Esto es particularmente importante si las condiciones son nuevas o si el GC no ha sido utilizado durante varias horas.
3. Pulsar [Col Comp 1] o [Col Comp 2] para abrir la tabla de control.
4. Pulsar [Front] o [Back] dependiendo del detector que se esté utilizando.



5. Seleccionar Start comp run o Start comp 1&2 run . Pulsar [Enter].
 - a. Start comp run crea un perfil.
 - b. Start comp 1&2 run crea dos perfiles (usando diferentes detectores y columnas pero el mismo programa de temperatura del horno).
6. Si el análisis es correcto, la primera línea de la tabla de control indicará Data ok , y aparecerán en la parte inferior la hora y la fecha.

Procedimiento: Realización de un análisis con compensación de columna

1. Fijar las condiciones cromatográficas. Deben ser idénticas a las utilizadas en el análisis de compensación de columna a excepción de que el valor de Final time de la última rampa del programa del horno puede ser mayor o menor.
2. Pulsar [Signal 1] o [Signal 2] para acceder a la tabla de control de la señal.

3. Ir a `Type:` y pulsar `[Mode/Type]`.

Pulsar `[Signal 1]` o `[Signal 2]`

```
SIGNAL 1
Type:      Front <
Value     0.0
Zero      0.0
Range     0
Attn      0
```

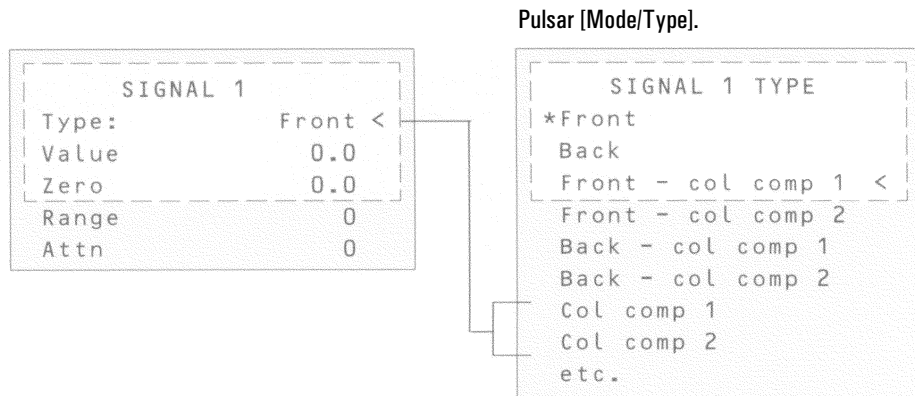
Pulsar `[Mode/Type]`

```
SIGNAL 1 TYPE
*Front
Back
Front - col comp 1 <
Front - col comp 2
Back - col comp 1
Back - col comp 2
Col comp 1
Col comp 2
etc.
```

4. Escoger `Front - col comp 1` o una de las otras tres opciones de compensación de columna, de la lista.
5. Introducir los valores de `Zero`, `Range` y `Attn`, si son aplicables.
6. Iniciar el análisis.

Procedimiento: Representación gráfica de un perfil almacenado de compensación de columna

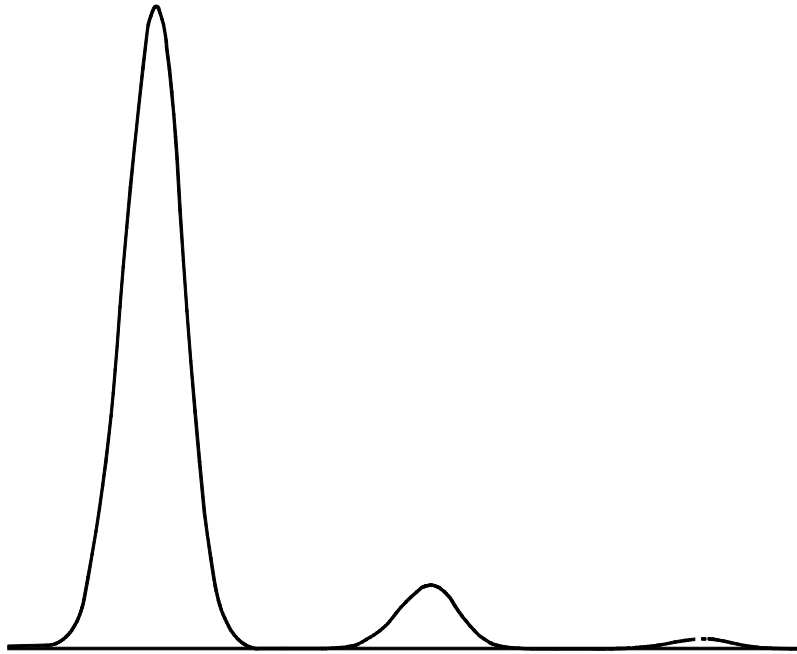
1. Pulsar [Signal 1] o [Signal 2] para abrir la tabla de control de la señal.
2. Ir a Type: y pulsar [Mode/Type].
3. Escoger Col comp 1 o Col comp 2 .
4. Pulsar [Start].



Test plot (Cromatograma de prueba)

Test plot es un “cromatograma” generado internamente que puede asignarse a un canal de salida de la señal. Consta de tres picos, con línea base resuelta.

El área del más grande es aproximadamente de 1 V-seg, el intermedio es 0,1 veces el mayor y el más pequeño es 0,01 veces el mayor.



Test plot puede utilizarse para verificar el funcionamiento de los dispositivos externos para el procesamiento de datos, sin tener que realizar análisis cromatográficos repetidamente. También puede utilizarse como una señal estable para comparar los resultados de diferentes dispositivos de procesamiento de datos.

7 Automatización del instrumento

Ejecución de eventos durante el análisis

Programación del tiempo de análisis

Utilización de los parámetros programados

Procedimiento: Programación de parámetros durante el análisis

La tabla de análisis

Procedimiento: Adición de parámetros a la tabla del análisis

Procedimiento: Edición de parámetros en la tabla de análisis

Procedimiento: Borrar eventos programados

Programación horaria

Utilización de parámetros horarios

Procedimiento: Programación de los eventos horarios

Procedimiento: Adición de eventos a la tabla horaria

Procedimiento: Edición de eventos horarios

Procedimiento: Borrar eventos horarios

Automatización del instrumento

Ejecución de eventos durante el análisis

La automatización del instrumento permite programar eventos utilizando la tabla de análisis o la tabla horaria. Pueden ejecutarse hasta 25 eventos en cada una de las tablas.

Programación del tiempo de análisis

La programación del tiempo de análisis permite cambiar automáticamente ciertos valores durante un análisis, como una función del tiempo cromatográfico. Por consiguiente, un evento que está programado para que ocurra a los 2 minutos, tendrá lugar 2 minutos después de cada inyección.

Su uso incluye:

- Control del intercambio de columna u otras válvulas
- Cambio de la definición, cero, rango o atenuación de la señal
- Control de un canal de presión auxiliar
- Cambio de la polaridad de un detector de conductividad térmica (TCD)
- Abrir o cerrar el flujo de hidrógeno en un detector de nitrógeno-fósforo (NPD)
- La pausa (congelación) y reanudación de un valor de señal

Los cambios se introducen en una tabla que especifica el parámetro que se va a cambiar, el tiempo del cambio y el nuevo valor. Al final del análisis cromatográfico, la mayoría de los parámetros modificados por una tabla de análisis, recuperan sus valores originales.

Las válvulas pueden programarse pero *no* recuperan su posición inicial al final del análisis. Debe programarse la operación de reinicio en la tabla de análisis, si se desea que ocurra esta acción. Ver [“Control de válvulas”](#).

Utilización de los parámetros programados

Se utiliza la tecla [Run Table] para programar parámetros.

Pueden controlarse los siguientes parámetros durante el análisis.

- Válvulas (1-8)
- Válvula de posición múltiple
- Tipo de señal (ver [página 169](#))
- Cero, atenuación y rango de la señal analógica
- Cero y variaciones del nivel de la línea base de la señal digital (ver [página 176](#))
- Presiones auxiliares (3, 4, 5)
- Polaridad negativa del TCD (on/off)
- Flujo de H₂ en el NPD (on/off)
- La pausa (congelación) y reanudación de un valor de señal

Procedimiento: Programación de parámetros durante el análisis

1. Pulsar [Run Table] para abrir la tabla de control del tiempo de análisis.
Aparecerá el siguiente mensaje si no hay presentes entradas programadas.

```
-----  
RUN TIME TABLE  
No entries in table.  
(Press MODE/TYPE  
to select new entry)  
-----
```

2. Pulsar [Mode/Type] para visualizar los tipos de parámetros.

```
-----  
RUN TIME TABLE TYPE  
Valve  
Multitipos valve  
Signal definition  
Signal zero  
Signal range  
Detector H2O flow  
Detector polarity  
Store Signal value  
Sig zero - value  
Freeze sig. value  
Resume sig. value  
-----
```

Nota: Sólo aparecerán aquellos tipos que sean posibles con la configuración del instrumento.

3. Ir al tipo de parámetro a programar.

```
-----  
RUN TIME TABLE TYPE  
RUN TABLE (1 of 1)  
Time: 0.00  
Type: Sig 1 zero  
Setpoint On  
-----
```

— Tiempo del análisis en el que tendrá lugar el evento

— Tipo de parámetro para el dato #1

— Parámetro establecido:

varía con el tipo de parámetro

4. Introducir valores para los parámetros Time: y Setpoint:

La tabla de análisis

Los eventos programados se clasifican en orden de ejecución en la Tabla del Análisis. A continuación se muestra un breve ejemplo:

RUN TABLE (1 of 3)	
Time: 0.10	Evento 1: rota una válvula, que podría ser una válvula de intercambio de columna
Type: Valve #2	
Setpoint 0n	
RUN TABLE (2 of 3)	
Time: 3	Evento 2: ajusta la atenuación de la señal. Volverá a su valor original al final del análisis.
Type: Sig 1	
att	
Setpoint 2	Evento 3: devuelve la Válvula #2 a su posición original como preparación para otro análisis. Las válvulas no se reconfiguran automáticamente.
RUN TABLE (3 of 3)	
Time: 4.20	
Type: Valve #2	

Figura 25 Ejemplo de una tabla de análisis

Procedimiento: Adición de parámetros a la tabla del análisis

1. Para añadir nuevos parámetros a la tabla de análisis, pulsar [Mode/Type] estando sobre la línea Time: o Type: de cualquier dato.
2. Seleccionar el tipo de parámetro.
3. Establecer los parámetros Time: y Setpoint: apropiados.

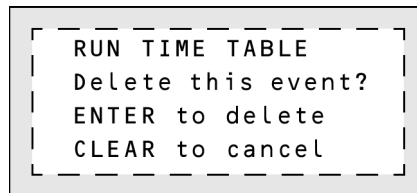
Repetir hasta introducir todos los parámetros. Estos se ordenan automáticamente, según el tiempo de ejecución.

Procedimiento: Edición de parámetros en la tabla de análisis

1. Pulsar [Run Table].
2. Desplazar el cursor al parámetro que se desee cambiar.
3. Para editar el tiempo de un evento, desplazar el cursor a la línea Time. Escribir el tiempo deseado y pulsar [Enter].
4. Para editar el valor de un parámetro, ir al valor y pulsar la tecla [On] u [Off] o introducir un valor numérico. Pulsar [Enter].

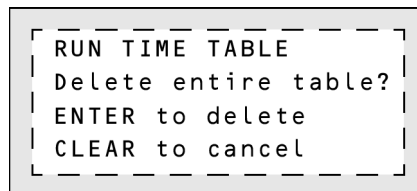
Procedimiento: Borrar eventos programados

1. Pulsar [Run Table] para acceder a la tabla del análisis.
2. Desde dentro de la tabla, pulsar la tecla [Delete] para borrar parámetros de la tabla del análisis. Al pulsar [Delete] estando en una tabla ya existente, aparecerá la siguiente pantalla.



```
RUN TIME TABLE
Delete this event?
ENTER to delete
CLEAR to cancel
```

3. Pulsar [Enter] para borrar el parámetro programado seleccionado; pulsar [Clear] para cancelar esta operación.



```
RUN TIME TABLE
Delete entire table?
ENTER to delete
CLEAR to cancel
```


Programación horaria

La programación horaria permite cambiar automáticamente ciertos parámetros, a tiempos específicos durante un día de 24 horas. Por consiguiente, un evento programado para que ocurra a las 14:35 horas, tendrá lugar a las 2:35 de la tarde. Un análisis o una secuencia en proceso, tienen prioridad sobre los eventos horarios. Tales eventos no se ejecutarán.

Posibles parámetros horarios:

- Control de la válvula
- Carga de método y secuencia
- Inicio de secuencias
- Iniciación de análisis de blancos y preparación
- Cambios de compensación de la columna
- Ajustes de la compensación (offset) del detector

Utilización de parámetros horarios

La función Clock Table permite programar parámetros para un día, basado en un reloj de 24 horas. Los eventos de tabla horaria que tendrían lugar durante un análisis o secuencia, se ignoran.

Por ejemplo, la tabla horaria podría utilizarse para iniciar un análisis incluso antes de que empezará el trabajo por la mañana.

Procedimiento: Programación de los eventos horarios

1. Pulsar [Clock Table] para acceder a la tabla de control horario. Aparecerá el siguiente mensaje si no hay eventos programados.

```
CLOCK TIME TABLE  
No entries in table  
(Press MODE/TYPE  
to select new entry
```

2. Pulsar [Mode/Type] para visualizar los tipos de programa .

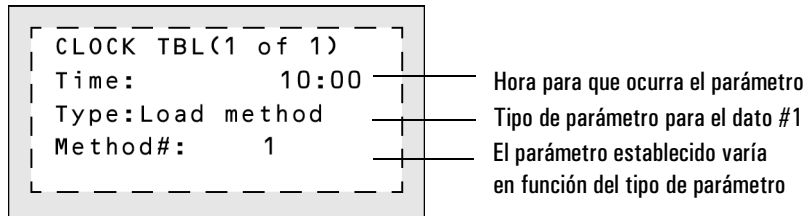
```
CLOCK TIME TABLE  
TYPE  
Valve  
Multipos valve  
Load method  
Load sequence  
Start sequence  
Blank run  
Prep run  
Col comp 1  
Col comp 2  
Col comp 1&2  
Adjust det offset
```

Sólo aparecen si el instrumento
está equipado con válvulas.

3. Desplazarse hasta seleccionar el parámetro a programar.

Por ejemplo, si se elige la opción “Load Method” como parámetro horario #1, la pantalla sería similar a la siguiente.

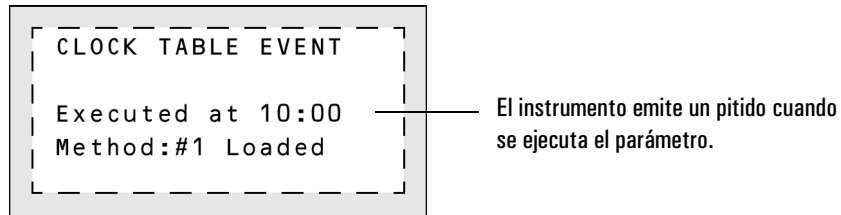
4. Editar los parámetros Time: y Method#: para este evento.



The screenshot shows a screen titled "CLOCK TBL(1 of 1)" with the following text: "Time: 10:00", "Type: Load method", and "Method#: 1". Three lines with arrows point from the text on the right to the corresponding fields in the screenshot: "Hora para que ocurra el parámetro" points to "10:00", "Tipo de parámetro para el dato #1" points to "Load method", and "El parámetro establecido varía en función del tipo de parámetro" points to "1".

Esto permite programar una hora específica a la que el GC cargará un método predeterminado.

5. Cuando se ejecuta el evento horario, aparece la siguiente pantalla:



The screenshot shows a screen titled "CLOCK TABLE EVENT" with the following text: "Executed at 10:00" and "Method:#1 Loaded". A line with an arrow points from the text on the right to the "Executed at 10:00" field: "El instrumento emite un pitido cuando se ejecuta el parámetro."

CLOCK TBL(1 of 9)	
Time: 01:25	Evento 1 de 9
Type: Multipos valve	
Stream # 1	
Time: 03:00	Evento 2 de 9
Type: Prep run	
Time: 03:30	Evento 3 de 9
Type: B det-polar	
Setpoint On	
Time: 08:46	Evento 4 de 9
Type: Blank run	
Time: 10:25	Evento 5 de 9
Type: Adjust offset	
Detector: Back	
Time: 11:00	Evento 6 de 9
Type: Start sequence	
Time: 13:20	Evento 7 de 9
Type: Load sequence	
Sequence # 2	
Time: 21:35	Evento 8 de 9
Type: Col comp2	
Time: 23:54	Evento 9 de 9
Type: Valve#2	
Setpoint: Off	

La tabla horaria se reiniciará a la 01:25 de la mañana siguiente, con el evento de la válvula de posición múltiple.

Figura 26 Ejemplo de una tabla horaria

Nota: Ésta *no* es una tabla horaria muy “realista”. Tan sólo pretende mostrar la variedad de acontecimientos que se pueden programar y demostrar que el tamaño de cualquiera de los datos depende de los parámetros necesarios para ese acontecimiento.

Pueden programarse hasta 25 eventos horarios.

Procedimiento: Adición de eventos a la tabla horaria

1. Pulsar [Clock Table].
2. Para añadir nuevos eventos a la tabla horaria [Mode/Type]. Cuando se añaden entradas, se ordenan cronológicamente, de forma automática.
3. Seleccionar el siguiente tipo de evento.
4. Establecer los parámetros apropiados.

Repetir este proceso hasta haber introducido todos los datos

Procedimiento: Edición de eventos horarios

1. Pulsar [Clock Table] para visualizar todos los eventos programados.
2. Ir al evento que desee cambiar.
3. Editar el tiempo para un evento, desplazar el cursor a la línea etiquetada Time: y escribir el tiempo deseado.
4. Editar el valor de un parámetro desplazándose a la línea correspondiente y pulsar la tecla [On] u [Off], o introducir un valor numérico.

Procedimiento: Borrar eventos horarios

1. Pulsar [Clock Table].
2. Pulsar la tecla [Delete] para eliminar eventos de la tabla horaria. Al pulsar la tecla [Delete] mientras se esté en una tabla de tiempos existente, aparecerá la siguiente pantalla:

```
CLOCK TABLE EVENT
Delete this event?
ENTER to delete,
CLEAR to cancel
```

3. Pulsar [Enter] para borrar el evento programado seleccionado; pulsar [Clear] para cancelar esta operación.

Para borrar la tabla completa, pulsar [Delete] [Clock Table].
Aparecerá la siguiente pantalla.

```
CLOCK TABLE EVENT
Delete entire table?
ENTER to delete,
CLEAR to cancel
```

8 Métodos analíticos

¿Qué es un método?

¿Qué se puede hacer con un método?

Creación de un método

Procedimiento: Almacenaje de un método

Procedimiento: Carga de un método previamente almacenado

Procedimiento: Carga del método por defecto

Discrepancias en el método

Cambios de configuración introducidos por el usuario

Cambios de configuración del hardware

Procedimiento: Modificación de un método previamente almacenado

Procedimiento: Borrar un método almacenado

Listado de un método

Métodos analíticos

¿Qué es un método?

Un método analítico es un conjunto de valores necesarios para analizar una muestra en el GC 6890. Los métodos hacen posible instaurar una determinada configuración en el instrumento sin tener que reintroducir todos los parámetros.

Se puede pensar en un método como un conjunto de tablas de control completas, que contengan información como programas de temperatura del horno, programas de presión, temperaturas del inyector, etc. Siempre hay un método activo en el GC (el grupo de condiciones que controlan el equipo en ese momento). Un método se crea guardando estas condiciones como un método numerado, utilizando la tecla [Store].

Existen tres clases de métodos:

- El método activo: la configuración que se está utilizando actualmente.
- Método almacenado: uno de los cinco métodos que pueden grabarse en el GC.
- El método por defecto: el conjunto de parámetros por defecto para el GC. Puede volver a cargarse en cualquier momento.

¿Qué se puede hacer con un método?

Los métodos pueden:

- **Crearse** configurando el GC del modo que se desee. Este es el método activo.
- **Almacenarse** pulsando [Store] y asignándole un número identificativo de 1 a 5.
- **Cargarse** pulsando [Load] y especificando el número del método a cargar. Al cargar un método se sustituyen los parámetros del método activo.
- **Modificarse** cargando el método inicial, haciendo los cambios deseados y almacenándolo utilizando el número original. La nueva versión reemplaza a la antigua.

Los métodos se presentan en una tabla de control de su estado que indica la fecha y hora de cuando se guardaron. Se accede a esta tabla pulsando [Method].

STORED METHODS		
1:	<empty>	<
2:	13:25 16 Feb 94	
3:	<empty>	
4:	<empty>	
5:	14:02 16 Feb 94	
Set default method		

Estado del método. <empty> significa que no hay ningún método almacenado. Al grabar un método se muestra la fecha y hora a la que se grabó por última vez.

Fijar el método por defecto. Sustituye el método activo con los parámetros por defecto.

Creación de un método

Como un método es un conjunto de tablas de control de los parámetros utilizados para análisis, depende de la configuración del instrumento. A continuación se muestra una lista de parámetros de los que se pueden grabar valores durante el desarrollo del método:

- Horno
- Entrada frontal/trasera
- Columna 1 & 2
- Detector frontal/posterior
- Señales 1 & 2
- Aux #1-5
- Post análisis
- Válvula # 1-8
- Tabla de control del análisis
- Inyectores frontal y posterior
- Bandeja de muestras

Estos parámetros se guardan cuando el GC se apaga y se vuelven a cargar automáticamente cuando se enciende de nuevo el instrumento. Sin embargo, si se ha modificado el hardware mientras el instrumento estaba apagado, puede que no sea posible recuperar todos los parámetros del método.

Procedimiento: Almacenaje de un método

Para almacenar un método:

1. Pulsar [Method] e ir al número que se desee utilizar.

```
1: <empty>
2: 13:25 16 Feb 94
3: <empty>
  STORED METHODS
4: <empty>
5: 14:02 16 Feb 94
Set default method <
```

2. Pulsar la tecla [Store]. Se pedirá confirmación.

```
STORE METHOD
Store method 1?
ENTER to store,
CLEAR to cancel
```

3. [Enter] graba el método utilizando el número elegido. [Clear] para volver a la tabla de estado STORED METHODS sin grabar el método.

4. Si ya existe un método con ese número, aparece la siguiente pantalla:

```
STORE METHOD
Method 2 exists,
ENTER to overwrite,
CLEAR to cancel
```

- [Enter] para sustituir el método existente con el nuevo y volver a la tabla de estado STORED METHODS.
- [Clear] para volver a la tabla de estado STORED METHODS sin grabar el método.

Procedimiento: Carga de un método previamente almacenado

Para cargar un método almacenado:

1. Pulsar [Method] para acceder a la tabla de control de estado STORED METHODS.
2. Ir al método que desee cargar.

```
1:      <empty>
2:  13:25  16 Feb 94
3:      <empty>
  STORED METHODS
4:      <empty>
5:  14:02  16 Feb 94
Set default method <
```

3. Pulsar la tecla [Load].

Se pedirá cargar el método pulsando [Enter] o cancelar esta función pulsando [Clear].

4. Pulsar [Enter] para cargar el método. El método seleccionado sustituye al método activo.

```
LOAD METHOD

Method 1 loaded
```

[Clear] sale de esta función y vuelve a la tabla de estado STORED METHODS.

Procedimiento: Carga del método por defecto

Los parámetros por defecto del GC pueden volver a cargarse en cualquier momento.

1. Pulsar [Method].
2. Ir a “Set default method” (cargar el método por defecto).

```
1:      <empty>
2: 13:25 16 Feb 94
3:      <empty>
  STORED METHODS
4:      <empty>
5: 14:02 16 Feb 94
  Set default method <
```

3. Pulsar [Enter].

Ver ["Teclado y pantalla"](#).

Discrepancias en el método

Cuando el método que se carga contiene parámetros que no concuerdan con la configuración actual del GC, aparecen mensajes de discrepancia en el método. Si esto ocurre, pueden ignorarse los valores que no concuerden.

Las discrepancias son causadas por cambios realizados por el usuario (diferente opción de gas portador, etc.) o por cambios de hardware (cambio de un TCD por un FID, etc.) llevados a cabo después de que el método se almacenara.

Cambios de configuración introducidos por el usuario

Aparecerán advertencias sobre cambios de configuración realizados por el usuario entre el método almacenado y el método activo. El método activo sustituirá el cambio de parámetro.

```
LOAD METHOD
Method configuration
mismatch, press
STATUS for details
```

Pulsar [Status] para ver qué parámetros están causando discrepancias.

```
STATUS - Not Ready
Back det shutdown
Oven temp
METHOD MISMATCH(ES):
Oven maximum temp
Valve config
```

Discrepancias del método: el mensaje aparecerá si el hardware o la configuración introducidos por el por el usuario han cambiado.

Cambios de configuración del hardware

Si el hardware ha cambiado, algunas partes del método podrían resultar ignoradas. El sistema lo advertirá. Por ejemplo, supongamos que se cambia el FID frontal por un μ -ECD. Si se cargara un método que utilice el FID, los parámetros no se pueden cargar. Estos se ignorarán, manteniéndose los valores del μ -ECD. El resto de los parámetros que puedan cargarse, se cargarán.

Procedimiento: Modificación de un método previamente almacenado

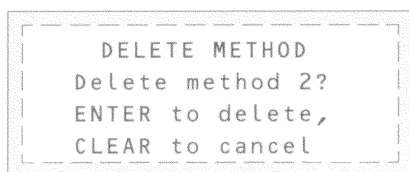
Cuando se carga un método, se sustituye el método activo.

Puede modificarse un método previamente almacenado:

1. Cargando el método deseado
2. Haciendo los cambios apropiados
3. Almacenando este método con el mismo número (sustituyendo al original)
o grabándolo con un número diferente

Procedimiento: Borrar un método almacenado

1. Desde la tabla de control, desplazarse hasta el método apropiado y pulsar [Delete]. Aparecerá lo siguiente:



2. Para borrar este método, pulsar [Enter].
3. Para no borrar el método, pulsar [Clear].

Listado de un método

Cuando el 6890 transmite un listado de un método a un dispositivo externo, éste muestra los parámetros de la neumática relacionados con la temperatura inicial del horno (principio del análisis), independientemente de la temperatura actual.

De este modo se obtienen listados que dependen sólo del contenido del método y no se ven afectados por el estado actual del instrumento.

Como resultado, los valores de la neumática listados en el integrador (u otros equipos que utilizan el listado del método) pueden diferir de los valores que aparecen en la pantalla del 6890.

9 El inyector automático de líquidos

Tabla de control del inyector

Procedimiento: Edición de los parámetros del inyector

Configuración del inyector

Procedimiento: Configuración de un inyector con una torreta con viales para ocho muestras

Procedimiento: Configuración de un inyector con una torreta con viales para tres muestras

Parámetros de la bandeja de muestras

Procedimiento: Edición de los parámetros de la bandeja de muestras

Procedimiento: Configuración del lector de códigos de barras

Almacenaje de los parámetros del inyector

El inyector automático de líquidos

Esta sección contiene información sobre cómo configurar y utilizar el inyector automático de líquidos.

El inyector automático de líquidos puede incluir una o dos torres de inyección, un lector de códigos de barras y una bandeja. Se utiliza el teclado GC para introducir los parámetros del inyector y la bandeja y para controlar secuencias simples. Las piezas del inyector son:

- *Injector tower*—contiene una jeringa para la inyección de la muestra. Pueden montarse dos torres de inyección en ambos inyectores GC. La torre puede desmontarse y colocarse sobre unos postes en la parte posterior del GC.
- *Bandeja de muestras*: admite un máximo de 100 viales.
- *Torre del inyector*: contiene los viales de muestra, residuos y lavado.
- *Lector de códigos de barras*: lee y descodifica varios códigos de barras.

Para obtener más información sobre el inyector automático de líquidos, consultar la Guía de operación (Ref. G2612-95117).

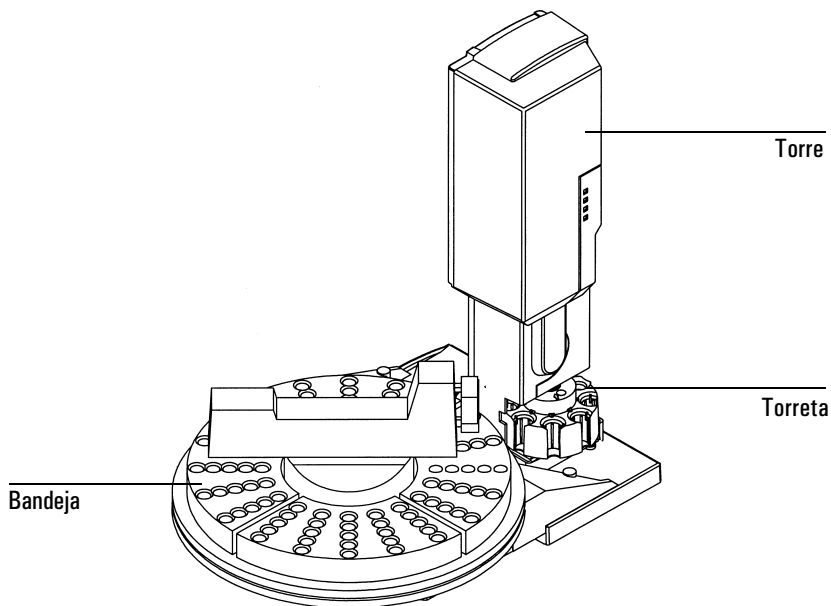


Figura 27 Componentes del inyector automático

Tabla de control del inyector

Pulsar [Front Injector] o [Back Injector].

FRONT INJECTOR	
Injection vol	1.0<
#Sample pumps	1
Viscosity delay	1
#Sample washes	1
#Solv A washes	1
Stop plunger	Off
Pre dwell time	0.10
Post dwell	0.10
Sampling offset	2.0
#Solv A pre wash	2
#Solv B pre wash	2

Injection volume—Volumen de muestra que se desea inyectar. Pulsar [Mode/Type] para seleccionarlo. Los volúmenes disponibles dependen del tamaño de jeringa que se haya configurado. Ver [“Configuración del inyector” en la página 209](#).

- Las selecciones representan el 2%, 10%, 20%, 30%, 40% y 50% del tamaño de la jeringa
- Desactivar el volumen de inyección (Off) para desactivar el inyector.

Number of sample pumps—Las veces que el émbolo de la jeringa se mueve hacia arriba y hacia abajo con la aguja en la muestra, para expulsar las burbujas de aire y mejorar la reproducibilidad.

Viscosity delay—Segundos que el émbolo se detiene en el punto máximo del bombeo y golpes de inyección. Para muestras viscosas, la pausa permite a la muestra fluir hacia el vacío creado en la jeringa

Number of sample washes—Número de veces que la jeringa se enjuaga con muestra antes de la inyección. El inyector introduce la aguja en el vial, llena la jeringa hasta 8/10 de su volumen total y la vacía en una de las botellas de residuos.

Number of solvent A washes—Número de veces que la jeringa se lava con disolvente de la botella A.

Number of solvent B washes—Número de veces que la jeringa se lava con disolvente de la botella B.

Slow plunger—La velocidad del émbolo de la jeringa durante la inyección. Permite reducir la velocidad media del émbolo y mantener la aguja de la jeringa en el inyector durante 4 segundos después de la inyección. Activando el parámetro, On, se fija una velocidad de 5 $\mu\text{l/s}$ (Con una jeringa de 10 μl); si esta en—Off la velocidad es 20 veces mayor. La velocidad del émbolo durante el bombeo y la eliminación de residuos, no cambia.

Dwell times—Tiempo, en minutos, que la aguja permanece en el inyector antes o después de la inyección.

Sampling offset—Permite profundidades de muestreo variables.

Procedimiento: Edición de los parámetros del inyector

El acceso a cualquiera de las teclas del inyector permite editar los parámetros de control, como los volúmenes de inyección, lavados de muestra y disolvente, etc.

Para editar los parámetros del inyector:

1. Pulsar [Front Injector] o [Back Injector].
2. Ir al parámetro deseado.
3. Introducir un valor, o activar (on) o desactivar (off) el parámetro.
 - Pulsar [Mode/Type] para seleccionar un tamaño de jeringa.

Configuración del inyector

Posición de la torre

Los cables del inyector se conectan al puerto INJ1 o INJ2 del controlador. Este valor indica qué torre corresponde a cada inyector. Con sólo un inyector, no hay que mover los cables si se mueve la torre, simplemente reconfigurar su posición.

Modo de la botella de residuos

Las posiciones de las botellas de residuos en la torreta se controlan utilizando la tecla [Mode/Type]:

- Use both A and B alterna entre las dos botellas de residuos
- Use only A bottle utiliza la botella A únicamente
- Use only B bottle utiliza la botella B únicamente

Use B2 wash (Utilización de un lavado B2)

Se puede activar esta opción, para utilizar dos viales de 4 ml de disolvente B, aumentando el número de análisis que se pueden realizar antes de rellenar los viales de disolvente.

- Utilizar el mismo disolvente en las posiciones B y B2. (Esta opción no permite utilizar un tercer disolvente).
- Utilizar la torreta de tres viales de muestra.
- Debido a que la capacidad de disolvente es de 6 ml (2 ml cada uno de los viales de disolvente A, B, y B2), se **deben** utilizar dos viales de residuos. Consultar la anterior sección *Modo de la botella de residuos*.
- Configurar cada inyector independientemente.

Obsérvese que el número de lavados de disolvente B para cada inyección no cambia. El inyector simplemente alterna el uso entre los dos viales de disolvente B.

Procedimiento: Configuración de un inyector con una torreta con viales para ocho muestras

1. Pulsar [Config][Front Injector] o [Config][Back Injector].

```
┌─── CONFIG F INJECTOR ──┐
│ Front Tower      INJ1   │
│ Syringe size    10.0   │
│ Tower fan      _ _ _ Off │
└────────────────────────┘
```

2. Con el cursor en la línea de la torre, usar las teclas [On] u [Off] para establecer la posición de la torre como INJ1 o INJ2.
3. Introducir un valor para el tamaño de jeringa, Syringe size, en µl.
4. Con el cursor situado en Tower Fan, utilizar la tecla [On] u [Off] para seleccionar el uso del ventilador.
 - Por lo general, el ventilador debería dejarse encendido (On).

Procedimiento: Configuración de un inyector con una torreta con viales para tres muestras

1. Pulsar [Config] [Front Injector] o [Config] [Back Injector].

```
┌─── CONFIG B INJ ──┐
│ Back Tower      INJ1   │
│ Use B2 wash     On    │
│ Waste Btle mode _ A   │
│ Syringe size    10.0   │
│ Tower fan      Off    │
└────────────────────────┘
```

2. Configurar el uso de la botella de residuos B2, On u Off.
3. Para seleccionar el modo de la botella de residuos, pulsar [Mode/Type].
4. Introducir el tamaño de la jeringa instalada, en µl, en Syringe size.
5. Con el cursor situado en Tower Fan, utilizar la tecla [On] u [Off] para seleccionar el uso del ventilador.
 - Por lo general, el ventilador debería dejarse encendido (On).

Parámetros de la bandeja de muestras

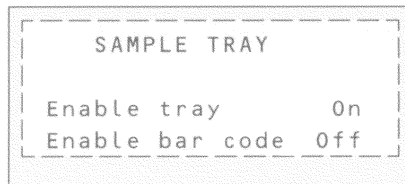
La bandeja de muestras reparte los viales a los inyectores frontal y posterior, de acuerdo con los parámetros definidos de la secuencia. Hay un grupo independiente de parámetros de secuencia para cada inyector. La bandeja de muestras lleva los viales al inyector frontal antes que al posterior. Pueden utilizarse secuencias grabadas y configuraciones de códigos de barras para indicar a la bandeja a dónde llevar y de dónde recoger los viales.

Enable tray—activado, On, para una secuencia de bandeja, desactivado, Off, para las botellas de muestra en la torreta del inyector.

Enable bar code—activa o desactiva el lector de códigos de barras.

Procedimiento: Edición de los parámetros de la bandeja de muestras

1. Pulsar [Sample tray] para acceder a los parámetros de la bandeja y del lector de códigos de barras.

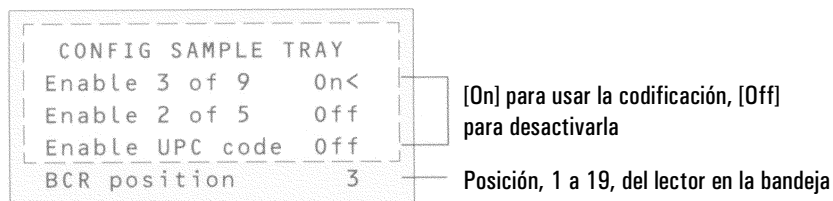


2. Pulsar [On] u [Off] para activar o desactivar la bandeja.
3. Pulsar [On] u [Off] para activar o desactivar el lector de códigos de barras.

Procedimiento: Configuración del lector de códigos de barras

El lector de códigos de barras puede configurarse para leer códigos específicos de las etiquetas.

1. Para editar los parámetros del lector de códigos de barras, pulsar [Config][Sample Tray].



2. Pulsar [On] u [Off] para controlar los siguientes parámetros de los códigos de barras.

Enable 3 of 9 :— el código 3 de 9 ofrece la mayor versatilidad para usos en el laboratorio. Puede codificar tanto letras como números, además de algunos signos de puntuación, y la longitud del mensaje puede variar para adecuarse tanto a la cantidad de datos a codificar como al espacio disponible.

Enable 2 of 5 :— el código 2 de 5 está restringido a números pero permite una longitud variable del mensaje.

Enable UPC code :— el Código Universal del Producto (UPC) es probablemente el más conocido de los utilizados. Los códigos UPC son sólo números y tienen una longitud fija del mensaje.

3. Introducir 3 como la posición del lector de códigos de barras cuando se instala en la parte frontal de la bandeja.

Para más información sobre el lector de códigos de barras, consultar el Manual de Operación o Manual de Instalación.

Almacenaje de los parámetros del inyector

Después de establecer los parámetros del inyector, los parámetros de la bandeja de muestras y las configuraciones del lector de códigos de barras, grabarlos como parte del método siguiendo los procedimientos descritos en [“Procedimiento: Almacenaje de un método”](#). Este método forma parte de la secuencia para analizar las muestras. Para obtener más información sobre las secuencias del inyector y el control de secuencias, ver [“Secuencias analíticas”](#).

10 Control de válvulas

La caja de válvulas

- Calentamiento de las válvulas
- Programación de la temperatura de la válvula
- Configuración de una zona térmica auxiliar

Control de válvulas

- Los controladores de válvulas

Los controladores de válvulas internas

Los controladores de válvulas externas

Configuraciones de válvulas

- Procedimiento: Configuración de la válvula

Control de válvulas

- Procedimiento: Control de las válvulas desde el teclado
- Desde las tablas de programación del análisis u horaria

Ejemplos del control de válvulas

- Válvula simple: selección de columna
- Válvula de muestreo de gases
- Válvula de posición múltiple de selección de corriente y válvula de muestreo

Control de válvulas

El cromatógrafo de gases 6890 (el GC) soporta hasta cuatro válvulas en una caja, con posibilidad de calentamiento, situada sobre el horno.

La caja de válvulas es la mejor posición porque es una zona de temperatura estable, aislada del horno de la columna.

La caja de válvulas

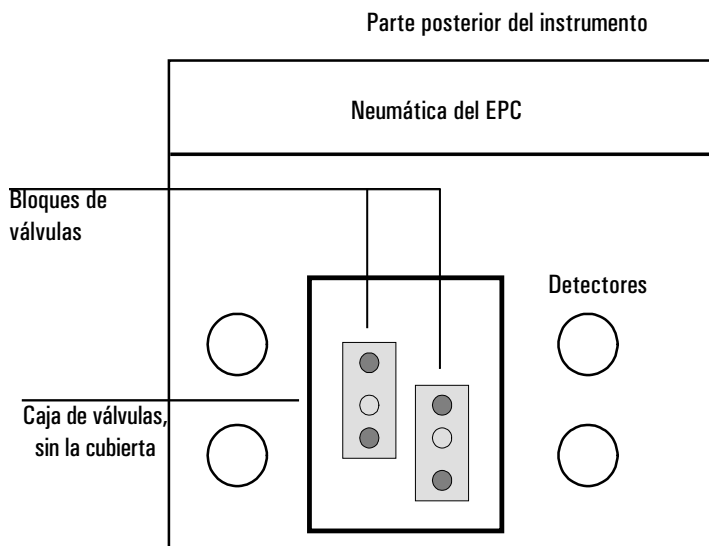


Figura 28 La caja de válvulas

Calentamiento de las válvulas

La caja de válvulas contiene dos bloques calentados, cada uno con dos puntos para el montaje (sombreados). El agujero en medio de cada bloque se utiliza para pasar los tubos al interior del horno.

Si se utilizan dos válvulas, montarlas en el mismo bloque. De este modo podrán calentarse utilizando sólo un canal de control (Aux 1 o Aux 2, dependiendo de cómo estén conectados los calentadores). Con más de dos válvulas, deben utilizarse ambos, Aux 1 y Aux 2, para calentar los dos bloques. Programarlos a la misma temperatura.

Programación de la temperatura de la válvula

La mayoría de las aplicaciones de la válvula son isotérmicas; sin embargo, se pueden definir tres rampas de temperatura si así se desea. Pulsar [Aux #], después [1] o [2]. Programar esta rampa igual que una rampa del horno. Consultar [“Realización de un análisis de temperatura programada”](#) en la página 108 para obtener más información.

AUX 1		
Temp	35	150
Init time		0.00
Rate 1		0.00
Final temp 1		00.0
Final time 1		0.00
Rate 2		0.00
Final temp 2		00.0
Final time 2		0.00
Rate 3		0.00
Final temp 3		00.0
Final time 3		0.00

Configuración de una zona térmica auxiliar

Para configurar una zona térmica auxiliar (1 o 2), pulsar [Config], y después [Aux #]. Pulsar [Mode/Type], y después seleccionar el tipo de dispositivo que se va a controlar en la zona y pulsar [Enter].

CONFIG AUX 1	
Valve box	
MSD transfer line	
AED transfer line	
Nickel catalyst	
Unknown	

Control de válvulas

Las válvulas pueden controlarse manualmente desde el teclado o como parte de un programa horario o del tiempo de análisis. Observar que si se cambia la posición de una válvula durante el análisis, *no* volverá a su posición inicial automáticamente al final del análisis, a menos que esté configurada como una válvula de muestreo de gases. Para otros tipos de válvulas, debe incluirse la reconfiguración deseada en el programa.

Los controladores de válvulas

Un controlador de válvula, driver, es el software y circuito del GC que controla la válvula o función relacionada. Hay ocho controladores, conocidos como Valve 1 a Valve 8.

Tabla 22 Características del controlador de la válvula

Número de válvula	Tipo	Voltios	Potencia o corriente	Uso
1, 2, 3, y 4	Fuente de corriente	24 Vdc	13 vatios	Control de válvula neumática
5 y 6	Fuente de corriente	24 Vdc	100 mA	Relés y dispositivos de baja corriente
7 y 8	Cierre de contacto	48 Vdc o 48 Vac rms		Control de una fuente externa de corriente

Los controladores de válvulas internas

Los controladores 1 a 4 se utilizan normalmente para controlar válvulas que operan por medio de la neumática, montadas en la caja de válvulas. Las conexiones de éstas aparecen como un grupo de conectores dentro de la cubierta derecha del GC.

Las válvulas controladas por la neumática están controladas por solenoides montados cerca de los conectores que controlan el flujo de aire hacia los mecanismos de activación de las válvulas.

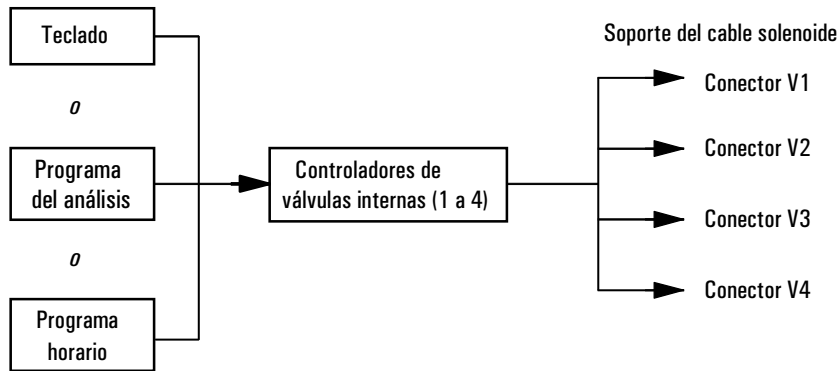


Figura 29 Controladores de las válvulas internas

No hay relación directa entre la posición de una válvula en la caja y el driver que la controla. Esto depende de cómo se conecten los solenoides y los mecanismos de activación.

Los controladores de válvulas externas

Los drivers 5 y 6 controlan una corriente que puede utilizarse para manejar un relé u otro dispositivo de baja potencia. Los drivers 7 y 8 controlan la corriente de una fuente externa. Los detalles electrónicos se presentan en la [Tabla 22](#) en la página [216](#).

Estos drivers, particularmente Valve 7 y 8, pueden utilizarse para controlar una válvula de posición múltiple, dirigida por un motor, para la selección de corriente.

Estos cuatro controladores (o drivers) aparecen en el conector External Event de la parte trasera del GC.

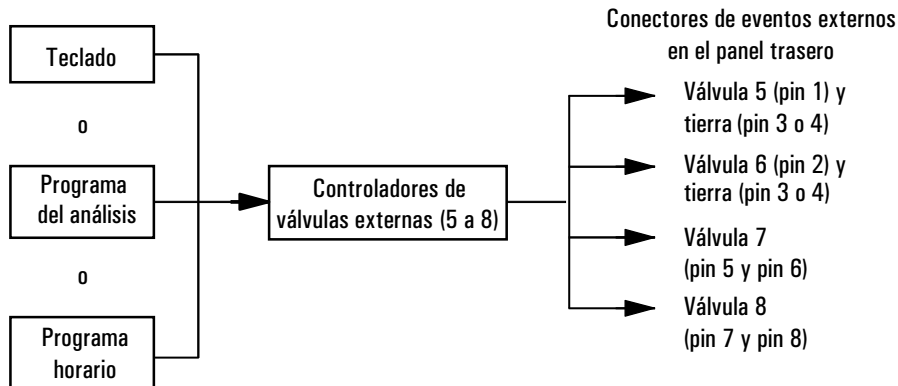


Figura 30 Controladores de las válvulas externas

Configuraciones de válvulas

Hay cinco posibles tipos de válvulas:

- Muestreo de gases: una válvula de dos posiciones (carga e inyección). En la posición de carga, la corriente de gas externo fluye a través de un loop de muestreo acoplado y sale por la posición de residuos. En la posición de inyección el loop de muestreo lleno, se inserta en la corriente de gas portador. Cuando la válvula cambia de la posición “Load” a “Inject” se inicia el análisis, si es que no está ya en progreso. Ver el ejemplo de la página [222](#).
- De intercambio: una válvula de dos posiciones con cuatro, seis o más vías. Estas son válvulas de uso general utilizadas para tareas como selección de columna, aislamiento de columnas y muchas más. Para ver un ejemplo de control de válvulas, consultar la página [221](#).
- Multiposición: también denominada válvula de selección de corriente. Se utiliza normalmente para seleccionar una entre varias corrientes de gas y dirigirla a una válvula de muestreo para el análisis. Tiene un mecanismo de activación especial que avanza la válvula una posición cada vez que se activa, o puede estar controlada por un motor. En la página [224](#) se muestra un ejemplo que combina una válvula de selección de corriente con una de muestreo de gases.
- Otra: puede ser cualquiera.
- No instalada: se explica por sí mismo.

Procedimiento: Configuración de la válvula

1. Pulsar [Config] [Valve #].

```
CONFIG VALVE
Which valve? (1-8) <
```

2. Especificar el controlador de la válvula a configurar.
Escribir el número (1 en este ejemplo) y pulsar [Enter].

3. Aparecerá el tipo actual de este controlador.

```
CONFIG VALVE 1
Type: Switching <
```

0

```
CONFIG VALVE 1
Type: Multiposition <
Switching time 1.0
Invert BCD On
```

0

```
CONFIG VALVE 1
Type: Gas sampling <
Loop volume 0.250
Load time 0.5
Inject time 1.00
Inlet: None
```

4. Pulsar [Mode/Type] para las opciones de válvulas.

```
VALVE 1 TYPE
Gas sampling
Switching
*Multiposition <
Other
Not installed
```

5. Seleccionar un tipo de válvula y pulsar [Enter].

Control de válvulas

Procedimiento: Control de las válvulas desde el teclado

Las válvulas (excepto las de posición múltiple) tienen dos posiciones controladas por las teclas [On] y [Off]. Los comandos del teclado para válvulas de dos posiciones son:

[Valve #] <va a la válvula> [On](rota la válvula a una posición)

y

[Valve #] <va a la válvula> [Off](rota la válvula a la otra posición)

Desde las tablas de programación del análisis u horaria

Los comandos Valve On y Valve Off pueden programarse durante el análisis a una hora determinada. Ver [“Procedimiento: Programación de parámetros durante el análisis”](#). Ver [“Procedimiento: Programación de los eventos horarios”](#).

Si la válvula se rota mediante un programa del análisis, *no* volverá automáticamente a su posición inicial al final del análisis. El usuario debe programar esta operación.

Ejemplos del control de válvulas

Válvula simple: selección de columna

Estas son las conexiones para una sola válvula, configurada como válvula de intercambio, que selecciona una de dos columnas para el análisis. No tiene parámetros de configuración.

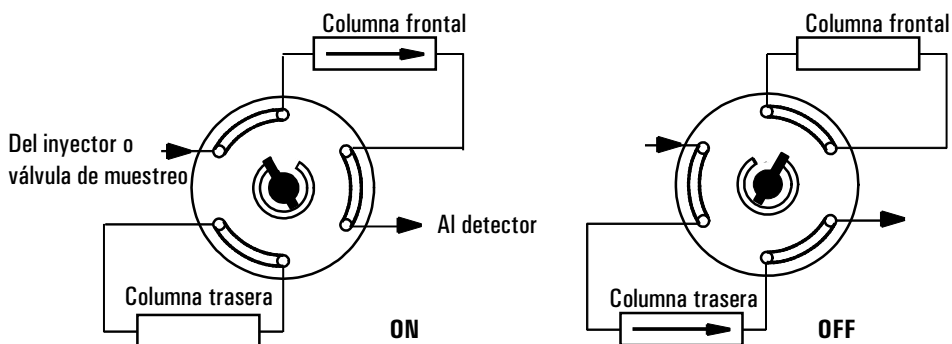


Figura 31 Válvula de selección de columna

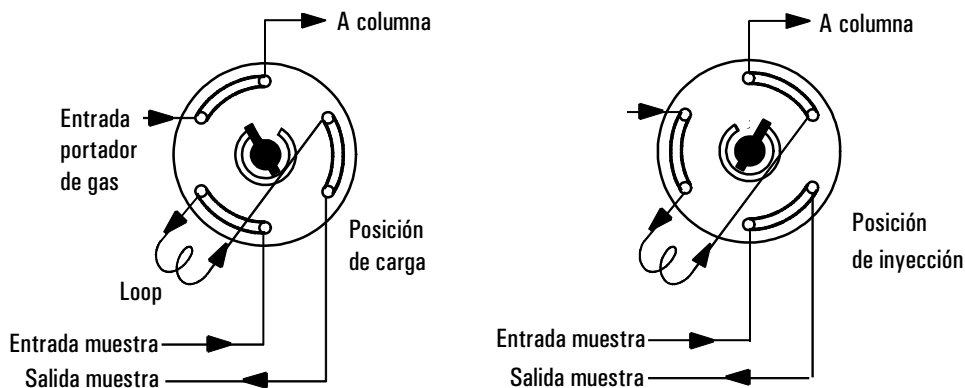
La columna se selecciona pulsando [Valve #] <va a la válvula 2> [On] (para la columna frontal) u [Off] (para la columna trasera). Esta tabla de análisis garantiza que la válvula está en posición “Off” entre análisis:

RUN TABLE (1 of 1)	
Time:	15.00
Type:	Valve #2
Setpoint:	Off

Garantiza que la válvula está en la posición Off entre análisis.

Válvula de muestreo de gases

Si una válvula está configurada para el muestreo de gases, inicia el análisis automáticamente cuando cambia a la posición "Inject". Esto puede realizarse mediante un comando del teclado o por una subsecuencia o entrada en la tabla horaria. Puede haber dos válvulas de muestreo de gases instaladas.



Posición de carga: el loop se aclara con una corriente de gas de muestra.

La columna se aclara con gas portador.

Posición de inyección: se inserta el loop lleno en la corriente de gas portador.

La muestra se lleva a la columna. El análisis empieza automáticamente.

Figura 32 Válvula de muestreo de gas

El gas portador debe ser suministrado por un canal de gas auxiliar (opcional). Para ello, configurar la columna y especificar un canal Aux # como inyector. Entonces, el canal Aux # pasa a ser programable con cuatro modos de operación.

```

CONFIG VALVE 1
Type: Gas sampling <
Loop volume 0.250
Load time 0.5
Inject time 1.00
Inlet: None
    
```

Loop volume y Inlet: muestran información únicamente; no afectan al funcionamiento.

Tiempo en minutos que la válvula permanece en la posición de carga antes de pasar a estar preparada

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

El ciclo de la válvula de muestreo es:

1. La válvula de muestreo rota a la posición de carga. Empieza el "Load time" (Tiempo de carga). La válvula no está preparada.
2. Finaliza el Load time (Tiempo de carga). La válvula pasa a estar preparada.
3. Si todo lo demás está preparado, el GC pasa a preparado.
Si hay algo aún no preparado:
 - Si se está utilizando la tabla horaria o el control de la secuencia, el GC esperará hasta que todo esté preparado, y ejecutará el comando de inyección.
 - Si no se está utilizando la tabla horaria o el control de la secuencia, la inyección puede realizarse en cualquier momento desde el teclado.
4. La válvula de muestreo rota (mediante un comando desde el teclado o control de secuencia) a la posición de inyección. Empieza Inject time (Tiempo de inyección). Comienza el análisis.
5. Finaliza Inject time (Tiempo de inyección). Se Vuelve al paso 1.

Válvula de posición múltiple de selección de corriente y válvula de muestreo

Varios fabricantes disponen de válvulas de posición múltiple de selección de corriente que pueden dirigirse por los controladores 1 a 4. Sólo puede configurarse una válvula de posición múltiple. Ver la [Tabla 22](#) en la página [216](#) para obtener los detalles eléctricos.

Si una válvula está configurada como válvula de posición múltiple y tiene una salida de posición BCD conectada al GC, la posición de la válvula puede seleccionarse directamente.

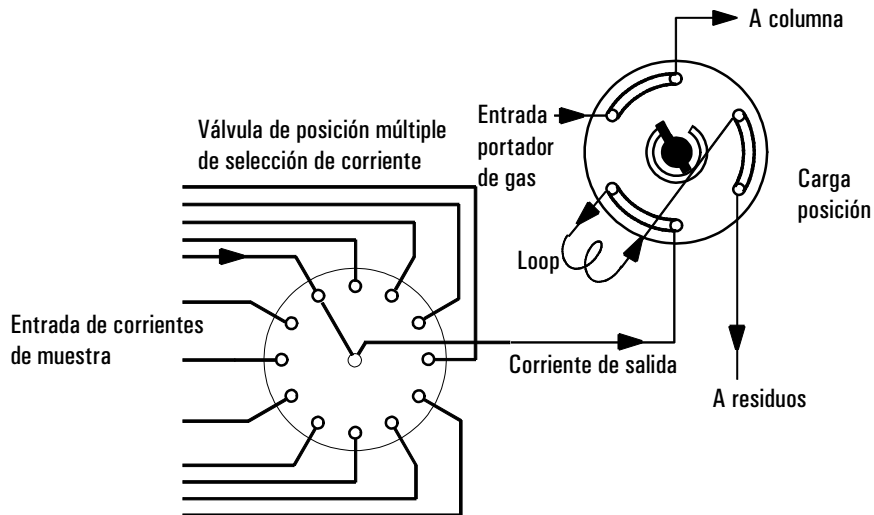


Figura 33 Válvula de posición múltiple con válvula de muestreo de gas

Si el GC tiene una válvula configurada como válvula de posición múltiple y otra como de muestreo de gases, se supone que se van a utilizar como se muestra en la [Figura 33](#). Esta “doble configuración” puede utilizarse para reemplazar un inyector automático de líquidos y una bandeja de muestras en una secuencia analítica. La válvula de posición múltiple se convierte en la bandeja de muestras; la válvula de muestreo de gases actúa como el inyector. Ver [“Procedimiento: Creación de una subsecuencia de válvulas”](#).

Dos parámetros de configuración proporcionan compatibilidad mecánica y eléctrica con la mayoría de los mecanismos de activación de la válvula de posición múltiple.

```
CONFIG VALVE 1
Type: Multiposition <
Switching time 1.0
Invert BCD      0n
```

Tiempo entre las etapas de la válvula
Si aparece On, complementa
la entrada BCD

- `Switching time`, en segundos, es un retardo entre movimientos sucesivos del mecanismo de activación. Deja un tiempo para que el mecanismo de activación se prepare para el siguiente movimiento.
- `Invert BCD` complementa la entrada BCD. Los 1 se convierten en 0 y los 0 en 1. Esto acomoda las diferencias de los convenios de códigos entre los fabricantes.

11 Secuencias analíticas

¿Qué es una secuencia?

¿Qué se puede hacer con una secuencia?

Definición de una secuencia

Secuencia prioritaria

Subsecuencias

Post secuencia

Procedimiento: Creación de una secuencia

Procedimiento: Creación de una subsecuencia del inyector

Procedimiento: Creación de una subsecuencia de válvulas

Procedimiento: Configuración de los parámetros post-secuencia

Procedimiento: Almacenaje de una secuencia

Procedimiento: Carga de una secuencia previamente almacenada

Procedimiento: Modificación de una secuencia previamente almacenada

Procedimiento: Borrar una secuencia

Control de la secuencia

Estado de la secuencia

Procedimiento: Inicio/ejecución de una secuencia

Procedimiento: Interrupción y reinicio de una secuencia

Procedimiento: Detención de una secuencia

Abortar una secuencia

Consideraciones especiales al utilizar un integrador

Secuencias analíticas

¿Qué es una secuencia?

Una secuencia especifica las muestras a analizar y el método que se va a utilizar para cada una de ellas. Se divide en subsecuencias, cada una de las cuales utiliza un método, además de una secuencia de prioridad y eventos post-secuencia.

Una secuencia puede contener de una a cinco subsecuencias y puede llevarse a cabo dirigida por un muestreador automático de líquidos o por válvulas.

¿Qué se puede hacer con una secuencia?

Las secuencias pueden:

- **Crearse** introduciendo la información de la muestra y el método a través del teclado.
- **Almacenarse** pulsando [Store] [Seq] y asignando a la secuencia un número identificativo del 1 al 5.
- **Cargarse** pulsando [Load] [Seq] y especificando el número de la secuencia.
- **Modificarse** cargándola, haciendo los cambios deseados y grabándola de nuevo utilizando el mismo número. La nueva versión reemplaza a la antigua.

La tabla de control de la secuencia almacenada, [Figura 34](#), muestra la fecha y hora en la que se grabó. A esta tabla se accede pulsando [Seq]. La tecla [Seq] alterna la tabla de control de la secuencia almacenada y la tabla de control de definición de la secuencia, [Figura 35](#).

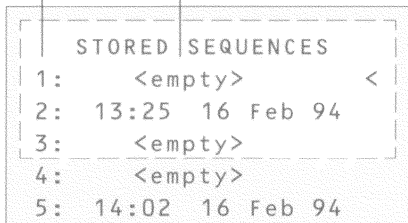
Número de secuencia 1 a 5	 <pre>STORED SEQUENCES 1: <empty> < 2: 13:25 16 Feb 94 3: <empty> 4: <empty> 5: 14:02 16 Feb 94</pre>	Estado de la secuencia < vacío > = no hay secuencia con este número, hora y fecha = la de grabación de la secuencia.
-------------------------------------	---	--

Figura 34 Tabla de control de la secuencia almacenada

Línea del título: este título cambia según dónde esté colocado el cursor dentro de la tabla de control

SEQUENCE (Priority)		
Priority meth#	0	<
Type:	Front Injector	
#Injections/vial	1	
Samples	1-1	
Use priority	0n	
-----Subseq 1-----		
Method #	0	
Type:	Front Injector	
#Injections/vial	1	
Samples	1-1	
-----Subseq 2-----		
Method #	1	
Type:	Valve	
#Injections	1	
-----Subseq 3-----		
Method #	0	
Type:	Both Injectors	
F#inj/vial	1	
F samples	2-2	
B#inj/vial	1	
B samples	3-3	
---Post Sequence---		
Method #	0	
Repeat sequence	Off	

Secuencia prioritaria

Subsecuencias

Eventos post-secuencia

Figura 35 **Tabla de control de la definición de la secuencia**

En la tabla de control de la secuencia, la tecla [Info] es útil para acceder a una explicación de los parámetros.

Definición de una secuencia

Una secuencia puede constar de las siguientes partes (las tres son opcionales):

- Secuencia de prioridad: es una provisión especial que permite interrumpir una secuencia para analizar muestras urgentes.
- Subsecuencias: cada una de ellas consta del número del método almacenado y la información que define un grupo de muestras y calibradores a analizar utilizando ese método. Puede haber hasta cinco subsecuencias.
- Post Secuencia: nombra un método a cargar y ejecutar después del último análisis de la última subsecuencia. Especifica si la secuencia va a repetirse indefinidamente o va a detenerse.

Secuencia prioritaria

Una secuencia prioritaria es una manera de interrumpir una secuencia en ejecución, para analizar una o más muestras urgentes. Consta de una subsecuencia, del tipo muestreador o válvula, y el parámetro especial Use priority.

- Si Use priority está Off, la secuencia prioritaria no hace nada. Puede activarse en cualquier momento, incluso cuando la secuencia esté ejecutándose, abriendo la secuencia y cambiando el valor a “Yes”.
- Si Use priority está On, entonces:
 1. La secuencia se detiene cuando finaliza el análisis actual.
 2. Se carga el método de prioridad. Se analizan las muestras prioritarias, según se especifique en la secuencia de prioridad.
 3. El parámetro Use priority cambia a Off.
 4. La secuencia principal se reinicia donde se detuvo.

Injector

```
SEQUENCE (Priority)
Priority meth #    0
Type: Front injector <
#Injections/vial  1
Samples           1-1
Use priority      0n
```

Válvula

```
SEQUENCE (Priority)
Priority meth #    0
Type:           Valve<
#inj/position   1
Position rng    3-15
Times thru range 1
Use priority    0n
```

Figura 36 Secuencias prioritarias

Subsecuencias

Una subsecuencia puede utilizar un muestreador automático de líquidos o una válvula de muestreo, para la inyección. Utiliza un método para analizar un grupo de muestras.

Post secuencia

Post Sequence es un pareja de eventos que pueden aplicarse después de la última subsecuencia. “Post Sequence” puede cargar un método, normalmente para cerrar los gases y bajar las temperaturas, y puede repetir el grupo de subsecuencias.

Procedimiento: Creación de una secuencia

1. Pulsar [Seq] para abrir la tabla de control de la secuencia.
2. Crear una secuencia de prioridad, si se desea. Esta es una subsecuencia de válvula o muestreador, con dos diferencias. La línea del método está etiquetada Priority meth #. Una línea adicional etiquetada Use priority, puede fijarse en On u Off.
3. Crear de una a cinco subsecuencias. Las subsecuencias pueden ser de válvulas (página [232](#)) o de muestra (página [232](#)). Ambos tipos pueden utilizarse en la misma secuencia.
4. Cambiar los eventos Post Secuencia, si se desea.
5. Grabar la secuencia completa.

Procedimiento: Creación de una subsecuencia del inyector

Para crear una subsecuencia del inyector:

1. Pulsar [Seq] para abrir la tabla de control de la secuencia.
2. Desplazarse a la línea Method # de la subsecuencia. Si ésta es la secuencia prioritaria, la línea se etiqueta Priority meth #.
3. Introducir un número de método. Usar 0 para el método activo actual, de 1 a 5 para los métodos almacenados u Off para finalizar la secuencia.

El método activo, 0, cambiará durante la secuencia si las subsecuencias utilizan métodos grabados. Por lo tanto, el método 0 debe elegirse para la Secuencia Prioritaria sólo si *todas* las subsecuencias utilizan el método 0.

4. Pulsar [Mode/Type] y seleccionar uno de los tres tipos de inyector.

Secuencia del muestreador

```

SEQUENCE (Priority)
Priority meth #    0
Type: Front injector <
#Injections/vial    1
Samples            1-1
Use priority       0n
  
```

Pulsar [Mode/Type] para seleccionar el tipo.

```

SEQUENCE TYPE
Valve
*Front Injector    <
Back Injector
Both Injectors
  
```

5. Introducir el resto de los parámetros de la subsecuencia. Si se están utilizando ambos inyectores, habrá dos grupos de parámetros.
 - #Injections/vial—número de análisis a realizar de cada vial. Introducir 0 si no se van a inyectar muestras.
 - Samples—rango (primero-último) de viales a analizar.
6. Si esta es la secuencia prioritaria, fijar Use priority On.
7. Proceder con la siguiente subsecuencia o con Post Sequence.

Procedimiento: Creación de una subsecuencia de válvulas

Si el GC está equipado con una válvula de muestreo de gases y una válvula de posición múltiple (opcional), puede crearse una subsecuencia de válvula.

1. Pulsar [Seq] para abrir la tabla de control de la secuencia.
2. Desplazarse a la línea Method # de la subsecuencia. Si esta es la secuencia prioritaria, la línea se etiqueta Priority meth #.
3. Introducir un número de método. Usar 0 para el método activo actual, de 1 a 5 para los métodos almacenados u Off para finalizar la secuencia.

El método activo, 0, cambiará durante la secuencia si las subsecuencias utilizan métodos grabados. Por tanto, el método 0 debe elegirse para la Secuencia Prioritaria solamente si *todas* las subsecuencias utilizan el método 0.

4. Pulsar [Mode/Type] y seleccionar Valve.

Con válvula de posición múltiple

```

SEQUENCE (Subseq 2)
-----Subseq 2-----
Method #           0
Type:              Valve<
#inj/position      1
Position rng       3-15
Times thru range   1
    
```

Sin válvula de posición múltiple

```

SEQUENCE (Subseq 2)
-----Subseq 2-----
Method #           0
Type:              Valve <
# injections       1
    
```

Figura 37 Subsecuencias de válvula

5. Introducir los parámetros de la secuencia de válvula (los tres primeros aparecen sólo si está configurada una válvula de posición múltiple):

#inj/position	número de inyecciones en cada posición, (0-99)
Position rng	primeras-últimas posiciones de la válvula de muestra, (1-32)
Times thru range	número de veces a repetir el rango, (1-99)
# injections	número de inyecciones para cada muestra

Procedimiento: Configuración de los parámetros post-secuencia

1. Desplazarse a la sección de título Post Sequence.

```
SEQUENCE (Post Seq)
---Post Sequence---
Method #           0
Repeat sequence   Off
```

2. Method # es el método a cargar y analizar una vez, al final de una secuencia. Introducir de 1 a 5 para los métodos grabados. Si no hay método a cargar, introducir 0.
3. Repeat sequence—On mantiene la secuencia repitiéndose. Esta función es útil para secuencias de válvulas. Off detiene la secuencia al final. Activar o desactivar Repeat sequence.

Procedimiento: Almacenaje de una secuencia

1. Pulsar [Store][Seq] para abrir la tabla de control de la secuencia almacenada.

```
STORE SEQUENCE
Which Sequence? (1-5)
```

2. Introducir un número identificativo de la secuencia.

```
STORE SEQUENCE
Store sequence 1?
ENTER to store,
CLEAR to cancel
```

3. Pulsar [Enter] para grabar la secuencia.

```
STORE SEQUENCE
Sequence 1 stored
```

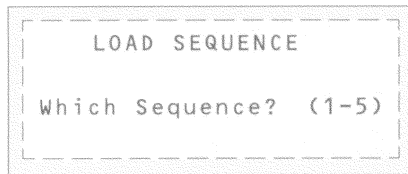
Si el número de la secuencia especificado ya existe, se preguntará:

- Sustituir la secuencia existente, lo que reemplazará la antigua por la nueva.
- Cancelar la función y volver a la tabla de estado STORED SEQUENCES.

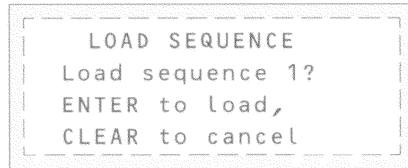
Las secuencias también pueden almacenarse desde la tabla de estado STORED SEQUENCES llevando el cursor al número apropiado de secuencia y pulsando la tecla [Store].

Procedimiento: Carga de una secuencia previamente almacenada

1. Las secuencias pueden cargarse pulsando [Load][Seq].



2. Pulsar una tecla numérica para seleccionar la secuencia a cargar.



3. Pulsar [Enter] para cargar la secuencia o cancelar la función, pulsando [Clear].

4. Si se pulsa [Enter], se confirma la carga. Ahora ésta es la secuencia activa.

```
LOAD SEQUENCE
Sequence 1 Loaded
```

Si el número de secuencia especificado no se ha grabado previamente, aparecerá un mensaje de ERROR: mensaje.

```
ERROR:
sequence 1 empty,
no sequence loaded
```

Procedimiento: Modificación de una secuencia previamente almacenada

1. Cargar la secuencia que se desea editar.
2. Abrir la tabla de control de la secuencia. Desplazarse al parámetro que se quiere editar dentro de la subsecuencia o postsecuencia.

```
SEQUENCE (Priority)
Priority meth#    0 <
Type: Front Injector
#Injections/vial  1
Samples          1-1
Use priority     0n
----Subseq 1----
Method #        0
```

3. Realizar los cambios.
4. Para guardar los nuevos valores, grabar la secuencia con el número original.

Procedimiento: Borrar una secuencia

1. Para borrar una secuencia, pulsar [Delete] [Seq]. Aparecerá el mensaje:

```
DELETE SEQUENCE
Which Sequence? (1-5)
```

2. Pulsar una de las teclas numéricas indicadas para seleccionar una de las cinco posibles secuencias a borrar.

```
DELETE SEQUENCE
Delete sequence 1?
ENTER to delete,
CLEAR to cancel
```

3. Para borrar la secuencia, pulsar [Enter]. Aparecerá el mensaje:

```
DELETE SEQUENCE
Sequence 1 deleted
```

Control de la secuencia

Para acceder a la tabla de control de la secuencia, pulsar la tecla [Seq control]. Aparecerá el estado actual de la secuencia activa.

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Stopped
Start sequence <
```

Estado de la secuencia

Hay seis posibles modos de estado de la secuencia:

- Inicio/en ejecución
- Ready wait (Esperando a estar preparado)
- Interrumpida/reiniciar
- Detenida
- Abortada
- No sequence (No hay secuencia)

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Running
Pause sequence <
Stop sequence
Priority     (fr inj)
Sample#     1
Injection   1 of 3
```

Control de la secuencia—muestra el estado actual de la secuencia, qué secuencia está activa, el nº de la muestra actual o la posición de la válvula, y qué número de inyección del análisis múltiple se está ejecutando.

Procedimiento: Inicio/ejecución de una secuencia

Para iniciar una secuencia, desplazarse a la línea `Start sequence` y pulsar [Enter].

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Stopped
Start sequence <
```

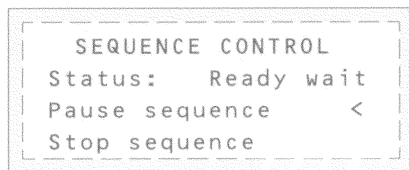
Al pulsar [Enter] cambia el estado de la secuencia a `Running`.

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Running
Pause sequence <
Stop sequence
```

La secuencia continúa ejecutándose hasta que se realizan todas las subsecuencias o hasta que se realiza uno de los eventos descritos en la página [239](#).

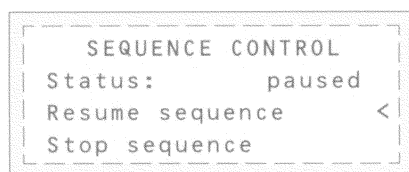
Ready wait (Esperando a estar preparado)

Si se inicia una secuencia y el instrumento no está preparado (debido a la temperatura del horno, tiempos de equilibrado, etc.), la secuencia no comenzará.



Procedimiento: Interrupción y reinicio de una secuencia

1. Una secuencia puede interrumpirse llevando el cursor a `Pause sequence` y pulsando [Enter]. Entonces cambia el estado de la secuencia a `paused` y aparece la opción de reiniciar o detener la secuencia interrumpida.



Cuando una secuencia se interrumpe, se detendrá al completar el análisis de la muestra en curso.

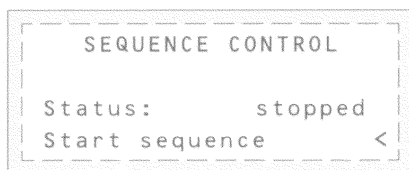
2. Para reanudar la secuencia, ir a `Resume sequence` y pulsar [Enter].

Cuando una secuencia se reanuda, comienza por la muestra siguiente.

Procedimiento: Detención de una secuencia

Para detener una secuencia, desplazarse a `Stop sequence` y pulsar [Enter].

Cuando una secuencia se detiene, sólo puede reiniciarse desde el principio y la bandeja del muestreador se detiene inmediatamente.



Una secuencia se detiene al término de la última subsecuencia activa a menos que `Repeat sequence` esté `On` en los eventos `Post Secuencia`.

Abortar una secuencia

Cuando una secuencia se aborta, se detiene de inmediato sin esperar a que termine el análisis en curso. Los siguientes casos provocan el aborto de secuencias:

Detención de un análisis pulsando la tecla [Stop].

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Aborted
Resume sequence <
Stop sequence
```

Tiene lugar un error en el inyector generándose un mensaje de error.

```
Sampler error,
sequence aborted:
nobottle in gripper
```

El GC detecta una discordancia en la configuración al cargar un método

```
Sequence aborted:
configuration
mismatch in
method # 1
```

Una secuencia en ejecución intenta cargar un método vacío.

```
Sequence aborted:
Method #2 empty
no method load
```

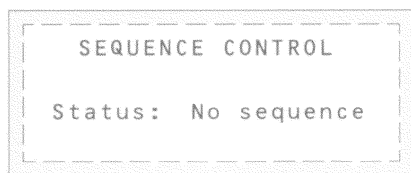
El muestreador está apagado

```
Sequence aborted:
Sampler off-line
```

Se puede corregir el problema y continuar con la secuencia. El análisis abortado se repetirá.

No sequence (No hay secuencia)

Si la secuencia está desactivada o no definida, el estado de control de la secuencia no contendrá ninguna secuencia.



Para corregir esta situación, utilizar la tecla [Seq] para definir una secuencia o activar los parámetros.

Consideraciones especiales al utilizar un integrador

Las definiciones de secuencia no son las mismas en el GC 6890 y en el integrador 3396. Habrá que considerar los siguientes puntos cuando se utilicen secuencias con la combinación GC/integrador:

- El integrador sólo tiene una subsecuencia además de la secuencia prioritaria. Sólo puede usarse un método GC dentro de una secuencia de integrador.
- Los parámetros del método del inyector automático se preparan utilizando las teclas [Front injector] y [Back injector] del teclado del 6890.
- La tabla de información de la muestra se prepara en el integrador.
- Los parámetros de la secuencia de inyección pueden prepararse con la tecla [Seq] del teclado del 6890 o en el diálogo [PREP][SEQ] del 3396. Fijando los parámetros de la secuencia en cualquiera de los instrumentos, cambia la secuencia en ambos.
- La función “Start sequence” del GC, está inactiva.
- Una secuencia debe iniciarse desde el integrador utilizando [SEQ][START].
- Las dos teclas “Stop” tienen diferentes efectos. La tecla [STOP] del integrador detiene el análisis actual y aborta la secuencia. La del GC detiene el análisis actual, pero la secuencia continúa tan pronto como el GC alcanza el estado preparado, Ready.

12 Mensajes

Mensajes de “no preparado”

Zona de temperatura no preparada

Presión y/o flujo no preparados

Detector no preparado

Válvula no preparada

Otros mensajes de estado

“no preparado”

**Mensajes de desconexión
automática**

Mensajes de aviso

Mensajes de fallos

Mensajes

El GC controla regularmente el estado de sus detectores, neumática, horno, tarjetas de PC y otros componentes. Si existe un problema, aparece un mensaje en la pantalla del GC, se emite un pitido o se activa un LED y el GC se sitúa en “estado de seguridad” si el problema pudiera ser peligroso para el usuario.

Además de la información presentada a continuación, en muchos de los capítulos de las secciones *Inyectores* y *Detectores* se incluye información específica sobre el diagnóstico y mantenimiento.

Hay seis tipos de mensajes:

Not Ready (No preparado)

Un mensaje “Not Ready” significa que algún componente del GC no está preparado para comenzar el análisis. Si el GC no está preparado, el indicador de “no preparado” se enciende pero no aparece ningún mensaje en la pantalla. Pulsar [STATUS] para visualizar un mensaje que explique por qué el GC no está preparado. Los mensajes de “no preparado” se graban en el registro de análisis (Run log).

Method Mismatches (Discrepancias del método)

Estos mensajes aparecen si se carga un método que contenga parámetros que no coincidan con la configuración actual del GC. Puede ocurrir una de las dos siguientes situaciones, si no coinciden la configuración y el método:

- Si el parámetro que no concuerda se fija desde el teclado, el método anula el parámetro actual; el mensaje indica que el parámetro actual ha sido reemplazado. Por ejemplo, si el tipo de gas configurado es distinto al del método, el tipo de gas actual se anula por el del método.
- Si el parámetro que no coincide depende del hardware, el método se ignora y permanecen los valores actuales; el mensaje indica que el parámetro del método se va a ignorar. Por ejemplo, si el método indica que el detector frontal es un NPD pero se ha sustituido por un FID, se ignora la información del método sobre el NPD y se conservan los parámetros actuales del FID.

Aviso

Este mensaje significa que existe algún problema pero no impedirá la ejecución del análisis en el instrumento. El GC emite un pitido y aparece un mensaje en la pantalla. El GC puede iniciar el análisis y la advertencia desaparece cuando se inicia éste. Este tipo de mensajes no se graban en el registro del análisis.

Desconexión

La desconexión automática tiene lugar cuando se produce algún problema de hardware que puede comprometer la seguridad del usuario o dañar el instrumento. Antes de que ocurra la desconexión, el GC emite una serie de pitidos de aviso. Después de transcurrir un tiempo específico para el componente problemático, éste se desconecta, el GC emite un pitido y aparece un mensaje de advertencia. El GC sigue en estado preparado. No aparece información adicional bajo la tecla [STATUS] y el error no se almacena en el registro del análisis.

Faults (Fallos)

Los mensajes de fallos indican problemas de hardware que requieren la intervención del usuario. Dependiendo del tipo de error, el GC no emite ningún pitido o uno solo. El indicador de “no preparado” se enciende porque el GC es incapaz de iniciar un análisis y aparece un mensaje de error. Pulsar [STATUS] para obtener más información. El error se registra en el registro del análisis.

Existen dos posibilidades de fallos que desconecten el GC por completo; un problema en la neumática de un inyector configurado para gas hidrógeno y una condición de descontrol térmico en el horno del GC. En estos casos, el GC pita continuamente hasta que se pulsa [Clear].

Bad mainboard and Fatal error messages (Problemas en la tarjeta principal y mensajes de error fatal)

Estos mensajes casi siempre indican que la tarjeta principal funciona mal y debe sustituirse. Estos mensajes no están numerados y suelen aparecer cuando se enciende el instrumento. Consultar la lista de mensajes en la [Tabla 23](#). Salvo algunas excepciones indicadas en la tabla, si se obtiene un mensaje de “Bad mainboard” o “Fatal error”, será necesario contactar con Agilent para sustituir la tarjeta.

Tabla 23 Problemas en la tarjeta principal y mensajes de error fatal

Mensaje instantáneo	Comentarios
BAD MAINBOARD (problemas con la tarjeta principal)	
Main FPGA Failure	Contactar con Agilent.
Static RAM Failure	
Boot ROM Checksum	
DMA FPGA Failure	Contactar con Agilent.
DRAM Failure	
FATAL ERROR (error fatal)	
Exception Vector	Contactar con Agilent.
Bus Error	
Address Error	
Illegal Instruction	
Divide by Zero	
No 512Hz Interrupt	

Mensajes de “no preparado”

La [Tabla 24](#) presenta un listado de los mensajes de “no preparado”.

Tabla 24 Mensajes de “no preparado”

Mensaje de estado	Dato en el registro del análisis	Comentarios
Mensajes de zona de temperatura no preparada		
Temp. del horno	Not ready: Oven temp #####	Ver página 248 .
Front inlet temp	Not ready: F inlet temp #####	
Back inlet temp (Inyector posterior)	Not ready: B inlet temp #####	
Front det temp (Detector frontal)	Not ready: Front det temp #####	Ver página 249 .
Back det temp	Not ready: Back det temp #####	
Aux 1 temp (Auxiliar 2)	Not ready: Aux 1 temp #####	
Aux 2 temp (Auxiliar 2)	Not ready: Aux 2 temp #####	
Mensajes de presión o flujo no preparados		
Front inlet pressure	Not ready: F inl pres	
Front inlet flow	Not ready: F inlet flow ##.#	
Back inlet pressure	Not ready:	
Back inlet flow	Not ready: B inlet flow ##.#	Ver página 249 .
Front det H2 flow	Not ready: F det H2 flow	
Front det gas 2	Not ready: F det gas 2	
F det makeup gas	Not ready: F det makeup	

Tabla 24, continuación

Mensaje de estado	Dato en el registro del análisis	Comentarios
Back det H2 flow	Not ready: B det gas 2	
Back det gas 2	Not ready: B det gas 2	
B det makeup gas	Not ready: B det makeup	
Aux 3 pressure	Not ready:	Ver página 249.
Aux 4 pressure	Not ready:	
Aux 5 pressure	Not ready:	
Mensajes de detector no preparado		
Front det waiting	Not ready: Front det on wait	Ver página 250.
Back det waiting	Not ready: Back det on wait	Ver página 250.
Front det igniting	Not ready: Front det ignite	Ver página 250.
Back det igniting	Not ready: Back det ignite	Ver página 250.
Front det adjusting	Not ready: Front det adjust	Ver página 251.
Back det adjusting	Not ready: Back det adjust	Ver página 251.
Front det equip time	Not ready: Front det equip	Ver página 251.
Back det equip time	Not ready: Back det equip time	Ver página 251.
Front det shutdown	Not ready: Front det shutdown	Ver página 251.
Back det shutdown	Not ready: Back det shutdown	Ver página 251.
F NPDBead slewing	Not ready: Front NPD slewing	Ver página 251.
F NPDBead slewing	Not ready: Back NPD slewing	Ver página 251.

Tabla 24, continuación

Mensaje de estado	Dato en el registro del análisis	Comentarios
Mensajes de inyector no preparado		
ahorrador de gas	Not ready: Gas saver active	El inyector está en modo de ahorro de gas. Pulsar [Prep Run].
Front inlet purging	Not ready: F inlet purge	El inyector en modo “split” está purgándose. Pulsar [Prep Run]. Ver página 253 .
Back inlet purging	Not ready: B inlet purge	El inyector en modo “split” está purgándose. Pulsar [Prep Run]. Ver página 253 .
F inl pulse inactive	Not ready: F inlet pres pulse	Pulsar [Prep Run].
B inl pulse inactive	Not ready: B inlet pres pulse	Pulsar [Prep Run].
F inl VI flow idle	Not ready: F inlet VI flow	Pulsar [Prep Run].
B inl VI flow idle	Not ready: B inlet VI flow	Pulsar [Prep Run].
Need F inl Solv vent	Not ready: F inlet Solv. vent	Pulsar [Prep Run].
Need B inl Solv vent	Not ready: B inlet Solv. vent	Pulsar [Prep Run].
Mensajes de válvula no preparada		
24V pneu valve drive	Not ready: 24V pneu valve drive	Ver página 252 .
Multiposition valve	Not ready: Multiposition valve	Ver página 252 .
Gas sampling valve 1	Not ready: Gas sampling valve 1	Ver página 252 .
Gas sampling valve 2	Not ready: Gas sampling valve 2	Ver página 252 .

Tabla 24, continuación

Mensaje de estado	Dato en el registro del análisis	Comentarios
Otros mensajes de estado “no preparado”		
Diagnostics mode	Not ready: Diagnostics active	Ver página 253 .
Test in progress	Not ready: Test in progress	Test de diagnósticos en curso. Esperar hasta que finalice.
Front inj door open	Not ready: Front inj door open	
Back inj door open	Not ready: Back inj door open	
Host system	Not ready: Host system	Ver página 253 .
External device (Dispositivo externo)		Un dispositivo conectado al conector de arranque remoto no está preparado.
Power on in progress	Power-on restart: Blank run	Ver página 254 .

Zona de temperatura no preparada

Oven temp (Temp. horno)

El GC no está preparado para iniciar un análisis hasta que la temperatura del horno esté a ± 1 grado del valor seleccionado para iniciar el tiempo de equilibrado. El GC no está preparado si el horno no está encendido.

Si el horno no es capaz de alcanzar el valor seleccionado, el GC permanece “no preparado” indefinidamente a no ser que la temperatura esté fuera del rango del horno, lo que provocará una desconexión.

Other heated zones (Otras zonas calientes)

El GC tiene otras zonas calientes además del horno: inyectores, detectores y zonas auxiliares o “aux”. El GC no está preparado para iniciar un análisis hasta que todas ellas están a $\pm 1^{\circ}\text{C}$ del valor seleccionado *y* hayan mantenido esa temperatura durante 30 segundos. Una zona apagada se considera preparada.

Si una zona de temperatura no es capaz de alcanzar un valor, el GC permanece no preparado indefinidamente. El GC no se desconecta a no ser que una temperatura esté fuera del rango para la zona.

Presión y/o flujo no preparados

El GC no iniciará un análisis hasta que todas las áreas presurizadas hayan alcanzado sus valores y los hayan mantenido durante 6 segundos. El rango aceptable de presión de un área está entre 0,05 y 0,5 psi, dependiendo del tipo de sensor.

De igual modo, el GC no está preparado para iniciar un análisis hasta que los flujos estén a 1 ml/min del valor y permanezcan dentro del rango durante 6 segundos. Las zonas de presión apagadas, se consideran preparadas.

Si la zona no pasa a preparada dentro un tiempo especificado, el GC entra en modo desconexión. Consultar los mensajes de desconexión, para más información.

Cuando la presión o flujo no pueda llegar a estar “preparado”, verificar que el suministro de gas esté abierto y tenga suficiente gas.

Detector no preparado

Front det waiting (Detector frontal en espera)

Back det waiting (Detector posterior en espera)

Para evitar la condensación, la temperatura del FID y el NPD debe ser, al menos, de 150°C para poder encenderse. El FPD debe estar a 120°C o temperatura superior, antes de poder encenderse. El TCD debe estar a 100°C o temperatura superior, antes de que la corriente del filamento pueda encenderse. Si las temperaturas están por debajo del mínimo, el GC está no preparado.

Si un detector no es capaz de alcanzar la temperatura mínima, el GC permanece en estado “no preparado” indefinidamente.

- Verificar que el valor de temperatura seleccionada para el detector es lo suficientemente elevado. Aumentarlo si fuera demasiado bajo.
- Si el valor de temperatura es suficientemente alto pero el detector no puede alcanzarlo, puede haber fallado el calentador o pueden estar dañados el sensor o la tarjeta principal. Contactar con Agilent.

Front det igniting (Detector frontal en fase de encendido)

Back det igniting (Detector posterior en fase de encendido)

El GC no estará preparado mientras el FID o FPD se encuentren en la secuencia de encendido de llama. Los mensajes se borran si el detector se apaga.

Si el FID o FPD es incapaz de encenderse, el detector se desconectará automáticamente eventualmente. Ver [“Detector de ionización de llama”](#) o [“Detector fotométrico de llama”](#).

Front det adjusting (Detector frontal en fase de ajuste)
Back det adjusting (Detector posterior en fase de ajuste)

El GC no está preparado porque el NPD o μ -ECD está ajustando su línea base para alcanzar valor de compensación (FID) o valor de salida (μ -ECD). El ajuste del μ -ECD se suele completar en 30 segundos. El NPD puede requerir una hora para ajustarse.

El NPD puede no ser capaz de alcanzar el parámetro si hay contaminación en el sistema (por ejemplo, si el gas no es suficientemente puro o el lecho está mojado) o si el lecho está desgastado. Si no se puede alcanzar el valor, aparecerá un mensaje de error; el GC simplemente no pasa a preparado.

Al apagar el detector se borra el mensaje.

Front det equilb time (Tiempo de equilibrado del detector frontal)
Back det equilb time (Tiempo de equilibrado del detector posterior)

El NPD ha completado el ajuste del valor de compensación y está esperando a que el valor permanezca estable durante el tiempo de equilibrado.

El NPD puede no ser capaz de equilibrarse si el sistema está contaminado o el lecho está gastada. Además, los cambios de temperatura ambiente puede impedir el equilibrado. El GC pasa a preparado si el detector se apaga.

Puede cambiarse el tiempo de equilibrio desde el menú de control del detector.

Front det shutdown (Detector frontal desconectado)
Back det shutdown (Detector posterior desconectado)

Los detectores FID, FPD, NPD o TCD se desconectan si sufren algún fallo en la neumática o si el TCD experimenta algún fallo en el filamento.

El GC permanece “no preparado” hasta que se apaga el detector con el fallo. Al apagar el FID o FPD, se apaga el encendedor, el flujo de hidrógeno y el flujo de aire. Al apagar el NPD se apaga el voltaje del lecho, el flujo de hidrogeno, y el flujo de aire. Al apagar el TCD, se apaga el voltaje del filamento y el flujo de referencia.

F NPD bead slewing (Cambio del voltaje del NPD frontal)
B NPD bead slewing (Cambio del voltaje del NPD posterior)

El voltaje del lecho NPD se ajusta a un nuevo valor.

Válvula no preparada

24V pneu valve drive (control de la válvula neumática de 24V)

Este estado “no preparado” significa que el voltaje de +24 V de las válvulas neumáticas es, actualmente, menor de +16,5 V. Todas las válvulas se desactivan para evitar un funcionamiento inapropiado. Cuando se recupera el voltaje completo, el GC pasa a preparado.

Este estado “no preparado” podría indicar un problema de hardware.

Gas sampling valve 1 (Válvula 2 de muestreo de gas)

Gas sampling valve 2 (Válvula 2 de muestreo de gas)

El GC no está preparado porque el tiempo de inyección o el tiempo de carga no ha transcurrido. Pasa a preparado cuando transcurre el tiempo especificado de carga o de inyección.

Multiposition valve (Válvula de posición múltiple)

La válvula de posición múltiple provoca que el GC esté en estado “no preparado” debido a una de las siguientes razones:

- La válvula de posición múltiple no está en la posición seleccionada. El GC permanece “no preparado” hasta que la válvula alcanza el punto.
- No hay cable BCD o no está enchufado. Si el cable no está, la válvula no pasará nunca a preparada.
- El valor seleccionado BCD es incorrecto para la polaridad de salida BCD de la válvula. La válvula probablemente se desconectará con los errores “Illegal Position” o “Not Switching shutdown”.
- Si la válvula está taponada o la muestra es viscosa, el tiempo de cambio puede ser demasiado corto. Aumentar el tiempo de cambio.

Otros mensajes de estado “no preparado”

Diagnostics mode (Modo de diagnósticos)

El GC no está preparado cuando está en modo de diagnósticos. El instrumento está en modo de diagnósticos siempre se haya accedido a la tabla de control de diagnósticos a través de la tecla [Options].

Salir de la sección “Diagnostics” del teclado para que el GC pase a preparado.

External device (Dispositivo externo)

Un instrumento que es parte del bus inicio/final no está preparado. Por ejemplo, el muestreador automático de líquidos no está preparado para iniciar la inyección. El GC pasa a preparado cuando el resto de instrumentos del bus están preparados.

Host system (Sistema servidor)

El GC no está preparado si el integrador, ChemStation Agilent u otro controlador no está preparado para iniciar el análisis. Pasa a preparado cuando el sistema principal lo hace.

Front inlet purging (Purga del inyector frontal)

Back inlet purging (Purga del inyector posterior)

Sólo se aplica a los inyectores con/sin división (split/splitless). El mensaje aparece si se intenta iniciar un análisis mientras la válvula de purga del inyector está todavía en modo con división (split).

El inyector permanece “no preparado” y la purga continúa hasta pulsar la tecla [Prep Run]. Al pulsar [Prep Run], la válvula se cierra (también se desconecta el sistema de ahorro de gas y se incrementa la presión para un pulso de presión, si está seleccionado).

Power on in progress (Encendido en curso)

Este mensaje aparece cuando:

- La corriente se restaura tras algún fallo en la alimentación durante el análisis o si se enciende el horno sin estar el GC llevando a cabo ningún análisis.
- La corriente se enciende de nuevo si ha sido apagada mientras el horno permanece encendido.

El GC calienta el resto de las zonas térmicas y a continuación, el horno. Cuando la temperatura del horno alcanza el valor de equilibrio, el GC pasa a preparado.

Si el fallo de corriente ocurre durante un análisis, después de la recuperación, el GC calienta todas las zonas térmicas y el horno y realiza automáticamente un análisis en blanco. Cuando el blanco finaliza, el GC pasa a preparado.

Mensajes de desconexión automática

Cuando el GC encuentra una condición de desconexión (Shutdown), aparece un mensaje en la pantalla. Este mensaje está numerado y explica brevemente el problema. Este capítulo ofrece información más completa sobre los problemas que causan que el GC o uno de sus componentes se desconecte.

Tabla 25 Mensajes de desconexión automática

Nº desconexión	Mensaje instantáneo	Comentarios
1	Oven shut off	Ver página 256 .
2	Oven cryo shutdown	Ver página 256 .
3	Front inlet pressure shutdown	Ver página 257 .
4	Front inlet flow shutdown	Ver página 257 .
5	Back inlet pressure shutdown	Ver página 257 .
6	Back inlet flow shutdown	Ver página 257 .
7	Front detector fuel gas shutdown	Ver página 257 .
8	Front detector air/ref shutdown	Ver página 258 .
9	Front detector makeup shutdown	Ver página 258 .
10	Back detector fuel gas shutdown	Ver página 258 .
11	Back detector air/ref shutdown	Ver página 258 .
12	Back detector makeup shutdown	Ver página 258 .
13	Pres aux 3 shutdown	Ver página 258 .
14	Pres aux 4 shutdown	Ver página 258 .
15	Pres aux 5 shutdown	Ver página 259 .
16	Multiposition valve is not switching	Ver página 259 .
17	Can't reach setpoint of multipos valve	Ver página 259 .
18	Front inlet cryo shutdown	Ver página 260 .
19	Back inlet cryo shutdown	Ver página 260 .
20	Aux 1 cryo shutdown	Ver página 261 .
21	Aux 2 cryo shutdown	Ver página 261 .
22	Front inlet heating too slowly: temperature shut off	Ver página 261 .
23	Back inlet heating too slowly: temperature shut off	Ver página 261 .

Desconexión 1—Oven shut off (Desconexión del horno)

La corriente requerida para mantener el horno al valor determinado, excede la corriente esperada para esa temperatura. El GC pasa a “no preparado”. Las solapas del horno se abren hasta la mitad (si funcionan correctamente). Apagar el GC y encenderlo de nuevo o cambiar la temperatura del horno para recuperar el funcionamiento normal. Las posibles causas incluyen:

- Mal funcionamiento de la solapa del horno. Comprobar la solapa en la parte posterior del GC. Debe abrirse al enfriar (para temperaturas entre 50 y 250°C) o cerrarse completamente para alcanzar los valores programados de temperatura. Si la solapa está completamente cerrada o parcialmente abierta, no funciona correctamente. Contactar con Agilent.
- Buscar fugas térmicas en el horno (por ejemplo, falta el aislamiento alrededor de un inyector o detector o una fuga en la puerta).
- Comprobar una carga excesiva del horno (por ejemplo, una columna empaquetada muy grande).
- El calentador del horno o la electrónica del calentador no está funcionando correctamente. Contactar con Agilent.

Desconexión 2—Oven cryo shutdown (Desconexión de la refrigeración criogénica del horno)

El horno del GC se ha desconectado. La desconexión criogénica ahorra refrigerante líquido cuando el GC es incapaz de iniciar un análisis. No significa que el sistema criogénico esté funcionando mal. La causa podría ser una de las siguientes:

- Se ha superado el tiempo de espera para la refrigeración criogénica (“cryo timeout”). Esto ocurre si el horno GC ha alcanzado el valor programado de temperatura pero el tiempo especificado para la desconexión crio (timeout) ha transcurrido sin que se inicie un análisis.
Apagar y encender el horno o cambiar el valor, para recuperar el funcionamiento normal. Desactivar la opción “timeout” o alargar el tiempo, para evitar otra desconexión, o alargar el tiempo de espera.

- Ha fallado el sistema de refrigeración criogénica (“cryo fault”). La refrigeración criogénica ha estado funcionando durante más de 16 min pero el horno no ha alcanzado el valor programado de temperatura. Comprobar el nivel de fluido criogénico y rellenar el suministro si está demasiado bajo. La válvula crio puede estar abierta o cerrada. Si el nivel de fluido es adecuado, la válvula puede estar rota o funcionando mal la electrónica que la controla (causa menos probable). Contactar con Agilent.

Desconexión 3—Front inlet pressure shutdown (Interrupción de la presión del inyector frontal)

El inyector frontal no ha alcanzado el valor programado en el tiempo indicado. El tiempo varía con el tipo de inyector; 2 min para inyectores de empaquetadas con purga o refrigeración en columna y 5,5 min para el inyector split/splitless. El GC no estará preparado hasta que se corrija el problema y se alcance el valor programado.

Desconexión 4—Front inlet flow shutdown (Interrupción del flujo del inyector frontal)

El inyector frontal no ha alcanzado el valor de flujo en el tiempo indicado. En modo de control del flujo, tiene 2 min para ello antes de la desconexión. El GC no estará preparado hasta que se corrija el problema y se alcance el valor programado.

Desconexión 5—Back inlet pressure shutdown (Interrupción de la presión del inyector posterior)

El inyector posterior no puede alcanzar o mantener la presión. Ver Desconexión 3.

Desconexión 6—Back inlet flow shutdown (Interrupción del flujo del inyector posterior)

El inyector posterior no puede alcanzar o mantener el flujo. Ver Desconexión 4.

Desconexión 7—Front detector fuel gas shutdown (Interrupción del gas fuel del detector frontal)

El gas fuel del detector frontal no puede alcanzar o mantener el valor establecido de presión en los 2 minutos asignados. El GC no estará preparado hasta que se corrija el problema y se alcance el valor programado.

Desconexión 8—Front detector air/ref shutdown (Interrupción del aire/ref. del detector frontal)

El aire o gas de referencia del detector frontal no es capaz de alcanzar o mantener el valor de presión. Todos los gases del detector se cortan y el GC está “no preparado”. Ver Desconexión 7.

Desconexión 9—Front detector makeup shutdown (Interrupción del gas auxiliar del detector frontal)

El gas auxiliar (makeup) del detector frontal no es capaz de alcanzar o mantener el valor de presión. Todos los gases del detector se cortan y el GC está “no preparado”. Ver Desconexión 7.

Desconexión 10—Back detector fuel gas shutdown (Interrupción del gas fuel del detector posterior)

El gas combustible del detector posterior no es capaz de alcanzar o mantener la presión. Todos los gases del detector se cortan y el GC está “no preparado”. Ver Desconexión 7.

Desconexión 11—Back detector air/ref shutdown (Interrupción del aire/ref. del detector posterior)

El aire o gas de ref. del detector posterior no es capaz de alcanzar o mantener la presión. Todos los gases del detector se cortan y el GC está “no preparado”. Ver Desconexión 7.

Desconexión 12—Back detector makeup shutdown (Interrupción del gas auxiliar del detector posterior)

El gas aux. (makeup) del detector posterior no es capaz de alcanzar o mantener la presión. Todos los gases del detector se cortan y el GC está “no preparado”. Ver Desconexión 7.

Desconexión 13—Pres aux 3 shutdown (Interrupción de la pres. aux. 3)

El módulo neumático aux 3 no puede mantener la presión. Todos los gases del detector se cortan y el GC está “no preparado”. Ver Desconexión 3.

Desconexión 14—Pres aux 4 shutdown (Interrupción de la pres. aux. 4)

El módulo aux 4 no puede mantener la presión. Ver Desconexión 3.

Desconexión 15—Pres aux 5 shutdown (Interrupción de la pres. aux. 5)

El módulo aux 5 no puede mantener la presión. Ver Desconexión 3.

Desconexión 16—Multiposition valve is not switching (La válvula de posición múltiple no cambia de posición)

La válvula de posición múltiple ha intentado cambiar dos veces, sin éxito. La válvula se desconecta e indica que está “no preparada” (no en posición). Eliminar la desconexión introduciendo una nueva posición. Las posibles causas incluyen:

- La válvula no está conectada al controlador correcto o no está conectada. Conectar la válvula al controlador correcto.
- La válvula está atascada.
- El tiempo de cambio es demasiado corto para la velocidad de la válvula. La válvula podría cambiar más lentamente de lo normal por estar ligeramente atascada o por ser la muestra viscosa. Aumentar el tiempo de cambio.

Desconexión 17—Can't reach setpoint of multipos valve (No es posible alcanzar la posición adecuada en la válvula de posición múltiple)

La válvula pasa a una posición inadecuada o es incapaz de pasar a la posición establecida. La válvula se desconectará. Eliminar la desconexión introduciendo una nueva posición. Las posibles causas incluyen:

- La posición de la válvula es incorrecta. Se introdujo una posición que la válvula es incapaz de alcanzar. Por ejemplo, se introdujo la posición diez para una válvula de ocho vías. Introducir una posición correcta.
- El valor “Invert BCD” es incorrecto. En la mayoría de las válvulas, la inversión debe estar activada. Si el parámetro BCD ya está activado y ocurre una desconexión, seleccionar Off.

Desconexión 18—Front inlet cryo shutdown (Desconexión de la refrigeración criogénica del inyector frontal)**Desconexión 19—Back inlet cryo shutdown (Desconexión de la refrigeración criogénica del inyector posterior)**

El inyector se desconecta. La desconexión criogénica conserva refrigerante líquido cuando el GC es incapaz de iniciar el análisis. No significa que el sistema criogénico esté funcionando mal. La causa podría ser una de las siguientes:

- Se ha superado el tiempo de espera para la refrigeración criogénica (“cryo timeout”). Esto sucede cuando el inyector del GC alcanza su valor de temperatura pero el periodo de tiempo especificado para el valor de tiempo de espera criogénico ha transcurrido sin iniciarse el análisis.
Apagar el inyector y encenderlo de nuevo, o cambiar el valor establecido para restaurar el funcionamiento normal. Desactivar la opción “timeout” o alargar el tiempo, para evitar otra desconexión, o alargar el tiempo de espera.
- Ha fallado el sistema de refrigeración criogénica (“cryo fault”). La refrigeración criogénica ha estado activada durante más de 16 minutos, pero el inyector no ha alcanzado su valor de temperatura.
Comprobar el nivel de fluido criogénico y rellenar el suministro si está demasiado bajo. La válvula crio puede estar abierta o cerrada. Si el nivel de fluido es adecuado, la válvula puede estar rota o funcionando mal la electrónica que la controla (causa menos probable). Contactar con Agilent.

Desconexión 20—Aux 1 cryo shutdown (Desconexión del sistema de refrigeración criogénica aux 1)**Desconexión 21—Aux 2 cryo shutdown (Desconexión del sistema de refrigeración criogénica aux 2)**

Se ha desconectado la zona de temperatura auxiliar provista de refrigeración criogénica. La desconexión criogénica conserva refrigerante líquido cuando el GC es incapaz de iniciar el análisis. No significa que el sistema criogénico esté funcionando mal. La causa podría ser una de las siguientes:

- Se ha superado el tiempo de espera para la refrigeración criogénica (“cryo timeout”). Esto sucede cuando la zona Aux del GC alcanza su valor establecido de temperatura, pero el periodo de tiempo especificado para el tiempo de espera de la refrigeración criogénica ha transcurrido sin iniciarse el análisis.

Apagar la zona y encenderla de nuevo, o cambiar el valor establecido para restaurar el funcionamiento normal. Desactivar la opción “timeout” o alargar el tiempo, para evitar otra desconexión, o alargar el tiempo de espera.

- Ha fallado el sistema de refrigeración criogénica (“cryo fault”). La refrigeración criogénica ha estado activada durante más de 16 minutos, pero la zona auxiliar no ha alcanzado su valor de temperatura. Comprobar el nivel de fluido criogénico y rellenar el suministro si está demasiado bajo. La válvula crio puede estar abierta o cerrada. Si el nivel de fluido es adecuado, la válvula puede estar rota o funcionando mal la electrónica que la controla (causa menos probable). Contactar con Agilent.

Desconexión 22—Front inlet heating too slowly: (El inyector frontal calienta muy despacio)**temperature shut off (desconexión de la temperatura)****Desconexión 23—Back inlet heating too slowly: (El inyector posterior calienta muy despacio)****temperature shut off (desconexión de la temperatura)**

El calentador del inyector ha estado funcionando al máximo durante un largo periodo pero no se ha alcanzado la temperatura del inyector. El sensor de temperatura para la zona ha fallado o el calentador de la zona está defectuoso.

Mensajes de aviso

La [Tabla 26](#) contiene una lista de los mensajes de aviso del GC. La mayoría requieren la intervención de representantes de Agilent. Aquellos que los usuarios pueden corregir se indican en la tabla, junto con el procedimiento a seguir.

Tabla 26 Mensajes de aviso

Nº Aviso	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Dato en el registro del análisis	Comentarios
100	Oven sensor missing	Oven sensor missing		
101	Invalid heater power	Invalid heater power for front detector, inlet, and aux 1		Si se está utilizando un MSD, asegurarse de que la zona Aux. esté configurada para la línea de transferencia del MSD.
102	Invalid heater power	Invalid heater power for front detector, inlet, and aux 2		
103	Sig 1 buffer full	Sig 1 buffer full	Possible data loss: Sig 1 buffer full	Ver página 266 .
104	Sig 2 buffer full	Sig 2 buffer full	Possible data loss: Sig 2 buffer full	Ver página 266 .
105	Analog out data loss	Analog out data loss	Possible data loss: Analog out data loss	Contactar con Agilent.
106	Signal data loss	Non-recoverable data loss. Data corrupt.	Possible data loss: Signal data loss	Contactar con Agilent.
107	F det config changed	Front det: config changed, method defaulted		Corregir el método para adecuarlo al hardware.
108	B det config changed	Back det: config changed, method defaulted		Corregir el método para adecuarlo al hardware.
109	F inl config changed	Front inlet: config changed, method defaulted		Corregir el método para adecuarlo al hardware.
110	B inl config changed	Back inlet: config changed, method defaulted		Corregir el método para adecuarlo al hardware.

Tabla 26, continuación

Nº Aviso	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Dato en el registro del análisis	Comentarios
111	Col 1 config changed	Column 1: config changed, method defaulted		Corregir el método para adecuarlo al hardware.
112	Col 2 config changed	Column 2: config changed, method defaulted		Corregir el método para adecuarlo al hardware.
113	Aux 3 method changed	Aux 3 config changed Method defaulted		Corregir el método para adecuarlo al hardware.
114	Aux 4 method changed	Aux 4 config changed Method defaulted		Corregir el método para adecuarlo al hardware.
115	Aux 5 method changed	Aux 5 config changed Method defaulted		Corregir el método para adecuarlo al hardware.
116			Log overflow	Capacidad del registro análisis es de 50 datos.
117	F inl calib deleted	F inl calib deleted		El módulo de entrada vuelve a la calibración por defecto.
118	B inl calib deleted	B inl calib deleted		
119	F det calib deleted	F det calib deleted		El módulo del detector vuelve a la calibración por defecto.
120	B det calib deleted	B det calib deleted		
121	P aux calib deleted	P aux calib deleted		El módulo vuelve a la calibración por defecto.
122	Comm data overrun	Host communications: data overrun	Possible data loss: Comm data overrun	Contactar con Agilent.
123	Comm data error	Host communications: data error	Possible data loss: Comm data error	Contactar con Agilent.
124	Comm abnormal break	Host communications: abnormal break	Possible data loss: Comm abnormal break	Verificar la conexión.
125	Sampler data overrun	Sampler communications: data overrun	Possible data loss: Sampler data overrun	Verificar los parámetros del inyector automático. Contactar con Agilent.

Tabla 26, continuación

Nº Aviso	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Dato en el registro del análisis	Comentarios
126	Sampler data error	Sampler communications: data error	Possible data loss: Sampler data error	Verificar los parámetros del inyector automático. Contactar con Agilent.
127	Sampler abnormal com	Sampler communications: abnormal break	Possible data loss: Sampler abnormal com	Verificar la conexión.
128	F inl flow cal fail	Front inlet flow sensor auto zero calib failed.		Contactar con Agilent.
129	B inl flow cal fail	Back inlet flow sensor auto zero calib failed.		Contactar con Agilent.
130	Aux 1 cryo disabled	Aux 1 & front inlet on same cryo valve drive: aux1 disabled		Configurar de nuevo el control criogénico aux o del inyector.
131	Aux 2 cryo disabled	Aux 2 & back inlet on same cryo valve drive: aux2 disabled		Configurar de nuevo el control criogénico aux o del inyector.
132		Chgd Col 1 Init time to ###.## ; avoids Sampling End problem		Para la interfase de volátiles, un parámetro entró en conflicto con el valor del tiempo final de muestreo. Verificar el método. Ver "Interfase de volátiles" para obtener más información.
133		Chgd Col 2 Init time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
138	F inj/inlet mismatch	Front injector incompatible with front inlet		

Tabla 26, continuación

Nº Aviso	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Dato en el registro del análisis	Comentarios
138	b inj/inlet mismatch	Back injector incompatible with front inlet		
140		Chgd FI Saver time to ###.## ; avoids Sampling End problem		Para la interfase de volátiles, un parámetro entró en conflicto con el valor del tiempo final de muestreo. Verificar el método. Ver "Interfase de volátiles" para obtener más información.
141		Chgd BI Saver time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
142		Chgd FI Purge time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
142		Chgd BI Purge time to ###.## ; avoids Sampling End problem		

Aviso 103–Sig 1 buffer full (Buffer de señal 1 lleno)**Aviso 104–Sig 1 buffer full (Buffer de señal 1 lleno)**

Normalmente, este error tiene lugar cuando el dispositivo de toma de datos (por ejemplo, un PC que ejecute el software Agilent Cerity o ChemStation) sale fuera de línea, mientras el GC sigue recogiendo datos.

Posibles causas y soluciones:

- Hay un problema con el PC, el cableado al PC o la red local que conecta el GC al PC. Verificar el PC, el cableado y la red.
- Se ha apagado el PC, sin cerrar la sesión Agilent Cerity o ChemStation del instrumento. El GC toma y almacena datos en tiempo real hasta que la memoria se sobrecarga y aparece el aviso. La próxima vez, cerrar la sesión del instrumento antes de apagar el PC, de manera que el GC deje de tomar datos.
- El PC ha entrado en modo de ahorro energético. Cuando el PC entra en modo de ahorro energético, su procesador aminora la velocidad y no puede recoger datos lo suficientemente rápido para una comunicación normal, provocando normalmente la aparición del aviso. Si el PC permanece en el modo de ahorro energético durante la noche, por ejemplo, tendrá lugar un error en el GC, el software Agilent Cerity o ChemStation mostrará un mensaje de estado “preparado” (Ready). Cerrar y reiniciar la sesión del instrumento y desactivar la función de ahorro energético del PC.
- Ha habido un problema de software en el PC que detiene la recogida de datos.
- Hay un problema de hardware en el GC. Si el problema persiste, contactar con Agilent para obtener servicio técnico.

Mensajes de fallos

La [Tabla 27](#) contiene una lista de los mensajes de fallo para el GC. La mayoría requieren la intervención de representantes de Agilent. Aquellos que puedan corregir los usuarios, incluyen una referencia a la página donde encontrar el procedimiento.

Tabla 27 **Mensajes de fallos**

Nº Fallo	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Registro del análisis	Comentarios
200	Pneu board FPGA	Pneumatics shutdown: faulty pneumatics board	Not ready: Pneu board FPGA	
201	Pneumatics board	Pneumatics shutdown: faulty pneumatics board	Not ready: Pneumatics board	
202	Hydrogen shutdown	Hydrogen safety shutdown	Not ready: Hydrogen shutdown	Ver página 273 .
203	Signal DSP faulty	Signal DSP faulty	Not ready: Signal DSP faulty	
204	Sig DSP ROM broken	Sig DSP ROM broke	Not ready: Sig DSP ROM broken	
205	Sig DSP RAM broken	Sig DSP RAM broken	Not ready: Sig DSP RAM broken	
206	Sig DSP registers	Sig DSP registers	Not ready: Sig DSP registers	
207	Sig DSP data corrupt	Sig DSP data corrupt	Not ready: Sig DSP data corrupt	
208	0-1 mV out # 1	Signal path test failed	Not ready: 0-1 mV out # 1	
209	0-1 mV out # 2	Signal path test failed	Not ready: 0-1 mV out # 2	
210	Analog out # 1	Signal path test failed	Not ready: Analog out # 1	

Tabla 27, continuación

Nº Fallo	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Registro del análisis	Comentarios
211	Analog out # 2	Signal path test failed	Not ready: Analog out # 2	
212	F det electrometer	Front detector electrometer out of specification	Not ready: F det electrometer	
213	B det electrometer	Back detector electrometer out of specification	Not ready: B det electrometer	
214	Front det flame out	Front detector flame out	Not ready: Front det flame out	Ver página 274 .
215	Back det flame out	Back detector flame out	Not ready: Back det flame out	Ver página 274 .
216	F TCD filament open	Front TCD filament open	Not ready: F TCD filament open	Ver página 274 .
217	B TCD filament open	Back TCD filament open	Not ready: B TCD filament open	Ver página 274 .
218	F TCD filament short	Front TCD filament shorted	Not ready: F TCD filament short	Ver página 275 .
219	B TCD filament short	Back TCD filament shorted	Not ready: B TCD filament short	Ver página 275 .
220	Heater overcurrent	Heater overcurrent. Thermal shutdown.		
221	Thermal shutdown		Not ready:	Ver página 275 .
222	Oven temp too hot	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
223	Oven temp too cool	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
224	Oven temp sensor	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
225	F det temp too hot	Front detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .

Tabla 27, continuación

Nº Fallo	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Registro del análisis	Comentarios
226	F det temp sensor	Front detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
227	B det temp too hot	Back detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
228	B det temp sensor	Back detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
229	F inl temp too hot	Front inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
230	F inl temp sensor	Front inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
231	B inl temp too hot	Back inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
232	B inl temp sensor	Back inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
233	Aux 1 temp too hot	Aux 1 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
234	Aux 1 temp sensor	Aux 1 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
235	Aux 2 temp too hot	Aux 2 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
236	Aux 2 temp sensor	Aux 2 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Ver página 275 .
237	No line interrupt	No line interrupt thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
238	Line interrupt	Faulty line interrupt thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
239	No mux ADC response	Mux ADC thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
240	Mux ADC offset value	Mux ADC thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	

Tabla 27, continuación

Nº Fallo	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Registro del análisis	Comentarios
241	Invalid line sense	Line sense reading thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
242	Aux 3 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 3 faulty fact cal	
243	Aux 4 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 4 faulty fact cal	
244	Aux 5 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 5 faulty fact cal	
245	F det module rev	Front det module: obsolete EEPROM	Not ready: F det module rev	
246	B det module rev	Back det module: obsolete EEPROM	Not ready: B det module rev	
247	F inlet module rev	Front inlet module: obsolete EEPROM	Not ready: F inlet module rev	
248	B inlet module rev	Back inlet module: obsolete EEPROM	Not ready: B inlet module rev	
249	Aux module rev	Pres aux module: obsolete EEPROM	Not ready: Aux module rev	
250	F det wrong module	Front det: non-det module	Not ready: F det wrong module	
251	B det wrong module	Back det: non-det module	Not ready: B det wrong module	
252	F inlet wrong module	Front inlet: non-inletmodule	Not ready: F inlet wrong module	
253	B inlet wrong module	Back inlet: non-inletmodule	Not ready: B inlet wrong module	
254	Aux wrong module	Non-aux module in pneu aux position	Not ready: Aux wrong module	

Tabla 27, continuación

Nº Fallo	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Registro del análisis	Comentarios
255	F det invalid type	Front detector: invalid det module	Not ready: F det invalid type	
256	B det invalid type	Back detector: invalid det module	Not ready: B det invalid type	
257	F inlet invalid type	Front inlet: invalid inlet module	Not ready: F inlet invalid type	
258	B inlet invalid type	Back inlet: invalid inlet module	Not ready: B inlet invalid type	
259	F det type mismatch	Front detector: det board not the same as module	Not ready: F det type mismatch	Si se ha instalado un detector nuevo, verificar que la nueva tarjeta de electrónica del detector y el módulo estén instalados en el lugar adecuado.
260	B det type mismatch	Back detector: det board not the same as module	Not ready: B det type mismatch	
262	RS232 defective	Host communications: RS232 defective	Not ready: RS232 defective	
264	Sampler RS232 defect	Sampler communications: RS232 defective	Not ready: Sampler RS232 defect	
265	F inlet invalid pid	Front inlet: invalid pids		
266	B inlet invalid pid	Back inlet: invalid pids		
267	F det invalid pid	Front detector: invalid pids		
268	B det invalid pid	Back detector: invalid pids		
269	Pneu aux invalid pid	Pneu aux module: invalid pids		
270	F inlet bad cksum	Front inlet: invalid module checksum		

Tabla 27, continuación

Nº Fallo	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Registro del análisis	Comentarios
271	B inlet bad cksum	Back inlet: invalid module checksum		
272	F det bad cksum	Front detector: invalid module checksum		
273	B det bad cksum	Back detector: invalid module checksum		
274	Pneu aux bad cksum	Pneu aux module: invalid module checksum		
275	F inlet bad fact cal	Front inlet: invalid constants from factory calibration		
276	B inlet bad fact cal	Back inlet: invalid constants from factory calibration		
277	F det bad fact cal	Front detector: invalid constants from factory calibration		
278	B det bad fact cal	Back detector: invalid constants from factory calibration		
279	P aux bad fact cal	Pneumatics aux invalid constants from factory calibration		
280	F inlet i/o failure			
281	B inlet i/o failure			
282	F det i/o failure			
283	B det i/o failure			
284	Pneu aux i/o failure			
285	F det adjust failure	Front detector offset adjustment failed	Not ready: F det adjust failure	
286	B det adjust failure	Back detector offset adjustment failed	Not ready: B det adjust failure	

Tabla 27, continuación

Nº Fallo	Mensaje de estado	Mensaje instantáneo	Registro del análisis	Comentarios
290	Zones not updating	Zones not updating	Not ready: Zones not updating	
293	Zone heater driver	Zone heater driver	Not ready: Zone heater driver	

Fallo 202—Hydrogen safety shutdown (Desconexión de seguridad del hidrógeno)

El inyector configurado para el gas hidrógeno no alcanzó el valor de presión en 2 minutos. Dado que el hidrógeno presenta peligro de explosión, ha tenido lugar lo siguiente:

- El ventilador y los calentadores del horno del GC están apagados.
- Las solapas del horno están totalmente abiertas.
- Tanto los controles de presión como los de flujo, están apagados y los parámetros de control parpadean cuando se visualizan.
- Los pequeños calentadores de la zona para inyectores y detectores se apagan y el parámetro de control parpadea cuando se visualiza.
- El pitido de aviso continúa hasta que la tecla [Clear] deje de pulsarse.
- El horno no puede encenderse a menos que el instrumento tenga algún fallo de alimentación. Apagar y encender el GC para restaurar la operación.

La secuencia continuaría hasta que se arregle el fallo. Para encontrar el fallo, verificar las posibles causas siguientes:

- Comprobar la presión de suministro de gas. Aumentar la presión en la fuente original, si fuera demasiado baja para alcanzar el valor programado.
- Comprobar si hay fugas en el sistema. Verificar las fugas del tubo de suministro de gas, inyector y las conexiones de la columna al inyector. Los procedimientos de comprobación de fugas se encuentran en cada sección del inyector.
- Puede estar rota la columna. Utilizar el detector de fugas para comprobar las fugas y cambiar la columna rota o cortar la parte dañada.
- Una válvula de control proporcional de entrada puede estar atascada abierta o cerrada, debido a la contaminación u otro tipo de fallo. Contactar con Agilent.

Fallo 214—Front detector flame out**Fallo 215—Back detector flame out**

Este mensaje aparece cuando el FID o FPD no es capaz de encenderse o si la llama se apaga durante un análisis. Durante el proceso de encendido o el análisis, el detector intentará encender la llama dos veces; si ambos intentos fallan, el hidrógeno, el aire y el encendedor se cortarán y aparecerá el mensaje de error. El detector estará en estado no preparado.

- Asegurarse de que el hidrógeno y el aire están abiertos y que los flujos son suficientes para encender la llama.
- Utilizar un detector electrónico de fugas para localizar y corregir las fugas en la conexión de la columna al detector.
- Consultar la sección correspondiente al detector en ["Detector de ionización de llama"](#), ["Detector fotométrico de llama"](#) para asegurarse de que se está utilizando el jet correcto para la columna.
- Cambiar la compensación del encendido a 0,5 para el FID o a 0,2 para el FPD (el valor por defecto).
- Si el problema persiste, contactar con Agilent.

Fallo 216—Front TCD filament open**Fallo 217—Back TCD filament open**

El voltaje del puente del filamento del TCD indica que la resistencia del filamento es muy alta ("fundido" en sentido eléctrico). La resistencia debe ser demasiado alta porque el filamento está roto o desgastado por el uso como para ser utilizado o los cables del TDC no están conectados en la tarjeta del detector o si el sensor de temperatura de la celda (Δ PRT) está cortocircuitado.

El detector no estará preparado hasta que se corrija la situación.

- Comprobar que los cables del detector están conectados a la placa.
- Comprobar el sensor de temperatura de la celda (Δ PRT).
- La celda del TCD debe sustituirse. Contactar con Agilent.

Fallo 218—F TCD filament shorted**Fallo 219—B TCD filament shorted**

El voltaje del puente del filamento del TCD indica que la resistencia del filamento es muy baja, indicando que el filamento está cortocircuitado. Puede ser causado por un filamento desgastado o flojo o si los cables del TCD (incluyendo los del sensor de temperatura de la celda) no están correctamente conectados a la tarjeta del detector o están contactando entre ellos.

El detector no estará preparado hasta que se corrija la situación.

- Comprobar que los cables del detector están bien conectados a la placa.
- La celda del TCD debe sustituirse. Contactar con Agilent.

Fallos 221 a 236—Thermal shutdown

Estos fallos causan que el GC se desconecte completamente. Un fallo térmico se detecta si el horno u otra zona calentada no está dentro de su rango permitido de temperatura (menor que la temperatura mínima o mayor que la máxima en 25°C). Varias pueden ser las causas de este error:

- Un problema en el suministro eléctrico del instrumento.
- Un mal funcionamiento de la electrónica de control de la zona.
- Un sensor de temperatura cortocircuitado.
- Un calentador cortocircuitado.

La corriente no llega al horno ni otras zonas calentadas. El GC no está preparado.

Cualquiera de los siguientes componentes pueden sufrir una desconexión térmica: el horno, los inyectores, los detectores y las zonas auxiliares. Además, los problemas con la electrónica de la placa PC principal pueden causar una desconexión térmica.

- Si aparece un mensaje de desconexión térmica, apagar y encender de nuevo el GC. Si el error se debía a un problema en la fuente de alimentación, desaparecerá y el instrumento estará preparado. Si el error aparece de nuevo, debe sustituirse la tarjeta principal o uno o más montajes del calentador/sensor. Contactar con Agilent.

13 Introducción a los inyectores

Tipos de inyector

Utilización de hidrógeno

Procedimiento: Unidades de presión:

Seleccionar psi, kPa, bar

Tablas de control del inyector y de la columna

Tablas de control de la columna

Tabla de control de la columna—
columnas capilares definidas

Tabla de control de la columna—
columnas empaquetadas o
capilares sin definir

¿Qué es el ahorrador de gas?

Procedimiento: Utilización del
ahorrador de gas

“Pre Run” y “Prep Run” (Pre-análisis y preparación del análisis)

Tecla [Prep Run]

Procedimiento: Auto Prep Run
(Preparación automática del
análisis)

Purga del septum

Introducción a los inyectores

Tipos de inyector

El GC 6890 dispone de cinco tipos de inyectores. Todos se ofrecen con control electrónico de la neumática (EPC) y dos sin él.

Tabla 28 Tipos de inyector

Tipo de inyector	Control de gases
Con/sin división	con EPC y sin EPC
Empaquetadas con purga	con EPC y sin EPC
Refrigeración en columna	Sólo con EPC
Vaporización a temperatura programada	Sólo con EPC
Interfase de volátiles	Sólo con EPC

Utilización de hidrógeno

AVISO

Cuando se utilice hidrógeno (H_2) como gas portador, prevenir la entrada del mismo al horno, la cual podría provocar peligros de explosión. Por tanto, asegurarse de que la fuente permanezca cerrada hasta haber realizado todas las conexiones y de que el inyector y detector estén conectados a una columna o protegidos siempre que se suministre hidrógeno (H_2) al instrumento.

AVISO

El hidrógeno (H_2) es inflamable. Si se producen fugas en un espacio cerrado, pueden provocar fuego o una explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno (H_2), comprobar las posibles fugas de las conexiones, líneas y válvulas antes de la operación. Cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar con el instrumento.

Tabla 29 Resumen de los inyectores

Inyector	Columna	Modo	Muestra concentración	Comentarios	Muestra a columna
Con/sin división	Capilar	División	Alta	Puede ser útil con inyecciones de gran volumen	Muy poca
		División a pulsos (pulsed split)	Alta		Muy poca
		Sin división (splitless)	Baja	Util con inyecciones de gran volumen	Toda
Sin división a pulsos (pulsed splitless)	Baja	Toda			
Refrigeración en columna	Capilar	n/a	Baja o lábil	Discriminación y descomposición mínimas	Toda
Empaquetadas con purgas	empaquetada	n/a	Cualquiera	OK si la resolución no es crítica	Toda
	Capilar grande	n/a	Cualquiera		Toda
Vaporización a temperatura programada	Capilar	división	Alta		Muy poca
		División a pulsos (pulsed split)	Alta		Muy poca
		Sin división (splitless)	Baja		Toda
		Sin división a pulsos (pulsed splitless)	Baja		Toda
		Eliminación de disolvente	Baja	Inyecciones múltiples con analitos concentrados y salida de disolvente	La mayoría
Interfase de volátiles	Capilar	Direct (Directa)	Baja	El menor volumen muerto Flujo máximo = 100 ml/min	Toda
		división	Alta		Muy poca
		Sin división (splitless)	Baja		Toda

Tabla 30 Tamaño de columna y velocidad de flujo del gas portador

Columna	Tamaño	Velocidad de flujo del gas portador	
		Hidrógeno	Helio
Empaquetada	1/8"		30
	1/4"		60
Capilar	50 μm d.i.	0,5	0,4
	100 μm d.i.	1,0	0,8
	200 μm d.i.	2,0	1,6
	250 μm d.i.	2,5	2,0
	320 μm d.i.	3,2	2,6
	530 μm d.i.	5,3	4,2

Estas velocidades de flujo, en ml/min a temperatura y presión normales (25°C y 1 atm) son las recomendadas para todas las temperaturas de la columna. Para columnas capilares, la velocidad de flujo es proporcional al diámetro de la columna y es el 20% menor para el helio que para el hidrógeno.

Procedimiento: Unidades de presión: Seleccionar psi, kPa, bar

La presión se puede visualizar en psi, bar o kPa. Para comprobar las unidades que se están utilizando, pulsar la tecla [Info] con el cursor sobre la línea "Pressure" de la tabla de control. Para cambiar las unidades:

1. Pulsar [Options].
2. Ir a Keyboard & Display y pulsar [Enter].

```

      O P T I O N S
    C a l i b r a t i o n
    C o m m u n i c a t i o n
    K e y b o a r d & D i s p l a y <
    D i a g n o s t i c s
  
```

3. Ir a Pressure units: y pulsar [Mode/Type].

```

    K e y b o a r d l o c k   O f f
    K e y c l i c k         O n
    W a r n i n g b e e p   O n
    M e t h o d m o d b e e p O f f
    K E Y B O A R D O P T I O N S
    P r e s s u r e u n i t s : p s i <
    R a d i x t y p e :      .
  
```

```

    P R E S S U R E U N I T S
  * p s i
    b a r
    k P a
  
```

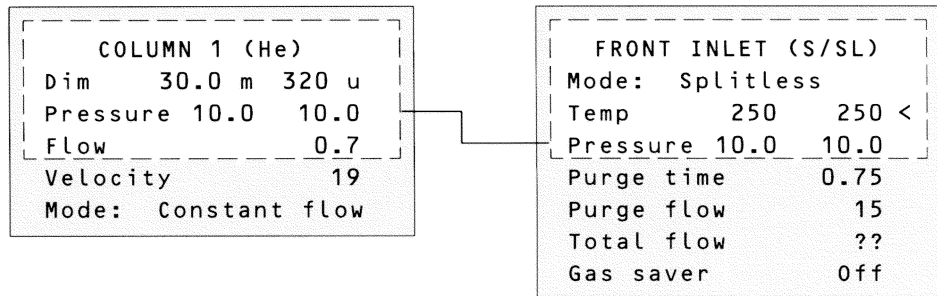
4. Elegir una unidad de presión nueva y pulsar [Enter].

Tabla 31 Conversión de las unidades de presión

Conversión de	en	Multiplicar por
psi	bar	0,0689476
	kPa	6,89476
bar	psi	14,5038
	kPa	100
kPa	psi	0,145038
	bar	0,01

Tablas de control del inyector y de la columna

Las tablas de control del inyector y de la columna están interrelacionadas. Si se fija una presión en la tabla de control de la columna, ese mismo parámetro estará activo en la tabla de control del inyector y viceversa. Aunque la neumática se pueda controlar desde la columna o desde el inyector, debe considerarse la columna primero.



Observar que las lecturas de presión—la determinada y la actual—son las mismas en la tabla de control de la columna y la del inyector.

Tablas de control de la columna

Las tablas de control cambian dependiendo de la configuración de la columna. Las siguientes páginas describen las tablas de control para los dos tipos de columnas, capilares y empaquetadas.

Tabla de control de la columna—columnas capilares definidas

Si la columna está definida, la tabla de control será similar a la [Figura 38](#).

Título Este encabezamiento identifica la columna—Columna 1 o Columna 2—y el tipo de gas portador configurado para el inyector (entre paréntesis).

Dim Esta línea muestra las dimensiones especificadas de la columna. Longitud de la columna expresada en metros (m) y diámetro interior en micras (μ).

La presión, el flujo y la velocidad están relacionados. Si la columna está definida, introducir cualquiera de ellos y el GC calcula y muestra los otros dos.

Pressure El parámetro aparece a la derecha. El número de la izquierda muestra el valor de la presión actual. Cuando se introduce un valor de presión, se calculan y muestran los valores del flujo y la velocidad lineal media.

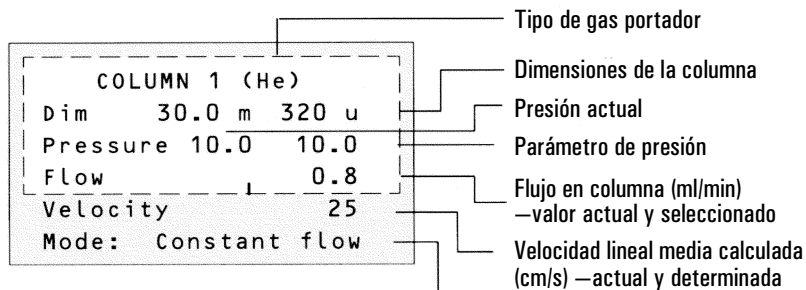
Flow Si se introduce un flujo (en ml/min) aquí, la presión y la velocidad se calculan y ajustan.

Velocity Si se introduce la velocidad lineal media (en cm/seg), se calculan la presión y el flujo.

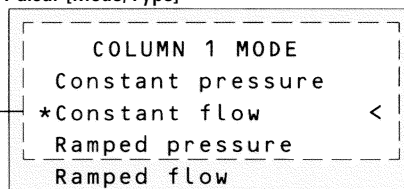
Mode: Hay cuatro modos de columna: de flujo constante, presión constante, flujo en rampa y presión en rampa. Para cambiar el modo, ir a *Mode* : y pulsar [*Mode/Type*].

En [“Control del flujo y la presión”](#) se explica cómo determinar programas de presión y flujo.

Pulsar [Col 1] o [Col 2]



Pulsar [Mode/Type]



Modo: La tabla de control también tiene alguna de las siguientes pantallas, dependiendo del Modo:

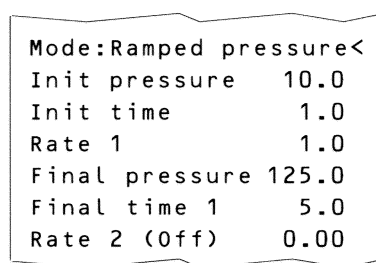
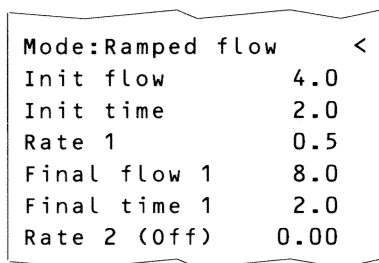
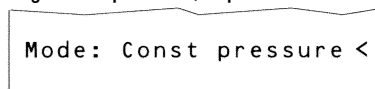
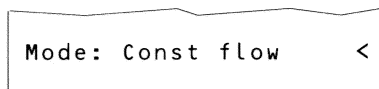


Figura 38 Pantalla de la columna — columnas capilares definidas

Tabla de control de la columna—columnas empaquetadas o capilares sin definir

Si la columna no está definida o la selección del inyector es *Unspecified*, la tabla de control de la columna será similar a la [Figura 39](#).

Título Este encabezamiento identifica la columna—Columna 1 o Columna 2—y el tipo de gas portador configurado para el inyector (entre paréntesis).

Dimensions unknown Esta línea indica que no se ha definido la columna.

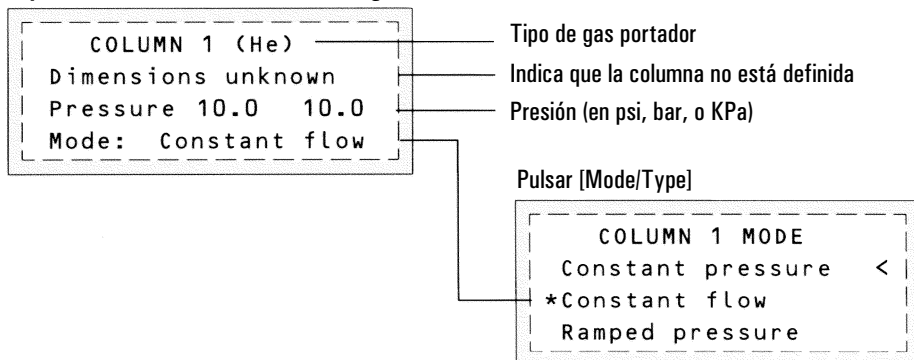
Pressure El inyector *con/sin división* y el inyector de *refrigeración en columna* son de presión controlada. Debido a que la columna no es definida, el flujo y la velocidad lineal media no se pueden calcular.

El inyector de *empaquetadas con purga* es de flujo controlado. Se muestra la presión actual, pero no es controlable por el usuario.

Mode: Se puede elegir entre tres modos para un inyector con/sin división o de refrigeración en columna—presión constante, flujo constante y flujo en rampa. El inyector de empaquetadas permite sólo dos modos de flujo—constante y en rampa.

En [“Control del flujo y la presión”](#) se explica cómo determinar programas de presión y flujo.

Inyectores con/sin división o de refrigeración en columna



Inyector de empaquetadas con purga

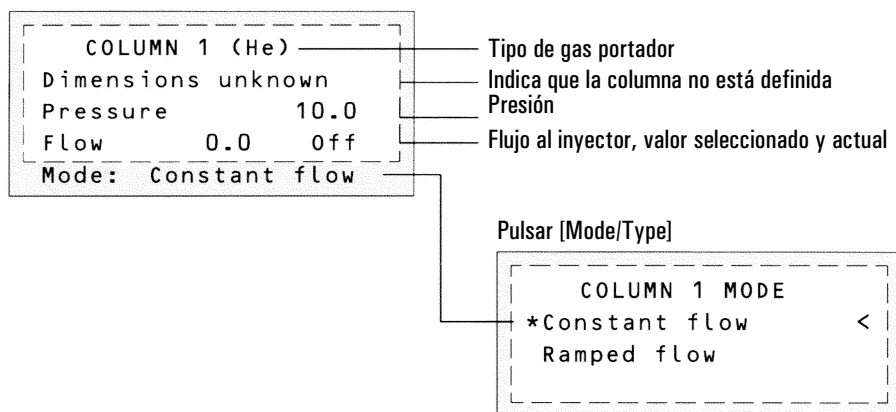


Figura 39 Pantalla de la columna — columnas empaquetadas o capilares no definidas

¿Qué es el ahorrador de gas?

El ahorrador de gas reduce el flujo del gas portador de la válvula de división después de que la muestra entre en la columna. La presión en la cabeza de la columna y la velocidad de flujo se mantienen, mientras que los flujos de la válvula de purga y de división disminuyen. Los flujos—(excepto el de la columna)—continúan al nivel reducido hasta pulsar [Prep Run].

Se puede utilizar el ahorrador de gas en todos los modos operativos de los inyectores con/sin división y PTV y con/sin división de la interfase de volátiles.

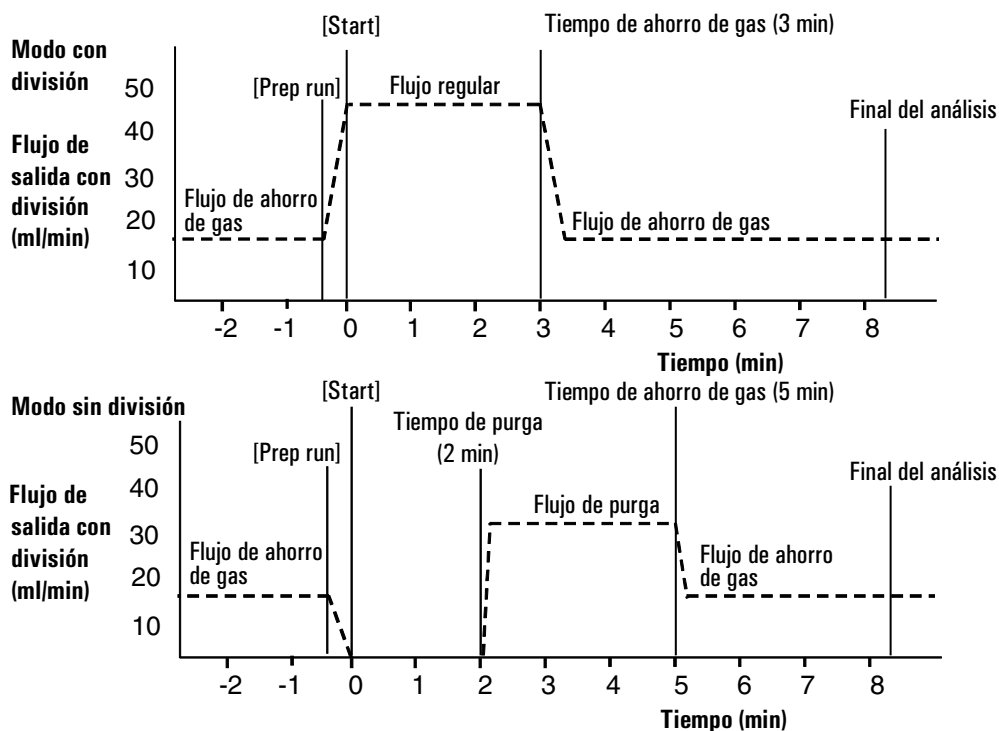


Figura 40 Funcionamiento del ahorrador de gas

Los modos a pulsos de los inyectores con/sin división y PTV son iguales excepto por el pulso de presión que se inicia en [Prep Run] y termina en Pulse time. El modo de salida de disolvente del PTV es más complejo; consultar [“Utilización del modo de eliminación de disolvente”](#) para obtener más detalles.

Procedimiento: Utilización del ahorrador de gas

Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet].

Mode:		Split
Temp	24	Off
Pressure	0.0	Off
Split ratio		10
Split flow		0.0
Tot flow	0.0	Off
FRONT INLET (S/SL)		
Gas saver		On
Saver flow	20.0	
Saver time	2.00	

1. Activa el ahorrador del gas.

2. Fija un flujo. Debe ser por lo menos 15 ml/min mayor que el flujo en la columna.

3. En modo "split", fijarlo tras la inyección. En los otros modos, fijarlo tras el t. purga.

"Pre Run" y "Prep Run" (Pre-análisis y preparación del análisis)

Con algunos inyectores y modos operativos, ciertos parámetros del instrumento son diferentes entre análisis distintos y durante un análisis. Para restablecer los parámetros para la inyección, debe colocar el GC en el estado "Pre Run".

Debe utilizar el estado "Pre Run" cuando:

- Se esté utilizando el ahorrador de gas en cualquier inyector.
- Se esté utilizando el modo sin división con cualquier inyector.
- Se está utilizando un modo de presión a pulsos con cualquier inyector.
- Se esté utilizando el modo de salida de disolvente del inyector PTV.
- Se está utilizando el modo directo o sin división de la interfase de volátiles.

Hay dos maneras de iniciar el "Pre Run" (pre-análisis)—manualmente pulsar la tecla [Prep Run] antes de cada análisis o configurar el GC para entrar en el estado "Pre Run" automáticamente. Los dos métodos se discuten más abajo.

Durante el estado de pre-análisis (pre run):

- La luz de "Pre Run" parpadea y la luz de "Not Ready" (no preparado) está encendida.
- Los parámetros cambian a los valores correctos para la inyección.
- Comienzan los tiempos de equilibrado del inyector, detector y horno.

Cuando finalizan todos los tiempos de equilibrado, la luz de "Pre Run" queda fija. Cuando todos los criterios para el análisis se alcancen, la luz de "Not Ready" (no preparado) se apaga. El GC está preparado para la inyección de la muestra.

Tecla [Prep Run]

Pulsar la tecla [Prep Run] antes de inyectar manualmente la muestra. El GC entra en estado de preanálisis. Cuando la luz de "Pre Run" esté fija y la de "Not Ready" se apague, da comienzo el análisis.

Procedimiento: Auto Prep Run (Preparación automática del análisis)

En la mayoría de los sistemas automáticos de inyección, no es necesaria la tecla [Prep Run]. Si el muestreador o controlador de automatización (por ejemplo, un integrador o workstation) no contiene la función [Prep Run], se debe determinar el GC en Auto Prep Run. Para determinar el Auto Prep Run:

1. Pulsar la tecla [Config] para visualizar la lista de parámetros configurables.
2. Ir al parámetro Instrument y pulsar [Enter].
3. Ir a Auto prep run y pulsar [On].

```
CONFIG INSTRUMENT
Serial#US00100001
Auto prep run      On <
F inlet type      None
B inlet type      PP
```

Purga del septum

La línea de la purga del septum está próxima al septum donde la muestra se inyecta. Una pequeña cantidad de gas portador sale a través de esta línea para barrer cualquier sangrado.

Cada inyector tiene un flujo de purga del septum diferente. El GC fija automáticamente el flujo de purga para inyectores EPC aunque también se puede medir a nivel de la salida de purga del septum en la cámara de flujo.

Tabla 32 Flujos de purga del septum

Inyector	Portador	Purga del septum (ml/min)
Con/sin división, todos los modos	He, N ₂ , Ar/5% Me	3
	H ₂	6
Empaquetadas con purga	Toda	1 a 3
Refrigeración en columna	He, N ₂ , Ar/5% Me	15
	H ₂	30
PTV	He, N ₂ , Ar/5% Me	3
	H ₂	6
Interfase de volátiles	He, N ₂ , Ar/5% Me	3
	H ₂	6

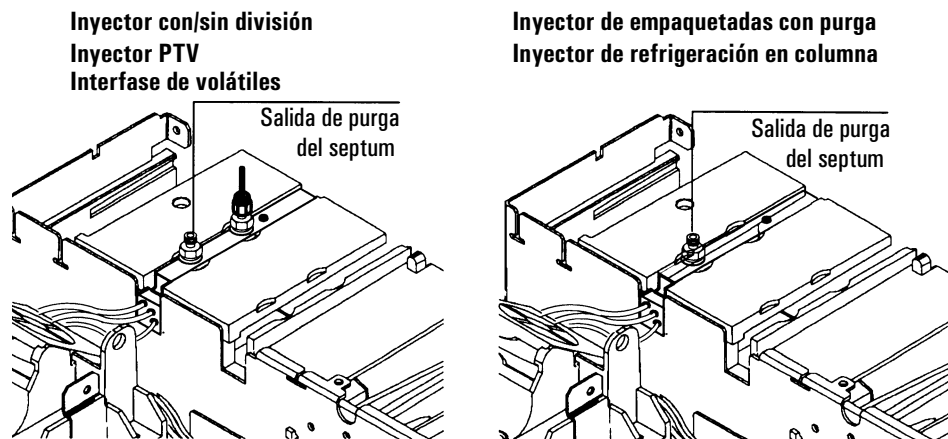


Figura 41 Salidas de purga del septum

14 Inyector “split/splitless” (con/sin división)

Utilización del inyector split/ splitless (con/sin división)

Versiones estándar y de alta presión

Aumentar la presión del septum

Alineadores

Procedimiento: Cambio
del alineador

Neumática del modo “split” (con división)

Tabla de control—operación “split” (con división)

Procedimiento: Utilización del
modo “split” (con división) con
columna definida

Procedimiento: Utilización del
modo con división con columna
no definida

Neumática del modo sin división

Tabla de control—funcionamiento sin división

Parámetros de operación

Procedimiento: Utilización del
modo “splitless” (sin división)
con la columna definida

Procedimiento: Utilización del
modo “splitless” (sin división)
con una columna no definida

Modos con y sin división a pulsos

Tabla control; modo “pulsed split” (con división a pulsos)

Procedimiento: Utilización del
modo con división a pulsos

Tabla de control—funcionamiento sin división a pulsos

Procedimiento: Utilización del
modo sin división a pulsos

Mantenimiento del inyector “split/splitless”

Cambio de los septa

Procedimiento: Cambio del septum

Cambio de la arandela

Procedimiento: Cambio de
la arandela

Cambio del sello de la base del inyector

Procedimiento: Cambio del sello
de la base del inyector

Cambio del cartucho de filtro de
la trampa de la salida de división

Procedimiento: Test de fugas de
las conexiones de gas

Procedimiento: Test de fugas para
un inyector con/sin división con
control EPC

Procedimiento: Test de fugas de
un inyector con/sin división sin
control EPC

Procedimiento: Corrección
de fugas

Procedimiento: Limpieza del inyector

Inyector “split/splitless” (con/sin división)

Utilización del inyector split/splitless (con/sin división)

Este inyector se utiliza en la realización de análisis con división, sin división, sin división a pulsos y con división a pulsos. Se puede elegir el modo operativo desde la tabla de control del inyector. El *modo split* (con división) se usa generalmente para el análisis de componentes mayoritarios y el *modo splitless* (sin división) para análisis de trazas. Los modos *pulsed splitless* (sin división a pulsos) y *pulsed split* (con división a pulsos) se usan en los mismos tipos de análisis que los modos “splitless” y “split” pero permiten la inyección de muestras grandes.

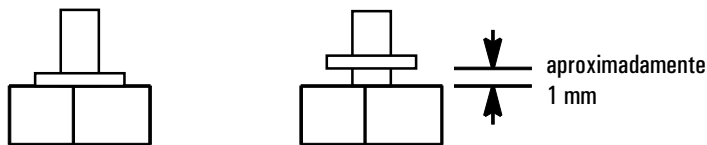
Versiones estándar y de alta presión

El inyector “split/splitless” estándar se configura con una presión de 120 psi en la conexión del suministro de gas. Es apropiado para la mayoría de las columnas. El inyector de alta presión se configura a 170 psi y es útil para columnas capilares de diámetro pequeño que ofrecen resistencia considerable al flujo de gas.

Para determinar la versión correspondiente, pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet], ir a la línea Pressure y pulsar [Info]. La pantalla mostrará el rango de presión para el inyector —de 1 a 100 psi (versión estándar) o de 1 a 150 psi (versión de alta presión).

Aumentar la presión del septum

La tuerca de retención de un septum estándar tiene un muelle interno que aporta presión al septum. Para conseguir una presión del inyector de hasta 100 psi, apretar la tuerca de retención hasta que la anilla-C esté 1 mm por encima de la superficie superior. Esta presión es la adecuada en la mayoría de las situaciones.



Para conseguir presiones del inyector más elevadas, apretar la retención del septum hasta que la arandela no pueda girar más, indicando que la retención está en contacto firme con el septum. Después apretar otra vuelta completa adicional.

Si se utiliza un septum Merlin Microseal™, se puede apretar la tuerca del septum con las manos hasta ajustarla (que no esté suelta). La capacidad de presión depende del septum utilizado.

Alineadores

Elegir los alineadores de acuerdo con el tipo de inyección que se esté realizando—con o sin división. Existen muchos alineadores disponibles y se pueden pedir con el *Catálogo de accesorios y consumibles de Agilent*.

Procedimiento: Cambio del alineador

Lista de piezas:

- Alineador, Ref. 5183 -4647 (con división) o 5062-3587 (sin división)
 - Pinzas
 - Llave del septum (Ref. 19251-00100)
 - Arandela de Viton (Ref. 5180-4182)
1. Pulsar [Oven] y fijar el horno a 35°C. Cuando la temperatura alcance su valor seleccionado, apagar el horno. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] y apagar la temperatura y la presión del inyector.

AVISO

¡Cuidado! Las conexiones del inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para causar quemaduras.

2. Retirar la tuerca de retención insertada. Utilizar la llave del septum, si fuera necesario.
3. Si hay un alineador, retirarlo con unas pinzas o herramienta similar. Tener cuidado para no romperlo.

4. Sujetar el alineador nuevo con unas pinzas comprobar su estado. Asegurarse de que es el adecuado para el modo de inyección que se esté utilizando—con o sin división.
5. Colocar una arandela Viton en el alineador a unos 2-3 mm de su extremo superior.
6. Empujar el alineador hacia dentro del inyector.

Precaución

No colocar una arandela u otro tipo de sello en el fondo del inyector o en el del alineador que dañaría el inyector y rompería el alineador.

7. Insertar la tuerca retención y apretarla con la mano firmemente. No apretar en exceso.

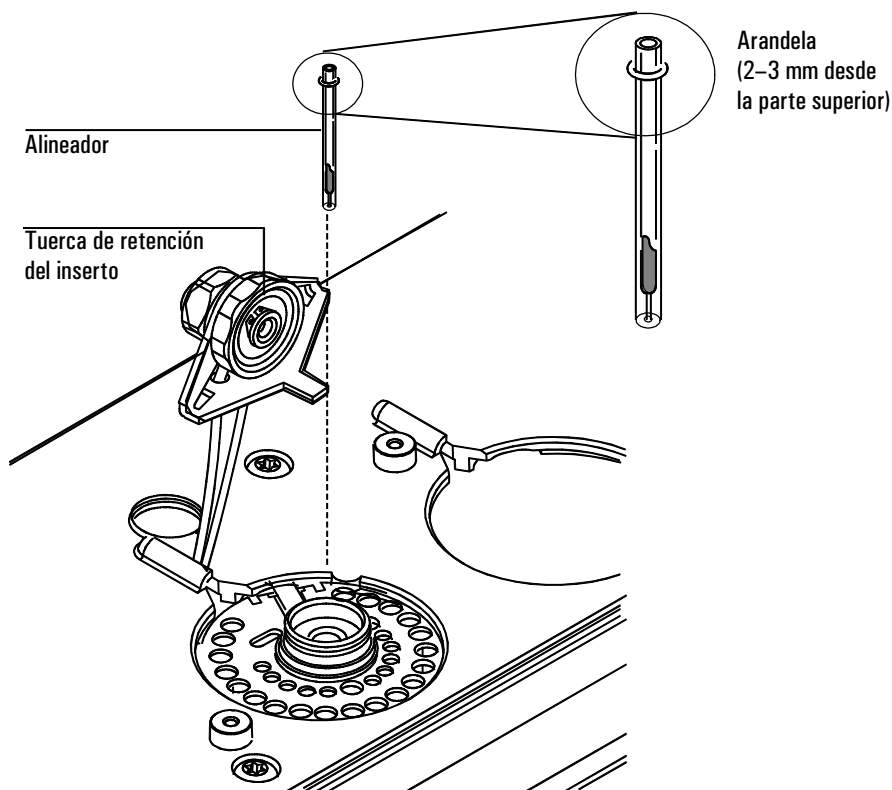


Figura 42 Instalación de alineadores

Neumática del modo "split" (con división)

Durante una inyección con división, se introduce una muestra líquida en un inyector caliente donde se vaporiza rápidamente. Una pequeña cantidad del vapor se introduce en la columna mientras que la mayor parte sale por la válvula de división/purga. La relación de flujo de la columna a flujo con división es controlada por el usuario. La inyección con división se utiliza principalmente con muestras de concentración elevada, cuando se puede permitir perder la mayoría de la muestra por la válvula de división/purga. También se utiliza para muestras que no se pueden diluir.

La [Figura 43](#) muestra la neumática del inyector en modo operativo con división.

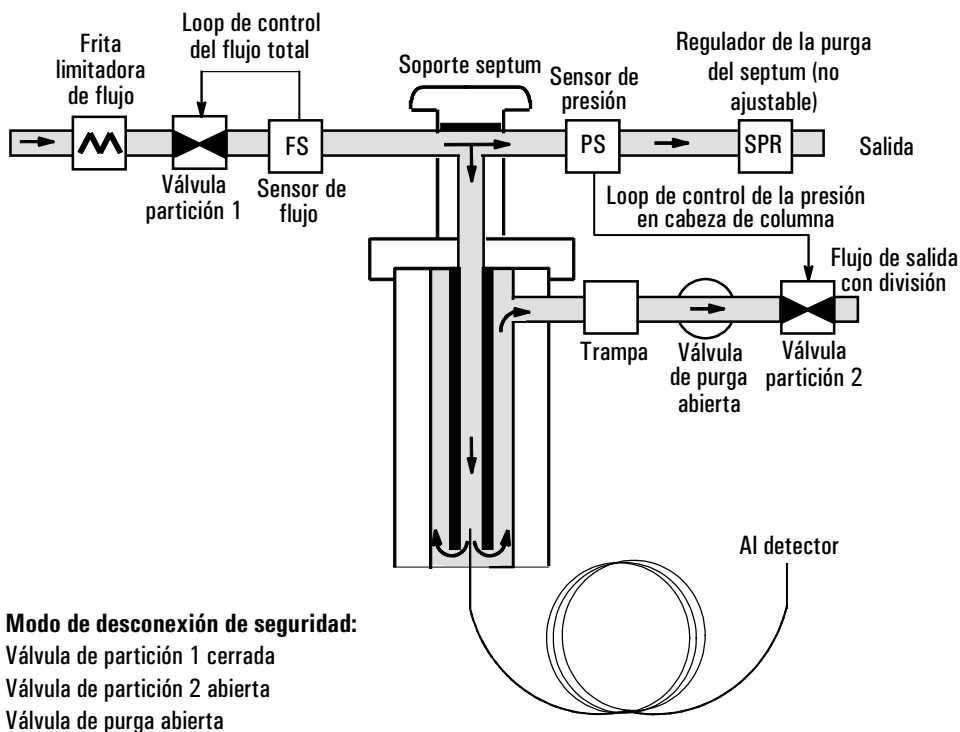


Figura 43 Neumática del flujo "split" (de división)

Tabla de control—operación "split" (con división)

Mode: Modo operativo actual—con división

Temp Temperaturas del inyector actual y determinada

Pressure Presión del inyector actual y determinada

Split ratio Relación entre el flujo con división y el flujo en columna. El flujo en columna se fija en la columna 1 o 2 de la tabla de control. Esta línea no aparece si la columna es no definida.

Split flow Flujo, en ml/min, desde la salida con división/purga. Esta línea no aparece si la columna es no definida.

Total flow Fflujo total del inyector que es la suma del flujo con división, el de la columna y de purga del septum. Cuando se cambia el flujo total, la relación de división y el flujo con división cambian mientras el flujo de la columna y la presión se mantienen iguales.

```

FRONT INLET (S/SL)
Mode:           Split
Temp           250  250 <
Pressure       10.0 10.0
Split ratio    100
Split flow     76.6
Tot flow      80.3 80.3
Gas saver      0n
Saver flow     20.0
Saver time    2.00
    
```

Pulsar [Mode/Type]

```

FRONT INLET MODE
*Split          <
Splitless
Pulsed splitless
    
```

Si se está utilizando el ahorrador de gas, fijar el tiempo después del tiempo de inyección.

Procedimiento: Utilización del modo "split" (con división) con columna definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet]
 - a. Ir a Mode : y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Split.
 - b. Fijar la temperatura del inyector.
 - c. Si se desea una relación de división específica, desplazarse a Split ratio e introducir el valor. El flujo con división se calcula automáticamente.
 - d. Si se desea un flujo con división específico, desplazarse a Split flow e introducir el valor. La relación de división se calcula automáticamente.
 - e. Si se quiere, activar Gas saver. Fijar Saver time después del tiempo de inyección. Utilizar la tecla [Prep Run] (ver página [287](#)) antes de inyectar la muestra manualmente.

Relación de división =
 Flujo de división
 Flujo en columna

```

FRONT INLET (S/SL)
Mode:           Split
Temp           250  250 <
Pressure       10.0 10.0
Split ratio    100
Split flow     76.6
Tot flow      80.3 80.3
Gas saver      0n
Saver flow     20.0
Saver time     2.00
                
```

Pulsar [Mode/Type]

```

FRONT INLET MODE
Split           <
*Splitless
Pulsed split
Pulsed splitless
                
```

Si se está utilizando el sistema de ahorro de gas, fijar el tiempo después del tiempo de inyección.

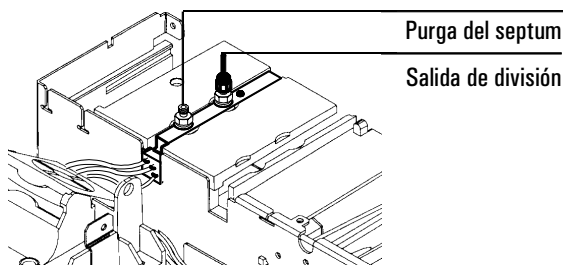
Procedimiento: Utilización del modo con división con columna no definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet]

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Tot flow	79.1	79.1

- a. Fijar la temperatura.
- b. Fijar el flujo total en el inyector. Medir el flujo que sale por la salida con división utilizando un flujómetro.
- c. Para conseguir el flujo en columna, restar el flujo de la válvula de división y el de purga del septum (consultar la página 289 para flujos de purga del septum nominales por el tipo de gas portador) del flujo total.
- d. Calcular la relación de división. Ajustarlo lo necesario.

$$\text{Relación de división} = \frac{\text{Flujo de división}}{\text{Flujo en columna}}$$



Parte frontal del instrumento

Neumática del modo sin división

En este modo, la válvula de purga está cerrada durante la inyección y se mantiene así mientras la muestra se vaporiza en el alineador y es transferida a la columna. En un momento determinado después de la inyección, la válvula de purga se abre para eliminar cualquier vapor que permanezca en el alineador por la válvula de división. Con esto se evitan las colas de disolvente debidas al gran volumen del inyector y a la pequeña velocidad de flujo en columna. Especificar el tiempo y flujo de purga en la tabla de control del inyector.

Si se está utilizando el ahorrador de gas, su tiempo debe establecerse *después* del tiempo de purga.

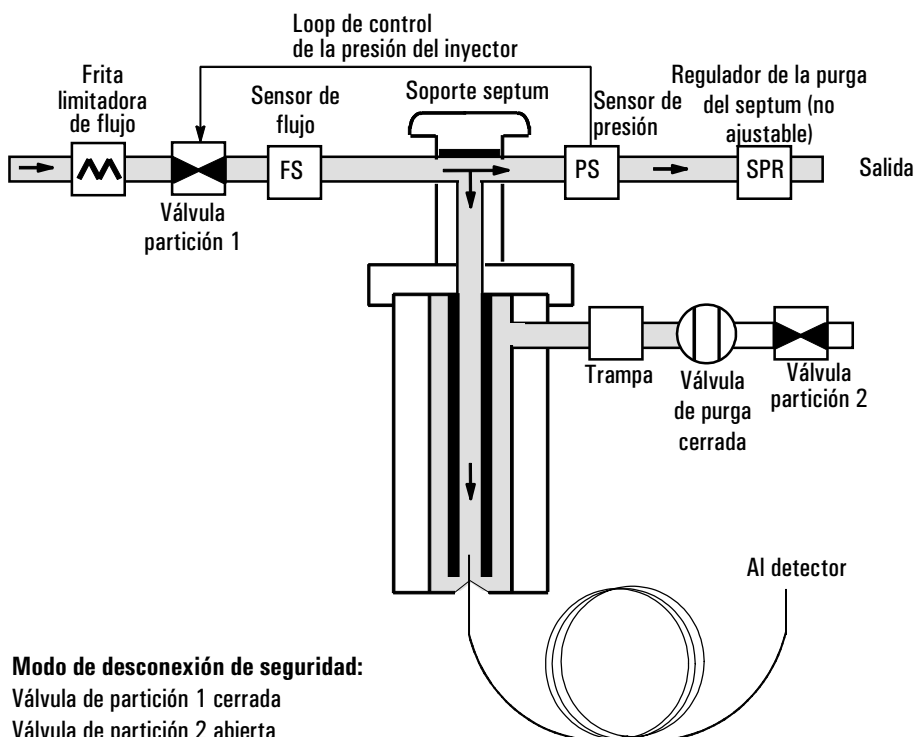


Figura 44 Diagrama de flujo sin división, pre-análisis a tiempo de purga

Tabla de control—funcionamiento sin división

Mode: Modo operativo actual—sin división

Temp Temperaturas del inyector actual y determinada

Pressure Presión del inyector actual y seleccionada en psi, bar, o kPa

Purge time Momento, después del comienzo del análisis, al que se quiera abrir la válvula de purga.

Purge flow Flujo, en ml/min, en la salida de purga, en el tiempo de purga. No se podrá especificar este valor si se está trabajando con *columnas no definidas*.

Total flow La línea del flujo total muestra el flujo actual en el inyector durante un pre-análisis (la luz pre-análisis está encendida pero *no* parpadea) y un análisis antes del tiempo de purga. No se puede introducir un parámetro en estos tiempos. En el resto de los tiempos, el flujo total tendrá el valor seleccionado y el actual.

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Purge time	0.75	
Purge flow	15.0	
Total flow	77.6	
Gas saver	0n	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.00	

Si se está utilizando el ahorrador de gas, fijar el tiempo de ahorro después del tiempo de flujo de purga.

Parámetros de operación

Un proceso de inyección sin división con éxito consiste en los siguientes pasos:

1. Vaporizar la muestra y disolvente en un inyector calentado.
2. Utilizar un flujo y una temperatura de horno bajos para crear una zona saturada de disolvente en la cabeza de la columna.
3. Utilizar esta zona para atrapar y reconcentrar la muestra en la cabeza de la columna.
4. Esperar hasta que toda, o al menos la mayoría, de la muestra se haya transferido a la columna. Después, eliminar el vapor restante del inyector—que es mayoritariamente disolvente—abriendo la válvula de purga. Esto elimina la larga cola de disolvente que el vapor podría causar.
5. Elevar la temperatura del horno para liberar el disolvente y después la muestra de la cabeza de la columna.

Se necesita realizar pruebas para mejorar las condiciones operativas.

La [Tabla 33](#) proporciona los valores iniciales para los parámetros críticos.

Tabla 33 Parámetros del inyector en modo "splitless" (sin división)

Parámetro	Rango permitido	Valor inicial recomendado
Temperatura del horno	No cryo, 24°C a 450°C con refrigeración criogénica CO ₂ , -60°C a 450°C N ₂ cryo, -80°C a 450°C	10°C por debajo del punto de ebullición del disolvente
Tiempo inicial del horno	0 a 999,9 minutos	≥ Tiempo de purga del inyector
Tiempo de purga del inyector	0 a 999,9 minutos	$\frac{\text{Liner volume}}{\text{Column flow}} \times 2$
Tiempo del ahorro de gas	0 a 999,9 minutos	Después del tiempo de purga
Flujo de ahorro de gas	15 a 1000 ml/min	15 ml/min mayor que el flujo máximo en columna

Procedimiento: Utilización del modo "splitless" (sin división) con la columna definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet]
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Splitless.
 - b. Fijar la temperatura del inyector.
 - c. Introducir un tiempo y un flujo de purga.
 - d. Si se desea, activar Gas saver. Asegurarse de que el tiempo se fija *después* del tiempo del flujo de purga.

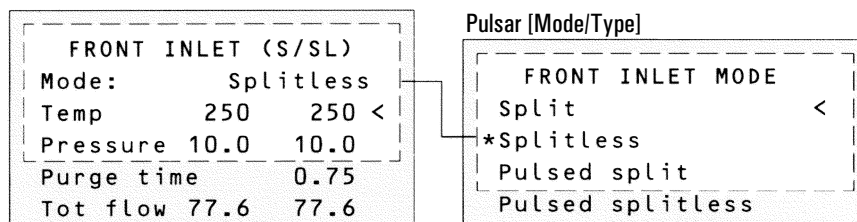
FRONT INLET (S/SL)		Pulsar [Modify/Type]	
Mode:	Splitless	Split	<
Temp	250 250 <	*Splitless	
Pressure	10.0 10.0	Pulsed split	
Purge time	0.75	Pulsed splitless	
Purge flow	15.0		
Total flow	77.6		
Gas saver	On		
Saver flow	20.0		
Saver time	2.00		

Si se está utilizando el sistema de ahorro de gas, fijar el tiempo después del tiempo de flujo de purga.

3. Utilizar la tecla [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar una muestra manualmente.

Procedimiento: Utilización del modo "splitless" (sin división) con una columna no definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet]
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Splitless.
 - b. Fijar la temperatura del inyector.
 - c. Introducir un tiempo de purga.
 - d. Fijar el flujo total de manera que sea superior a la suma del de la columna más el de purga del septum—consultar la página [289](#)—para garantizar un flujo adecuado de la columna.



3. Utilizar la tecla [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar una muestra manualmente.

Modos con y sin división a pulsos

Los modos a pulsos aumentan la presión en el inyector justo antes del comienzo de un análisis y la devuelve al valor normal tras haber transcurrido un tiempo especificado. Los pulsos de presión extraen la muestra del inyector y la introducen en la columna más deprisa, reduciendo la posibilidad de descomposición de la muestra dentro del inyector. Si la cromatografía se degrada por la presión a pulsos, un espacio de retención puede ayudar a recuperar la forma del pico.

Se debe pulsar la tecla [Prep Run] antes de realizar inyecciones manuales en modo de presión a pulsos. Consultar la página [287](#) para más detalles.

Puede programar la presión de la columna y el flujo con el modo de pulsos de presión. Sin embargo, los pulsos de presión tendrán prioridad sobre la presión en columna o la rampa de flujo.

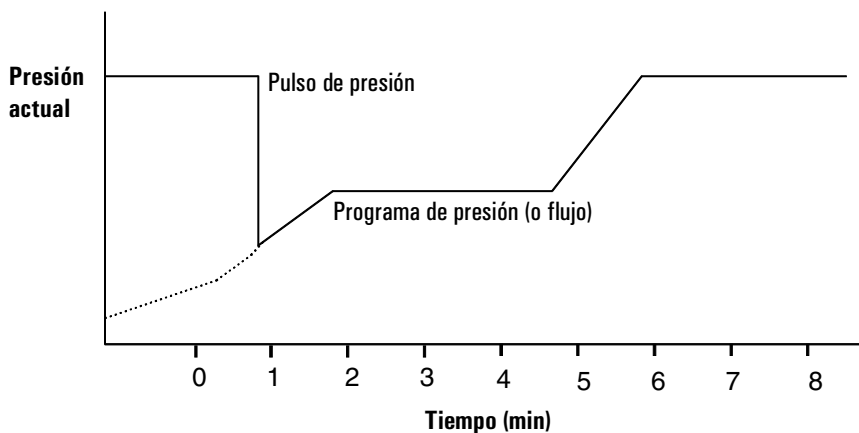


Figura 45 Pulso de presión y presión o flujo en columna

Tabla control; modo "pulsed split" (con división a pulsos)

Mode: Modo operativo actual—división a pulsos

Temp Temperaturas del inyector actual y determinada

Pressure Presión del inyector actual y determinada al comienzo de un análisis, ignorando el efecto de un pulso de presión. Fija el punto de partida de un programa de presión o la presión, si no se está utilizando un programa.

Pulsed pres Presión del inyector deseada al principio de un análisis. La presión se eleva a este punto después de pulsar [Prep Run] y permanece constante hasta transcurrir el tiempo del pulso, después vuelve a la Presión seleccionada.

Pulse time Momento en que la presión vuelve su valor normal.

Split ratio Relación entre el flujo con división y el flujo en columna. Este último se fija en la col. 1 o 2 de la tabla de control; sólo si la columna está definida. Sólo aparece si la columna es definida.

Split flow Flujo, en ml/min, en la salida con división/purga. Sólo aparece si la columna es definida.

Total flow La suma del flujo de división, en columna y de la purga del septum. Si cambia el flujo total, la relación y el flujo de división cambian mientras el flujo y la presión en la columna permanezcan iguales. Cuando se utiliza un pulso de presión, el flujo total aumenta para mantener la relación de "split" constante.

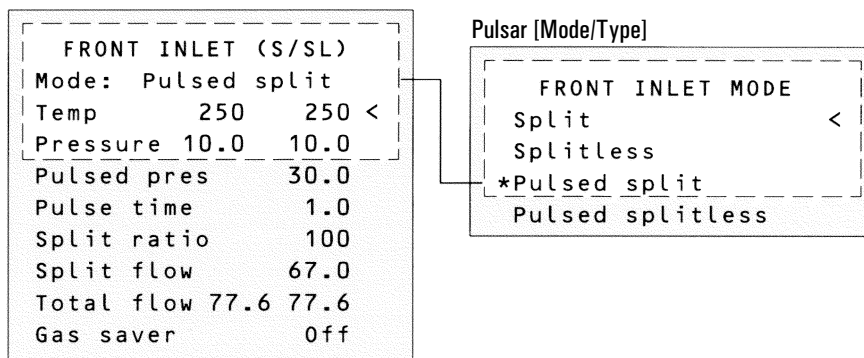
FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Pulsed split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Pulsed pres	30.0	
Pulse time	1.0	
Split ratio	100	
Split flow	67.0	
Tot flow	70.9	
Gas saver	0n	
Saver flow	20.0	
Saver time	3.00	

Parámetros de pulsos de presión

Procedimiento: Utilización del modo con división a pulsos

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet]
 - a. Ir a Mode : y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Pulsed Split.
 - b. Fijar la temperatura del inyector.
 - c. Introducir valores para Pulsed Pres y Pulse time.
 - d. Si se desea una relación de división específica, desplazarse a Split ratio e introducir el valor. El flujo de división se calcula, si la columna es definida.
 - e. Si se desea un flujo de división específico, ir a Split flow e introducir el número. La relación de división se calcula, si la columna es definida.
 - f. Activar Gas saver, si así se desea. Asegurarse de que el tiempo se fija *después* de Pulse time.

Relación de división =
Flujo de división
 Flujo en columna



3. Pulsar la tecla [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar la muestra manualmente.

Tabla de control—funcionamiento sin división a pulsos

Mode: Modo operativo actual—sin división a pulsos

Temp Temperaturas del inyector actual y determinada

Pressure Presión del inyector actual y determinada al comienzo de un análisis, ignorando el efecto de un pulso de presión. Fija el punto de partida de un programa de presión o la presión, si no se está utilizando un programa.

Pulsed pres Presión del inyector deseada al principio de un análisis. La presión se eleva a este punto después de pulsar [Prep Run] y permanece constante hasta transcurrir el tiempo del pulso, después vuelve a la Presión seleccionada.

Pulse time Momento en que la presión vuelve su valor normal.

Purge time Momento, después del comienzo del análisis, al que se quiere abrir la válvula de purga. Fijar el tiempo de purga de 0,1 a 0,5 minutos antes del tiempo del pulso.

Purge flow Flujo, en ml/min, en la salida de purga, en el tiempo de purga. La columna debe ser definida.

Total flow Flujo total en el inyector, representando el total del flujo en columna y el flujo de purga del septum.

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Pulsed splitless
Temp	250 250 <
Pressure	10.0 10.0
Pulsed pres	30.0
Pulse time	1.6
Purge time	1.5
Purge flow	15.0
Total flow	77.6
Gas saver	0n
Saver flow	0.0
Saver time	3.00

Parámetros de pulsos de presión

Parámetros de purga del inyector

Procedimiento: Utilización del modo sin división a pulsos

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet]
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Pulsed Splitless.
 - b. Fijar la temperatura del inyector.
 - c. Introducir valores para Pulsed Pres y Pulse time.
 - d. Introducir el tiempo de purga al que se quiera abrir la válvula de purga. Fijarlo de 0,1 a 0,5 minutos antes del tiempo del pulso.
 - e. Si la columna es definida, introducir un flujo de purga.
 - f. Si la columna está definida, activar Gas saver, si así se desea. Asegurarse de que el tiempo se fija *después* del tiempo del flujo de purga.

FRONT INLET (S/SL)	Pulsar [Mode/Type]
Mode:Pulsed Splitless	FRONT INLET MODE
Temp 250 250 <	Split <
Pressure 10.0 10.0	Splitless
Pulsed pres 30.0	Pulsed split
Pulse time 1.0	*Pulsed splitless
Purge time 0.9	Fijar el tiempo de purga de 0,1 a 0,5 minutos antes del tiempo del pulso de presión.
Purge flow 15.0	Si se está utilizando el sistema de ahorro de gas, fijar el tiempo después del tiempo de flujo de purga.
Total flow 77.6	
Gas saver 0n	
Saver flow 0.0	
Saver time 3.00	

3. Pulsar la tecla [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar la muestra manualmente.

Mantenimiento del inyector "split/splitless"

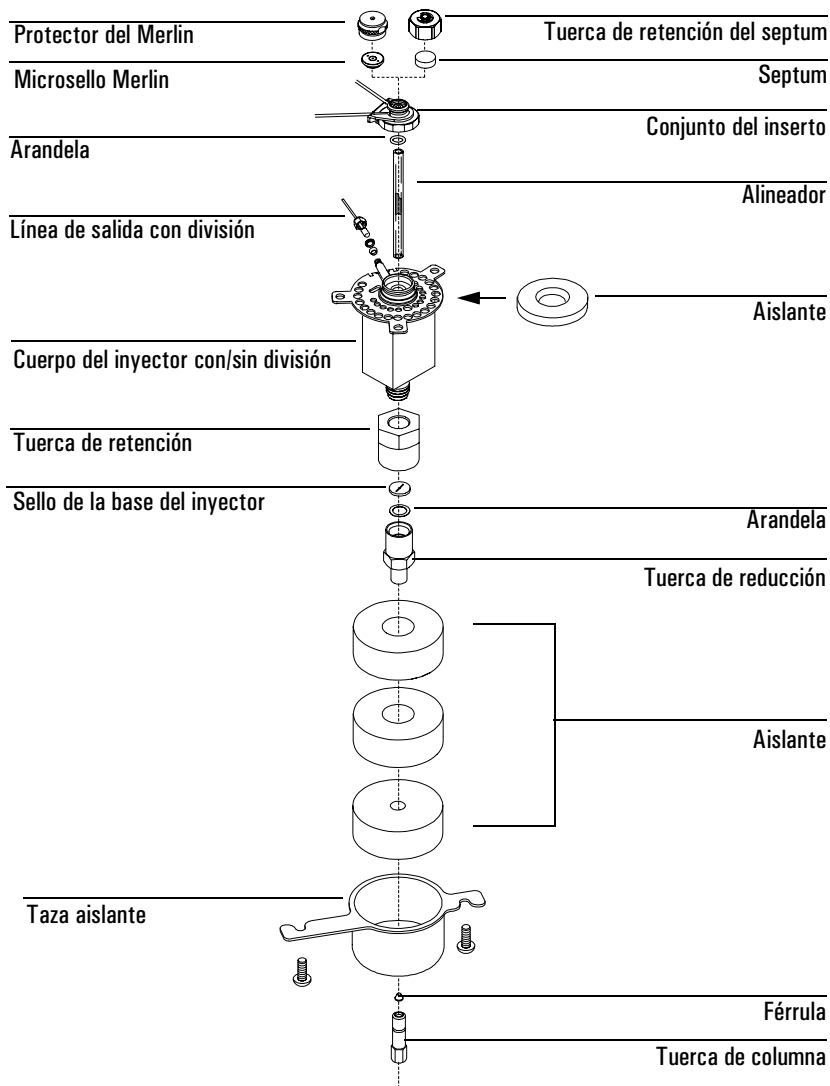


Figura 46 Inyector capilar con/sin división

Cambio de los septa

Si existe una fuga en el septum, se verían síntomas como tiempos de retención mayores o variables, pérdida de respuesta y/o pérdida de presión en la cabeza de la columna. Además, el ruido de la señal aumentará.

La vida útil de los septa depende de la frecuencia de la inyección y de la calidad de la aguja; picos, bordes afilados, superficies ásperas o un extremo desafilado de la aguja disminuyen la vida del septum. Cuando el instrumento se está utilizando constantemente, se recomienda la sustitución a diario del septum.

El tipo de septa a utilizar depende de las necesidades cromatográficas.

Otra opción disponible es el septum Merlin Microseal™ (microsello Merlin), un septum con un sangrado menor y una vida útil más larga cuando se utiliza con el muestreador automático 7683 y las jeringas recomendadas. Se pueden pedir los septa directamente a Agilent Technologies; consultar el Catálogo de accesorios y consumibles de Agilent para obtener información sobre pedidos.

Tabla 34 Septa recomendados para inyectores con/sin división

Descripción	Nº Referencia
Ref. Septum de 11 mm, sangrado bajo, rojo	5181-1263
Septum de 11 mm con orificio parcial, sangrado bajo, rojo	5181-3383
Septum de 11 mm, sangrado bajo, gris	5080-8896
Septum microsello Merlin (30 psi)	5181-8815
Septum de silicona para elevadas temperaturas de 11 mm (350°C y mayores)	5182-0739

AVISO

¡Cuidado! El horno y/o inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras.

Procedimiento: Cambio del septum**Materiales necesarios:**

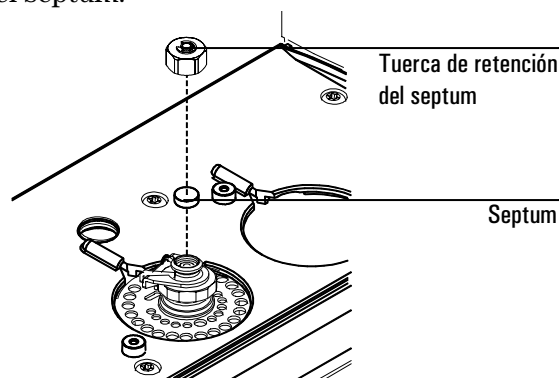
- Guantes (si el inyector está caliente)
- Septum nuevo—consultar los números de referencia en la [Tabla 34](#) de la página [311](#)
- Llave de la tuerca del septum (Ref. 19251-00100)
- Herramienta de plástico o madera con punta afilada, para extraer el septum del inyector
- Lana de acero calidad 0 ó 00 (opcional)
- Pinzas
- Aire o nitrógeno comprimido, filtrado y seco (opcional)

1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
- Apagar el horno y detector.
- Dejar enfriar el horno y el inyector a temperatura ambiente.
- Cerrar la presión del inyector.

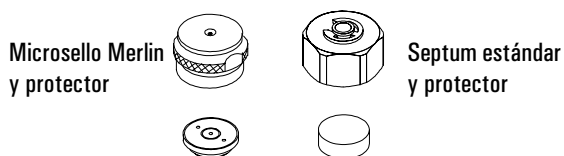
2. Retirar la tuerca de retención del septum o el protector Merlin, utilizando la llave si está caliente o pegada. Retirar el septum o el microsello Merlin antiguo. Si el septum está pegado, utilizar una herramienta afilada para quitarlo. Asegurarse de que se extrae todo. Cuidado no arañar o dañar el interior de la cabeza del septum.

Si el septum está pegado, utilizar la herramienta afilada para quitarlo. Cuidado con no agujerear el metal de alrededor del septum y retirar todos los trozos del septum antiguo

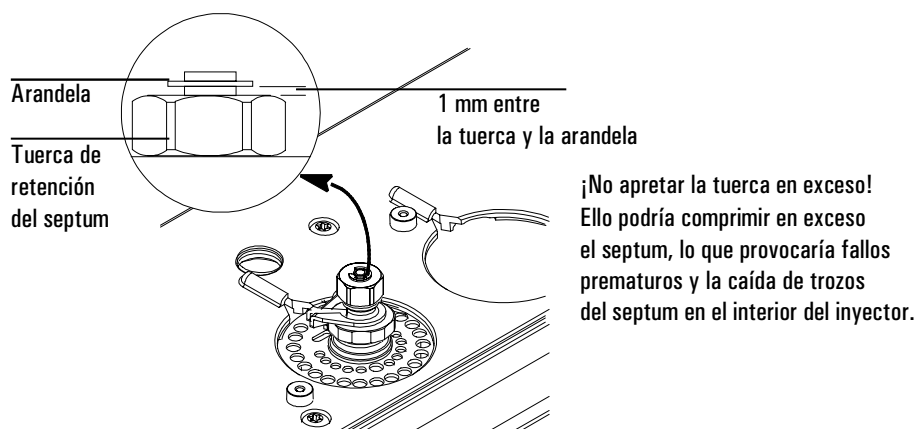


3. Si quedan trozos del septum pegados, utilizar un trozo pequeño de lana de acero y pinzas para quitar los residuos de la tuerca de retención y el soporte del septum. Utilizar aire o nitrógeno comprimido para eliminar todos los trozos de lana de acero y septum.
4. Utilizar las pinzas para insertar un septum nuevo o un microsello Merlin. Presionar con firmeza.

Si se instala un microsello Merlin, instalarlo de manera que el lateral con piezas de metal quede hacia abajo (hacia el horno).



5. Colocar de nuevo la tuerca de retención del septum o el protector del Merlin, apretándolo con la mano. Si se está utilizando la tuerca de retención del septum estándar, la arandela tendrá que colocarse a aproximadamente 1 mm por encima de la tuerca. No sobreapretarla.



6. Restablecer las condiciones operativas normales.

Cambio de la arandela

Es necesario cambiar la arandela cada vez que se cambie el alineador o cuando esté desgastada y genere fugas en el inyector. Para determinar si la arandela tiene fugas, ejecutar el test de fugas para el inyector con/sin división.

Las arandelas contienen elementos plásticos que les confieren elasticidad. La arandela sella la parte superior, la base del inyector y el alineador. A temperaturas elevadas, los elementos plásticos se calientan y las arandelas se endurecen, perdiendo su capacidad de sellado.

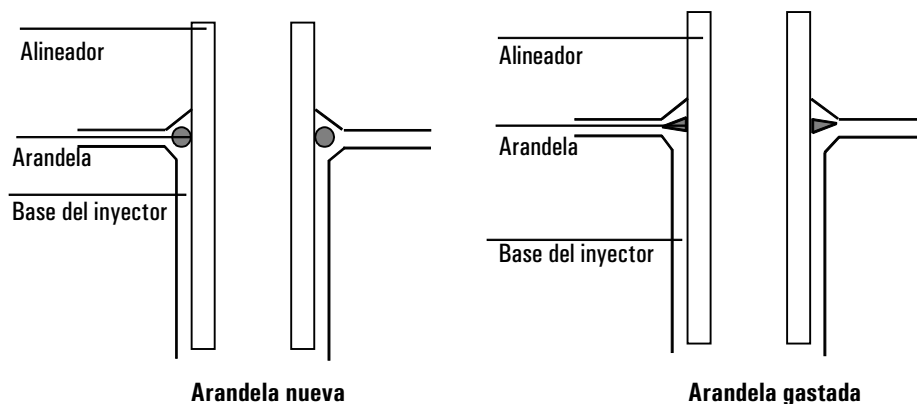


Figura 47 Sección transversal del inyector, alineador y arandela

Si se trabaja regularmente con el inyector a temperaturas elevadas, se pueden utilizar arandelas de grafito. A pesar de tener una vida mayor, también pueden perder su capacidad de sellado eventualmente. Consultar la tabla para asegurarse de que se está utilizando la arandela adecuada en el inyector.

Tabla 35 Arandelas para el inyector con/sin división

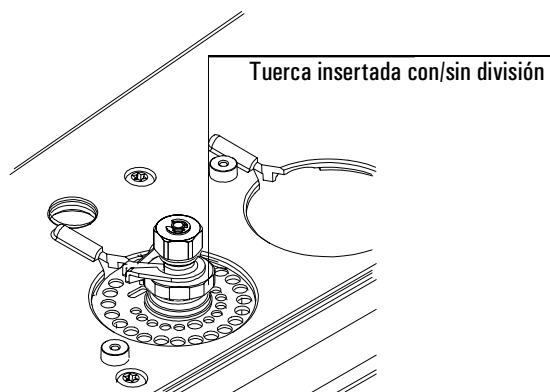
Descripción	Nº Referencia
Arandela Viton para temperaturas de hasta 350°C	5181-4182
Arandela de grafito para el alineador con división (temperaturas por encima de 350°C)	5180-4168
Arandela de grafito para el alineador sin división (temperaturas por encima de 350°C)	5180-4173

AVISO

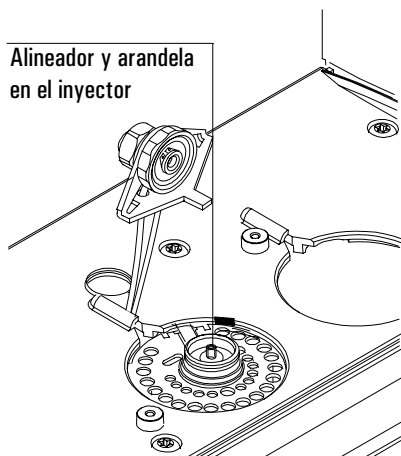
¡Cuidado! El horno y/o inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras. Si el inyector está caliente, utilizar guantes para protegerse las manos.

Procedimiento: Cambio de la arandela**Materiales necesarios:**

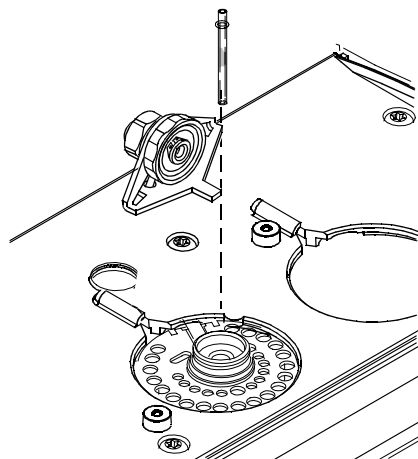
- Guantes (si el inyector está caliente)
 - Arandela nueva—consultar la [Tabla 35](#) en la página [314](#)
 - Llave de la tuerca del septum (Ref. 19251-00100)
 - Pinzas
1. Antes de iniciar el procedimiento:
 - Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
 - Apagar el horno y detector.
 - Dejar enfriar el horno y el inyector a temperatura ambiente.
 - Cerrar la presión del inyector.
 2. Localizar la tuerca insertada con/sin división y aflojarla utilizando una llave si fuera necesario. Levantarla para evitar que el alineador se astille o se rompa.



3. Debería visualizarse la parte superior del alineador con la arandela alrededor. Utilizar unas pinzas para sujetar el alineador y tirar de él hacia fuera.



4. Retirar la arandela vieja y colocar la nueva en el alineador.
5. Utilizar las pinzas para colocar de nuevo el alineador en el inyector. Insertar de nuevo y apretarla con la llave hasta ajustarla.



6. Restablecer las condiciones operativas normales del GC.

Cambio del sello de la base del inyector

Se debe sustituir el sello de la base del inyector siempre que se afloje o retire la tuerca de reducción. Otros síntomas cromatográficos indicativos de la necesidad de sustituir el sello de la base del inyector son los picos fantasma.

Existen tres tipos de sellos de la base del inyector disponibles:

- Sello lamino de oro, (Ref. 18740-20885)
- Sello laminado-oro, transversal, (Ref. 5182-9652)
- Sello de acero inoxidable, (Ref. 18740-20880)

Como el sello de la base del inyector se cambia desde el interior del horno, habrá que retirar la columna. Para familiarizarse con la instalación y retirada de la columna, véase ["Columnas y trampas"](#).

AVISO

¡Cuidado! El horno y/o inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras.

Procedimiento: Cambio del sello de la base del inyector

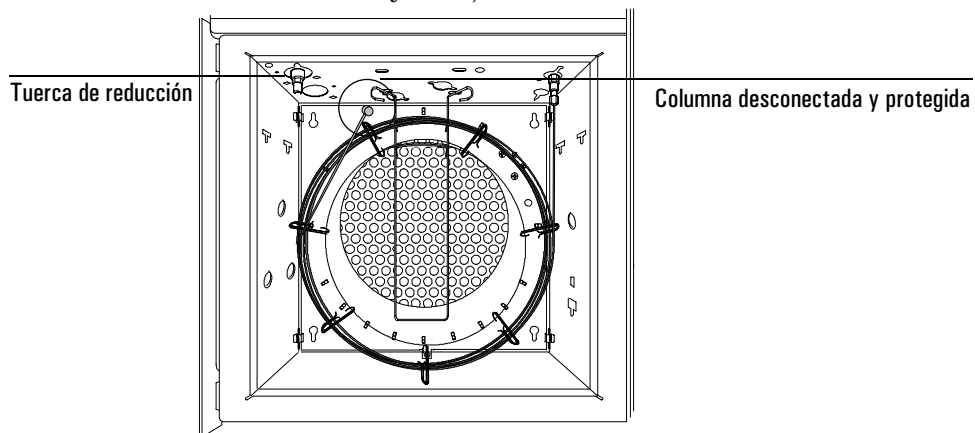
Materiales necesarios:

- Guantes limpios, que no sean de nylon (para utilizar al manipular el sello)
- Sello nuevo (consultar la lista de números de referencia)
- Arandela nueva (Ref. 5061-5869)
- Llave inglesa de 1/4" (para la columna)
- Llave inglesa de 1/2"

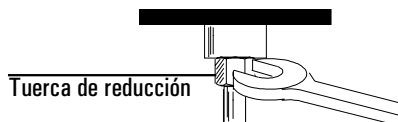
1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
- Apagar el horno y detector.
- Dejar enfriar el horno y el inyector a temperatura ambiente.
- Cerrar la presión del inyector.

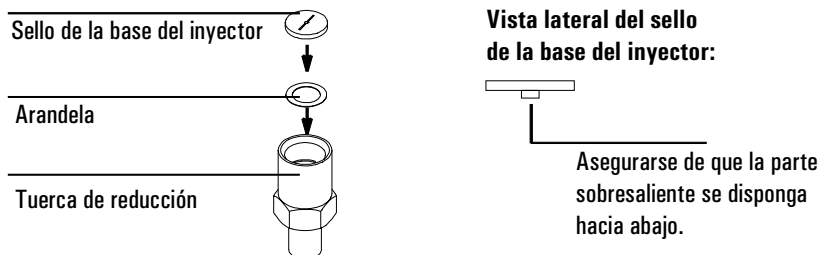
2. Retirar la columna del inyector. Tapar el extremo abierto de la columna para prevenir la contaminación. Si hay instalado un protector de aislamiento alrededor de la base del inyector, retirarlo.



3. Aflojar la tuerca de reducción con la llave inglesa de 1/2" y retirarla. La arandela y el sello están dentro de la tuerca de reducción. Retíralos. Probablemente se necesitará cambiar también la arandela cuando se cambie el sello del inyector.



- Utilizar los guantes para no contaminar el sello de la base del inyector y la arandela. Colocar la arandela en la tuerca de reducción. Colocar el nuevo sello de la base de inyector en la parte superior del mismo.



- Colocar de nuevo la tuerca de reducción. Apretarla con la llave inglesa de 1/2". Colocar de nuevo la columna y el protector de aislamiento. Después de que se haya instalado la columna se pueden restablecer las condiciones operativas normales.

Cambio del cartucho de filtro de la trampa de la salida de división

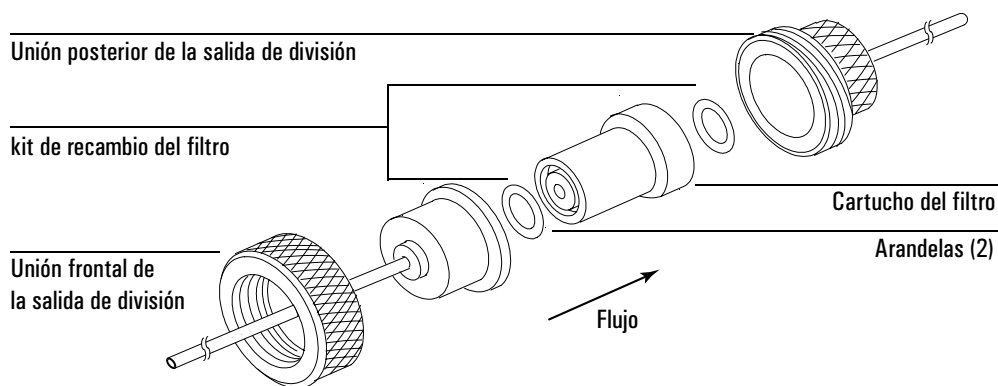
AVISO

Apagar el horno y el calentador del inyector que utilice la trampa de la salida de división y dejarlos enfriar. Apagar la presión de suministro de gas portador.

La trampa de la salida de división puede contener cantidades residuales de las muestras u otros productos químicos que se hayan analizado en el GC. Seguir los procedimientos de seguridad apropiados para el manejo de este tipo de sustancias mientras se cambia el cartucho de filtro de la trampa.

- Apagar el inyector y el horno y dejarlos enfriar.
- Fijar todos los flujos del GC a cero.
- Retirar la cubierta de la neumática.

- Levantar la trampa del filtro del soporte de montaje y desatornillarlo.



- Retirar el cartucho del filtro antiguo y las arandelas y ponerlos nuevos.
- Colocar la trampa de nuevo.
- Revisar las fugas.

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Cualquier fuga de las conexiones de gas afecta en exceso a los resultados cromatográficos. El procedimiento siguiente comprueba el sistema de flujo pero no incluye la cámara del inyector. Si se comprueba que esta parte del sistema no tiene fugas, seguir el siguiente procedimiento para revisar el inyector y la cámara.

No se recomiendan los detectores de fugas de líquidos, especialmente en áreas donde la limpieza es muy importante.

Si se usa un fluido para la detección de fugas, aclarar inmediatamente el fluido para eliminar la capa jabonosa.

AVISO

Para evitar los peligros potenciales de descarga eléctrica cuando se utilice el fluido de detección, apagar el GC y desconectar el cable de corriente principal. Tener cuidado de no derramar la disolución de fugas sobre los cables eléctricos, especialmente sobre los del calentador del detector.

Materiales necesarios:

- Detector electrónico de fugas con capacidad para detectar el tipo de gas o líquido de detección de fugas. Si se está utilizando un fluido de detección, eliminar el exceso cuando se haya completado el test.
 - Dos llaves inglesas de 7/16"
1. Utilizando el detector de fugas, revisar todas las conexiones.
 2. Corregir las fugas apretando las conexiones. Realizar de nuevo el test; continuar apretando hasta que todas ninguna conexión tenga fugas.

Procedimiento: Test de fugas para un inyector con/sin división con control EPC

Muchas partes del inyector pueden ser fuente de fugas. Este procedimiento permite determinar, en general, si hay una fuga inaceptable en el inyector. Si así fuera, debe utilizarse un detector de fugas electrónico para indicar el componente que presenta fugas.

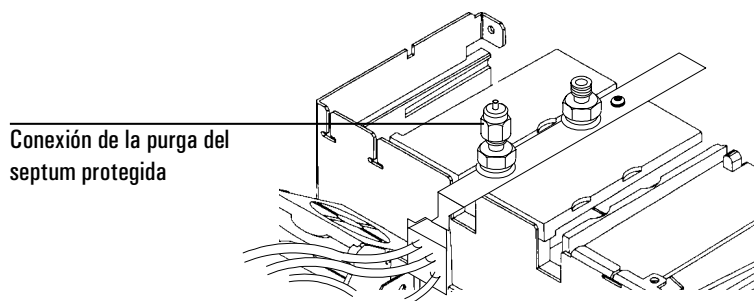
AVISO

¡Cuidado! El horno y/o inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras.

Materiales necesarios:

- Férrula maciza
 - Llave inglesa de 7/16"
 - Guantes (si el inyector está caliente)
 - Llave de la tuerca del septum (Ref. 19251-00100)
 - Llave inglesa de 9/16"
 - Protector SWAGELOK de 1/8"
 - Flujómetro
1. Antes de iniciar el procedimiento:
 - Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
 - Apagar el horno.
 - Dejar enfriar el horno y el inyector a temperatura ambiente.

- Cerrar la presión del inyector.
 - Retirar la columna, si está instalada, y cerrar la conexión de la columna con la tuerca y una férula maciza.
 - Retirar el septum antiguo y cambiarlo por uno nuevo. Consultar las instrucciones en ["Cambio de los septa"](#).
 - Revisar la arandela y cambiarla si está dura y quebrada o rajada. Consultar las instrucciones en ["Cambio de la arandela"](#).
2. Tapar la conexión de purga del septum con un protector SWAGELOK de 1/8".



3. Fijar el horno a la temperatura operativa normal.
4. Configurar la columna a longitud 0.
5. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] para abrir la tabla de control del inyector.
- Fijar el inyector a la temperatura operativa normal.
 - Introducir un valor de presión de 25 psi o la presión operativa normal si es superior. Asegurarse de que la presión de suministro de gas es por lo menos 10 psi superior a la presión del inyector.
 - Fijar el flujo total a 60 ml/min.
 - Fijar el inyector en modo con división (split).

Esperar a que la presión y el flujo se equilibren. Si la presión no se pudiera alcanzar, la razón puede ser la presencia de una fuga grande o la presión de suministro demasiado baja.

6. Cerrar la presión o el flujo. Como las conexiones de la purga del septum y de la columna están tapadas, el gas debe ser atrapado en el sistema y la presión debe mantenerse constante.
7. Controlar la presión durante 10 minutos. Una caída de la presión menor de 0,5 psig (0,05 psi/min o menos) es aceptable.

Si la presión desciende a una velocidad muy superior a la aceptable, ver ["Procedimiento: Corrección de fugas"](#).

Procedimiento: Test de fugas en un inyector con/sin división sin control EPC

Muchas partes del inyector pueden ser fuente de fugas. Este procedimiento permite determinar, en general, si hay una fuga inaceptable en el inyector. Si así fuera, debe utilizarse un detector de fugas electrónico para indicar el componente que presenta fugas.

AVISO

¡Cuidado! El horno y/o inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras.

Materiales necesarios:

- Férrula maciza
 - Llave inglesa de 7/16"
 - Guantes (si el inyector está caliente)
 - Llave de la tuerca del septum (Ref. 19251-00100)
 - Llave inglesa de 9/16"
 - Protector SWAGELOK de 1/8"
 - Flujómetro
1. Antes de iniciar el procedimiento:
 - Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
 - Dejar enfriar el horno a temperatura ambiente y después apagarla.
 - Cuando el horno esté frío, cerrar la presión del inyector.

- Retirar la columna, si está instalada, y cerrar la conexión de la columna con la tuerca y una férula maciza.
 - Retirar el septum antiguo y cambiarlo por uno nuevo. Para obtener instrucciones sobre el cambio de los septa, consultar la página [311](#).
 - Revisar la arandela y cambiarla si está dura y quebrada o rajada. Consultar las instrucciones en la página [314](#).
2. Tapar la salida de purga con un protector SWAGELOK de 1/8".
 3. Fijar el horno a la temperatura operativa normal.
 4. Fijar el inyector a la temperatura operativa normal. Asegurarse de que la presión en el suministro inicial del gas es por lo menos de 35 psi.
 5. Fijar la presión de inyector a 25 psi o a la presión operativa normal si es superior. Fijar el flujo con división a 60 ml/min. Esperar a que se equilibren la presión y el flujo. Si el sistema no puede alcanzar el valor determinado de presión puede ser porque exista una fuga grande o porque la presión de suministro sea demasiado baja.
 6. Comprobar que el flujo con división está apagado utilizando un flujómetro de burbuja.
 7. Apagar el flujo del inyector cerrando el gas portador a nivel del controlador de flujo. Después, ajustar el regulador retropresión, media vuelta adicional en el sentido de las agujas del reloj.

Observar la presión de la columna durante 10 minutos aproximadamente. Si la presión la caída de la presión en menor de 0,5 psig (0,5 psi/min o menos), el inyector se puede considerar libre de fugas.

Si la presión cae más rápido que la velocidad aceptable, consultar la sección "Corrección de fugas".

Procedimiento: Corrección de fugas

Materiales necesarios:

- Detector electrónico de fugas
 - Herramientas para apretar las conexiones
1. Comprobar todas las áreas potenciales de fugas del detector con el detector electrónico de fugas. Estas áreas de son:
 - La válvula de purga tapada
 - La conexión de la columna tapada
 - El septum y/o tuerca del septum
 - El área donde se conectan las líneas de gas al inyector—la arandela, la tuerca de la arandela y el sello de la base del inyector.
 2. Corregir las fugas utilizando una llave de tamaño adecuado para apretar las conexiones. Puede ser necesario repetir el test de fugas.

Si la caída de presión fuera de 0.03 psi/min o menor, se puede considerar que el sistema del inyector no tiene fugas. Si la presión cae más rápido de lo aceptable, seguir buscando fugas y repetir el test de presión.

Si las conexiones parecen no tener fugas pero el sistema inyector continúa perdiendo mucha presión, puede ser necesaria la sustitución de la cámara del inyector. Contactar con Agilent.

Procedimiento: Limpieza del inyector

Es improbable que el inyector requiera frecuentemente todo el proceso de limpieza que este procedimiento presenta; sin embargo, se pueden generar, ocasionalmente, depósitos de muestras inyectadas. Antes de llevar a cabo la limpieza del inyector, cambiar los alineadores sucios por otros nuevos. Si el cambio no soluciona los problemas, entonces habrá que realizar la limpieza del inyector.

Materiales necesarios:

- Cepillos de limpieza—El kit de limpieza del FID contiene los cepillos apropiados (Ref. 9301-0985)
 - Disolvente para limpiar los depósitos del inyector
 - Aire o nitrógeno comprimido, filtrado y seco
1. Antes de iniciar el procedimiento:
 - Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
 - Apagar las zonas calientes—esperar a que se enfríen.
 - Cerrar todos los suministros de gas de los flujos del inyector.
 - Apagar el GC y desenchufarlo.
 - Retirar el alineador del inyector.
 - Retirar el adaptador de la columna. Ver ["Columnas y trampas"](#).
 - Retirar el sello de la base del inyector. Consultar las instrucciones en la página [317](#).
 2. Iluminar el interior del inyector desde abajo y buscar signos de contaminación o depósitos. Introducir el cepillo en el inyector. Cepillar bien las paredes interiores del inyector para eliminar todos los depósitos.
 3. Eliminar, soplando, todas las partículas sueltas y secarlo bien con aire o nitrógeno comprimido antes de volver a montarlo.
 4. Ensamblar de nuevo el inyector. Utilizar un sello de la base del inyector nuevo. Restablecer las condiciones operativas normales.
-

15 Inyector de empaquetadas con purga

Utilización del inyector de empaquetadas con purga

Alineadores e insertos

Procedimiento: Instalación de los alineadores

Procedimiento: Instalación de insertos de vidrio

Tabla de control

Columnas empaquetadas o no definidas

Columnas capilares definidas

Procedimiento: Utilización de columnas empaquetadas y capilares no definidas

Procedimiento: Utilización de columnas capilares definidas

Mantenimiento del inyector de empaquetadas con purga

Procedimiento: Cambio de los septa

Procedimiento: Cambio de la arandela

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Procedimiento: Test de fugas de un inyector de empaquetadas con purga con control EPC

Procedimiento: Test de fugas de un inyector de empaquetadas con purga sin control EPC

Procedimiento: Corrección de fugas

Procedimiento: Limpieza del inyector

Inyector de empaquetadas con purga

Utilización del inyector de empaquetadas con purga

Este inyector se utiliza con columnas empaquetadas cuando no se requieren separaciones de alta eficacia. También se puede utilizar con columnas capilares de diámetro ancho que acepten flujos superiores a 10 ml/min.

Si se utiliza una columna capilar definida, el inyector tendrá controlada la presión. Si la columna no es definida (empaquetadas y capilares no definida), el inyector tendrá controlado en flujo.

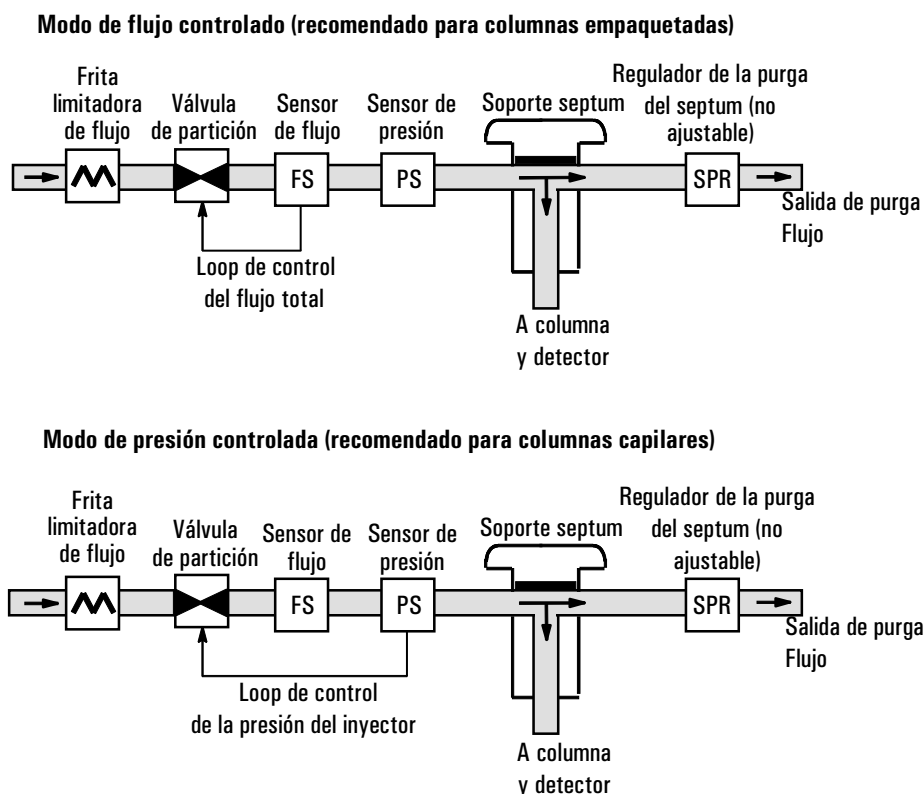


Figura 48 Inyector de columnas empaquetadas con control electrónico de la neumática

Alineadores e insertos

Alineadores. Su elección depende del tipo de columna que se esté utilizando. Los alineadores se pueden utilizar con columnas capilares de diámetro ancho, empaquetadas de 1/4" o con empaquetadas de 1/8". El alineador funciona como un adaptador para conectar las columnas al inyector. Las instrucciones de instalación están en la página [331](#).

Insertos. Los insertos de vidrio se utilizan generalmente con alineadores de metal para reducir la reactividad y atrapar los residuos no volátiles. Se utilizan siempre con columnas capilares. Los insertos se instalan desde la parte superior del inyector y se deben instalar antes que la columna. Las instrucciones de instalación están en la página [332](#).

El inyector de empaquetadas con purga se entrega con un alineador y un inserto para columnas capilares; ver la [Tabla 36](#). Observar que las columnas capilares de calibre estrecho no se recomiendan para utilizar con este inyector. Si se están utilizando columnas empaquetadas, consultar la [Tabla 37](#).

Tabla 36 Alineador e inserto para columnas capilares de calibre ancho

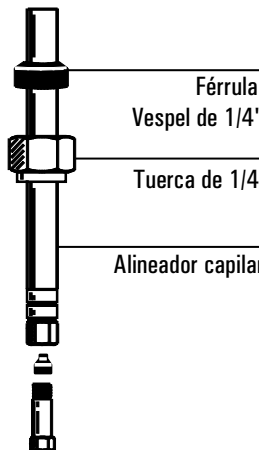

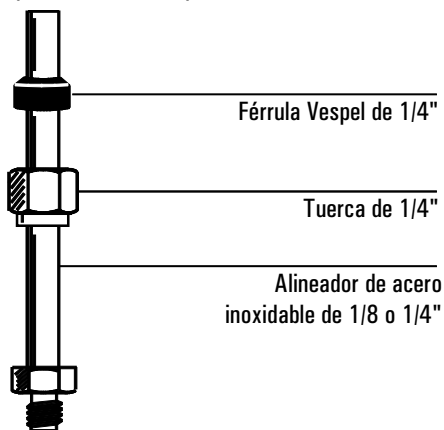
Columna	Alineador	Inserto
530 μm o 320 μm	19244-80540	5080-8732 o 5181-3382 (desactivado)
		

Tabla 37 Alineador e inserto para columnas empaquetadas

Columna	Alineador	Inserto
Metálica de 1/8"	<i>Acero inoxidable de 1/8"</i> 19243-80510	Ninguno
	19243-80530	5080-8732 o 5181-3382*
Metálica de 1/4"	<i>Acero inoxidable de 1/4"</i> 19243-80520	Ninguno
	19243-80540	5080-8732 o 5181-3382*
De vidrio de 1/4"	No se requiere alineador. El extremo de la columna funciona como un alineador. Se puede utilizar incluso un alineador metálico de 1/4".	No aplicable

*Desactivado

**Alineador de 1/4" o 1/8"
(Acero inoxidable)**



Inserto



Procedimiento: Instalación de los alineadores

Utilizar las siguientes instrucciones para llevar a cabo la instalación de cualquier tipo de alineador. Se recomiendan férulas Vespel de grafito porque las de metal tienden a bloquear permanentemente el alineador. Si se produce una fuga cuando se están utilizando las férulas de metal, habrá que cambiar el alineador entero.

Materiales necesarios:

- Alineador, tuerca de latón y férula (ver la [Tabla 36](#) o la [Tabla 37](#))
 - Trapo sin pelusas
 - Metanol
 - Llave inglesa de 9/16"
1. Pulsar [Oven] y fijar el horno a 35°C. Cuando la temperatura alcance su valor seleccionado, apagar el horno. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] y apagar la temperatura y la presión o flujo.

AVISO

¡Cuidado! Las conexiones del horno y el inyector pueden causar quemaduras.

2. Limpiar los extremos del alineador con un trapo sin pelusas para eliminar la contaminación y las huellas. Utilizar metanol como disolvente.
3. Colocar una tuerca de latón y una férula Vespel de grafito en el alineador.
4. Abrir la puerta del horno y localizar la base del inyector. Introducir el alineador en la base del inyector lo máximo posible.
5. Sujetar el alineador en esta posición y apretar la tuerca con la mano.
6. Utilizar una llave para apretar la tuerca 1/4 de vuelta adicional.
7. Instalar la columna.
8. Establecer un flujo de gas portador en el inyector y calentar el horno y el inyector a la temperatura operativa. Dejar que se enfríen y apretar de nuevo las conexiones.

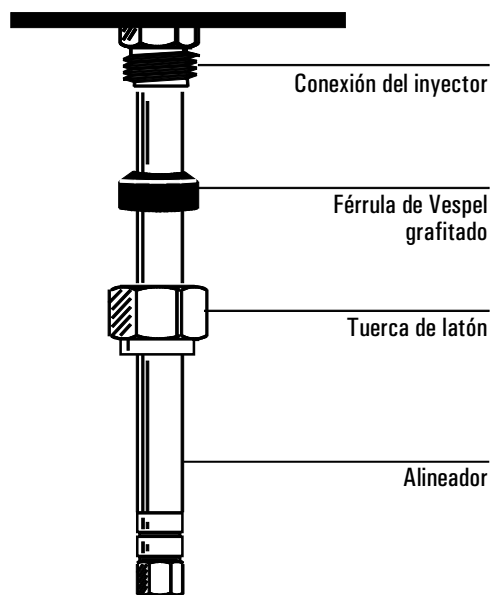


Figura 49 Instalación de alineadores

Procedimiento: Instalación de insertos de vidrio

Materiales necesarios:

- Inserto (ver la [Tabla 36](#) o la [Tabla 37](#))
- Pinzas
- Extremos

1. Pulsar [Oven] y fijar el horno a 35°C. Cuando la temperatura alcance su valor seleccionado, apagar el horno. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] y apagar la temperatura y la presión o flujo.

AVISO

¡Cuidado! Las conexiones del inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para causar quemaduras.

2. Retirar la tuerca rizada de la parte superior del inyector.
3. Retirar cuidadosamente el inserto antiguo. Un alambre pequeño (como un clip) puede servir de ayuda para extraer el inserto del inyector.

4. Utilizando las pinzas o una herramienta similar, sujetar la parte superior del inyector e instalarlo en el inyector con el extremo amplio hacia arriba.
5. Si se ha instalado una columna capilar y el inserto no se ajusta correctamente, se debe retirar la columna capilar, instalar el inserto y volver a colocar la columna.
6. Colocar de nuevo la tuerca rizada y apretarla con la mano.

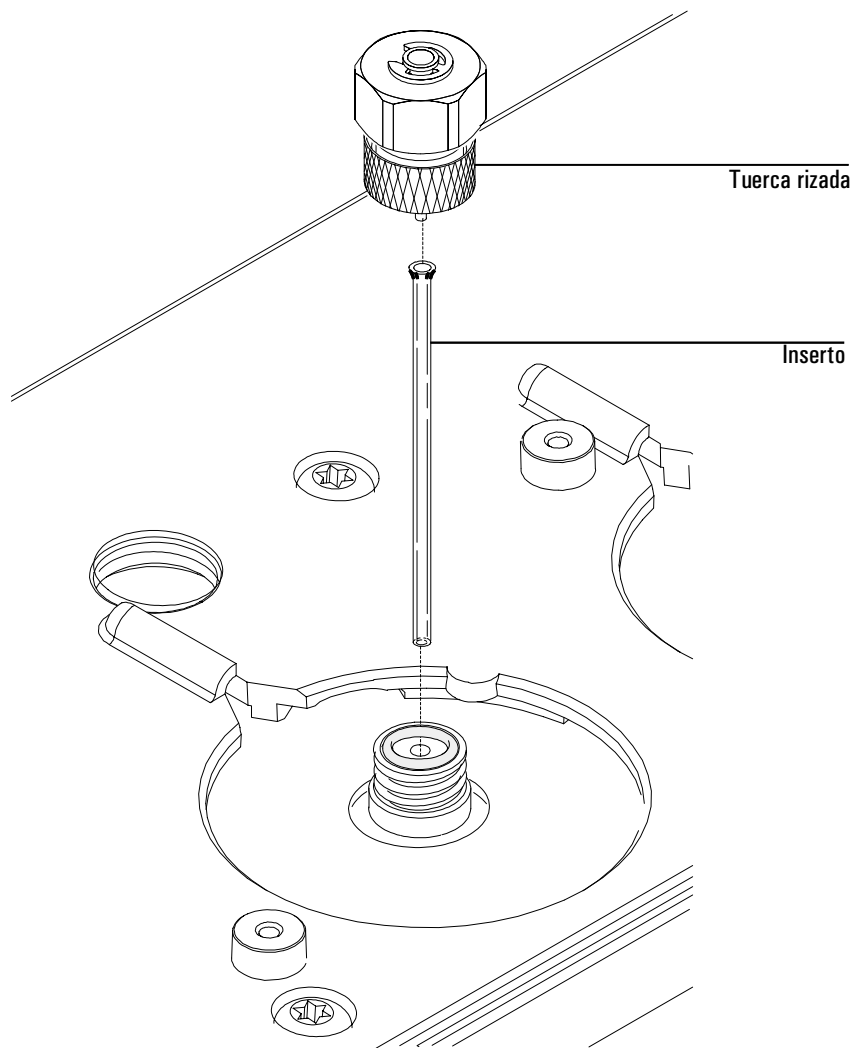


Figura 50 Instalación de un inserto de vidrio en un inyector de empaquetadas con purga

Tabla de control

Columnas empaquetadas o no definidas

(El inyector)

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure		0.0
Tot flow	0.0	Off

(La columna)

COLUMN 1 (He)		
Dimensions unknown		
Pressure		0.0
Flow	0.0	Off
Mode: Constant flow		

Temp Valores del parámetro y la temperatura actual.

Pressure Presión actual (en psi, bar, o kPa) suministrada al inyector.
No se puede introducir un valor.

Tot flow Introducir el valor, se muestra el valor actual. El inyector es de flujo de masa controlado.

Columnas capilares definidas

(columna definida)

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure	0.0	Off
Tot flow		0.0

Temp Valores del parámetro y la temperatura actual

Pressure El inyector tiene la presión controlada. Introducir el valor seleccionado (en psi, bar, o kPa), se muestra el valor actual.

Tot flow Flujo total actual del inyector. Es un valor registrado, no un parámetro.

Procedimiento: Utilización de columnas empaquetadas y capilares no definidas

Si la columna es no definida, sólo están disponibles los modos de flujo controlado.

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver [“Control del flujo y la presión”](#).
2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] e introducir una temperatura. (El flujo en la columna se fijó en el paso 4).

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure		0.0
Tot flow	0.0	Off

3. Inyectar una muestra.

Fijar el flujo en columna desde la tabla de la columna. El flujo total que aparece en la tabla del inyector es la suma del flujo en columna y el flujo de la purga del septum.

Procedimiento: Utilización de columnas capilares definidas

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver [“Control del flujo y la presión”](#).
2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] e introducir una temperatura.

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure	0.0	Off
Tot flow		Off

3. Inyectar la muestra.

Mantenimiento del inyector de empaquetadas con purga

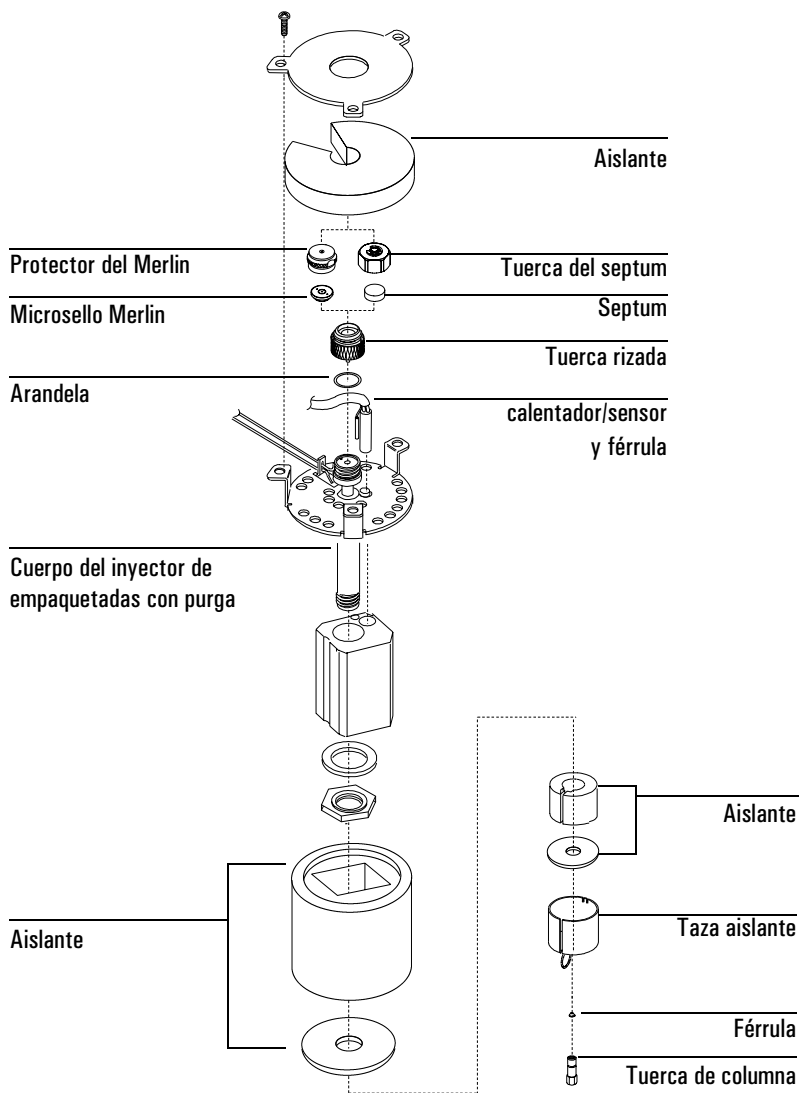


Figura 51 Inyector de empaquetadas con purga

Procedimiento: Cambio de los septa

Si existe una fuga en el septum, se observan síntomas como tiempos de retención mayores o variables, pérdida de respuesta y/o pérdida de presión en la cabeza de la columna. Además, el ruido de la señal aumenta en exceso.

La vida útil de los septa depende de la frecuencia de la inyección y la calidad de la aguja; picos, bordes afilados, superficies ásperas o un extremo desafilado de la aguja disminuyen la vida del septum. Cuando el instrumento se utiliza con regularidad, se recomienda la sustitución diaria del septum.

El tipo de septa a utilizar depende de las necesidades cromatográficas. Otra opción posible es el septum “Merlin Microseal”, que proporciona un sangrado bajo y una larga vida útil cuando se utiliza con el muestreador automático de líquidos 7683 y las jeringas recomendadas. Los septa se pueden pedir directamente a Agilent Technologies; para más información sobre pedidos, consultar el Catálogo de accesorios y consumibles de Agilent.

Tabla 38 Septa recomendados para el inyector de empaquetadas con purga

Descripción	Nº Referencia
Ref. Septum de 11 mm, sangrado bajo, rojo	5181-1263
Septum de 11 mm con orificio parcial, sangrado bajo, rojo	5181-3383
Septum de 11 mm, sangrado bajo, gris	5080-8896
Septum microsello Merlin (30 psi)	5181-8815
Septum de silicona para elevadas temperaturas de 11 mm (350°C y superior)	5182-0739

AVISO ¡Cuidado! El horno y/o inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras.

Precaución Debe interrumpirse el flujo en columna cuando se cambian los septa; dado que se pueden dañar las columnas a temperaturas elevadas sin flujo de gas portador, dejar enfriar el horno a temperatura ambiente antes de realizar el procedimiento.

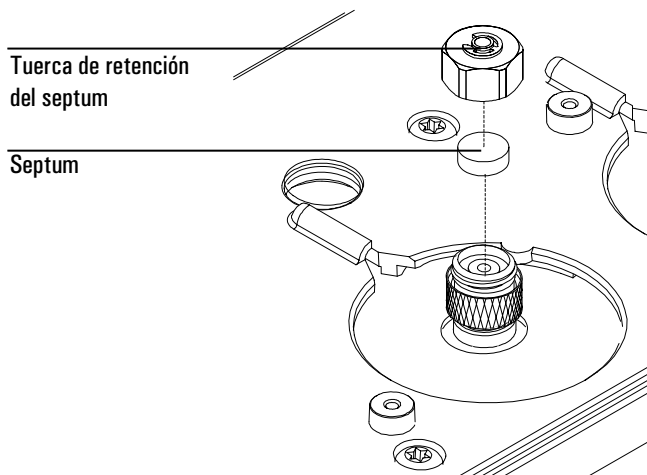
Materiales necesarios:

- Guantes (si el inyector está caliente)
- Septum nuevo—ver los números de referencia en la [Tabla 38](#)
- Llave de la tuerca del septum (Ref. 19251-00100)
- Herramienta de plástico o madera con punta afilada, para extraer el septum del inyector
- Lana de acero calidad 0 ó 00 (opcional)
- Pinzas
- Aire o nitrógeno comprimido, filtrado y seco (opcional)

1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
- Apagar el horno y dejar enfriar a temperatura ambiente.
- Apagar el detector.
- Dejar enfriar el horno y el inyector a temperatura ambiente.
- Cerrar la presión del inyector.

- Si el inyector está caliente, utilizar guantes para protegerse las manos contra las quemaduras. Retirar la tuerca de retención del septum o el protector del Merlin, utilizando la llave inglesa para aflojar o retirar la tuerca si está caliente o pegada. Retirar el septum o el microsello Merlin antiguo.

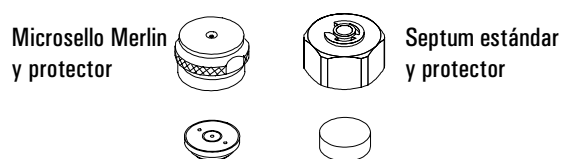


Si el septum está pegado, utilizar la herramienta afilada para quitarlo. Cuidado con no agujerear el metal de alrededor del septum y retirar todos los trozos del septum antiguo.

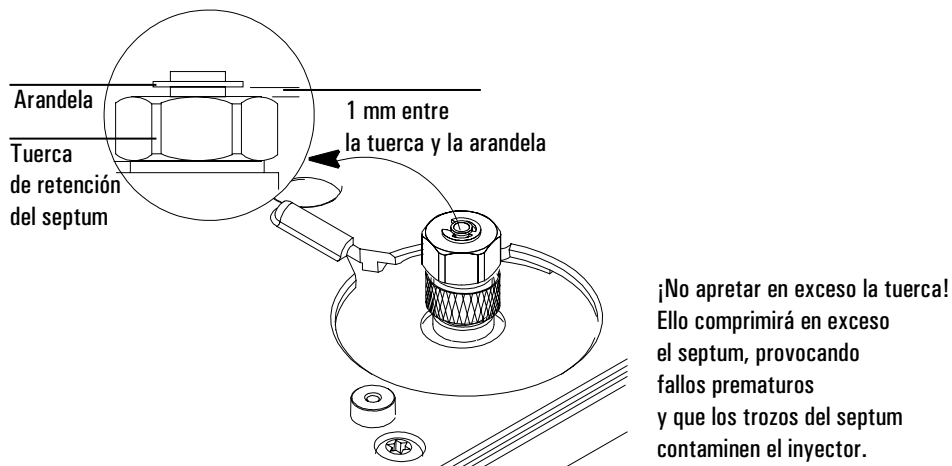
- Si las piezas del septum están pegadas, utilizar un trozo de lana de acero pequeño y las pinzas para quitar los residuos de la tuerca de retención y el soporte del septum. Utilizar aire o nitrógeno comprimido para eliminar todas las trozos de lana de acero y septum.

Utilizar las tenacillas para insertar un septum nuevo o un microsello Merlin. Presionar con firmeza.

- Si se instala un microsello Merlin, instalarlo de manera que el lateral con piezas de metal quede hacia abajo (hacia el horno).



5. Colocar de nuevo la tuerca de retención del septum o el protector del Merlin.
 - Si se utiliza la tuerca de retención de septum estándar, apretarla hasta que la arandela quede a 1 mm aproximadamente por encima de la tuerca. No sobreapretar.
 - Si se utiliza un protector del Merlin, apretarlo con la mano hasta ajustarlo



6. Restablecer las condiciones operativas normales.

Procedimiento: Cambio de la arandela

Es necesario cambiar periódicamente la arandela ya que se desgasta con facilidad y se convierte en una fuente de fugas en el inyector. Para determinar si la arandela tiene fugas, realizar el test de fugas descrito en [“Procedimiento: Test de fugas de un inyector de empaquetadas con purga con control EPC”](#).

Las arandelas contienen elementos plásticos que les confieren elasticidad. La arandela sella la parte superior y la base del inyector y el alineador. A temperaturas elevadas, los elementos plásticos se calientan y las arandelas se endurecen, perdiendo su capacidad de sellado. Si se trabaja con el inyector a temperaturas elevadas, será necesario sustituir la arandela con frecuencia.

AVISO

¡Cuidado! El horno y/o inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras. Si el inyector está caliente, utilizar guantes para protegerse las manos.

Materiales necesarios:

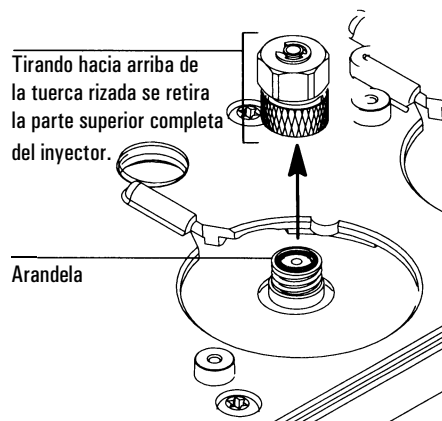
- Guantes (si el inyector está caliente)
- Arandela Viton (Ref. 5080-8898)
- Llave de la tuerca del septum (Ref. 19251-00100)
- Pinzas (opcional)

1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
- Apagar el horno y dejar enfriar a temperatura ambiente.
- Apagar el detector.
- Dejar enfriar el horno y el inyector a temperatura ambiente.
- Cerrar la presión del inyector.

2. Si el inyector está caliente, utilizar la llave de la tuerca del septum. Aflojar completamente la tuerca. Levantar la tuerca para retirar la parte superior del inyector.

La arandela estará visible. Retirar la arandela antigua. Se necesitará utilizar pinzas para sujetarla. Utilizando las pinzas, introducir la arandela nueva.



3. Colocar de nuevo la parte superior del inyector y apretar la tuerca lo máximo posible. Restablecer las condiciones operativas normales del GC.

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Las fugas en las conexiones de gas afectan en exceso a los resultados cromatográficos. El procedimiento siguiente comprueba el sistema de flujo pero no incluye la cámara del inyector. Si se comprueba que esta parte del sistema no tiene fugas, seguir el siguiente procedimiento para revisar el inyector y la cámara.

No se recomiendan los detectores de fugas de líquidos, especialmente en áreas donde la limpieza es muy importante.

Si se usa un fluido para la detección de fugas, aclarar inmediatamente el fluido para eliminar la capa jabonosa.

AVISO

Para evitar los peligros potenciales de descarga eléctrica cuando se utilice el fluido de detección, apagar el GC y desconectar el cable de corriente principal. Tener cuidado de no derramar la disolución de fugas sobre los cables eléctricos, especialmente sobre los del calentador del detector.

Materiales necesarios:

- Detector electrónico de fugas o fluido de detección de fugas de líquidos. Si se está utilizando fluido de detección, eliminar el exceso cuando se haya completado el test.
 - Dos llaves inglesas de 7/16"
1. Utilizando el detector de fugas, revisar todas las conexiones.
 2. Corregir las fugas apretando las conexiones. Realizar de nuevo el test; continuar apretando hasta que todas las conexiones estén libres de fugas.

Procedimiento: Test de fugas de un inyector de empaquetadas con purga con control EPC

Este procedimiento permite determinar si el inyector tiene fugas. Se recomienda realizar el test de fugas en el inyector a la temperatura operativa normal, ya que la arandela puede generar una fuga si se deja enfriar a temperatura ambiente.

Materiales necesarios:

- Guantes (si el inyector está caliente)
- Llave de la tuerca del septum (Ref. 19251-00100)
- Protector SWAGELOK de 1/8" (Ref. 5180-4120)

Si se están utilizando columnas capilares:

- Férrula maciza
- Llave inglesa de 7/16"

Si está utilizando columnas empaquetadas:

- Tapón sólido Vespel
- Llave inglesa de 9/16"

1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
- Apagar el horno y dejar enfriar a temperatura ambiente. Cuando el horno esté frío, cerrar la presión del inyector.
- Retirar la columna si está instalada y tapar la conexión de la columna. Si se están utilizando columnas empaquetadas, introducir una férrula sin agujero en la tuerca de la columna para crear un tapón. Si se están utilizando columnas empaquetadas, utilizar un tapón Vespel.
- Retirar el septum antiguo y cambiarlo por uno nuevo. Para obtener instrucciones sobre el cambio de los septa, consultar [“Procedimiento: Cambio de los septa”](#).
- Revisar la arandela y cambiarla si está dura y quebrada o rajada. Consultar las instrucciones para cambiar la arandela en la página [340](#).

- Asegurarse de que la presión en el suministro del gas es por lo menos de 35 psi.
 - Tapar la conexión de purga del septum con un protector SWAGELOK de 1/8".
 - Definir una columna capilar para poner el inyector en modo de control de presión. Pulsar [Column 1] o [Column 2] e introducir un diámetro (ej., 320) y longitud 0. Pulsar [Enter].
2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] para abrir la tabla de control.

FRONT INLET (pp)		
Temp	150	150 <
Pressure	0.0	off
Total flow		0.0

3. Fijar el inyector a la temperatura operativa normal.
4. Fijar la presión del inyector a 25 psi. Esperar a que se equilibre la presión. La presión puede exceder un poco el valor seleccionado mientras se equilibra. Si no puede alcanzar el parámetro, puede ser porque haya un fuga grande o porque la presión de suministro del gas es demasiado baja.
5. Cerrar la presión del inyector. Al estar tapada la columna, la presión debe permanecer constante.

Controlar la presión durante 10 minutos. Una caída de presión de 0,3 psi (0,03 psi/min o menos) es aceptable. Si la presión cae mucho más de 0,7 psi, consultar “Corrección de fugas” en la página [346](#).

Procedimiento: Test de fugas de un inyector de empaquetadas con purga sin control EPC

Este procedimiento permite determinar la existencia de una fuga en el inyector. Se recomienda la realización del test de fugas a la temperatura operativa normal, ya que la arandela puede generar fugas si se deja enfriar a temperatura ambiente.

Materiales necesarios:

- Guantes (si el inyector está caliente)
- Llave de la tuerca del septum (Ref. 19251-00100)
- Protector SWAGELOK de 1/8" (Ref. 5180-4120)

Si se están utilizando columnas capilares:

- Férula maciza
- Llave inglesa de 7/16"

Si está utilizando columnas empaquetadas:

- Tapón sólido Vespel
- Llave inglesa de 9/16"

1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
- Apagar el horno y dejar enfriar a temperatura ambiente. Cuando el horno esté frío, cerrar la presión del inyector.
- Retirar la columna si está instalada y tapar la conexión de la columna. Si se están utilizando columnas empaquetadas, introducir una férula sin agujero en la tuerca de la columna para crear un tapón. Si se están utilizando columnas empaquetadas, utilizar un tapón Vespel.
- Retirar el septum antiguo y cambiarlo por uno nuevo. Para obtener instrucciones sobre el cambio de los septa, consultar [“Cambio de los septa”](#).
- Revisar la arandela y cambiarla si está dura y quebrada o rajada. Consultar las instrucciones para cambiar la arandela en [“Cambio de la arandela”](#).
- Asegurarse de que la presión en el suministro del gas es por lo menos de 30 psi.

2. Fijar el horno a la temperatura operativa normal.

3. Tapar la salida de purga del septum con un protector SWAGELOK de 1/8".

4. Abrir el suministro de gas del inyector y ajustar la presión de suministro a 30 psi. Abrir completamente el controlador del flujo de masa, girando el mando en sentido contrario a las agujas del reloj. Esperar 2 minutos para asegurar el equilibrio. El indicador del panel frontal debe estar estable.

5. Apagar la presión de la cabeza de la columna girando el controlador de flujo en el sentido de las agujas del reloj. No sobreapretar o se dañará el asiento de la válvula.
6. Cerrar el suministro de gas del inyector. Controlar la presión durante 10 minutos. Se puede utilizar la función cronómetro del GC. Una caída de presión de 0,7 psig (0,07 psi/min o menos) es aceptable.

Si la caída de presión es de 0,7 psi (0,07 psi/min) o menos, se puede considerar que no hay fugas en el inyector.

Si la caída de la presión es superior a 0,7 psi (0,07 psi/min), consultar [“Procedimiento: Corrección de fugas”](#).

Procedimiento: Corrección de fugas

Materiales necesarios:

- Detector electrónico de fugas apropiado para el tipo de gas
 - Herramientas para apretar las piezas del inyector que tengan fugas (si se detectan fugas)
1. Utilizar el detector electrónico para comprobar todas las áreas del inyector que sean fuente potencial de fugas. Estas áreas de son:
 - El septum y/o tuerca del septum
 - La férula de 1/4" (si se está utilizando un alineador)
 - La arandela
 - La válvula de purga tapada
 - La conexión de la columna tapada
 - La tuerca rizada
 - El área donde la línea de gas está conectada al inyector

Si no se está utilizando un alineador, la columna debe estar cerrada con un protector SWAGELOK de 1/4" o algo equivalente

2. Corregir las fugas utilizando una llave para apretar todas las conexiones. Puede ser necesaria la repetición del test de fugas.

Si la caída de presión es de 0,03 psi/m o menor, se puede considerar que no hay fugas en el inyector.

Si la presión cae más rápido de lo aceptable, seguir buscando fugas y repetir el test de presión. Si todas las conexiones parecen no tener fugas pero el sistema inyector continúa perdiendo mucha presión, puede ser necesario el cambio de la cámara del inyector. Contactar con Agilent.

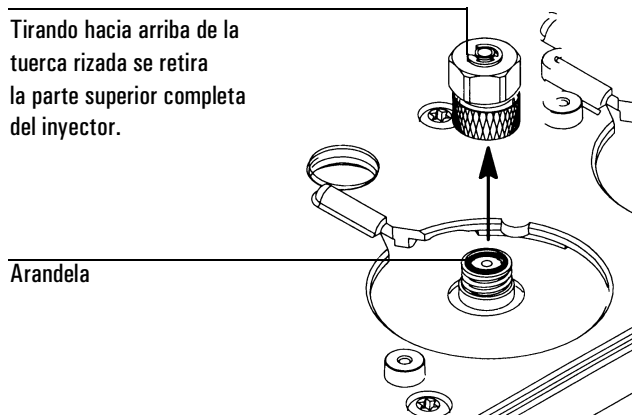
Procedimiento: Limpieza del inyector

Es improbable que el inyector requiera con frecuencia la limpieza completa que este procedimiento muestra; sin embargo se pueden desarrollar depósitos de las muestras inyectadas en su interior. Antes de llevar a cabo la limpieza del inyector, cambiar los alineadores sucios por otros nuevos. Consultar las instrucciones en [“Procedimiento: Instalación de los alineadores”](#), [“Procedimiento: Instalación de insertos de vidrio”](#). Si el cambio no soluciona los problemas, entonces habrá que realizar la limpieza del inyector.

Materiales necesarios:

- Cepillos de limpieza—El kit de limpieza del FID contiene los cepillos apropiados (Ref. 9301-0985)
 - Disolvente para limpiar los depósitos del inyector
 - Aire o nitrógeno comprimido, filtrado y seco
1. Antes de iniciar el procedimiento:
 - Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
 - Dejar enfriar las zonas calientes.
 - Cerrar todos los suministros de gas de los flujos del inyector.
 - Apagar el GC y desenchufarlo.
 - Si el septum está gastado o sucio, sustituirlo. Consultar las instrucciones en [“Procedimiento: Cambio de los septa”](#).
 - Retirar la columna y el alineador y el inserto de la misma. Ver [“Columnas y trampas”](#).

2. Aflojar la tuerca rizada y tirar de ella. La arandela estará visible. Cambiarla si esta dura o dañada. Consultar el procedimiento en [“Procedimiento: Cambio de la arandela”](#).



3. Iluminar el interior del inyector desde dentro del horno mientras se mira el inyector desde arriba. Si hay depósitos presentes, deberán estar visibles.
4. Introducir el cepillo en el inyector. Cepillar bien las paredes interiores del inyector para eliminar todos los depósitos. Puede ser necesario mojar el cepillo con disolvente. Utilizar un chorro de aire o nitrógeno comprimido para secar el inyector y eliminar los contaminantes.
5. Colocar de nuevo la parte superior del inyector y apretar la tuerca rizada. Volver a colocar la columna (ver [“Procedimiento: Instalación de columnas empaquetadas de vidrio”](#)).
6. Restablecer las condiciones operativas normales del GC.

16 Inyector de refrigeración en columna

Utilización del inyector de refrigeración en columna

Hardware

Inyección automática o manual con tuerca del septum

Tuercas del septum

Septa

Inyección manual con una torre de refrigeración y septum duckbill

Procedimiento: Cambio de la tuerca del septum o de la torre de refrigeración y el septum

Procedimiento: Instalación de un inserto

Procedimiento: Verificación del tamaño de aguja apropiado para la columna

Procedimiento: Inyección manual con la tuerca del septum

Procedimiento: Inyección manual con la torre de refrigeración

Espacios de retención

Temperatura del inyector

CryoBlast (opcional)

Modo de seguimiento del horno

Modo de programación de temperatura

Consideraciones criogénicas

Rango de los parámetros

Procedimiento: Programación de la temperatura

Procedimiento: Funcionamiento del inyector de refrigeración en columna

Mantenimiento del inyector de refrigeración en columna

Problemas del hardware del inyector de refrigeración en columna

El inyector se enfría muy despacio

El inyector no puede alcanzar el valor establecido de temperatura

La aguja de la jeringa se dobla durante las inyecciones

Procedimiento: Cambio de la aguja de sílice fundida de la jeringa

Procedimiento: Instalación de una aguja de sílice fundida

Cambio de los septa

Procedimiento: Cambio de los septa

Procedimiento: Limpieza del inyector

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Procedimiento: Test de fugas para el inyector de refrigeración en columna

Procedimiento: Corrección de fugas

Inyector de refrigeración en columna

Utilización del inyector de refrigeración en columna

El inyector introduce muestra líquida directamente en una columna capilar. El inyector y el horno deben estar fríos mientras se desarrolla la inyección (a la temperatura del punto de ebullición del disolvente o por debajo). Como la muestra no se vaporiza inmediatamente en el inyector, los problemas de discriminación y alteración de la muestra son mínimos. Si se realiza correctamente, la inyección de refrigeración en columna también proporciona resultados exactos y de alta precisión.

Se puede trabajar con el inyector en modo de seguimiento del horno, donde la temperatura del inyector sigue a la columna del horno, o programar hasta tres rampas de temperatura. También existe una opción de enfriamiento criogénico que utiliza CO_2 o N_2 líquido para alcanzar temperaturas subambientes.

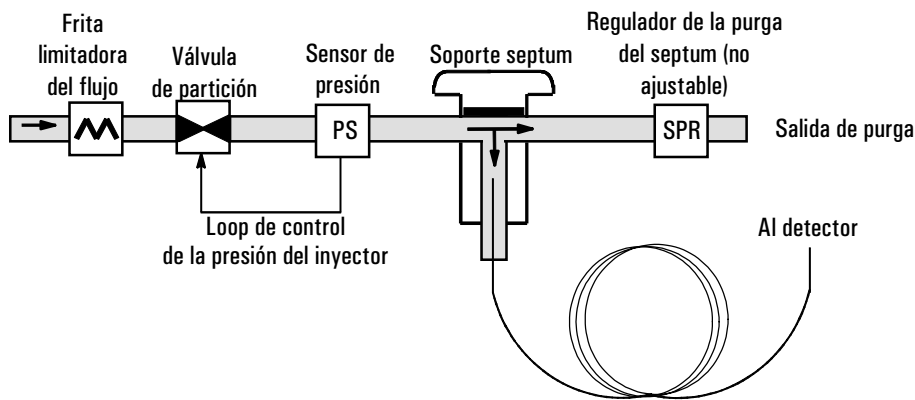


Figura 52 Inyector capilar de refrigeración en columna con control EPC

Hardware

Como se está inyectando muestra directamente en la columna, la mayoría del hardware requerido depende del diámetro interno de la columna. La técnica de inyección, manual o automática, también se debe considerar. La [Tabla 39](#) presenta una lista para la elección del hardware y muestra dónde se encuentran las instrucciones de instalación del hardware e inyección de la muestra.

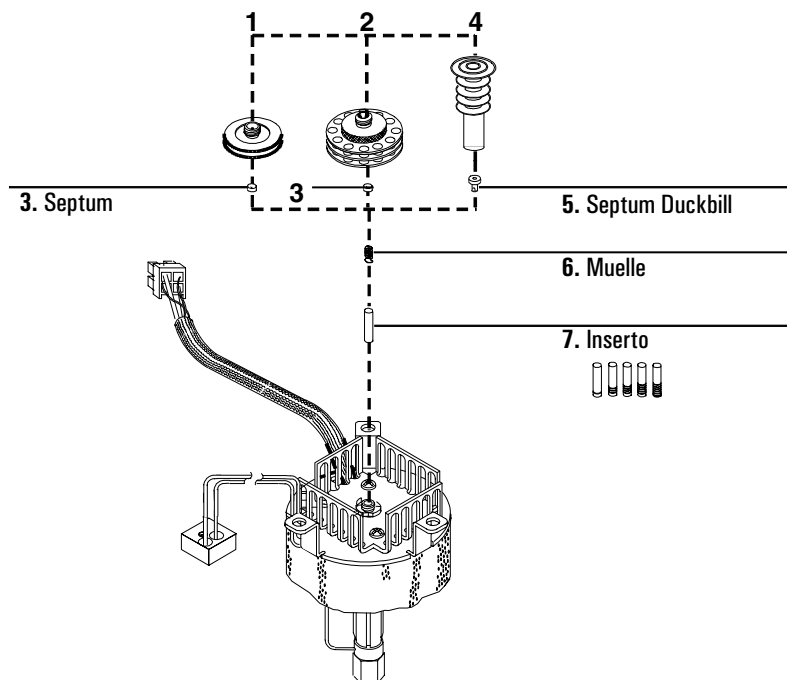
Observar que si se realizan inyecciones automáticas en una columna de 250 μm /320 μm con un 7683, se tendrá que adaptar el inyector automático a la columna en uso. Consultar el manual o los manuales de la [Tabla 39](#).

Tabla 39 Hardware y lista de procedimientos

Inyección automática	Inyección manual con tuerca del septum	Inyección manual con torre de refrigeración
Hardware		
Consultar los números de referencia en la Tabla 40 .	Consultar los números de referencia en la Tabla 40 .	Consultar los números de referencia en la Tabla 41 .
<input type="checkbox"/> Tuerca del septum <input type="checkbox"/> Inserto <input type="checkbox"/> Aguja de acero inoxidable	<input type="checkbox"/> Tuerca del septum <input type="checkbox"/> Septum macizo <input type="checkbox"/> Inserto <input type="checkbox"/> Aguja de acero inoxidable	<input type="checkbox"/> Torre de refrigeración <input type="checkbox"/> Septum Duckbill <input type="checkbox"/> Inserto <input type="checkbox"/> Aguja sílice fundida (columnas $\geq 200 \mu\text{m}$) o <input type="checkbox"/> Aguja acero inoxidable (col. $\geq 250 \mu\text{m}$)

Donde encontrar las instrucciones

- | | | |
|--|---|--|
| <input type="checkbox"/> Instalación del inserto, página 357 | <input type="checkbox"/> Instalación del inserto, página 357 | <input type="checkbox"/> Instalación del inserto, página 357 |
| <input type="checkbox"/> Cambio de la tuerca del septum o del dispositivo de la torre de refrigeración, página 356 | <input type="checkbox"/> Cambio de la tuerca del septum o del dispositivo de la torre de refrigeración, página 356 | <input type="checkbox"/> Cambio de la tuerca del septum o del dispositivo de la torre de refrigeración, página 356 |
| <input type="checkbox"/> Comprobación del tamaño de aguja apropiado para la columna, página 358 | <input type="checkbox"/> Técnica de inyección manual con tuerca del septum y aguja de acero inoxidable, página 359 (parte superior) | <input type="checkbox"/> Técnica de inyección manual con torre de refrigeración, página 359 (parte inferior) y Sustitución de la aguja de la jeringa de sílice fundida, página 368 |
| <input type="checkbox"/> Guía de instalación del inyector automático de líquidos 7683, Ref. G2613-90107 | | |
| <input type="checkbox"/> Guía de operación del inyector automático de líquidos 7683, Ref. G2612-90117 | | |

**Figura 53 Hardware para el inyector de refrigeración en columna**

Tuerca del septum y septum, inyección manual o automática

1. Tuerca septum (Ref. 19245-80521) para usar con columnas de 250 μm y 320 μm . Comprobar en el manual del inyector los requisitos del conjunto de la aguja.
2. Tuerca del septum (Ref. G1545-80520) para utilizar con columnas de 530- μm
3. Septum

Torre de refrigeración y septum duckbill, inyección manual

4. Dispositivo de la torre de refrigeración (Ref. 19320-80625)
5. Septum Duckbill (Ref. 19245-40050) para columnas de 200 μm y más largas

Para todas las aplicaciones:

6. Muelle. Mantiene el inserto en su posición.
7. Inserto. Guía la aguja dentro de la columna. Seleccionarlo basándose en la columna y la aguja. Ver la [Tabla 40](#) y la [Tabla 41](#).

Inyección automática o manual con tuerca del septum

Elegir una aguja, tuerca del septum y un inserto basándose en el diámetro interno de la columna. Consultar la [Tabla 40](#) para seleccionar el hardware para la inyección. Consultar la [Tabla 41](#) si se están realizando inyecciones manuales con un septum duckbill.

Tuercas del septum

19245-80521



G1545-80520

Tabla 40 Inyección automática o manual con una aguja de acero inoxidable

Tipo y diámetro interno de la columna	Aguja Ref.*	Tuerca del septum Ref.	Inserto Ref.
Sílice fundida:			
530 µm d.i.	5182-0832**	G1545-80520	19245-20580 (sin anillas)
320 µm d.i.	5182-0831	19245-80521	19245-20525 (5 anillas)
250 µm d.i.	5182-0833	19245-80521	19245-20515 (6 anillas)
200 µm d.i.	Utilizar la torre de refrigeración y el septum duckbill		19245-20510 (1 anilla)
Revestimiento de aluminio, 530 µm d.i.			
	5182-0832	G1545-80520	19245-20780 (4 anillas)
Capilar de vidrio			
320 µm d.i.	5182-0831	19245-20670	19245-20550 (3 anillas)
250 µm d.i.	5182-0833	19245-20670	19245-20550 (3 anillas)

* Encargar una aguja de jeringa intercambiable Ref. 5182-0836. Si se realiza una inyección manual, se debe encargar un botón de émbolo, Ref. 5181-8866.

** Se pueden utilizar otras muchas agujas para inyectar en una columna de 530 µ. Consultar el Catálogo de accesorios y consumibles de Agilent para obtener más detalles.

Septa

Utilizar un septum macizo (5181-1261) para inyección manual o un septum agujerado en el centro (5181-1260) para la inyección automática.

Inyección manual con una torre de refrigeración y septum duckbill

Si se está realizando este tipo de inyección manual, utilizar agujas de sílice fundida o de acero inoxidable intercambiables. Consultar la [Tabla 41](#) para elegir el inserto y la jeringa correctos.

Tabla 41 Hardware de inyección manual—Torre de refrigeración y septum duckbill

Tipo y diámetro interno de la columna	Inserto (Ref.)
Sílice fundida	
530 µm	19245-20580 (sin anillas)
320 µm	19245-20525 (5 anillas)
250 µm	19245-20515 (6 anillas)
200 µm	19245-20510 (1 anilla)
Revestimiento de aluminio, 530 µm	19245-20780 (4 anillas)
Capilar de vidrio	19245-20550 (3 anillas)
Jeringa y aguja	
Para agujas de sílice fundida	
Jeringa de aguja de sílice fundida	9301-0658
Agujas de recambio, sílice fundida, 0,18 mm (paq. 6)	19091-63000
Férrula de Teflón [®] de recambio para jeringas	0100-1389
Para agujas de acero inoxidable	
Jeringa de aguja recambiable, 10 µl	5182-9633
Agujas de recambio, 0,23 mm (paq. 3)	5182-9645

Procedimiento: Cambio de la tuerca del septum o de la torre de refrigeración y el septum

Si se necesita cambiar el inserto, consultar la siguiente sección, [“Procedimiento: Instalación de un inserto”](#)

1. Pulsar [Oven] y fijar el horno a 35°C. Cuando la temperatura alcance su valor seleccionado, apagar el horno. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] y apagar la temperatura y la presión del inyector.

AVISO

¡Cuidado! Las conexiones del inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para causar quemaduras.

2. Localizar la tuerca del septum o el dispositivo de la torre de refrigeración en la parte superior del inyector y retirarlo (ver la [Figura 53](#)). Si se está utilizando una torre de refrigeración, sujetar las tres anillas y desatornillarlas. Si se está utilizando una tuerca del septum, sujetarla y desatornillarla.

Debe haber un muelle pequeño en la base del inyector. Si el muelle está pegado a la tuerca del septum, colocarlo de nuevo en la base del inyector.

3. Si se está utilizando una *tuerca del septum*, retirar el septum usado con unas pinzas o herramienta adecuada. Utilizar unas pinzas para instalar un septum nuevo. Colocar el septum en la tuerca hasta que se ajuste correctamente.

Si se está utilizando el *dispositivo de la torre de refrigeración*, localizar el septum duckbill e instalarlo en la base del inyector de manera que el duckbill se introduzca dentro de la espiral del muelle.

4. Instalar la tuerca del septum o el dispositivo de la torre de refrigeración y apretarlo con firmeza.
5. Antes de realizar la inyección, revisar la alineación de todo el dispositivo.

Procedimiento: Instalación de un inserto

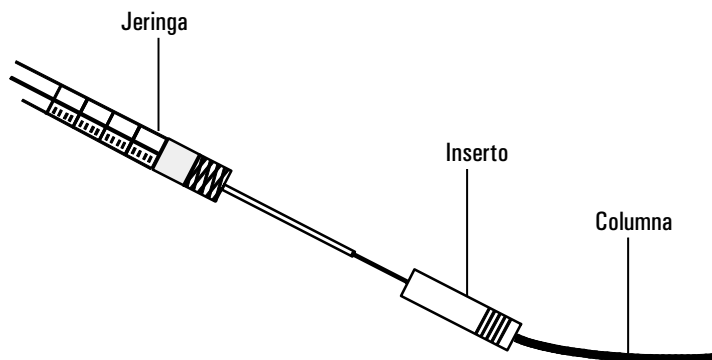
1. Seleccionar un inserto. Consultar las instrucciones para la selección de un inserto en la [Tabla 40](#) o la [Tabla 41](#).
2. Pulsar [Oven] y fijar el horno a 35°C. Cuando la temperatura alcance su valor seleccionado, apagar el horno. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] y apagar la temperatura y la presión del inyector.
3. Retirar la columna, la tuerca de la columna y la férula.
4. Localizar la tuerca del septum o el dispositivo de la torre de refrigeración en la parte superior del inyector y retirarla. Si el septum permanece en la tuerca, no retirarlo a menos que se quiera cambiar. Si es necesario, cambiar el septum existente o el duckbill por otro nuevo. Consultar "[Mantenimiento del inyector de refrigeración en columna](#)" para obtener instrucciones más detalladas. Colocar a un lado la tuerca del septum del inyector o el dispositivo de la torre de refrigeración.
5. Retirar el muelle del inyector con un cable de extracción y colocarlo aparte. Tener cuidado de no perderlo o dañarlo ya que se utilizará el muelle para mantener el nuevo inserto en su posición.
6. Retirar el inserto existente del inyector, empujándolo suavemente desde abajo con un cable o un trozo de la columna. Guardar el inserto para un posible uso posterior.
7. Colocar el inserto nuevo directamente dentro del inyector, desde la parte superior.
8. Colocar de nuevo el muelle en la parte superior del inserto.
9. Instalar de nuevo la tuerca del septum o el septum duckbill y el dispositivo de la torre de refrigeración y apretarla con las manos.
10. Instalar de nuevo la columna, la tuerca y la férula.

Procedimiento: Verificación del tamaño de aguja apropiado para la columna

Precaución Este inyector sólo utiliza columnas de 250 μm y 320 μm .

Después de seleccionar un inserto y antes de instalar la columna, se necesita comprobar el tamaño de la aguja apropiado para la columna para asegurarse de que encaja en la columna. La aguja se podría doblar si se intentara inyectar en una columna más pequeña que la apropiada para su tamaño. Utilizar el inserto de igual tamaño que la aguja de la jeringa para comprobar que la columna que se va a utilizar sea del tamaño apropiado.

1. Identificar el inserto correcto.
2. Introducir la columna en un extremo del inserto como se muestra a continuación.



3. Introducir la aguja de la jeringa a través del otro extremo del inserto hasta la columna. Si la aguja no entra con facilidad en la columna, girar el inserto y probar la aguja y la columna en los extremos contrarios.

Si la aguja sigue sin entrar en la columna será porque la columna es de diámetro incorrecto. Comprobar la columna para asegurarse de que está etiquetada correctamente y probar con otra.

Procedimiento: Inyección manual con la tuerca del septum

Antes de realizar la inyección, asegurarse de que la tuerca del septum y el septum están instalados correctamente.

1. Sumergir la aguja de la jeringa en la muestra; bombear el émbolo de la jeringa para retirar el aire de interior y de la aguja.
2. Tomar muestra.
3. Retirar la aguja de la muestra y tomar, aproximadamente, 1 μl de aire con la jeringa.
4. Secar la aguja (si está mojada).
5. Guiar la aguja directamente hasta la tuerca del septum, traspasar el septum e introducir la aguja completamente dentro del inyector, hasta el final.
6. Iniciar el análisis, presionar el émbolo de la jeringa *lo más rápido posible* y retirar la aguja del inyector.

Estos pasos de deben realizar con cuidado y con el mínimo retraso.

Procedimiento: Inyección manual con la torre de refrigeración

Cuando se realicen las inyecciones con agujas sílice fundida o de acero inoxidable recambiables, asegurarse de que el dispositivo de la torre de refrigeración y el duckbill están instalados en el inyector. La presión inicial se debe fijar por debajo de 30 psi. Una presión más elevada dificulta el proceso de inserción.

1. Sumergir la aguja de la jeringa en la muestra; bombear el émbolo para eliminar el aire del interior y de la aguja.
2. Tomar muestra. Esperar el tiempo suficiente para que los fluidos pasen a través del pequeño calibre de la aguja.
3. Sacar la aguja de la muestra y tomar 1 μl de aire con la jeringa. Limpiar la aguja con un pañuelo de papel mojado en disolvente.
4. Presionar con un lápiz la parte superior de la torre de refrigeración para abrir el duckbill.

AVISO

¡La torre de refrigeración puede estar caliente!

5. Sujetar la torre de refrigeración y guiar la aguja hasta que esté completamente introducida en el inyector. Se tiene que observar una caída en la lectura de la presión en la tabla de control.

Si la aguja no entra del todo, intentar girar la jeringa y liberar presión lentamente de la torre de refrigeración.

Si todavía no se puede introducir la aguja puede ser porque la apertura del duckbill esté atascada. Intentar retirar el duckbill, abrirlo manualmente e instalarlo de nuevo.

6. Una vez que la aguja se haya introducido en la columna, liberar la torre de refrigeración y continuar introduciendo la aguja. Esperar de 1 a 2 segundos para que la retropresión del duckbill forme sello alrededor de la aguja introducida.
7. Iniciar el GC, presionar el émbolo de la jeringa lo más rápido posible y extraer la aguja del inyector.

Espacios de retención

Como la muestra se inyecta directamente dentro de la columna, se recomienda firmemente la utilización de un espacio de retención—o precolumna—para proteger la misma. Un espacio de retención es una columna desactivada conectada entre el inyector y la columna analítica. Es aconsejable la instalación de 1 m de espacio de retención por 1 μ l de muestra inyectada. La información sobre los pedidos de espacios de retención se puede encontrar en el Catálogo de accesorios y consumibles de Agilent.

Si se utiliza un espacio de retención con una *columna definida*, la longitud del espacio puede afectar a los cálculos del flujo y velocidad a través de la columna. Si el espacio de retención es de igual diámetro interno que la columna, se puede sumar el espacio de retención y la longitud de la columna e introducir el número en la tabla de control “Configure Column” (configuración de la columna). Si el diámetro interno del espacio de retención es superior al de la columna, este paso puede no ser necesario.

Temperatura del inyector

CryoBlast (opcional)

El CryoBlast acorta el tiempo del ciclo entre análisis. Con una válvula criogénica de CO₂ o N₂ y la característica CryoBlast, se puede enfriar el inyector a -37°C en los modos de seguimiento del horno y de programa de temperatura.

Modo de seguimiento del horno

En el modo `Track oven` (seguimiento del horno), la temperatura del inyector se mantiene 3°C por encima de la temperatura del horno en durante todo el programa. No se puede introducir un valor de temperatura—se fija automáticamente. Con CryoBlast, el inyector consigue temperaturas de horno de -40°C ; sin CryoBlast, el límite inferior se fija por la temperatura ambiente.

Modo de programación de temperatura

En este modo, se pueden introducir hasta tres rampas de temperatura en la tabla de control del inyector, de manera que el inyector y el horno funcionen independientemente. Este es el modo recomendado si se trabaja por debajo de -20°C .

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

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

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

Consideraciones criogénicas

Cuando se utilice el modo de seguimiento del horno con un horno criogénico, todos los demás inyectores deben estar apagados o en modo de seguimiento del horno.

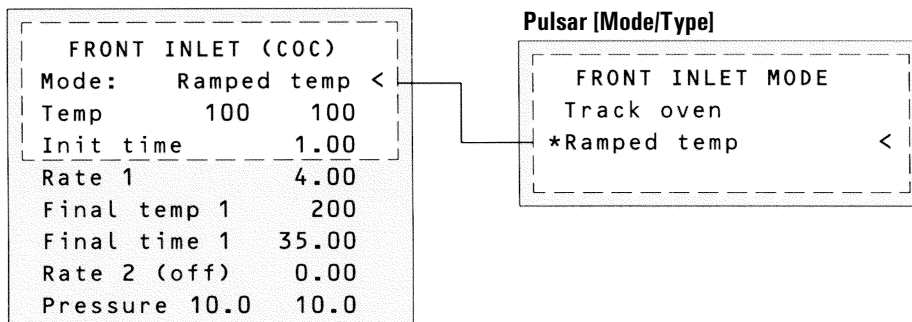
Rango de los parámetros

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

Temperatura	Rango permitido
Seguimiento del horno	3°C por encima de la temperatura del horno, hasta un máximo de 450°C . Con CryoBlast, el inyector puede mantener temperaturas por debajo de -40°C , e incluso se puede permitir un parámetro de -60°C para CO_2 y -80°C para N_2
Temperatura en rampa <i>sin</i> CryoBlast	24°C a 450°C
Temperatura en rampa <i>con</i> CryoBlast	-40°C a 450°C

Procedimiento: Programación de la temperatura

1. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet].
2. Pulsar [Mode/Type] y seleccionar Ramped temp.

Modo temperatura en rampa

3. Introducir una Temperatura. Esta es la temperatura de inicio.
4. Introducir un Init time (tiempo de inicio). Es el tiempo que el inyector permanecerá a la temperatura inicial después de que el análisis haya comenzado.
5. Introducir un valor de Rate (Velocidad). Es la velocidad a la que el inyector se calentará o enfriará. Una velocidad de 0 interrumpe el programa.
6. Introducir Final temp (temp. final). Es la temperatura del inyector al final de la primera rampa.
7. Introducir la Final time (temp. final). Es el número de minutos que el inyector permanece a Final temp.
8. Para introducir una segunda (o tercera) rampa, pasar a la línea Rate apropiada y repita los pasos 5 a 7.

Procedimiento: Funcionamiento del inyector de refrigeración en columna

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

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver [“Control del flujo y la presión”](#).

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

Modo de seguimiento del horno

FRONT INLET (COC)		
Mode:	Track oven	
Temp	24	Off
Pressure	10.0	10.0

Modo temperatura en rampa

FRONT INLET (COC)		
Mode:	Ramped temp	
Temp	100	100
Init time	1.00	
Rate 1	4.00	
Final temp 1	200	
Final time 1	35.00	
Rate 2 (off)	0.00	
Pressure	10.0	10.0

2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet]
 - a. Seleccionar un modo de temperatura: Track oven o Ramped temp.
 - b. Para el modo Ramped temp, introducir rampas de temperatura (página [363](#)). No existe parámetro para el modo Track oven.
3. Inyectar una muestra.

Mantenimiento del inyector de refrigeración en columna

El mantenimiento del inyector de refrigeración en columna incluye cambio de los septa, limpieza de los componentes del inyector y la revisión y corrección de las fugas del sistema.

El hardware del inyector de refrigeración en columna varía dependiendo de si se realizan inyecciones manuales o automáticas, el tipo de aguja y el tamaño de la columna que se utilicen.

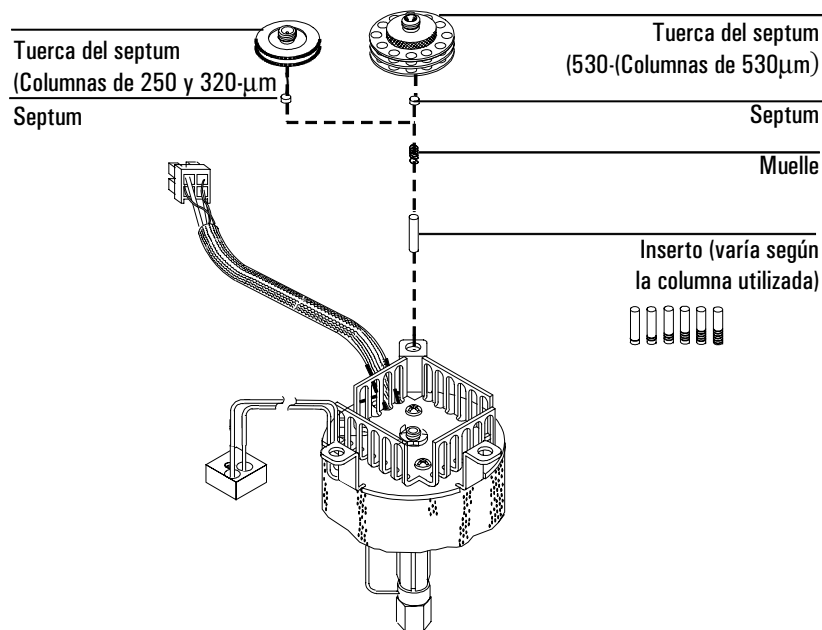


Figura 54 Inyector de refrigeración en columna para sistemas de inyección automática

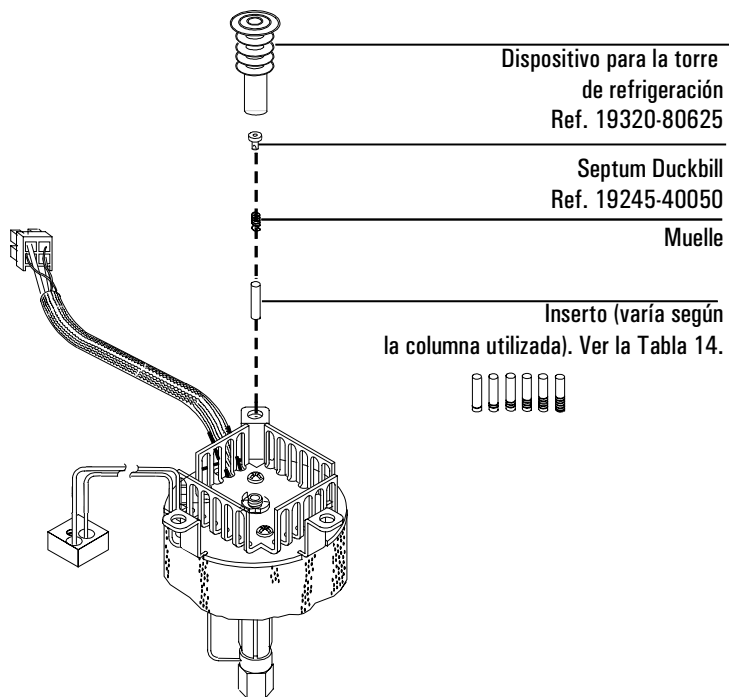


Figura 55 Inyector de refrigeración en columna para sistemas de inyección manual

Problemas del hardware del inyector de refrigeración en columna

El inyector se enfría muy despacio

- El ventilador del inyector no está funcionando o no ventila el inyector. Comprobar su funcionamiento. Si no lo es, contactar con Agilent.

El inyector no puede alcanzar el valor establecido de temperatura

- Comprobar el tiempo de equilibrado de la temperatura. Si es demasiado corto, el inyector puede oscilar. Aumentar el tiempo de equilibrado.
- Comprobar que la refrigeración criogénica está apagada. Si se apaga cuando no se esté utilizando, el inyector y el horno serán incapaces de alcanzar sus respectivos parámetros, particularmente temperaturas próximas a la ambiente. Si se apaga la refrigeración criogénica y el inyector sigue fallando, contactar con Agilent.

La aguja de la jeringa se dobla durante las inyecciones

- La aguja puede estar defectuosa antes de la inyección. Revisar cada jeringa antes de llevar a cabo la inyección para asegurarse de que la aguja esté derecha.
- Comprobar la instalación del dispositivo de soporte de la aguja.
- Comprobar que se está instalado el inserto adecuado y de forma correcta.
- Comprobar la alineación del septum y la tuerca del septum.
- El agujero del septum del inyector puede estar cerrado. Cambiar el septum.

Si se está utilizando el Muestreador de líquidos automático GC (GC ALS):

Consultar el manual del inyector automático del GC para obtener más información.

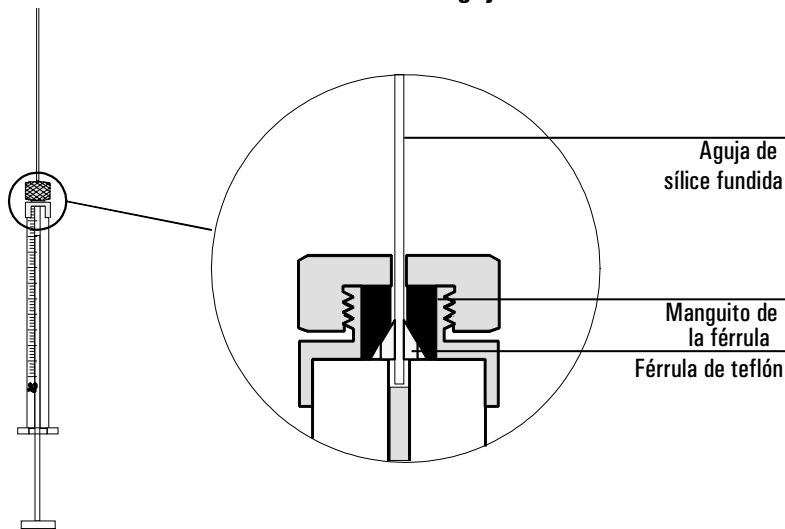
- Los viales de la muestra pueden estar demasiado sellados.
- Comprobar los indicios de desgaste o daño en la guía de la aguja. Cambiar la guía, si fuera necesario.
- Revisar la alineación del inyector y del inyector automático.

Procedimiento: Cambio de la aguja de sílice fundida de la jeringa

1. Sujetar la jeringa en posición vertical e introducir la aguja de sílice fundida de manera que sea visible *en el interior* de la jeringa. Si no se puede introducir la aguja de sílice fundida dentro de la jeringa puede ser porque la férula de teflón (Ref. 0100-1389) esté bloqueada. Es necesario cambiar la férula. Empujar el émbolo hasta el final. La aguja estará al mismo nivel que el extremo del émbolo.
2. Cuando se introduzca la aguja, apretar con las manos la tuerca de retención hasta dejarla *fija*. Tirar de la aguja suavemente para asegurarse de que la férula de teflón ha formado un sello hermético con la aguja. Apretar la tuerca de retención, si fuera necesario.
3. Aflojar la tuerca de retención lo suficiente para liberar la aguja. Presionar suavemente el émbolo de la jeringa hasta que empuje la aguja hasta el final del cuerpo, después apretar con la mano la tuerca de retención con *firmeza*.
4. Utilizar disolvente para enjuagar la jeringa y comprobar las fugas o u obstrucciones.
5. Las fugas (incapacidad de eliminar burbujas de aire) *pueden* corregirse apretando la tuerca de retención. Las obstrucciones (o fugas serias) requieren la repetición de este procedimiento.

La férula de teflón puede perder su sello. Habrá, entonces, que apretar de nuevo la tuerca de retención, si continua la fuga en el sello, instalar una férula de teflón nueva y una aguja.

Cuando no se esté utilizando, aflojar la tuerca de retención para evitar fugas prematuras.

Procedimiento: Instalación de una aguja de sílice fundida

Si se cortan agujas de recambio directamente del material de sílice fundida de la columna:

1. El material de la columna para hacer agujas debe tener un diámetro externo *menor* que el diámetro interno del inyector en columna (0,23 mm) y el de la columna instalada.
2. El material de la columna debe estar libre de fase estacionaria activa.
3. Hacer una marca en la columna a 1/4" de su extremo. Romper el extremo y despreciarlo. Después medir, señalar y romper un trozo de 115 ± 5 mm para utilizarlo como aguja de la jeringa.

Cambio de los septa

Si existe una fuga en el septum, se observan síntomas como tiempos de retención mayores o variables, pérdida de respuesta y/o pérdida de presión en la cabeza de la columna. Además, el ruido de la señal aumenta en exceso.

La vida útil de los septa depende de la frecuencia de la inyección y la calidad de la aguja; picos, bordes afilados, superficies ásperas o un extremo desafilado de la aguja disminuyen la vida del septum. Cuando el instrumento se utiliza con regularidad, se recomienda la sustitución diaria del septum.

El tipo de septa a utilizar depende de las necesidades cromatográficas. Se pueden pedir directamente a Agilent Technologies; consultar la información sobre pedidos en el Catálogo de accesorios y consumibles de Agilent.

Precaución El procedimiento de cambio de los septa varía dependiendo de si el inyector de refrigeración en columna tiene una torre de refrigeración o una tuerca del septum. ¡Asegurarse de seguir el procedimiento correcto para el inyector!

Tabla 42 Septa recomendados para el inyector de refrigeración en columna

Descripción	Nº Referencia
Septum macizo para inyecciones manuales y automáticas (paq. 50)	5181-1261
Septum con perforación central para inyecciones automáticas (paq. 25)	5181-1260
Septum macizo, optimizado para el sangrado y la temperatura (paq. 50)	5182-0745
Septum Duckbill sólo para inyecciones manuales (se debe utilizar con torre de refrigeración) (paq. 10)	19245-40050

AVISO ¡Cuidado! El horno y/o inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras.

Precaución Debe interrumpirse el flujo en columna cuando se cambian los septa; dado que se pueden dañar las columnas a temperaturas elevadas sin flujo de gas portador, dejar enfriar el horno a temperatura ambiente antes de realizar el procedimiento.

Procedimiento: Cambio de los septa**Materiales necesarios:**

- Septum nuevo—ver los números de referencia en la [Tabla 42](#)
- Pinzas
- Cable fino (0,2" de diámetro) para retirar el septum del inyector

1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
- Dejar enfriar el horno a temperatura ambiente y apagarlo.
- Dejar enfriar el inyector a temperatura ambiente y apagarlo.

Dependiendo del análisis y de la técnica de inyección, el inyector tendrá una de las siguientes tuercas de septum o un dispositivo para la torre de refrigeración.

Tuerca del septum para
inyecciones en columnas
de 250 y 320 mm



Tuerca del septum para inyecciones
en columnas de 530µm

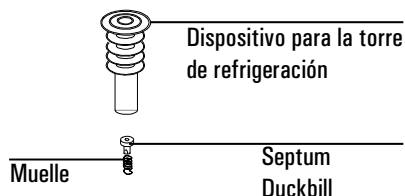


Dispositivo para la torre de refrigeración
(sólo para inyecciones manuales)



2. **Si ya está instalado algún dispositivo para la torre de refrigeración:** Retirar el dispositivo sujetándolo y girando en sentido contrario a las agujas del reloj. El septum duckbill está por debajo de la torre de refrigeración dentro del muelle. El muelle y el septum pueden saltar del inyector cuando se retire la torre de refrigeración.

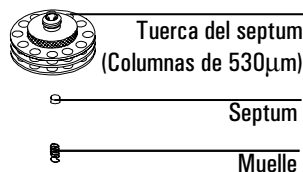
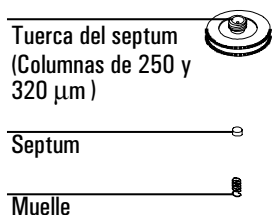
Tener cuidado de no perderlos. Si no saltan, utilizar un alambre delgado para extraerlos del inyector.



Insertar el septum dentro del muelle e instalarlos en el inyector. Instalar de nuevo el dispositivo de la torre de refrigeración. Apretarlo con las manos.

3. Si la tuerca del septum ya está instalada:

Retirar la tuerca del septum sujetando la parte rizada y girándola en sentido contrario a las agujas del reloj. El septum queda probablemente acoplado a la tuerca. El muelle puede saltar cuando se retire la tuerca del septum. Tener cuidado de no perderlo. Si el septum no está acoplado, puede que se necesiten pinzas para extraerlo.



Asegurarse de que el muelle está en el inyector. Utilizar unas pinzas para colocar el septum nuevo en el fondo de la tuerca e instalarlos de nuevo en el inyector. Apretar la tuerca con firmeza.

4. Establecer las condiciones operativas normales del GC.

Procedimiento: Limpieza del inyector

Las partículas y polvo del aire de los laboratorios se pueden acumular en la torre de refrigeración o la tuerca del septum y pueden contaminar el inyector o la columna a través de la aguja de la jeringa. Las partículas de materia del inyector pueden interferir en el paso de la aguja de la jeringa. Si entra suciedad en la columna, se puede alterar la cromatografía.

Las guías de la aguja, muelles e insertos se limpian de acuerdo con el siguiente procedimiento.

AVISO

¡Cuidado! El horno y/o inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras.

Materiales necesarios:

- Llave inglesa de 9/16"
- Alambre estrecho (0,02" de diámetro) o un trozo de columna capilar (250 μ m de diámetro) para retirar el muelle y el inserto
- Baño pequeño de ultrasonidos con detergente acuoso
- Agua destilada
- Metanol
- Aire o nitrógeno comprimido, filtrado y seco

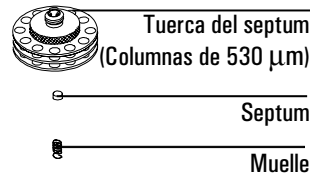
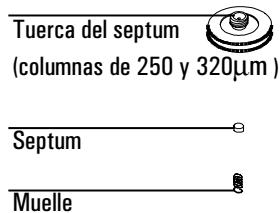
1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
- Dejar que el horno y el inyector se enfríen.
- Cerrar todos los suministros de gas de los flujos del inyector.
- Apagar el GC y desenchufarlo.
- Retirar la columna. Ver ["Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector con/sin división"](#).

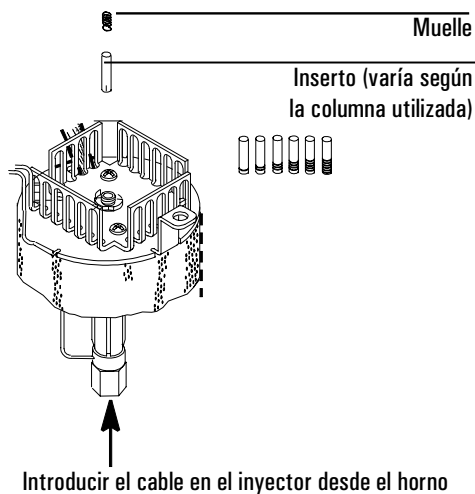
2. Si hay instalado un dispositivo de torre de refrigeración:
 Retirar el dispositivo sujetándolo y girando en sentido contrario a las agujas del reloj. El septum está debajo de la torre de refrigeración dentro del muelle. El muelle y el septum pueden saltar del inyector cuando se retire la torre de refrigeración. Tener cuidado de no perderlos. Si no saltan, utilizar un alambre delgado para extraerlos del inyector.



3. Si hay una tuerca del septum instalada:
 Retirar la tuerca del septum sujetando la parte rizada y girándola en sentido contrario a las agujas del reloj. El septum queda probablemente acoplado a la tuerca. El muelle puede saltar cuando se retire la tuerca del septum. Tener cuidado de no perderlo.



4. Introducir el alambre estrecho (o un trozo de columna capilar) en el inyector a través del horno y presionar el inserto y muelle (si no se han salido previamente) a través de la parte superior del inyector.



5. Procedimiento de limpieza:
 - a. Llenar el baño de ultrasonidos con un detergente acuoso e introducir en él el muelle y el inserto. Sonicar durante 1 minuto.
 - b. Retirar el detergente acuoso y llenar de nuevo el baño con agua destilada. Sonicar durante 1 minuto.
 - c. Retirar las piezas del baño y limpiarlas bien con agua y metanol.
 - d. Secarlas con un chorro de aire o nitrógeno comprimido.
6. Instalar de nuevo el inserto. Si se está utilizando una tuerca de septum, introducir el muelle y el inserto con el muelle en la parte superior.
7. Instalar un septum nuevo en el fondo de la tuerca. Si se está utilizando el dispositivo de la torre de refrigeración, introducir un septum duckbill nuevo en el muelle y colocarlo en el inyector.
8. Instalar la tuerca del septum o la torre de refrigeración y apretarla con la mano. Instalar de nuevo la columna y establecer las condiciones operativas normales.

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Las fugas en las conexiones de gas afectan en exceso a los resultados cromatográficos. El procedimiento siguiente comprueba el sistema de flujo pero no incluye la cámara del inyector. Si se comprueba que esta parte del sistema no tiene fugas, seguir el siguiente procedimiento para revisar el inyector y la cámara.

No se recomiendan los detectores de fugas de líquidos, especialmente en áreas donde la limpieza es muy importante.

Si se usa un fluido para la detección de fugas, aclarar inmediatamente el fluido para eliminar la capa jabonosa.

AVISO

Para evitar los peligros potenciales de descarga eléctrica cuando se utilice el fluido de detección, apagar el GC y desconectar el cable de corriente principal. Tener cuidado de no derramar la disolución de fugas sobre los cables eléctricos, especialmente sobre los del calentador del detector.

Materiales necesarios:

- Detector electrónico de fugas con capacidad para detectar el tipo de gas o líquido de detección de fugas. Si se está utilizando un fluido de detección, eliminar el exceso cuando se haya completado el test.
 - Dos llaves inglesas de 7/16"
1. Utilizando el detector de fugas, revisar todas las conexiones.
 2. Corregir las fugas apretando las conexiones. Realizar de nuevo el test; continuar apretando hasta que todas ninguna conexión tenga fugas.
 3. Tapar la salida de la purga del septum con un protector SWAGELOK de 1/8".

Procedimiento: Test de fugas para el inyector de refrigeración en columna

Muchas partes del inyector pueden ser fuente de fugas. Este procedimiento permite determinar, en general, si hay una fuga inaceptable en el inyector. Si así fuera, debe utilizarse un detector de fugas electrónico para indicar el componente que presenta fugas.

Materiales necesarios:

- Férrula maciza
 - Llave inglesa de 1/4"
 - Guantes (si el inyector está caliente)
1. Antes de iniciar el procedimiento:
 - Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
 - Dejar que el horno se enfríe a temperatura ambiente y luego apagarlo.
 - Cuando el horno esté frío, cerrar la presión del inyector.
 - Retirar la columna, si está instalada, y tapar la conexión de la columna con la tuerca de la columna y una férrula sin agujero instalada.
 - Retirar el septum antiguo y cambiarlo por uno nuevo. Consultar las instrucciones en la página [371](#).
 - Asegurarse de que la presión de suministro del gas portador es como mínimo de 35 psi.
 2. Tapar la salida de purga del septum con un protector SWAGELOK de 1/8".
 3. Pulsar [Oven] para abrir la tabla de control. Fijar el horno a la temperatura operativa normal.
 4. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet].
Fijar el inyector a la temperatura operativa normal.
Introducir una presión de 25 psi o la presión operativa normal si es superior. Asegurarse de que la presión a nivel del suministro inicial de gas es como mínimo 10 psi superior a la del inyector. Si no se puede alcanzar la presión, puede ser porque hay una fuga grande o porque la presión de suministro de gas es demasiado baja.
 5. Esperar a que el GC se equilibre después de que el sistema haya alcanzado el valor de presión. La presión puede exceder el valor seleccionado durante el equilibrado.
-

6. Cerrar la presión. Al estar tapada la columna, la presión debe permanecer constante.
 7. Controlar la presión durante 10 minutos.
 - Una caída de presión de 1,0 psi (0,1 psi/min) o menor es aceptable.
- Si la caída de presión es superior a 1,0 psi, consultar la siguiente sección, [“Procedimiento: Corrección de fugas”](#).

Procedimiento: Corrección de fugas**Materiales necesarios:**

- Detector electrónico de fugas
 - Llave inglesa de 1/4"
1. Comprobar todas las áreas potenciales de fugas del detector con el detector electrónico de fugas. Estas áreas de son:
 - La conexión de la columna tapada
 - La tuerca del septum, si la hay
 - El dispositivo de la torre de refrigeración, si está instalado
 2. Corregir las fugas apretando las conexiones con la llave inglesa. Puede ser necesario repetir el test de fugas.
 3. Si la caída de presión fuera de 0,03 psi/min o menor, se puede considerar que el sistema del inyector no tiene fugas.

Si la presión cae más rápido de lo aceptable, seguir buscando fugas y repetir el test de presión. Si las conexiones parecen no tener fugas pero el sistema inyector continúa perdiendo mucha presión, puede ser necesaria la sustitución de la cámara del inyector. Contactar con Agilent.

17 Inyector de vaporización con temperatura programada

Introducción al PTV Agilent

Modos operativos

Requisitos del sistema

Componentes del sistema

Cabezas de muestreo

Calentamiento del inyector

Rampas de temperatura adicionales

Refrigeración del inyector

Configuración del PTV

Comportamiento de la desconexión

Utilización de los modos “split” (con división)

Distribución del flujo

Consideraciones sobre la temperatura

Introducción en modo de división
en frío (cold split)

Introducción en modo de división
en caliente (hot split)

Parámetros de la tabla de control— operación del modo “split” (con división)

Procedimiento: Utilización del
modo “split” (con división) con
columna definida

Procedimiento: Utilización del
modo “split” (con división) con
columna no definida

Modos a pulsos

Parámetros de la tabla de control— modo “pulsed split” (con división a pulsos)

Procedimiento: Utilización del
modo “pulsed split” (con división
a pulsos) con una columna
definida

Procedimiento: Utilización del
modo “pulsed split” (con división
a pulsos) con una columna no
definida

Utilización de los modos “splitless” (sin división)

Distribución de flujo

Consideraciones sobre la temperatura

Introducción en modo sin división en frío (cold splitless)

Introducción en modo sin división en caliente (hot splitless)

Parámetros de la tabla de control—operación del modo “splitless” (sin división)

Valores iniciales

Procedimiento: Utilización del modo “splitless” (sin división) con la columna definida

Procedimiento: Utilización del modo “splitless” (sin división) con una columna no definida

Operación del modo “pulsed splitless” (sin división a pulsos)

Parámetros de la tabla de control—operación del modo “pulsed splitless” (sin división a pulsos)

Procedimiento: Utilización del modo “pulsed splitless” (sin división a pulsos) con una columna definida

Procedimiento: Utilización del modo “pulsed splitless” (sin división a pulsos) con una columna no definida

Utilización del modo de eliminación de disolvente

Distribución de flujo

Consideraciones sobre la temperatura, presión y flujo

Secuencia de operaciones

Líneas de tiempo

¿Cuándo comienza el análisis?

Parámetros de la tabla de control— operación de la eliminación de disolvente

Procedimiento: Utilización del modo “solvent vent” (eliminación de disolvente) con una columna definida

Procedimiento: Utilización del modo “solvent vent” (eliminación de disolvente) con una columna no definida

Inyección de volumen grande

Requisitos de la ChemStation

Valores calculados

Posibles ajustes

Mantenimiento del PTV

Adaptadores del inyector

Procedimiento: Cambio de los adaptadores del inyector

Procedimiento: Instalación de columnas

Cabeza sin septum

Procedimiento: Retirada de la cabeza sin septum

Procedimiento: Limpieza de la cabeza sin septum

Procedimiento: Cambio de la ferrula de teflón

Cabeza del septum

Procedimiento: Retirada de la cabeza del septum

Procedimiento: Cambio del septum

Alineadores de vidrio del inyector

Procedimiento: Cambio de los alineadores

Cambio del cartucho de filtro de la trampa de la salida de división

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Procedimiento: Detección de las fugas del inyector PTV

Corrección de fugas

Puntos potenciales de fugas

Fungibles y piezas de recambio

Inyector de vaporización con temperatura programada

Introducción al PTV Agilent

Modos operativos

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

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

Requisitos del sistema

El inyector PTV se puede utilizar con inyección manual o automática.

Para inyecciones múltiples automáticas (de gran volumen), se requiere una ChemStation Agilent GC o MSD. Esta función no está disponible bajo el control único del 6890. Ver [“Utilización del modo de eliminación de disolvente”](#).

Componentes del sistema

1. Módulo de la neumática, localizado en la parte superior posterior del GC.
2. Cuerpo del inyector, siempre instalado en la posición frontal del inyector.
3. Trampa, en la línea de división y situada a la izquierda de la neumática del portador en la parte superior posterior del cromatógrafo.
4. Válvula de control del refrigerante. Para $N_2(l)$, se localiza en la pared exterior izquierda del horno. Para $CO_2(l)$, se localiza junto a la neumática. *No* son recambiables; si se cambia el refrigerante, se tendrán que cambiar todas las tuberías de refrigerante incluidas la válvula y la cubierta del inyector.
5. Tarjeta de conversión del termopar. Convierte las lecturas del termopar del inyector para utilizarlas con el GC y se localiza próxima a la trampa.

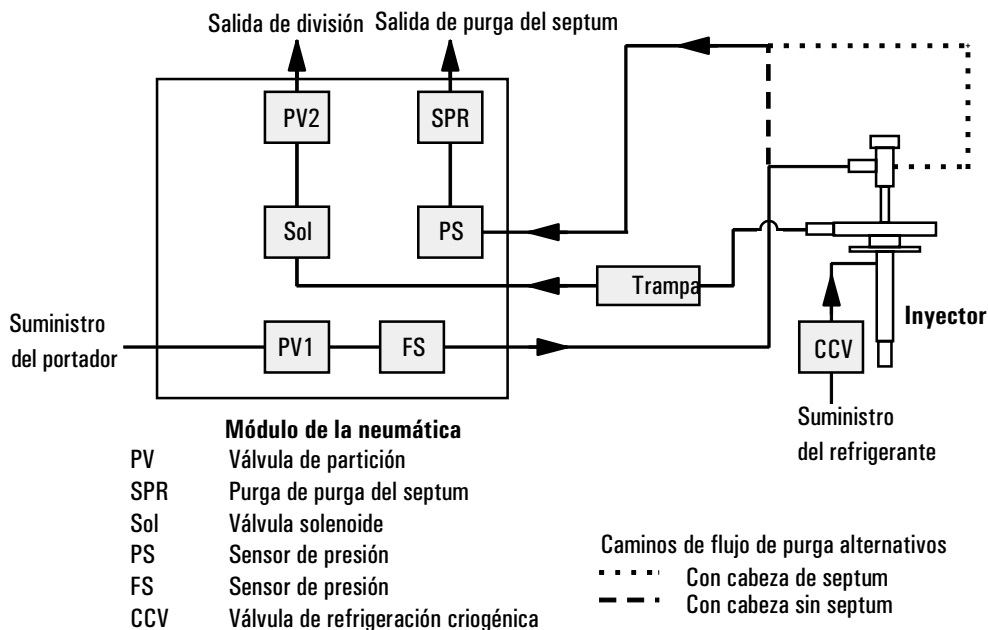


Figura 56 Componentes del sistema PTV

Cabezas de muestreo

Existen dos cabezas disponibles para el inyector PTV.

- La cabeza del septum utiliza un septum regular o un microsello Merlin para sellar el paso de la jeringa. Una corriente de gas limpia el interior del septum y sale a través de la válvula de purga del septum en el módulo de la neumática. Se puede utilizar con inyecciones manuales o automáticas.

Precaución

Si la temperatura del inyector se fija por debajo de 40°C, el microsello Merlin podrá no sellar con efectividad—utilizar un septum normal en su lugar.

- La cabeza sin septum utiliza una válvula de control en lugar del septum para sellar el paso de entrada de la jeringa. Se puede utilizar con inyecciones manuales o automáticas.

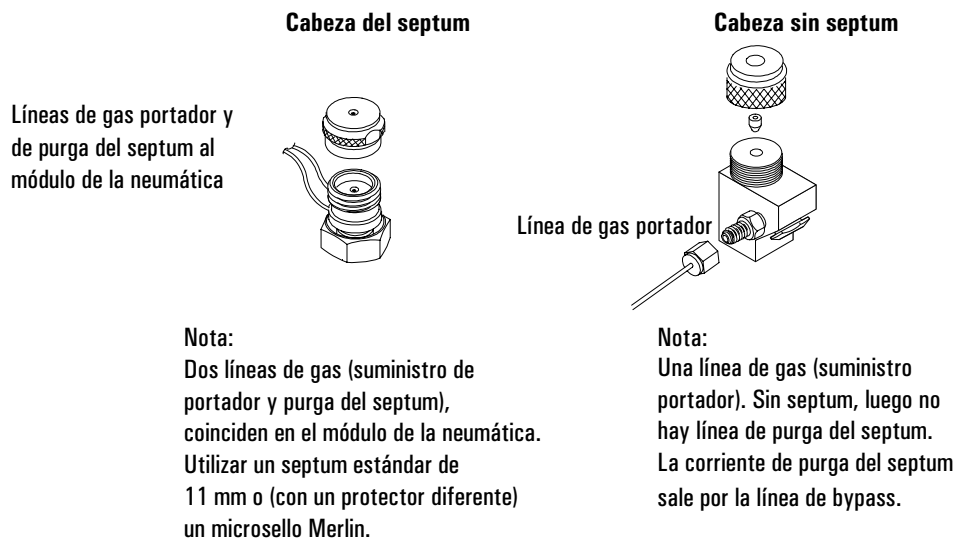


Figura 57 Cabezas de muestreo

Los diagramas de flujo que se presentan en lo que queda de este manual muestran la cabeza del septum colocada en su sitio con un dibujo independiente para la conexión de la cabeza sin septum.

Calentamiento del inyector

Los parámetros de control para la programación de la temperatura del PTV son los mismos que para el horno de la columna, pero se accede a ellos pulsando la tecla [Front Inlet]. La temperatura se puede programar con un valor inicial y 3 rampas y mesetas constantes como máximo. Se pueden seleccionar velocidades entre 0,1 y 720°C/min. Consultar [“Configuración del horno”](#) para obtener más detalles.

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

Rampas de temperatura adicionales

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

Existen dos rampas adicionales y tienen varios usos posibles:

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

Refrigeración del inyector

La muestra se puede inyectar en una cámara de refrigeración o en una de calentamiento. La temperatura inicial de la cámara se puede reducir a -60°C (con refrigeración de CO_2) o a -160°C (con refrigeración de N_2 líquido).

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

El GC 6890 sólo soporta un tipo de refrigerante cada vez.

Cuando se haya seleccionado un refrigerante para cualquier dispositivo criogénico, ese mismo se debe utilizar para todos los instrumentos, incluso el horno de la columna.

Como el GC puede detectar qué refrigerante se está utilizando en el horno, si está instalada la refrigeración del horno, este refrigerante será el que habrán de utilizar los demás dispositivos de refrigeración.

Configuración del PTV

Para configurar el PTV, pulsar [Config] [Front Inlet]. Si el inyector no se ha configurado previamente, se mostrará esta pantalla.

1. Pulsar [Config][Front Inlet]

```

CONFIG FRONT INLET
Gas type           He
Cryo type          None <
  
```

2. Ir al tipo de refrigerante

3. Pulsar [Mode/Type]

```

INLET CRYO TYPE
*None
N2 cryo
CO2 cryo <
  
```

4. Desplazarse al refrigerante utilizado, pulsar [Enter]

Si la refrigeración del horno está instalada, las opciones se restringen al refrigerante utilizado por el horno o a `ninguno`. Si la refrigeración del horno no está instalada, se debe especificar el refrigerante utilizando el procedimiento de la figura.

Si la selección del tipo de “Cryo” es otra distinta a `None`, aparecerán otros parámetros.

CONFIG FRONT INLET	
Gas type	He
Cryo type	N2
Cryo	Off
Use cryo temp	25
Cryo timeout	30
Cryo fault	On

`Cryo [ON]` permite la refrigeración del inyector tan pronto como el horno de la columna alcance su temperatura inicial. `[OFF]` no permite la refrigeración.

Utilizar `cryo temp` Si `Cryo` está activada (ON), éste será el límite superior de tra. al que la refrigeración criogénica se utiliza para mantener el inyector en el valor establecido. Si el valor es superior al límite, se utiliza la refrigeración para disminuir la temperatura del inyector pero no para mantener el valor.

`Cryo timeout` Transcurrido el tiempo para la refrigeración, la temperatura del inyector se desconecta, cuando el análisis no ha comenzado dentro del tiempo especificado (de 5 a 120 minutos, por defecto es 30 minutos) tras el equilibrado del horno. Al seleccionar “Cryo Timeout Off” se inutiliza esta característica. Se recomienda tener activada esta función ya que conserva el refrigerante al final de la secuencia o por si falla la automatización. También se puede utilizar un método Post Sequence (Secuencia posterior).

`Cryo fault` Desconecta la temperatura del inyector si no alcanza el valor establecido en 16 minutos de refrigeración criogénica continua. Se trata del tiempo para *alcanzar* el parámetro, no para la estabilización y preparación.

Comportamiento de la desconexión

Las dos funciones “Cryo Timeout” y “Cryo Fault” pueden provocar la desconexión de la refrigeración criogénica. Si esto ocurre, el calentador del inyector se apaga y la válvula criogénica se cierra. El GC emite un pitido y muestra este mensaje:

```
SHUTDOWN (#18):  
Front inlet cryo  
shutdown
```

El calentador del inyector se controla para evitar un sobrecalentamiento. Si el calentador se mantiene encendido a la máxima potencia durante más de 2 minutos, el calentador se apaga. El GC emite un pitido y muestra este mensaje:

```
SHUTDOWN (#22):  
Front inlet heating  
too slowly;  
temperature shut off
```

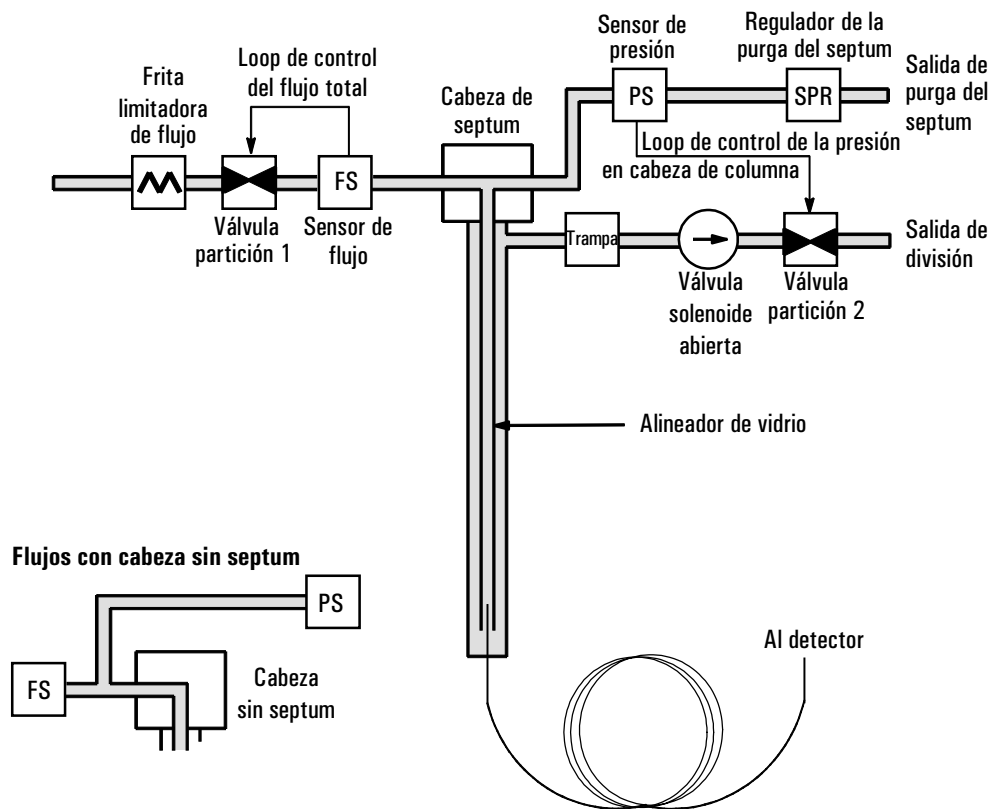
Para recuperarse de estas dos condiciones, apagar y encender el GC o introducir un valor nuevo.

Utilización de los modos "split" (con división)

Distribución del flujo

Los dos modos "split", con o sin pulso de presión, dividen la corriente de gas que entra al inyector en el flujo en columna, el flujo por la salida de división a través de la válvula solenoide y el flujo de purga del septum. La relación entre el flujo por la salida de división y el flujo en columna se denomina relación de "split".

La figura principal muestra los flujos con la cabeza del septum. Los flujos con cabeza sin septum son los mismos excepto porque el flujo de purga del septum no pasa por la cabeza (inferior izquierda).



Consideraciones sobre la temperatura

Introducción en modo de división en frío (cold split)

Para la introducción de la muestra en modo "split" en frío, utilizar una temperatura inicial del inyector inferior al punto de ebullición del disolvente. Si el volumen del alineador es suficiente para mantener todo el disolvente vaporizado, iniciar la primera rampa de temperatura del inyector a los 0,1 minutos con una velocidad de calentamiento alta ($500^{\circ}\text{C}/\text{min}$ o superior). La temperatura final debe ser lo suficientemente alta para volatilizar los analitos más pesados del alineador y se debería mantener durante 5 minutos por lo menos. Una temperatura final de 350°C durante 5 minutos ha resultado suficiente para transferir cuantitativamente el C_{44} .

Para volúmenes de inyección mayores o para eliminar el disolvente, mantener la temperatura inicial lo suficiente para eliminar el disolvente a través de la salida de división y después, iniciar la primera rampa. Utilizar una velocidad rápida para los analitos térmicamente estables. Velocidades más lentas ayudan a minimizar la degradación térmica en el inyector.

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

Introducción en modo de división en caliente (hot split)

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

Debido al pequeño volumen del alineador (unos 120 microlitros), el PTV tiene una capacidad de inyección limitada con la introducción con división en caliente. Los volúmenes de inyección que excedan $1\ \mu\text{l}$ del modo con división en caliente pueden saturar el inyector causando problemas en el análisis. La introducción en frío evita este problema potencial.

Parámetros de la tabla de control—operación del modo "split" (con división)

Mode: Modo operativo actual—con división

Temp Temperatura actual y la seleccionada inicialmente en el inyector.

Init time Tiempo de espera a la temperatura inicial del inyector.

Rate # Velocidad del programa de temperatura para las rampas térmicas 1, 2 y 3 del inyector.

Final temp # Temperatura final del inyector para las rampas 1, 2 y 3.

Final time # Tiempo de espera a la temperatura final 1, 2 y 3.

Pressure Presión actual y valor inicial.

Split ratio Relación entre el flujo con división y el flujo en columna. El flujo en columna se fija en la columna 1 o 2 de la tabla de control. Esta línea no aparece si la columna es no definida.

Split flow Flujo, en ml/min, desde la salida con división/purga. Esta línea no aparece si la columna es no definida.

Total flow Estos son los valores actual y seleccionado del flujo total del inyector, que es la suma del flujo con división, de la columna y de purga del septum. Cuando se cambia el flujo total, la relación de división y el flujo con división cambian mientras el flujo de la columna y la presión se mantienen iguales.

Procedimiento: Utilización del modo "split" (con división) con una columna definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet].
 - a. Ir a **Mode:** y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar **Split**.
 - b. Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
 - c. Si se desea una relación de división específica, desplazarse a **Split ratio** e introducir el valor. El flujo de división se calcula y fija automáticamente.

Relación de división = $\frac{\text{Flujo de división}}{\text{Flujo en columna}}$
--

- d. Si se desea un flujo con división específico, desplazarse a `Split flow` e introducir el valor. La relación de "split" se calcula y muestra automáticamente.
- e. Si se quiere, activar `Gas saver`. Fijar `Saver time` después del tiempo de inyección.

<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Split Temp 40 40 < Init time 0.1 Rate 1 600 Final temp 1 350 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 9.1 9.1 Split ratio 50.0 Split flow 100.0 Tot flow 104 104 Gas saver On Saver flow 20.0 Saver time 5.00 </pre>	<p style="text-align: center;">Pulsar [Mode/Type]</p> <div style="border: 1px dashed black; padding: 5px; margin: 5px auto; width: 80%;"> <pre> FRONT INLET MODE Solvent vent *Split < Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre> </div> <p>Sólo se necesita una velocidad para este ejemplo. Velocidades adicionales según el criterio del usuario.</p> <p>Si se está utilizando el sistema de ahorro de gas, fijar el tiempo después del tiempo de inyección.</p>
---	---

3. Pulsar [Prep Run] antes de inyectar manualmente la muestra si está activado "Gas Saver" (ver la página [287](#)).

Procedimiento: Utilización del modo "split" (con división) con una columna no definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver "[Control del flujo y la presión](#)".
2. Pulsar [Front Inlet].
 - a. Fijar la temperatura.
 - b. Fijar el flujo total en el inyector. Medir el flujo en la salida de división utilizando un flujómetro.
 - c. Restar el flujo de purga del septum del `flujo total` para conseguir el flujo con división.

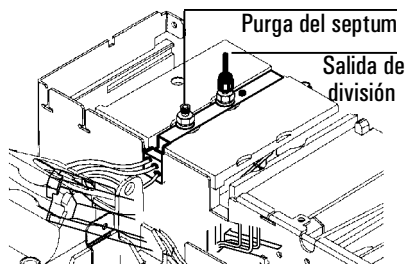
d. Calcular la relación de división. Ajustarlo lo necesario.

FRONT INLET (HP PTV)		
Mode:	Split	
Temp	40	40 <
Init time	0.10	
Rate 1	600	
Final temp 1	350	
Final time 1	5.00	
Rate 2 (off)		
Pressure	10.0	10.0
Tot flow	80.3	80.3

Pulsar [Mode/Type]

FRONT INLET MODE		
Solvent vent		
*Split		<
Splitless		
Pulsed split		
Pulsed splitless		

Sólo se necesita una velocidad para este ejemplo.
 Velocidades adicionales según el criterio del usuario.



Parte frontal del instrumento

Modos a pulsos

Los modos de pulso de presión (con/sin división) aumentan la presión del inyector justo antes del comienzo de un análisis y lo devuelven al valor normal transcurrido un tiempo específico. Los pulsos de presión extraen la muestra del inyector y la introducen en la columna más deprisa, reduciendo la posibilidad de descomposición de la muestra dentro del inyector. Si la cromatografía se degrada por la presión a pulsos, un espacio de retención puede ayudar a recuperar la forma del pico.

Se debe pulsar la tecla [Prep Run] antes de realizar inyecciones manuales en modo de presión a pulsos.

Puede programar la presión de la columna y el flujo con el modo de pulsos de presión. Sin embargo, los pulsos de presión tendrán prioridad sobre la presión en columna o la rampa de flujo.

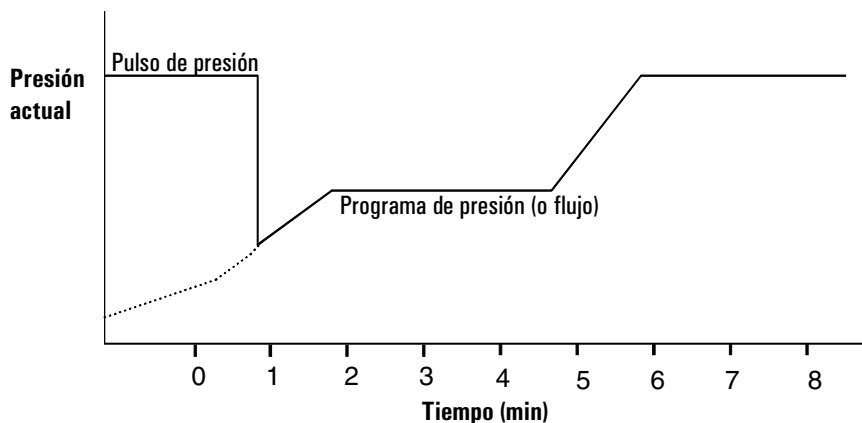


Figura 58 Pulso de presión y presión o flujo en columna

Parámetros de la tabla de control—modo "pulsed split" (con división a pulsos)

Mode: Modo operativo actual—con división a pulsos.

Temp Temperatura actual y seleccionada.

Init time Tiempo de espera a la temperatura inicial del inyector.

Rate # Velocidad del programa de temperatura para las rampas térmicas 1, 2 y 3 del inyector.

Final temp # Temperatura final del inyector para las rampas 1, 2 y 3.

Final time # Tiempo de espera a la temperatura final 1, 2 y 3.

Pressure Presión del inyector actual y seleccionada antes y después del pulso de presión. Este es el punto de partida de un programa de presión o de la presión fija si no se utiliza un programa.

Pulsed pres Presión del inyector deseada al principio de un análisis. La presión se eleva a este punto después de pulsar [Prep Run] y permanece constante hasta transcurrir el tiempo del pulso, después vuelve a la Presión seleccionada.

Pulsetime Momento en que la presión del inyector vuelve a su valor normal después de iniciar el análisis.

Split ratio Relación entre el flujo con división y el flujo en columna. El flujo en columna se fija en la columna 1 o 2 de la tabla de control. Esta línea no aparece si la columna es no definida.

Split flow Flujo, en ml/min, en la salida con división/purga. Esta línea no aparece si la columna es no definida.

Total flow Flujo total del inyector, la suma del flujo con división, de la columna y de purga del septum. Si se cambia el flujo total, la relación de división y el flujo con división cambian, mientras el flujo y la presión en la columna permanecen iguales. Cuando se utiliza un pulso de presión, el flujo total aumenta para mantener la relación de "split" constante.

Procedimiento: Utilización del modo "pulsed split" (con división a pulsos) con una columna definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet].
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Pulsed Split.
 - b. Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
 - c. Introducir valores para Pulsed Pres y Pulse time.
 - d. Si se desea una relación de división específica, desplazarse a Split ratio e introducir el valor. El flujo de división se calcula y fija automáticamente.
 - e. Si se desea un flujo con división específico, desplazarse a Split flow e introducir el valor. La relación de "split" se calcula y muestra a continuación.
 - f. Activar Gas saver, si así se desea. Fijar el tiempo por encima del Pulse time.

Relación de división =
 Flujo de división
 Flujo en columna

```

FRONT INLET (HP PTV)
Mode: Pulsed split
Temp      40      40 <
Init time      0.1
Rate 1      600
Final temp 1   350
Final time 1   5.00
Rate 2 (off)
Pressure  9.1    9.1
Pulsed pres  30.0
Pulse time   1.0
Split ratio   50.0
Split flow   100.0
Tot flow  104    104
Gas saver    0n
Saver flow   20.0
Saver time   5.00
    
```

Pulsar [Mode/Type]

```

FRONT INLET MODE
Solvent vent
Split
Splitless
*Pulsed split <
Pulsed splitless
    
```

3. Pulsar [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar la muestra manualmente.

Procedimiento: Utilización del modo "pulsed split" (con división a pulsos) con una columna no definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet].
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Pulsed Split.
 - b. Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
 - c. Introducir valores para Pulsed Pres y Pulse time.
 - d. Fijar el flujo total en el inyector. Medir el flujo en la salida de división utilizando un flujómetro.
 - e. Restar el flujo de purga del septum del flujo total.
 - f. Calcular la relación de división. Ajustarlo lo necesario.

<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Pulsed split Temp 40 40 < Init time 0.1 Rate 1 600 Final temp 1 350 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 9.1 9.1 Pulsed pres 30.0 Pulse time 1.0 Tot flow 104 104 </pre>	<p>Pulsar [Mode/Type]</p> <table border="1" style="border-collapse: collapse; width: 100%;"> <tr> <td style="padding: 5px;"> <pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split Splitless *Pulsed split < Pulsed splitless </pre> </td> </tr> </table>	<pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split Splitless *Pulsed split < Pulsed splitless </pre>
<pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split Splitless *Pulsed split < Pulsed splitless </pre>		

Utilización de los modos "splitless" (sin división)

Distribución de flujo

En estos modos—con o sin pulso de presión —la válvula solenoide se cierra durante la inyección y vaporización de la muestra y se mantiene así mientras la muestra se transfiere a la columna. A un tiempo especificado después de la inyección, la válvula se abre para eliminar de la válvula de "split" (división) los vapores que quedan en el alineador. Con esto se evitan las colas de disolvente debidas al gran volumen del inyector y a la pequeña velocidad de flujo en columna. La figura principal muestra los flujos con la cabeza del septum. Los flujos con cabeza sin septum son los mismos excepto porque el flujo de purga del septum no pasa por la cabeza (inferior izquierda).

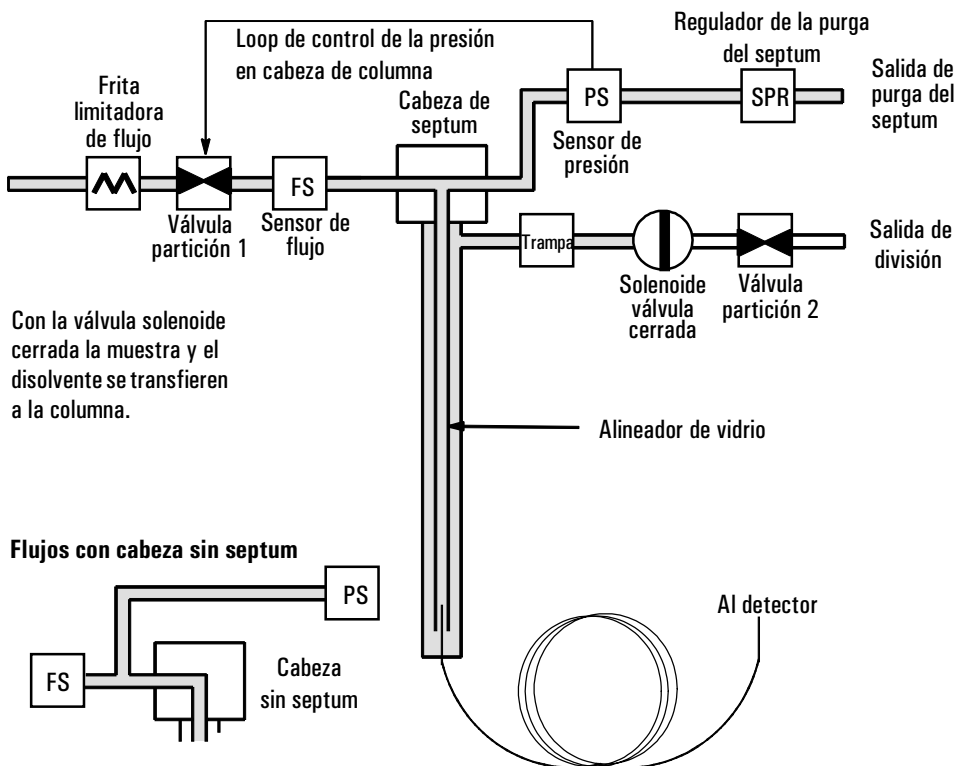


Figura 59 Etapa 1. Inyección de la muestra

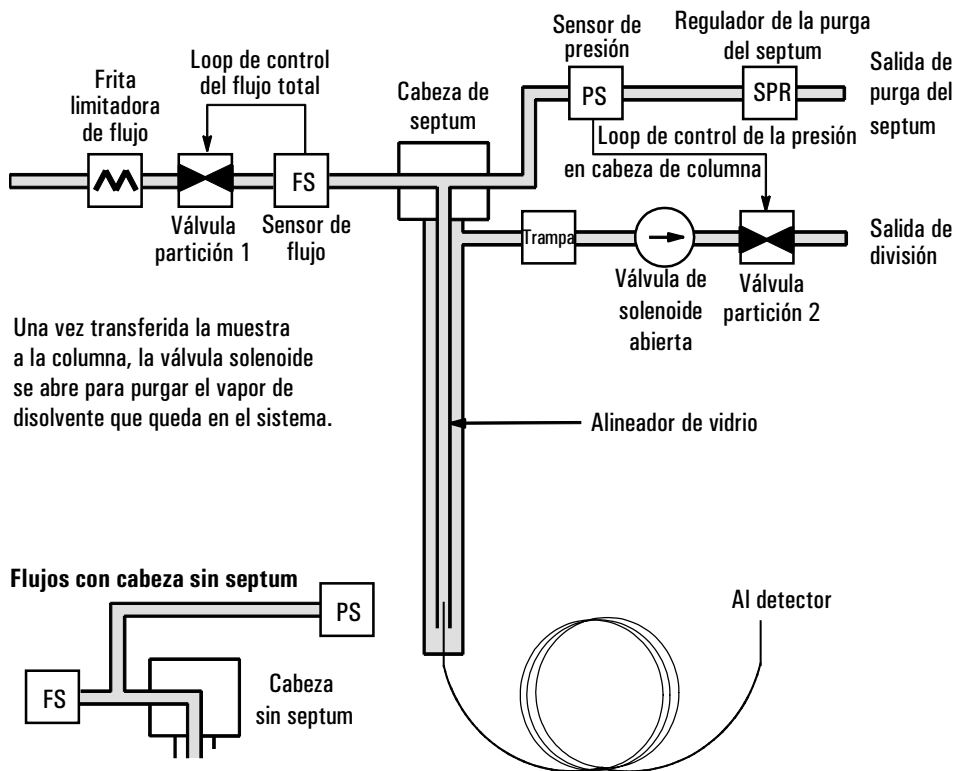


Figura 60 Etapa 2. Proceso de purga

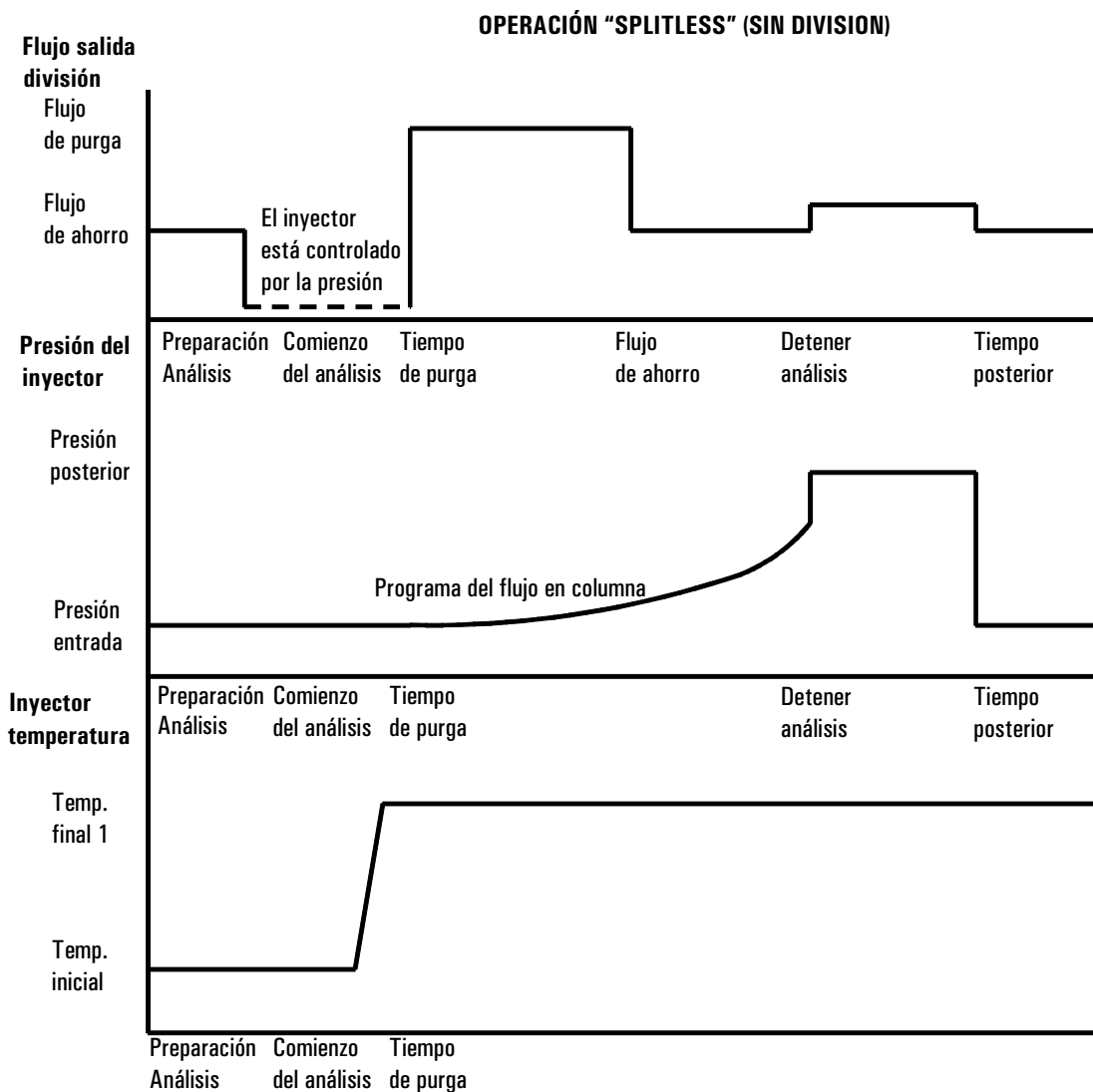


Figura 61 Flujos, presiones y temperaturas

Consideraciones sobre la temperatura

Introducción en modo sin división en frío (cold splitless)

Para la introducción de la muestra sin división en frío, utilizar una temperatura inicial del inyector inferior al punto de ebullición normal del disolvente.

Para la mayoría de los disolventes, la iniciación de la primera rampa de temperatura del inyector a los 0,1 minutos proporciona una buena transferencia y reproducibilidad. Una velocidad de programa de 500°C/min o superior es apropiada para analitos estables térmicamente. Una temperatura final de 350°C mantenida durante 5 minutos, transfiere cuantitativamente hasta el alcano C₄₄.

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

Para la mayoría de aplicaciones sin división en frío, es suficiente una sola rampa de temperatura. Las rampas restantes se pueden utilizar para limpiar el alineador o disminuir la temperatura del inyector para preparar la próxima inyección.

Introducción en modo sin división en caliente (hot splitless)

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

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

Parámetros de la tabla de control—operación del modo "splitless" (sin división)

Mode: Modo operativo actual—sin división (splitless).

Temp Temperatura actual y seleccionada.

Init time Tiempo de espera a la temperatura inicial del inyector.

Rate # Velocidad del programa de temperatura para las rampas térmicas 1, 2 y 3 del inyector.

Final temp # Temperatura final del inyector para las rampas 1, 2 y 3.

Final time # Tiempo de espera a la temperatura final 1, 2 y 3.

Pressure Presión del inyector actual y seleccionada en psi, bar, o kPa

Purge time Momento, después del comienzo del análisis, al que se quiera abrir la válvula de purga.

Purge flow Flujo, en ml/min, en la salida de purga, en el tiempo de purga. No se podrá especificar este valor si se está trabajando con *columnas no definidas*.

Total flow La línea del flujo total muestra el flujo actual en el inyector durante un pre-análisis (la luz pre-análisis está encendida pero *no* parpadea) y un análisis antes del tiempo de purga. No se puede introducir un parámetro en estos tiempos. En el resto de los tiempos, el `flujo total` tendrá el valor seleccionado y el actual.

Valores iniciales

Un proceso de inyección sin división con éxito consiste en los siguientes pasos:

1. Inyectar la muestra y programar la temperatura del inyector para vaporizarlo.
2. Utilizar un flujo en columna y temperatura del horno bajos para crear una zona saturada de disolvente en cabeza de la columna.
3. Utilizar esta zona para atrapar y reconcentrar la muestra en la cabeza de la columna.

4. Esperar hasta que toda, o al menos la mayoría, de la muestra se haya transferido a la columna. Después, eliminar el vapor restante del inyector—que es mayoritariamente disolvente—abriendo la válvula de purga. Esto elimina la larga cola de disolvente que el vapor podría causar.
5. Aumentar la temperatura del horno para analizar la muestra.

Se necesita realizar pruebas para mejorar las condiciones operativas. La [Tabla 43](#) proporciona los valores iniciales para los parámetros críticos.

Tabla 43 Parámetros del inyector en modo "splitless" (sin división)

Parámetro	Rango permitido	Valor inicial recomendado
Temperatura del horno	Sin refrigeración criogénica, ambiente + 10°C a 450°C con refrigeración criogénica CO ₂ , -60°C a 450°C con refrigeración criogénica N ₂ , -80°C a 450°C	10°C por debajo del punto de ebullición del disolvente
Tiempo inicial del horno	0 a 999,9 minutos	≥ Tiempo de purga del inyector
Tiempo de purga del inyector	0 a 999,9 minutos	$\frac{\text{Volumen del alineador}^*}{\text{Flujo en columna (ml/min)}} \times 5$
Tiempo del ahorro de gas	0 a 999,9 minutos	Después del tiempo de purga
Flujo de ahorro de gas	15 a 1000 ml/min	15 ml/min mayor que el flujo máximo en columna
Temperatura del inyector	Sin refrigeración criogénica, temperatura del horno + 10°C con refrigeración criogénica CO ₂ , -50°C -450°C con refrigeración criogénica N ₂ , -60°C -450°C	10°C por debajo del punto de ebullición del disolvente durante 0,1 min, después aumenta

* El volumen del alineador es de unos 120 µl

Procedimiento: Utilización del modo "splitless" (sin división) con la columna definida)

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet].
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Splitless.
 - b. Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
 - c. Introducir un tiempo y un flujo de purga.
 - d. Si se desea, activar Gas saver. Asegurarse de que el tiempo se fija *después* del tiempo del flujo de purga.

FRONT INLET (HP PTV)	
Mode:	Splitless
Temp	40 40 <
Init time	0.1
Rate 1	600
Final temp 1	350
Final time 1	5.00
Rate 2 (off)	
Pressure	9.1 9.1
Purge time	2.0
Purge flow	50.0
Total flow	24.1
Gas saver	0n
Saver flow	20.0
Saver time	5.00

Pulsar [Mode/Type]

FRONT INLET MODE

Solvent vent

Split

*Splitless <

Pulsed split

Pulsed splitless

Si se está utilizando el sistema de ahorro de gas, fijar el tiempo después del tiempo de flujo de purga.

3. Pulsar [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar manualmente la muestra.

Procedimiento: Utilización del modo "splitless" (sin división) con una columna no definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet].
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Splitless.
 - b. Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
 - c. Introducir un tiempo de purga.
 - d. Fijar el flujo total superior a la suma del de la columna y el de purga del septum (de 3 a 6 ml/min) para garantizar un flujo de columna adecuado.

<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Splitless Temp 40 40 < Init time _0.1 Rate 1 600 Final temp 1 350 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 9.1 9.1 Purge time 2.0 Tot flow 50.0 50.0 </pre>	<p style="text-align: center;">Pulsar [Mode/Type]</p> <table border="1" style="border-collapse: collapse; width: 100%;"> <tr> <td style="padding: 5px;"> <pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split *Splitless < Pulsed split Pulsed splitless </pre> </td> </tr> </table>	<pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split *Splitless < Pulsed split Pulsed splitless </pre>
<pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split *Splitless < Pulsed split Pulsed splitless </pre>		

3. Pulsar [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar manualmente la muestra.

Operación del modo "pulsed splitless" (sin división a pulsos)

Consultar los modos de los pulsos de presión en la página [394](#).

Parámetros de la tabla de control—operación del modo "pulsed splitless" (sin división a pulsos)

Mode: Modo operativo actual—sin división a pulsos.

Temp Temperatura actual y seleccionada.

Init time Tiempo de espera a la temperatura inicial del inyector.

Rate # Velocidad del programa de temperatura para las rampas térmicas 1, 2 y 3 del inyector.

Final temp # Temperatura final del inyector para las rampas 1, 2 y 3.

Final time # Tiempo de espera a la temperatura final 1, 2 y 3.

Pressure Presión del inyector actual y seleccionada antes y después del pulso de presión. Fija el punto de partida de un programa de presión o la presión, si no se está utilizando un programa.

Pulsed pres Presión del inyector deseada al principio de un análisis. La presión se eleva a este punto después de pulsar [Prep Run] y permanece constante hasta transcurrir el tiempo del pulso, después vuelve a la Presión seleccionada.

Pulse time Momento en que la presión vuelve su valor normal.

Purge time Momento, después del comienzo del análisis, al que se quiere abrir la válvula de purga. Fijar el tiempo de purga de 0,1 a 0,5 minutos antes del tiempo del pulso.

Purge flow Flujo, en ml/min, en la salida de purga, en el tiempo de purga. La columna debe ser definida.

Total flow Flujo total del inyector, representando un total del flujo de la columna y el flujo de purga del septum.

Procedimiento: Utilización del modo "pulsed splitless" (sin división a pulsos) con una columna definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet].
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Pulsed Splitless.
 - b. Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
 - c. Introducir valores para Pulsed Pres y Pulse time.
 - d. Introducir Purge time cuando se quiera abrir la válvula de purga.
 - e. Introducir un valor de Purge flow.
 - f. Activar Gas saver, si así se desea. Fijar el tiempo *posterior* al tiempo del flujo de purga.

<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Pulse spltless Temp 40 40 < Init time 0.1 ----- Rate 1 600 Final temp 1 350 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 9.1 9.1 Pulsed pres 30.0 Pulse time 1.0 Purge time 0.9 Purge flow 50.0 Tot flow 104 104 Gas saver 0n Saver flow 20.0 Saver time 5.00 </pre>	<p>Pulsar [Mode/Type]</p> <pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split Splitless Pulsed split *Pulsed splitless < </pre>
---	--

Fijar el tiempo de purga de 0,1 a 0,5 minutos *antes del* tiempo del pulso de presión.

Si se está utilizando el sistema de ahorro de gas, fijar el tiempo después del tiempo de flujo de purga.

3. Pulsar [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar manualmente la muestra.

Procedimiento: Utilización del modo "pulsed splitless" (sin división a pulsos) con una columna no definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet].
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Pulsed Splitless.
 - b. Fijar la temperatura del inyector y cualquier rampa deseada.
 - c. Introducir valores para Pulsed Pres y Pulse time.
 - d. Introducir Purge time cuando se quiera abrir la válvula de purga.
 - e. Introducir un valor de Purge flow.

FRONT INLET (HP PTV)	
Mode: Pulse spltless	
Temp 40 40 <	
Init time 0.1	
Rate 1 600	
Final temp 1 350	
Final time 1 5.00	
Rate 2 (off)	
Pressure 9.1 9.1	
Pulsed pres 30.0	
Pulse time 1.0	
Purge time 0.9	
Tot flow 104 104	

Pulsar [Mode/Type]

FRONT INLET MODE
Solvent vent
Split
Splitless
Pulsed split
*Pulsed splitless <

Fijar el tiempo de purga de 0,1 a 0,5 minutos antes del tiempo del pulso de presión.

3. Pulsar [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar manualmente la muestra.

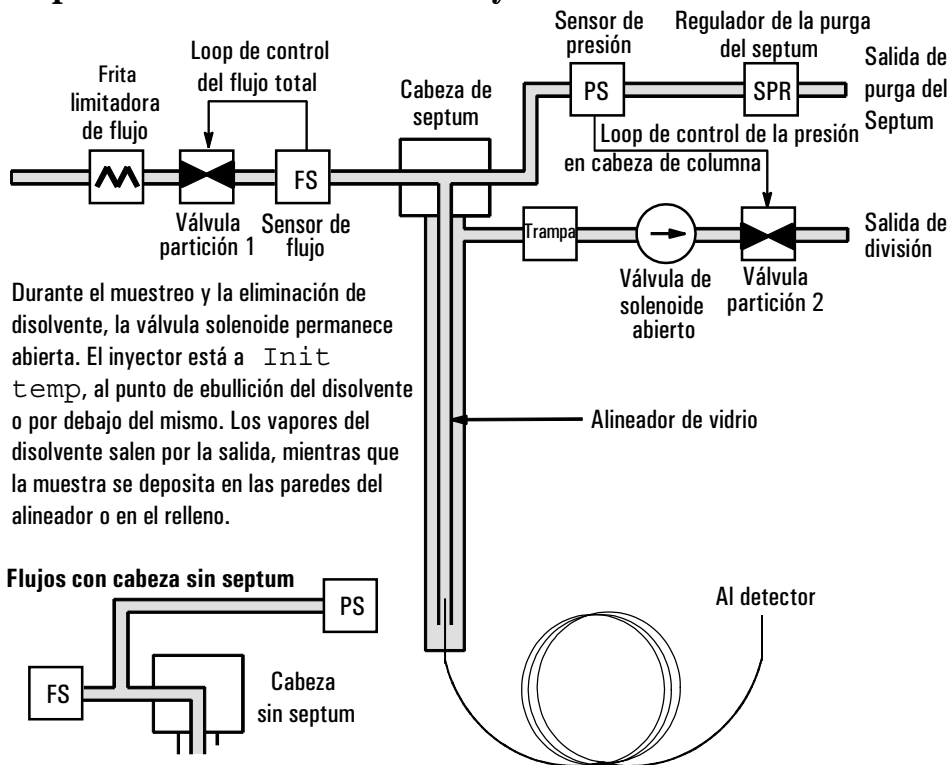
Utilización del modo de eliminación de disolvente

Distribución de flujo

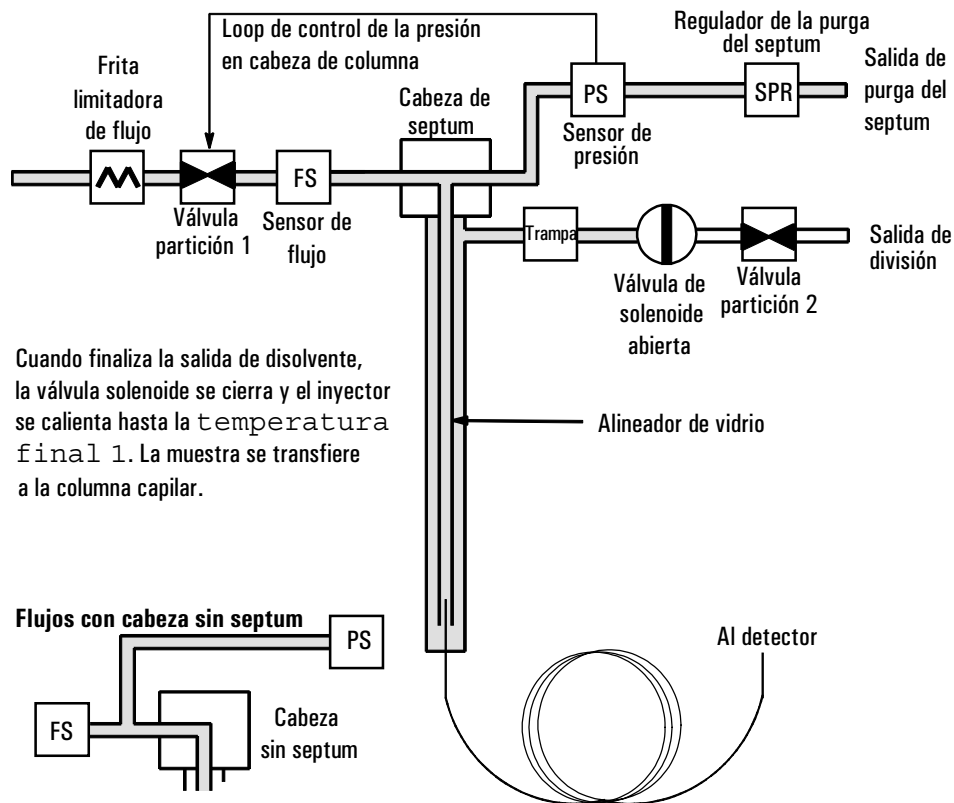
La muestra se inyecta en un inyector frío. Si las condiciones se seleccionan correctamente y la muestra es adecuada, los analitos se depositan en el alineador del inyector mientras el disolvente se evapora y se elimina. Las inyecciones de gran volumen o múltiples se utilizan para concentrar la muestra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

La figura principal muestra los flujos con la cabeza del septum. Los flujos con cabeza sin septum son los mismos excepto porque el flujo de purga del septum no pasa por la cabeza (inferior izquierda).

Etapa 1. Introducción de muestra y eliminación de disolvente



Etapa 2. Transferencia de la muestra



Etapa 3. Purga y limpieza

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

Consideraciones sobre la temperatura, presión y flujo

El modo de salida de disolvente pasa a través de tres estados distintos de la neumática; ventilación, transferencia de muestra y purga. La porción de salida permite el ajuste de la presión del inyector y el flujo de salida para optimizar la eliminación del disolvente. El estado de transferencia simula la operación tradicional sin división y lleva los analitos del alineador a la columna. El modo de purga permite al usuario preparar el inyector para el próximo análisis.

Una dificultad fundamental con el modo de salida de disolvente es la posible pérdida de los analitos volátiles junto con el disolvente. Hay varias soluciones posibles para esta situación:

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

La eliminación del disolvente se puede acelerar:

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

Mientras todas estas posibilidades complican la utilización del PTV, proporcionan mayor flexibilidad y nuevo potencial para resolver problemas difíciles.

Secuencia de operaciones

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

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

Algunos puntos importantes

- El flujo a través de la columna es controlado por la presión del inyector. Durante la parte de análisis del proceso, se controla por el valor del flujo o la presión o el programa introducido *para la columna*.
- Los tiempos de control deben estar en el orden mostrado; tiempo de finalización de la salida *antes* del tiempo de purga *antes* del tiempo ahorrador.
- El tiempo de finalización de la salida debe transcurrir antes de que el inyector comience a calentarse y recuperar analitos.
- El tiempo de purga debe transcurrir antes de que el horno comience a calentarse y a mover la muestra a través de la columna.

Líneas de tiempo

El tiempo aumenta hacia abajo; el resto de cantidades aumentan hacia la derecha.

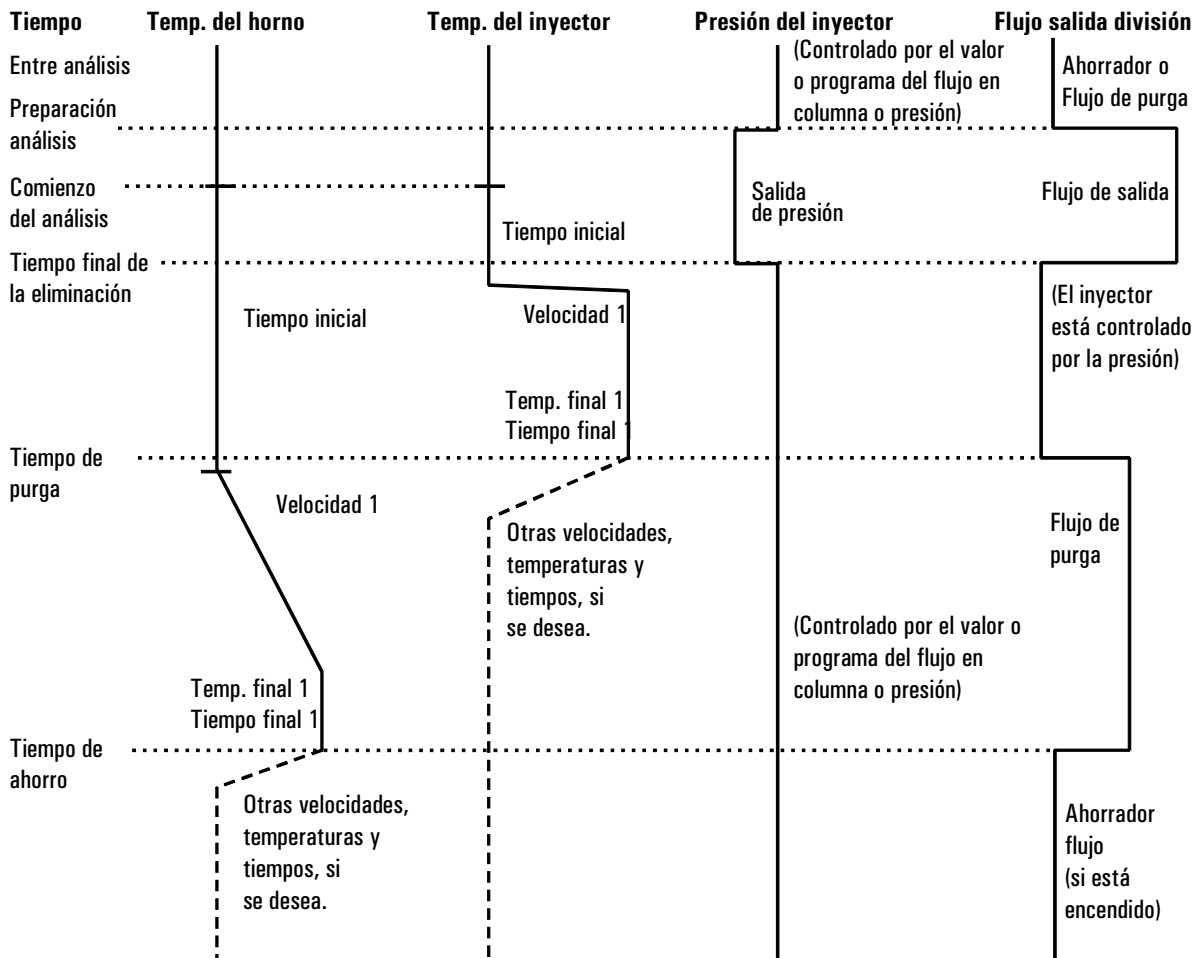


Figura 62 Relaciones de tiempos

¿Cuándo comienza el análisis?

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

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

Estas inyecciones adicionales tardan tiempo. Los programas de temperatura del horno y del inyector, principalmente los valores `Init time`, se deben ajustar para permitir esto. Lo mismo ocurre con los varios valores de tiempo que controlan el funcionamiento del inyector. Esto se describe de manera más detallada en [“Inyección de volumen grande”](#).

Parámetros de la tabla de control—operación de la eliminación de disolvente

`Mode`: Modo operativo actual—salida de disolvente.

`Temp` Temperatura actual y seleccionada del inyector.

`Init time` Tiempo, medido desde el inicio del análisis, en que la temperatura inicial del inyector llega al final. Normalmente es mayor al `Vent end time`.

`Rate #` Velocidad del programa de temperatura para las rampas térmicas 1, 2 y 3 del inyector.

`Final temp #` Temperatura final del inyector para las rampas 1, 2 y 3.

`Final time #` Tiempo de espera a la temperatura final 1, 2 y 3. Es un tiempo transcurrido; *no* se mide desde el inicio del análisis.

Pressure Presión del inyector y valor establecido antes y después de la eliminación de disolvente. Fija el punto de inicio de la presión en cabeza de columna.

Vent pressure La presión del inyector durante el periodo de salida. Disminuyendo la presión del inyector, la eliminación del disolvente es más rápida. También, disminuye la cantidad de gas portador—y vapor de disolvente—que se introduce en la columna durante este tiempo.

Los usuarios seleccionan de 0 a 100 psig. Si se elige 0, el inyector utiliza la presión más baja posible al flujo de salida dado. La [Tabla 44](#) muestra valores aproximados para este mínimo a varios flujos de salida del helio. Presiones menores a las de la tabla no son posibles a menos que se reduzca el flujo.

Tabla 44 Presiones mínimas factibles

Flujo de salida (ml/min)	Presión de salida actual al valor "0" psig	Presión de salida actual al valor "0" kPa
50	0.7	5
100	1.3	10
200	2.6	18
500	6.4	44
1000	12.7	88

Vent flow Flujo de gas portador que sale por salida con división durante el periodo de salida. Flujos mayores barren el alineador más rápidamente y reducen el tiempo de eliminación del disolvente. Para la mayoría de las columnas, un flujo de purga de 100 ml/min elimina el disolvente a velocidad aceptable pero inserta un mínimo material en la columna.

Vent end time Tiempo, medido desde el inicio del análisis, cuando la salida de disolvente finaliza. Para inyecciones de volumen grande, este tiempo es normalmente superior al tiempo para que se complete la inyección.

Purge time Tiempo, medido desde el inicio del análisis, cuando la transferencia de la muestra finaliza. Comienza en el **Vent end time**.

Purge flow El flujo de gas portador en el inyector comienza en **Purge time**.

Total flow El flujo total muestra el flujo en el inyector.

Procedimiento: Utilización del modo "solvent vent" (eliminación de disolvente) con una columna definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet].
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Solvent vent.
 - b. Introducir una presión y flujo de ventilación y tiempo de finalización de la ventilación.
 - c. Fijar la temperatura del inyector y las rampas, si fuera necesario.
 - d. Introducir un tiempo y un flujo de purga.
 - e. Si se desea, activar Gas saver. Asegurarse de que el tiempo se fija *más tarde* del tiempo de purga.

FRONT INLET (HP PTV)	
Mode:	Solvent vent
Temp	50 50 <
Init time	0.50
Rate 1	600
Final temp 1	400
Final time 1	5.00
Rate 2 (off)	
Pressure	10.0 10.0
Vent pressure	5.0
Vent flow	100
Vent end time	0.40
Purge time	1.50
Purge flow	50
Total flow	24.3
Gas saver	0n
Saver flow	20.0
Saver time	2.00

Pulsar [Mode/Type]	
FRONT INLET MODE	
*Solvent vent	<
Split	
Splitless	
Pulsed split	
Pulsed splitless	

Debe ser menor a tiempo de inicio.

Debe ser mayor al tiempo de finalización de la salida.

Debe ser mayor al tiempo de purga.

3. Pulsar [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar manualmente la muestra.

Procedimiento: Utilización del modo "solvent vent" (eliminación de disolvente) con una columna no definida

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet].
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Solvent vent.
 - b. Introducir un tiempo de finalización de la salida y una presión de salida.
 - c. Fijar la temperatura del inyector y las rampas, si fuera necesario.
 - d. Introducir un tiempo de purga. Debe ser mayor al tiempo de finalización de la salida.
 - e. Fijar el tiempo total mayor que la suma del flujo de la columna y el flujo de purga del septum (alrededor de 6 ml/min) para garantizar un flujo adecuado de la columna.

<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Solvent vent Temp 50 50 < Init time 0.50 Rate 1 600 Final temp 1 400 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 10.0 10.0 Vent pressure 5.0 Vent end time 0.40 Purge time 1.50 Tot flow 20.0 20.0 </pre>	<p>Pulsar [Mode/Type]</p> <pre> FRONT INLET MODE *Solvent vent < Split Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre>
--	--

— Debe ser menor a tiempo de inicio.

— Debe ser mayor al tiempo de finalización de la salida.

3. Pulsar [Prep Run] (ver la página [287](#)) antes de inyectar manualmente la muestra.

Inyección de volumen grande

La mayoría de los inyectores de vaporización están diseñados para inyecciones líquidas en un rango de 1 a 5 μl . Con inyecciones mayores, la nube de vapor creada cuando la muestra se vaporiza puede saturar el inyector y degradar la cromatografía. Para el PTV, las capacidades líquidas nominales del alineador son:

Tabla 45 Capacidades del alineador

Alineador	Capacidad líquida nominal	Inercia
Pantalla abierta	5 μl	Alta
Lana de vidrio empaquetada	25 μl	Baja, debido al área de superficie grande

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

Se pueden realizar inyecciones múltiples de un muestreador automático en el PTV para alcanzar volúmenes grandes. Una ChemStation controla el proceso.

Requisitos de la ChemStation

Para inyecciones múltiples se necesita una ChemStation GC o MSD, ya que los parámetros necesarios no están disponibles en el teclado del GC 6890.

- ChemStation GC Revisión de software A.04.02 o posterior
o Revisión de software A.04.01 *más* el software suministrado con el PTV.
- ChemStation MSD Revisión del software A.03.00 o posterior

Tabla 46 Parámetros de control—Pantalla de configuración del inyector

Parámetro	Rango	Por defecto
Tamaño de la jeringa	0,1 a 100 µl	10 µl
Adaptador nanolitros	Presente o no presente	No presente
Inyecciones múltiples	Individual o múltiple	Individual

- **Syringe size** Volumen total de la jeringa.
- **Nanoliter Adapter** Se controla mediante su selección en un cuadro. Si está marcado, indica que el adaptador de nanolitros está presente en el inyector. Si *no* está marcado, significa que no está presente. El adaptador **siempre** está presente en el inyector G2613A
- **Multiple Injections** Parámetro controlado mediante su selección en un cuadro. Si está marcado, el muestreador realiza inyecciones múltiples para cada análisis de acuerdo con los demás parámetros. Sólo se necesita un comando “Start Run” en la primera inyección. Si *no* está marcado, el inyector automático realiza una inyección—y necesita el comando “Start Run”—para cada análisis. Este es el modo operativo por defecto.

Tabla 47 Parámetros de control—Pantalla del inyector

Parámetro	Rango	Por defecto
Inyectar X µL Y veces	X : 0,1 a 0,5 × volumen de la jeringa Y : 1 a 100	X : 0,1 × volumen de la jeringa Y : 1
Retraso entre inyecciones	0 a 100 segundos	0
Lavados pre-inyección	0 a 15	0
Lavados post-inyección	0 a 15	0
Bombeos	0 a 15	0

- **Inject X µL Y times** **X** es la cantidad a inyectar; **Y** es el número de inyecciones a realizar. Si el adaptador de nanolitros está marcado en la pantalla “Injector Configuration”, el rango se convierte en 0,02 a 0,4 x volumen de la jeringa.
- **Delay** Un tiempo de pausa, en segundos, entre inyecciones. Esto se añade al mínimo tiempo de ciclo del hardware.

- *Preinjection washes* Número de veces que la jeringa se lava con disolvente y/o muestra *antes de la primera inyección*. No se realizan lavados antes del resto de inyecciones en una inyección múltiple.
- *Postinjection washes* Número de veces que la jeringa se lava con disolvente *después de la última inyección*. No se realizan lavados después del resto de las inyecciones en una inyección múltiple.
- *Preinjection pumps* Número de veces que se bombea el émbolo de la jeringa antes de tomar la muestra medida. El bombeo se realiza sólo después de la primera inyección en una inyección múltiple.

Valores calculados

El software calcula y muestra:

- En la pantalla del inyector: *Total Producto de X* (volumen por inyección) e *Y* (inyecciones por análisis).
- En la pantalla del inyector: *Estimated total injection time* Tiempo de inyección total estimado, en minutos, para realizar inyecciones múltiples basadas en los parámetros introducidos y en el tiempo del ciclo mecánico del inyector. Incluye *Delay between injections*, los tiempos de espera previos y posteriores al análisis y los retrasos de viscosidad.

Un ejemplo

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

Parámetros generales	
Nombre	Valor
Muestra	Hidrocarburos C ₁₀ a C ₄₄ en hexano
Modo	Eliminación de disolvente
Alineador PTV	Lana de vidrio empaquetada
Volumen de inyección	Una inyección de 10,0 µl (jeringa de 25 µl)
Velocidad de inyección	Rápido
Columna	30 m x 320 µm x 0,25 µm -5, Ref. 19091J-413
Flujo en columna (ml/min)	Flujo constante de 4 ml/min

Parámetros del inyector			
Nombre	Valor	Nombre	Valor
Temp. inicial	40°C	Velocidad 2 (off)	
Tiempo inicial	0,3 min	Presión	15,6 psig
Velocidad 1	720°C/min	Presión de salida	0,0 psig
Temp. final 1	450°C	Flujo de división	100 ml/min
Tiempo final 1	5 min	Tiempo final de la eliminación	0,2 min
Velocidad 2	100°C/min	Tiempo de purga	2,0 min
Temp. final 2	250°C	Flujo de purga	50 ml/min
Tiempo final 2	0 min		

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

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

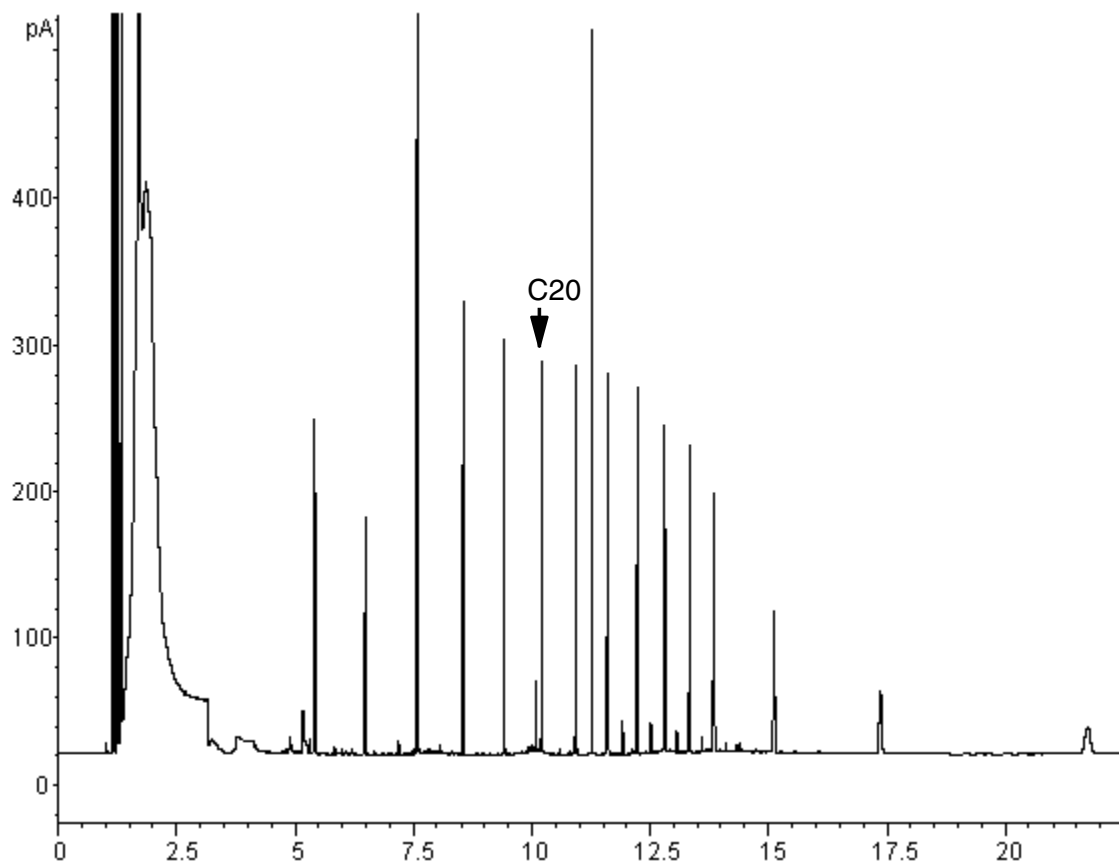


Figura 63 Cromatograma de una inyección de 10 μl

Estos resultados se compararon con un análisis sin división de la misma muestra, que debería producir un 100% de recuperación de todos los analitos. Los datos mostraron que, bajo estas condiciones, los compuestos por encima de C_{20} se recuperaron completamente y la recuperación es independiente del tamaño de la inyección; los compuestos menores a C_{20} se pierden parcialmente con la salida del disolvente.

Posibles ajustes

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

Para eliminar más disolvente

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

Para mejorar la recuperación de los analitos de ebullición baja

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

Un ejemplo—continuación

El ejemplo de inyección individual mostrado en las páginas anteriores deja claro que una inyección de 10 μl no satura el relleno de lana de vidrio del alineador. Esto significa que se pueden realizar inyecciones múltiples de 10 μl .

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

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

Parámetro	Aumento desde	hasta
Tiempo inicial del inyector	0,3 minutos	1,6 minutos
Tiempo final de la eliminación	0,2 minutos	1,5 minutos
Tiempo de purga	2,0 minutos	3,0 minutos
Tiempo inicial del horno	2,5 minutos	3,0 minutos

El resultado se muestra en la Figura 27.

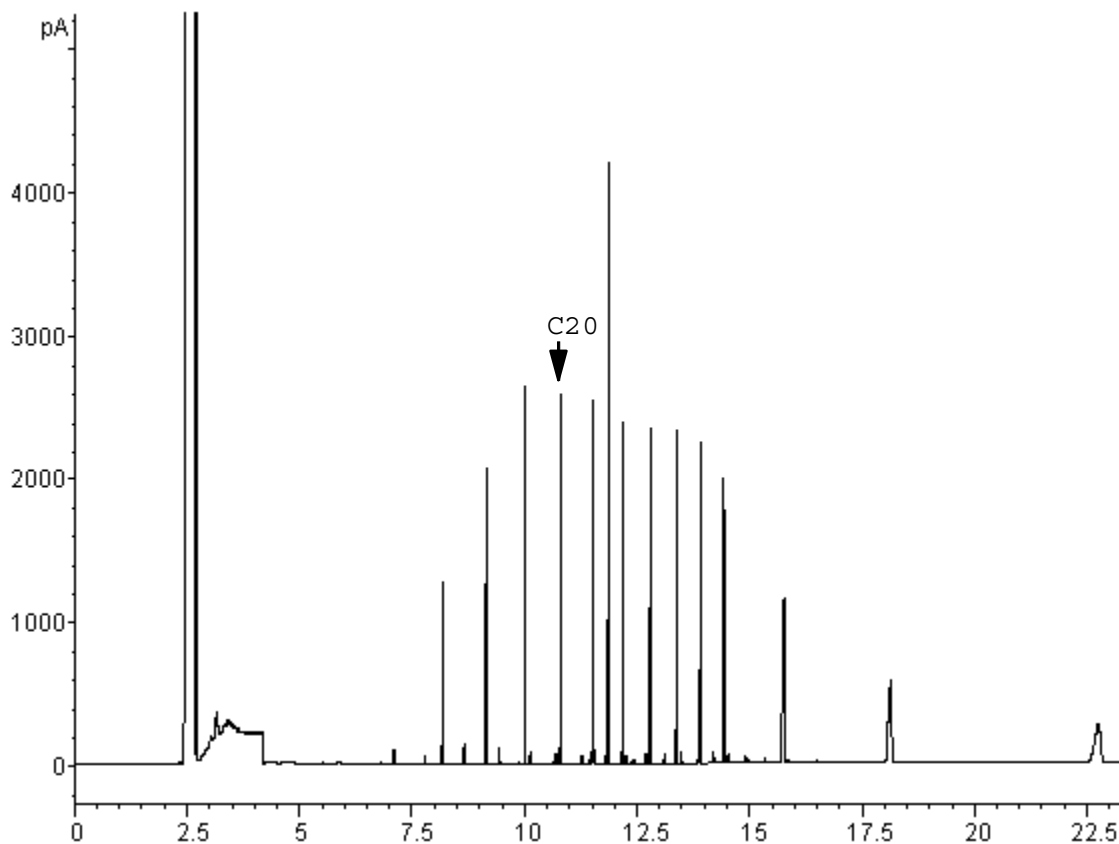


Figura 64 Cromatograma de diez inyecciones de 10 μ l

Mantenimiento del PTV

Adaptadores del inyector

El conector Graphpak™-2M (adaptador del inyector) de la parte posterior del inyector está adecuado al diámetro de la columna. Cuando se vaya a instalar una columna de diferente diámetro, se debe cambiar también el adaptador.

El número del adaptador está inscrito en el lateral de los adaptadores. Seleccionar el diámetro más pequeño adecuado para la columna.

Tabla 48 Adaptadores del inyector

D.I. de columna	Nº de adaptador	Cantidad	Nº Referencia
200 µm	31	1	5182-9754
250 µm	45	1	5182-9761
320 µm	45	1	5182-9761
530 µm	70	1	5182-9762

Procedimiento: Cambio de los adaptadores del inyector

1. Desatornillar la tuerca de la columna del adaptador. Retirar la tuerca y la columna del inyector.
2. Con una llave inglesa de 6 mm, retirar el adaptador del inyector, teniendo cuidado de no perder el sello de plata del interior. Guardar el adaptador para su uso posterior.
3. Seleccionar un adaptador apropiado para la columna que se va a instalar. Insertar un sello de plata nuevo (referencia 5182-9763, paq. de 5) en el adaptador y atornillar este último en el inyector. Utilizar la llave inglesa de 6 mm para apretar el adaptador de 1/16- a 1/8 de vuelta adicional.

No apretar el adaptador en exceso. El inyector puede resultar dañado si se fuerza el adaptador. Si el adaptador presenta alguna fuga, revisar el sello y cambiarlo si fuera necesario.

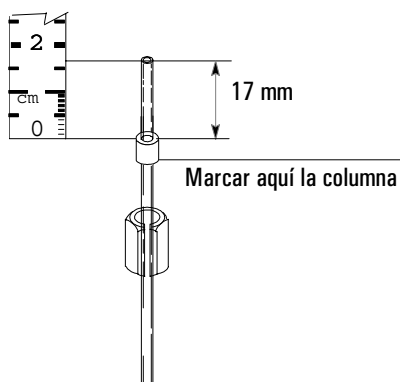
Procedimiento: Instalación de columnas

Las férulas Graphpak-2M están adecuadas al diámetro externo de la columna.

Tabla 49 Columnas y férulas

D.I. de columna	D.I. del orificio de la férula Graphpak	Cantidad	Nº Referencia
200 µm	0,31 mm	10	5182-9756
250µm	0,40 mm	10	5182-9768
320 µm	0,45 mm	10	5182-9769
530 µm	0,70 mm	10	5182-9770

1. Colocar la férula Graphpak apropiada en el extremo del inyector de la columna y empujarlo hasta que quede, como mínimo, a 30 mm del final.
2. Con un cuchillo de vidrio u otro cortador de sílice fundida, cortar unos 10 mm de la columna para eliminar la contaminación de grafito.
3. Colocar la férula de manera que quede a 17 mm desde el extremo de la columna. Hacer una marca pequeña (ej., con Tipex líquido) en la parte posterior de la férula y asegurándose de que la columna está colocada correctamente, introducir el extremo de la columna en el adaptador.



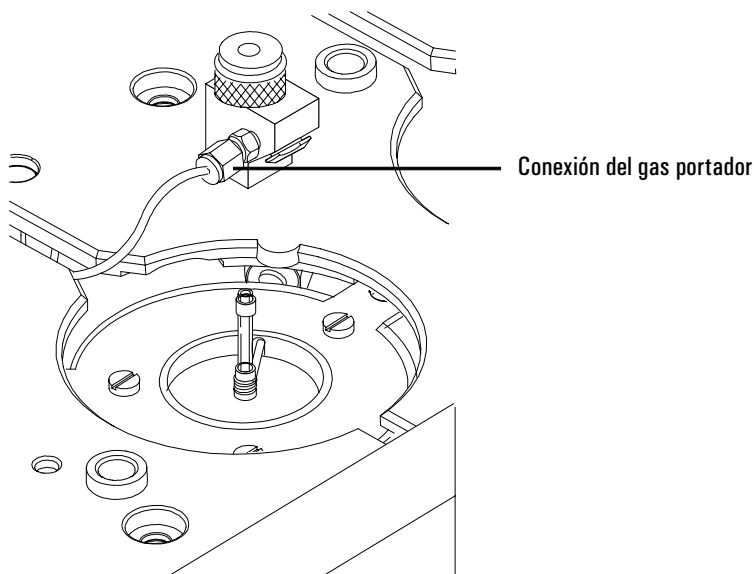
4. Atornillar la tuerca de la columna con la mano. Con una llave inglesa de 5 mm, apretar la tuerca de la columna de 1/8 a 1/4 de vuelta. No sobreapretar.
5. Comprobar las posibles fugas en las conexiones. Si existiera alguna en el adaptador de la columna, apretarlo suavemente con la llave suministrada.

Cabeza sin septum

La cabeza de muestreo utiliza una válvula de control en vez de septum para sellar el paso de entrada de la jeringa. Se puede utilizar con inyecciones manuales o automáticas. Las jeringas deben tener agujas de calibre 23 (consultar [“Fungibles y piezas de recambio”](#)).

Procedimiento: Retirada de la cabeza sin septum

1. Dejar enfriar el horno y el inyector a temperatura ambiente.
2. Desconectar la línea de gas portador.
3. Desatornillar la cabeza sin septum, en sentido contrario a las agujas del reloj.
4. Atornillar la nueva cabeza en el inyector. Apretarla más de 1/8 de vuelta con las manos.

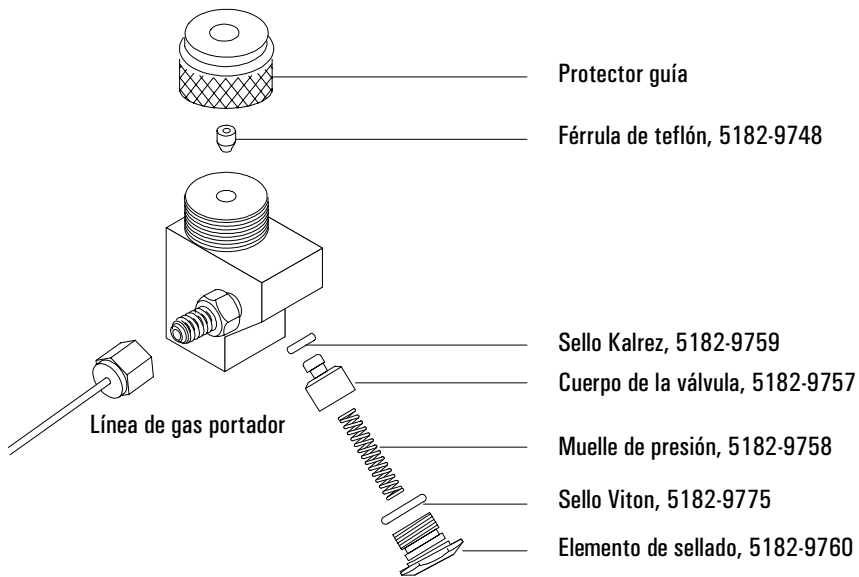


5. Conectar de nuevo la línea de gas portador.
6. Revisar las fugas de todas las conexiones de la cabeza de la muestra. Si fuera necesario, apretarlas otra vez a mano.

Procedimiento: Limpieza de la cabeza sin septum

Los depósitos menores de las mezclas de muestra se pueden recolectar en la cabeza. Partículas de polvo y material abrasivo pueden entrar con la aguja de la jeringa, pudiendo causar fugas. Se recomiendan limpiezas periódicas.

1. Dejar enfriar el horno y el inyector a temperatura ambiente.
2. Desconectar la línea de gas portador y desatornillar la cabeza del inyector.
3. Desatornillar el elemento de sellado de la cabeza. Retirar con cuidado el sello Viton y el muelle de presión.



4. Desatornillar el protector guía de la cabeza y retirar la férula de teflón.

Precaución

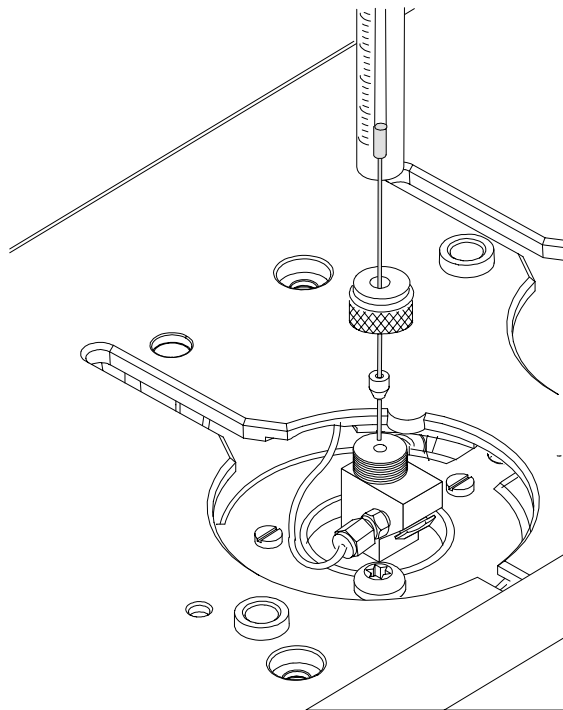
No utilizar objetos afilados para extraer el cuerpo de la válvula—ello podría provocar arañazos que ocasionen fugas.

5. Introducir cuidadosamente en la cabeza una jeringa con una aguja de calibre 23 para presionar el cuerpo de la válvula con el sello Kalrez ligeramente hacia fuera de la cabeza. Golpear cuidadosamente la cabeza contra una superficie suave para que el cuerpo de la válvula caiga completamente o sobresalga bastante para que se pueda sujetar con los dedos.
6. Retirar el sello del cuerpo de la válvula.
7. Limpiar cuidadosamente todos los componentes con hexano.
8. Montar la cabeza en orden inverso. Asegurarse de que se trabaja sin pelusas y que los sellos y el muelle de presión no están dañados.
9. Aprovechar esta ocasión para comprobar la férula de teflón. Si se debe sustituir, consultar las instrucciones en la página [433](#).
10. Revisar las fugas del sistema completo; si fuera necesario, apretar de nuevo cuidadosamente el protector guía con la aguja de la jeringa introducida y/o cambiar el sello Kalrez.

Si existen fugas en la cabeza cuando se introduce una jeringa, el problema reside en la férula de teflón. Si existen fugas en la cabeza cuando no hay ninguna jeringa insertada, se deben cambiar los sellos.

Procedimiento: Cambio de la férula de teflón

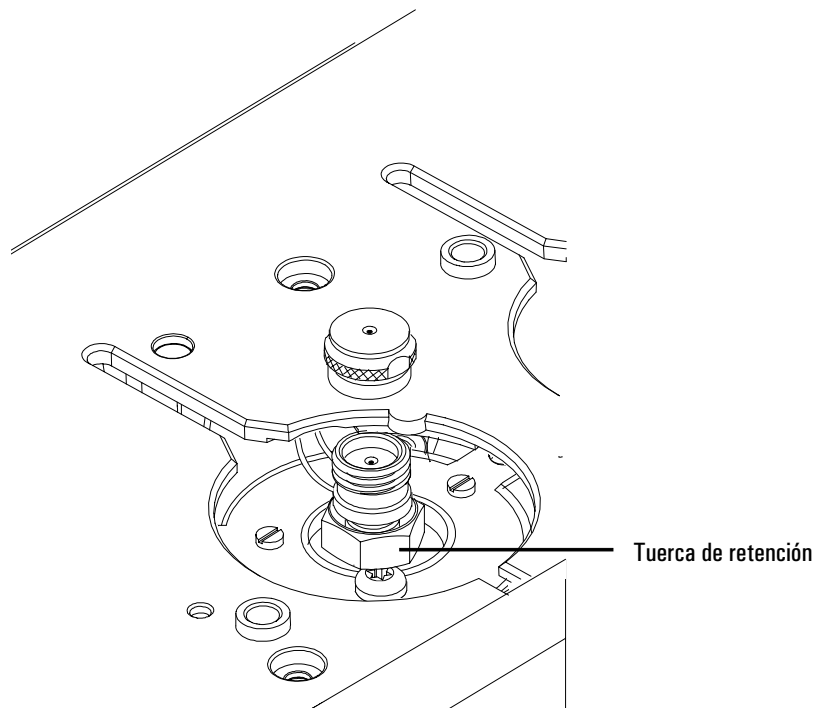
1. Desatornillar el protector guía de la cabeza sin septum y retirar la férula de teflón.



2. Empujar el protector guía y la nueva férula de teflón sobre la aguja de la jeringa hasta exponer por lo menos 10 mm de la aguja.
3. Guiar el extremo de la aguja de la jeringa dentro de la cabeza sin septum hasta que la férula se encuentre con la cabeza sin septum.
4. Apretar el protector guía hasta que se sienta la primera resistencia.
5. Revisar las fugas cuando la aguja de la jeringa se haya introducido completamente.
6. Si fuera necesario, apretar cuidadosamente el protector guía hasta que desaparezcan las fugas del inyector.

Cabeza del septum

La cabeza del septum utiliza un septum regular o un microsello Merlin para sellar el paso de la jeringa. Una corriente de gas limpia el interior del septum y sale a través de la válvula de purga del septum en el módulo de la neumática.



Procedimiento: Retirada de la cabeza del septum

La cabeza del septum se conecta al inyector por medio de una tuerca de retención de giro libre.

1. Dejar enfriar el horno y el inyector a temperatura ambiente.
2. Utilizar una llave inglesa de 5/8" para aflojar la tuerca de retención de la cabeza del septum.

3. Retirar suavemente el dispositivo de la cabeza de septum del inyector. Tener cuidado de no doblar la líneas de 1/16". Para mejorar los resultados, levantar la cabeza para limpiar el inyector y después empujarlo hacia un lado para permitir el acceso.
4. Para volver a instalar la cabeza del septum, alinear con cuidado la cabeza con el inyector y encajar manualmente la tuerca de giro libre en el inyector.
La tuerca debería girar fácilmente en el inyector. Si se nota resistencia, desatornillar la tuerca. Una fuerza excesiva puede dañar irreparablemente el inyector.
5. Apretar la tuerca de retención $\frac{1}{2}$ vuelta con la mano.
6. Comprobar las posibles fugas de todas las conexiones. Si fuera necesario, la tuerca de retención se puede apretar $\frac{1}{4}$ de vuelta adicional para eliminar fugas.

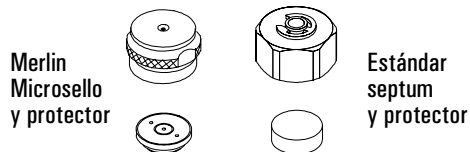
Procedimiento: Cambio del septum

Se puede utilizar un sello normal o un microsello Merlin con la cabeza de septum.

Si la temperatura del inyector se fija por debajo de los 40°C, el microsello Merlin puede no sellar con efectividad. Para temperaturas del inyector por debajo de 40°C, utilizar un septum normal para el sello del inyector.

1. Para cambiar el septum, dejar enfriar el inyector a temperatura ambiente.
2. Utilizando la herramienta del inyector o manualmente, desatornillar el protector del septum o el protector Merlin en sentido contrario a las agujas del reloj. Si la cabeza del septum empieza a girar, sujetarla con la mano mientras se retira el tapón.
3. Retirar el septum o el microsello Merlin, teniendo cuidado para no rayar el interior de la cabeza del septum.

4. Instalar un septum nuevo o microsello Merlin y el protector adecuado.
 Cuando se instale el microsello Merlin, observar que el lado donde las piezas de metal están visibles, se dispongan hacia abajo.



5. Revisar las fugas del protector y apretarlo si fuera necesario.

Alineadores de vidrio del inyector

El alineador es la cámara para depositar la muestra. Hay tres tipos disponibles:

Tabla 50 Alineadores del inyector

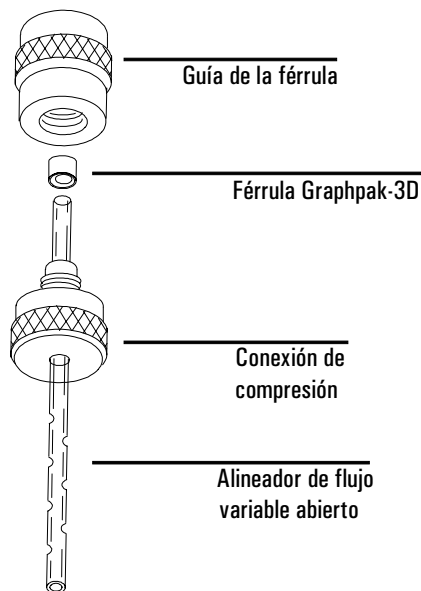
Tipo	Capacidad inyección	Inercia	Cantidad	Ref.
Alineador de flujo variable abierto	Capacidad menor	Más inerte	10	5182-9751
Alineador empaquetado con lana de vidrio silanizada	Capacidad mayor	Menos inerte	10	5182-9752
Alineador no empaquetado, para ser empaquetado por el usuario	Depende del empaquetamiento		10	5182-9753

Tipo	Capacidad inyección	Tipo de vidrio	Relleno con lana vidrio*	Aplicación típica	Ref.
Alineador individual de flujo variable	180 µl	Borosilicato desactivado	Sí	Inyección de gran volumen; no para compuestos extremadamente activos	5183-2038
Alineador individual de flujo variable	200 µl	Borosilicato desactivado	No	Uso general	5183-2036
Alineador múltiple de flujo variable	150 µl	Borosilicato desactivado	No	Compuestos activos, drogas, pesticidas	5183-2037
Alineador de vidrio con frita	150 µl	Borosilicato desactivado	No	Inyección de gran volumen; para todos excepto para los más activos	5183-2041

*Lana de vidrio silanizada 10 g (grado pesticida) Ref.5181-3317

Procedimiento: Cambio de los alineadores

1. Retirar la cabeza del inyector. Ver [“Procedimiento: Retirada de la cabeza sin septum”](#) o [“Procedimiento: Retirada de la cabeza del septum”](#).
2. Sujetar el alineador por la ferrula Graphpak. Retirar el alineador y la ferrula.
3. Desatornillar la herramienta de montaje (Ref. G2617-80540) en dos partes, la guía de la ferrula y la conexión de compresión.



4. Deslizar la conexión de compresión por el extremo más largo del alineador nuevo con las hebras apuntando al extremo del alineador.
5. Colocar una ferrula Graphpak-3D en el mismo extremo del alineador con el extremo de grafito hacia la conexión de compresión. Deslizar la ferrula de tal manera que sobresalgan unos 2 mm del alineador de la ferrula.
6. Deslizar la conexión de compresión hasta encontrar la ferrula. Atornillar la guía de la ferrula suavemente a la conexión de compresión bien a mano.
7. Desatornillar y retirar la guía de la ferrula. Deslizar la conexión de compresión hacia el otro lado del alineador. La ferrula debe estar fijada a 1 mm del alineador expuesto. Comprobar que el grafito dentro la ferrula esté nivelado con la parte superior del collar metálico.

8. Introducir desde arriba el alineador de vidrio en el inyector hasta que el lado no empaquetado de la ferrula se coloque sobre la parte superior del inyector.
9. Sustituir la cabeza de muestreo y conectar de nuevo las líneas, si fuera necesario.
10. Comprobar las posibles fugas de todas las conexiones. Si fuera necesario, apretarlas otra vez a mano.

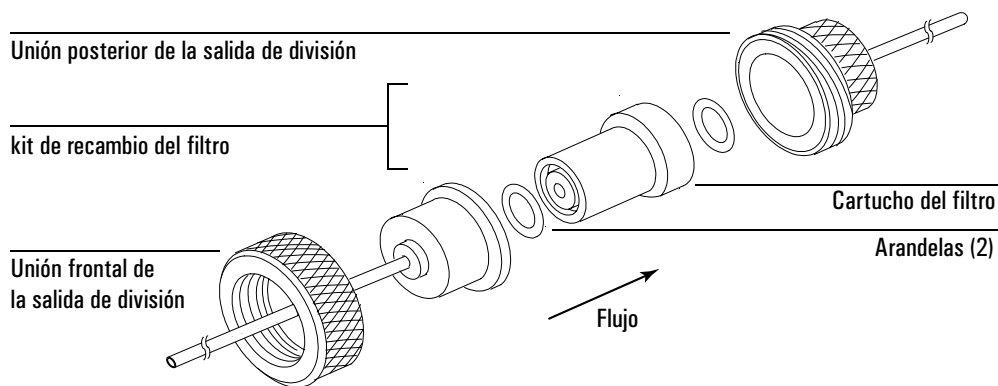
Cambio del cartucho de filtro de la trampa de la salida de división

AVISO

Apagar el horno y el calentador del inyector que utilice la trampa de la salida de división y dejarlos enfriar. Apagar la presión de suministro de gas portador.

La trampa de la salida de división puede contener cantidades residuales de las muestras u otros productos químicos que se hayan analizado en el GC. Seguir los procedimientos de seguridad apropiados para el manejo de este tipo de sustancias mientras se cambia el cartucho de filtro de la trampa.

1. Apagar el inyector y el horno y dejarlos enfriar.
2. Fijar todos los flujos del GC a cero.
3. Retirar la cubierta de la neumática.
4. Levantar la trampa del filtro del soporte de montaje y desatornillarlo.



5. Retirar el cartucho del filtro antiguo y las arandelas y ponerlos nuevos.
6. Colocar la trampa de nuevo.
7. Revisar las fugas.

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Cualquier fuga de las conexiones de gas afecta en exceso a los resultados cromatográficos. El procedimiento siguiente comprueba el sistema de flujo pero no incluye la cámara del inyector. Si se comprueba que esta parte del sistema no tiene fugas, seguir el siguiente procedimiento para revisar el inyector y la cámara.

No se recomiendan los detectores de fugas de líquidos, especialmente en áreas donde la limpieza es muy importante.

Si se usa un fluido para la detección de fugas, aclarar inmediatamente el fluido para eliminar la capa jabonosa.

AVISO

Para evitar los peligros potenciales de descarga eléctrica cuando se utilice el fluido de detección, apagar el GC y desconectar el cable de corriente principal. Tener cuidado de no derramar la disolución de fugas sobre los cables eléctricos, especialmente sobre los del calentador del detector.

Materiales necesarios:

- Detector electrónico de fugas con capacidad para detectar el tipo de gas o líquido de detección de fugas. Si se está utilizando un fluido de detección, eliminar el exceso cuando se haya completado el test.
 - Dos llaves inglesas de 7/16"
1. Comprobar las fugas de todas las conexiones con el detector de fugas.
 2. Corregir las fugas apretando las conexiones. Realizar de nuevo el test; continuar apretando hasta que todas ninguna conexión tenga fugas.

Procedimiento: Detección de las fugas del inyector PTV

Muchas partes del inyector pueden ser fuente de fugas. Este procedimiento permite determinar, en general, si hay una fuga inaceptable en el inyector. Entonces, se debe utilizar un detector de fugas electrónico para indicar el componente que está fugando.

AVISO

¡Cuidado! El horno y/o inyector pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras.

Materiales necesarios:

- Férrula maciza
- Llave inglesa de 7/16"
- Guantes (si el inyector está caliente)
- Llave de la tuerca del septum (Ref. 19251-00100)
- Llave inglesa de 9/16"
- Protector SWAGELOK de 1/8"
- Flujómetro

1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
- Apagar el horno.
- Dejar enfriar el horno y el inyector a temperatura ambiente.
- Cerrar la presión del inyector.
- Retirar la columna, si está instalada, y cerrar la conexión de la columna con la tuerca y una férrula maciza.
- Retirar el septum antiguo y cambiarlo por uno nuevo. Consultar las instrucciones en ["Procedimiento: Cambio del septum"](#).

2. Retirar la columna de la conexión del inyector desde el interior del horno.
3. Si hay una cabeza del septum instalada y la calidad del septum (o microsello) y de la ferrula Graphpak-3D del alineador de vidrio se desconocen, cambiarlas también.
4. Tapar la conexión con la columna del inyector y la salida de purga del septum (sólo la cabeza del septum). Utilizar una ferrula maciza (no con agujero) tipo Vespel de 1/8" (Ref. 0100-1372) y 1/16" (Ref. 5181-7458) con una tuerca Swagelok de 1/8" (Ref. 5180-4103) y una tuerca de columna capilar.

Como protector alternativo, se puede utilizar un protector Swagelok de 1/8" para tapar la salida de purga del septum. Para tapar la conexión con la columna del inyector, se puede utilizar una tuerca de columna capilar con un trozo sólido de alambre del tamaño de una horquilla de papel y una ferrula de grafito de DI 0,5 mm.

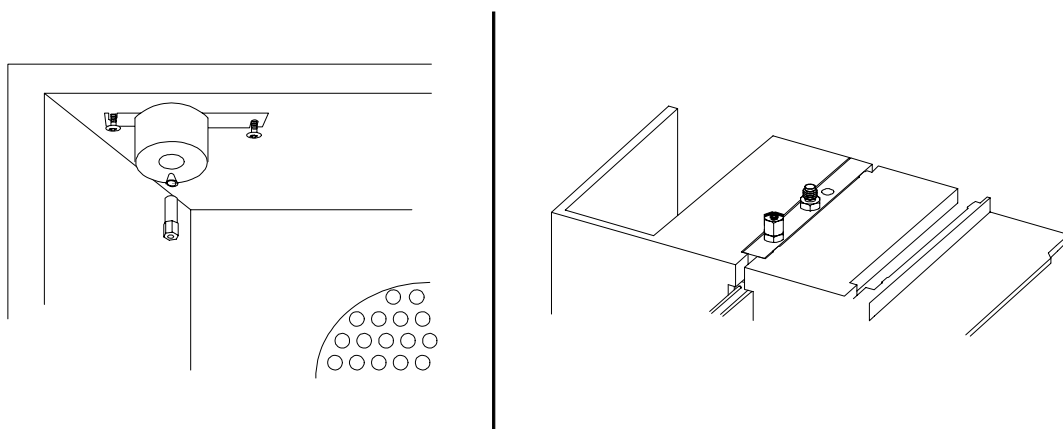


Figura 65 Protección de la base del inyector y la salida de purga del septum

5. Asegurarse de que la presión de suministro de gas portador es como mínimo de 35 psi. La presión de suministro de portador debe ser siempre, como mínimo, 10 psi superior a la presión del inyector deseada.
6. Configurar el inyector para el test. Pulsar [Front Inlet] (o [Back Inlet]) y:
 - Fijar el inyector a “Split Mode”.
 - Configurar la columna a longitud 0. Pulsar [Config] [Column 1] o [Config] [Column 2] e introducir “0” en la primera columna del campo “Dim”.
 - Fijar el flujo total del inyector a 60 ml/min.
 - Fijar la presión a 25 psi.
 - Fijar la temperatura operativa normal del inyector.

7. Esperar unos 15 segundos a que se equilibre.

Si no se puede alcanzar la presión, puede ser por la existencia de una fuga grande en el sistema o porque la presión de suministro no sea suficientemente alta.

8. Apagar la presión del inyector.

Pulsar [Front Inlet] (o [Back Inlet]), desplazarse al campo “Pressure” y pulsar [Off]. Se cerrarán el controlador de flujo y las válvulas de presión posteriores.

9. Observar la lectura “Actual” de la pantalla y controlar la presión durante 10 minutos.
 - Si se produce una pérdida de presión menor a 0,5, se puede considerar el sistema como libre de fugas.
 - Si la pérdida de presión es mucho mayor de 0,5 psi, es que existe una fuga que debe ser corregida. Observar que se puede reducir un poco el tiempo de comprobación de fugas basándose en el volumen interno del inyector que cambia según el tipo de alineador utilizado (volúmenes pequeños = tiempos de comprobación de fugas más cortos). Ver [“Corrección de fugas”](#).

10. Cuando se considere que el sistema es hermético, se deben retirar los protectores de las conexiones, instalar la columna, configurar sus dimensiones y fijar la presión y velocidad de flujo deseadas.

Corrección de fugas

Utilizar un detector de fugas electrónico para comprobar todas las áreas del inyector y las conexiones que sean fuentes potenciales de fugas.

Apretar las conexiones sueltas para corregir las fugas, si fuera necesario. Puede ser necesaria la repetición del test de fugas.

Si la caída de presión es actualmente de 0,5 psi o menor, se puede considerar el sistema libre de fugas. Si la presión cae más rápido de lo aceptable, seguir buscando fugas y repetir el test de presión.

Puntos potenciales de fugas

Cuando se compruebe un sistema de inyección, se deben observar las siguientes áreas.

En el horno

- Asegurarse de que la base del inyector esté correctamente tapada.

En el inyector

- Septum (sólo la cabeza del septum)
- Sello inferior en la base del inyector
- Férrula del alineador del inyector
- Conexiones del gas portador, purga del septum (sólo la cabeza del septum)

A nivel del módulo EPC

- Arandelas de detrás de bloque por donde entran en el módulo las líneas de la neumática del inyector
- Protector de la purga del septum (sólo la cabeza del septum)
- Arandelas para la trampa química
- Arandelas de las conexiones

Fungibles y piezas de recambio

Descripción	Cantidad	Nº Referencia
Dispositivo de la cabeza sin septum	1	G2617-60507
Kit de mantenimiento	1	5182-9747
Cuerpo de la válvula	1	5182-9757
Muelle de presión	1	5182-9758
Sello Kalrez	1	5182-9759
Guía de teflón	1	5182-9748
Elemento de sellado	1	5182-9760
Férrula Graphpak-3D para alineadores	5	5182-9749
Herramienta de montaje de férrulas Graphpak-3D	1	G2617-80540
Alineador individual de flujo variable	1	5183-2038
Alineador individual de flujo variable	1	5183-2036
Alineador múltiple de flujo variable	1	5183-2037
Alineador de vidrio con frita		5183-2041
Adaptador del inyector Graphpak-2M, D.I. de columna de 0,2 mm	1	5182-9754
Adaptador de inyector Graphpak-2M, D.I. de columna 0,32/0,25	1	5182-9761
Adaptador del inyector Graphpak-2M, D.I. de columna de 0,53 mm	1	5182-9762
Sello de plata para el adaptador del inyector Graphpak-2M	5	5182-9763
Tuerca para adaptadores del inyector Graphpak	5	5062-3525
Férrulas para adaptador del inyector Graphpak-2M, D.I. de columna 0,2 mm	10	5182-9756
Férrulas para adaptador del inyector Graphpak-2M, D.I. de columna 0,25 mm	10	5182-9768
Férrulas para adaptador del inyector Graphpak-2M, D.I. de columna 0,32 mm	10	5182-9769
Férrulas para adaptador del inyector Graphpak-2M, D.I. de columna 0,53 mm	10	5182-9770

más >

Descripción	Cantidad	Nº Referencia
Jeringas		
5 µl, aguja fija calibre 23	1	9301-0892
10 µl, aguja fija calibre 23	1	9301-0713
10 µl, émbolo con punta de teflón, aguja fija calibre 23	1	5181-8809
10 µl, émbolo con punta de teflón, aguja recambiable calibre 23	1	5181-8813
25 µl, émbolo con punta de teflón, aguja fija calibre 23	1	5183-0316
25 µl, émbolo con punta de teflón, aguja recambiable calibre 23	1	5183-0317
50 µl, émbolo con punta de teflón, aguja fija calibre 23	1	5183-0318
50 µl, émbolo con punta de teflón, aguja recambiable calibre 23	1	5183-0319
Septa y sellos		
Kit de microsellos Merlin (protector + 1 microsello)	1	5182-3442
Microsello Merlin de repuesto	1	5182-3444
Septa de 11 mm, rojo	25	5181-1263

18 Interfase de volátiles

Utilización de la interfase de volátiles

Modo con división

Introducción a la neumática

Utilización de la tabla de control

Parámetros de operación

Relación de "split" (división)

Procedimiento: Operación en modo "split" (con división) con una columna definida

Procedimiento: Operación en modo "splitless" (sin división) con una columna no definida

Modo sin división

Introducción a la neumática

Utilización de la tabla de control

Parámetros de operación

Procedimiento: Operación en modo "splitless" (sin división)

Modo directo

Introducción a la neumática

Preparación de la interfase para introducir la muestra directamente

Procedimiento: Desconexión de la línea de salida de división

Procedimiento: Configuración de una inyección directa

Utilización de la tabla de control

Parámetros de operación

Procedimiento: Operación en modo "direct" (directo)

Mantenimiento de la interfase de volátiles

Procedimiento: Instalación de columnas

Procedimiento: Cambio o limpieza de la interfase

Cambio del cartucho de filtro de la trampa de la salida de división

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Procedimiento: Test de fugas del sistema

Procedimiento: Preparación de la interfase para el test de fugas

Procedimiento: Corrección de fugas

Conexión a un muestreador de gas externo

Procedimiento: Conexión del muestreador con espacio de cabeza 7694

Procedimiento: Conexión del concentrador de purga y trampa 7695

Interfase de volátiles

Utilización de la interfase de volátiles

La interfase de volátiles proporciona un modo sencillo y fiable para la introducción de muestras de gas en el cromatógrafo de gases (GC) desde un dispositivo externo (muestreadores con espacio de cabeza, purga y trampa o de tóxicos del aire). La interfase tiene un volumen pequeño y es altamente inerte, lo que asegura una alta sensibilidad y resolución para aplicaciones que requieren una detección a nivel de traza.

El flujo total en la interfase se mide mediante un sensor de flujo y se divide en dos corrientes. Una corriente se conecta al regulador de purga del septum; la otra a un bloque de fritas. En el bloque, el flujo se divide de nuevo. La primera corriente llega al muestreador de fase gaseosa y desde ahí se introduce en la interfase. La segunda corriente, llamada línea detectora de presión, pasa a través del bloque de fritas y se mide por un sensor de presión. Esta corriente también proporciona un flujo constante a la interfase.

Hay tres modos operativos—con división, sin división y directo. La neumática varía en cada modo operativo y se describe detalladamente en [“Modo con división”](#), [“Modo sin división”](#) y [“Modo directo”](#). En la [Tabla 51](#) se resumen algunas cuestiones que deben considerarse cuando se selecciona el modo operativo. También se muestran las especificaciones para la interfase.

Tabla 51 Introducción a la interfase de volátiles

Modo	Tipo de muestra (concentración)	Muestra a columna	Comentarios
División	Alta	Muy poca, la mayoría se pierde	
Sin división (splitless)	Baja	Toda	Se puede cambiar al modo con división electrónicamente.
Direct (Directa)	Baja	Toda	Debe desconectar físicamente la salida de división, conectar la interfase y configurar de nuevo el GC. Maximiza la recuperación de la muestra y elimina la posibilidad de contaminación del sistema neumático.

Especificaciones	
Paso de flujo tratado con Silcosteel®	
Volumen	32 µl
Dimensiones internas:	2 mm por 10 mm
Flujo total máximo a la interfase:	100 ml/min
Rango de división:	Dependiente del flujo en columna Generalmente no división a 100:1
Rango de temperatura:	10°C por encima de la ambiente (con el horno a temperatura ambiente) a 400°C
Temperatura recomendada:	≥ temperatura de la línea de transferencia del dispositivo de muestreo externo

Modo con división

Al introducir una muestra en modo “split”, una pequeña cantidad de la misma entra a la columna pero la mayor parte sale por la salida de división. El usuario controla la relación entre el flujo de división y el flujo en columna. Este modo se usa principalmente para muestras de concentración alta cuando se puede afrontar la pérdida de parte de la muestra y para muestras que no se puedan diluir.

Introducción a la neumática

Durante las fases de pre-análisis de muestreo, y después del muestreo, el flujo total en la interfase es medido por el sensor de flujo y controlado por una válvula de partición. El flujo en la cabeza de columna está regulado por retropresión. La presión se detecta a partir de la válvula de partición.

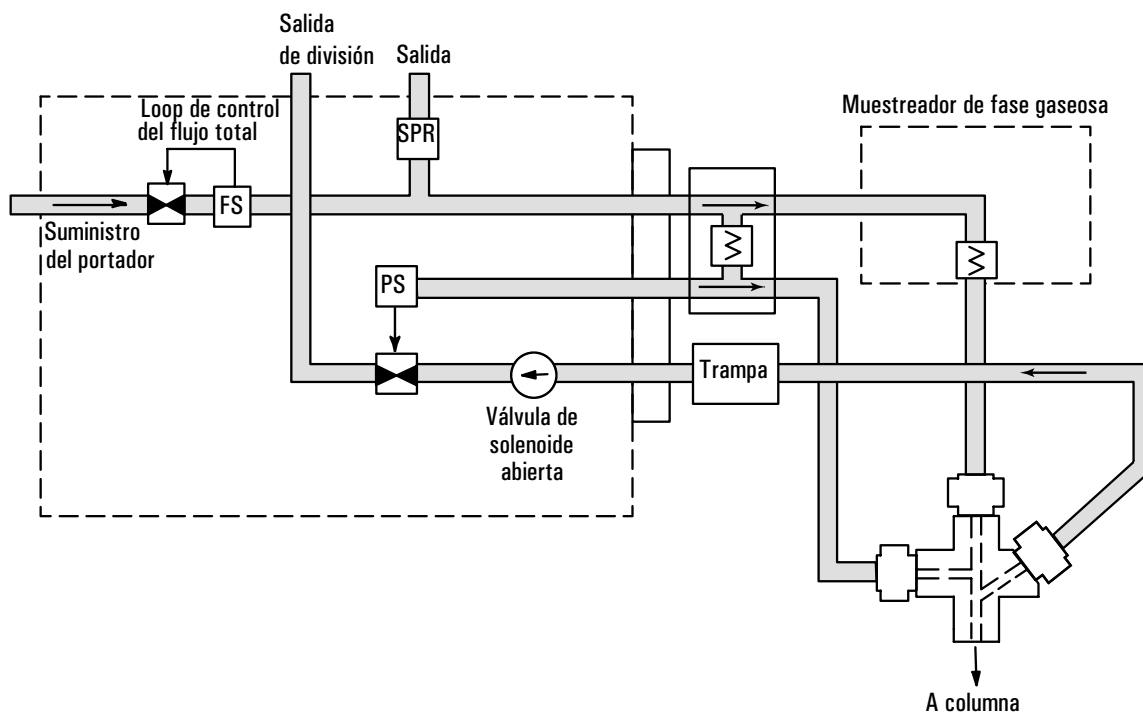


Figura 66 Neumática: Modo con división Modo “Splitless” (sin división): Sin utilizar o después del muestreo

Utilización de la tabla de control

Mode: Modo operativo actual—con división

Temp Temperatura de la interfase actual y seleccionada

Pressure Presión actual y seleccionada de la interfase

Split ratio Relación entre el flujo con división y el flujo en columna.
 El flujo en columna se fija en la columna 1 o 2 de la tabla de control.
 Este parámetro no está disponible si la columna es no definida.

Split flow Flujo, en ml/min, en la salida con división. Este parámetro no está disponible si la columna es no definida.

Total flow Flujo total en la interfase, seleccionado y actual.

Columna definida

BACK INLET (VI)		
Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Split ratio	100	
Split flow	76.6	
Tot flow	80.3	80.3
Gas saver	0n	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.00	

Columna no definida

BACK INLET (VI)		
Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Tot flow	79.1	79.1

Algunos valores son interdependientes. Si se cambia un valor, los otros también se deben cambiar para compensar.

Tabla 52 Parámetros de la neumática en modo “split” (con división)

Columna definida	
Cuando se cambia:	Estos valores cambian:
Presión	Flujo en columna* Flujo de división Flujo total
Flujo en columna*	Presión Flujo de división Flujo total
Flujo de división	Relación de “split” (división) Flujo total
Relación de “split” (división)	Flujo de división Flujo total
Flujo total	Flujo de división Relación de “split” (división)

*Este valor aparece en la tabla de control de la columna.

Columna no definida

Los parámetros para el flujo en columna, flujo de división y relación de división, no están disponibles.

Se pueden cambiar los parámetros del flujo total y la presión sin afectar a los demás.

Parámetros de operación

Utilizar la información de la [Tabla 53](#) como ayuda para la configuración de las condiciones operativas de la interfase.

Tabla 53 Parámetros de operación en modo “split” (con división)

Parámetro	Rango permitido	Valor inicial recomendado
Tiempo inicial del horno	0 a 999.9 minutos	Después de introducir la muestra en la columna
Temperatura de la interfase	Ambiente + 10°C a 400°C	≥ Temperatura de la línea de transferencia
Tiempo del ahorro de gas	0 a 999.9 minutos	Después de introducir la muestra en la columna
Flujo de ahorro de gas	15 a 100 ml/min	15 ml/min mayor que el flujo máximo en columna

Relación de “split” (división)

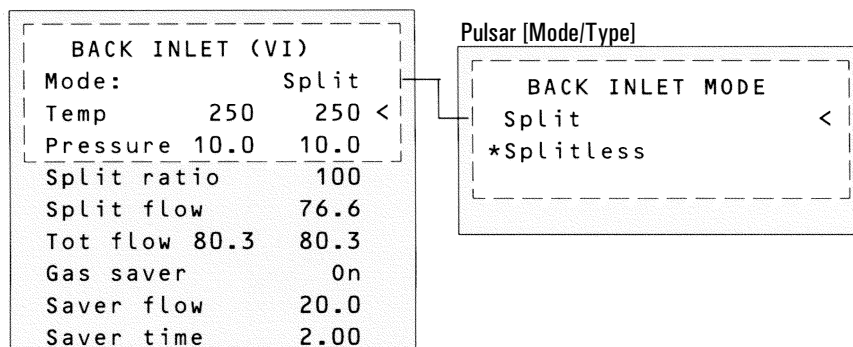
Debido al pequeño volumen interno de la interfase, el flujo máximo total en la interfase es de 100 ml/min. Este flujo máximo impone algunas restricciones sobre la relación con división que se puede fijar.

Tabla 54 Relación de división

Diámetro de la columna (μm)	Flujo en columna (ml/min)	Relación de división máxima	Flujo total (ml/min)
200	1	100:1	100
530	5	20:1	100

Procedimiento: Operación en modo “split” (con división) con una columna definida

1. Comprobar que la línea de salida con división está conectada a la interfase. Comprobar que la tabla de control [Config][Inlet] muestra “split plumbed”.
2. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver [“Control del flujo y la presión”](#).
3. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet].



- a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Split.
- b. Fijar la temperatura de la interfase.
- c. Si se desea una relación de división específica, desplazarse a Split ratio e introducir el valor. El flujo de división se calcula y fija automáticamente.
- d. Si se desea un flujo con división específico, desplazarse a Split flow e introducir el valor. La relación de división se calcula y fija automáticamente.
- e. Si se quiere, activar Gas saver. Fijar el Saver time después de haber introducido la muestra.
- f. Si el ahorrador de gas está activado, asegurarse de que Auto prep run está encendido (ver la página [287](#)) o utilizar la tecla [Prep Run] antes de la introducción de la muestra.

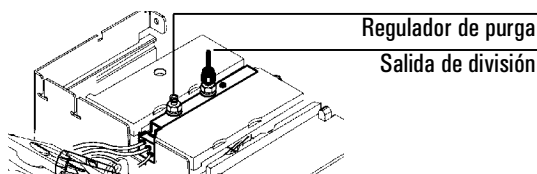
Relación de división =
Flujo de división
Flujo en columna

Procedimiento: Operación en modo “splitless” (sin división) con una columna no definida

1. Comprobar que la salida con división esté conectada a la interfase.
Comprobar que la tabla de control [Config][Inlet] muestra “split plumbed”.
2. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver [“Control del flujo y la presión”](#).
3. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet].

BACK INLET (VI)			
Mode:		Split	
Temp	250	250	<
Pressure	10.0	10.0	
Tot flow	79.1	79.1	

- a. Fijar la temperatura.
- b. Fijar el flujo total de la interfase. Medir el flujo que sale por la salida con división utilizando un flujómetro.
- c. Restar el flujo de salida con división del `flujo total`. Restar el flujo de purga del septum (consultar [“Purga del septum”](#) para flujos nominales de purga del septum).
- d. Calcular la relación de división. Ajustarlo lo necesario.

**Parte frontal del GC**

Modo sin división

Cuando se introduce una muestra, la válvula solenoide permanece cerrada mientras la muestra entra en la interfase y se transfiere a la columna. En un momento especificado después de que la muestra se haya introducido, la válvula solenoide se abre.

Introducción a la neumática

Antes del pre-análisis, cuando el GC se está preparando para la introducción de la muestra, el flujo total en la interfase es medido por un sensor de flujo y controlado por una válvula de partición. El flujo en columna se controla mediante la regulación de la retropresión. Ver la [Figura 67](#).

Durante el proceso de muestreo, los desarreglos de la presión provocados por el intercambio entre válvulas en el dispositivo de muestreo externo pueden causar fluctuaciones en las velocidades de flujo de la columna. Para compensar este efecto, la interfase tiene el flujo controlado durante el tiempo de muestreo. La velocidad de flujo de muestreo se calcula a partir del valor de presión que esté activo cuando se inicie la introducción de la muestra. Este control de flujo comienza cuando el GC está en el estado de pre-análisis (cuando el instrumento sea automatizado y la luz Pre Run esté encendida, o durante el funcionamiento manual cuando se pulsa [Prep Run]) y finaliza después de que el valor `Sampling end` de la interfase haya acabado.

Durante el periodo de muestreo especificado por el usuario, la válvula solenoide permanece. El flujo en la interfase es medido por un sensor de flujo y controlado por una válvula de partición. Ver la [Figura 67](#).

Después de la finalización del muestreo, la válvula solenoide se abre. El flujo en la interfase es medido de nuevo por un sensor de flujo y controlado por una válvula de partición mientras que el flujo en columna es controlado mediante la regulación de retropresión. El flujo de purga es controlado por el usuario. Si se quiere, el ahorro de gas se puede activar al final del análisis. Ver la [Figura 67](#).

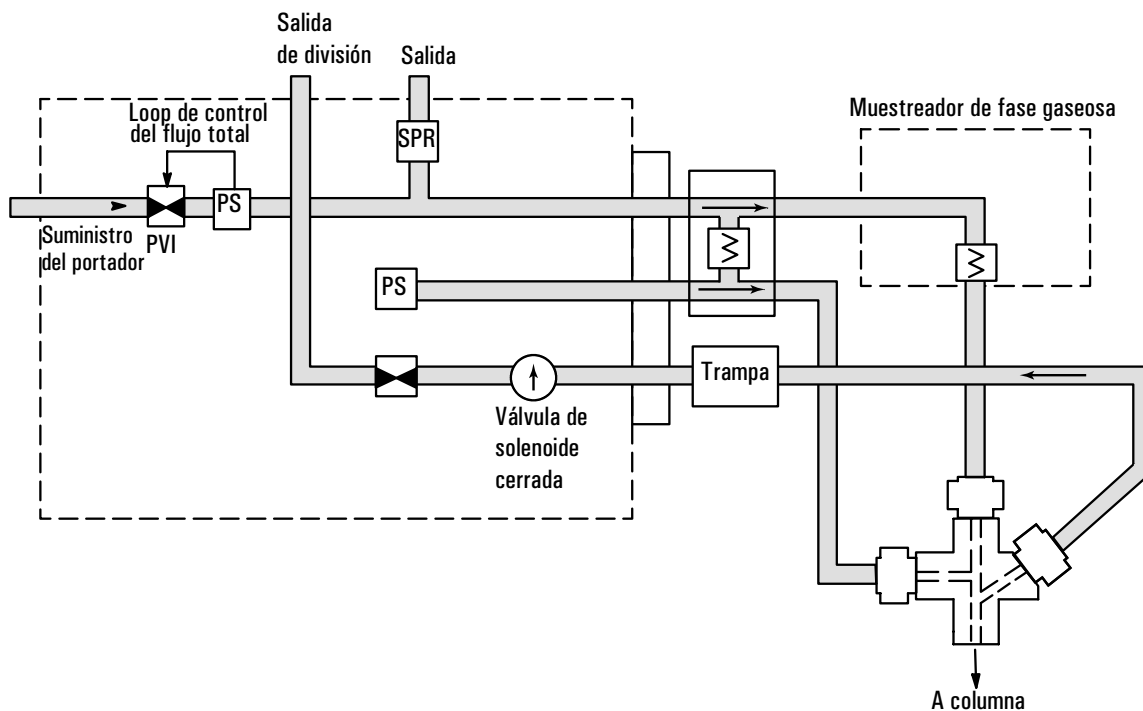


Figura 67 Neumática del modo “splitless” (sin división): comienza en el pre-análisis hasta el final del muestreo (*introducción de la muestra en curso*)

Utilización de la tabla de control

Mode: Modo operativo actual—sin división

Temp Temperatura de la interfase actual y seleccionada

Sampling end Intervalo de introducción de la muestra, en minutos.

La velocidad de flujo se calcula a partir del valor de presión que esté activo al comienzo de la introducción de la muestra.

Fijar el valor final de muestreo 0,2 minutos más del tiempo que necesita el inyector para introducir la muestra. Por ej., el muestreador de espacio de cabeza 7694 tiene un parámetro de tiempo de inyección que controla el tiempo que permanece la válvula en posición de inyección. Si el tiempo inyección es 1 min, el valor final se debe fijar a 1,2 min. Si se utiliza un Concentrador de purga y trampa 7695, fijar el valor final 0,2 minutos más que el valor de "Desorb time".

Si la columna está definida y se especifica un programa de flujo o presión para la misma, la rampa no comienza hasta que el valor final de muestreo haya pasado.

Pressure Presión de la interfase actual y seleccionada en psi, bar o kPa.

Purge time Momento, después del inicio del análisis, cuando se reanuda la purga.

Purge time (El tiempo de purga) debe ser superior al del **Sampling end** (final del muestreo).

Purge flow Flujo, en ml/min, en la salida de división en el tiempo de purga. Si se utiliza una *columna no definida*, este valor no es accesible ni se puede especificar.

Total flow Cuando la columna es definida, **Total flow** muestra el flujo actual de la interfase. No se puede introducir un valor. Si la columna es no definida, **Total flow** tendrá el valor seleccionado y el actual durante el tiempo de purga. En los demás casos, se muestra el flujo actual de la interfase.

Columna definida

BACK INLET (VI)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Sampl'g end	1.00	
Pressure	10.0	10.0
Purge time	4.00	
Purge flow	15.0	
Total flow	77.6	
Gas saver	On	
Saver flow	20.0	
Saver time	8.00	

Columna no definida

BACK INLET (VI)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Sampl'g end	1.50	
Pressure	10.0	10.0
Purge time	0.75	
Tot flow	77.6	77.6

Algunos parámetros del sistema de flujo son interdependientes. Si se cambia un valor, los otros también se deben cambiar para compensar.

Tabla 55 Parámetros de la neumática en modo “splitless” (sin división)

Columna definida	
Cuando se cambia:	Se cambian estos valores:
Purga	
Flujo de purga	Flujo total**
Presión	Flujo total** Flujo en columna*
Flujo en columna*	Presión Flujo total**
Antes y después del muestreo, no purga	
Presión	Flujo en columna* Flujo total**
Flujo en columna*	Presión Flujo total**
Durante el muestreo: No se pueden cambiar los valores de presión y flujo durante el tiempo de muestreo.	

*Este valor aparece en la tabla de control de la columna.

**Este valor es sólo actual.

Columna no definida

Purga: Se pueden cambiar los valores de la presión y el flujo total; no afecta a otros valores.

Antes y después del muestreo, sin purga: Se puede cambiar el valor de la presión; no afecta a los demás parámetros.

Durante el muestreo: No se pueden cambiar los valores de presión y flujo durante el muestreo.

Parámetros de operación

Un proceso de inyección sin división con éxito consiste en los siguientes pasos:

1. Introducir una muestra de gas en la interfase calentada.
2. Utilizar una temperatura del horno baja mientras la muestra se reúne en la cabeza de columna.
3. Fijar el tiempo final de muestreo para permitir que la muestra al completo se extraiga del inyector.
4. Fijar el tiempo de purga para que toda la muestra se haya recogido en la columna.
5. Iniciar el programa de temperatura del horno.

Tabla 56 Parámetros de operación en modo “splitless” (sin división)

Parámetro	Rango permitido	Valor inicial recomendado
Tiempo inicial del horno	0 a 999,9 minutos	≥ Tiempo de purga de la interfase
Temperatura de la interfase	Ambiente + 10°C a 400°C	≥ Temperatura de la línea de transferencia
Final del muestreo de la interfase	0 a 999,9 minutos	0,2 minutos más largo que el tiempo de introducción
Tiempo de purga de la interfase	0 a 999,9 minutos	
Tiempo del ahorro de gas	0 a 999,9 minutos	Debe ser después del tiempo de purga
Flujo de ahorro de gas	15 a 100 ml/min	15 ml/min mayor que el flujo máximo en columna

Procedimiento: Operación en modo "splitless" (sin división)

Estas instrucciones se aplican a columnas tanto *definidas* como *no definidas*.

1. Comprobar que la línea de salida con división está conectada a la interfase. Comprobar que la tabla de control [Config][Inlet] muestra "split plumbed".
2. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente.
3. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet].
 - a. Ir a Mode: y pulsar [Mode/Type]. Seleccionar Splitless.
 - b. Fijar la temperatura de la interfase y un tiempo final de muestreo.

Columna definida

BACK INLET (VI)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Sampl'g end	1.5	
Pressure	10.0	10.0
Purge time	1.75	
Purge flow	15.0	
Total flow	77.6	
Gas saver	On	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.00	

Columna no definida

BACK INLET (VI)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Sampl'g end	1.50	
Pressure	10.0	10.0
Purge time	0.75	
Tot flow	77.6	77.6

Si se está utilizando el sistema de ahorro de gas, fijar el tiempo después del tiempo de flujo de purga.

- c. Si la columna es definida, introducir un tiempo y flujo de purga. Activar el ahorrador de gas si se quiere. Fijar el tiempo del Gas Saver *posterior* al tiempo de purga e introducir un flujo del ahorrador de gas.
 - d. Si la columna no está definida, introducir un tiempo de purga (el flujo de purga no está disponible). Fijar el flujo total mayor que la suma del flujo de columna y el flujo de purga del septum (unos 6 ml/min) para garantizar un flujo en columna.
4. Asegurarse de que Auto Prep Run está activado (ver la página [287](#)) o utilizar la tecla [Prep Run] antes de la introducción de la muestra.

Modo directo

La introducción de la muestra directa permite una transferencia cuantitativa de analitos sin riesgo de contaminación del sistema de la neumática. Proporciona la sensibilidad requerida para el análisis de tóxicos del aire. El volumen muerto mínimo de la interfase también elimina la interacción potencial de los solutos con superficies activas, de difícil barrido.

Para trabajar en modo directo, se debe desconectar físicamente la salida con división y configurar de nuevo el GC. Las instrucciones de realización de estos procedimientos se describen en [“Conexión a un muestreador de gas externo”](#).

Introducción a la neumática

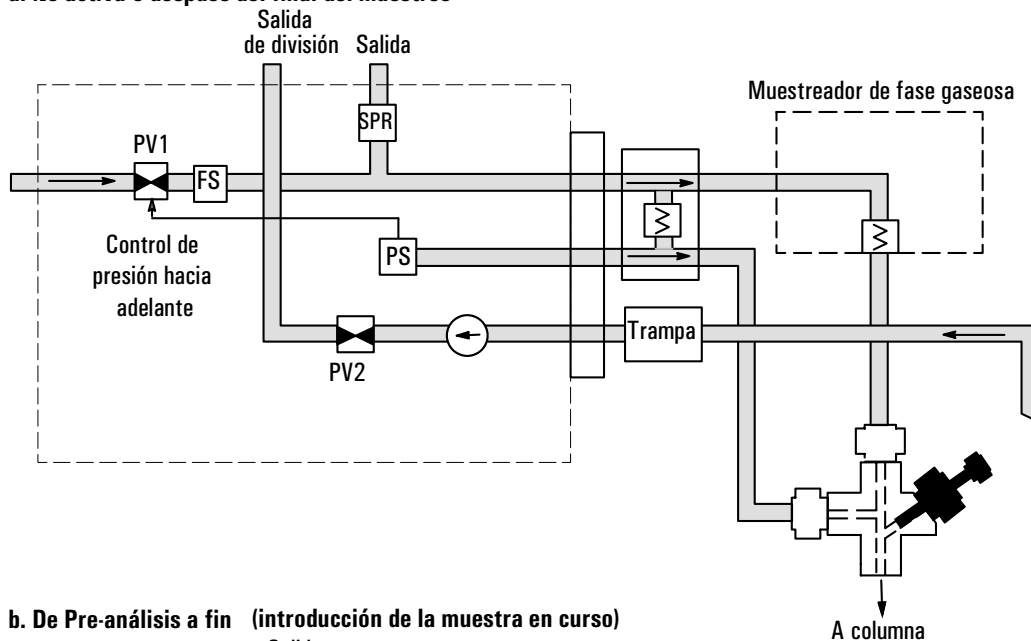
Antes del pre-análisis, la interfase tiene la presión hacia delante controlada; la presión se mide al pasar por la válvula de partición del flujo. Ver la [Figura 68a](#).

Durante el muestreo, los desarreglos de presión provocados por el intercambio de las válvulas en el dispositivo de muestreo externo pueden causar fluctuaciones en la velocidad de flujo de la columna. Para compensar este efecto, la interfase tiene el flujo controlado durante el tiempo de muestreo. La velocidad de flujo de muestreo se calcula a partir del valor de presión que esté activo cuando se inicie la introducción de la muestra. Este control de flujo comienza cuando el GC está en el estado de pre-análisis (cuando el instrumento sea automatizado y la luz Pre Run esté encendida, o durante el funcionamiento manual cuando se pulsa [Prep Run]) y finaliza después de que el valor `Sampling end` de la interfase haya acabado.

El flujo en la interfase es medido por un sensor de flujo y controlado por una válvula de partición. Ver la [Figura 68b](#).

Después del final del muestreo, más adelante, la interfase es de presión controlada; la presión se mide al paso por la válvula de partición. Ver la [Figura 68a](#).

a. No activa o después del final del muestreo



b. De Pre-análisis a fin (introducción de la muestra en curso)

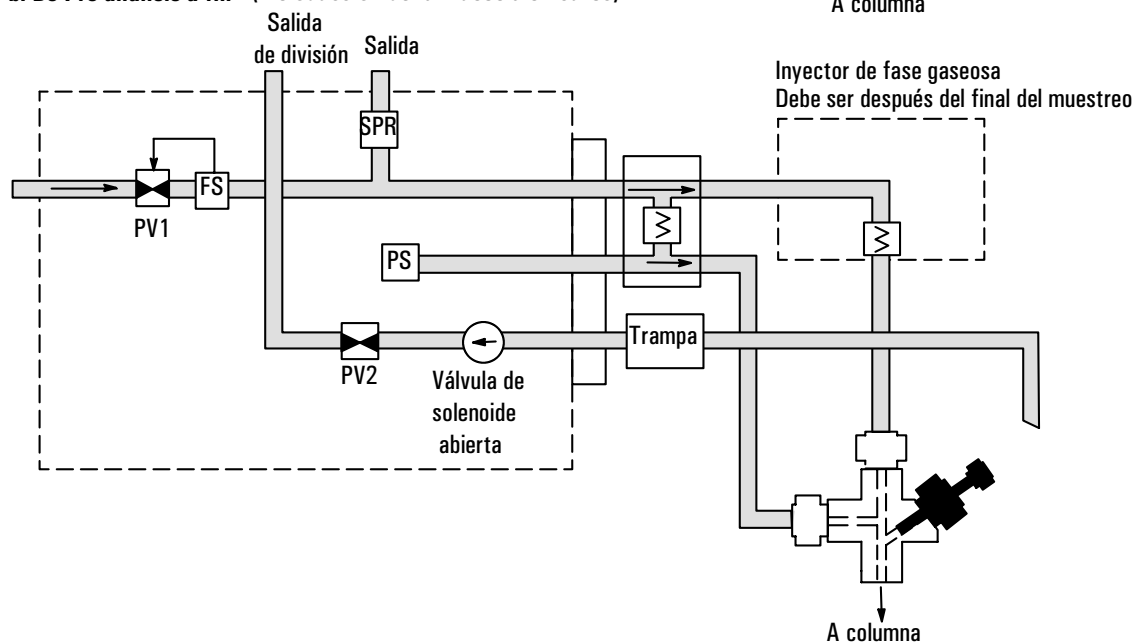


Figura 68 Neumática para el modo “direct” (directo)

Preparación de interfase para introducir la muestra directamente

Antes de poder utilizar la interfase en modo directo, se debe:

- Desconectar la línea de salida de división
- Configurar el GC para una inyección directa

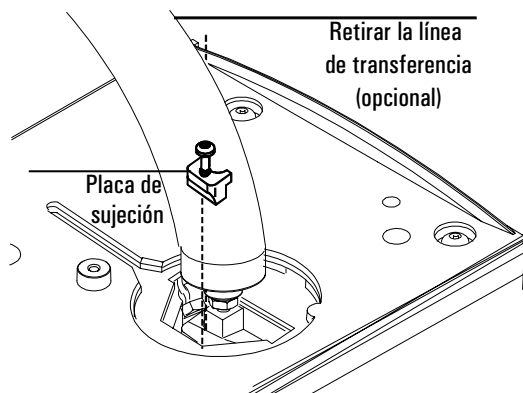
Procedimiento: Desconexión de la línea de salida de división

AVISO

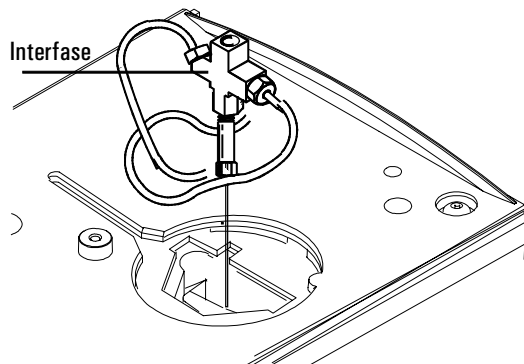
¡Cuidado! La interfase puede estar caliente y provocar quemaduras.

Materiales necesarios:

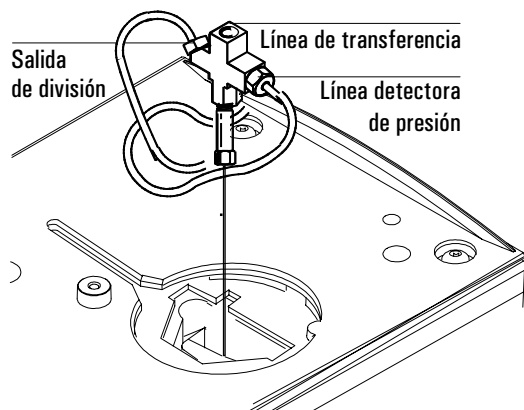
- Tuerca ciega
 - Llave inglesa de 1/4"
 - Llave inglesa ajustable de 5/16"
 - Destornillador Torx T-20
1. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] y apagar la temperatura y la presión de la interfase. Dejar enfriar la interfase.
 2. Si se desea, retirar la línea de transferencia aflojando la tuerca hexagonal con una llave inglesa de 1/4". Retirar la placa de sujeción de la interfase aflojando el tornillo con un destornillador Torx T-20. Guardar la placa.



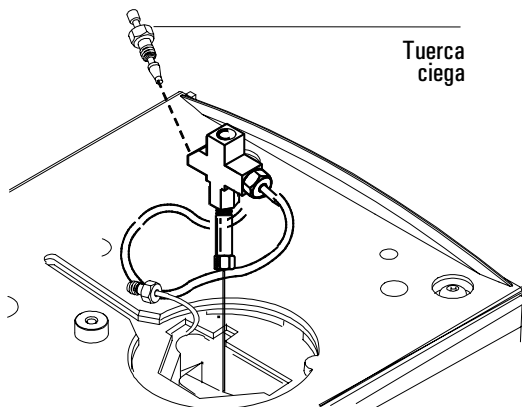
3. Levantar cuidadosamente la interfase fuera del bloque calentador.



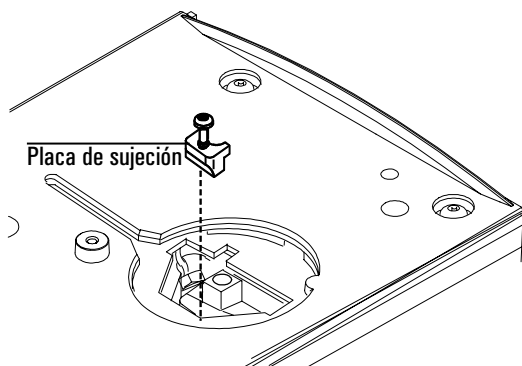
4. Aflojar la tuerca hexagonal conectando la línea de salida de división a la interfase mientras se retira la línea. Apartar la línea. No es necesario cerrarla.



5. Instalar una tuerca ciega en el puerto de la línea de división y apretarla a mano. Apretar 1/4 de vuelta adicional utilizando dos llaves inglesas en sentido opuesto, la llave ajustable en la interfase y la de 1/4" en la tuerca.



6. Colocar la interfase en el bloque calentador. Instalar de nuevo la placa de sujeción y apretar el tornillo hasta que se ajuste. No apretar en exceso. Si se retiró la línea de transferencia, colocarla de nuevo.



7. Restablecer las condiciones operativas normales del GC. Realizar un test de fugas de las conexiones de la interfase.

Procedimiento: Configuración de una inyección directa

El GC no puede detectar la presencia de la salida de división. Cuando se desconecta o conecta la válvula, se debe configurar el GC para que la neumática funcione correctamente.

1. Pulsar [Config] [Back Inlet] o [Config] [Front Inlet].
2. Pulsar [Mode/Type].
3. Seleccionar *Split removed*.
4. Pulsar [Back Inlet] o [Front Inlet]. Si el GC está correctamente configurado, se verá la siguiente pantalla:

BACK INLET (VI)		
Direct injection	_____	
Temp	250	250 <
Sampling end	0.05	
Pressure	10.0	10.0
Total flow	0.0	

Si la interfase está configurada correctamente, se visualiza la siguiente pantalla

Utilización de la tabla de control

Direct injection Si el GC está bien configurado, aparecerá la pantalla anterior.

Temp Temperatura de la interfase actual y seleccionada

Sampling end Intervalo de introducción de la muestra, en minutos.

La velocidad de flujo se calcula a partir del valor de presión que esté activo al comienzo de la introducción de la muestra.

Fijar el valor final de muestreo 0,2 minutos más del tiempo que necesita el inyector para introducir la muestra. Por ejemplo, el muestreador con espacio de cabeza 7694 tiene un parámetro de tiempo de inyección que controla el tiempo que permanece la válvula en posición de inyección. Si el tiempo inyección es 1 min, el valor final se debe fijar a 1,2 min. Si se utiliza un Concentrador de purga y trampa 7695, fijar el valor final 0,2 minutos más que el valor de "Desorb time".

Si la columna está definida y se especifica un programa de flujo o presión para la misma, la rampa no comienza hasta que el valor final de muestreo haya pasado.

Pressure Presión de la interfase actual y seleccionada antes de un análisis y después del tiempo de muestreo.

Total flow Flujo actual en la interfase. Es un valor registrado, no un parámetro.

Columna definida o columna no definida

BACK INLET (VI)		
Direct injection		
Temp	250	250 <
Sampl'g end	5.00	
Pressure	10.0	10.0
Total flow	20.0	

Algunos parámetros del sistema de flujo son interdependientes. Si se cambia un valor, los otros también se deben cambiar para compensar.

Tabla 57 Parámetros de la neumática en modo directo

Columna definida	
Cuando se cambia:	Estos valores cambian:
Antes y después del muestreo	
Presión	Flujo en columna* Flujo total**
Flujo en columna*	Presión Flujo total**
Durante el muestreo	
No se pueden cambiar los valores de presión y flujo durante el muestreo.	
Columna no definida	
Antes y después del muestreo	
El flujo en columna* no está disponible.	
Se puede cambiar el valor de la presión; no afecta a los otros valores.	
Durante el muestreo	
No se pueden cambiar los valores de presión y flujo durante el muestreo.	

*Este valor aparece en la tabla de control de la columna.

** Este valor es sólo actual.

Parámetros de operación

Utilizar la información de la [Tabla 58](#) como ayuda para la configuración de las condiciones operativas de la interfase.

Tabla 58 Parámetros de funcionamiento en modo directo

Parámetro	Rango permitido	Valor inicial recomendado
Tiempo inicial del horno	0 a 999,9 minutos	≥ fin del muestreo de la interfase
Temperatura de la interfase	Ambiente + 10°C a 400°C	≥ temperatura de la línea de transferencia
Final del muestreo de la interfase	0 a 999,9 minutos	0,2 minutos más largo que el tiempo de muestreo actual

Procedimiento: Operación en modo "direct" (directo)

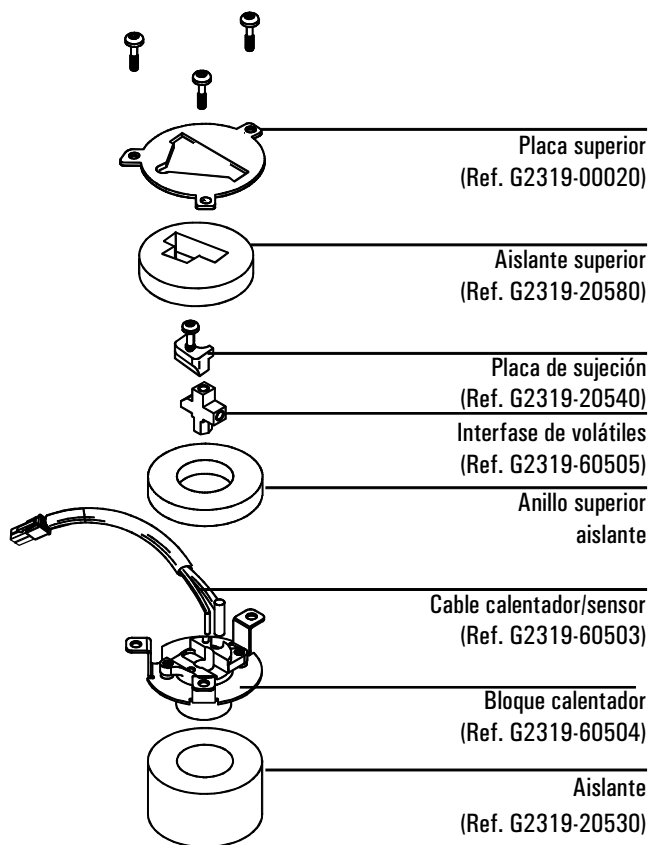
Estas instrucciones se aplican tanto a columnas *definidas* como *no definidas*.

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver ["Control del flujo y la presión"](#).
2. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet].
 - a. Comprobar que el GC está configurado para la inyección directa.
 - b. Fijar la temperatura de la interfase.
 - c. Fijar el final de muestreo. Fijar el final del muestreo en 0,2 minutos más que el tiempo de introducción de la muestra.

BACK INLET (VI)		
Direct injection		
Temp	250	250 <
Sampl'g end		0.05
Pressure	10.0	10.0
Total flow		0.0

3. Asegurarse de que Auto Prep Run está activado (ver la página [287](#)) o utilizar la tecla [Prep Run] antes de la introducción de la muestra.

Mantenimiento de la interfase de volátiles



No mostrados: Módulo de flujo calibrado, Ref. G2319-60500
 Conjunto conexiones de la neumática, G2319-6050

Figura 69 Piezas de la interfase de volátiles

Procedimiento: Instalación de columnas

AVISO Utilizar gafas de seguridad para protegerse los ojos de las partículas que salgan despedidas mientras se maneja, corte o instale la columna. Tener cuidado al manejar estas columnas y evitar pincharse.

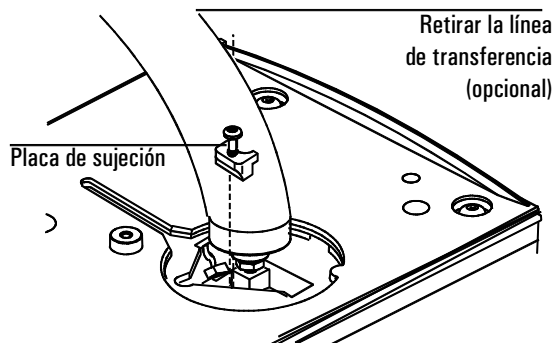
AVISO ¡Cuidado! La interfase puede estar caliente y provocar quemaduras.

Material necesario:

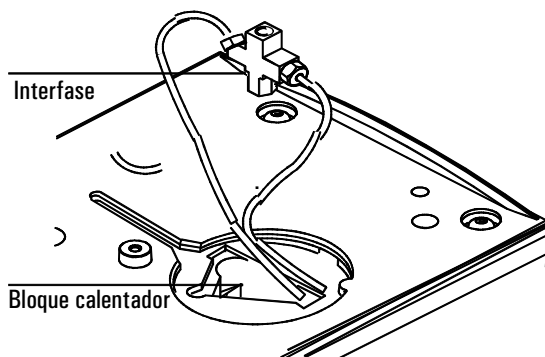
- Tuerca y férula de columna
- Cutter de columna
- Pañuelos de papel
- Fluido corrector de escritura
- Llave inglesa de 1/4"
- Llave inglesa ajustable de 5/16"
- Regla métrica
- Destornillador Torx T-20

1. Pulsar [Oven] y fijar el horno a 35°C. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] y apagar la temperatura y la presión de la interfase. Dejar enfriar la interfase. Cuando la temperatura alcance su valor, apagar el horno.

- Desconectar la línea de transferencia, si fuera necesario. Apretar la tuerca con una llave inglesa de 1/4" y retirar la línea. Retirar la placa de sujeción de la interfase aflojando el tornillo con un destornillador Torx T-20. Guardar la placa.

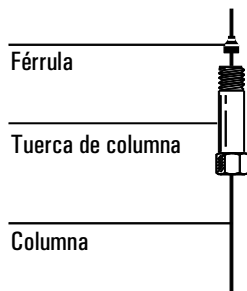


- Levantar la interfase fuera del bloque calentador.

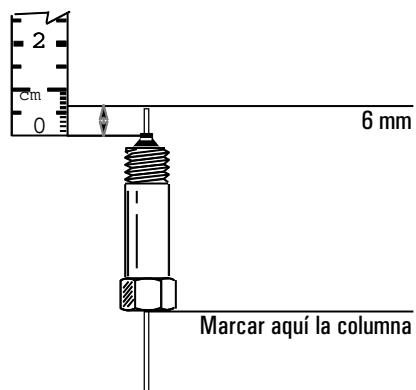


- Desde el interior del horno, empujar la columna a través de la abertura de la parte superior. Sujetar la columna desde la parte superior del horno.

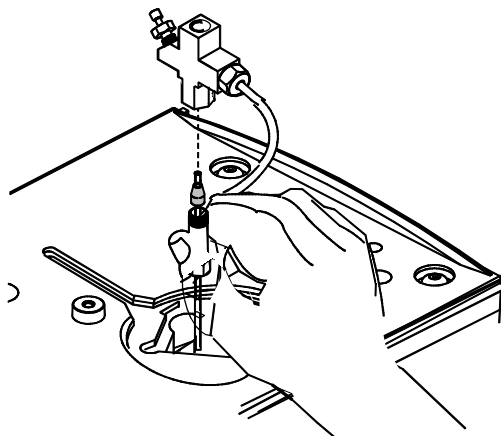
5. Colocar la tuerca de la columna capilar y la férrula y preparar el extremo de la columna. Si se necesita ayuda para realizar este paso, ver [“Procedimiento: Preparación de columnas capilares”](#).



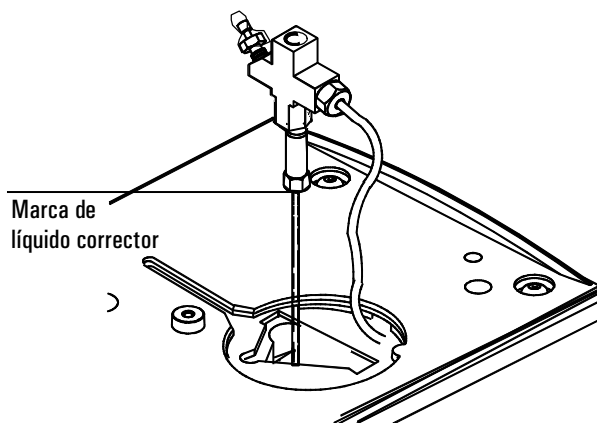
6. Colocar la columna de modo que sobresalga 6 mm por encima del extremo de la férrula. Marcar la columna con fluido corrector, a nivel de la tuerca.



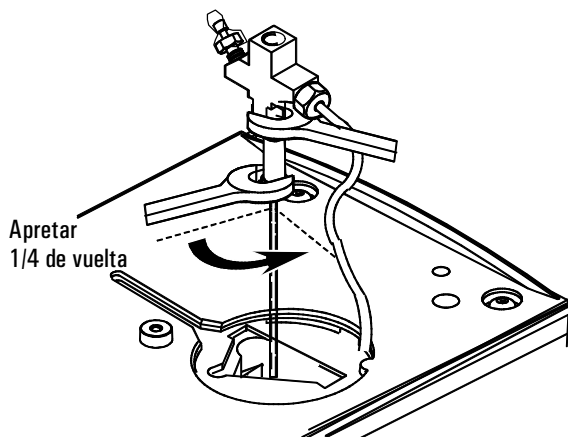
7. Insertar la columna preparada en la interfase y apretar la tuerca a mano.



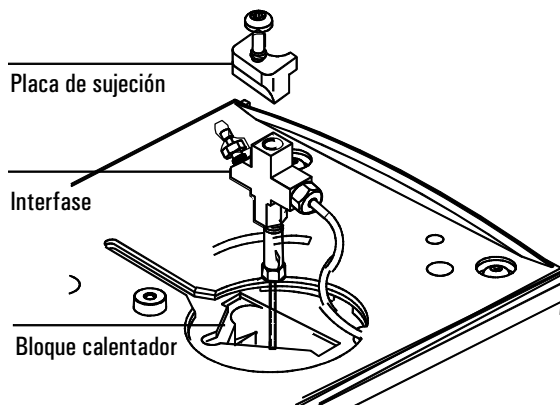
8. Ajustar la posición de la columna de manera que la marca de fluido corrector coincida con la parte inferior de la tuerca.



9. Apretar la tuerca 1/4 - 1/2 vuelta adicional. Utilizar la llave inglesa ajustable para sujetar la interfase mientras se aprieta la tuerca de la columna con lallave inglesa de 1/4", hasta que la columna no se pueda extraer de la conexión con una ligera presión.



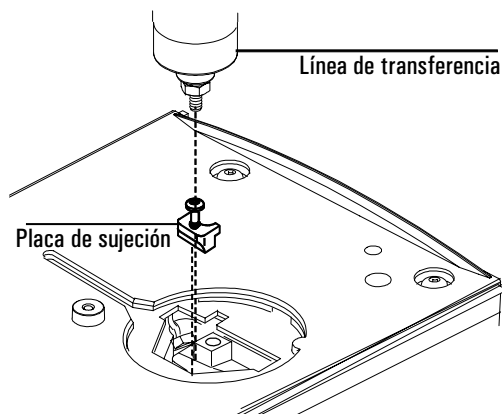
10. Colocar la interfase en el bloque calentador. Colocar de nuevo la placa de sujeción y apretar el tornillo hasta que se ajuste. Si se ha retirado la línea de transferencia, instalarla de nuevo.



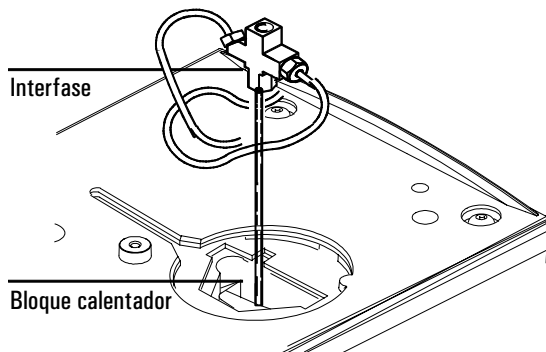
11. Una vez instalada la columna en la interfase y en el detector, establecer un flujo de gas portador a través de la interfase. Calentar la interfase a la temperatura operativa. Si fuera necesario, apretar de nuevo las conexiones.

Procedimiento: Cambio o limpieza de la interfase**Materiales necesarios:**

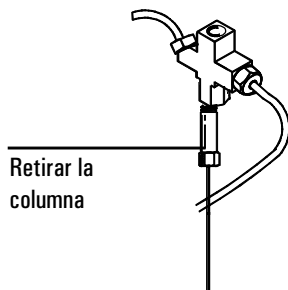
- Llave inglesa de 1/4" o 7 mm
 - Sonicador o interfase nueva
 - Destornillador Torx T-20
1. Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método. Dejar enfriar el horno y la interfase. Apagar todos los flujos de suministro de gas inicial o fijar los flujos a 0 en la tabla de control del inyector.
 2. Desconectar la línea de transferencia. Apretar la tuerca con una llave inglesa de 1/4" y retirar la línea. Retirar la placa de sujeción de la interfase aflojando el tornillo con un destornillador Torx T-20. Guardar la placa.



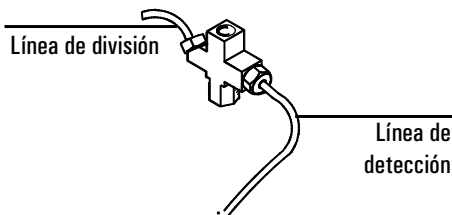
3. Levantar la interfase fuera del bloque calentador.



4. Si hay instalada una columna, retirarla.



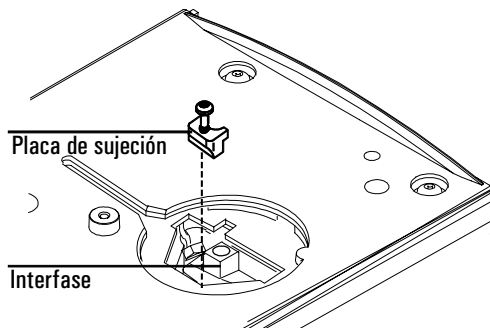
5. Retirar las líneas de detección de la salida de división y de la presión aflojando las tuercas hexagonales con la llave.



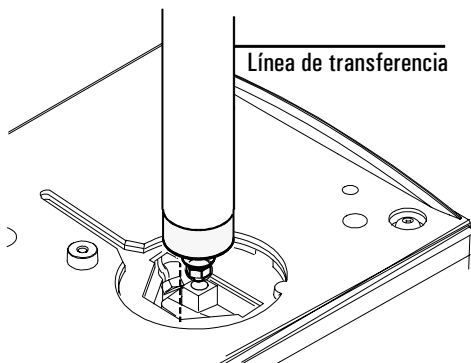
6. Limpiar o colocar de nuevo la interfase. Si se está limpiando la interfase, sonicarla dos veces y enjuagarla.

Instalar de nuevo la línea de división y las de detección de la presión y apretar las tuercas hexagonales. Apretar las tuercas 1/4 de vuelta adicional con la llave inglesa.

7. Instalar de nuevo la columna en la interfase.
Ver [“Procedimiento: Instalación de columnas”](#).
8. Colocar la interfase en el bloque calentador. Colocar de nuevo la placa de sujeción y apretar el tornillo hasta fijarlo. No apretar en exceso.



9. Instalar de nuevo la línea de transferencia. Apretar la tuerca primero a mano y luego 1/4 de vuelta adicional con la llave inglesa.



10. Una vez instalada la columna en la interfase y en el detector, establecer un flujo de gas portador a través de la interfase y mantenerlo durante 10 o 15 minutos. Revisar las fugas. Calentar la interfase a la temperatura operativa y apretar de nuevo las conexiones, si fuera necesario.

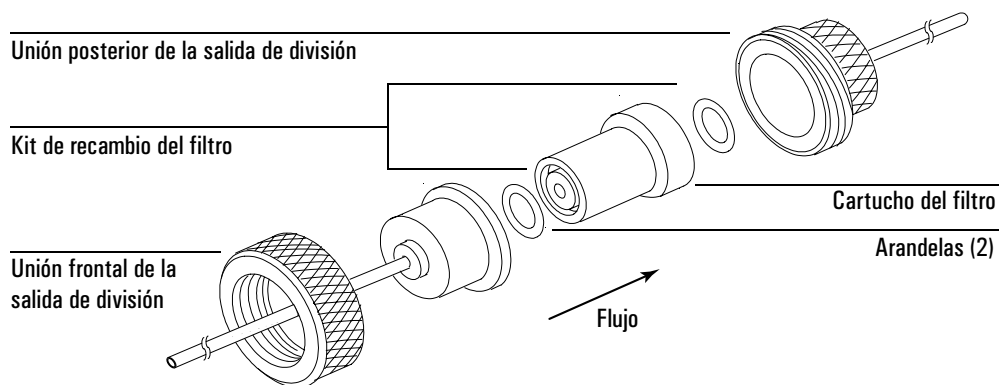
Cambio del cartucho de filtro de la trampa de la salida de división

AVISO

Apagar el horno y el calentador del inyector que utilice la trampa de la salida de división y dejarlos enfriar. Apagar la presión de suministro de gas portador.

La trampa de la salida de división puede contener cantidades residuales de las muestras u otros productos químicos que se hayan analizado en el GC. Seguir los procedimientos de seguridad apropiados para el manejo de este tipo de sustancias mientras se cambia el cartucho de filtro de la trampa.

1. Apagar el inyector y el horno y dejarlos enfriar.
2. Fijar todos los flujos del GC a cero.
3. Retirar la cubierta de la neumática.
4. Levantar la trampa del filtro del soporte de montaje y desatornillarla.



5. Retirar el cartucho del filtro antiguo y las arandelas y ponerlos nuevos.
6. Colocar la trampa de nuevo.
7. Revisar las fugas.

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Cualquier fuga de las conexiones de gas afecta en exceso a los resultados cromatográficos. El siguiente procedimiento comprueba el sistema de flujo pero no incluye la cámara del inyector. Si se comprueba que esta parte del sistema no tiene fugas, seguir el siguiente procedimiento para revisar el inyector y la cámara.

No se recomiendan los detectores de fugas de líquidos, especialmente en áreas donde la limpieza es muy importante. Si se usa un fluido para la detección de fugas, aclarar inmediatamente el fluido para eliminar la capa jabonosa.

AVISO

Para evitar las descargas eléctricas cuando se utilice el fluido de detección, tener cuidado de no derramarlo sobre los cables eléctricos, especialmente los del calentador del detector.

Materiales necesarios:

- Detector electrónico de fugas con capacidad para detectar el tipo de gas o líquido de detección de fugas. Si se está utilizando fluido de detección, eliminar el exceso cuando se haya completado el test.
 - Dos llaves inglesas de 7/16"
1. Utilizando el detector de fugas, revisar todas las conexiones.
 2. Corregir las fugas apretando las conexiones. Realizar de nuevo el test; continuar apretando hasta que todas las conexiones estén libres de fugas.

Procedimiento: Test de fugas del sistema

El sistema de inyección tiene muchas partes que pueden ser fuentes de fugas. Este procedimiento ayuda a determinar, en general, si hay una fuga inaceptable en el sistema. Entonces se debe utilizar un detector de fugas electrónico para indicar el componente que está fugando.

AVISO

¡Cuidado! El horno y la interfase pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras.

Materiales necesarios:

- Férrula maciza
- Llave inglesa de 7/16"
- Dos protectores SWAGELOK de 1/8"
- Guantes (si la interfase está caliente)
- Llave inglesa de 1/4" o 7 mm

1. Antes de iniciar el procedimiento:
 - a. Si se han introducido parámetros que no se quieren perder, almacenarlos como un método.
 - b. Dejar enfriar el horno a temperatura ambiente y después apagarla.
 - c. Cuando el horno se haya enfriado, apagar la presión de la interfase desde el teclado.
 - d. Retirar la columna, si está instalada, y cerrar la conexión de la columna con la tuerca y una férrula maciza.
2. Tapar la purga del septum y las conexiones de salida con división, localizadas en el módulo de flujo, con protectores Swagelok de 1/8".
3. Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] para abrir la tabla de control. Introducir un valor de presión entre 20 y 25 psi o la presión operativa normal si es mayor. Asegurarse de que la presión de suministro de gas inicial es, como mínimo, 10 psi mayor que la presión de la interfase. Esperar a que se equilibre la presión.

4. Cerrar la presión. Debido a que las conexiones de purga del septum, salida con división y columna están tapadas, el gas se debe bloquear en el sistema y la presión mantenerse constante. Cerrar la presión de la fuente si se desea aislar por completo el sistema de la neumática.
5. Continuar controlando la presión durante 10 o 15 minutos. La presión debe caer aproximadamente 1 psi durante los primeros 1 - 2 minutos. Después de la caída de presión inicial de 1 psi, la presión no debe caer más de 0,03 psi/min.

Si la caída de presión es de 0,03 psi/min o menor, se puede considerar el sistema muestreador de la interfase de gas como libre de fugas.

Si la presión cae más rápido de lo aceptable, se debe revisar la interfase y el sistema muestreador por separado para determinar la fuente de la fuga. Consultar [“Procedimiento: Preparación de la interfase para el test de fugas”](#) para crear un sistema de flujo cerrado y, después, volver a esta sección y completar los pasos 3 a 5 de nuevo.

Si se encuentra una fuga en la interfase, consultar [“Procedimiento: Corrección de fugas”](#).

Si la interfase no tiene fugas, la presión controla el dispositivo de muestreo. Consultar las instrucciones en el manual de funcionamiento del muestreador.

Procedimiento: Preparación de la interfase para el test de fugas

Para revisar las fugas de la interfase independientemente del dispositivo de muestreo de gas, se debe desconectar el muestreador de la interfase para aislar el sistema de flujo de la misma.

AVISO

¡Cuidado! El horno y la interfase pueden estar lo suficientemente calientes como para provocar quemaduras.

Materiales necesarios:

- Tuerca macho del GC de 1/16"
- Férrula de grafito/Vespel

1. Desconectar la línea de transferencia de la interfase (ver la página [485](#)).
2. Desconectar la línea del gas portador del inyector (consultar la página [486](#) para un muestreador con espacio en cabeza, o la página [490](#) para un concentrador de purga y trampa).
3. Preparar el extremo de la línea de gas portador utilizando la tuerca macho del GC de 1/16" y la férrula de grafito/Vespel.
4. Conectar la línea del portador con la interfase, por el mismo sitio que la línea de transferencia retirada, y apretar la tuerca con las manos primero, y después de 1/4 a 1/2 vuelta con la llave inglesa de 1/4".
5. Consultar "Test de fugas del sistema" y repetir los pasos 3 a 5.

Procedimiento: Corrección de fugas**Materiales necesarios:**

- Detector electrónico de fugas
 - Herramienta para apretar las conexiones que tengan fugas — llave inglesa de 1/4", 5/16" o 7 mm
1. Utilizar el detector electrónico de fugas para revisar todas las áreas del inyector que son fuentes potenciales de fugas. Estas áreas de son:
 - La válvula de purga tapada
 - La salida con división tapada
 - La conexión de la columna tapada
 - El área donde las líneas de gas se conectan con la interfase
 2. Corregir las fugas utilizando una llave de tamaño adecuado para apretar las conexiones. Puede ser necesario repetir el test de fugas.

Si la caída de la presión es de 0,03 psi/min o menor, se puede considerar que el sistema de la interfase no tiene fugas.

Si la presión cae más rápido de lo aceptable, seguir buscando fugas y repetir el test de presión. Si las conexiones parecen no tener fugas, pero el sistema inyector continúa perdiendo mucha presión, puede ser necesaria la sustitución del módulo de la interfase. Contactar con Agilent.

Conexión a un muestreador de gas externo

La [Figura 70](#) muestra un dispositivo de muestreo de gas conectado a la interfase de volátiles.

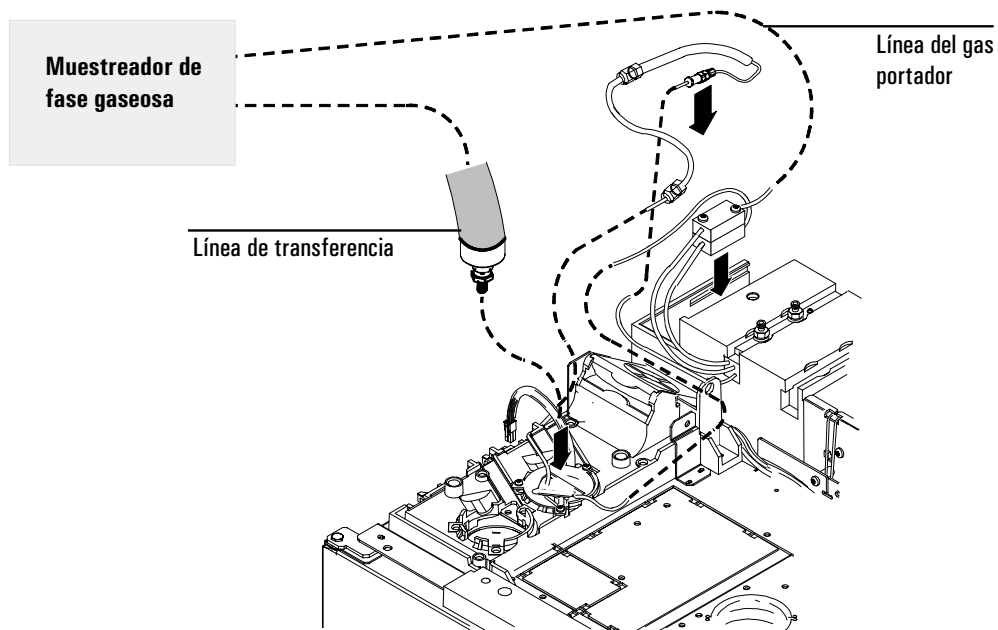
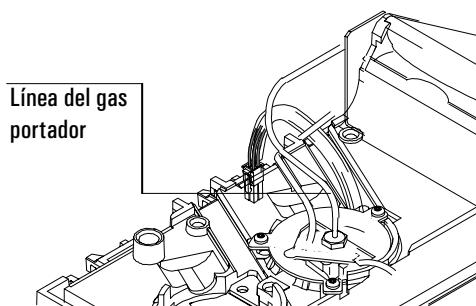


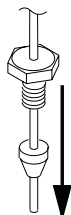
Figura 70 Diagrama del flujo de un dispositivo de muestreo externo

Procedimiento: Conexión del muestreador con espacio de cabeza 7694**Materiales necesarios:**

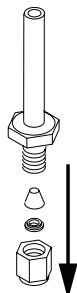
- Tuerca Swagelok de 1/8"
 - Reductor de 1/16" a 1/8"
 - Juego de ferrulas de 1/8"
 - Llaves
 - Una de 7/16"
 - Dos de 5/16"
 - Una de 1/4"
 - Una de 7 mm
1. Retirar el tubo de la línea del gas portador marcado con “suministro”, conectado a la interfase de volátiles, utilizando la llave inglesa de 1/4".



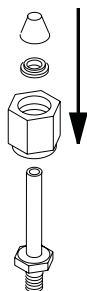
2. Retirar la conexión macho y la ferrula Vespel/grafito de la línea de gas portador. Guardar estas piezas para su posterior utilización.



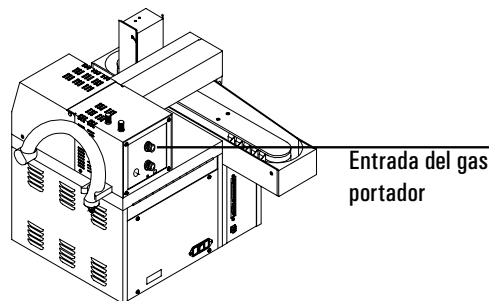
3. Retirar la tuerca y las férulas de metal del reductor de 1/16" a 1/8".
 Guardar estas piezas para su posterior utilización.



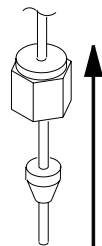
4. Introducir una tuerca Swagelok de 1/8", una férula posterior de 1/8" y una férula frontal de 1/8" en el final desenroscado del reductor.



5. Conectar el reductor al puerto de suministro de gas marcado como "Portador" en la parte posterior del inyector con espacio de cabeza, apretando la tuerca Swagelok con la llave de 7/16". Apretar la tuerca 1/4 de vuelta adicional una vez apretada bien a mano.

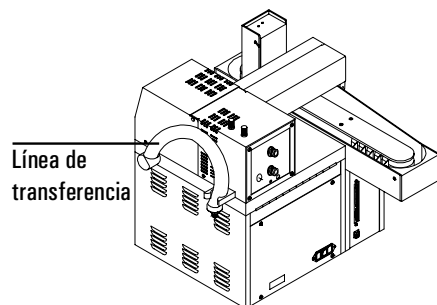


6. Introducir la tuerca hembra de 1/16" (del paso 3) y después la ferrula de grafito/Vespel (del paso 2) de 1/16" en el extremo de la línea de gas portador.

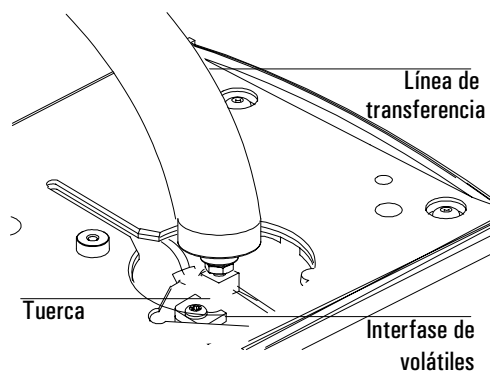


7. Conectar la línea del portador al puerto de suministro de gas. Utilizar dos llaves inglesas para apretar la tuerca Swagelok 1/16" un cuarto de vuelta más que con la mano. No apretar en exceso. Si la conexión gotea, apretar 1/8 de vuelta adicional.

8. Localizar el tubo de la línea de transferencia del muestreador con espacio en cabeza.

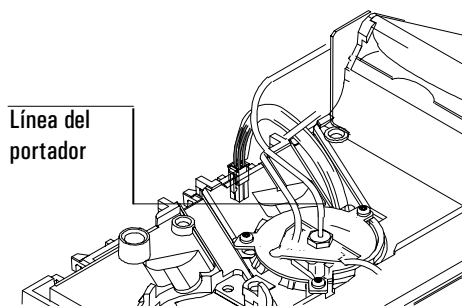


9. Conectar la línea de transferencia (con la tuerca y la férula de acero instaladas previamente) a la interfase. Apretar la tuerca 1/4 de vuelta adicional una vez apretada bien a mano. No apretar en exceso. Si la tuerca gotea, apretar 1/8 de vuelta adicional.

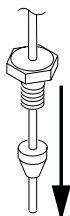


Procedimiento: Conexión del concentrador de purga y trampa 7695**Materiales necesarios:**

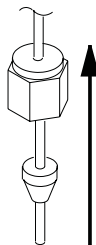
- Tuerca Swagelok de 1/16"
 - Férrula de Vespel/grafito de tamaño apropiado para la línea de transferencia
 - Cutter de columna (sílice fundida)
 - Llaves inglesas de 5/16" y 1/4"
 - Fluido corrector de escritura
 - Regla métrica
1. Retirar el tubo de la línea del portador del GC marcado como "suministro" conectado a la interfase de volátiles utilizando una llave inglesa de 1/4".



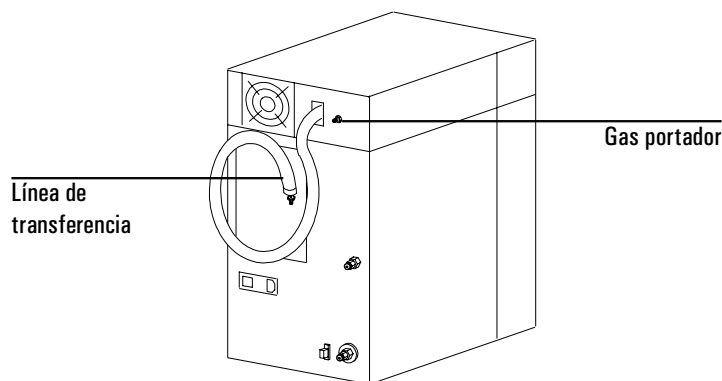
2. Retirar la tuerca y la férrula Vespel/grafito de la línea de gas portador. Guardar estas piezas para su posterior utilización.



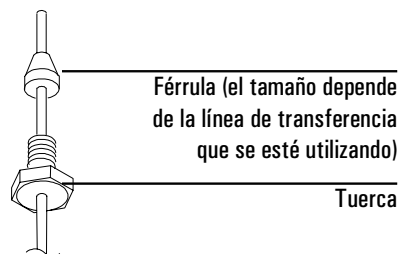
- Introducir una tuerca Swagelok de 1/16" y después la ferrula de Vespel/grafito (de paso 2) en el extremo de la línea de gas portador.



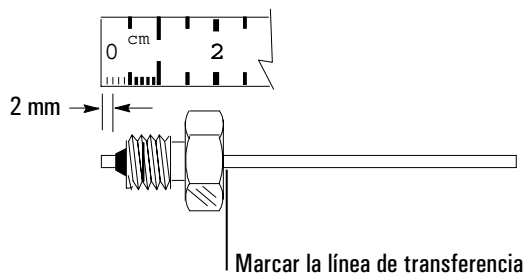
- Conectar la línea del portador al puerto de suministro de gas marcado como "gas portador" en la parte posterior del concentrador P&T utilizando una llave inglesa de 5/16". Apretar la tuerca 1/4 de vuelta después de haberla apretado con la mano. No apretar en exceso. Si la tuerca gotea, apretarla 1/8 de vuelta adicional hasta que se selle.



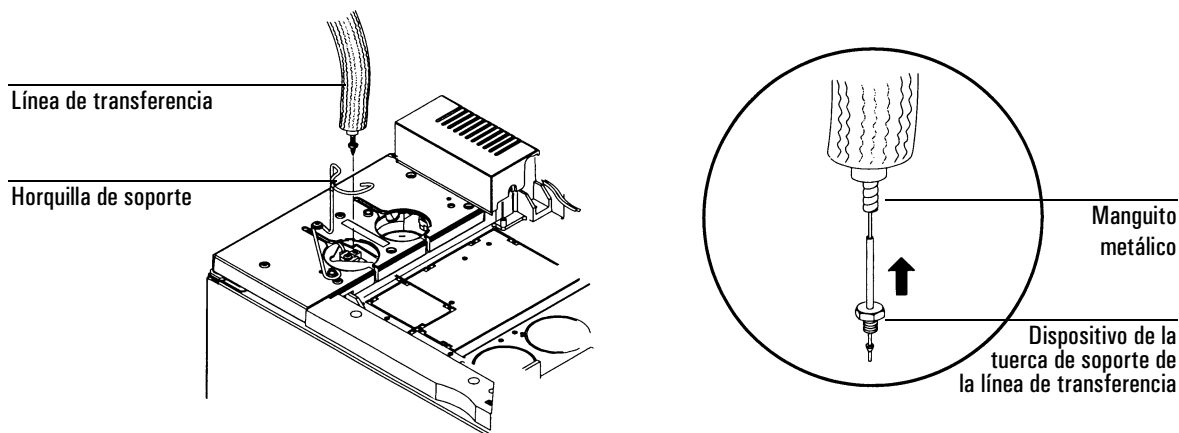
- Introducir la tuerca macho de 1/16" (del paso 2) y una ferrula de Vespel/grafito adecuada en el final de la línea de transferencia del P&T.



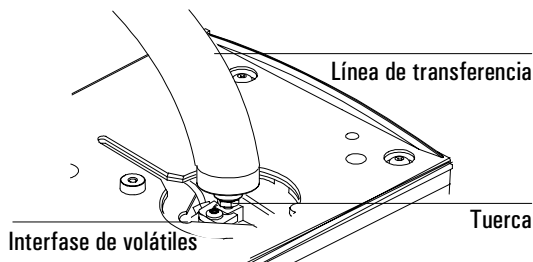
6. Si se está utilizando una línea de transferencia *recubierta de níquel*, seguir en el paso 8. Si se está utilizando una línea de transferencia de *sílice fundida*, preparar el extremo de la línea de sílice fundida.
7. Colocar la línea de transferencia de manera que sobresalgan 2 mm del tubo de la férula y marcarla con Tipex en el punto en que coincide con la tuerca.



8. Para conectar la línea de transferencia con la interfase de volátiles, instalar previamente el dispositivo de la tuerca de soporte de la línea de transferencia dentro de la parte superior del manguito metálico del dispositivo de la línea de transferencia calentada.



Después, conectar la línea de transferencia a la interfase de volátiles, apretando con la mano la tuerca macho de 1/16", mientras se ajusta la posición de la línea de transferencia de manera que la marca de Tipex quede alineada con la tuerca. Apretar la tuerca con la llave inglesa de 1/4", 1/4 de vuelta adicional una vez bien apretada a mano. No apretar en exceso. Si la conexión gotea, apretarla 1/8 de vuelta adicional hasta que se selle.



9. Después de instalar la columna en la interfase y el detector, establecer un flujo de gas portador a través de la interfase y mantenerlo durante 10 a 15 minutos. Revisar las fugas. Calentar la interfase a temperatura operativa y apretar de nuevo las conexiones, si fuera necesario.

19 Inyectores sin control EPC

Inyector de empaquetadas con purga

Inyector con/sin división

(split/splitless)—modo con división (split)

Inyector con/sin división

(split/splitless)—modo sin división (splitless)

Configuración

Procedimiento: Configuración de un inyector sin control EPC

Tablas de control del inyector

Tablas de control de la columna

Procedimiento: Determinación del flujo portador para el inyector de empaquetadas con purga

Procedimiento: Determinación de los flujos para el inyector en modo de división (split)

Procedimiento: Determinación de los flujos para el modo sin división (splitless)

Inyectores sin control EPC

Los controles para estos inyectores se encuentran en un módulo de neumática acoplado al lateral izquierdo del GC.

Inyector de empaquetadas con purga

El único ajuste para este inyector es el flujo de gas portador a través de la columna. El flujo de purga del septum se fija automáticamente basándose en la presión de suministro de gas. Se puede medir en la salida del panel frontal.

Inyector con/sin división (split/splitless)—modo con división (split)

El gas portador se divide entre la columna y la salida con división dependiendo de sus resistencias de flujo relativas. Una pequeña cantidad de gas portador barre la parte inferior del septum y sale a través del control y la salida de purga del septum.

Inyector con/sin división (split/splitless)—modo sin división (splitless)

En una inyección sin división, se activa una válvula mediante [Prep Run] que evita que el gas portador salga por el fondo del alineador del inyector. El flujo total no cambia, pero la mayor parte sale por la línea de purga del septum. Todo el gas portador que pasa a través del alineador va a la columna —la muestra no se divide.

Durante el tiempo de purga, la válvula cambia para barrer el vapor residual del interior del inyector. El sistema está ahora en configuración con división, con el flujo de purga y el vapor residual—la mayoría disolvente—saliendo por la salida con división.

Configuración

El GC puede detectar cuando un inyector sin control EPC está presente—busca las conexiones del calentador/sensor—pero no sabe de qué tipo son. La configuración tendrá que incluir esta información.

Procedimiento: Configuración de un inyector sin control EPC

1. Pulsar [Config], seleccionar “Instrument” y pulsar [Enter].

```

CONFIG INSTRUMENT
Serial#  US00100001
Auto prep run    Off
F inlet type:   S/SL <
B inlet type:   S/SL
  
```

2. Seleccionar el inyector y pulsar [Mode/Type].

```

FRONT INLET TYPE
Purged packed
*Split/splitless
Cool on-column  <
Unknown
None
  
```

3. Seleccionar un tipo y pulsar [Enter].
4. Pulsar [Config][Front Inlet] (o [Back Inlet]).

```

CONFIG FRONT INLET
Gas type           He <
  
```

5. Pulsar [Mode/Type], seleccionar un gas y pulsar [Enter].

Tablas de control del inyector

Las tablas de control para inyectores sin control EPC son similares a las de las versiones con EPC a excepción de que no aparecen los parámetros de presión y flujo.

Inyector de empaquetadas con purga

FRONT INLET (He)		
Temp	150	150 <

Inyector con/sin división en modo de división

FRONT INLET (He)		
Mode:	Split <	
Temp	150	150

Inyector con/sin división en modo sin división

FRONT INLET (He)		
Mode:	Splitless <	
Temp	150	150
Purge time	2.00	

Figura 71 Tablas de control del inyector no EPC

Tablas de control de la columna

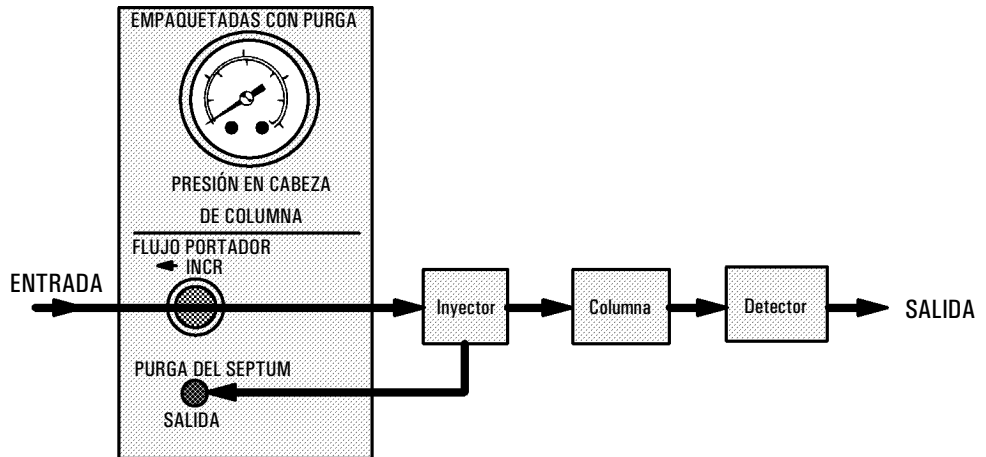
Cuando se utiliza un inyector no EPC con/sin división con una columna definida, la tabla de control de la columna se convierte en una calculadora. A pesar de que no se pueden controlar los flujos desde el teclado, se puede determinar que se fijen manualmente.

Column 1 (He)	
Dim	30.0 m 320 u
Pressure	0.0
Calc flow	0.0
Calc velocity	0

Introducir una presión. El flujo y la velocidad lineal media se calculan y muestran.

Procedimiento: Determinación del flujo portador para el inyector de empaquetadas con purga

El paso de flujo interno del instrumento es:



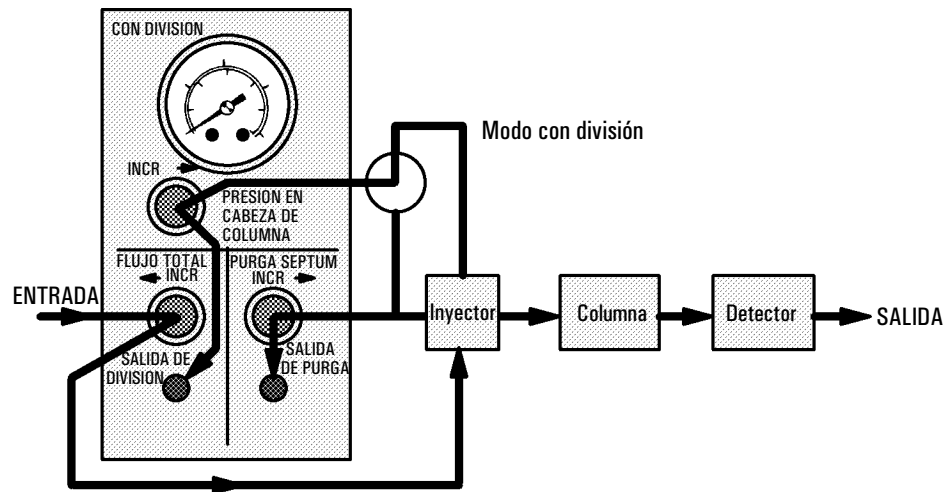
1. Localizar el mando marcado como CARRIER FLOW. Girarlo *en el sentido de las agujas del reloj* lo máximo posible. No forzarlo; cuando se cierra, se para suavemente.

2. Abrir la válvula de la botella de gas portador y fijar la presión de suministro del regulador de dos etapas a 410 kPa (60 psi). Si hay un regulador local en la línea de gas portador, fijar el regulador de la botella a 550 kPa (80 psi) y el local a 410 kPa (60 psi).
3. Acoplar el flujómetro a la salida del detector. No debe haber flujo en este momento. Si lo hay, cerrar los flujos de gas del detector desde el teclado.
4. Girar el mando CARRIER FLOW en la dirección ◀INCR para abrir el gas portador. Ajustar y medir para alcanzar el flujo deseado. Si es necesario, aumentar la presión de la fuente.

La purga del septum se fija automáticamente.

Procedimiento: Determinación de los flujos para el inyector en modo de división (split)

El paso de flujo interno del instrumento es:

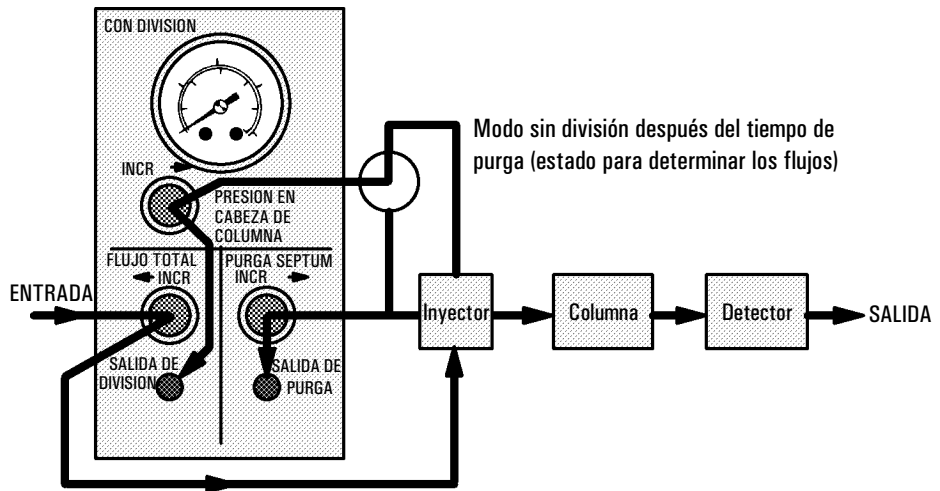
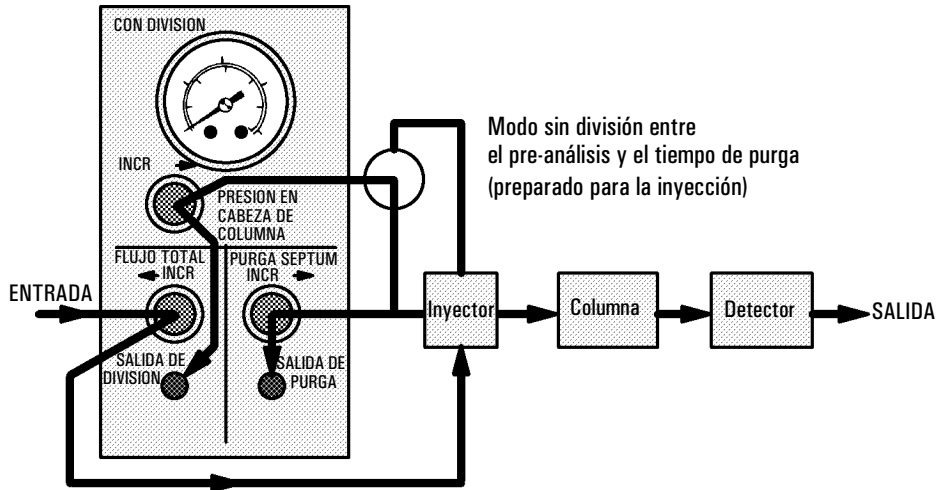


1. Localizar el mando marcado como TOTAL FLOW. Girarlo *en el sentido de las agujas del reloj* lo máximo posible. No forzarlo; cuando se cierra, se para suavemente.

2. Localizar el mando marcado con SEPTUM PURGE. Girarlo *en sentido contrario a las agujas de reloj* para cerrar el flujo. No hay una posición de parada definida; cuando la palanca gire libremente (no parece que se esté tocando algo en el interior), está cerrado.
3. Abrir la válvula de la botella de gas portador y fijar la presión de suministro del regulador de dos etapas a 410 kPa (60 psi). Si hay un regulador local en la línea de gas portador, fijar el regulador de la botella a 550 kPa (80 psi) y el local a 410 kPa (60 psi). Si se están utilizando columnas capilares de pequeño calibre, habrá que usar presiones más altas.
4. Acoplar el flujómetro a la salida del detector. No debe haber flujo en este momento. Si lo hay, cerrar los controles de gas del detector desde el teclado.
5. Girar el mando TOTAL FLOW en la dirección ◀ INCR para abrir el flujo de gas portador.
6. Girar el mando COLUMN HEAD PRESSURE en la dirección INCR▶. Ajustar y medir para alcanzar el flujo de columna deseado. Si no se puede, aumentar TOTAL FLOW hasta que se pueda. Utilizar TOTAL FLOW para un ajuste aproximado y COLUMN HEAD PRESSURE para uno fino.
7. Mover el flujómetro hacia SPLIT VENT. Medir y ajustar TOTAL FLOW para alcanzar el flujo de división deseado. Si es necesario, aumentar la presión de la fuente.
8. Mover el flujómetro hacia PURGE VENT. Girar la palanca SEPTUM PURGE en la dirección INCR▶ para alcanzar el flujo de purga del septum deseado.
9. Repetir los pasos 6, 7 y 8 hasta que los flujos sean correctos.

Procedimiento: Determinación de los flujos para el modo sin división (splitless)

Los pasos de flujo interno del instrumento son:



1. Localizar el mando marcado como TOTAL FLOW. Girarlo *en el sentido de las agujas del reloj* lo máximo posible. No forzarlo; cuando se cierra, se para suavemente.

2. Localizar el mando marcado con SEPTUM PURGE. Girarlo *en sentido contrario a las agujas de reloj* para cerrar el flujo. No hay una posición de parada definida; cuando la palanca gire libremente (no parece que se esté tocando algo en el interior), está cerrado.
3. Abrir la válvula de la botella de gas portador y fijar la presión de suministro del regulador de dos etapas a 410 kPa (60 psi). Si hay un regulador local en la línea de gas portador, fijar el regulador de la botella a 550 kPa (80 psi) y el local a 410 kPa (60 psi). Si se están utilizando columnas capilares de pequeño calibre, habrá que usar presiones más altas.
4. Acoplar el flujómetro a la salida del detector. No debe haber flujo en este momento. Si lo hay, cerrar los controles de gas del detector desde el teclado.
5. Girar el mando TOTAL FLOW en la dirección ◀ INCR para abrir el flujo de gas portador.
6. Girar el mando COLUMN HEAD PRESSURE en la dirección INCR▶. Ajustar y medir para alcanzar el flujo de columna deseado. Si no se puede, aumentar TOTAL FLOW hasta que se pueda. Utilizar TOTAL FLOW para un ajuste aproximado y COLUMN HEAD PRESSURE para uno fino.
7. Mover el flujómetro hacia SPLIT/SPLITLESS INLET VENT. Medir y ajustar TOTAL FLOW para alcanzar el flujo de división deseado. Si fuera necesario, aumentar la presión de suministro.
8. Mover el flujómetro hacia SEPTUM PURGE VENT. Girar la palanca SEPTUM PURGE en la dirección INCR▶ para alcanzar el flujo de purga del septum deseado.
9. Repetir los pasos 6, 7 y 8 hasta que los flujos sean correctos.

20 Módulo de control de la neumática

Utilización del módulo de control de la neumática

Operación del PCM

Con un inyector

Con una válvula o cualquier otro mecanismo

Tablas de control

Columna empaquetada o no definida

Columnas capilares definidas

Procedimiento: Utilización de columnas empaquetadas y capilares no definidas

Procedimiento: Utilización de columnas capilares definidas

Mantenimiento del PCM

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Módulo de control de la neumática

Utilización del módulo de control de la neumática

El módulo de control de la neumática (PCM) proporciona un canal de control del flujo o de la presión, cambiando el módulo electrónico estándar de control de flujo (ECM) por ese canal. No necesita ser conectado a un inyector en particular.

El PCM puede controlar flujos y presiones de gran número de aplicaciones incluyendo:

- Inyectores no Agilent estándar.
- Cualquier aplicación de válvulas donde no se requiera inyector. Por ejemplo, el PCM puede proporcionar flujo o presión a una columna conectada a una válvula de muestreo de gas. Otras aplicaciones de válvulas pueden necesitar el suministro de flujo de gas auxiliar, especialmente cuando se utilicen columnas empaquetadas.
- Mecanismos de preparación de muestras. El muestreador de espacio de cabeza y el Agilent Purga y Trampa, requieren a menudo un suministro controlado de gas de purga.
- Tubos de catálisis u otros mecanismos de conversión, como el tubo catalizador de níquel. Estos mecanismos requieren a menudo un suministro controlado de gas auxiliar o reactivo.

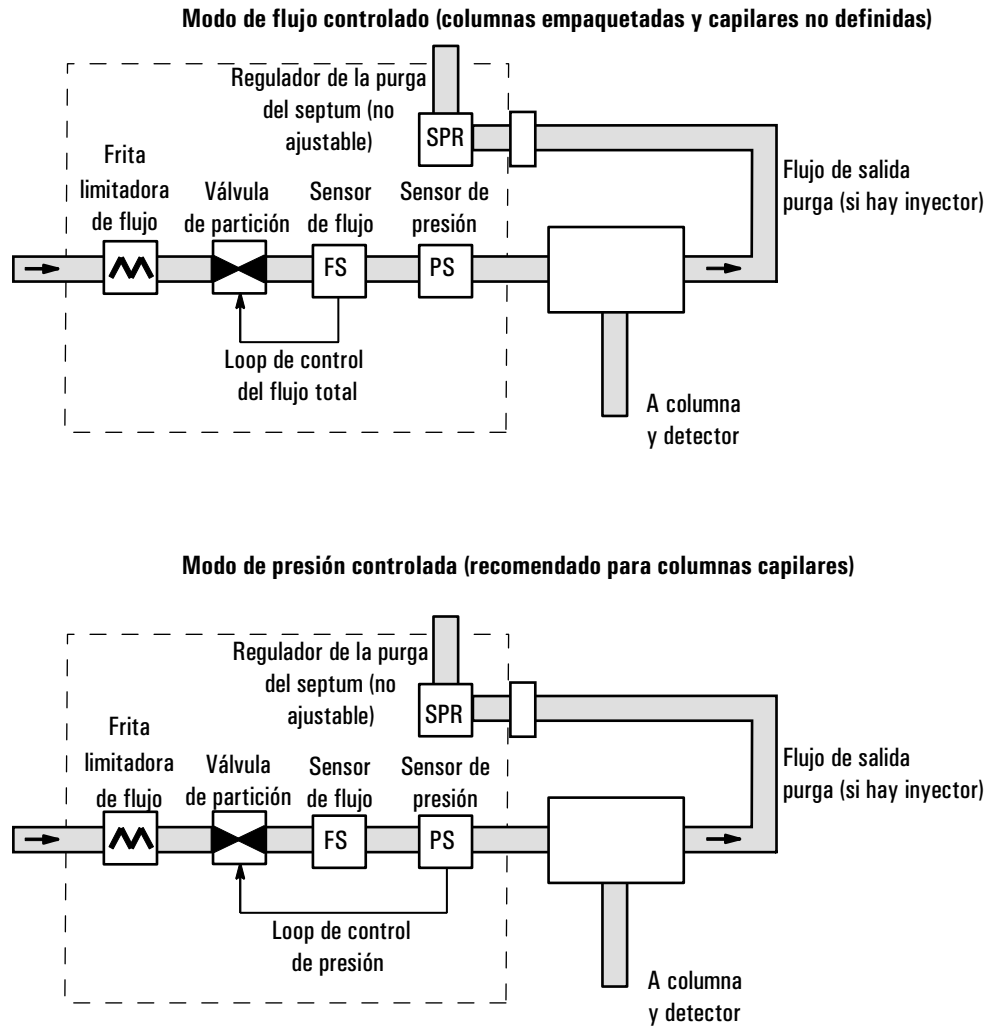


Figura 72 Módulo de control de la neumática

Operación del PCM

Con un inyector

Algunos tipos de inyectores utilizan refrigeración por aire comprimido para reducir el tiempo del ciclo térmico. La refrigeración por aire comprimido tiene que configurarse antes de su utilización.

Para configurar la refrigeración por aire comprimido:

1. Pulsar la tecla [Config] y después [Front Inlet]. La pantalla debe ser similar a la de abajo.

CONFIG FRONT INLET	
Gas type	He<
Cooling type	Air
Air Cooling	Off
Coolant fault	On

2. Desplazarse hasta la línea "Air Cooling" y pulsar la tecla [ON]. La pantalla debe ser parecida a la de abajo.

CONFIG FRONT INLET	
Gas type	He<
Cooling type	Air
Air Cooling	On
Coolant fault	On

Cuando la refrigeración por aire comprimido esté activada, se toma la energía del conector de la válvula posterior para controlar el mecanismo de activación del aire comprimido.

3. El inyector ya está configurado para la refrigeración por aire y preparado para su utilización.

Con una válvula o cualquier otro mecanismo

Cuando se utilice el PCM con una válvula, el PCM estará a menudo conectado en serie con la válvula (o mecanismo) y la columna, proporcionando un flujo de gas a través de la válvula (o mecanismo) y hacia la columna.

Tablas de control

El PCM puede controlar el flujo hacia el inyector/válvula/mecanismo o la presión aplicada a la columna conectada a el mismo. La configuración de la columna sólo determina si el PCM desarrolla el control de la presión o el control del flujo. Si se utiliza una columna capilar definida, el inyector tendrá controlada la presión. Si la columna no está definida (empaquetadas y capilares no definida), el inyector tendrá controlado en flujo.

Para obtener más detalles sobre los procedimientos para configurar columnas, fijar la presión, etc., consultar [“Control del flujo y la presión”](#).

Columna empaquetadas o no definida

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off
Pressure	0.0	
Tot flow	0.0	Off

Inyector

COLUMN 1 (He)		
Dimensions unknown		
Pressure	0.0	
Flow	0.0	Off
Mode: Constant flow		

Columna

Temp Se muestra el parámetro y la temperatura actual si está instalado un inyector/mecanismo calentado.

Pressure Presión actual (en psi, bar, o kPa) suministrada al inyector. No se puede introducir un valor.

Tot flow Introducir el parámetro; se muestra el valor actual.

Columnas capilares definidas

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off<
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	
Pressure	0.0	
Total flow	0.0	Off

Columna definida

Temp Se muestra el parámetro y la temperatura actual si está instalado un inyector/mecanismo calentado.

Pressure El inyector tiene la presión controlada. Introducir el parámetro (en psi, bar, o kPa), se muestra el valor actual.

Tot flow Flujo total actual del inyector. Es un valor registrado, no un parámetro.

Procedimiento: Utilización de columnas empaquetadas y capilares no definidas

Si la columna no está definida, sólo están disponibles los modos de flujo controlado.

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver [“Control del flujo y la presión”](#).
2. Si hay un inyector instalado, pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] e introducir una temperatura.

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off<
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	
Pressure	0.0	
Total flow	0.0	Off

Presión (sólo se muestra)

Fijar el flujo

Columna no definida

3. Inyectar la muestra (o conmutar la válvula).

Procedimiento: Utilización de columnas capilares definidas

El siguiente procedimiento asume que se ha fijado el flujo o la presión.

1. Verificar que la columna, el gas portador y el programa de flujo o presión (si se usa) están configurados correctamente. Ver [“Control del flujo y la presión”](#).
2. Si hay un inyector instalado, pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet] e introducir una temperatura.

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off<
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	
Pressure	0.0	Off
Totalflow	0.0	

Fijar la presión
Flujo (sólo se muestra)

Columna definida

3. Inyectar la muestra (o conmutar la válvula).

Mantenimiento del PCM

Procedimiento: Test de fugas de las conexiones de gas

Las fugas en las conexiones de gas afectan en exceso a los resultados cromatográficos.

No se recomiendan los detectores de fugas de líquidos, especialmente en áreas donde la limpieza es muy importante.

Si se usa un fluido para la detección de fugas, aclarar inmediatamente el fluido para eliminar la capa jabonosa.

AVISO

Para evitar los peligros potenciales de descarga eléctrica cuando se utilice el fluido de detección, apagar el GC y desconectar el cable de corriente principal. Tener cuidado de no derramar la disolución de fugas sobre los cables eléctricos, especialmente sobre los del calentador del detector.

Materiales necesarios:

- Detector electrónico de fugas (recomendado) o fluido de detección de fugas de líquidos. Si se está utilizando fluido de detección, eliminar el exceso cuando se haya completado el test.
 - Dos llaves inglesas de 7/16"
1. Utilizando el detector de fugas, revisar todas las conexiones. Comprobar las conexiones que salen y llegan al PCM.
 2. Corregir las fugas apretando las conexiones. Realizar de nuevo el test; continuar apretando hasta que todas ninguna conexión tenga fugas.

Si el PCM (más que sus conexiones) tiene fugas, contactar con Agilent.

21 Utilización de los detectores

Utilización de hidrógeno

Procedimiento: Configuración de las tablas de control del detector

Flujo de gas auxiliar

Gas auxiliar

Procedimiento: Definir el gas auxiliar

Procedimiento: Cambio del modo de flujo del gas auxiliar

Máximas velocidades de flujo

Tecla [Det Control]

Utilización de los detectores

El cromatógrafo de gases 6890 (GC) puede disponer de varios sistemas de detección. Otros se añadirán en el futuro. Dirigirse a Agilent para conocer las últimas novedades.

Nombre	Sensibilidad	Responde a	Comentarios
Conductividad térmica, TCD	Media	Todo excepto al gas portador	El "detector universal" para todo
Ionización de llama, FID	Alta	Casi todos los compuestos orgánicos	El "detector universal" para compuestos orgánicos
Captura electrónica de micro-celda, μ -ECD	Muy alta	Rango limitado de compuestos, la mayoría de los halocarburos	Utilizado para el análisis de pesticidas y herbicidas a nivel de trazas
Nitrógeno-fósforo, NPD	Muy alta	Componentes con nitrógeno o fósforo	Uso en análisis farmacéuticos y medioambientales
Fotométrico de llama, FPD	Alta	Componentes con azufre o fósforo	Uso en análisis medioambientales y biocientíficos

Utilización de hidrógeno

AVISO

Cuando se utilice hidrógeno (H_2) como gas portador o combustible, tener cuidado porque puede entrar en el horno y provocar riesgo de explosión. Por tanto, asegurarse de que la fuente permanezca cerrada hasta haber realizado todas las conexiones y de que el inyector y detector estén conectados a una columna o protegidos siempre que se suministre hidrógeno (H_2) al instrumento.

AVISO

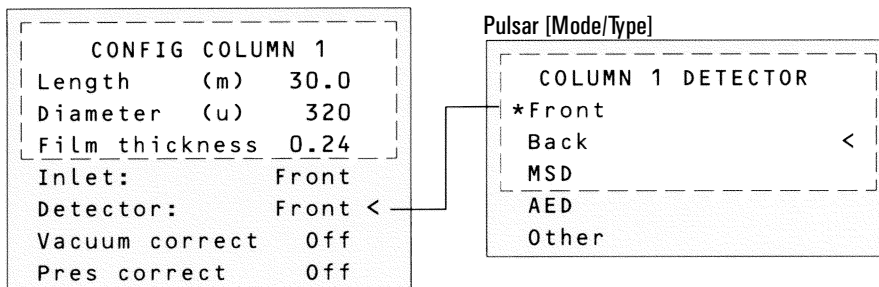
El hidrógeno (H_2) es inflamable. Si se producen fugas en un espacio cerrado, pueden provocar fuego o una explosión. En cualquier aplicación que utilice hidrógeno (H_2), comprobar las posibles fugas de las conexiones, líneas y válvulas antes de la operación. Cerrar siempre el suministro de hidrógeno antes de trabajar con el instrumento.

Procedimiento: Configuración de las tablas control del detector

Se debe estar familiarizado con este conjunto de tablas control para trabajar con el detector. Seguir estos tres pasos para configurar cualquier tipo de detector.

1. Revisar la configuración de la columna. (Esto se realiza generalmente cuando se configura el inyector, pero no es malo revisarlo otra vez).
 - Se debe indicar en el instrumento qué detector está conectado a la columna, frontal o posterior. Si sólo tiene un detector, es mejor tener sólo una columna configurada (a menos que tenga dos columnas adaptadas a ese detector).
 - Si se está utilizando una columna capilar, se debe introducir la longitud y el diámetro de la columna si se desea disponer de la opción de flujo de gas auxiliar. Se denomina *columna definida*. Si no se introducen estos valores, será una *columna no definida* y sus opciones de control estarán limitadas.

1. Pulsar [Config][Col 1] o [Config] [Col 2]:



2. Ir a Detector: Pulsar [Front] o [Back] o Pulsar [Mode/Type] y elegir Front o Back
3. Introducir las dimensiones de la columna, si fuera necesario.

2. Comprobar la configuración del detector (tipo de gas auxiliar).

El motivo para hacerlo es comprobar que el gas auxiliar introducido (gas auxiliar y de ánodo en el ECD; de referencia y auxiliar en el TCD) es el mismo que el gas conectado al detector.

Es importante porque:

- Cuando el tipo de gas configurado y el actual son diferentes para un detector EPC, la velocidad de flujo calculada no es correcta y afecta a la estabilidad de la misma.
- La electrónica para algunos detectores cambia dependiendo de la configuración del tipo de gas. El detector no funciona correctamente cuando los tipos de gas actual y configurado son diferentes.
- Buenas prácticas de laboratorio. Guardar un registro del gas utilizado.

La mayoría de los detectores tienen otros elementos configurables. Estos se describen posteriormente en esta sección.

3. Configurar la tabla control del detector. Lo siguiente es una breve descripción de cada línea de elementos del FID. Se muestran los valores del flujo (a la derecha) y los valores actuales (a la izquierda).

Pulsar [Front Det] o [Back Det].

(columna no definida)

FRONT DET (FID)		
Temp	250	250 <
H2 flow	40.0	40.0
Air flow	450.0	450.0
Mode:	Const makeup	
Mkup (N2)	50.0	50.0
Flame		0n
Output		15

FRONT DET (FID) El título indica la posición y el tipo de detector instalado.

Temp Aquí se fija la temperatura - los valores del parámetro de control (a la derecha) y los valores actuales (a la izquierda).

H2 flow, Air flow Son los gases del detector para el FID.

Mkup (N2) Donde se fijan los flujos de gas auxiliar. El tipo de gas se muestra entre paréntesis. Las líneas de la pantalla varían dependiendo del instrumento y de cómo se haya configurado.

Flame Es el control on/off para el FID (también llamada línea de Control del Detector). Cada detector tiene un tipo de control on/off propio.

Output Esta es el valor salida actual del detector. No se puede introducir un valor.

Flujo de gas auxiliar

El gas auxiliar entra en el detector por un punto próximo a la base de la columna. El propósito es acelerar los picos en su paso por el detector, especialmente con columnas capilares, de manera que la separación de los picos que se alcanzada por la columna no se pierda al atravesar el detector.

Gas auxiliar

La línea de gas auxiliar de la tabla control del detector cambia dependiendo de la configuración del instrumento.

En un inyector con la *columna no definida*, el flujo auxiliar es constante. La tabla control para el detector es similar a:

Temp	24	Off
H2 flow	0.0	Off
FRONT DET (NPD)		
Air flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off <
Adjust offset		Off
Output (Off)		0
Bead voltage		0.0

Se puede introducir un flujo o pulsar [On] para utilizar el flujo por defecto.

Si se está trabajando con una *columna definida*, se tiene la opción de dos modos de gas auxiliar.

El modo `Const makeup` proporciona un flujo constante de gas auxiliar al detector. Con este modo, la tabla control será similar a la siguiente:

Temp	24	Off
Anode	6.0	Off
FRONT DET (ECD)		
Mode:	Const makeup	
Mkup (N2)	0.0	Off <
Adjust offset	Off	
Output	0.0	
Ref current	0.00	

Se puede introducir un flujo o pulsar [On] para utilizar el flujo por defecto.

El modo `Col+mkup=const` proporciona un flujo variable de gas auxiliar al detector. Según aumenta o disminuye el flujo en la columna, el flujo auxiliar cambia para proporcionar un flujo combinado constante al detector. Con esta opción, hay que introducir un valor de `Combined flow`. La línea de `Combined Flow` siempre muestra el mismo valor, mientras que la línea `Mkup` de la tabla control cambia cuando cambia el flujo auxiliar.

Temp	24	Off
Anode	6.0	Off
FRONT DET (ECD)		
Mode:	Col+mkup=const	
Combined flow	5.0	<
Mkup (N2)	4.2	
Adjust offset	Off	
Output	0.0	
Ref current	0.00	

Se puede introducir un flujo o pulsar [On] para utilizar el flujo por defecto.

Este número cambiará según lo haga el flujo en columna.

Procedimiento: Definir el gas auxiliar

1. Pulsar [Config] [Front Det] o
[Config] [Back Det]:

```

CONFIGURE FRONT DET
Mkup gas type      N2 <
Lit offset         0.5
Electrometer       0n
    
```

2. Ir a Mkup gas type y
Pulsar [Mode/Type].

```

FRONT DET MAKEUP GAS
Helium             <
*Nitrogen
Argon
    
```

3. Ir al gas adecuado y pulsar [Enter].

Procedimiento: Cambio del modo de flujo del gas auxiliar

1. Ir a Mode :

```

Temp      24   Off
Anode     6.0  Off
  FRONT DET (ECD)
Mode: Col+mkup=const <
Combined flow  5.0
Mkup (N2)     4.2
Adjust offset  Off
Output        0.0
Ref current   0.00
    
```

2. Pulsar [Mode/Type].

```

F DET MAKEUP MODE
*Const makeup flow
Col+makeup=const <
    
```

3. Elegir el modo de flujo y pulsar [Enter].

Máximas velocidades de flujo

Las velocidades de flujo máximas que se pueden fijar con detectores son:

Detector y gas	Velocidad de flujo máxima, ml/min
Ionización de llama	
Hidrógeno	100
Aire	800
Auxiliar (nitrógeno, helio, argón)	100
Conductividad térmica	
Nitrógeno	referencia 100; auxiliar 10
Helio	referencia 100; auxiliar 12
Hidrógeno	referencia 100; auxiliar 18
Argón	referencia 100; auxiliar 10
Captura electrónica de micro-celda	
Nitrógeno	purga del ánodo 12; auxiliar 200
Argón/Metano	purga del ánodo 12; auxiliar 200
Nitrógeno-fósforo	
Hidrógeno	30
Aire	200
Auxiliar (nitrógeno, helio, argón)	100
Fotométrico de llama	
Hidrógeno	250
Aire	200
Auxiliar (nitrógeno, helio, argón)	130

Tecla [Det Control]

Es otro modo de abrir una tabla control del detector. Pulsar [Front Det] [Det Control] o [Back Det] [Det Control] para abrir la tabla de control del detector. Si sólo tiene un detector, [Det Control] abre esa tabla.

Cuando se utilice [Det Control], la tabla se abre con el control On/Off del detector—FID y FPD, Flame, TCD Filament, NPD, Adjust offset.

Pulsar [Det Control]

Temp	24	Off <
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mkup (N2)	0.0	Off
FRONT DET (FID)		
Flame		Off
Output		0.0

Apagar o encender el detector

22 Detector de ionización de llama

Información general

Neumática del FID

Consideraciones especiales

Condiciones que impiden el funcionamiento del detector

Desconexión automática del detector

Jets

Reencendido automático—Lit offset

Procedimiento: Cambio del valor de autoencendido

Electrómetro

Velocidad de muestreo

Procedimiento: Utilización de picos rápidos

Operación del FID

Presiones del gas

Operación con control EPC

Procedimiento: Utilización del FID

Condiciones y cromatograma de control

Condiciones de control del FID

Cromatograma de control típico del FID

Mantenimiento del detector de ionización de llama

Corrección de los problemas de hardware del FID

Sustitución o limpieza del jet

Procedimiento: Retirada e inspección del jet

Procedimiento: Limpieza del jet

Procedimiento: Instalación del jet

Limpieza del colector

Procedimiento: Retirar el colector

Procedimiento: Limpieza del colector

Procedimiento: Montaje del detector

Procedimiento: Cambio del cable de encendido del FID

Tubo del catalizador de níquel

Flujos de gas

Temperatura

Relleno del catalizador

Detector de ionización de llama

Información general

El detector de ionización de llama hace pasar las muestras y el gas portador desde la columna a través de una llama de hidrógeno-aire. Esta llama por sí sola crea algunos iones, pero cuando se quema un compuesto orgánico se produce un incremento de iones. Un voltaje de polarización atrae estos iones hasta un colector localizado cerca de la llama. La corriente producida es proporcional a la cantidad de la muestra que se esté quemando. Esta corriente es detectada por un electrómetro, convertida a forma digital y enviada a un dispositivo de salida.

Neumática del FID

En la [Figura 73](#) se muestra el diseño de la neumática del FID.

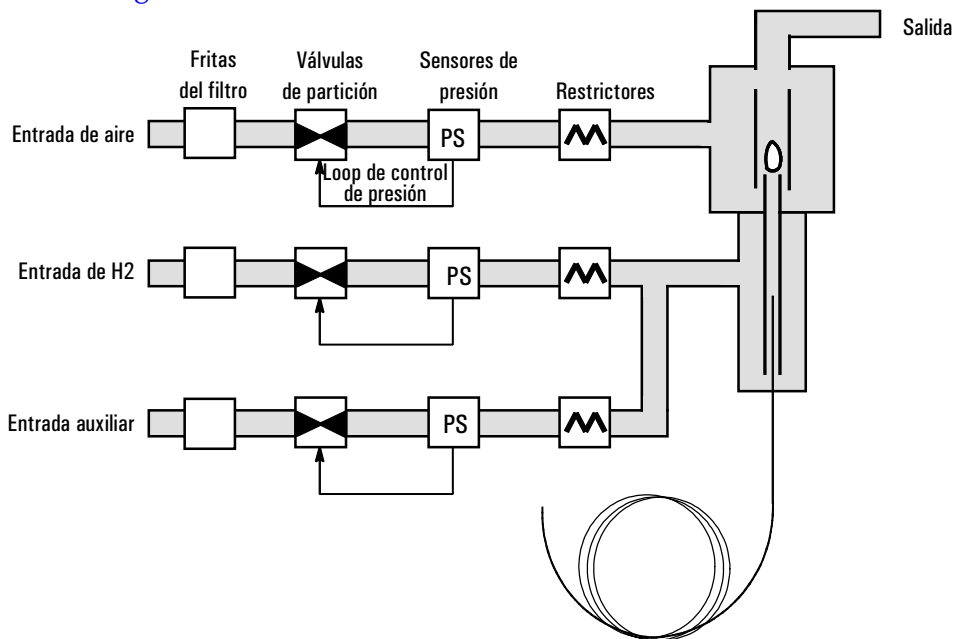


Figura 73 Esquema del detector de ionización de llama

Consideraciones especiales

Condiciones que impiden el funcionamiento del detector

- Temperatura fijada por debajo de 150°C
- Flujo de hidrógeno o aire fijado en OFF o en 0,0
- Fallo en el encendido

Desconexión automática del detector

Si se corta un gas crítico para el detector debido a un fallo neumático o del encendido, el detector se desconecta automáticamente. Esto provoca la desconexión total excepto la temperatura del detector y el flujo del gas auxiliar.

Jets

Hay dos tipos de FID disponibles. El FID *optimizado para capilares* que sólo se utiliza con columnas capilares y el FID *adaptable*, adecuado para columnas empacetas y que se puede adaptar a columnas capilares.

Conexión optimizada para capilares



Conexión adaptable

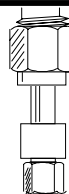


Tabla 59 Jets para el FID optimizado para capilares

Tipo de jet	Nº Referencia	D.I. jet
Capilar	G1531-80560	0,29 mm (0,011")
Alta temperatura <i>(uso con destilación simulada)</i>	G1531-80620	0,47 mm (0,018")

Tabla 60 Jets para FID adaptable

Tipo de jet	Nº Referencia	D.I. jet
Capilar	19244-80560	0,29 mm (0,011")
Empaquetada	18710-20119	0,47 mm (0,018")
Empaquetadas de diámetro ancho <i>(uso con aplicaciones de sangrado alto)</i>	18789-80070	0,030"
Alta temperatura <i>(uso con destilación simulada)</i>	19244-80620	0,47 mm (0,018")

El detector se entrega con jet de columna capilar. Si está realizando destilación simulada o análisis a alta temperatura, se debe cambiar el jet. Las instrucciones aparecen en ["Sustitución o limpieza del jet"](#).

Reencendido automático—Lit offset

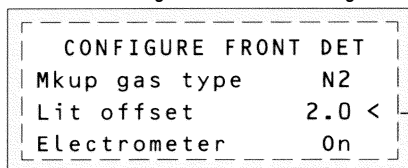
Lit offset es la diferencia esperada entre la salida del FID con la llama encendida y la salida con la llama apagada. Si la salida está por debajo de ese valor, el FID intentará encenderse dos veces. Si la salida no supera este valor, el detector desconecta todas las funciones excepto la temperatura y el flujo de gas auxiliar.

El valor por defecto para la compensación de encendido es de 2,0 picoamps. Es un buen valor de trabajo excepto para gases y sistemas muy limpios. Este valor se debería cambiar si:

- El detector intente el reencendido cuando la llama esté ya encendida, provocando la desconexión automática.
- El detector no intente el reencendido cuando la llama esté apagada.

Procedimiento: Cambio del valor de autoencendido

1. [Pulsar [Config][Front Det] o [Config][Back Det].



Compensación del encendido
 (Lit offset)

2. Ir a `Lit offset` e introducir un valor.

El valor por defecto es 2,0 pA.

Introducir 0 para desactivar la función de reencendido automático.

El rango posible es de 0 a 99,9 pA.

Electrómetro

La tabla de control Configure Detector (Configuración del detector) contiene un parámetro de On/Off para el `Electrómetro`. No será necesario encender o apagar el electrómetro cuando se trabaje con el FID. Sólo será necesario apagar el electrómetro cuando se limpie el detector.

Precaución

No apagar el electrómetro durante un análisis. Esto cancelará la salida del detector.

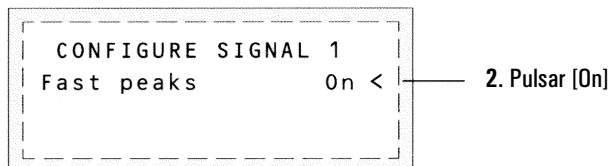
Velocidad de muestreo

La salida analógica para el FID se puede realizar a dos velocidades. La velocidad más rápida permite anchuras mínimas de pico de 0,004 minutos, mientras que la velocidad estándar permite anchuras de pico de 0,01 minutos.

Procedimiento: Utilización de picos rápidos

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

1. Pulsar [Config][Signal 1] o [Config][Signal 2]



Se dispone de una salida digital a la ChemStation a once velocidades con intervalos de 0,1 Hz a 200 Hz, capacidad de tratamiento de picos desde una anchura de 0,001 a 2 minutos. Consultar [“Tratamiento de la señal”](#).

La función de picos rápidos no se aplica a la salida digital.

Operación del FID

Para seleccionar temperaturas y flujos, utilizar la información de la [Tabla 61](#). Elegir una presión de suministro mínima en la [Figura 74](#).

Tabla 61 Temperatura y flujo recomendados—FID

Gas	Rango de flujo (ml/min)	Flujo recomendado (ml/min)
Gas portador (hidrógeno, helio, nitrógeno)		
Columnas empaquetadas	10 a 60	
Columnas capilares	1 a 5	
Gases del detector		
Hidrógeno	24 a 60*	40
Aire	200 a 600*	450
Columna y capilar auxiliar	10 a 60	50
<i>Recomendado: nitrógeno</i> <i>Alternativa: helio</i>		
Temperatura del detector		
< 150°C, la llama no se encenderá, evita daños por condensación		
La temperatura del detector debe ser, aproximadamente, 20°C más alta que la de la rampa superior del horno dependiendo del tipo de columna.		
Lit offset [Config][Front Det] o [Config][Back Det]		
Si la salida del detector cuando la llama está encendida menos la salida del detector cuando la llama está apagada cae por debajo de ese valor, el FID intentará reencenderse dos veces. Si la salida supera este valor, el detector se apagará.		
2,0 pA es el valor recomendado.		
0,0 pA inutiliza la función de encendido automático.		
*La relación hidrógeno - aire debe estar entre el 8% y el 12% para mantener la llama encendida.		

Presiones del gas

Seleccionar un flujo y determinar una presión. Fijar la presión de la fuente por encima de 10 psi (70 kPa).

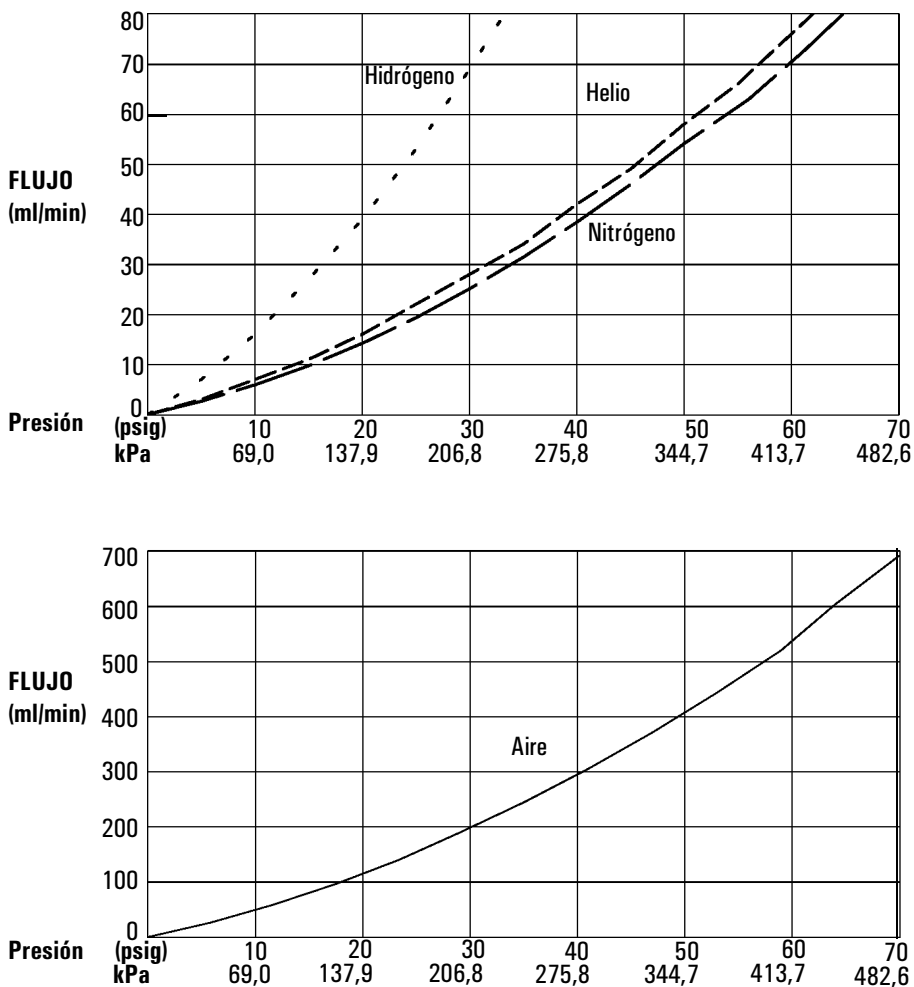
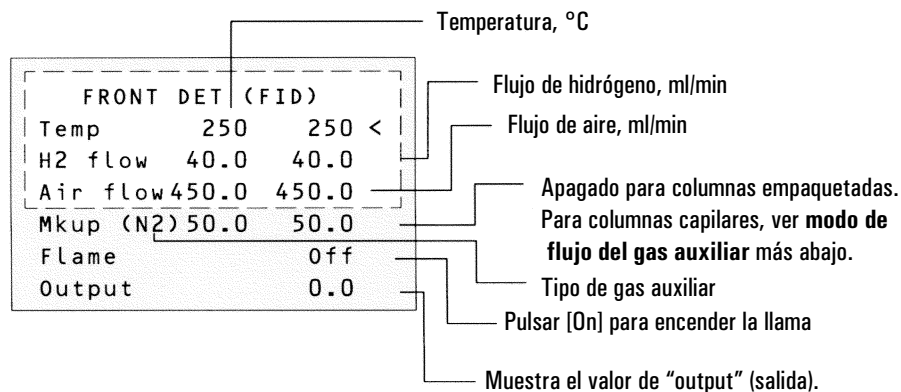


Figura 74 Relaciones presión/flujo típicas para los gases del FID
(a 25°C y 1 atmósfera de presión)

Operación con control EPC

Pulsar [Front Det] o [Back Det].



Modo de flujo del gas auxiliar:

Si las dimensiones de la columna están especificadas, la tabla de control también incluirá:

Mode: Const makeup	<
Mkup flow	0.0 Off

Mode: Col+mkup=const	
Combined flow	0.0
Makeup flow	0.0

Para **cambiar el modo auxiliar**, ir a Mode: y pulsar [Mode/Type].
Hacer una selección e introducir los valores de flujo apropiados.

F DET MAKEUP MODE	
*Const makeup flow	
Col+makeup=const	<

Para ver **gas auxiliar** o cambiar **Lit offset**, pulsar [Config][Front Det] o [Config][Back Det]:

CONFIGURE FRONT DET		
Mkup gas type	N2	<
Lit offset	2.0	
Electrometer	On	

No es necesario apagar o encender el electrómetro a menos que se esté realizando algún procedimiento de mantenimiento.

Para cambiar el **tipo de gas auxiliar** pulsar [Mode/Type]:

FRONT DET MAKEUP GAS		
Helium		<
*Nitrogen		

Seleccionar el gas apropiado.

Figura 75 Tabla de control del FID

Procedimiento: Utilización del FID

Comprobar que todos los gases del detector están conectados, que están instalados una columna y el jet correcto y que el sistema está libre de fugas. Comprobar la temperatura del horno, del inyector y el flujo de la columna. Utilizar la [Figura 75](#) como guía para el FID.

AVISO

Verificar que esté instalada una columna o que la conexión de la columna del FID esté ajustada antes de abrir el aire o hidrógeno. Existe peligro de explosión si el aire y el hidrógeno entran en el horno.

1. Pulsar [Front Det] o [Back Det] para abrir la tabla de control del FID.
2. Fijar la temperatura del detector. La temperatura debe ser mayor de 150°C para que se encienda la llama.
3. Cambiar la velocidad de flujo del hidrógeno, si fuera necesario, y pulsar [Off].
4. Cambiar la velocidad de flujo del aire, si fuera necesario, y pulsar [Off].
5. Si se están utilizando **columnas empaquetadas**, apagar el gas auxiliar y seguir en el paso [7](#).
6. Si se están utilizando **columnas capilares**:
 - a. Comprobar que el tipo de gas auxiliar es el mismo que el conectado al instrumento (al lado de la línea M_{KUP} de la tabla de control). Cambiar el tipo de gas, si fuera necesario.
 - b. Si la columna capilar está *definida* y conectada a un inyector con control EPC, seleccionar un modo de flujo nuevo (si se quiere) y fijar el flujo del gas auxiliar o un flujo combinado.
 - c. Si la columna capilar *no está definida* o conectada a un inyector sin control EPC, introducir un flujo de gas auxiliar. Sólo puede ser un flujo constante.
7. Ir a F_{LAME} y pulsar [On]. Esto abre el aire e hidrógeno e inicia la secuencia de encendido. La señal generalmente aumenta de 5 a 20 pA después del encendido. Comprobar que la llama está encendida colocando una superficie fría y brillante (un espejo o una llave metálica) en la salida del colector. Una condensación estable indica que está encendida.

Procedimiento abreviado

(asume que los parámetros correctos están almacenados)

1. Abrir la tabla control del detector.
2. Activar la temperatura.
3. Abrir el gas auxiliar, en caso necesario.
4. Pulsar [Det Control].
5. Pulsar [On].

Condiciones y cromatograma de control

Esta sección contiene ejemplos típicos del cromatograma de una muestra de prueba. Se puede utilizar como guía general del funcionamiento del instrumento.

Observar que los volúmenes de inyección listados con las condiciones operativas no indican necesariamente el volumen total inyectado. El volumen inyectado es simplemente el que indica el émbolo de una jeringa estándar de 10 μl . Para un inyector calentado, el volumen real de la muestra inyectado incluirá 0,4 a 0,7 μl adicionales, el volumen de muestra volatilizado en el interior de la aguja de la jeringa. Para un inyector especial en columna (sin calentar), la posición del émbolo de la jeringa refleja más exactamente el volumen real inyectado.

El siguiente procedimiento y resultados tienen como propósito probar el correcto funcionamiento del sistema inyector y/o detector; no son, necesariamente, los más adecuados para comprobar los límites de especificación de un sistema.

Condiciones de control del FID

Columna y muestra

Tipo	HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 μm Ref. 19091J-413
Muestra	Control del FID 18710-60170
Volumen de inyección	1 μl

Inyector

Temperatura	250°C empaquetadas con purga o con/sin división (split/splitless)
Seguimiento del horno	Refrigeración en columna
	40°C PTV (ver abajo)
Presión del inyector	25 psi (presión constante, helio)

Split/Splitless

Modo	Sin división (splitless)
Flujo de purga	60 ml/min
Tiempo de purga	0,75 min

Inyector, continuación

PTV

Modo	Sin división (splitless)
Temperatura del inyector	40°C
Tiempo inicial	0,1 min
Velocidad 1	720°C/min
Temp. final 1	350°C
Tiempo final 1	2 min
Velocidad 2	100°C/min
Temp. final 2	250°C
Tiempo final 2	0 min
Presión del inyector	25 psi (presión constante)
Tiempo de purga	0,75 min
Flujo de purga	60 ml/min

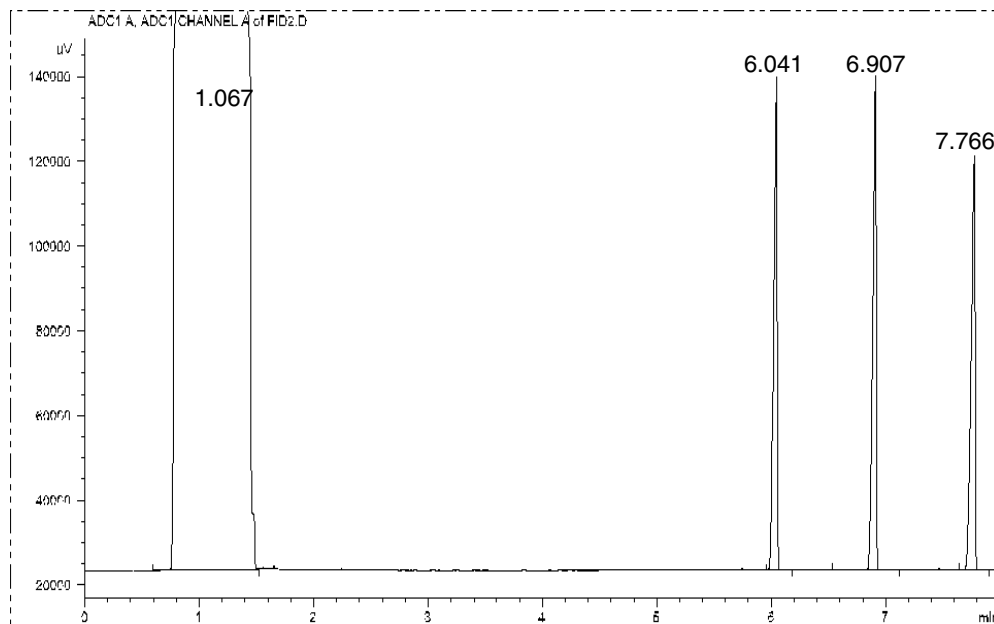
Detector

Temperatura	300°C
Flujo del H ₂	30 ml/min
Flujo de aire	400 ml/min
Flujo auxiliar (N ₂)	25 ml/min
Offset	Debe ser < 20 pA

Horno

Temperatura inicial	40°C
Tiempo inicial	0 min
Velocidad 1	25°C/min
Temperatura final	90°C
Tiempo final	0 min
Velocidad 2	15°C/min
Temperatura final	170°C
Tiempo final	2 min

Cromatograma de control típico del FID

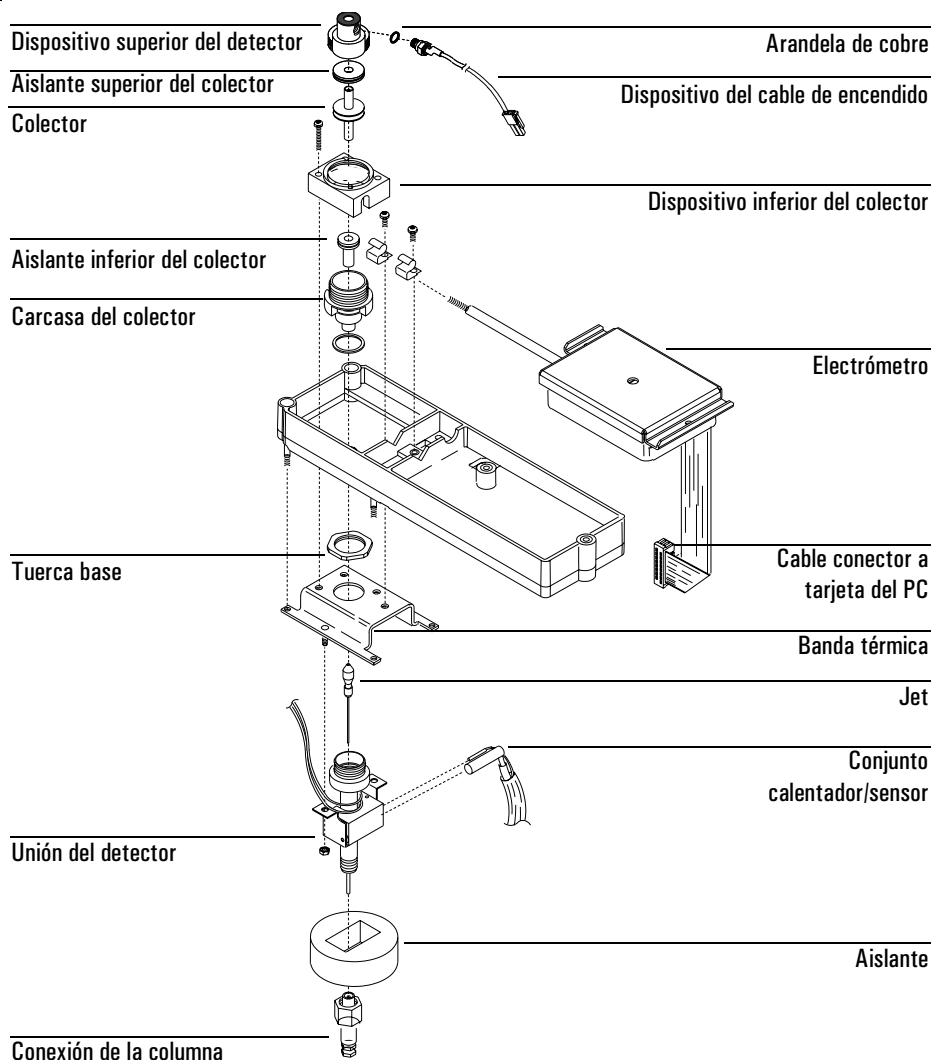


Los tiempos de retención pueden variar, pero los picos deben ser simétricos como los de este ejemplo.

Mantenimiento del detector de ionización de llama

AVISO

Los detectores de ionización de llama utilizan hidrógeno como combustible. Si el flujo del hidrógeno está abierto y no hay columna conectada a la entrada del detector, el gas puede entrar en el horno y crear riesgo de explosión. El detector debe tener una columna conectada o estar tapado en todo momento.



Corrección de los problemas de hardware del FID

La llama se apaga o no se enciende

- Comprobar la velocidad de flujo en columna. Si fuera demasiado alta, reducirla o reducir la presión. Cambiar a otra columna más restrictiva (más larga o de d.i. menor). Si se necesita una de más d.i., apagar el flujo gas portador hasta que se encienda el FID. Comprobar si el jet está taponado, parcial o totalmente.
- Verificar que está instalado el tipo de jet correcto para la columna que está utilizando. Los tipos de jet se listan en la página [522](#).
- Inyecciones de volúmenes grandes de disolventes aromáticos pueden causar que la llama sobresalga. Cambiar a un disolvente no aromático.
- El valor Lit Offset puede ser demasiado bajo o demasiado alto. Ajustarlo.

AVISO

Los detectores de ionización de llama utilizan hidrógeno como combustible. Si el flujo del hidrógeno está abierto y no hay columna conectada a la entrada del detector, el gas puede entrar en el horno y crear riesgo de explosión. El detector debe tener una columna conectada o estar tapado en todo momento.

Sustitución o limpieza del jet

Los jets requieren limpieza o sustitución periódica. Incluso con un uso normal, aparecen depósitos (normalmente de sílice blanca del sangrado de la columna o negros de cenizas). Los depósitos reducen la sensibilidad y causan ruido y marcas cromatográficas. Aunque es posible limpiar el jet, normalmente resulta más práctico cambiarlo. Si se limpia, hay que ser muy cuidadoso para no dañarlo.

Puede ser necesario cambiar el jet cuando se cambie la columna o el análisis. Por ejemplo, las columnas empaquetadas utilizan jets diferentes de las capilares. Se debe instalar el jet correcto *antes* de cambiar la columna.

Para cambiar un jet, primero debe retirarse el dispositivo del colector del FID. El procedimiento tiene tres partes: retirada e inspección, limpieza (opcional) e instalación del jet.

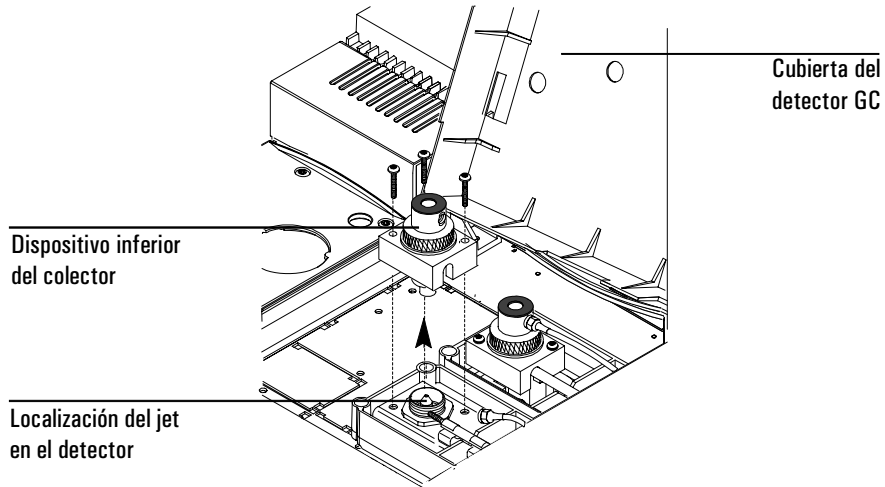
Procedimiento: Retirada e inspección del jet**Materiales necesarios:**

- Guantes de protección por si el detector está caliente
- Destornillador Torx T-20
- Llave para tuercas 1/4"
- Pinzas

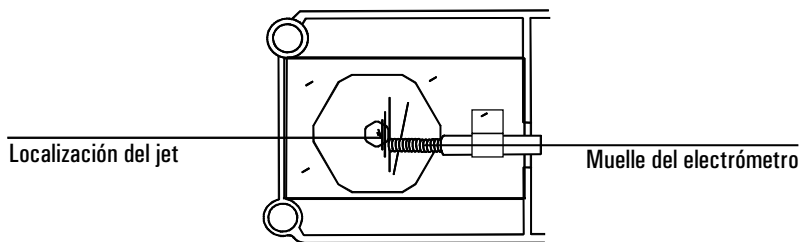
1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Enfriar el detector a temperatura ambiente.
- Cuando el detector esté frío, apagarlo y cerrar los gases desde el teclado del GC.
- Apagar el electrómetro; pulsar [Config] [Front Det] o [Config] [Back Det] para acceder a la tabla de control.
- Enfriar el inyector y luego cerrar la entrada del gas.
- Enfriar el horno, retirar la columna y tapar la conexión. Ver ["Columnas y trampas"](#).
- Abrir la cubierta del detector GC para acceder al FID.

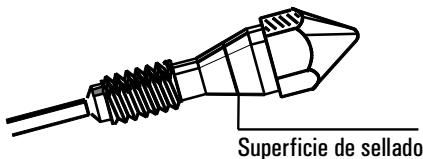
2. Ponerse los guantes si el detector está caliente. Retirar los tres tornillos que sujetan el dispositivo inferior del colector. Retirar el dispositivo. El aislante puede permanecer en la parte inferior del colector.



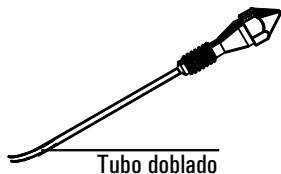
3. Utilizando la llave de tuercas, liberar el jet y extraerlo. Se podrían necesitar unas pinzas para agarrar el jet.



4. Comprobar que la superficie de sellado no está arañada. Debe haber un anillo alrededor de la superficie de sellado; no debe haber ningún rasguño.



5. Inspeccione el tubo del jet para asegurarse que no esté doblado o retorcido. Comprobar también la contaminación o piezas de columna rota, sujetándolo cerca de una luz y mirando a través de él. Si no hay contaminación, el tubo debe estar transparente.



Procedimiento: Limpieza del jet

Normalmente es más conveniente sustituir los jets sucios por otros nuevos que limpiarlos, especialmente si están muy contaminados.

Al limpiar el jet, cuidado si se utiliza un alambre de limpieza. Asegurarse de que no se araña internamente porque quedaría inservible. Puede ser preferible limpiarlo con el alambre y utilizar únicamente un baño acuoso.

Materiales necesarios:

- Baño pequeño para limpieza por ultrasonidos
 - Detergente acuoso
 - Metanol calidad GC en una botella de lavado de Teflón
 - Kit de limpieza del detector de llama (Ref. 9301-0985)
 - Aire o nitrógeno comprimidos, filtrados y secos
 - Pinzas
1. Pasar un alambre de limpieza a través de la parte superior del jet. Hacerlo varias veces hasta que se mueva suavemente. Tener cuidado de no arañarlo.
 2. Procedimiento de limpieza con agua:
 - a. Llenar el baño de ultrasonidos de limpieza con detergente acuoso e introducir el jet en él. Sonicar 5 minutos.
 - b. Utilizar un escariador de jets para limpiar el interior.
 - c. Sonicar otros 5 minutos.
¡A partir de este punto, manejar las piezas únicamente con pinzas!

- d. Sacar el jet del baño y limpiarlo bien bajo un grifo de agua caliente y después con un poco de metanol.
- e. Secar el jet con un chorro de aire comprimido o nitrógeno y después dejarlo secar al aire.

Procedimiento: Instalación del jet

Precaución ¡No apretar demasiado el jet! Se puede deformar y dañar permanentemente el jet, la base del detector o ambos.

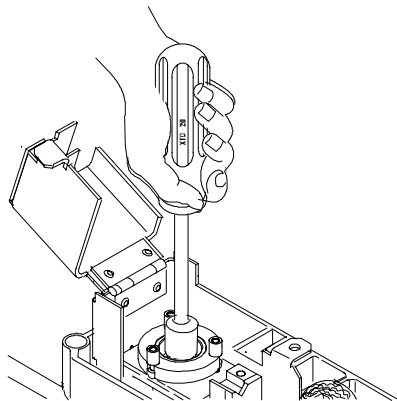
Precaución ¡Manejar un jet limpio o nuevo únicamente con pinzas!

Materiales necesarios:

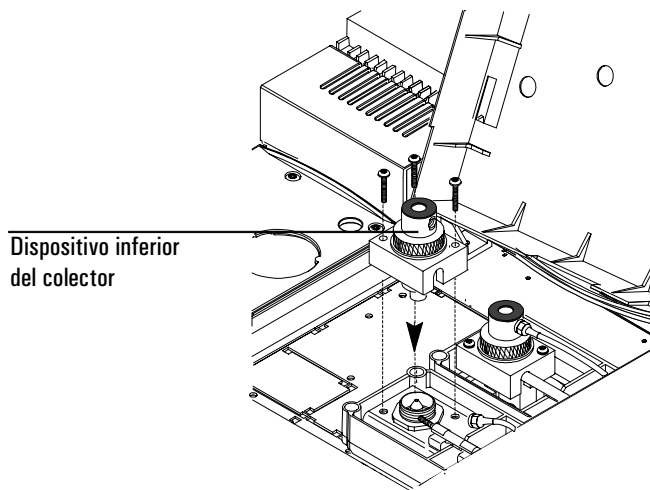
- Guantes de protección por si el detector está caliente
- Pinzas
- Controlador hexagonal de 1/4"
- Destornillador Torx T-20

Consultar en la página [522](#) las tablas con los tipos de jet.

1. Introducir el jet y apretarlo con la llave hexagonal hasta que esté ajustado.



- Colocar de nuevo el dispositivo del colector. Apretar los tres tornillos del colector que soportan su dispositivo.



- Adaptar de nuevo la columna al detector. Ahora se pueden recuperar las condiciones de funcionamiento normales.

Limpieza del colector

El colector requiere una limpieza ocasional para eliminar los depósitos (normalmente sílice blanca del sangrado de la columna, o de ceniza negra). Los depósitos reducen la sensibilidad y causan ruido y marcas cromatográficas.

El procedimiento de limpieza presentado sugiere utilizar un baño de ultrasonidos para limpiar el colector y otras partes del detector. Sin embargo, si su colector no está demasiado sucio, puede ser suficiente frotarlo con un cepillo de nylon y soplar con aire comprimido o nitrógeno para eliminar las partículas contaminación.

Este procedimiento se divide en tres pasos: retirar el colector, limpiar el colector y montar de nuevo el detector.

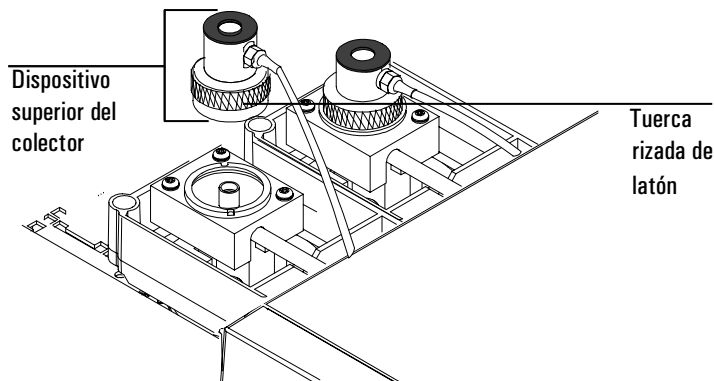
Procedimiento: Retirar el colector**Materiales necesarios:**

- Destornillador Torx T-20
- Llave para tuercas 1/4"
- Pinzas
- Guantes protectores por si el detector está caliente

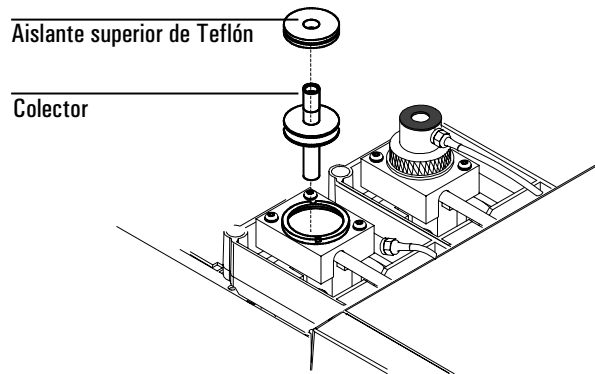
1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Enfriar el detector a temperatura ambiente.
- Cuando el detector esté frío, desconectar la zona de temperatura y cerrar los gases en el teclado del GC.
- Apagar el electrómetro; el control del electrómetro está en la tabla "Config Det". Pulsar [Config] [Front Det] o [Config] [Back Det] para acceder a la tabla de control.
- Abrir la cubierta del detector GC para acceder al FID.

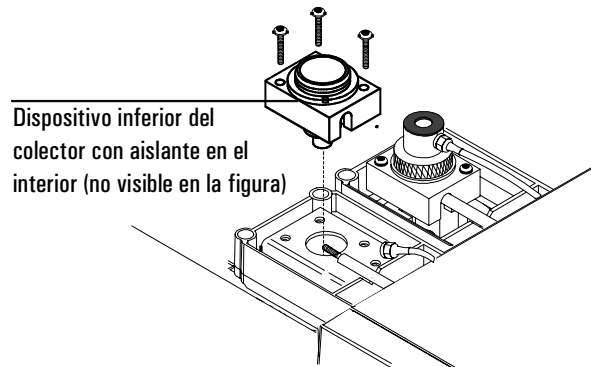
2. Ponerse los guantes si el detector está caliente. Aflojar la tuerca de latón. Levantar el dispositivo superior. El aislante superior de Teflón podría estar pegado a la parte inferior del dispositivo. Retirar el aislante.



- Levantar el colector. El aislante superior puede estar acoplado al colector. Se puede necesitar unas pinzas para sujetar el colector.



- Retirar los tres tornillos que sujetan el dispositivo inferior del colector. Retirar el dispositivo. Retirar el aislante del dispositivo inferior. Puede necesitar usar pinzas para agarrarlo.



Procedimiento: Limpieza del colector

Materiales necesarios:

- Baño pequeño para limpieza por ultrasonidos
- Detergente acuoso
- Metanol calidad GC en una botella de lavado de Teflón
- Kit de limpieza del detector de llama (Ref. 9301-0985)
- Aire o nitrógeno comprimidos, filtrados y secos
- Pinzas

Procedimiento de limpieza:

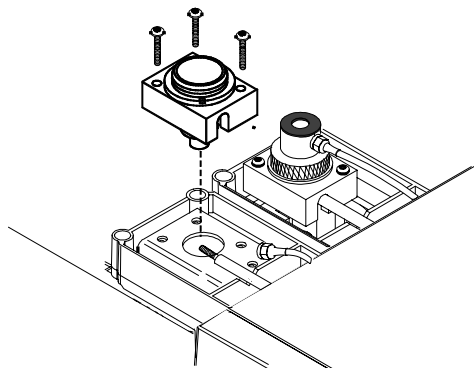
1. Llenar el baño de ultrasonidos con detergente acuoso e introducir los dos aislantes y el colector. Sonicar 5 minutos.
2. Utilizar el cepillo de nylon para limpiar todas las piezas.
3. Sonicar otros 5 minutos.
¡A partir de este punto, manejar las piezas únicamente con pinzas!
4. Sacar las piezas del baño y enjuagarlas bajo el grifo de agua caliente y después con una pequeña cantidad de metanol.
5. Dejar secar las piezas al aire.

Procedimiento: Montaje del detector

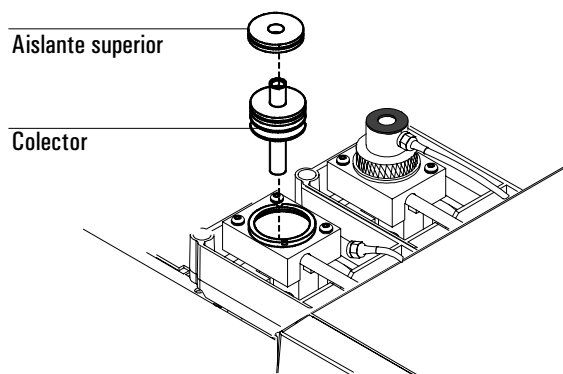
Precaución ¡Sujetar el colector limpio y los aislantes únicamente con pinzas!

Materiales necesarios:

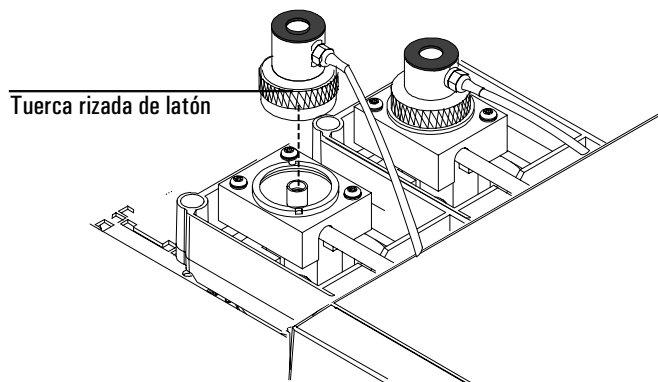
- Pinzas
 - Destornillador Torx T-20
1. Introducir el aislante en el dispositivo del colector inferior. Instalar el dispositivo del colector inferior y apretar los tres tornillos.



2. Retirar el colector e instalar el aislante superior de Teflón.



3. Instalar el dispositivo superior del colector y apretar la tuerca rizada con la mano.



4. Cerrar la cubierta del detector del GC. Ahora se pueden recuperar las condiciones de funcionamiento normales.

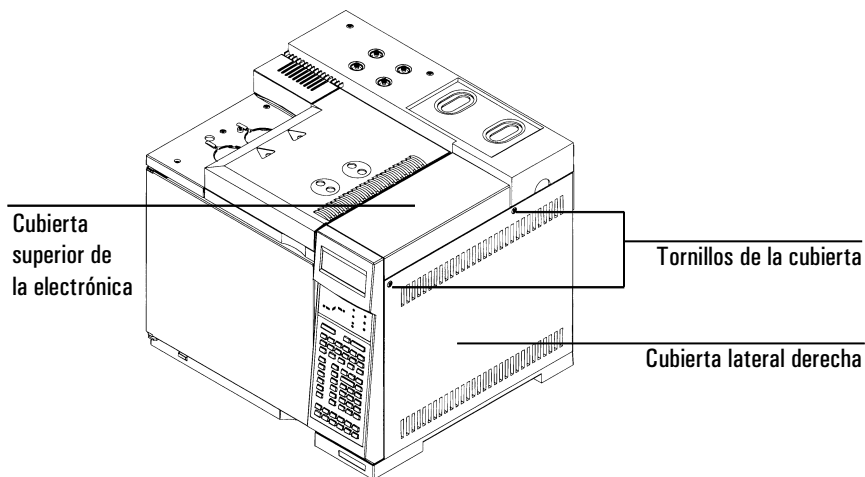
Procedimiento: Cambio del cable de encendido del FID

Materiales necesarios:

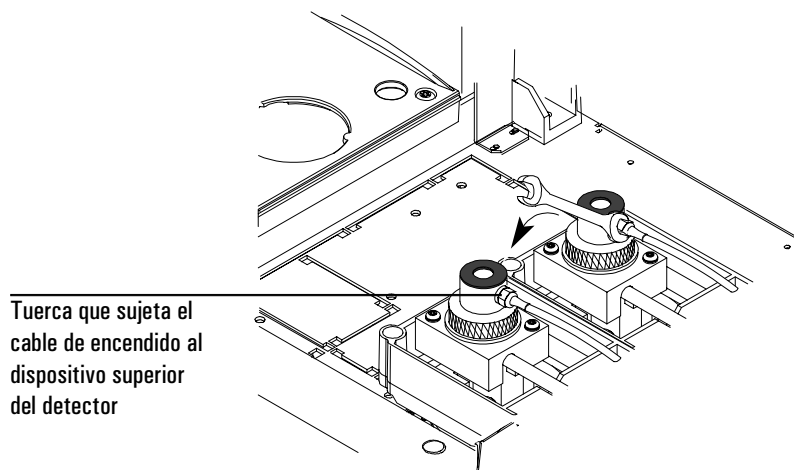
- Llave inglesa de 5/16"
- Destornillador Torx T-20
- Muñequera ESD
- Dispositivo del cable de encendido (referencia G1531-60680)

1. Antes de iniciar el procedimiento:
 - Dejar que el detector se enfríe a temperatura ambiente. Cuando el detector esté frío, apagar el GC.
 - Levantar la cubierta del detector del GC para acceder al FID.
 - Retirar la cubierta superior de la electrónica.

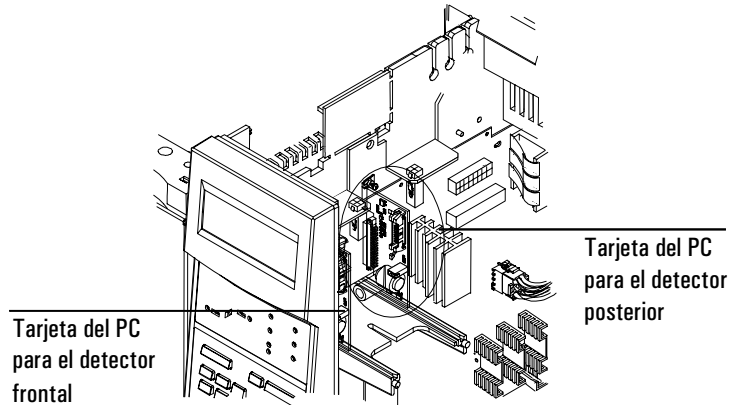
2. Quitar los dos tornillos que aseguran la cubierta derecha y retirarla.



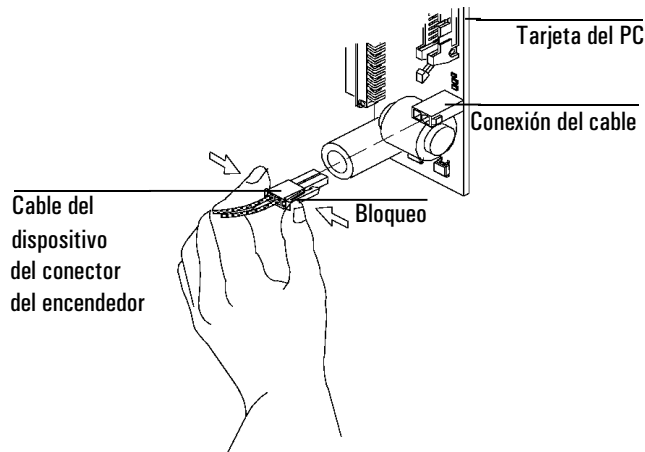
3. Utilizando una llave inglesa, aflojar el cable de encendido del dispositivo superior del detector. Desconectar completamente el cable. No aflojar la pequeña arandela de cobre que hay entre el dispositivo superior y la conexión del cable de encendido.



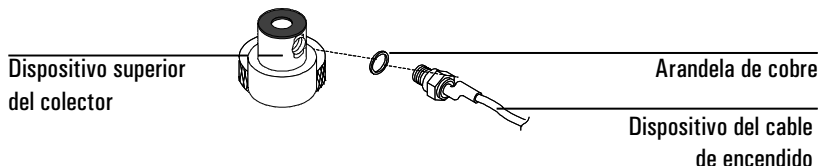
4. El otro extremo del cable de encendido está conectado a la tarjeta del PC del detector. Utilizar la figura siguiente para localizar el PCB. Asegurarse de usar la muñequera ESD durante este procedimiento y conectarla a una toma de tierra apropiada.



5. Para desconectar la conexión del cable, presionar la clavija y liberar cuidadosamente el conector. Acoplar el nuevo cable de encendido presionando la clavija y deslizando el conector por la ranura.



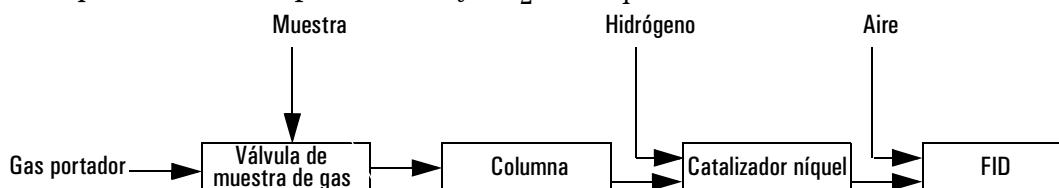
- Colocar la arandela de cobre en el otro extremo del cable de encendido. Conectar el otro extremo del cable de encendido al dispositivo superior del detector y apretar el tornillo, primero a mano y después con el destornillador.



- Colocar la cubierta lateral derecha y los dos tornillos. Colocar de nuevo la cubierta superior de la electrónica.
- Encender el GC y recuperar las condiciones operativas normales.

Tubo del catalizador de níquel

El tubo del catalizador de níquel, G2747A, se utiliza para seguir los análisis de CO y CO₂ con un detector de ionización de llama. La muestra de gas se separa en la columna y pasa sobre el catalizador caliente en presencia de hidrógeno, que convierte los picos de CO y CO₂ en CH₄.



Flujos de gas

Para la instalación estándar del FID:

Gas	Velocidad de flujo, ml/min
Portador (helio)	30
Hidrógeno FID	30 (ver precaución)
Aire FID	400

Para la instalación en serie TCD/FID:

Gas	Velocidad de flujo, ml/min
Portador (helio)	30
Flujo de encendido TCD	25
Hidrógeno FID	45 (ver precaución)
Aire FID	500

Precaución

El flujo de H₂ se controla con la presión, cuando el FID proporciona una resistencia conocida. El tubo catalizador de Ni aumenta la resistencia al flujo, por lo que la calibración no será válida. Habrá que medir el flujo con un medidor de burbuja o similar. Ver [“Procedimiento: Medición de flujos de gas con un flujómetro de burbuja”](#).

El catalizador de níquel se daña con la exposición al aire.

Temperatura

El tubo del catalizador de níquel se instala normalmente en la posición del inyector posterior y está controlado por el parámetro de temperatura del inyector posterior. Para la mayoría de los análisis, se fijan estas temperaturas:

- Tubo del catalizador de níquel 375°C
- FID 400°C

Relleno del catalizador

El catalizador de níquel se daña con la exposición al aire o por impurezas de las muestras y gases. Si el funcionamiento se viera significativamente reducido, habría que volver a llenar el tubo del catalizador.

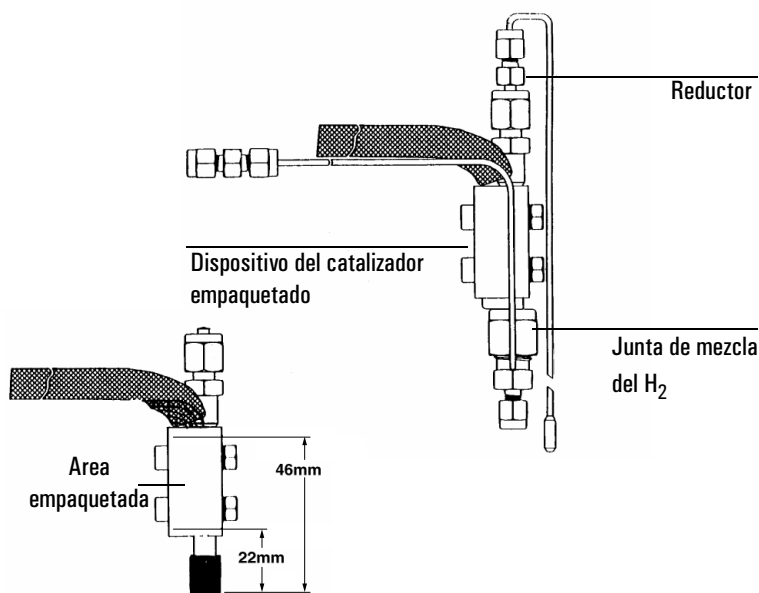
AVISO El hidrógeno (H_2) es inflamable y se produce peligro de explosión cuando se mezcla con aire dentro de un espacio cerrado (por ejemplo, el horno). En todas las aplicaciones que utilicen H_2 , apagar el suministro y su fuente antes de encender el instrumento.

AVISO El óxido de níquel y algunas formas de óxido de silicio se consideran carcinógenas para los humanos. Realizar todo el procedimiento bajo una campana extractora y utilizar todo el tiempo guantes de algodón. Eliminar todos los vertidos con un aspirador a vacío tipo HEPA, sin agitar demasiado el ambiente. Avisar al departamento de seguridad de la compañía si se produjera un vertido.

AVISO Para prevenir la dermatitis, lavar las manos y brazos con jabón después de utilizarlo. Se recomienda llevar mangas largas durante la manipulación y el proceso de limpieza. Si no, utilizar guantes largos.

Precaución Asegurarse de leer las especificaciones sobre el tratamiento del material y las normas de seguridad (MSDS, Material safety data sheet) que vienen con el catalizador antes de llevar a cabo este procedimiento.

1. Apagar la zona térmica del inyector posterior. Apagar los demás calentadores. Cuando el tubo del catalizador se haya enfriado hasta la temperatura ambiente, apagar el interruptor del GC y desconectar el cable de corriente. Descargar el hidrógeno residual y la presión del gas portador.
2. Retirar los tres tornillos de la placa de la cubierta que está encima del tubo del catalizador. Retirar la placa y el aislante dispuestos alrededor del NCT.
3. Desde el interior del horno, liberar los dos tornillos que sujetan la tapa aislante. Retirar la tapa y el aislante.
4. Utilizar dos llaves inglesas para desconectar la junta de mezcla del H_2 de la parte basal dispositivo del catalizador. Tener cuidado de no sobrecargar el tubo de 1/16". La sobrepresión puede dañar la junta.



5. Utilizar dos llaves inglesas para retirar el reductor en la parte superior del dispositivo del catalizador.
6. Cuidadosamente retirar el dispositivo del catalizador del área de inyección. Ahora se puede acceder a los dos extremos del tubo del catalizador.
7. Utilizar un instrumento curvo para retirar el tapón de algodón de vidrio de la base del tubo. Asegurarse de que se extrae todo.
8. Vaciar el tubo del antiguo catalizador (o romperlo con una herramienta punzante). Asegurarse de que se extrae todo.
9. Utilizar una varilla fina para extraer el tapón superior de algodón de vidrio del tubo.
10. Limpiar bien el interior del tubo con metanol. No utilizar herramientas metálicas afiladas en el interior del tubo. Con un algodón utilizado cuidadosamente se asegura la limpieza. Secar el tubo.
11. La siguiente figura muestra las dimensiones para rellenar el tubo adecuadamente. Si hay catalizador fuera de la zona caliente, se producirá contaminación severa con CO.

Preparar un indicador de profundidad sencillo utilizando una guata de algodón o cualquier otra varilla manual o tubo. Con cinta adhesiva o pintura, marcar la varilla a 46 mm de un extremo y a 22 mm del otro extremo.

12. Enrollar un trozo de algodón de vidrio del tamaño aproximado de un guisante grande. Meterlo dentro del tubo por el extremo de 1/4" y apretarlo con firmeza. Medir la profundidad del algodón de vidrio con el indicador de profundidad—debe estar a 46 mm del extremo del tubo. Si fuera necesario, añadir más algodón de vidrio. Es mejor presionar ligeramente el algodón de vidrio durante la realización de la medida.

13. Colocar el dispositivo del catalizador verticalmente y empezar a añadir el catalizador lentamente. Golpearlo suavemente para que se asiente. Seguir añadiendo catalizador hasta que llegue a los 22 mm desde el fondo. No aplastar el catalizador cuando se esté empaquetando o midiendo la profundidad.
14. Añadir un tapón de algodón de vidrio para rellenar la parte del tubo a 5 mm del extremo. Este tapón se apretará suavemente mientras se vaya colocando.

Precaución

Antes de instalar el dispositivo del catalizador dentro del horno, limpiarlo para retirar todas las partículas de polvo del catalizador.

15. Para realizar el montaje del detector, seguir los pasos 1 a 6 invertidos. Asegurarse de que el aislante de coloque de nuevo cuidadosamente alrededor del tubo antes de instalar de nuevo la placa de la cubierta del inyector y la tapa aislante.
16. Realizar un test de fugas de la nueva instalación.

AVISO

El hidrógeno (H_2) es inflamable y provoca peligro de explosión si se mezcla con aire dentro de un espacio cerrado (por ejemplo, el horno).

17. Encender los flujos de hidrógeno y portador. Dejar que fluyan durante 15 minutos.
18. Calentar el catalizador a $375^{\circ}C$ y mantenerlo 30 minutos. El dispositivo está preparado para ser utilizado.

23 Detector de conductividad térmica

Información general

Neumática del TCD

Condiciones que impiden el funcionamiento del detector

Pasivación del filamento

Gas portador, de referencia y auxiliar

Polaridad negativa

Análisis de hidrógeno

Operación del TCD

Presiones del gas

Operación del TCD

Procedimiento: Utilización del TCD

Condiciones y cromatograma de control

Condiciones de control del TCD

Cromatograma de control normal del TCD

Mantenimiento del detector de conductividad térmica

Corrección de los problemas de rendimiento del TCD

Procedimiento: Limpieza térmica

Detector de conductividad térmica

Información general

El TCD compara la conductividad térmica de dos flujos de gas—el portador puro (denominado gas de referencia) y el gas portador más los componentes de la muestra (denominado eluyente de la columna).

Este detector contiene un filamento que se calienta eléctricamente a mayor temperatura que el cuerpo del detector. La temperatura del filamento se mantiene constante mientras que flujos alternativos de gas de referencia y eluyente de columna pasan a través de él. Cuando se añade una muestra, la corriente requerida para mantener la temperatura del filamento constante, cambia. Los dos flujos del gas pasan por el filamento cinco veces por segundo y las diferencias de corriente se miden y registran.

Cuando se utiliza helio (o hidrógeno) como gas portador, la muestra provoca una caída de la conductividad térmica. Si se utiliza nitrógeno, la conductividad térmica normalmente se eleva porque la mayoría de las sustancias son más conductivas que el nitrógeno.

Como el TCD no cataboliza la muestra durante el proceso de detección, se puede acoplar en serie a un detector de ionización a la llama o cualquier otro.

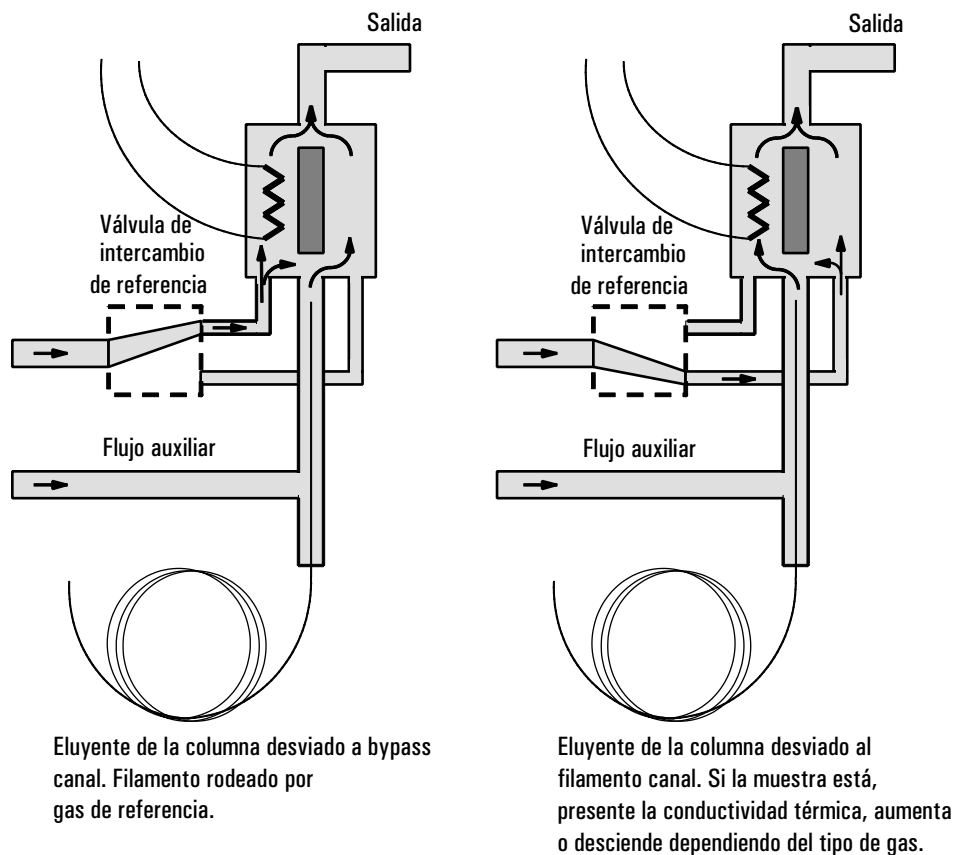


Figura 76 TCD — Diagrama de conceptos

Neumática del TCD

[Figura 77](#) muestra el diseño de la neumática del TCD.

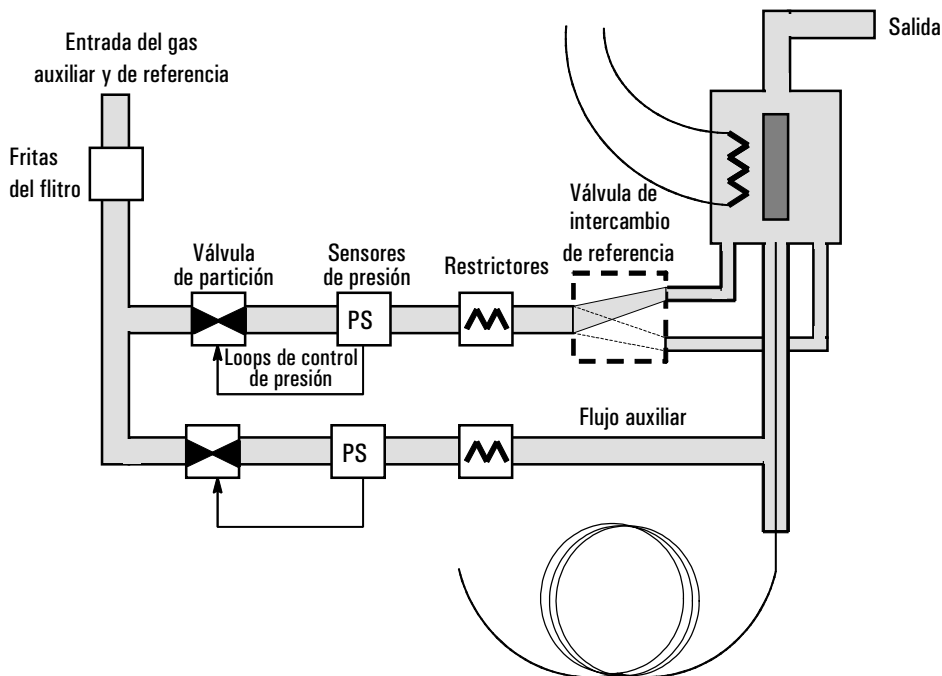


Figura 77 Neumática del TCD

Condiciones que impiden el funcionamiento del detector

- Temperatura fijada por debajo de 150°C
- Filamento roto o fundido
- Flujo de gas de referencia fijado a 0

Pasivación del filamento

El filamento de tungsteno-renio ha sido pasivado químicamente para protegerlo del daño que provoca su reacción con el oxígeno. Sin embargo, compuestos químicamente activos como ácidos y compuestos halogenados pueden atacar el filamento. El síntoma inmediato es un cambio permanente de la sensibilidad del detector debido a los cambios en la resistencia del filamento.

Evitar en lo posible la utilización de dichos compuestos. Si no, habrá que cambiar el filamento con frecuencia.

Gas portador, de referencia y auxiliar

El gas de referencia y auxiliar debe ser el mismo que el gas portador, el cual debe ser especificado en las tablas de control del inyector y del detector.

Cuando se utilizan columnas empaquetadas, se recomienda un flujo de gas auxiliar pequeño (2 a 3 ml/min) para conseguir mejores formas de los picos.

Seleccionar en la [Figura 78](#) un valor para el flujo del gas de referencia para columnas capilares o empaquetadas. Una relación $\pm 0,25$ respecto a la de la figura es adecuada.

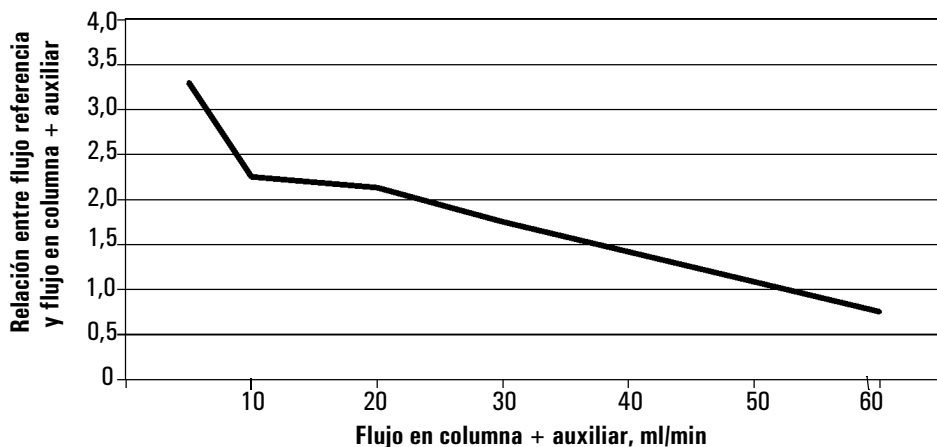


Figura 78 Selección del flujo del gas de referencia

Polaridad negativa

Los componentes de la muestra de mayor conductividad térmica que el gas portador, producen picos negativos. Por ejemplo, el helio o el hidrógeno forman picos negativos con nitrógeno o argón-metano como gases portadores.

Neg polarity ON invierte el pico, para que el integrador o la ChemStation puedan medirlo. Neg polarity puede ser una entrada de la tabla de análisis; ver [“Programación del tiempo de análisis”](#).

Análisis de hidrógeno

El hidrógeno es el único elemento con mayor conductividad térmica que el helio, las mezclas de cantidades pequeñas de hidrógeno (<20%) en helio a temperaturas moderadas, muestran conductividades térmicas menores que los dos componentes por separado. Si se está analizando hidrógeno con helio como gas portador, el pico de hidrógeno puede aparecer como positivo, negativo o como pico dividido.

Hay dos soluciones a este problema:

- La utilización de nitrógeno o argón-metano como gas portador elimina los problemas inherentes a la utilización de helio como portador, pero reduce la sensibilidad para componentes diferentes al hidrógeno.
- Operar con el detector a temperaturas altas—de 200°C a 300°C.

Se puede encontrar la temperatura operativa óptima analizando un rango conocido de concentraciones de hidrógeno, aumentando la temperatura de operación hasta que el pico de hidrógeno muestre una forma normal y esté siempre en la misma dirección (negativa relacionada con la respuesta normal de aire o propano), independientemente de la concentración del hidrógeno. Esta temperatura asegura una alta sensibilidad y un rango dinámico lineal.

Debido a que los picos de hidrógeno son negativos, debe activar la polaridad negativa a tiempos apropiados para que el pico se muestre como positivo.

Operación del TCD

Para seleccionar temperaturas y flujos para el TCD, utilizar la información de la [Tabla 62](#). Consultar la [Figura 79](#) para localizar las presiones mínimas de suministro. Con un detector EPC, se han de añadir 10 psi (69 kPa) a la presión de suministro indicada en la tabla.

Tabla 62 Temperatura y velocidad de flujo recomendadas

Tipo de gas	Rango de flujo
Gas portador <i>(hidrógeno, helio, nitrógeno)</i>	Empaquetada, 10 a 60 ml/min Capilar, 1 a 5 ml/min
referencia <i>(tipo de gas igual al portador)</i>	15 a 60 ml/min Consultar la Figura 79 para seleccionar un valor
Auxiliar capilar <i>(tipo de gas igual al portador)</i>	5 a 15 ml/min—columnas capilares 2 a 3 ml/min—columnas empaquetadas
Temperatura del detector	
< 150°C, no se enciende el filamento	
La temperatura del detector debe ser de 30°C a 50°C superior a la temperatura de la rampa mayor del horno.	

Presiones del gas

Seleccionar un flujo y presión, fijar la presión de la fuente a 10 psi (70 kPa) más.

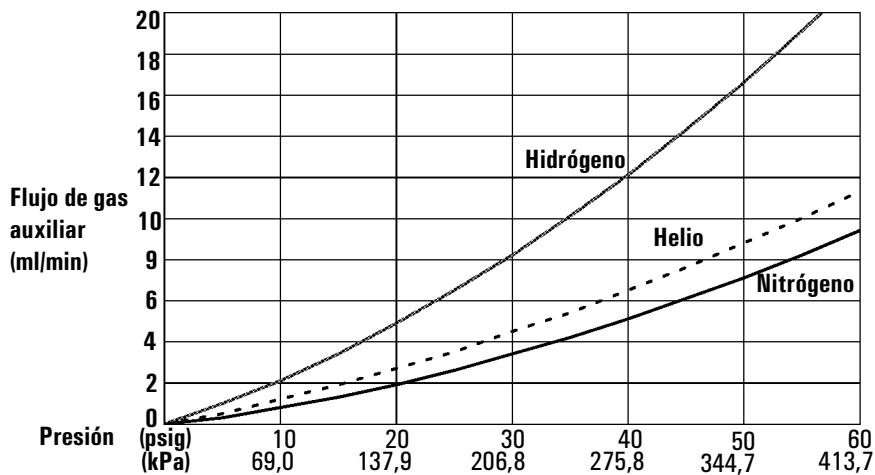
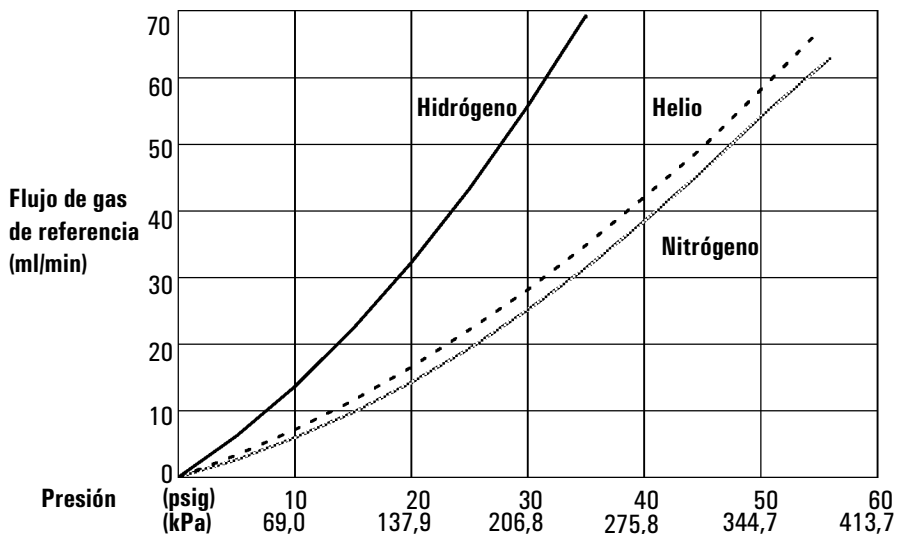


Figura 79 Relaciones presión/flujo normales, gases de referencia y auxiliar (a 25°C y 1 atmósfera de presión)

Operación del TCD

Pulsar [Front Det] o [Back Det].

FRONT DET (TCD)		
Temp	24	Off
Ref flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off
Filament		Off <
Output	0.0	
Neg polarity		Off

Temperatura °C u off

Flujo de gas de referencia, ml/min u off
Apagado para columnas empaquetadas.*
Para columnas capilares, ver el **modo de flujo de gas auxiliar** abajo

Pulsar [On] u [Off].
Muestra el valor de salida
Polaridad inversa, apagada o encendida.
Ver ["Automatización del instrumento"](#).

Modo de flujo del gas auxiliar:

Si se configura para columnas capilares, su tabla de control también incluirá:

```
Mode: Const makeup <
Mkup flow 0.0 Off
```

```
Mode: Col+mkup=const
Combined flow 0.0
Makeup (He) 0.0
```

Para **cambiar el modo auxiliar**, ir a Mode: y pulsar [Mode/Type].

Hacer una selección e introducir los valores de flujo apropiados.

```
F DET MAKEUP MODE
*Const makeup flow
Col+makeup=const <
```

Para **visualizar el gas auxiliar/de referencia**, pulsar [Config][Front Det] o [Config][Back Det]:

```
CONFIGURE FRONT DET
Mkup/ref type He <
```

Para **cambiar el gas auxiliar/de referencia**, pulsar [Mode/Type]:

```
F DET MAKEUP/REF GAS
Helium <
Hydrogen
Nitrogen
```

Seleccionar el gas apropiado.

* Un flujo de gas auxiliar de 2 a 3 ml/min mejora la forma de los picos.

Figura 80 Tabla de control del TCD

Procedimiento: Utilización del TCD

Este procedimiento asume que los gases de apoyo del detector están conectados, el sistema no tiene fugas y hay una columna instalada. Antes de trabajar con el detector, fijar la temperatura del horno y la del inyector y el flujo del inyector/columna.

1. Pulsar [Front Det] o [Back Det] para abrir la tabla de control del detector.
2. Fijar la temperatura del detector. No fijar una temperatura que sea mayor que la máxima permitida para la columna porque parte de ésta atraviesa el bloque calentado y entra en la celda.
3. Comprobar que el tipo de gas es el mismo que el conectado al instrumento (junto a la línea M_{KUP} de la tabla de control). Cambiar el tipo de gas, si fuera necesario ([“Flujo de gas auxiliar”](#)).

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

4. Fijar el flujo de gas de referencia.
5. Si se están utilizando **columnas empaquetadas**, apagar el gas auxiliar (o seguir en el Paso 6 e introducir de 2 a 3 ml/min, consultar [“Gas portador, de referencia y auxiliar”](#)) y seguir en el Paso 7.
6. Si están utilizando **columnas capilares**:
 - a. Si la columna está *definida* y conectada a un inyector con control EPC, elegir un nuevo modo de flujo ([“Flujo de gas auxiliar”](#)), si se desea, y fijar el flujo del gas auxiliar o un flujo combinado.
 - b. Si la columna está conectada a un inyector sin control EPC, introducir un flujo de gas auxiliar. Sólo puede ser un flujo constante.
7. Encender el filamento. Esperar 30 minutos para la estabilización térmica. Se puede esperar más tiempo para obtener mayor sensibilidad.
8. Si fuera necesario, activar `Negative polarity [On]` para invertir los picos negativos. Cuando una muestra contenga componentes con picos positivos y negativos, se puede activar y desactivar `Neg polarity` durante un análisis como un evento programable.

Procedimiento abreviado:

(asume que los parámetros están almacenados)

1. Abrir la tabla de control del detector.
2. Activar la temperatura.
3. Abrir el gas auxiliar, si fuera necesario.
4. Pulsar [Det Control]
5. Pulsar [On]

Condiciones y cromatograma de control

Esta sección contiene ejemplos típicos del cromatograma de una muestra de prueba. Se puede utilizar como guía general del funcionamiento del instrumento.

Observar que los volúmenes de inyección listados con las condiciones operativas no indican necesariamente el volumen total inyectado. El volumen inyectado es simplemente el que indica el émbolo de una jeringa estándar de 10 μl . Para un inyector calentado, el volumen real de la muestra inyectado incluirá 0,4 a 0,7 μl adicionales, el volumen de muestra volatilizado en el interior de la aguja de la jeringa. Para un inyector especial en columna (sin calentar), la posición del émbolo de la jeringa refleja más exactamente el volumen real inyectado.

El siguiente procedimiento y resultados tienen como propósito probar el correcto funcionamiento del sistema inyector y/o detector; no son, necesariamente, los más adecuados para comprobar los límites de especificación de un sistema.

Condiciones de control del TCD

Columna y muestra

Tipo	HP-5 30 m \times 0,32 mm \times 0,25 μm Ref. 19091J-413
Muestra	Control del FID 18710-60170
Volumen de inyección	1 μl

Inyector

Temperatura	250°C empaquetadas con purga o con/sin división (split/splitless) Seguimiento del horno Refrigeración en columna 40°C PTV (ver abajo)
Presión del inyector	25 psi (presión constante para inyectores EPC, helio)

Split/Splitless

Modo	Sin división (splitless)
Flujo de purga	60 ml/min
Tiempo de purga	0,75 min

Inyector, continuación**PTV**

Modo	Sin división (splitless)
Temperatura del inyector	40°C
Tiempo inicial	0,1 min
Velocidad 1	720°C/min
Temp. final 1	350°C
Tiempo final 1	2 min
Velocidad 2	100°C/min
Temp. final 2	250°C
Tiempo final 2	0 min
Presión del inyector	25 psi (presión constante para inyectores EPV)
Tiempo de purga	0,75 min
Flujo de purga	60 ml/min

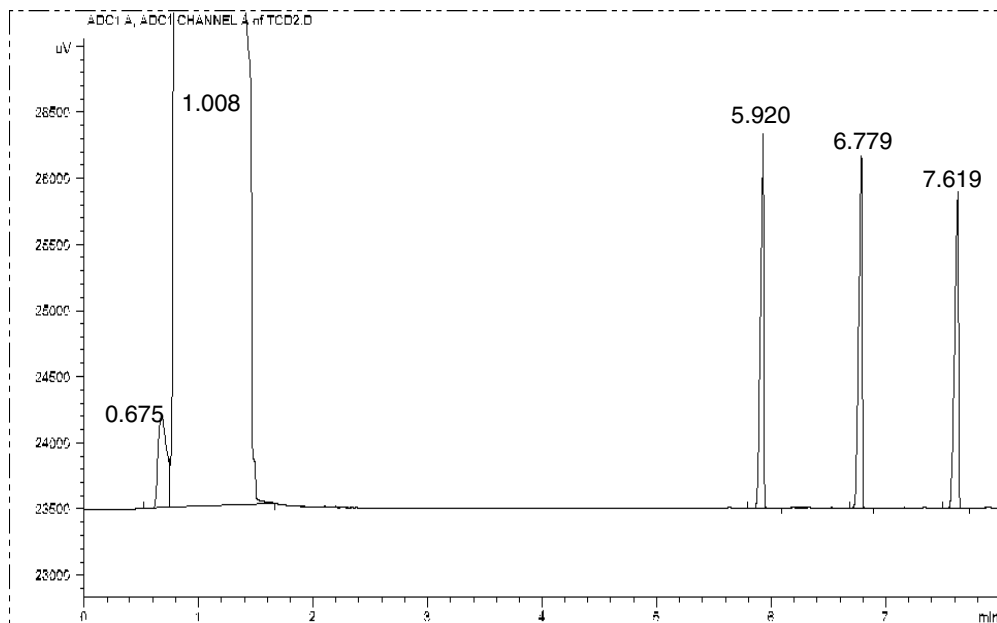
Detector

Temperatura	300°C
Flujo de referencia (He)	30 ml/min
Flujo auxiliar (He)	2 ml/min
Offset	Debe mostrar < 30 cuentas

Horno

Temperatura inicial	40°C
Tiempo inicial	0 min
Velocidad 1	25°C/min
Temperatura final	90°C
Tiempo final	0 min
Velocidad 2	15°C/min
Temperatura final	170°C
Tiempo final	2 min

Cromatograma de control normal del TCD



Los tiempos de retención pueden variar, pero los picos deben ser similares a los del ejemplo.

Mantenimiento del detector de conductividad térmica

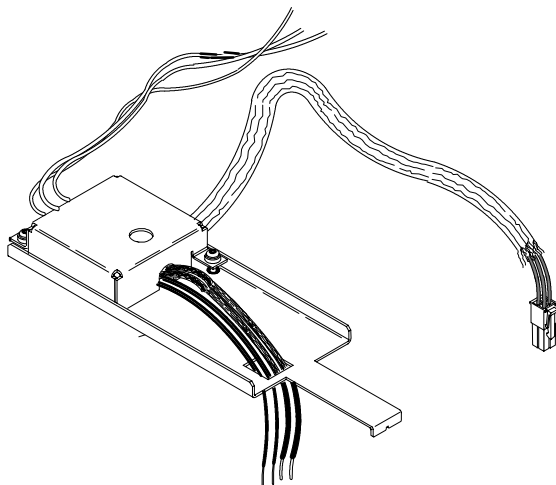


Figura 81 Detector de conductividad térmica

Corrección de los problemas de rendimiento del TCD

Si el TCD muestra problemas como una línea base inestable, nivel de ruido incrementado o cambios de respuesta en un cromatograma de control, probablemente esté contaminado con depósitos producidos por el sangrado de la columna o muestras sucias.

El TCD se limpia por un proceso de limpieza térmica. Este procedimiento sólo debe realizarse tras confirmar que el gas portador y los componentes del sistema de flujo no tienen fugas ni están contaminados.

Precaución La realización del proceso de limpieza térmica del detector habiendo una fuga grande de aire, puede destruir el filamento.

Procedimiento: Limpieza térmica

La única tarea de mantenimiento habitual que se necesita realizar en el TCD es la limpieza térmica.

El TCD puede contaminarse con depósitos producidos por el sangrado de la columna o muestras sucias. Una línea base inestable, un nivel de ruido alto o cambios de la respuesta en un cromatograma de control indican contaminación.

La limpieza térmica es denominada **bakeout**. El Bakeout sólo se debe llevar a cabo tras haber confirmado que el gas portador y los componentes del sistema de flujo están no tienen fugas y están libres de contaminación.

Precaución

Se debe apagar el TCD y tapan la conexión de la columna del detector para prevenir daños irreparables en el filamento, causados por la entrada de oxígeno.

1. Apagar el detector.
2. Retirar la columna del detector y tapan la conexión de la columna al detector.
3. Fijar la velocidad del flujo del gas de referencia entre 20 y 30 ml/min.
 Fijar la temperatura del detector a 400°C.

FRONT DET (TCD)		
Temp	55	Off <
Ref flow	0.0	Off
Mode: Col + mkup = const		
Combined flow	0.0	Off
Makup flow		Off
Filament		Off
Output (off)		Off
Neg polarity		Off

4. Realizar la limpieza térmica durante varias horas. Después, dejar enfriar el sistema a temperaturas normales operativas.

24 Detector de nitrógeno-fósforo

Información general

Requisitos del software

Neumática del NPD

Condiciones que impiden el funcionamiento del NPD

Pureza del gas

Lecho

Adjust offset (Ajuste de la compensación)

Abortar el ajuste de la compensación

Apagado del detector

Fijar "Adjust offset" (Ajuste de compensación) en la tabla horaria

Tiempo de equilibrado

Procedimiento: Cambio del tiempo de equilibrado

Apagar el hidrógeno durante un pico de disolvente

Apagar el hidrógeno entre dos análisis

Voltaje del lecho

Alargar la vida del lecho

Programación de la temperatura

Electrómetro

Velocidad de muestreo

Procedimiento: Fijar la velocidad de muestreo para el NPD

Jets y colectores

Funcionamiento del NPD

Presiones del gas

Operación con control EPC

Procedimiento: Utilización del NPD

Condiciones y cromatograma de control

Condiciones de control del NPD

Cromatograma de control típico del NPD

Mantenimiento del detector de nitrógeno-fósforo

Piezas de recambio del NPD

Corrección de los problemas de hardware del NPD

Procedimiento: Sustitución del conjunto del lecho

Procedimiento: Limpieza del detector y colector; cambio de aislantes y anillas

Sustitución o limpieza del jet

Procedimiento: Retirada e
inspección del jet

Procedimiento: Limpieza del jet

Procedimiento: Sustitución del jet y
su colocación en el detector

Detector de nitrógeno-fósforo

Información general

El NPD hacer pasar muestra y portador a través de un plasma de hidrógeno-aire. Un material de cerámica caliente, denominado lecho, se dispone justo por encima del jet. La baja relación hidrógeno/aire existente no puede alimentar una llama, minimizando la ionización de hidrocarburos, mientras que los iones alcalinos de la superficie del lecho facilitan la ionización de los compuestos orgánicos de nitrógeno o fósforo. La corriente de salida es proporcional al número de iones recogidos. Es detectada por un electrómetro, convertida a forma digital y enviada a un mecanismo de salida.

Requisitos del software

En adelante se asume que está instalado el siguiente firmware/software:

Producto	Revisión de software/firmware
GC 6890	A.03.03 o superior
ChemStation Agilent GC	A.05.02 o superior
ChemStation Agilent MSD	G1701AA o superior

Los software/firmware con números menores a los indicados en la tabla provocarán una reducción en la vida media del lecho. Consultar los servicios de Agilent para más detalles sobre las actualizaciones.

Neumática del NPD

En la [Figura 82](#) se muestran los pasos de flujo del NPD.

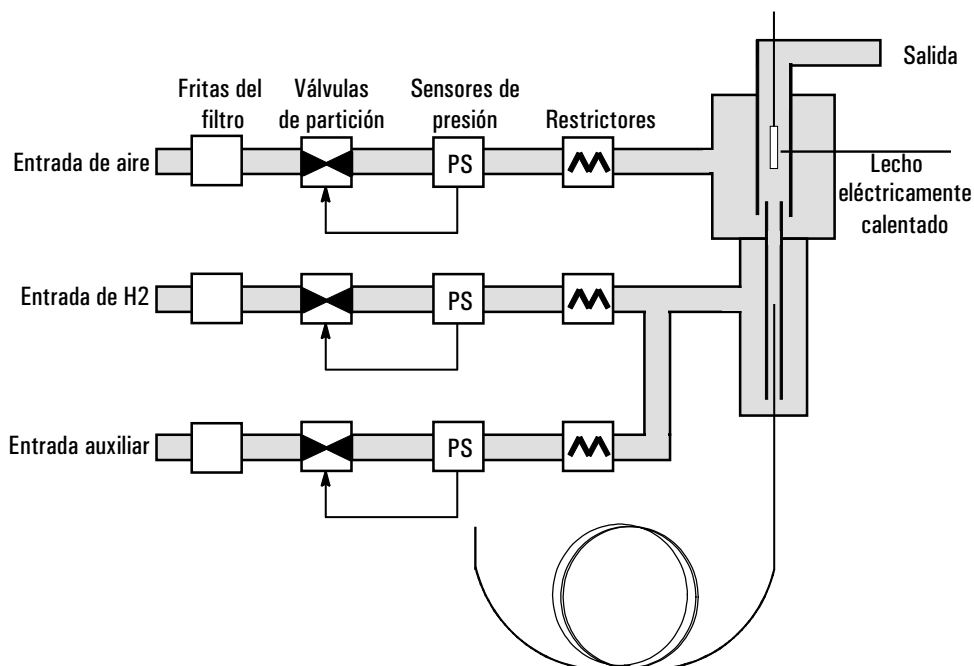


Figura 82 Neumática del NPD

Condiciones que impiden el funcionamiento del NPD

- Si los parámetros del hidrógeno o del aire están fijados a 0.
- Si la temperatura del detector está por debajo de 150°C o el horno está apagado, no comenzará el proceso de ajuste de la compensación.

Pureza del gas

Debido a la elevada sensibilidad del NPD, es necesario utilizar gases muy puros. Se recomienda utilizar trampas orgánicas e hidratadas en el gas portador y los demás gases del detector, incluyendo hidrógeno, aire y gases auxiliares.

Lecho

Hay dos tipos de lecho disponibles:

Color del lecho	Nº Referencia	Ventajas	Inconvenientes
Blanco	G1530-60570	Estándar	Grupos de fósforo
Negro	5183-2007	Duradero, sin grupos de fósforo	Baja sensibilidad al nitrógeno, aprox. un 40%. Los tres parámetros relativos al lecho:

Adjust offset (Ajuste de la compensación), Bead voltage (Voltaje del lecho) y Equib time (Tiempo de equilibrado).

Ajust offset (Ajuste de la compensación)

Al introducir un valor o pulsar [On] para usar el valor guardado, los flujos de gas se encienden, el lecho se calienta y el voltaje se ajusta hasta que estabilizarse el valor "Output" e igualarse al valor introducido. El ajuste se realiza en 5 etapas.

Detector apagado. Cuando el detector está apagado, Adjust offset y Bead voltage están Off y se aparece el valor de Output (salida) inicial.

Pulsar [Front Det] [Det Control] o [Back Det] [Det control].

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	Off
Output	0.3
Bead voltage	Off

Detector encendido—temperatura inferior a 150°C. Cuando se introduce un valor de Adjust offset o se pulsa [On], los gases del detector se apagan y la pantalla muestra los siguientes mensajes:

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	30
Output	0.3
Bead voltage	wait

FRONT DET (NPD)	
Temp not ready	30
Output	0.3
Bead DetTemp	< 150

Detector encendido—esperando a que el horno y/o detector alcancen el valor seleccionado de temperatura y el equilibrio. Si la temperatura del detector excede los 150°C, los flujos de hidrógeno y aire se activan y el lecho comienza a calentarse mientras el horno y el detector se equilibran y alcanzan el valor determinado. La pantalla parpadea:

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	30
Output	0.5
Bead voltage	2.500

FRONT DET (NPD)	
Temp not ready	30
Output	0.5
Bead voltage	2.500

Detector encendido—durante el ajuste de la compensación y el tiempo de equilibrio. Cuando la temperatura del detector y el horno alcanzan el valor determinado y se equilibran, comienza el proceso del ajuste de la compensación. El voltaje del lecho se incrementa hasta que la salida esté próxima al valor de `Adjust offset`. Comienza el tiempo de equilibrado (ver [“Tiempo de equilibrado”](#)). La pantalla parpadea.

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	30
Output	0.5
Bead voltage	2.500

FRONT DET (NPD)	
Adjusting	30
Output	9.1
Bead voltage	2.750

Detector encendido y preparado. Cuando el valor `Adjust offset` se haya alcanzado y el tiempo de equilibrio haya finalizado, la línea de `Adjust offset` está en `Off`. El detector está encendido y preparado.

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	Off
Output	30.1
Bead voltage	2.850

- Muestra `Off` al finalizar.
- Puede haber desviaciones.
- El voltaje del lecho no cambia.

Abortar el ajuste de la compensación

Pulsar [Delete] con el cursor en la línea `Adjust offset`. Ello cancela el ajuste sin cerrar los gases del detector ni el voltaje del lecho. Resulta útil si se desea iniciar un análisis antes de que el tiempo equilibrado del lecho haya transcurrido.

Apagado del detector

Precaución

Si se desactiva, [Off], `Adjust offset`, el voltaje del lecho se apaga y los flujos de hidrógeno y aire se cierran.

Fijar “Adjust offset” (Ajuste de compensación) en la tabla horaria

Se puede utilizar la opción de la tabla horaria para activar el Adjust offset en un momento especificado. Los detalles aparecen en [“Programación horaria”](#).

Precaución No se recomienda utilizar Adjust offset entre análisis. Antes de que el horno alcance su valor inicial y el sistema se haya estabilizado térmicamente, el sangrado de la columna y la cola del pico residual pueden enmascarar una línea base estable, resultando en una pérdida de tiempo entre análisis.

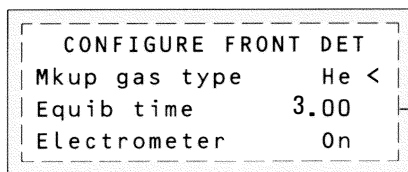
Tiempo de equilibrado

El tiempo de equilibrado comienza cuando la salida esté próxima al valor de Adjust offset. Durante el equilibrado, se mide la salida y se compara con el valor de Adjust offset. Si la salida permanece próxima al valor de Adjust offset durante todo el tiempo de equilibrado, el detector está preparado. Por el contrario, si la salida es demasiado alta o baja en algún momento del tiempo de equilibrado, el proceso de ajuste de la compensación continúa y el tiempo de equilibrado comienza de nuevo

Se recomienda un tiempo de equilibrado de 0,0 minutos y un proceso de ajuste de la compensación automático. Algunos tipos de lecho no responden bien al proceso automático. Se recomienda entonces, comenzar a 2,0 voltios e ir aumentando el voltaje del lecho gradualmente, en intervalos de 10 mV cada vez, hasta alcanzar la compensación deseada.

Procedimiento: Cambio del tiempo de equilibrado

1. Pulsar [Config][Front Det] o [Config][Back Det]:



2. Introducir un valor (en minutos).
 Un tiempo de equilibrado largo reducirá la vida útil del lecho.

Apagar el hidrógeno durante un pico de disolvente

Cuando se utilice el NPD, la línea base cambia después de un pico de disolvente y puede tardar algún tiempo en estabilizarse, sobre todo con disolventes clorados. Para minimizar este efecto, apagar el flujo de hidrógeno durante el pico de disolvente y encenderlo de nuevo después de que eluya el disolvente. Con esta técnica, la línea base recupera su valor original en menos de 30 segundos. También se alarga la vida del lecho. El hidrógeno se puede abrir o cerrar automáticamente como parte de la tabla de análisis. Ver [“Programación del tiempo de análisis”](#).

Apagar el hidrógeno entre dos análisis

Para alargar la vida del lecho, apagar el flujo de hidrógeno entre dos análisis. Dejar encendidos los demás flujos y la temperatura del detector. Encender el flujo de hidrógeno para el siguiente análisis; el lecho se encenderá inmediatamente. El proceso puede ser automatizado con entradas en la tabla de análisis.

Voltaje del lecho

`Bead voltage` muestra el voltaje usado para calentar el lecho. Puede ser real, dependiente del valor de `Adjust offset` o introducirse como parámetro.

No se usa el tiempo de equilibrado cuando se introduzca un valor para el voltaje del lecho, por lo que no se puede estimar la estabilidad de la línea base. Usar el parámetro `Bead voltage` cuando no funcione el encendido automático

El voltaje del lecho es útil también para realizar pequeños ajustes entre análisis. Si se observaran oscilaciones en la línea base, se puede introducir un pequeño cambio en un tiempo para compensar las oscilaciones sin tener que esperar por el tiempo de equilibrado.

Los voltajes típicos para un lecho nuevo varían entre 2,5 a 3,7 voltios. Valores mayores reducen la vida del lecho.

Alargar la vida del lecho

- Utilizar el valor de “Adjust offset” o “bead voltage” prácticos más bajos.
- Analizar muestras limpias.
- Apagar el lecho cuando no se esté utilizando.
- Mantener la temperatura del detector alta (de 320 a 335°C).
- Apagar el flujo de hidrógeno durante los picos de disolvente y entre análisis.
- Si el NPD está en apagado durante un periodo largo de tiempo en un ambiente de elevada humedad, el agua se puede acumular en el detector. Para evaporar este agua:
 - a. Fijar la temperatura del detector a 100°C manteniéndola durante 30 minutos.
 - b. Fijar la temperatura del detector a 150°C y mantenerla durante otros 30 minutos.

Programación de la temperatura

El NPD es sensible al flujo. Si se está utilizando una programación de temperatura en la que la resistencia del flujo de la columna Cambiar con la misma, configurar el instrumento de la siguiente manera:

- Fijar el gas portador al modo de flujo constante `Constant flow`. Fijar el gas auxiliar del detector a `Const makeup`.
- Si se decide trabajar en modo de presión constante, el gas auxiliar debería fijarse al modo `Col+mkup=const`.

Electrómetro

La tabla de control de configuración del detector contiene un parámetro de On/Off para el `Electrómetro`. No es necesario encender o apagar el electrómetro cuando esté funcionando el NPD.

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

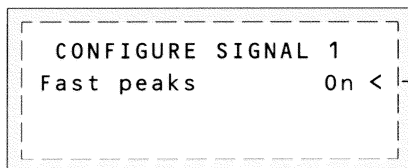
Velocidad de muestreo

La salida analógica para el NPD se puede presentar a dos velocidades. La velocidad más rápida permite anchuras mínimas de pico de 0,004 minutos, mientras que la velocidad estándar permite anchuras de pico de 0,01 minutos.

Procedimiento: Fijar la velocidad de muestreo para el NPD

Si se quiere utilizar la característica de *picos rápidos*, el integrador deberá ser lo suficientemente rápido para procesar los datos provenientes del GC. La amplitud de banda del integrador debería ser, al menos, de 15 Hz. Para utilizar la característica de picos rápidos:

1. Pulsar [Config][Signal 1] o [Config][Signal 2].



2. Pulsar [On].

La salida digital a la ChemStation se puede establecer a once velocidades comprendidas entre 0,1 Hz y 200 Hz y la capacidad de tratamiento de picos entre 0,001 y 2 minutos. Consultar ["Tratamiento de la señal"](#).

La característica de *picos rápidos* no se aplica a la salida digital.

Jets y colectores

El NPD *optimizado para capilares* se utiliza exclusivamente con columnas capilares. Se envía con el jet y colector estándar.

Tabla 63 Jets y colectores para el NPD optimizado para capilares

Tipo	Nº Referencia	id	Utilizado con
Jet estándar	G1531-80560	0,29 mm	Cualquier colector
Jet extendido (opcional)	G1534-80580		Cualquier colector
Colector estándar	G1534-20530	7 mm	
Colector de diámetro pequeño (opcional)	G1534-20660	5 mm	

El NPD *adaptable* se utiliza con columnas empaquetadas y se puede adaptar para que funcione con columnas capilares. It is shipped with the capillary column jet and standard collector. Para utilizar columnas empaquetadas se debe cambiar el jet. Las instrucciones aparecen en [“Sustitución o limpieza del jet”](#).

Tabla 64 Jets y colectores para el NPD adaptable

Tipo	Nº Referencia	id	Utilizado con
Jet de columna capilar	19244-80560	0,29 mm	Cualquier colector
Jet extendido	G1534-80590		Cualquier colector
Colector estándar	G1534-20530	7 mm	
Colector de diámetro pequeño	G1534-20660	5 mm	

Los jets extendidos utilizados con colectores de diámetro pequeño, reducen la exposición de la muestra al metal caliente y reduce la reacción de algunos componentes muy polares.

Funcionamiento del NPD

Para seleccionar temperaturas y flujos, consultar la información de la [Tabla 65](#). Elegir una presión de suministro mínima en la [Figura 83](#). Debe añadirse 10 psi (69 kPa) a la presión de la fuente que aparece en la tabla.

Tabla 65 Información sobre flujos, temperaturas y tipos de lecho

Tipo de gas	Flujo recomendado
Gas portador (helio, hidrógeno *, nitrógeno)	Capilar, seleccionar el flujo óptimo basado en las dimensiones de la columna.
Gases del detector	
Hidrógeno	3,0 ml/min (el flujo máximo es 5 ml/min)
Aire	60 ml/min
Auxiliar capilar (helio, ** nitrógeno)	Nitrógeno: 5 a 10 ml/min Helio: menos de 5 ml/min
<p>Temperatura (por defecto es 250°C ; el intervalo es desde la T. ambiente hasta 400°C)</p> <p>< 150°C, el proceso de ajuste de la compensación no comienza. 325 a 335°C se recomienda. La temperatura del detector debe ser superior a la de la rampa mayor del horno. Con temperaturas del detector superiores, se requiere un voltaje menor de calentamiento del lecho.</p>	
<p>Adjust offset (por defecto es 30 pA, el intervalo operativo sugerido es de 30 a 40 pA y el rango permitido es de 10 a 99 pA.</p> <p>≥50 pA aumenta la sensibilidad pero reduce la vida del lecho. Valores menores reducen la sensibilidad y aumentan la vida del lecho, pero demasiado bajos provoca el enfriamiento del disolvente. Una vez que esté activado el parámetro Adjust offset, esperar de 20 a 60 minutos hasta que el detector esté preparado.</p>	
<p>Equip time (por defecto es 5 minutos; el rango es de 0 a 999,9 minutos)</p> <p>El tiempo recomendado es 0,0 minutos.</p>	
<p>Voltaje del lecho (el rango es de 0 a 4.095 V) Utilizarlo para realizar ajustes menores o activar manualmente el lecho. Fijar el Tiempo de equilibrado = 0,0 y el voltaje del lecho a 2,0. Ir elevando el voltaje en incrementos de 0,01 hasta que la ignición del lecho.</p>	

Presiones del gas

Elegir un flujo, encontrar una presión y fijar la presión de la fuente 10 psi (70 kPa) por encima de la misma.

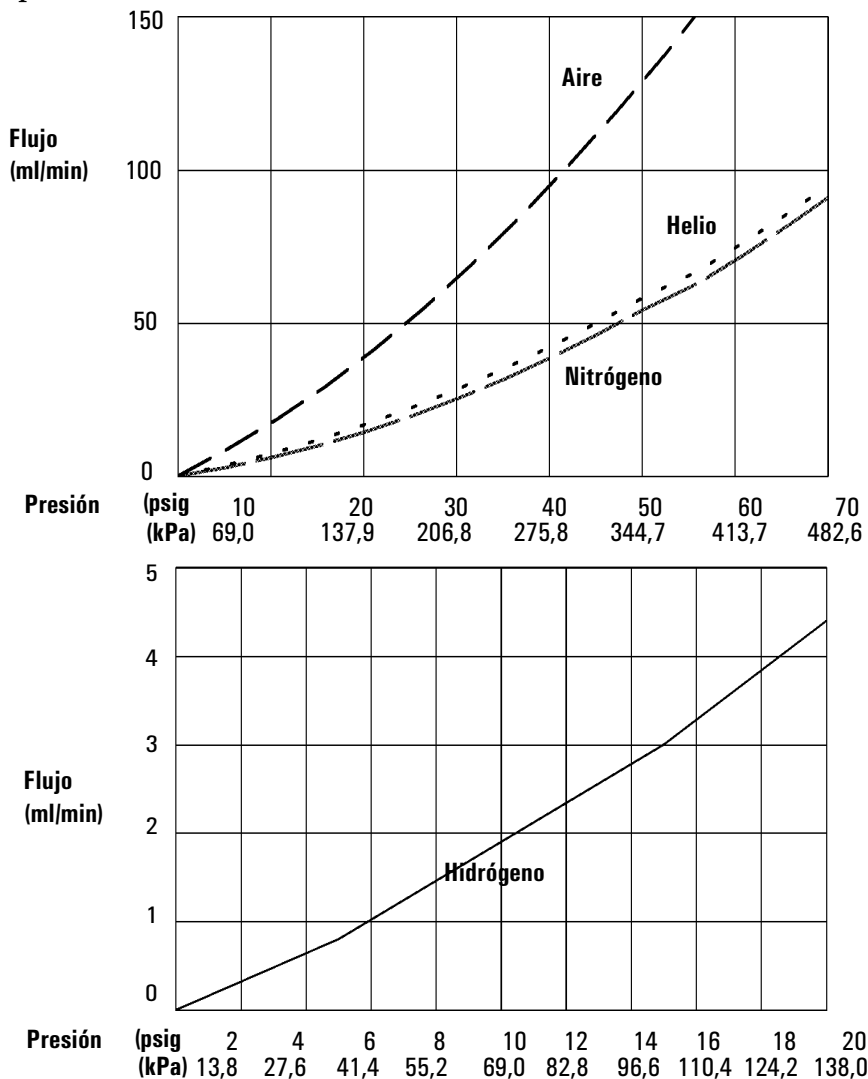


Figura 83 Relación presión/flujo para los gases del NPD
(a 25°C y 1 atmósfera de presión)

Operación con control EPC

Pulsar [Front Det] o [Back Det].

FRONT DET (NPD)		
Temp	24	Off <
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mkup flow	0.0	Off
Adjust offset		Off
Output	0.3	
Bead voltage		Off

Temperatura °C

Flujo de hidrógeno, ml/min

Flujo de aire, ml/min

Apagado para columnas empaquetadas.

Para columnas capilares, ver el **modo de flujo de gas auxiliar** abajo.

Ajustar automáticamente el voltaje del lecho para conseguir una salida estable. (10 a 99 μ A).

Valor actual de la salida del detector, μ A

Voltaje actual de calentamiento del lecho (0 a 4,095 V)

Modo de flujo del gas auxiliar

Si las dimensiones de la columna están especificadas, la tabla de control también incluirá:

Mode: Const makeup		
Mkup flow	0.0	Off <

Mode: Col+mkup=const		
Combined flow	0.0	
Makeup flow	0.0	<

Para **cambiar el modo auxiliar**, ir a Mode: y pulsar [Mode/Type].

Hacer una selección e introducir los valores de flujo apropiados.

F DET MAKEUP MODE		
*Const makeup flow		
Col+makeup=const		<

Para **cambiar el tipo de gas auxiliar o el tiempo de equilibrado**, pulsar [Config][Front Det] o [Config][Back Det]:

CONFIGURE FRONT DET		
Mkup gas type	He	<
Equib time	0.00	
Electrometer	On	

No es necesario encender o apagar el electrómetro.

Pulsar [Mode/Type] para **cambiar el gas auxiliar**:

FRONT DET MAKEUP GAS		
Helium		<
*Nitrogen		

Seleccionar el gas apropiado.

Figura 84 Tabla de control del NPD

Procedimiento: Utilización del NPD

Antes de usar el NPD, comprobar que todos los gases del detector estén conectados, que la columna y el jet adecuado estén instalados y que no haya fugas. Fijar la temperatura del horno y del inyector, así como el flujo en columna. Utilizar la información de la [Figura 84](#) cuando se editen las tablas de control.

AVISO

Asegurarse de que hay una columna instalada o que la conexión de la columna del NPD está tapada, antes de abrir el aire o hidrógeno. Existe peligro de explosión si el aire y el hidrógeno entran en el horno.

1. Pulsar [Config][Front Det] o [Config][Back Det].
 - a. Si se está utilizando gas auxiliar, comprobar que el tipo de gas auxiliar configurado sea el mismo que el conectado al instrumento. Cambiar el tipo de gas, si fuera necesario (página [517](#)). Se recomienda nitrógeno.
 - b. Comprobar el tiempo equilibrado. El valor recomendado es 0.0.
2. Pulsar [Front Det] o [Back Det] para abrir la tabla de control del NPD.
3. Fijar la temperatura del detector. El rango recomendado es de 325 a 335°C.
4. Si se desea, se puede introducir un flujo de hidrógeno (se recomienda), pulsar [Off].
5. Introducir, si se desea, un flujo de aire (se recomienda 60), pulsar [Off].

Procedimiento abreviado

(asume que los parámetros correctos están almacenados)

1. Abrir la tabla control del det
2. Activar la temperatura.
3. Abrir el gas auxiliar, en caso necesario.
4. Pulsar [Det Control].
5. Pulsar [On].

Para **columnas empaquetadas**, apagar el gas auxiliar y seguir en el paso 7.

Si la **columna capilar** está *definida* y conectada a un inyector EPC, elegir un nuevo modo de flujo (página [517](#)), si se desea, y fijar el flujo del gas auxiliar. Si se configura la columna en modo de flujo constante, seleccionar const makeup. Si se ha configurado en modo de presión constante, seleccionar Col+makeup=const.

Si la columna *no está definida* o está conectada a un inyector sin control EPC, introducir un flujo de gas auxiliar. Sólo dispone de flujo constante.

6. Introducir un valor para Adjust offset o pulsar [On] para comenzar el proceso de ajuste. Los flujos de hidrógeno y aire se deben abrir una vez que el detector alcance los 150°C.

Condiciones y cromatograma de control

Esta sección contiene un ejemplo típico de un cromatograma de una muestra de test. Se puede utilizar como guía general del funcionamiento del instrumento.

Observar que los volúmenes de inyección listados con las condiciones operativas no indican necesariamente el volumen total inyectado. El volumen inyectado es simplemente el que indica el émbolo de una jeringa estándar de 10 μ l. Para un inyector calentado, el volumen real de la muestra inyectado incluirá 0,4 a 0,7 μ l adicionales, el volumen de muestra volatilizado en el interior de la aguja de la jeringa. Para un inyector especial en columna (sin calentar), la posición del émbolo de la jeringa refleja más exactamente el volumen real inyectado.

El siguiente procedimiento y resultados tienen como propósito probar el correcto funcionamiento del sistema inyector y/o detector; no son, necesariamente, los más adecuados para comprobar los límites de especificación de un sistema.

Condiciones de control del NPD

Columna y muestra

Tipo	HP-5 30 m \times 0,32 mm \times 0,25 μ m Ref. 19091J-413
Muestra	Control del NPD 18789-60060
Volumen de inyección	1 μ l

Inyector

Temperatura	200°C empaquetadas con purga o con/sin división (split/splitless)
	Seguimiento del horno Refrigeración en columna
	60°C PTV (ver abajo)
Presión del inyector	25 psi (presión constante para inyectores EPC, helio)
Split/Splitless	
Modo	Sin división (splitless)
Flujo de purga	60 ml/min
Tiempo de purga	0,75 min

Inyector, continuación

PTV

Modo	Sin división (splitless)
Temperatura del inyector	60°C
Tiempo inicial	0,1 min
Velocidad 1	720°C/min
Temp. final 1	350°C
Tiempo final 1	2 min
Velocidad 2	100°C/min
Temp. final 2	250°C
Tiempo final 2	0 min
Presión del inyector	25 psi (presión constante para inyectores EPC)
Tiempo de purga	0,75 min
Flujo de purga	60 ml/min

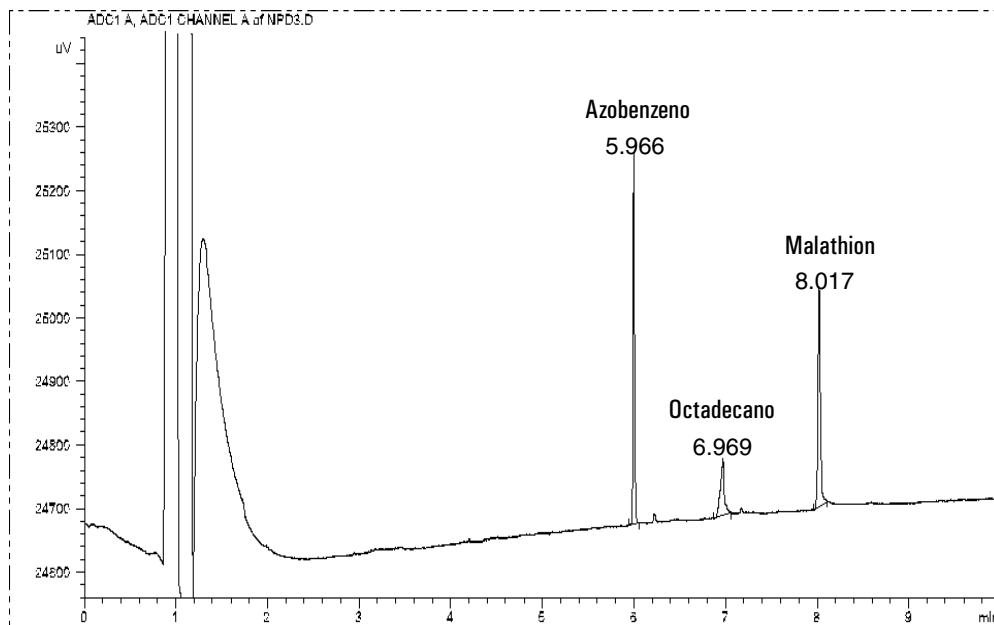
Detector

Temperatura	300°C (325 a 330°C recomendado)
Flujo del H ₂	3 ml/min
Flujo de aire	60 ml/min
Flujo auxiliar + columna	10 ml/min (recomendado nitrógeno)
Offset	50 pA (recomendado de 30 a 35)

Horno

Temperatura inicial	60°C
Tiempo inicial	0 min
Velocidad 1	20°C/min
Temperatura final	200°C
Tiempo final	3 min

Cromatograma de control típico del NPD



Los tiempos de retención pueden variar, pero los picos deben ser similares a los del ejemplo.

Mantenimiento del detector de nitrógeno-fósforo

Piezas de recambio del NPD

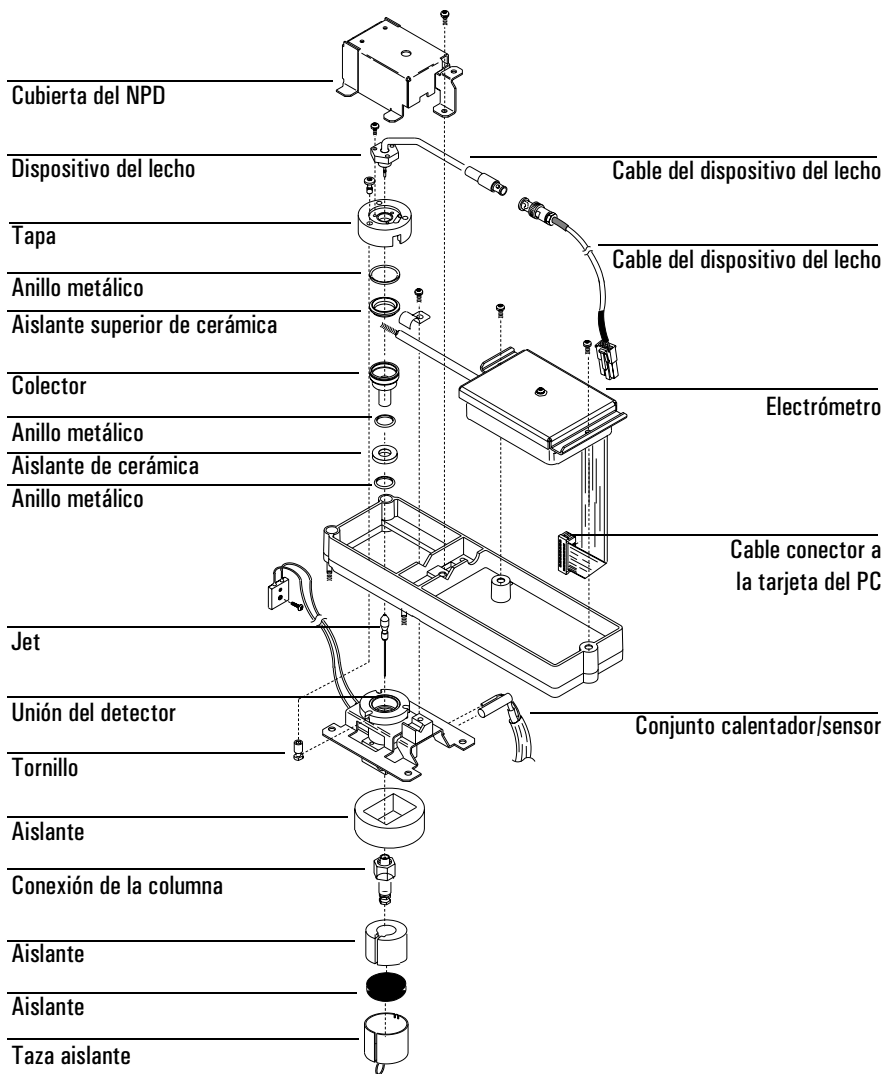


Figura 85 Detector de nitrógeno-fósforo

Corrección de los problemas de hardware del NPD

No hay respuesta del detector a la muestra inyectada

- Una gran concentración de disolvente ha destruido el plasma de hidrógeno/aire. Aumentar el voltaje del lecho. Manejar el detector a un valor de offset superior (ej., 40 a 50 pA) o utilizar gas auxiliar a una velocidad de flujo de 5 ml/min.
- Comprobar que el hidrógeno está fluyendo por el detector. Comprobar que hay hidrógeno procedente del suministro externo. Comprobar que el flujo y la presión están abiertos en el teclado. La velocidad del flujo de hidrógeno debería estar entre 1,0 y 5,5 ml/min.
- El lecho no está activado. Mirar a través del orificio de salida de la tapa del detector para ver si el lecho brilla en naranja. Si no, comprobar que le llega suficiente corriente. Comprobar la señal de fondo del detector. Reducir el voltaje a cero para establecer un nivel de referencia y observar si se produce algún aumento repentino en la salida a medida que el voltaje aumenta, indicando que se produce el encendido. Si se suministran 4 V al lecho pero no se enciende, probablemente sea porque esté quemado. Cambiar el lecho.
- El cable de corriente del lecho está en mal estado. Contactar con Agilent.
- Si el aislante de cerámica superior está contaminado, se producirá un offset (2 a 15 pA o más) muy alto cuando el lecho esté apagado, afectando directamente a la sensibilidad. Cambiar el aislante de cerámica.

No hay línea base; la salida de la señal excede 8 millones

- El cable del electrómetro no está conectado a la tarjeta del PC correctamente. ¡Asegurarse de apagar el GC antes de conectar de nuevo el cable! Si la señal no baja al nivel normal (<3 pA), es necesaria la sustitución del electrómetro. Contactar con Agilent.
- Cortocircuito a nivel de la carcasa del detector. Comprobar los aislantes.

El nivel de la línea base es 0,0

- Electrómetro estropeado. Contactar con Agilent.

Aumento de la línea base con una recuperación muy lenta a la línea base original

- El disolvente contiene concentraciones significativas de hidrocarburos clorados. Crear una tabla de tiempo que cierre el hidrógeno en el momento de la inyección. Cuando el disolvente haya pasado a través del detector, restablecer el flujo de hidrógeno al nivel operativo previo. El NPD recuperará rápidamente una línea base estable.

La línea base no se restablece después del pico del disolvente

- Crear una tabla de tiempo que cierre el hidrógeno en el momento de la inyección. Cuando el disolvente haya pasado a través del detector, restablecer el flujo de hidrógeno al nivel operativo previo. El NPD recuperará rápidamente una línea base estable.

Añadir gas auxiliar a una velocidad de flujo de 5 ml/min.

Una gran concentración de disolvente ha destruido el plasma de hidrógeno/aire. Aumentar el voltaje del lecho. Manejar el detector a un offset más alto (por ejemplo, 40 a 50 pA).

El ajuste de la compensación no funciona correctamente (es demasiado alta o baja, en cientos de pA)

- Una llama se está quemando en la parte superior del jet. Si el flujo de hidrógeno es demasiado alto, la llama en la punta del jet continuará quemándose. Cerrar el flujo de hidrógeno completamente y disminuir la velocidad de flujo. El flujo de hidrógeno no debería ser nunca superior a 4,0 ml/min.

Señal de disolvente grande con una señal del NPD muy pequeña

- Comprobar la velocidad del flujo de hidrógeno. Si es demasiado alta, una llama puede estar quemándose en la punta del jet. Cerrar el flujo de hidrógeno completamente y disminuir la velocidad de flujo. El flujo de hidrógeno no debería ser nunca superior a 4,0 ml/min.
- El colector podría estar contaminado. Cambiar el colector y los aislantes de cerámica.

Colas de picos

- Comprobar que se esté usando un alineador y columna adecuada.
- Algunos compuestos polares forman colas porque hacen contacto con el colector de metal. Se recomienda utilizar como opción, jets extendidos.
- Otros compuestos que forman colas de picos son los que contienen fósforo. Para estos compuestos se recomienda utilizar un lecho de cerámica negro.

Desviación significativa de la línea base (ascendente) durante un programa del horno

- Si la temperatura del horno está aumentando rápidamente durante un análisis (por ejemplo, de 50 a 350°C), es normal que se produzca un cambio entre 10 y 15 pA. Sin embargo, si se sospecha que la deriva de la línea base es excesiva, calentar los inyectores y el horno a una temperatura por encima de 300°C durante 60 minutos, para eliminar el exceso de deriva en la línea base durante los programas de horno.
- Comprobar que el aislante del detector no está agrietado o dañado.

La línea base del detector del GC es demasiado alta a temperatura ambiente

- Si hay humedad en el detector, puede causar que la línea base esté a 10s o incluso 100s de pA cuando el detector está a una temperatura baja (como la ambiental). Fijar la temperatura del detector a 150°C con los gases del detector abiertos. La línea base debería caer por debajo de 1 pA en, aproximadamente, 10 minutos.

La línea base de la señal no cae por debajo de 3 pA cuando el voltaje del lecho sea 0

- Los aislantes de cerámica pueden estar sucios. Los aislantes deben estar muy limpios para que el rendimiento del NPD sea satisfactorio. Consultar el procedimiento de limpieza en la página [596](#), “Limpieza del colector y detector, cambio de aislantes y anillas.”

Procedimiento: Sustitución del conjunto del lecho

El lecho, también denominado “fuente” es la parte activa del NPD. Es parte de un conjunto consistente en un cable que termina en un conector y en un hexágono metálico sobre el que se coloca el lecho.

Es necesario retirar el conjunto del lecho del NPD para su sustitución o para acceder al colector para su limpieza.

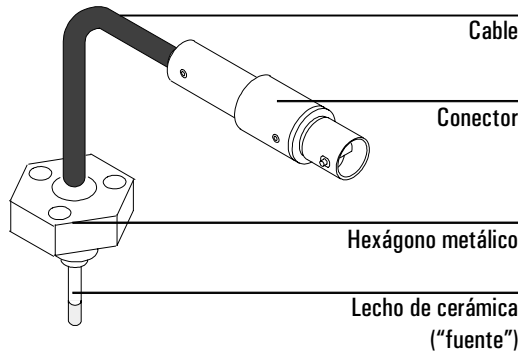


Figura 86 Dispositivo del lecho del NPD

Precaución El lecho de cerámica es delicado. Tener cuidado de no romperlo. Cuando se realicen tareas de mantenimiento en el NPD, evitar tocar el lecho con los dedos y que contacte con otras superficies.

Precaución ¡Cuidado! Las conexiones del horno o el detector podrían estar lo suficientemente calientes como para causar quemaduras.

Materiales necesarios:

- Destornillador Torx T-10
- Tapa para el lecho

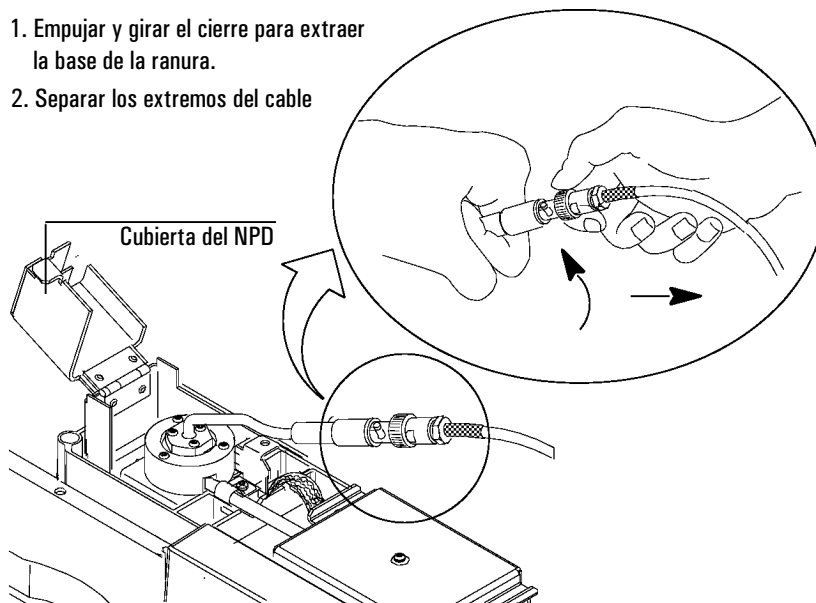
1. Antes de iniciar el procedimiento:

- Dejar enfriar el detector a 100°C o menos antes de cambiar el lecho.
- Levantar la cubierta superior del GC y abrir la tapa del NPD para enfriar más rápido el detector.
- Apagar el detector. Fijar el voltaje del lecho a menos de 2,0 voltios. Dejar todos los gases encendidos.
- Retirar la cubierta superior del detector GC y la de la electrónica.

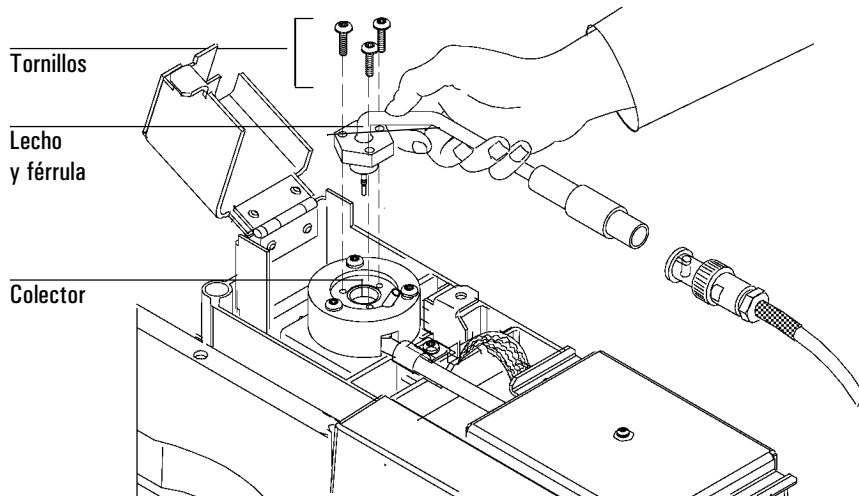
2. Desconectar el cable girando la anilla y separando los extremos.

1. Empujar y girar el cierre para extraer la base de la ranura.

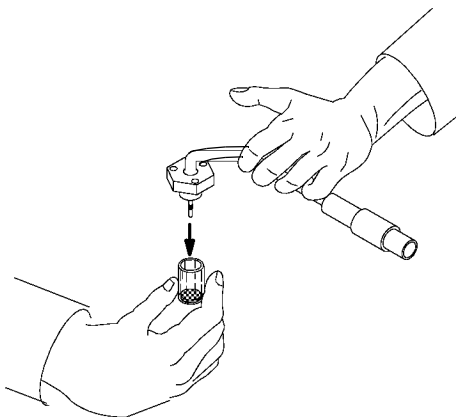
2. Separar los extremos del cable



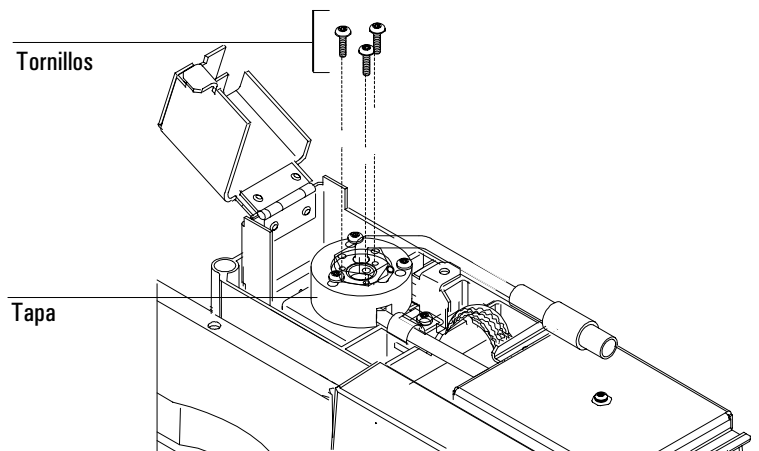
3. Utilizar el destornillador Torx para quitar los tres tornillos del dispositivo del lecho. Apretar el cable suavemente y levantar el dispositivo del lecho. Evitar golpear el lecho contra los laterales del colector.



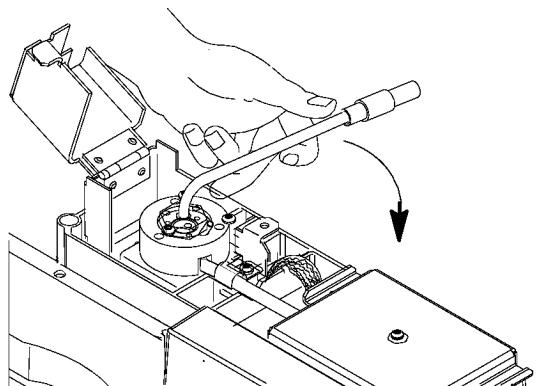
4. Destapar el nuevo lecho empujando la tapa desde el extremo del cable. Asegurarse de que no golpearlo con los laterales de la tapa.



- Disponer el lecho nuevo en la cubierta del NPD. Tener cuidado de no golpear el lecho con los laterales de la tapa o el colector. Poner de nuevo los tres tornillos. Apretar el primer tornillo con la mano; apretar los dos restantes normalmente y terminar de apretar totalmente el primero.

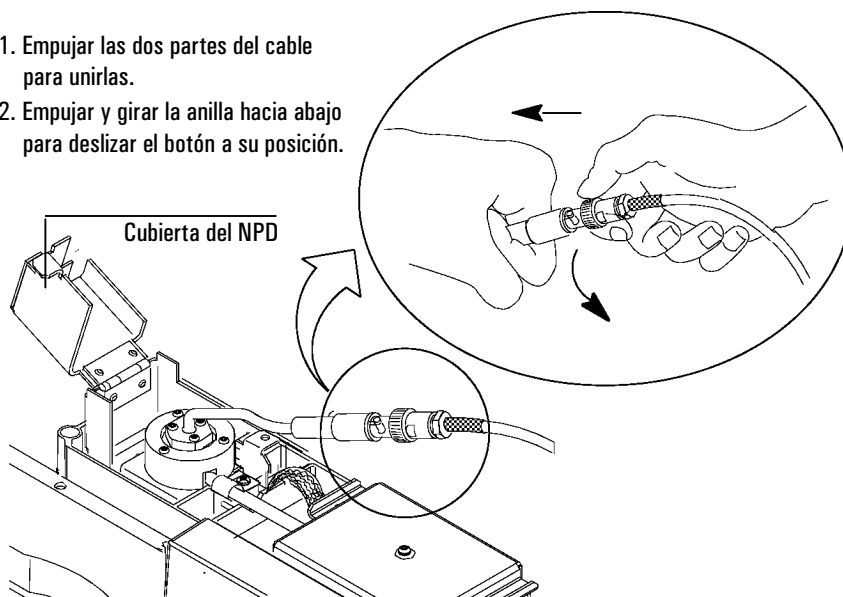


- Doblar cuidadosamente 90 grados el cable del dispositivo del lecho. Sujetar el lecho como se muestra a continuación.



7. Acoplar de nuevo el cable de corriente del dispositivo del lecho al del NPD y girar la anilla para cerrar la conexión.

1. Empujar las dos partes del cable para unir las.
2. Empujar y girar la anilla hacia abajo para deslizar el botón a su posición.



8. Cerrar la cubierta del NPD y la del detector GC. Colocar de nuevo la cubierta superior de la electrónica. Se deben cerrar las tres cubiertas para obtener una línea base estable. Restablecer las condiciones operativas normales.
9. Calentar el detector a 150°C durante unos 15 minutos. Después, elevar la temperatura hasta el valor operativo (recomendados de 325 a 335°C). Esperar 15 minutos a que se equilibre.
10. Fijar el tiempo de equilibrado a 0,0. Activar el valor de `Adjust offset` o elevar gradualmente el voltaje del lecho, unos 0,01 voltios cada vez, hasta que la línea base suba al valor de compensación determinado.

Procedimiento: Limpieza del detector y colector; cambio de aislantes y anillas

Con el tiempo, se producen depósitos de residuos del lecho o la muestra en el colector que causan problemas en la línea base. Se debe limpiar el colector después de haber cambiado el lecho en dos o tres ocasiones.

Los aislantes de cerámica deben mantenerse muy limpios para obtener una línea base estable. Utilizar siempre guantes al manipular los aislantes. Los aislantes limpios no deberían generar más de 1,0 pA o habitualmente unos 0,5 pA, de compensación con el hidrógeno apagado o el voltaje del lecho a 0.

Los anillos C metálicos se desgastan un poco en cada proceso de montaje y desmontaje. Después de varios de estos procesos (cinco o más), los anillos pueden que no cierran bien, causando una línea base errante. Hay disponible un kit de sellos y de aislante de cerámica (Ref. 5182-9722). Dejar enfriar siempre el detector hasta casi la temperatura ambiente cuando se vayan a cambiar los sellos y aislantes.

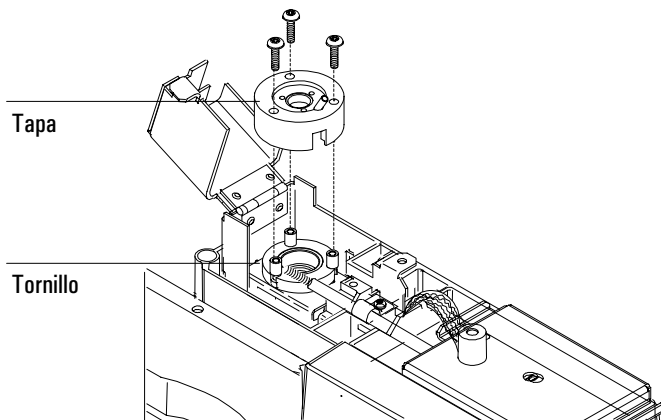
Precaución

¡Cuidado! Las conexiones del horno o el detector podrían estar lo suficientemente calientes como para causar quemaduras.

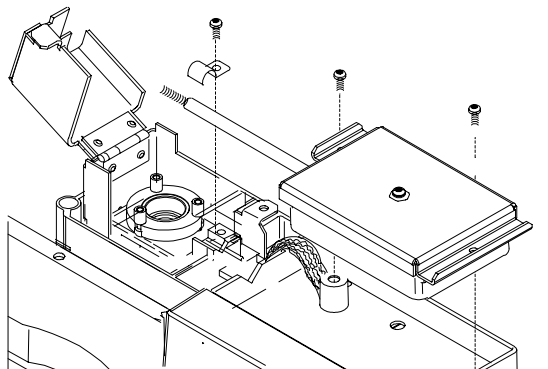
Materiales necesarios:

- Destornilladores T-10 y T-20 Torx
- Tapa para el lecho
- Bastoncillos de algodón
- Metanol o acetona
- Aire o nitrógeno comprimido
- Guantes sin pelusas
- Pinzas
- Anillas de metal y aislantes de cerámica (kit Ref. 5182-9722)

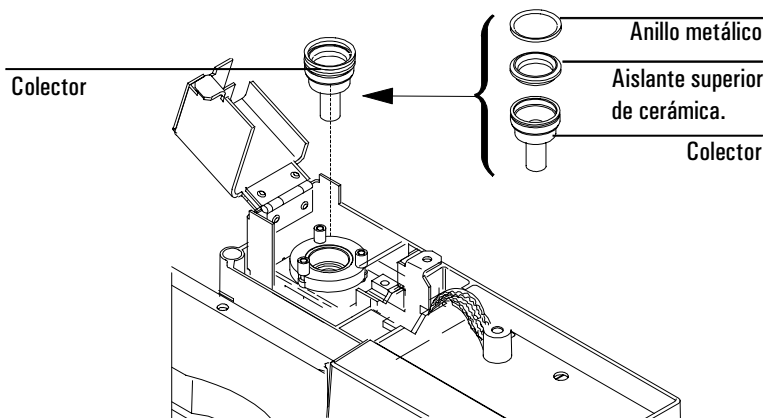
1. Antes de iniciar el procedimiento:
 - Dejar enfriar el detector hasta 60°C o menos. Para enfriarlo de forma más rápida, levantar la cubierta del detector del GC y abrir la del NPD.
 - Apagar la temperatura, gases y voltaje del lecho.
 - Apagar el electrómetro; pulsar [Config] [Front Det] o [Config] [Back Det], ir a **Electrometer** y pulsar [Off].
 - Retirar la cubierta superior de la electrónica.
2. Utilizar los guantes sin pelusa, antes de tocar cualquiera de las piezas del detector.
3. Retirar el lecho. Consultar las instrucciones en la página [591](#). Tapar el lecho cuidadosamente.
4. Utilizar el destornillador T-20 para retirar los tres tornillos que fijan la tapa y retirarla. La anilla de metal y el aislante de cerámica pueden estar acoplados a la tapa.



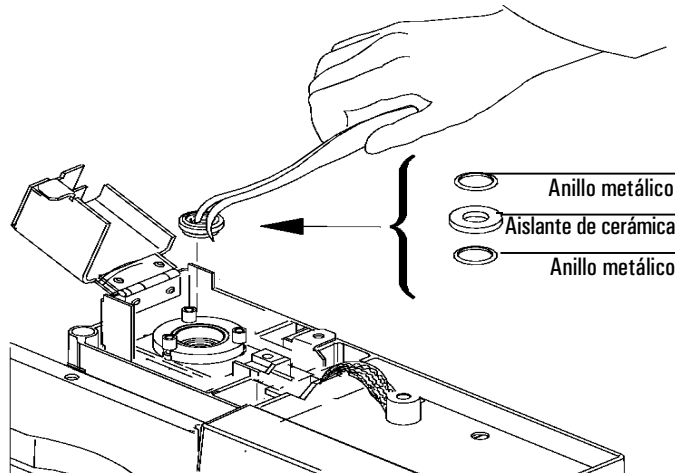
5. Quitar los tres tornillos que aseguran el electrómetro y el interconector. Retirar el electrómetro del detector para liberar el interconector. Girar el electrómetro hacia la derecha para dejar espacio para trabajar.



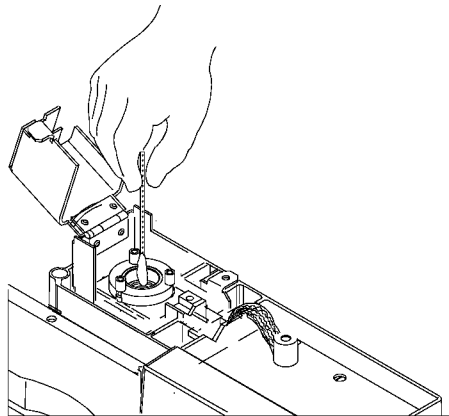
6. Quitar la anilla de metal grande y el aislante de cerámica superior si no están sujetos a la tapa. Retirar el colector. Si se ha estado trabajando con el detector a temperaturas elevadas, estas partes deben estar sujetas dentro del detector. Empujar y moverlo hasta romper el sello.



- Utilizando las pinzas, retirar el aislante superior de cerámica y las dos anillas pequeñas de metal situados por encima y por debajo del mismo. Si estas partes están juntas, no las separe. Si no lo están, recordar cual de las anillas de metal estaba en la parte superior del aislante y cual estaba debajo. Hay que volver a montar las piezas con la misma orientación.

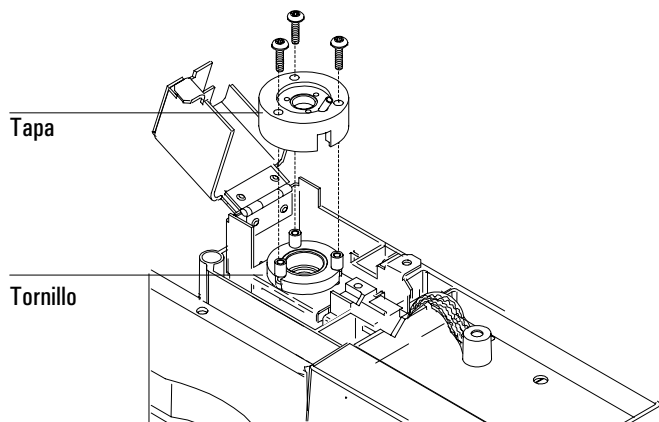


- Utilizar un bastoncillo de algodón impregnado en disolvente para limpiar los residuos del interior del colector y alrededor de la tapa. Limpiar también la base del detector que rodea el jet.

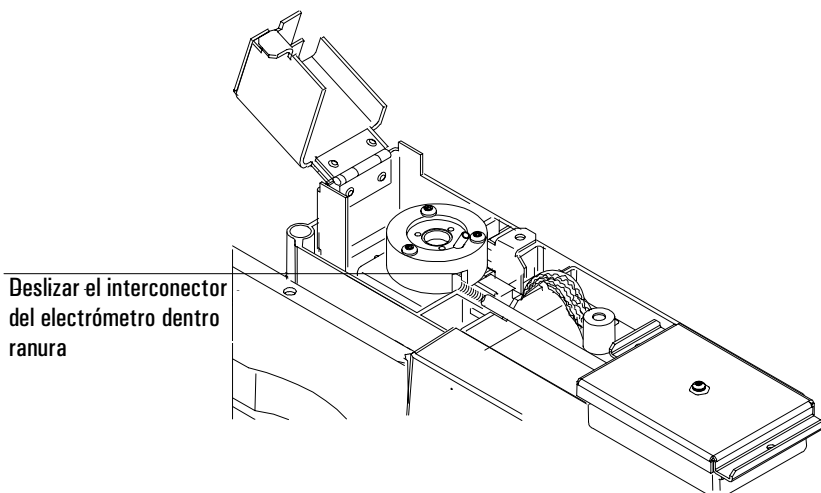


Si el colector o el aislante superior de cerámica están muy sucios, no sirve de nada limpiarlos; cambiarlos por otros nuevos.

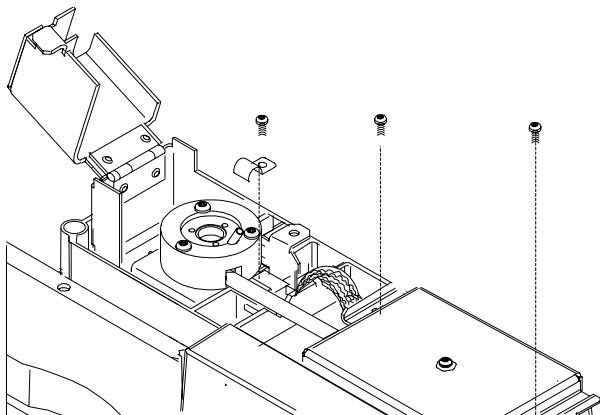
9. Instalar de nuevo o sustituirlos por una nuevos, la anilla inferior de metal, el aislante de cerámica inferior y la segunda anilla de metal. Instalar el colector limpio o nuevo. Colocar de nuevo el aislante de cerámica superior o introducir el nuevo y el anillo de metal grande en la parte superior del colector.
10. Colocar de nuevo la tapa, asegurándose de que los tres tornillos están en sus agujeros. Sujetar la tapa horizontal mientras se aprieta cada uno de los tres tornillos. Apretar cada uno media vuelta cada vez, hasta que estén sujetos.



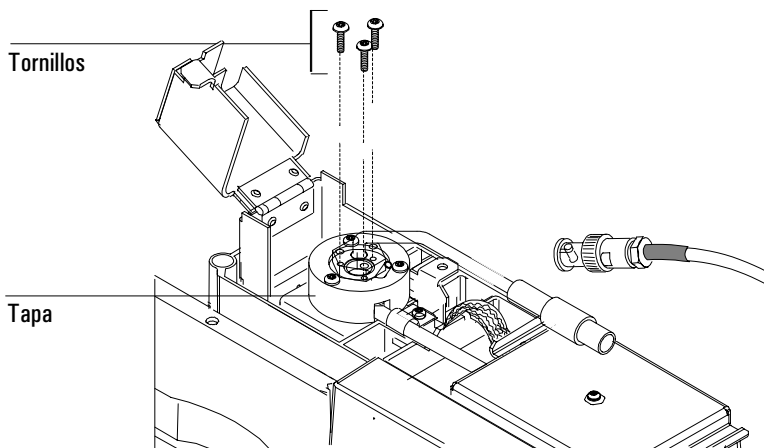
11. Deslizar el interconector del electrómetro en la ranura de la tapa. Dejar el electrómetro sobre la bandeja de montaje.



12. Colocar de nuevo el soporte y apretar los tornillos.

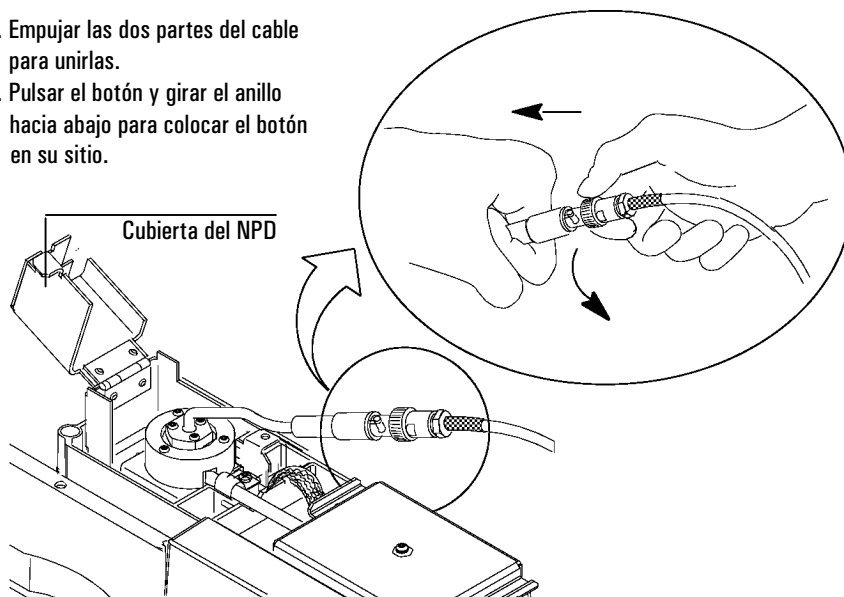


13. Destapar el lecho y colocarlo de nuevo en el detector. Poner de nuevo los tres tornillos. Apretar el primer tornillo sólo para ajustarlo. Apretar los otros tornillos completamente y después apretar por completo el primero.



14. Unir los extremos del cable del dispositivo del lecho con el de corriente del NPD y girar la anilla para cerrar la conexión. Cerrar la cubierta del NPD y la del detector del GC y colocar la de la electrónica. Restablecer las condiciones operativas normales.

1. Empujar las dos partes del cable para unir las.
2. Pulsar el botón y girar el anillo hacia abajo para colocar el botón en su sitio.



Después del montaje del detector, se debe comprobar su funcionamiento. Abrir los gases y encender el voltaje del lecho para restablecer el funcionamiento del detector. Comprobar que la lectura del offset es la apropiada para el detector. Si los valores no son normales, el muelle del electrómetro puede no estar contactando con detector correctamente, puede haber una fuga en la conexión de la columna o el detector no debe haber sido montado correctamente.

Sustitución o limpieza del jet

Como no hay llama en el NPD, el jet no recoge sílice ni hollín como el jet del FID. Aunque se puede limpiar el jet, normalmente es más práctico sustituir los sucios por nuevos. Para limpiar el jet, utilizar el alambre de limpieza (Ref. 18765-20070) con cuidado de no dañar el interior del jet. También se puede utilizar un baño de ultrasonidos para limpiar el jet.

La [Tabla 66](#) muestra los jets del NPD.

Tabla 66 Jets del NPD

Tipo	Nº Referencia	Utilizado con
Jet estándar	G1531-80560	NPD optimizado para capilares
Jet extendido (opcional)	G1534-80580	NPD optimizado para capilares
Jet extendido (opcional)	G1534-80590	NPD adaptable

Para limpiar el jet, se llevan a cabo cuatro pasos: retirarlo del detector, inspeccionar el daño o desgaste, limpieza del jet (opcional) y su colocación en el detector de nuevo.

Procedimiento: Retirada e inspección del jet

Materiales necesarios:

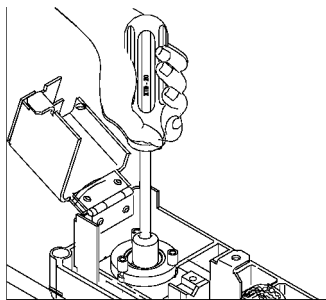
- Destornilladores T-10 y T-20 Torx
- Controlador hexagonal de 1/4"
- Tapa para el lecho
- Guantes sin pelusas
- Pinzas
- Muñequera ESD

1. Antes de iniciar el procedimiento:

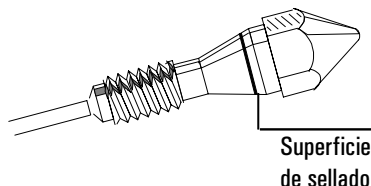
- Levantar la cubierta superior y la del NPD. Dejar enfriar el detector hasta 60°C o menos. Cerrar los gases del inyector.
- Apagar la temperatura, gases y voltaje del lecho.
- Apagar el electrómetro; pulsar [Config] [Front Det] o [Config] [Back Det], ir a `Electrometer` y pulsar [Off].
- Dejar enfriar el horno a temperatura ambiente. Retirar la columna del extremo del detector y tapar la conexión con la columna del detector.
- Abrir la cubierta del detector GC y retirar la de la electrónica.

2. Retirar el colector, los aislantes de cerámica y anillas de metal. Consultar el procedimiento en la página [596](#).

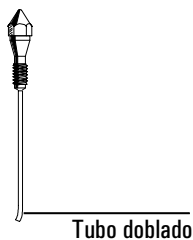
3. Aflojar el jet con el destornillador de tuerca. Extraer el jet directamente del detector. Tirar del jet hacia fuera del detector, con las pinzas.



- Comprobar que la superficie de sellado no está arañada. Debe haber una anilla pequeña alrededor de la superficie de sellado; cualquier otro rasguño es inaceptable.



- Inspeccionare el tubo del jet para asegurarse de que no está doblado o retorcido.



- Comprobar al trasluz que el jet no tiene contaminación. Si no hay contaminación, el tubo debe estar transparente.

Precaución El jet extendido del NPD adaptable es más largo que el del NPD optimizado para capilares y no debe instalarse en el último.

Procedimiento: Limpieza del jet

Normalmente es más conveniente sustituir los jets sucios por otros nuevos que limpiarlos, especialmente si están muy contaminados.

Precaución

Al limpiar el jet, cuidado si se utiliza un alambre de limpieza. Asegurarse de no arañar el jet; podría estropearse. Podría ser mejor no realizar la limpieza con el alambre y utilizar únicamente un baño acuoso.

Materiales necesarios:

- Baño pequeño para limpieza por ultrasonidos
 - Detergente acuoso
 - Metanol calidad GC en una botella de lavado de Teflón
 - Kit de limpieza del detector de llama (Ref. 9301-0985)
 - Aire o nitrógeno comprimidos, filtrados y secos
1. Pasar un alambre limpio a través del jet. Hacerlo varias veces hasta que se mueva suavemente. Tener cuidado de no arañarlo.
 2. Procedimiento de limpieza con agua:
 - a. Llenar el baño de ultrasonidos con detergente acuoso y meter el jet dentro. Sonicar 5 minutos.
 - b. Utilizar un escariador de jets para limpiar el interior.
 - c. Sonicar otros 5 minutos.
¡A partir de este punto, manipular las piezas sólo con pinzas!
 - a. Sacar del baño el jet y enjuagarlo bajo el grifo de agua caliente y después con un poco de metanol.
 - b. Secarlo un poco con un chorro de aire o nitrógeno comprimido y dejarlo terminar de secar al aire sobre una toalla de papel.

Procedimiento: Sustitución del jet y su colocación en el detector

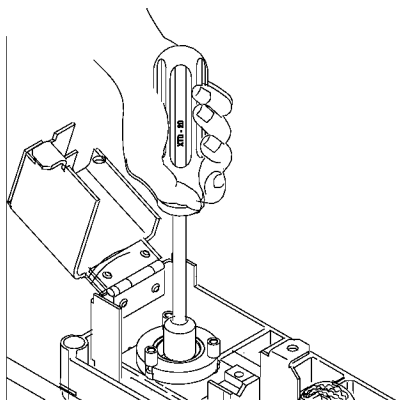
Materiales necesarios:

- Destornilladores T-10 y T-20 Torx
- Tapa para el lecho
- Muñequera ESD
- Guantes sin pelusas

Precaución

El jet extendido del NPD adaptable es más largo que el del NPD optimizado para capilares y no debe instalarse en el último.

1. Colocar el jet en el cuerpo del detector y apretarlo con el destornillador hexagonal hasta que se ajuste. No sobreapretar el jet.



2. Montar el detector. Consultar el procedimiento en la página [600](#).

25 Detector de captura electrónica de micro-celda

Información reglamentaria y de seguridad

El isótopo ^{63}Ni

Licencias del ECD

Licencia específica

Licencia general

Precauciones con el μ -ECD

Precauciones de seguridad al manipular μ -ECDs

Información general

Linealidad

Gas del detector

Temperatura

Electrómetro

Funcionamiento del μ -ECD

Procedimiento: Funcionamiento del μ -ECD

Condiciones y cromatograma de control

Condiciones de control del μ -ECD

Cromatograma de control normal del μ -ECD

Mantenimiento del detector

Corrección de problemas de funcionamiento

Comprobación de las posibles fugas de gas

Limpieza térmica

Realización de un test de limpieza (test de fuga de radioactividad)

Detector de captura electrónica de micro-celda

Información reglamentaria y de seguridad

Este capítulo describe el detector de microcelda (μ -ECD).

El μ -ECD contiene una celda recubierta con ^{63}Ni , un isótopo radioactivo. El ^{63}Ni libera partículas β que colisionan con las moléculas del gas portador, generando electrones de baja energía—cada partícula β genera aproximadamente 100 electrones. Los electrones libres producen una corriente pequeña, denominada *corriente de referencia* o *permanente*, que se recoge y mide en un circuito a pulsos.

Cuando una molécula de un componente de la muestra entra en contacto con los electrones libres, éstos pueden ser capturados por las moléculas de la muestra y generar iones cargados negativamente. El voltaje a través de los electrodos de la celda se pulsa para recoger los electrones libres restantes mientras que los iones más pesados no son relativamente afectados y salen con el flujo del gas portador.

La corriente de la celda se mide y compara con la corriente de referencia. La velocidad de pulso se ajusta para mantener una corriente de la celda constante. Cuantos más electrones sean capturados, menor será la frecuencia de pulso necesaria para alcanzar la corriente de referencia. Cuando un componente que captura electrones pasa a través de la celda, el pulso aumenta. Este pulso se convierte en voltaje y se almacena.

El isótopo ^{63}Ni

El isótopo radiactivo que se utiliza en la celda es el ^{63}Ni . Recubre la superficie interior del cuerpo de la celda y está en estado sólido a las temperaturas utilizadas en cromatografía. En la [Tabla 67](#) se muestran otras de sus propiedades.

Tabla 67 Propiedades del ^{63}Ni

Vida media:	101,1 años
Emisión:	65,87 keV máx., radiación beta
Punto de fusión:	1.453°C
Dimensiones de la parte activa de μ -ECD:	Diámetro interno: 6 mm Altura: 4,2 mm
Actividad total (celda μ -ECD):	555 MBq (15 milicurios) máximo

Licencias del ECD

En los Estados Unidos se puede adquirir un μ -ECD bajo licencia general o licencia específica. Fuera de los Estados Unidos, habrá que contactar con la oficina de ventas de Agilent Technologies para obtener información.

Licencia específica

Los μ -ECDs de licencia específica requieren la obtención de una licencia de materiales de la Comisión Reguladora Nuclear (NCR) o de la agencia estatal local, que permita estar en posición de la cantidad y tipo de radioisótopo utilizado en el detector. Se podrá transportar, vender o transferir el μ -ECD a otras licencias específicas. Si la licencia lo permite, se podrá abrir el μ -ECD para limpiarlo.

Licencia general

Los ECDs de licencia general no requiere una licencia de materiales. Este tipo de licencia se adquiere automáticamente al comprar un μ -ECD directamente a Agilent Technologies. Algunos estados requieren el registro del μ -ECD en una agencia estatal.

Restricciones a la licencia general:

1. No se puede abrir la celda del μ -ECD.
2. No se puede modificar la celda de ninguna manera.
3. No se puede utilizar ningún disolvente, ni siquiera agua, para limpiar el interior de la celda.
4. No se puede interferir con o intentar romper el sistema de circuitos de sobrecalentamiento que viene con el μ -ECD.
5. No se puede transferir el μ -ECD a otra persona o localización excepto a las descritas en la normativa aplicable al caso.
6. Se tendrá que realizar un test de radiactividad cada 6 meses.
7. Hay que guardar los registros que requiera la Agencia local (el NRC o agencia local).
8. Hay que notificar a la agencia los incidentes o fallos acaecidos que puedan provocar condiciones peligrosas.

Consultar la publicación “Información sobre Licencias Generales”, Ref. 5961-5664, para obtener información sobre los requerimientos de regulación.

Precauciones con el μ -ECD

A pesar de que las partículas beta a este nivel de energía tiene un poder de penetración pequeño—la piel o unas hojas de papel detienen la mayoría de la radiación—es peligroso ingerir o inhalar el isótopo. Por esta razón la celda se debe manejar con mucho cuidado: se deben realizar tests de fuga radiactiva cada cierto intervalo de tiempo, las conexiones de la entrada y salida se deben tapar cuando el detector no esté funcionando, no se deben introducir elementos químicos corrosivos en el detector y el eluyente del detector se debe ventilar fuera del laboratorio.

AVISO

Evitar la utilización de materiales que puedan reaccionar con la fuente de ^{63}Ni , los que formen productos volátiles o que causen la degradación física de la película interna. Se incluyen compuestos oxidantes, ácidos, halógenos en agua, ácido nítrico en agua, hidróxido amónico, sulfito de hidrógeno, PCB monóxido de carbono. Esta lista no es exhaustiva pero indica la clase de compuestos que pueden dañar los detectores de ^{63}Ni .

AVISO

En el caso *extremadamente* improbable en que el horno y la zona calentada del detector sufrieran una fuga térmica (calentamiento máximo descontrolado por encima de 400°C) al *mismo* tiempo y que el detector continúe expuesto a esta condición durante *más de 12 horas*, seguir los siguientes pasos:

- Después de apagar la corriente principal y dejar enfriar el instrumento, tapar la entrada del detector y las aberturas de ventilación de los gases. Utilizar guantes de plástico desechables y seguir las precauciones normales de seguridad del laboratorio.
- Devolver la celda para cambiarla; se incluyen direcciones con el Formulario de Verificación de la Licencia (Ref. 19233-90750).
- Añadir una carta estableciendo la condición del fallo.

Es improbable, incluso en estas situaciones inusuales, que se produzca un escape del material radiactivo de la celda. Sin embargo, el riesgo de daño a la película de ^{63}Ni del interior de la celda es constante y por ello, se debe devolver la celda para cambiarla.

AVISO No utilizar disolventes para limpiar el μ -ECD.

AVISO No se debe abrir la celda del μ -ECD si no se está autorizado por la agencia local de regulación nuclear. No alterar las cuatro fijaciones con cabeza de enchufe que mantienen las dos mitades de la celda juntas. La alteración de las mismas supone una violación de los términos de la licencia general y puede provocar un peligro para la seguridad.

Precauciones de seguridad al manipular μ -ECDs

- No comer, beber o fumar nunca, cuando se estén manejando μ -ECDs.
- Utilizar siempre gafas de seguridad cuando se trabaje con o cerca de μ -ECDs.
- Utilizar ropa protectora (bata de laboratorio, gafas de seguridad y guantes) y seguir las buenas prácticas de laboratorio. Lavarse bien las manos con un jabón suave, no abrasivo, después de haber manipulado μ -ECDs.
- Tapar las conexiones de entrada y salida cuando no se esté utilizando el μ -ECD.
- Conectar la ventilación de gases del μ -ECD a un extractor de humos o una salida al exterior. Consultar la última revisión del Título 10 de la Normativa del Código Federal, parte 20 (incluyendo el apéndice B) o la normativa del estado aplicable al caso. En otros países, consultar la agencia apropiada para informarse sobre los requisitos equivalentes.
Agilent Technologies recomienda una línea de ventilación de un diámetro de 6 mm o superior. Con una línea de este diámetro, la longitud no es importante.

Información general

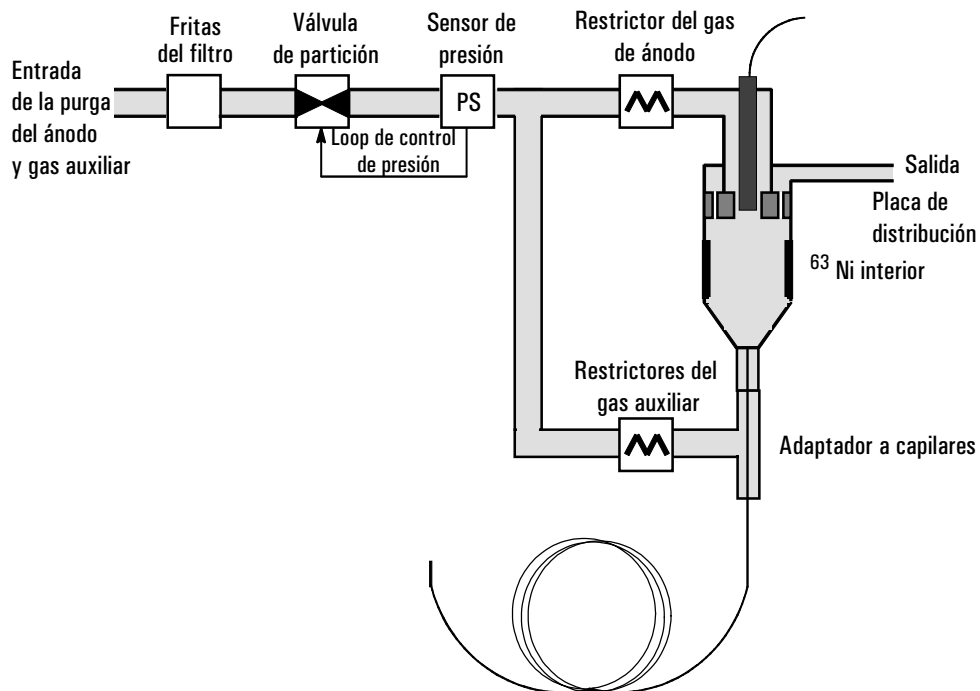


Figura 87 Neumática del μ-ECD

Linealidad

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

Gas del detector

El μ -ECD funciona con nitrógeno o argón/metano como gas auxiliar y del ánodo. A causa de la alta sensibilidad del detector, los gases portador y auxiliar deben estar secos y libres de oxígeno. Se deben instalar trampas de alta calidad de humedad, químicos y del oxígeno en las líneas de suministro del gas auxiliar y portador.

Temperatura

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

Electrómetro

La tabla de control de configuración del detector contiene un parámetro de On/Off para el `Electrómetro`. Mantener encendido el electrómetro siempre que esté trabajando con el detector.

Funcionamiento del μ -ECD

Para poder utilizar la salida analógica del μ -ECD, se debe fijar el rango de “Output” (salida) a 10, pulsando

[SIG 1] [RANGE] [10] [ENTER]

Para seleccionar temperaturas y flujos, utilizar la información de la [Tabla 68](#). La presión máxima de suministro no debe exceder los 100 psi. Utilizar la presión máxima de suministro para alcanzar la velocidad de flujo auxiliar máxima.

Tabla 68 Parámetros de operación

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

Notas

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

Procedimiento: Funcionamiento del μ -ECD

Comprobar que todos los gases del detector están conectados, hay una columna instalada correctamente y no hay fugas. Fijar la temperatura del horno y el inyector y el flujo del inyector. Asegurarse de que el tipo de gas auxiliar ([Config][Inlet]) es el mismo que el conectado al GC.

1. Pulsar [Front Det] o [Back Det] para abrir la tabla de control del μ -ECD.
2. Fijar la temperatura del detector. Para mantener la celda del μ -ECD limpia, esta temperatura debe ser mayor que la del horno.

Precaución

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

Procedimiento abreviado

(asume que los parámetros correctos están almacenados)

1. Abrir la tabla control del det
2. Activar la temperatura.
3. Abrir el gas auxiliar, en caso necesario.
4. Pulsar [Det Control] y comprobar el valor de "output" (salida).

3. Comprobar que el tipo de gas auxiliar/ánodo es el mismo que el conectado al instrumento. El tipo de gas aparece entre paréntesis junto a la línea Mk_{up} de la tabla de control. Cambiar el tipo de gas, si fuera necesario.

4. Introducir un valor para el gas auxiliar.

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

Si la **columna capilar** está *definida*, seleccionar un modo de flujo nuevo (si se quiere) y fijar el flujo del gas auxiliar o un flujo combinado.

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

Pulsar [Front Det] o [Back Det]

FRONT DET (ECD)		
Temp	250	250
Mkup (N2)	60.0	60.0 <
Output		40

Temperatura del detector, °C

Apagado para columnas empaquetadas.
Para columnas capilares, ver el **modo de flujo de gas auxiliar** abajo

Valor de "output" (salida) actual

Modo de flujo del gas auxiliar:

Si se configura para columnas capilares, su tabla de control también incluirá:

Mode: Const makeup	<
Mkup flow	60.0 60.0

Mode: Col+mkup=const	
Combined flow	0.0
Makeup flow	0.0

Para **cambiar el modo auxiliar**, ir a Mode: y pulsar [Mode/Type].

Hacer una selección e introducir los valores de flujo apropiados.

F DET MAKEUP MODE	
*Const makeup flow	
Col+makeup=const	<

Para cambiar el **el tipo de gas auxiliar**,

pulsar [Config][Front Det] o [Config]

[Back Det]:

CONFIGURE FRONT DET	
Makeup gas type	N2 <
Electrometer	On

No encender o apagar el electrómetro.

Pulsar [Mode/Type] para **cambiar el gas auxiliar**:

F DET MAKEUP GAS	
*Nitrogen	<
Argon methane 5%	

Seleccionar un gas y pulsar [Enter].

Figura 88 Tabla de control del μ -ECD

Condiciones y cromatograma de control

Esta sección contiene un ejemplo típico de un cromatograma de una muestra de test. Se puede utilizar como guía general del funcionamiento del instrumento.

Observar que los volúmenes de inyección listados con las condiciones operativas no indican necesariamente el volumen total inyectado. El volumen inyectado es simplemente el que indica el émbolo de una jeringa estándar de 10 μ l. Para un inyector calentado, el volumen real de la muestra inyectado incluirá 0,4 a 0,7 μ l adicionales, el volumen de muestra volatilizado en el interior de la aguja de la jeringa. Para un inyector especial en columna (sin calentar), la posición del émbolo de la jeringa refleja más exactamente el volumen real inyectado.

El siguiente procedimiento y resultados tienen como propósito probar el correcto funcionamiento del sistema inyector y/o detector; no son, necesariamente, los más adecuados para comprobar los límites de especificación de un sistema.

Condiciones de control del μ -ECD

Columna y muestra

Tipo	HP-5 30 m \times 0,32 mm \times 0,25 μ m	Ref. 19091J-413
Muestra	Control del ECD	18713-60040
Volumen de inyección	1 μ l	

Inyector

Temperatura	200°C Empaquetadas con purga 250°C con/sin división (split/splitless) Seguimiento del horno Refrigeración en columna 80°C PTV (ver abajo)
Presión del inyector	25 psi (presión constante para inyectores EPC, helio)

Split/Splitless

Modo	Sin división (splitless)
Flujo de purga	60 ml/min
Tiempo de purga	0,75 min

Inyector, continuación**PTV**

Modo	Sin división (splitless)
Temperatura del inyector	80°C
Tiempo inicial	0,1 min
Velocidad 1	720°C/min
Temp. final 1	350°C
Tiempo final 1	2 min
Velocidad 2	100°C/min
Temp. final 2	250°C
Tiempo final 2	0 min
Presión del inyector	25 psi (presión constante para inyectores EPC)
Tiempo de purga	0,75 min
Flujo de purga	60 ml/min

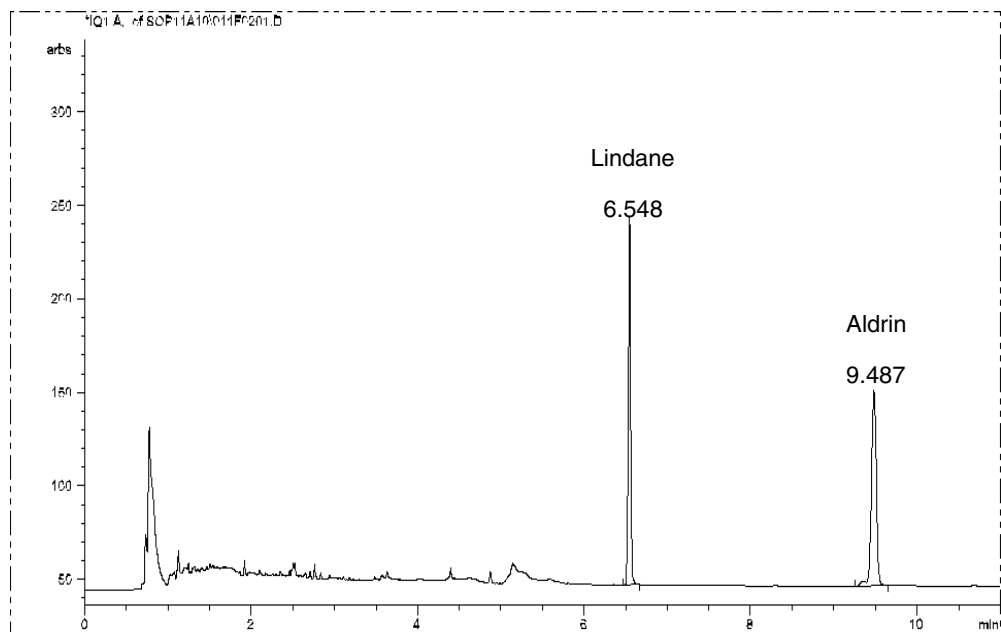
Detector

Temperatura	300°C
Purga del ánodo, nitrógeno	60 ml/min
Auxiliar, nitrógeno	25 ± 2 ml/min
Offset	Debe mostrar < 1000 cuentas

Horno

Temperatura inicial	80°C
Tiempo inicial	0 min
Velocidad 1	15°C/min
Temperatura final	180°C
Tiempo final	10 min

Cromatograma de control normal del μ -ECD



Los tiempos de retención pueden variar, pero los picos deben ser similares a los del ejemplo.

Mantenimiento del detector

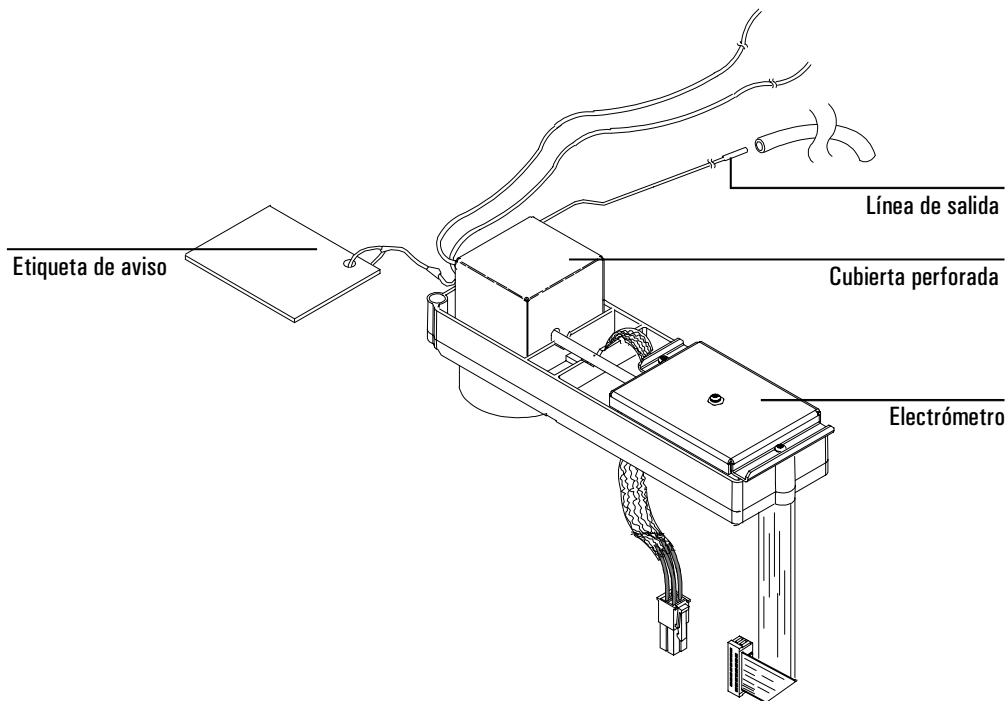


Figura 89 El μ -ECD

Corrección de problemas de funcionamiento

Los problemas de funcionamiento del instrumento, una lectura demasiado alta o baja o unos resultados cromatográficos insatisfactorios (línea base con mucho ruido), pueden estar siendo producidas por fugas o depósitos en el detector u otra parte del sistema cromatográfico. Para determinar dónde se está produciendo el problema, hay que realizar una serie de tests.

Antes de comprobar el detector hay que considerar la naturaleza del problema. Si se ha llevado a cabo algún cambio reciente en el sistema GC y se observa un nivel de salida elevado, existe una elevada probabilidad de que el cambio haya introducido contaminantes o provocado alguna fuga en el sistema. Por ejemplo, si se han cambiado recientemente los suministros de gas, el gas nuevo podrá contener impurezas. O si se instaló recientemente una columna nueva, podría haber una fuga en la conexión del detector.

Si el valor de “output” (salida) o el nivel de ruido se han incrementado gradualmente, probablemente la causa sea una acumulación de depósitos. Por ejemplo, el detector podría contener contaminantes del sangrado de la columna o las trampa podrían estar saturadas. Si el cambio ha sido gradual y no se ha modificado recientemente el sistema GC, se puede comenzar por comprobar la contaminación. *Nota: ¡La contaminación a la que el procedimiento se refiere son depósitos no radiactivos generados por el sangrado de la columna o muestras sucias!*

1. Asegurarse de que el detector esté funcionando bajo condiciones normales y que han transcurrido 2 horas desde el último análisis.

Comprobar el valor de “output” (salida) en la tabla de control del detector. Si difiere considerablemente del nivel de salida normal—tanto si es mayor como menor—se debe continuar con este procedimiento para identificar la causa de la lectura anormal.

2. Utilizar un detector de fugas electrónico para comprobar las fugas en el inyector y el detector y las conexiones de la columna. Corregir las fugas y comprobar el nivel de salida. Si continúa siendo anormal, continuar con el paso 3.

3. El detector en sí mismo no es fuente probable de fugas, por lo que si la lectura sigue siendo anormal, se deben examinar las fugas en el inyector. Consultar el material de mantenimiento del inyector en [“Inyector “split/splitless” \(con/sin división\)”](#), [“Inyector de empaquetadas con purga”](#), [“Inyector de refrigeración en columna”](#), [“Inyector de vaporización con temperatura programada”](#), [“Interfase de volátiles”](#).

Si no hay fugas en el inyector, ir al paso 4 para comprobar las fugas del detector.

Si hay fugas en el inyector, corregirlas y comprobar la salida. Si sigue siendo anormal puede ser porque el detector también tenga fugas. Seguir en el paso 4.

4. Realizar el test de fugas para el detector descrito en este documento.

Si el detector no tiene fugas, la causa del problema es la contaminación. Seguir en el paso 5.

Si la fuga está en el detector, corregirla y comprobar de nuevo la salida. Si continúa siendo anormal, ir al paso 5.

5. Comprobar la contaminación:
 - a. Retirar la columna y cerrar la conexión del detector con la tapa (Ref. 19234-20650) y la tuerca (Ref. 19234-20570).
 - b. Trabajar con el detector en condiciones operativas normales pero sólo con gas auxiliar fluyendo a través de él. Monitorizar la salida. Si es normal para el detector, entonces la contaminación es de otra parte del sistema GC. Ir al paso 6.
 - c. Si la salida es anormal, el detector está contaminado. Realizar una limpieza térmica para descontaminar el detector. El procedimiento se describe más adelante en [“Limpieza térmica”](#).
6. Comprobar la contaminación de las demás partes del sistema GC realizando los siguientes cambios y monitorizando la salida:
 - Sustituir la columna por una vacía y comparar las lecturas de “output” (salida).
 - Cambiar el inyector (si es posible) y comparar la salida.
 - Cambiar a un suministro de gas distinto y comparar la salida.
 - Sustituir las trampas; comparar la salida.

Comprobación de las posibles fugas de gas

El detector es una fuente improbable de fugas. Si se sospecha de alguna fuga en el sistema GC y se han comprobado todas las conexiones de gas en el GC, inyector, entrada de columna y en las demás conexiones del detector sin éxito, seguir este procedimiento para comprobar el detector.

El horno e inyector deben estar a temperaturas operativas normales.

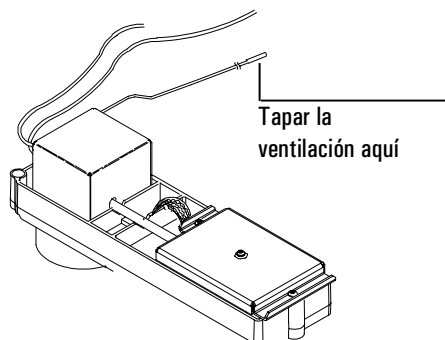
Materiales necesarios:

- Una conexión de ventilación (Ref. 5060-9055)
 - Un detector de fugas electrónico capaz de detectar el gas portador.
1. Cerrar la presión del inyector. Esperar un poco para purgar el gas del sistema.
 2. Cerrar el flujo de gas auxiliar.

FRONT DET (u-ECD)		
Temp	150	150 <
Mkup flow	0.0	Off
Output	840000.0	

Cuando no haya flujo, la salida estará al máximo, aproximadamente 840.000 para argón/metano y nitrógeno

3. Cerrar la salida de escape de los gases con la conexión de ventilación.



4. Fijar la presión del inyector a 15 psi (103 kPa). Monitorizar la presión del sistema desde el inyector. Esperar el tiempo suficiente para que se presurice completamente (mínimo 1 minuto). Cuando el sistema esté totalmente presurizado, cerrar la presión o el gas.

Monitorizar la presión de 10 a 15 minutos. Si la presión permanece estable o disminuye sólo 0,2 ó 0,3 psi/min, se puede considerar el ECD libre de fugas. Si la presión cae, hay una fuga. Seguir con el paso 5.

5. Utilizar el detector de fugas electrónico para comprobar la conexión de la columna y de la ventilación. Si hay fugas presentes, apretar todas las conexiones y repetir el test de fugas.

Si los otros componentes del sistema no tienen fugas, entonces la fuga estará en el ECD. El ECD no se puede desmontar sin una licencia especial de la Comisión de Regulación Nuclear o Agreement State Licensing Agency (sólo para EE.UU.). Para obtener más información, contactar con Agilent.

Limpieza térmica

Si la línea base tiene mucho ruido o el valor de “output” (salida) es anormalmente alto y se ha determinado que estos problemas no están causados por fugas en el sistema GC, entonces debe haber contaminación en el detector proveniente del sangrado de la columna. Para eliminar la contaminación, se debe realizar una limpieza térmica (“bake-out”) del detector.

AVISO

El desmontaje del detector y/o los procedimientos de limpieza distintos del térmico, los debe llevar a cabo personal entrenado y con licencia para manejar materiales radiactivos. Las trazas de ^{63}Ni radiactivo deben ser eliminadas mediante otros procedimientos que pueden causar exposiciones peligrosas a su radiación β y x .

AVISO

Para prevenir el riesgo de contaminación peligrosa del área con material radiactivo, la ventilación de gases del detector debe estar conectada siempre a un extractor de humos o ventilada de acuerdo con la última revisión del Título 10, CFR, Parte 20 o con la normativa estatal con la que la comisión de regulación nuclear está de acuerdo (sólo para EE.UU.). En otros países, consultar la agencia apropiada para informarse sobre los requisitos equivalentes.

Materiales necesarios:

- Tapa para la conexión del detector (Ref. 19234-20650)
 - Tuerca para conectar la tapa (Ref. 19234-20570)
1. Con el detector y horno a temperatura operativa normal, pulsar [Front Det] o [Back Det] para abrir la tabla de control. Observar el valor de “output” (salida) para su posterior comparación.
 2. Cerrar el flujo de purga del ánodo y el gas auxiliar.
 3. Retirar la columna del detector. Asegurarse de tapar el extremo desconectado. Instalar la tapa y la tuerca en la conexión de la columna del detector para cerrarla.
 4. Introducir los siguientes valores:
 - temperatura = 350 a 375°C
 - gas auxiliar = 60 ml/min.
 5. Fijar la temperatura del horno a 250°C.
 6. Mantener la limpieza térmica durante varias horas y después dejar enfriar el sistema a temperatura operativa normal.
 7. Comprobar el valor de “output” (salida) del μ -ECD en la tabla de control. Debe ser menor que la primera lectura. Si no lo es, contactar con Agilent.

Realización de un test de limpieza (test de fuga de radioactividad)

Deben comprobarse las fugas de radioactividad del detector de captura electrónica cada 6 meses. Los registros y resultados de los tests se deben conservar para una posible inspección de la Comisión de Regulación Nuclear y/o la agencia estatal responsable. En caso necesario, se realizarán los tests con más frecuencia.

El procedimiento utilizado es el **test de limpieza**. El kit del test de limpieza se suministra con cada detector nuevo. Consultar la tarjeta de información suministrada en el Kit del test de limpieza para obtener las instrucciones de realización del test.

26 Detector fotométrico de llama

Información general

Linealidad

Efectos del apagado (quenching)

Saturación del PMT

Filtros ópticos

Alineador de sílice fundida

**Condiciones que impiden
el funcionamiento del detector**

**Desconexión automática
del detector**

Requisitos de compatibilidad

FPD de longitud de onda dual

Utilización del detector

**Consideraciones sobre
la temperatura del detector**

Configuración del calentador

**Compensación del encendido
(Lit offset)**
Procedimiento: Cambio del valor
de compensación de encendido

**Secuencia de ignición o encendido
de la llama**

Ignición o encendido de la llama

Electrómetro on/off

**Velocidad de adquisición de datos
del electrómetro**

Procedimiento: Utilización de la
característica de picos rápidos

Operación del FPD

Procedimiento: Utilización del FPD

**Condiciones y cromatograma
de control**

Condiciones de control del FPD

**Cromatogramas de control normales
del FPD**

Mantenimiento del detector

Problemas del encendido de la llama

**Cambio de los filtros de longitud
de onda**

Test de fugas

Identificación de piezas

**Limpieza/cambio de las ventanas,
filtros y sellos**

Limpieza/cambio del jet

**Cambio del alineador de sílice
fundida de la línea de transferencia**

Cambio del tubo fotomultiplicador

Detector fotométrico de llama (FPD)

Información general

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

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

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

El FPD no se debe guardar a temperaturas superiores a los 50°C, según las especificaciones originales del fabricante para el fotomultiplicador (PMT).

Linealidad

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

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

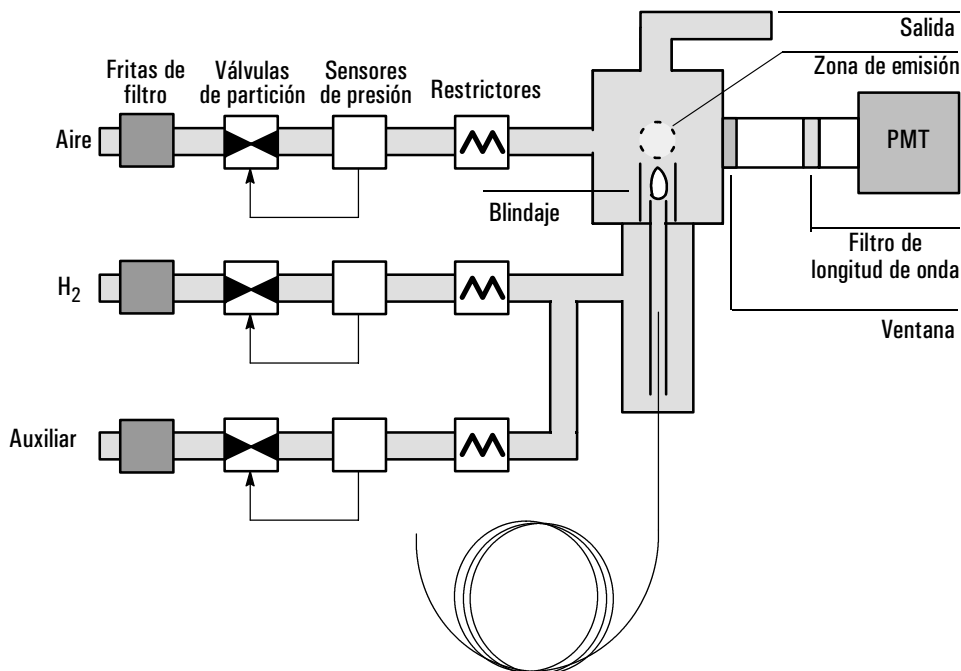


Figura 90 Esquema de un detector fotométrico de llama

Efectos del apagado (quenching)

El apagado por hidrocarburos (hydrocarbon quenching) se produce si altas concentraciones de dióxido de carbono de un pico de hidrocarburo se encuentran en la llama a la vez que la especie de azufre. Algunas especies de CO_2 absorben parte de la luz emitida por la especie de azufre.

El apagado automático (self-quenching) se produce ante una elevada concentración de la especie con heteroátomos. Algunas otras especies en estado fundamental (inactivas) reabsorben el fotón emitido, impidiendo su llegada al PMT.

Este efecto se puede reducir si se siguen unas buenas prácticas cromatográficas. La columna debe realizar una buena separación de los compuestos, tanto de los que contienen azufre o fósforo, como de los que no los contienen pero que absorben luz. Merece la pena realizar una cuidadosa calibración multinivel.

El detector y el gas deben mantenerse muy limpios para generar respuestas constantes. Dado que los compuestos de S y P contienen centros químicamente activos, el inyector y la columna se deben mantenerse muy limpios.

Saturación del PMT

El tubo del fotomultiplicador puede saturarse si la intensidad de luz es demasiado elevada. Si sucede esto, el incremento de la concentración produce un ligero incremento de la señal o ninguno en absoluto y la parte superior de los picos aparece redondeada o aplanada. Diluir la muestra para corregir el problema.

Filtros ópticos

Los filtros tienen marcado en el borde la longitud de onda de transmisión. Todos los filtros tienen un lateral de espejo—que debe quedar mirando a la llama cuando se instale—y la superficie coloreada.

El filtro de azufre es azul/púrpura y transmite a 393 nanómetros.

El filtro de fósforo es amarillo/verde y transmite a 525 nanómetros.

Alineador de sílice fundida

El FPD utiliza un alineador de sílice fundida inerte en la línea de transferencia. Con ello, las columnas de sílice fundida de más de 530 µm D.I. pueden llegar directamente a la base de la llama, minimizando las colas o la pérdida de los centros activos. El alineador es compatible con columnas empaquetadas estándar.

Condiciones que impiden el funcionamiento del detector

- Temperatura fijada por debajo de 120°C
- Flujo de hidrógeno o aire fijado en OFF o a 0, 0
- Fallo en el encendido

Desconexión automática del detector

Si se corta un gas crítico para el detector debido a un fallo neumático o del encendido, el detector se desconecta automáticamente. Esto provoca la desconexión total excepto la temperatura del detector y el flujo del gas auxiliar.

Requisitos de compatibilidad

Para utilizar una longitud de onda FPD individual con una ChemStation Agilent, ésta tendrá que ser de la versión 4.02 o superior.

Si se va a utilizar una longitud de onda FPD dual tendrá que ser de la versión 5.01 o superior.

FPD de longitud de onda dual

Se trata de un módulo de llama individual con dos fotomultiplicadores, uno con un filtro de azufre y el otro con un filtro de fósforo. Debido a que los flujos de gas óptimos para estos elementos son bastante distintos, el funcionamiento del detector se complica un poco.

El detector se coloca en la posición posterior y es calentado por los calentadores Back Det y AUX 2. El valor de AUX 2 se determina automáticamente con el parámetro del Back Det.

Se utilizan dos canales de señal y dos tarjetas de electrómetro, una por cada PMT. Con la tabla de control del detector posterior (Back Det) se hace funcionar el detector mientras que con el detector frontal (Front Det) sólo funciona en el modo especial de “sólo señal”. Las tablas típicas para el FPD de longitud de onda dual son:

FRONT DET (FPD)	
Output	178 9

BACK DET (FPD)	
Temp	250 250
H2 flow	50 0 50 0
Air flow	60 0 60 0
Mode: Col+mkup=const	
Combined flow	15 0
Mkup (N2)	50 0 50 0
Flame	off <
Output	119 2

Si se asigna una zona calentada a la posición del detector frontal (Front Det), aparecerá “F det type mismatch”. Para ignorar el mensaje, pulsar [Config], desplazarse hasta la línea Instrument y pulsar [Enter]. Ir a la línea F det, pulsar [Mode/Type] y seleccionar Sig only FPD.

Utilización del detector

Consideraciones sobre la temperatura del detector

La llama del FPD genera una cantidad de vapor de agua considerable. Para evitar la condensación, el detector debe funcionar por encima de los 120°C.

Una temperatura innecesariamente elevada puede causar la descomposición térmica de los compuestos de fósforo y sulfuro térmicamente lábiles.

La temperatura del detector puede tener un efecto significativo sobre la sensibilidad del sulfuro. Si se van a analizar compuestos con puntos de ebullición elevados, la temperatura se debe fijar 25°C por encima de la temperatura final del horno—siempre que no se sobrepase el límite de 250°C.

Configuración del calentador

El módulo quemador FPD tiene dos zonas calientes, una para el cuerpo del detector y otra para el línea de transferencia.

Se puede instalar el FPD de longitud de onda individual tanto en la posición posterior como en posición frontal. En la posición frontal, utilizará los calentadores Front Det y AUX 1. En la posición posterior utiliza Back Det y AUX 2. Se puede instalar un segundo detector—posiblemente otro FPD—en la posición que no se esté utilizando.

Se debe instalar un FDP de longitud de onda dual—detección simultánea de sulfuros y fósforos—en la posición posterior, donde utilizará los calentadores Back Det y AUX 2. No se puede instalar un segundo detector.

El software fija automáticamente el calentador AUX al mismo parámetro que el calentador Det. No se tienen que introducir dos entradas distintas.

Compensación del encendido (Lit offset)

La compensación del encendido (Lit offset) es la diferencia esperada entre la salida del FPD con la llama encendida y la salida con la llama apagada. Se utiliza para determinar si un intento de ignición de la llama ha tenido éxito y detectar una condición de llama apagada.

Si el valor de la salida con llama encendida menos el valor de salida con la llama apagada es superior a la compensación de encendido, la llama se considerará encendida.

El valor por defecto para la compensación de encendido es de 2,0 picoamps. Es un buen valor de trabajo excepto para gases y sistemas muy limpios. Este valor se debería cambiar si:

- El detector intente el reencendido cuando la llama esté ya encendida, provocando la desconexión automática.
- El detector no intente el reencendido cuando la llama esté apagada.

Procedimiento: Cambio del valor de compensación de encendido

1. Pulsar [Config][Front Det] o [Config][Back Det].

```

┌──────────┬──────────┬──────────┬──────────┐
│ CONFIGURE FRONT DET │
│ Mkup gas type      N2 │
│ Lit offset         2.0 < │
│ Electrometer       0n  │
└──────────┴──────────┴──────────┴──────────┘

```

2. Ir a Lit offset e introducir un valor.
El valor por defecto es 2,0 pA.
Introducir 0 para desactivar la función de reencendido automático.
El rango posible es de 0 a 99,9 pA.

Secuencia de ignición o encendido de la llama

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

1. Apaga todos los gases del detector—aire, hidrógeno, auxiliar, menos el portador.
2. Fija el flujo de aire a 200 ml/min.
3. Enciende el encendedor.
4. Eleva el flujo de hidrógeno de 10 a 70 ml/min.
5. Restablece el flujo de aire a su parámetro.
6. Restablece el flujo de hidrógeno a su parámetro.
7. Enciende el flujo de gas auxiliar.
8. Compara el cambio de la señal con el valor de compensación de encendido. Si el cambio es mayor que el valor de compensación de encendido, determina la llama encendida (lit). Si por el contrario es menor, la determina no encendida (not lit).

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

Ignición o encendido de la llama

Manual

Para iniciar el procedimiento:

Pulsar [Front Det] o [Back Det]

FRONT DET (FPD)		
Temp	250	250
H2 flow	50.0	50.0
Air flow	60.0	60.0
Mode: Col+mkup=const		
Combined flow	15.0	
Mkup (N2)	50.0	50.0
Flame		off <
Output		0.0

Ir a Flame y pulsar [On]

Automático

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

Electrómetro on/off

La tabla de control de configuración del detector contiene un parámetro de On/Off del electrómetro.

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

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

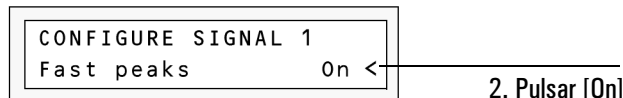
Velocidad de adquisición de datos del electrómetro

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

Procedimiento: Utilización de la característica de picos rápidos

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

1. Pulsar [Config][Signal 1] o [Config][Signal 2]



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

Operación del FPD

La [Tabla 69](#) muestra los flujos para la sensibilidad máxima de la llama del FPD, la cual es rica en hidrógeno y pobre en oxígeno. Encender la llama con estos flujos resulta difícil, particularmente en el modo sulfuro. El helio utilizado como gas portador o auxiliar, enfría los gases del detector por debajo de la temperatura de ignición. Se recomienda la utilización de nitrógeno en lugar de helio.

Tabla 69 Temperatura y flujo recomendados

	Flujos modo S ml/min	Flujos modo P ml/min
Portador (hidrógeno, helio, nitrógeno, argón)		
Columnas empaquetadas	10 a 60	10 a 60
Columnas capilares	1 a 5	1 a 5
Gases del detector		
Hidrógeno	50	150
Aire	60	110
Portador + auxiliar	60	60

Presión de suministro

De aire: mínimo 90 psi para la secuencia ignición. Otras: la adecuada para los flujos que se quieran conseguir.

Temperatura del detector

Por debajo de 120°C la llama no se enciende.

Fijar la temperatura 25°C por encima de la temperatura superior del horno—el límite es 250°C.

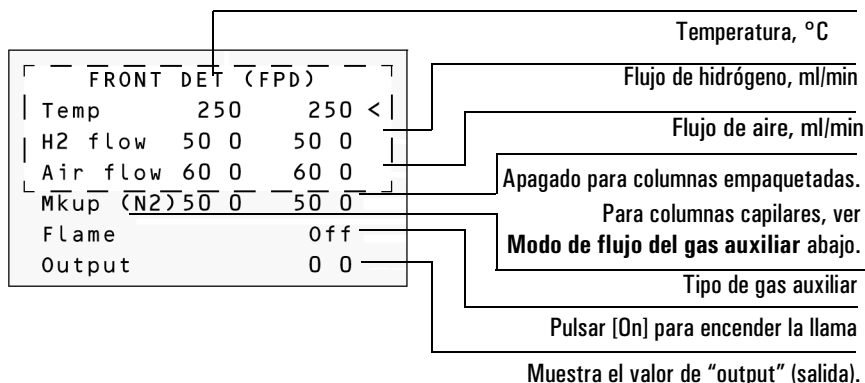
Lit offset [Config] [Front Det] o [Back Det]

Si la salida del detector con la llama encendida menos la salida con la llama apagada cae por debajo de este valor, el FPD intentará el reencendido dos veces. Si la salida no se incrementa como mínimo hasta ese valor, el detector se desconecta automáticamente.

El valor recomendado es 2,0 pA. Un valor de 0 o [Off] desactiva el autoencendido.

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

Pulsar [Front Det] o [Back Det].



Modo de flujo del gas auxiliar: Si las dimensiones de la columna están especificadas, la tabla de control incluirá uno de estos parámetros.

Mode:Const makeup <	Mode:Col+mkup=const
Mkup flow 0.0 Off	Combined flow 0.0
	Makeup flow 0.0

Para **cambiar el modo auxiliar**, ir a Mode: y pulsar [Mode/Type].
Hacer una selección e introducir los valores de flujo apropiados.

```

    F DET MAKEUP MODE
    *Const makeup flow
    Col+makeup=const <
    
```

Para ver **tipo de gas** o cambiar el valor de **Lit offset**, pulsar [Config][Front Det] o [Config][Back Det]:

```

    CONFIGURE FRONT DET
    Mkup gas type    N2 <
    Lit offset      2 0
    Electrometer    On
    
```

No es necesario apagar o encender el electrómetro a menos que se esté realizando algún procedimiento de mantenimiento.

Para **cambiar el tipo de gas auxiliar**, pulsar [Mode/Type]:

```

    FRONT DET MAKEUP GAS
    Helium <
    *Nitrogen
    
```

Seleccionar el gas apropiado.

Figura 91 Tabla de control del FPD

Procedimiento: Utilización del FPD

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

AVISO

Comprobar que hay una columna instalada o que la conexión con la columna del FDP está cerrada antes de conectar el aire o el nitrógeno. Existe peligro de explosión si el aire y el hidrógeno entran en el horno.

1. Pulsar [Front Det] o [Back Det] para abrir la tabla de control del FPD.
2. Fijar la temperatura del detector. La temperatura debe ser mayor de 120°C para que se encienda la llama.
3. Cambiar la velocidad de flujo del hidrógeno, si fuera necesario, y pulsar [Off].
4. Cambiar la velocidad de flujo del aire, si fuera necesario, y pulsar [Off].
5. Si se están utilizando **columnas empaquetadas**, apagar el gas auxiliar y continuar en el paso 7.
6. Si se están utilizando **columnas capilares**:
 - a. Comprobar que el gas auxiliar es el mismo que el conectado al instrumento (junto a la línea M_{KUP} en la tabla de control). Cambiar el tipo de gas, si fuera necesario.
 - b. Si la columna capilar está *definida*, seleccionar un modo de flujo nuevo (si se quiere) y fijar el flujo del gas auxiliar o un flujo combinado.
 - c. Si la columna capilar *no está definida*, introducir un flujo para el gas auxiliar. Sólo está disponible el flujo cte.
7. Ir a **Flame** y pulsar [On]. Esto abre el aire e hidrógeno e inicia la secuencia de encendido. En el proceso de ignición la señal se incrementa. Los niveles normales del modo sulfuro son de 4 a 40 pA y en modo fósforo de 10 a 70 pA. Comprobar que la llama esté encendida, sujetando un espejo u otra superficie brillante y fría, sobre la salida de ventilación. Una condensación estable indica que está encendida.

Condiciones y cromatograma de control

Esta sección contiene ejemplos típicos de cromatogramas de una muestra de test. Se puede utilizar como guía general del funcionamiento del instrumento.

Observar que los volúmenes de inyección listados con las condiciones operativas no indican necesariamente el volumen total inyectado. El volumen inyectado es simplemente el que indica el émbolo de una jeringa estándar de 10 μ l. Para un inyector calentado, el volumen de muestra real inyectado incluirá 0,4 a 0,7 μ l adicionales, el volumen de la muestra volatilizado dentro de la aguja de la jeringa. Para un inyector especial en columna (sin calentar), la posición del émbolo de la jeringa refleja más exactamente el volumen real inyectado.

El siguiente procedimiento y resultados tienen como propósito probar el correcto funcionamiento del sistema inyector y/o detector; no son, necesariamente, los más adecuados para comprobar los límites de especificación de un sistema.

Condiciones de control del FPD

Columna y muestra

Tipo	HP-5 30 m \times 0,32 mm \times 0,25 μ m Ref. 19091J-413
Muestra	Control FPD 8500-3697
Volumen de inyección	1 μ l

Inyector

Temperatura	250°C empaquetadas con purga o con/sin división (split/splitless)
	Seguimiento del horno Refrigeración en columna
	80°C PTV (ver abajo)
Presión del inyector	25 psi (presión constante para inyectores EPC, helio)

Split/Splitless

Modo	Sin división (splitless)
Flujo de purga	60 ml/min
Tiempo de purga	0,75 min

Inyector, continuación

PTV

Modo	Sin división (splitless)
Temperatura del inyector	80°C
Tiempo inicial	0,1 min
Velocidad 1	720°C/min
Temp. final 1	350°C
Tiempo final 1	2 min
Velocidad 2	100°C/min
Temp. final 2	250°C
Tiempo final 2	0 min
Presión del inyector	25 psi (presión constante para inyectores EPV)
Tiempo de purga	0,75 min
Flujo de purga	60 ml/min

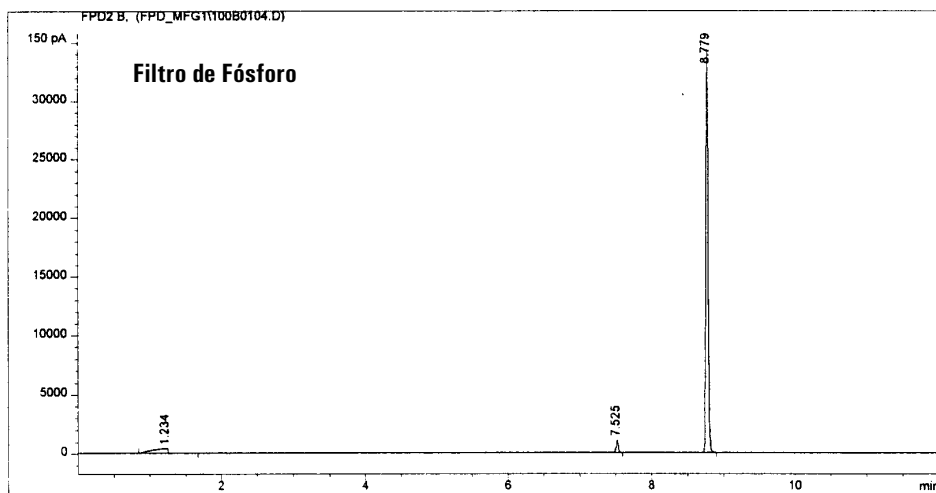
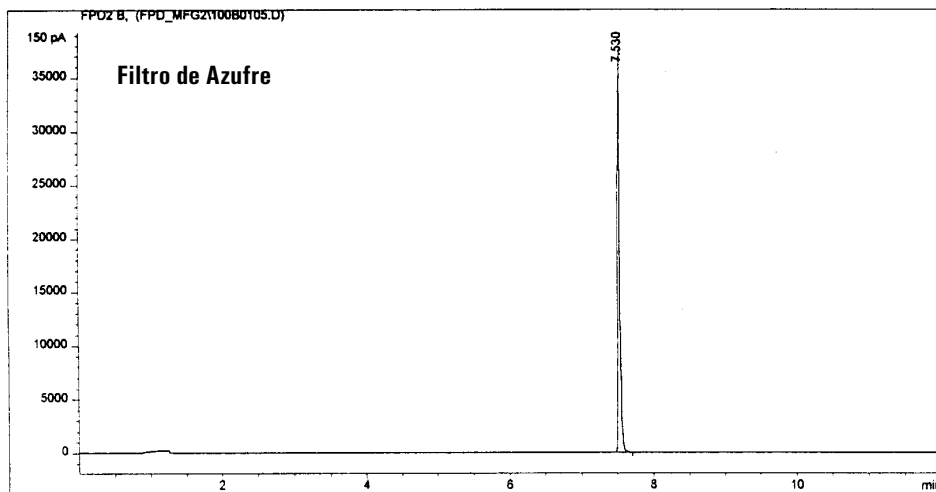
Detector

Temperatura	200°C
Flujo de hidrógeno	75 ± 2 ml/min
Flujo de aire	100 ± 2 ml/min
Flujo auxiliar	60 ± 2 ml/min, nitrógeno
Offset, flujo off (O-fa)	Debe mostrar < 40 unidades
Offset, llama on (O + fb)	< [(O-fa) + 85 unidades mostradas]

Horno

Temperatura inicial	60°C
Tiempo inicial	0 min
Velocidad 1	25°C/min
Temperatura final	110°C
Tiempo final 0 min	
Velocidad 2	10°C/min
Temp. final 2	170°C
Temp. final 1	3 min

Cromatogramas de control normales del FPDs



Los tiempos de retención pueden variar, pero los picos deben ser similares a los del ejemplo.

Mantenimiento del detector

Precaución No guardar el FPD a temperaturas superiores a 50°C porque se dañaría el PMT.

Problemas del encendido de la llama

Si la llama no se enciende o no permanece encendida, comprobar/realizar:

1. Asegurarse que se trata de un problema. El encendido se comprueba sujetando un espejo u otra superficie brillante cerca del tubo de salida de aluminio, sin el tubo de goma, observando la condensación si la llama está encendida.
2. Comprobar el valor de `Lit offset`. Si es cero, el encendido automático se apaga. Si es demasiado alto, el GC desconectará automáticamente el detector.
3. Elevar la presión de suministro de aire en el módulo de la neumática. Así se facilita el encendido de la llama sin afectar a la velocidad de flujo del aire.
4. Si la llama no se enciende, comprobar el circuito de conexión de encendido. Observar la pantalla que indicará momentáneamente más de 65500 cuentas, cuando la llama se encienda. Si la pantalla no cambia, comprobar las conexiones en la tarjeta del circuito, la conexión anterior a la conexión de encendido y el fusible de 5A apropiado en la tarjeta del circuito principal del GC. Si la conexión de encendido ha fallado, cambiarla por otra Ref.
5. Es más fácil encender la llama a temperaturas elevadas del detector.
6. Bajo ciertas condiciones, la llama se encenderá con más facilidad cuando se retire el tubo de goma. Tras encender la llama, instalarlo de nuevo.
7. Si la llama sigue sin encenderse, podría haber una fuga grande en el sistema. Esto provocará que las velocidades de flujo medidas sean diferentes de las velocidades de flujo reales, causando condiciones de ignición no ideales. Comprobar a fondo las fugas del sistema.

8. Sustituir el gas nitrógeno por helio como gas portador y auxiliar, si el análisis lo permite.
9. Aumentar la velocidad de flujo del hidrógeno y del aire hasta la ignición, después reducirla a los valores de la [Tabla 69](#). Se han de buscar los mejores valores.

Cambio de los filtros de longitud de onda

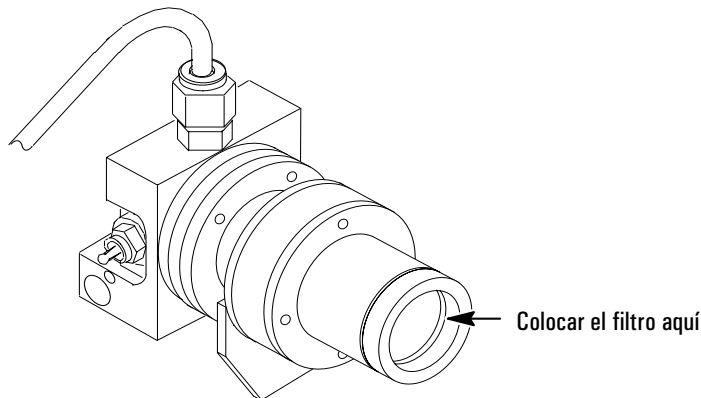
Instalar el filtro óptico adecuado, dependiendo de la selección del modo sulfuro o fósforo. Para el modo sulfuro, utilizar el filtro de 393 nanómetros (Ref. 19256-80000) Para el modo fósforo, utilizar el filtro de 525 nanómetros (Ref. 19256-80010)

Para cambiar el filtro:

AVISO

Apagar el interruptor de corriente principal—localizado bajo el lateral izquierdo de la puerta del horno. Si el tubo del fotomultiplicador se expusiera a la luz de la habitación con la corriente encendida, se destruiría.

1. Liberar la anilla de retención de la carcasa del fotomultiplicador.
2. Retirar la carcasa del fotomultiplicador del cuerpo del detector, ayudándose con un movimiento de torsión.
3. Retirar el filtro antiguo. Utilizar pañuelos de papel para evitar dejar huellas.
4. Colocar el filtro nuevo en la ranura con la cara plateada hacia la llama.



5. Presionar la carcasa del PMT hacia dentro del detector tanto como se pueda.
6. Instalar la anilla de retención alrededor de la carcasa.
7. Restablecer la corriente.

Test de fugas

Apagar todos los suministros de gases. Tapar el tubo de escape con un cierre de conexión de 1/4" (Ref. 0100-1061).

Precaución

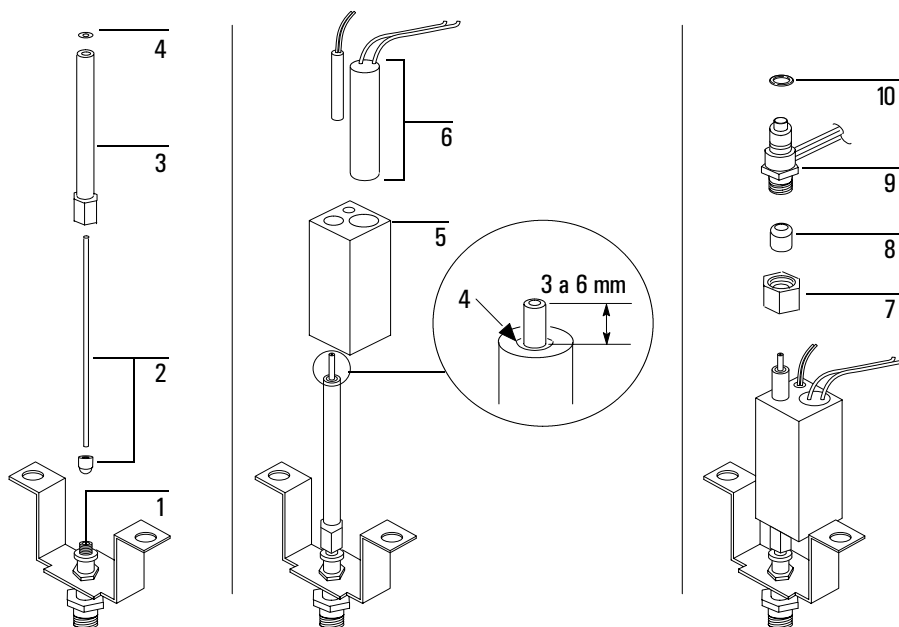
Cuando se compruebe el sistema de flujo bajo presión, no sobrepasar los 210 kPa (30 psig). Una presión superior dañaría la ventana del bloque del detector o los sellos del detector.

Encender uno de los gases un momento y volverlo a apagar. El flujo que se indique (que en realidad en presión) debe permanecer constante o bajar lentamente. Si no fuera así, habría una fuga. Empezar comprobando las fuentes posibles de fugas y monitorizar el valor de flujo para determinar si la fuga ha sido eliminada.

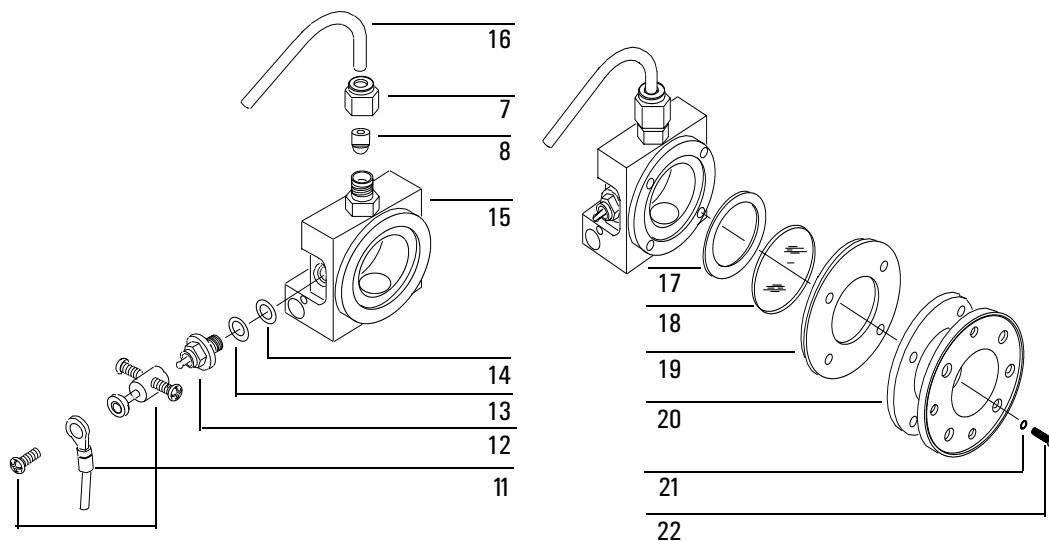
Las posibles fuentes de fugas, en orden de probabilidad decreciente, son:

1. Septum
2. Conexiones de la columna
3. Conexiones de líneas de suministro
4. Arandela del bloque del detector o sellos Vespel
5. Otras conexiones del sistema

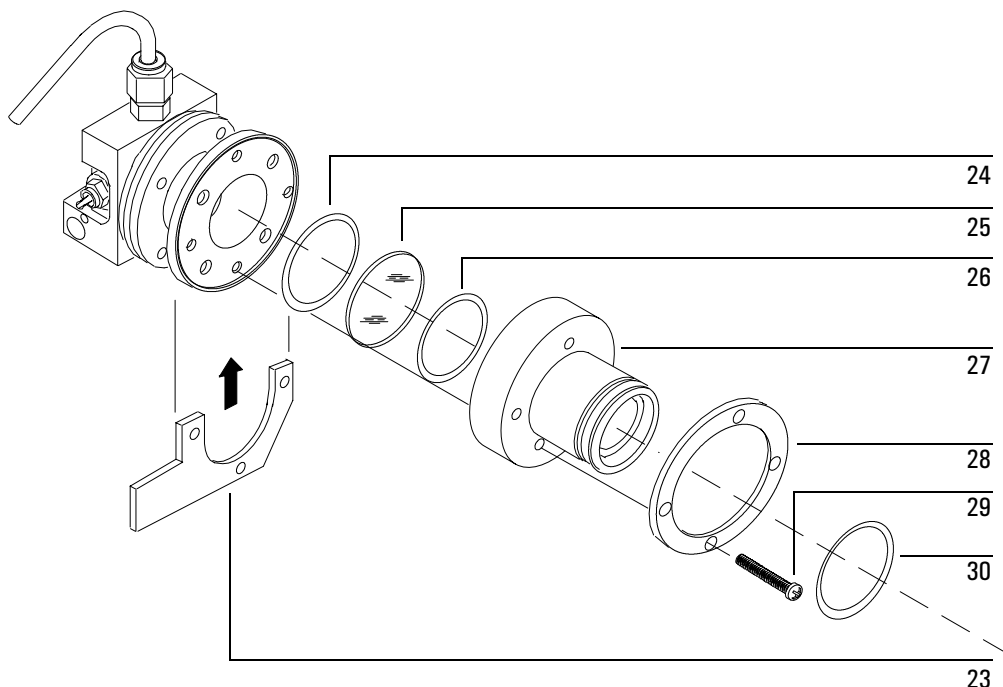
Identificación de piezas



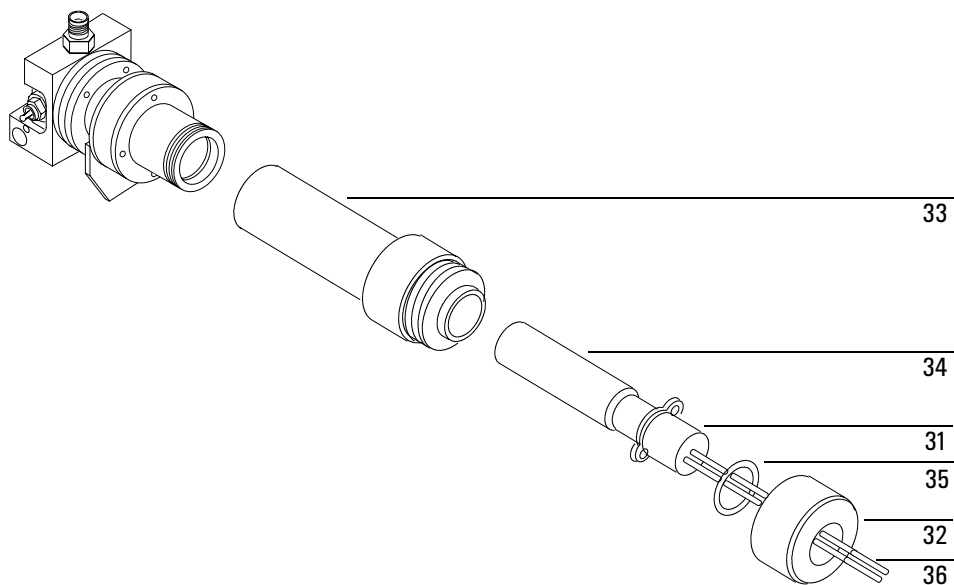
Item	Descripción	Nº Referencia
1	Unión del dispositivo a la base	
2	Conjunto alineador/férrula	19256-60590
3	Tubo de transferencia	19256-80550
4	Arandela, Kalrez, tubo de transferencia	0905-1101
5	Bloque del calentador inferior	
6	Conjunto calentador/sensor	
7	Tuerca, de latón, 1/4"	0100-0056
8	Férrula, Vespel, 1/4" D.I.	5080-8774
9	Cartucho del Jet	G1535-80500
10	Arandela, Kalrez, cartucho del jet	0905-1103



Item	Descripción	Nº Referencia
7	Tuerca, de latón, 1/4"	0100-0056
8	Férrula, Vespel, 1/4" D.I.	5080-8774
11	Dispositivo del cable del encendedor	G1535-60600
12	Conexión de encendido	0854-0141
13	Espaciador, encendedor	19256-20590
14	Arandela, Kalrez, encendedor	0905-1102
15	Unión, bloque	
16	Tubo de salida, aluminio Tubo de salida, acero inoxidable	19256-20700 19256-20705
17	Junta, protector de la cabeza	19256-80040
18	Ventana, primer protector de la cabeza	19256-80030
19	Disco, protector de calor	19256-20580
20	Acoplador, acero inoxidable	19256-20550
21	Arandela (se necesitan 4)	2190-0108
22	Tornillo, M3 x 12 (se necesitan 4)	0515-0911



Item	Descripción	Nº Referencia
23	Soporte	19256-00090
24	Arandela, silicona, 0,926" D.I. (naranja)	0905-0955
25	Ventana, segundo protector de calor	19256-80060
26	Arandela, silicona, 1,05" D.I. (naranja)	0905-1104
27	Adaptador de bisagra	
28	Anilla de bisagra	19256-00200
29	Tornillo, M3 x 25 (se necesitan 4)	0515-0065
30	Arandela, Viton, 1,239" DI (marrón)	0905-1100
Filtros (no se muestran)		
	Modo azufre	19256-80000
	Modo fósforo	19256-80010



Item	Descripción	Nº Referencia
31	Acoplador del tubo	19256-20670
32	Protector terminal	19256-20710
33	Carcasa del tubo PMT	19256-20650
34	Tubos fotomultiplicador de repuesto	
	SOLO tubo fotomultiplicador	G1535-80050
	Tubo fotomultiplicador y dispositivo de la carcasa	19256-60510
35	Arandela para el tubo PM	0905-1099
36	Conjunto de cables de red del resistor	19256-60580

Limpieza/cambio de las ventanas, filtros y sellos

El sangrado de la columna y/o el eluyente pueden contaminar la primera ventana de cuarzo (blindaje calorífico) más próxima al módulo del detector. El polvo, huellas, contaminantes atmosféricos, etc., pueden ensuciar las dos ventanas de cuarzo, el filtro y/o la ventana del tubo fotomultiplicador. Cualquier tipo de contaminación en el paso de luz entre la llama y el PMT reducen la sensibilidad del detector.

1. Apagar el electrómetro.
2. Apagar el suministro de hidrógeno, aire y gas auxiliar. Apagar los calentadores. Dejar que se enfríe el detector.
3. Liberar la anilla de retención de la carcasa del fotomultiplicador.

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

Precaución Mantener el terminal abierto de la carcasa del PMT cubierto lo más posible para evitar que se dañe el tubo.

4. Retirar la carcasa del PMT del detector y el filtro. Utilizar pañuelos de papel sin pelusas para limpiar el filtro por los dos lados. Limpiar la ventana del PMT del interior de la carcasa. No arañar las superficies; no utilizar fluidos limpiadores para que no queden películas después de secarlas.

5. Comprobar el filtro: cualquier arañazo o grieta en el paso de luz provocará su dispersión, reduciendo la sensibilidad del detector. Cambiar los filtros si es necesario.

Comprobar los daños de la ventana del PMT; si es necesario, cambiarla.

- a. Retirar los cuatro tornillos de la bisagra del adaptador del PMT y retirarla. Tener cuidado mientras la ventana de cuarzo esté expuesta y se pueda caer. Limpiar la ventana utilizando pañuelos de papel.
- b. Retirar los cuatro tornillos de acoplador de acero inoxidable y, con mucho cuidado, retirar el acoplador. La ventana que queda se puede caer. Limpiar la ventana utilizando pañuelos de papel.

Precaución

Esta ventana—la más próxima a la llama—se puede astillar cuando el detector esté caliente. Es más fácil de retirar cuando el detector está caliente pero teniendo cuidado de no quemarse.

6. Observar la posición y tipos de sellos que se van encontrando según se desmontan las piezas. También habrá que cambiar los sellos con las piezas nuevas cuando se proceda al ensamblaje.
7. Comprobar las ventanas: los arañazos y grietas o el empañamiento en el paso de flujo dispersan la luz, reduciendo la sensibilidad. Cambiar las ventanas si es necesario.
8. Ensamblar las piezas en el orden contrario, asegurándose de que todos los sellos son adecuados y están bien colocados. Apretar los tornillos firmemente para que los sellos de luz y gas queden herméticos. Si el filtro tiene un lateral de espejo, debe disponerse de cara a la llama (flechas indicativas > del borde del filtro apuntando hacia el PMT).

Limpieza/cambio del jet

Si se presenta un problema en la respuesta (sensibilidad, ruido, selectividad), se debe comprobar el jet por si tuviera depósitos y, si fuera necesario, limpiarlo o cambiarlo. Para comprobar apropiadamente el jet, el módulo del detector debe ser retirado del instrumento y se deben realizar las tareas de mantenimiento adecuadas:

1. Apagar la corriente del cromatógrafo de gas y desconectar el cable de corriente principal. Retirar las cubiertas del detector.
2. Dejar enfriar las zonas calientes.

Precaución Apagar siempre el electrómetro o la corriente principal antes de retirar la carcasa del PMT para que no se dañe el tubo.

Precaución Mantener el terminal abierto de la carcasa del PMT cubierto lo más posible para evitar que se dañe el tubo.

3. Retirar el dispositivo del tubo fotomultiplicador del módulo del detector; retirar también el filtro. Dejarlos sobre una superficie segura.
4. Retirar los tubos de escape de gases.
5. Retirar la cubierta de metal. En el detector de longitud de onda individual, está sujeta por dos tornillos en la parte superior y otros dos en la inferior; en el detector de longitud de onda dual, está sujeta sólo por dos tornillos en la parte superior. Aflojar los tornillos sujetando del detector contra la abrazadera en U. Utilizar dos llaves inglesas para aflojar la conexión de la base del dispositivo del jet desde el tubo de la línea de transferencia y, cuidadosamente, levantar el módulo quemador desde el tubo de transferencia para no dañar el alineador de sílice fundida.

No es necesario desconectar ninguna conexión, encendedor o calentador/sensor. Dejar todo conectado y desconectar el bloque del detector de la línea de transferencia a nivel de la conexión de 1/4", después levantar cuidadosamente el bloque y girarlo lo suficiente para acceder al jet.

6. Retirar y comprobar el dispositivo del jet. Girarlo un poco para liberarlo. El dispositivo del jet se libera del bloque del FPD con más facilidad si está todavía caliente. Utilizar un alambre o cepillo para eliminar los depósitos.
7. Además, mientras se realizan estas tareas, se puede comprobar el estado y limpieza del mecanismo de encendido ([ver “Problemas del encendido de la llama” en la página 646](#)) e incluso, hacer lo mismo con las ventanas de cuarzo (consultar [”Limpieza/cambio de las ventanas, filtros y sellos”](#)).
8. Utilizar aire o nitrógeno comprimido para eliminar partículas sueltas del jet y/o el cuerpo del módulo del detector.
9. Con un alambre apropiado, inspeccionar y limpiar los depósitos del interior del jet. Si el jet estuviera dañado por cualquier motivo, habría que reemplazarlo. Es mejor cambiar el jet más que reemplazarlo, sobre todo cuando se requiere una alta sensibilidad en los análisis.
10. Instalar una sello de anilla Kalrez en el jet. No utilizar de nuevo la anilla vieja.

Precaución

Tener cuidado de no dañar o de colocar mal en alineador de sílice fundido cuando se vuelva a montar el detector.

11. Ensamblar de nuevo todas las partes del módulo del detector y colocar éste en el instrumento. Utilizar una férrula Vespel nueva para sellar el módulo del detector a la línea de transferencia.
12. Instalar de nuevo el dispositivo del fotomultiplicador en el módulo del detector; restablecer los gases y la corriente.

Cambio del alineador de sílice fundida de la línea de transferencia

El alineador de sílice fundida de la línea de transferencia entre la columna y el módulo FDP debe ser inspeccionado, limpiado y/o cambiado ocasionalmente.

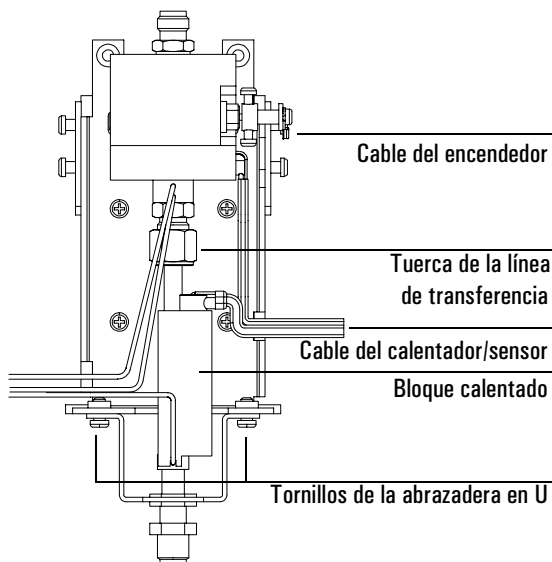
1. Apagar la corriente del cromatógrafo de gas y desconectar el cable de corriente principal. Retirar las cubiertas del detector.
2. Esperar hasta que las zonas calentadas se enfríen.
3. Retirar la columna del FDP del interior del horno.

Precaución Apagar siempre el electrómetro o la corriente principal antes de retirar la carcasa del PMT para que no se dañe el tubo.

Precaución En el siguiente paso, cubrir el extremo abierto de la carcasa de PTM para evitar que se dañe con la luz.

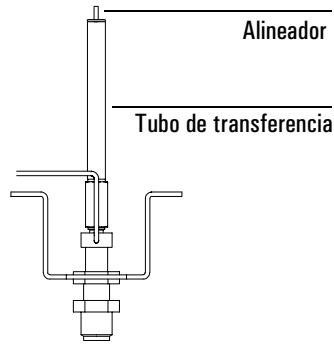
4. Retirar el dispositivo tubo del fotomultiplicador—o dispositivos— del módulo del detector; también retirar el(los) filtro(s). Colocarlos en lugar seguro.

5. Localizar el cable del encendedor en el lateral del detector. Seguir el cable hasta la tarjeta del circuito impreso y desconectarlo de ahí.



6. Retirar el tubo de escape de gases y la cubierta metálica—en el detector de longitud de onda individual, está sujeta por dos tornillos en la parte superior y otros dos en la inferior.
7. Retirar los dos tornillos que sujetan el detector en la parte superior del horno (uno en cada esquina). Retirar el detector del GC.
8. Aflojar la tuerca de la línea de transferencia. Retirar los dos tornillos que aseguran la abrazadera en U al armazón del detector. Retirar la abrazadera y las otras piezas sujetas a la base del detector.

9. Retirar la tuerca y la ferrula de la línea de transferencia, el dispositivo del cable del calentador/sensor y el bloque calentado.



10. Con una llave inglesa, desatornillar el tubo de transferencia de la base del detector. Levantar el tubo de transferencia, que contiene el alineador de sílice fundida, del instrumento verticalmente. Retirar el alineador y la ferrula Vespel de 1/16" tirando de ambos desde la base. Comprobar si están dañados.
11. Si fuera necesario, instalar un alineador de sílice fundida y una ferrula Vespel nuevos. Cuando se lleve a cabo el cambio, introducir el alineador a través de la anilla Kalrez en la parte superior de la línea de transferencia.
12. Colocar con cuidado el alineador de sílice fundida, la ferrula y el tubo en la base del detector. El alineador debe colocarse de modo que sobresalga de 6 a 7 mm de la parte superior de la unión del tubo de transferencia. Apretar el tubo con una llave inglesa (1/2 vuelta adicional).
13. Instalar de nuevo el bloque calentado, el dispositivo del cable del calentador/sensor y la ferrula. La muesca de la base del bloque ajusta con el tubo que sale de la conexión del detector.
14. Apretar los tornillos del soporte en U y la tuerca del tubo de transferencia.
15. Atornillar el detector a la parte superior del instrumento, con la orientación adecuada. Instalar la cubierta superior y el tubo de escape.
16. Conectar el cable del encendedor a la tarjeta del circuito impreso.
17. Instalar el dispositivo de fotomultiplicador (o dispositivos).
18. Restablecer las condiciones operativas normales.

Cambio del tubo fotomultiplicador

Si el fotomultiplicador está defectuoso (voltaje elevado y llama encendida: señal baja y/o ruido muy alto no atribuido a ninguna fuente, como cables en mal estado, fugas de luz, alta temperatura, tarjeta de señal defectuosa), debe sustituirse.

1. Apagar la corriente del cromatógrafo de gas y desconectar el cable de corriente principal.

Precaución

Apagar el electrómetro o la corriente principal antes de abrir la carcasa del fotomultiplicador con el fin de evitar la destrucción del tubo.

2. Liberar los cables del fotomultiplicador de las clavijas del soporte. Tirar un poco de los cables a través de sus ataduras hacia la cubierta final. Desatornillar la cubierta final del dispositivo del fotomultiplicador. Apartar la cubierta del dispositivo.
3. Retirar el dispositivo del cable de red de la resistencia y el tubo y acoplador del fotomultiplicador de la carcasa hasta haber sacado aproximadamente 1" del tubo.

Precaución

Proteger el nuevo fotomultiplicador de la luz para evitar dañarlo.

4. Sacar el acoplador del fotomultiplicador. Retirar el fotomultiplicador y cambiarlo por uno nuevo.
5. Cuando se coloque el acoplador en el tubo nuevo, asegurarse de que el pin de la base del tubo esté alineado con la marca del contacto del acoplador.
6. Ensamblar todas las piezas en orden inverso. Asegurarse de que la ventana del PMT orientada hacia el detector, esté limpia de polvo, huellas o grasa. Asegurarse que la anilla esté colocada en el conjunto de red puente del PMT/resistor, ya que ésta proporciona un sellado importante. Si la arandela está dañada, cambiarla.
7. Atornillar la cubierta final al dispositivo del fotomultiplicador. Tirar de los cables a través de sus ataduras para eliminar la holgura del final. Colocar los cables en la clavija del soporte lateral de la carcasa del fotomultiplicador.

27 Operaciones básicas

Muestras

Preparación del GC para analizar muestras

Análisis de muestras - Inyección manual

Análisis de muestras - Inyector automático del GC o inyección por válvula

Métodos

Creación de métodos

Configuración de una velocidad de flujo o presión en columna

Secuencias

Creación de secuencias

Iniciar/detener/interrumpir una secuencia

Mantenimiento

Cambiar la columna

Comprobación del rendimiento

Muestras

Preparación del GC para analizar muestras

1. Comprobar los suministros de gas y las presiones de la fuente.
2. Comprobar la fuente de alimentación. Restablecer la alimentación, si se interrumpió.
3. Encender el GC, el ordenador y los sistemas de comunicaciones.
4. Comprobar la identidad de la columna o las columnas instaladas.
5. Si es necesario, cambiar la columna. Ver [“Cambiar la columna”](#).
6. Comprobar la disponibilidad de las muestras que se desea analizar.
7. Confirmar qué secuencias y métodos son necesarios.

Análisis de muestras - Inyección manual

1. **Preparar el GC.** Ver [“Preparación del GC para analizar muestras”](#).
2. **Preparar la muestra o las muestras** para su inyección.
3. **Cargar el método deseado.** Pulsar [Load] [Method] y, a continuación, introducir el número del método deseado y pulsar [Enter]. Ver [“Procedimiento: Carga de un método previamente almacenado”](#).
4. **Esperar a que aparezca el indicador Ready (Preparado).**
5. **Cargar la jeringa.**
6. **Inyectar la muestra y, simultáneamente,** pulsar [Start].

Se encenderá la luz de análisis y permanecerá encendida hasta que finalice el análisis.

Análisis de muestras - Inyector automático del GC o inyección por válvula

1. **Preparar el GC.** Ver [“Preparación del GC para analizar muestras”](#).
2. **Preparar la muestra o las muestras** para su inyección.
3. **Cargar los viales de muestra** en la bandeja o la torreta del ALS, si se utiliza el inyector automático de líquidos del GC. Debe recordarse la posición de cada vial de muestra en la torreta o la bandeja.
 - Para editar los parámetros del inyector, ver [“Procedimiento: Edición de los parámetros del inyector”](#).
 - Para configurar el inyector, ver [“Configuración del inyector”](#).
 - Para editar los parámetros de la bandeja de muestras, ver [“Procedimiento: Edición de los parámetros de la bandeja de muestras”](#).
 - Para configurar el lector de códigos de barras, ver [“Procedimiento: Configuración del lector de códigos de barras”](#).
4. **Cargar la secuencia deseada.** Pulsar [Load] [Sequence]. Introducir el nombre de la secuencia y pulsar [Enter].
 - Para crear una secuencia, ver [“Creación de secuencias”](#).
 - Para crear una subsecuencia del inyector, ver [“Procedimiento: Creación de una subsecuencia del inyector”](#).
 - Para crear una subsecuencia de válvula, ver [“Procedimiento: Creación de una subsecuencia de válvulas”](#).
 - Para modificar una secuencia, ver [“Procedimiento: Modificación de una secuencia previamente almacenada”](#).
5. **Iniciar la secuencia.** Pulsar [Seq control]. Ir a `Start sequence`. Pulsar [Enter].

Se encenderá la luz Run (análisis) y permanecerá encendida hasta que finalice la secuencia.

Métodos

Creación de métodos

Para obtener más información, ver [“Métodos analíticos”](#).

1. **Fijar los parámetros del horno.** Pulsar [Oven] y desplazarse hacia abajo.
 - Para crear un análisis isotérmico, ver [“Procedimiento: Configuración de un análisis isotérmico”](#).
 - Para crear un programa de rampa individual, ver [“Procedimiento: Configuración de un programa de rampa individual”](#).
 - Para crear un programa de horno con un máximo de seis rampas, ver [“Procedimiento: Configuración de un programa de múltiples rampas”](#).
2. **Fijar los parámetros de la columna.** Pulsar [Col 1] o [Col 2] e introducir:
 - a. La longitud y el diámetro de la columna (columnas capilares). Ver [“Procedimiento: Configuración de una columna capilar”](#).
 - b. Un modo de columna, si está disponible. Ver [“Procedimiento: Selección de un modo de columna”](#).
 - c. La presión en cabeza de columna o el flujo en columna. Ver [“Procedimiento: Configuración de una columna capilar”](#), [“Procedimiento: Selección de un modo de columna”](#) o [“Procedimiento: Configuración del flujo o presión inicial y de la velocidad lineal promedio”](#).
3. **Fijar los parámetros del inyector.** Pulsar [Front Inlet] o [Back Inlet].
 - Seleccionar el modo de inyector, si está disponible.
 - Introducir los parámetros. Por ejemplo, fijar la temperatura, la presión, la relación de división, el flujo de división y el flujo total. Ver [“Utilización del inyector split/splitless \(con/sin división\)”](#), [“Utilización del inyector de empaquetadas con purga”](#), [“Utilización del inyector de refrigeración en columna”](#), [“Introducción al PTV Agilent”](#) o [“Utilización de la interfase de volátiles”](#).

4. **Fijar los parámetros del detector.** Pulsar [Front Det] o [Back Det].
 - Introducir los parámetros. Por ejemplo, fijar la temperatura, el flujo de hidrógeno, el flujo de aire, el gas auxiliar y el flujo. Ver [“Operación con control EPC”](#), [“Operación del TCD”](#), [“Operación con control EPC”](#), [“Procedimiento: Funcionamiento del \$\mu\$ -ECD”](#) o [“Operación del FPD”](#).
 5. **Guardar estos parámetros como un método.** Pulsar [Store] [Method]. Introducir un número de método (1 a 9) y, a continuación, pulsar [Enter].
-

Configuración de una velocidad de flujo o presión en columna

1. Fijar el nuevo valor en la tabla de control de la columna. Ver [“Procedimiento: Configuración del flujo o presión inicial y de la velocidad lineal promedio”](#).
2. Para guardar el cambio, pulsar [Store] [Method]. Introducir un número de método (1 a 9) y, a continuación, pulsar [Enter].

Secuencias

Creación de secuencias

Para crear una secuencia

1. Pulsar [Seq] para abrir la tabla de control de la secuencia.

Línea del título: este título cambia según dónde esté colocado el cursor dentro de la tabla de control

SEQUENCE (Priority)	
Priority meth#	0 <
Type: Front Injector	
#Injections/vial	1
Samples	1-1
Use priority	0n
-----Subseq 1-----	
Method #	0
Type: Front Injector	
#Injections/vial	1
Samples	1-1
-----Subseq 2-----	
Method #	1
Type: Valve	
#Injections	1
-----Subseq 3-----	
Method #	0
Type: Both Injectors	
F#inj/vial	1
F samples	2-2
B#inj/vial	1
B samples	3-3
---Post Sequence---	
Method #	0
Repeat sequence	Off

Secuencia prioritaria

Subsecuencias

Eventos post-secuencia

Figura 92 Ejemplo de tabla de secuencia

2. **Ir a** SEQUENCE (Priority). Utilizar la secuencia prioritaria (seleccionar On) sólo si se desea interrumpir una secuencia en ejecución para analizar muestras urgentes ahora. De lo contrario, seleccionar off. Ver [“Secuencia prioritaria”](#).
3. **Ir a** Subseq 1. Seleccionar el tipo de secuencia (inyector o válvula) utilizando la tecla [Mode/Type]. Definir las muestras que vayan a analizarse, su ubicación y el método que se utilizará con las mismas.
 - Para obtener detalles de la manera de crear una subsecuencia de inyector, ver [“Procedimiento: Creación de una subsecuencia del inyector”](#).
 - Para obtener detalles de la manera de crear una subsecuencia de válvula, ver [“Procedimiento: Creación de una subsecuencia de válvulas”](#).
 - Para obtener información general acerca de las secuencias, ver [“Secuencias analíticas”](#).
4. **Crear las subsecuencias adicionales** que sean necesarias.
 - Crear una subsecuencia para cada grupo de muestras de válvula o de inyector automático de líquidos que se desee analizar con un determinado método.
 - Crear una subsecuencia para cada grupo de muestras que necesite un método diferente.
 - Se puede crear un máximo de cinco subsecuencias.

5. **Fijar los parámetros post-secuencia deseados.** Ir a `SEQUENCE` (Post Seq).
 - Introducir el número de método de la post-secuencia. Si no se desea cargar un método, introducir 0.
 - Para repetir la secuencia indefinidamente, activar `Repeat Sequence` (On).
 - Ver [“Post secuencia”](#) o [“Procedimiento: Configuración de los parámetros post-secuencia”](#) para obtener más información.
6. **Grabar la secuencia completa.** Ver [“Procedimiento: Almacenaje de una secuencia”](#).

Para obtener más información, ver [“Secuencias analíticas”](#).

Iniciar/detener/interrumpir una secuencia

Para controlar una secuencia, acceder a la [Control de la secuencia](#) tabla pulsando [Seq Control].

¿Qué se desea hacer?	Ver
Iniciar una secuencia	Procedimiento: Inicio/ejecución de una secuencia
Detener una secuencia después del análisis actual	Procedimiento: Detención de una secuencia
Interrumpir una secuencia	Procedimiento: Interrupción y reinicio de una secuencia
Analizar una muestra prioritaria ahora y después continuar con la secuencia	Secuencia prioritaria
Abortar el análisis y la secuencia de inmediato	Pulsar la tecla [Stop] para detener de inmediato el análisis actual y la secuencia. Ver Abortar una secuencia para obtener más detalles.

Mantenimiento

Cambiar la columna

Para cambiar una columna:

1. **Seleccionar las conexiones** y adaptadores adecuados para las:
 - Columnas capilares, ver [“Férrulas para columnas capilares”](#).
 - Columnas empaquetadas metálicas, ver [“Conexiones”](#) y [“Férrulas para columnas empaquetadas metálicas”](#).
 - Columnas empaquetadas de vidrio, ver [“Férrulas y arandelas para columnas empaquetadas de vidrio”](#).
2. **Preparar la columna.**
 - Si se utiliza una columna capilar, ver [“Procedimiento: Preparación de columnas capilares”](#).
 - Si se utiliza una columna empaquetada metálica, ver [“Preparación de columnas empaquetadas metálicas”](#).
3. **Reducir las temperaturas** del horno, el inyector y el detector a <40 °C.
4. **Comprobar el alineador.** Verificar que el alineador (u otro hardware del inyector) que está instalado es correcto. Para obtener instrucciones sobre la manera de elegir e instalar alineadores, ver [“Alineadores”](#).

Inyector	Consultar
Con/sin división	“Alineadores”
Empaquetadas con purga	“Alineadores e insertos”
Refrigeración en columna	“Hardware”
Vaporización a temperatura programada	“Adaptadores del inyector”

5. Instalar la columna.

Tipo de columna	Inyector o detector	Consultar
Capilar	Inyector con/sin división	“Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector con/ sin división”
	Inyector de refrigeración en columna	“Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector de refrigeración en columna”
	Inyector de empaquetadas con purga	“Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector para empaquetadas con purga”
	Inyector de vaporización con temperatura programada e interfase de volátiles	“Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el inyector PTV e interfase de volátiles”
	FID NPD	“Procedimiento: Instalación de columnas capilares en detectores NPD y FID”
	TCD	“Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el TCD”
	μ-ECD	“Procedimiento: Instalación de columnas capilares en el μ-ECD”
Empaquetada metálica	Cualquiera	“Procedimiento: Instalación de un adaptador en la conexión del detector” y “Procedimiento: Instalación de columnas empaquetadas metálicas”
		“Procedimiento: Instalación de columnas empaquetadas de vidrio”
Empaquetada de vidrio	Cualquiera	“Procedimiento: Instalación de columnas empaquetadas de vidrio”

6. **Acondicionar la columna**, si es necesario. Ver [“Acondicionamiento de columnas”](#).

7. Si se está utilizando una columna capilar, configurarla (definirla), si así se desea. Ver [“Procedimiento: Configuración de una columna capilar”](#).

Éste puede ser un buen momento para comprobar el septum del inyector y, si es necesario, cambiarlo.

Comprobación del rendimiento

Para comprobar el rendimiento del GC, analizar la combinación de muestras recomendada para el tipo de detector utilizado, tal y como se describe a continuación.

1. **Instalar la columna de control.** Para los detectores FID, TCD, NPD, μ -ECD y FPD, utilizar una columna capilar HP-5 de 30 m x 0,32 mm x 0,25 μ m (referencia 19091J-413).
2. **Instalar el alineador o inserto adecuado,** si es necesario:

Inyector	Item
Con/sin división	Alineador, referencia 5062-3587 (sin división)
Empaquetadas con purga	Alineador, referencia 5181-3382 (desactivado)
Refrigeración en columna	Inserto, referencia 19245-20525
Vaporización a temperatura programada	Alineador de flujo variable, referencia 5183-2037 Adaptador de 320 μ m, referencia 5182-9761

3. **Establecer las condiciones de control** en el GC.

Tipo de detector:	Consultar:
FID	"Condiciones de control del FID"
TCD	"Condiciones de control del TCD"
NPD	"Condiciones de control del NPD"
μ -ECD	"Condiciones de control del μ-ECD"
FPD	"Condiciones de control del FPD"

4. **Preparar la muestra o las muestras.**
5. Cuando el GC esté preparado, **realizar la inyección e iniciar el análisis.**
 - Si se está utilizando la inyección manual, ver [“Análisis de muestras - Inyección manual”](#).
 - Si se está utilizando la inyección mediante inyector, ver [“Análisis de muestras - Inyector automático del GC o inyección por válvula”](#).
6. **Comparar el resultado** con el cromatograma de referencia adecuado:

Tipo de detector:	Consultar:
FID	“Cromatograma de control típico del FID”
TCD	“Cromatograma de control normal del TCD”
NPD	“Cromatograma de control típico del NPD”
μ -ECD	“Cromatograma de control normal del μ-ECD”
FPD	“Cromatogramas de control normales del FPDs”

Es necesario recordar que el cromatograma de referencia es típico, y sólo sirve de guía.

28 Preparación de las instalaciones

Rangos de temperatura y humedad

Requisitos de ventilación

Ventilación de la salida del horno
Ventilación de gases tóxicos
o nocivos

Requisitos de la mesa

Requisitos eléctricos

Toma de tierra del GC
Voltaje de la línea
EE.UU., horno de calentamiento
rápido, 240 V
Instalación canadiense
Configuración del GC para un MSD

Requisitos de los gases

Los gases para columnas
empaquetadas
Gases para columnas capilares
Pureza del gas

Las tuberías de gases

Tubos de suministro para los gases
portador y del detector
Reguladores de presión de dos pasos
Conexiones entre el regulador de
presión y los tubos de suministro
de gas
Trampas

Requisitos de la refrigeración criogénica

Elección de refrigerante
Utilización del dióxido de carbono
Utilización del nitrógeno líquido

Suministro de aire al mecanismo de activación de la válvula

Antes de empezar

Antes de la llegada del GC, asegurarse de que el laboratorio reúna los siguientes requisitos de entorno ambiental, peso, electricidad y gas. Consultar también la lista de control de los fungibles necesarios

para operar el GC, como trampas y tubos. En este capítulo hay más información disponible sobre la preparación de las instalaciones.

Lista para el control de la preparación de las instalaciones

- El lugar está bien ventilado y sin materiales corrosivos ni obstáculos.
- La temperatura está dentro del rango recomendado, 20–27°C.
- La humedad está dentro del rango recomendado, 50–60%.
- El espacio es el adecuado para un GC con control EPC: 50 cm x 58,5 cm x 50 cm (21" x 23" x 21"). El espacio es el adecuado para un GC sin control EPC: 50 cm x 68 cm x 50 cm (21" x 26,7" x 21").
- La mesa soporta el peso del sistema 6890. Consultar la página [679](#).
- Las conexiones eléctricas tienen toma de tierra. Consultar la página [680](#).
- El suministro de electricidad reúne todos los requisitos del GC. Consultar la página [680](#).
- El voltaje suministrado es el adecuado. **Horno regular:** 2.250 VA. **Horno rápido:** 2.950 VA.
- Los gases cumplen los requisitos de las columnas y detectores. Consultar la página [683](#).
- Los gases cumplen los requisitos de pureza. Todos deben tener calidad cromatográfica (99,9995%) o superior, de pureza. El aire debe de tener calidad cero o mejor. El aire del detector no se comparte con los mecanismos de activación de la válvula.
- Hay tubos de cobre, preacondicionados, de 1/8" (o 1/4") disponibles para la conexión del suministro de gas del inyector y detector. Ver la página [689](#).
- Los suministros de gas del inyector y detector tienen reguladores de presión de dos pasos instalados.

Fungibles opcionales:

- Trampas de elevada calidad para los suministros de gas del inyector y detector—trampa de tamiz molecular, de hidrocarburos, y/o de oxígeno.
- N₂ líquido o CO₂ líquido (dependiendo de las necesidades) están disponibles para la refrigeración criogénica.
- Hay un tubo de cobre aislado de 1/4" disponible para los suministros de N₂ líquido, **O** un tubo de acero inoxidable de paredes anchas de 1/8", para los suministros de CO₂ líquido.
- Hay disponible un material aislante para el tubo de N₂ líquido.
- Los mecanismos de activación disponen de aire limpio presurizado. Consultar la página [696](#).

Preparación de las instalaciones

La preparación de las instalaciones involucra dos pasos generales: asegurarse que el laboratorio es capaz de soportar la operación del GC y de obtener los consumibles y herramientas necesarios para instalar el instrumento. Al comienzo del capítulo [“Instalación”](#) se presenta una lista de todas las herramientas y consumibles necesarios. La mayor parte de los consumibles están disponibles en Agilent Technologies. Consultar el catálogo de Columnas y Consumibles de Análisis Químico de Agilent para ver las descripciones y solicitar información. Puede obtener una copia del catálogo de su Distribuidor local.

Rangos de temperatura y humedad

Al operar el GC dentro de los rangos recomendados se asegura el funcionamiento y la duración óptimos del instrumento.

Rango de temperatura recomendado	Rango de temperatura
20 a 27°C	5 a 40°C
Rango de humedad recomendado	Rango de humedad
50 a 60%	Hasta 31°C, 5 - 80%
	A 40°C, 5 - 50%
Rango de altitud recomendado	
Hasta 2000 m	

Después de exponer el GC a valores extremos de temperatura y humedad, espere 15 minutos para que vuelva a los rangos recomendados.

Requisitos de ventilación

El GC se enfría por convección: el aire del ambiente penetra a través de los orificios en los paneles laterales y debajo del instrumento. A través de las rendijas de la parte superior, posterior y en los paneles laterales se expulsa aire caliente. No coloque nada que pueda obstruir la circulación de aire alrededor del instrumento.

Precaución Para una refrigeración apropiada y por medidas de seguridad, opere siempre con las cubiertas debidamente instaladas en el instrumento.

Ventilación de la salida del horno

El aire caliente (hasta 450°C) del horno del GC, sale al exterior por una válvula situada en la parte posterior. Dejar, al menos un espacio de 20 cm (10") detrás del instrumento para disipar el aire.

AVISO Jamás deben colocarse elementos sensibles a la temperatura (por ejemplo, cilindros de gas, productos químicos, reguladores y tubos de plástico) en la ruta de los gases de escape calientes. Estos elementos resultarán dañados y los tubos de plástico se fundirán. Cuidado cuando se trabaje detrás del instrumento durante los ciclos de refrigeración, para evitar quemaduras de la salida caliente.

Si el espacio es limitado, el Deflector de Ventilación del Horno (nº ref. 19247-60510) podrá mejorar la refrigeración del horno. Desvía el aire caliente hacia arriba, alejándolo del instrumento. Se puede conectar a un sistema de escape de 10,2 cm (4"), dirigir la salida de escape a una campana, o eliminar los gases de escape fuera del edificio a través de un conducto del horno de 10,2 cm de diámetro (4" de diámetro).

Ventilación de gases tóxicos o nocivos

Durante el uso normal del GC con muchos detectores e inyectores, parte del gas portador y de la muestra salen al exterior del instrumento. Si los componentes de la muestra son tóxicos o nocivos, o si el hidrógeno se emplea como gas portador, la salida deberá ventilarse mediante una campana extractora. Coloque el GC dentro de la campana o instale un tubo de mayor diámetro a la salida, para asegurar una ventilación adecuada.

Para prevenir, en mayor medida, la contaminación de los gases nocivos, se puede colocar una trampa química (nº ref. G1544-60610) a la válvula de "split" (división).

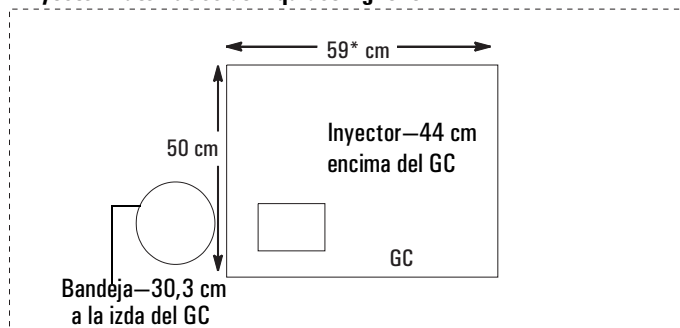
Requisitos de la mesa

El GC con control electrónico de la neumática (EPC) tiene 59 cm (23") de ancho. El modelo sin control EPC mide 68 cm (26,7") de ancho. Ambos tienen 50 cm (21") de altura y 50 cm (21 ") de profundidad.

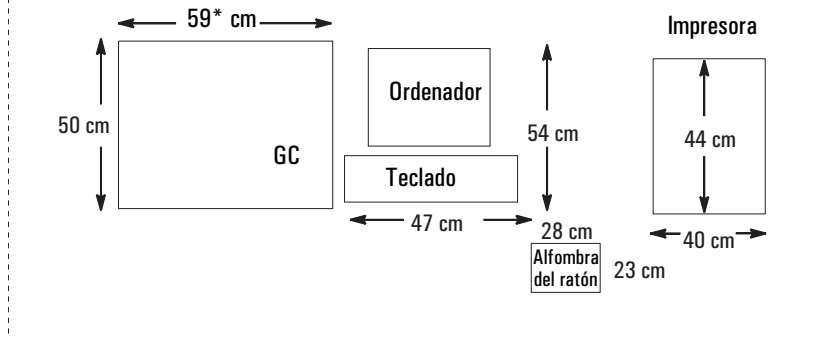
La zona por encima del GC debe estar vacía, sin estanterías ni otros elementos colgados por encima que limiten el acceso a la parte superior del instrumento e interfieran con la refrigeración del mismo. Podría necesitarse espacio adicional para otros instrumentos utilizados con el GC. La [Figura 93](#) muestra algunas configuraciones típicas del sistema.

La [Tabla 70](#) presenta las dimensiones, requisitos de alimentación, producción de calor y peso del GC y de otros instrumentos Agilent frecuentemente utilizados con el mismo. Consultar la tabla antes de proceder a la instalación para asegurarse de tener el espacio y alimentación necesaria para todo el sistema. Dejar, al menos, 10,2 cm (4") de espacio entre los instrumentos para la ventilación. Consultar la [Tabla 71](#) y la [Tabla 72](#) para ver los requisitos de voltaje del GC.

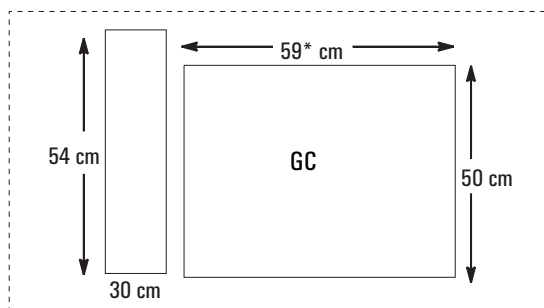
GC con Inyector Automático de Líquidos Agilent



GC con ChemStation Agilent



GC con el detector selectivo de masas Agilent 5973N



*68 cm para la versión sin control EPC

Figura 93 Configuraciones comunes del sistema GC—vistas superiores

Tabla 70 Dimensiones, alimentación, producción de calor y peso

Instrumento	Altura	Anchura	Profundidad	Potencia (VA)	Calor	Peso
Cromatógrafo de gases 6890						
Versión con control EPC	54 cm 21"	59 cm 23"	54 cm 21"	2,250	8.100 KJulios 7.681 Btu/hr	50 kg 112 lb
Versión sin control EPC	51 cm 21"	68 cm 26,7"	54 cm 21"	2,250	8.100 KJulios 7,681 Btu/hr	56,8 kg 56,70 kg
Horno de calentamiento rápido igual con EPC y sin EPC	—	—	—	2,950	10.620 KJulios 10.071 Btu/hr	—
Inyector Automático de Líquidos del GC						
Inyector G2613A	44 cm por encima del GC 17" por encima del GC					
Bandeja G2614A	30,3 cm a la izda del GC 9" a la izda del GC					
Ordenador*						
Ordenador con monitor	54 cm 21"	42 cm 17"	39 cm 15"	N/A	N/A	N/A
Teclado	5 cm 2"	47 cm 18"	18 cm 7"	N/A	N/A	N/A
Detector selectivo de masas 5973N	35 cm 13,6"	17 cm 6,7"	65 cm 25,6"	254 máx.	3.158 Btu/hr, 3.000 con GC	22,7 kg 22,68 kg
Inyector de Espacio de Cabeza 7694	31 cm 16"	56 cm 22"	39 cm 22"	420 máx.	2.215 KJulios 2.100 Btu/hr	35,8 kg 35,83 kg
Impresoras						
Láser	41 cm 16"	30 cm 12"	54 cm 22"	300 máx.	N/A	39 kg 38,56 kg
Integradores						
Integradores Series 3397, 3396 III y 3395	13 cm 4,5"	46 cm 18"	46 cm 18"	50	135 KJulios 120 Btu/hr	4,3 kg 4,31 kg
Convertidor analógico/digital 35900C/D/E	11 cm	33 cm	29 cm	40	216 KJulios	4,1 kg
Convertidor digital	4"	13"	11"		205 Btu/hr	9,0 lb
* Especificaciones generales para un ordenador de tamaño medio						

Requisitos eléctricos

Toma de tierra del GC

Precaución Se requiere una toma de tierra apropiada para la operación con el GC.

Con objeto de proteger a los usuarios, los paneles metálicos del instrumento y de la cabina están conectados a tierra a través de un cable de corriente de tres hilos conductores, de acuerdo con los requisitos establecidos por la Comisión Electrotécnica Internacional, IEC (International Electrotechnical Commission).

Al conectar en un enchufe con toma de tierra adecuada el cable de tres conductores, se conecta a tierra el instrumento y se minimiza el riesgo de descarga. Un enchufe instalado adecuadamente es aquel que está conectado a una toma de tierra apropiada. Se debe verificar la toma de tierra del enchufe.

Asegurarse de que el GC esté conectado a un enchufe específico para él. La utilización de éste reduce las interferencias.

Precaución Cualquier interrupción del cable de tierra o desconexión del cable de alimentación, puede provocar una descarga que podría resultar en daños personales.

Voltaje de la línea

El GC opera desde cualquiera de los suministros de voltaje AC que se listan en la [Tabla 71](#), dependiendo del voltaje estándar del país desde el que se solicitó. Los GC vienen diseñados para trabajar con un voltaje específico; asegurarse de que la opción de voltaje del GC es la apropiada para el laboratorio. Los requisitos de voltaje para el GC vienen impresos cerca de la conexión del cable de alimentación.

Tabla 71 Requisitos del voltaje de línea

Voltaje	Consumo máximo de corriente (VA)	Requisitos de la línea de alimentación	Tipo de horno
120 V (±5%)	2.250	20-amp específico	Lento calentamiento
200 V (±5%)	2.950	15-amp específico	Rápido calentamiento
208 V (±5%)	2.950	15-amp específico	Calentamiento rápido
220 V (±5%)	2.950	15-amp específico	Rápido calentamiento
230 V (±5%)	2.950	16-amp específico	Rápido calentamiento
230 V (±5%)	2.250	10-amp específico	Lento calentamiento
(Suiza o Dinamarca con 10-amp servicio máximo)			
240 V (±5%)	2.950	13- o 16-amp específico	Rápido calentamiento

El rango de frecuencia para todos los voltajes es de 48 a 66 Hz.

El horno de calentamiento rápido del GC requiere al menos 200 V. El voltaje estándar de la mayoría de los países cumple este requisito. Los GCs que vayan a usarse en EE.UU., Dinamarca y Suiza se equiparán con un horno de calentamiento lento, a no ser que se soliciten con la opción de potencia 002, que especifica un horno de calentamiento rápido.

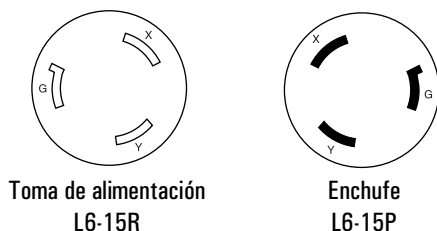
Aunque el GC debiera llegar al país de destino, preparado para su funcionamiento, comparar los requisitos de voltaje con los listados en la Tabla 3. Si el voltaje solicitado no resultara adecuado para la instalación, contactar con Agilent Technologies.

Tabla 72 Requisitos de voltaje por país

País	Voltaje	Tipo de horno
Australia, 10 amp	240 V	Calentamiento lento
Australia, India, Sudáfrica	240 V	Calentamiento rápido
China	220 V	Calentamiento lento
China, Hong Kong	220 V	Calentamiento rápido
Dinamarca, Suiza, 10 amp	230 V	Calentamiento lento
Dinamarca, Suiza, 16 amp	230 V	Calentamiento rápido
EE.UU.	120 V	Calentamiento lento
EE.UU.	208 V	Calentamiento rápido
EE.UU.	240 V	Calentamiento rápido
Europa continental, doble fase	230 V	Calentamiento rápido
Europa continental, una sola fase	220 V	Calentamiento rápido
Israel	220 V	Calentamiento rápido
Japón	200 V	Calentamiento rápido
Reino Unido, Irlanda	240 V	Calentamiento rápido

EE.UU., horno de calentamiento rápido, 240 V

El horno de calentamiento rápido de 240 V requiere una alimentación de 240 V/15 A. No utilizar una alimentación de 208 V. Un voltaje inferior provocará rampas de horno lentas e impedirá el control correcto de la temperatura. El cable de corriente que se entrega con el GC está preparado para una potencia de 250 V/15A, y es un cable de dos polos y tres hilos con toma de tierra (tipo L6-15R/L6-15P). Consultar la figura de abajo.



Instalación canadiense

Al instalar un GC en Canadá, asegurarse de que el circuito del suministro de alimentación del GC cumpla los siguientes requisitos adicionales:

- El limitador o diferencial del circuito de red, específico para el instrumento, debe estar preparado para un funcionamiento continuo.
- El circuito de red debe venir marcado como "Circuito específico".

Configuración del GC para un MSD

A la hora de instalar un Detector Selectivo de Masas Agilent, debe configurarse el GC para controlar adecuadamente la línea de transferencia caliente.

1. Pulsar [Config][Aux], y seleccionar [1], si el MSD está instalado en la posición frontal o [2] para la posición posterior.
2. Pulsar [Mode/Type].
3. Utilizar las teclas de flechas para seleccionar MSD como tipo de zona auxiliar (Aux zone type). Pulsar [Enter].

Si no se configura la zona auxiliar (Aux Zone) para el MSD, aparecerá el aviso, Warning 101, *Invalid heater power for front (back) detector, inlet, and aux 1(2)*, en la pantalla del GC, y las zonas calientes se establecerán como no instaladas (*not installed*).

Requisitos de los gases

Los gases para las columnas empaquetadas

El gas portador a utilizar depende del tipo de detector y de los requisitos de rendimiento. La [Tabla 73](#) lista los gases recomendados para el uso en columnas empaquetadas. En general, los gases auxiliares no son necesarios con columnas empaquetadas.

Tabla 73 Gases recomendados para columnas empaquetadas

Detector	Gas portador	Comentarios	Detector, purga de ánodo o gas de referencia
Captura electrónica	Nitrógeno	Máxima sensibilidad	Nitrógeno
	Argón/Metano	Máximo rango dinámico	Argón/Metano
Ionización de llama	Nitrógeno	Máxima sensibilidad	Hidrógeno y aire para el detector
	Helio	Alternativa aceptable	
Fotométrico de llama	Hidrógeno		Hidrógeno y aire para el detector
	Helio		
	Nitrógeno		
	Argón		
Nitrógeno-Fósforo	Helio	Rendimiento óptimo	Hidrógeno y aire para el detector
	Nitrógeno	Alternativa aceptable	
Térmica Conductividad	Helio	Uso general	El de referencia debe ser igual al portador
	Hidrógeno	Máxima sensibilidad (Nota A)	
	Nitrógeno	Detección de hidrógeno (Nota B)	
	Argón	Máxima sensibilidad de hidrógeno (Nota B)	

Nota A: Sensibilidad ligeramente superior que el helio. Incompatible con algunos compuestos.

Nota B: Para el análisis de hidrógeno o helio. Reduce en gran medida la sensibilidad para otros compuestos.

Gases para columnas capilares

Cuando se utilizan con columnas capilares, los detectores de GC requieren de un gas auxiliar para alcanzar una sensibilidad óptima. Para cada detector y gas portador, hay una opción preferida de gas auxiliar. La [Tabla 74](#) lista los gases recomendados para columnas capilares.

Tabla 74 Gases recomendados para columnas capilares

Detector	Gas portador	Gas auxiliar preferido	Segunda opción	Detector, purga de ánodo o gas de referencia
Captura electrónica	Hidrógeno	Argón/Metano	Nitrógeno	La purga del ánodo debe ser igual al auxiliar
	Helio	Argón/Metano	Nitrógeno	
	Nitrógeno	Nitrógeno	Argón/Metano	
	Argón/Metano	Argón/Metano	Nitrógeno	
Ionización de llama	Hidrógeno	Nitrógeno	Helio	Hidrógeno y aire para el detector
	Helio	Nitrógeno	Helio	
	Nitrógeno	Nitrógeno	Helio	
Fotométrico de llama	Hidrógeno	Nitrógeno		Hidrógeno y aire para el detector
	Helio	Nitrógeno		
	Nitrógeno	Nitrógeno		
	Argón	Nitrógeno		
Nitrógeno-Fósforo	Helio	Nitrógeno	Helio**	Hidrógeno y aire para el detector
	Nitrógeno	Nitrógeno	Helio**	
Térmica Conductividad	Hidrógeno*	Debe ser igual al gas portador y al de referencia	Debe ser igual al gas portador y al de referencia	El gas de referencia debe ser igual al portador y al auxiliar
	Helio			
	Nitrógeno			

* Al utilizar hidrógeno con un detector de conductividad térmica, eliminar los gases de escape del detector por una campana o por un escape específico para evitar la acumulación de gas hidrógeno.

** El helio no se recomienda como gas auxiliar a velocidades de flujo > 5 ml/min. Las velocidades de flujo por encima de 5 ml/min disminuyen la duración del detector.

Pureza del gas

Algunos proveedores suministran gases con un grado de pureza “para instrumentos” o “para cromatografía” que están específicamente fabricados para uso cromatográfico. Se recomienda utilizar sólo este tipo de calidad con el GC.

Generalmente, todos los gases utilizados deben estar en un rango de un 99,995% a 99,9995% de pureza. Sólo deben estar presentes en los gases niveles muy bajos de ppm ($\leq 0,5$ ppm) de oxígeno e hidrocarburos totales. No se recomienda el suministro de aire por bombas de aceite por contener una gran cantidad de hidrocarburos.

Se recomienda instalar trampas de alta calidad de humedad e hidrocarburos, inmediatamente después del regulador de presión del tanque principal. Consultar la siguiente sección, “Instalación de las tuberías de gases,” para obtener más información sobre el uso de las trampas.

Tabla 75 Recomendaciones para la pureza del gas

Gases portadores y auxiliares capilares	
Helio	99,9995%
Nitrógeno	99,9995%
Hidrógeno	99,9995%
Argón/Metano	99,9995%
Gases de soporte para el detector	
Hidrógeno	99,9995%
Aire (seco)	Grado cero o mejor

Tabla 76 Presiones máximas/mínimas del inyector y el detector

Detector o inyector	Tipo de gas	Presión máxima		Presión mínima	
		kPa	psi	kPa	psi
FID	H2	690	100	240	35
	Aire	690	100	380	55
	Auxiliar	690	100	380	55
NPD	H2	690	100	240	35
	Aire	690	100	380	55
	Auxiliar	690	100	380	55
TCD	Auxiliar	690	100	380	55
	referencia	690	100	380	55
ECD	Auxiliar	690	100	380	55
FPD	H2	690	100	310	45
	Aire	827	120	690	100
	Auxiliar	690	100	380	55
Con/sin división	150 psi	1172	170	Todos los inyectores: 38 kPa (20 psi) por encima de la presión utilizada en el método	
	100 psi	827	120		
En columna		827	120		
Empaquetadas con purga		827	120		
PTV		827	120		

Se necesitan 20 psi adicionales por encima de la presión en cabeza de columna para mantener el flujo en columna.

Las tuberías de gases

AVISO

Todas las botellas de gas comprimido deben sujetarse a una estructura inmóvil o a una pared fija. Los gases comprimidos deben almacenarse y manejarse de acuerdo con los códigos de seguridad correspondientes.

Los cilindros de gas no deben situarse en la salida caliente de gases del horno.

Para evitar posibles daños oculares, proteger los ojos cuando se utilice gas comprimido.

Seguir el diagrama de tuberías general, a la hora de preparar las tuberías para el suministro de gas.

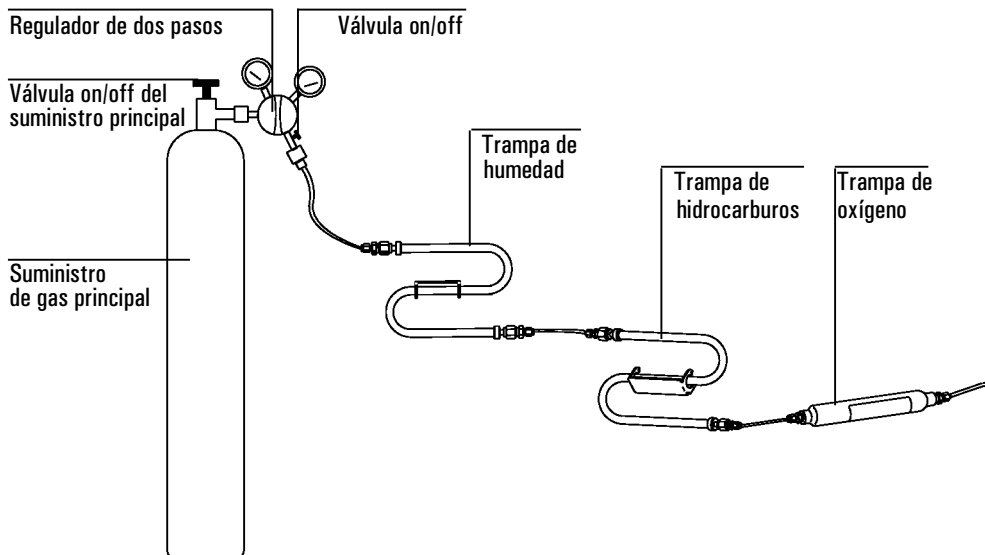


Figura 94 Diagrama de tuberías general

- Se recomiendan reguladores de dos pasos para eliminar variaciones de presión. Se recomiendan especialmente reguladores tipo diafragma de acero inoxidable y elevada calidad.
- Las válvulas on/off montadas en la conexión de salida del regulador de dos pasos no son esenciales, pero son muy útiles. Asegurarse de que las válvulas tengan diafragmas de acero inoxidable.
- Los detectores FID, FPD, y NPD requieren un suministro específico de aire. Su funcionamiento puede verse afectado por los pulsos de presión en las líneas de aire compartidas con otros aparatos.
- Los dispositivos de control del flujo y presión requieren, al menos, 10 psi (138 kPa) de presión diferencial para funcionar correctamente. Las presiones y capacidades de la fuente han de ser más que suficientes para asegurar esta diferencia.
- Los reguladores de presión auxiliar deben colocarse cerca de las conexiones de entrada al GC. Esto asegura que la presión suministrada sea medida en el instrumento en vez de en la fuente; la presión en la fuente puede ser diferente si las líneas de suministro de gas son largas o estrechas.

Tubos de suministro para los gases portador y del detector

Precaución No utilizar cloruro de metileno ni ningún otro disolvente halogenado para limpiar los tubos que se van a utilizar con un detector de captura electrónica. Darían lugar a líneas de base y ruido del detector elevados, hasta eliminarse completamente del sistema.

Los gases se suministrarán al instrumento sólo a través de tubos de cobre preacondicionados (nº ref. 5180-4196) No utilizar tubos de cobre ordinarios— contienen aceites y sustancias contaminantes.

Precaución No utilizar tubos de plástico para el suministro de gases del detector e inyector al GC. Son permeables al oxígeno y a otros contaminantes que podrían dañar las columnas y detectores, y pueden fundirse si están cerca de válvulas de escape o componentes calientes.

El diámetro del tubo depende de la distancia entre la fuente de gas y el GC y de la velocidad de flujo para ese gas en particular. El tubo de 1/8" es adecuado cuando la línea de suministro es inferior a 4,6 m de longitud.

Utilizar tubos de mayor diámetro (1/4") para distancias superiores a 4,6 m o cuando se conecten múltiples instrumentos a la misma fuente. Deben emplearse también tubos de mayor diámetro si se prevé una demanda elevada (por ejemplo, aire para un FID).

No escatimar al cortar los tubos para las líneas de suministro local; un trozo relativamente largo de tubo flexible entre la fuente y el instrumento permite mover el GC sin tener que mover la fuente de suministro. Tener en cuenta esta longitud extra cuando se elija el diámetro para los tubos.

Reguladores de presión de dos pasos

Para eliminar ondas de presión, utilizar un regulador de dos pasos con cada botella de gas. Se recomienda el uso de reguladores de acero inoxidable, de tipo diafragma.

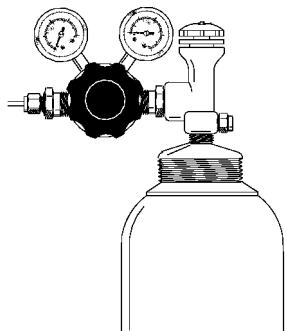


Figura 95 Regulador de presión de dos pasos

El tipo de regulador utilizado depende del tipo de gas y del proveedor.

El catálogo de Columnas y Consumibles de Análisis Químico de Agilent contiene información para la identificación del regulador adecuado, según lo determina la Asociación de Gas Comprimido (CGA). Agilent Technologies ofrece unos kits de reguladores de presión que contienen todos los materiales necesarios para instalar reguladores correctamente.

Conexiones entre el regulador de presión y los tubos de suministro de gas

Debe sellarse con cinta de teflón la conexión o adaptador de rosca entre la salida del regulador de presión y la conexión a la que se conecte el tubo de gas. Se recomienda utilizar cinta de teflón de **calidad para instrumentos** (nº ref. 0460-1266), de la cual se hayan eliminado los componentes volátiles, para todas las conexiones. No utilizar **barniz de tubos** para sellar la rosca; contiene materiales volátiles que contaminarán los tubos.

Trampas

La utilización de gases de calidad cromatográfica garantiza la pureza de los mismos en el sistema. Sin embargo, para obtener óptima sensibilidad, se recomienda la instalación de trampas de elevada calidad para eliminar trazas de agua u otros contaminantes. Después de instalar una trampa, comprobar las líneas de suministro de gas en caso de posibles fugas.

Tabla 77 Trampas recomendadas

Descripción	Nº Referencia
Trampa de humedad preacondicionada: carcasa metálica, trampa en forma de S para limpieza gas portador. Contiene tamiz molecular 5A, malla 45/60 y conexiones de 1/8".	5060-9084
Trampa de hidrocarburos: carcasa metálica, trampa en forma de S rellena de carbón activo, malla 40/60 y conexiones de 1/8".	5060-9096
Trampa de oxígeno (para los gases portador y del ECD): carcasa metálica y conexiones de latón de 1/8". La trampa de oxígeno no puede acondicionarse de nuevo.	3150-0414

La humedad del gas portador puede dañar las columnas. Por ello, se recomienda colocar una trampa de tamiz molecular 5A detrás del regulador de la fuente y delante de otras trampas.

La trampa de hidrocarburos elimina los compuestos orgánicos de los gases. Debería colocarse detrás de una trampa de tamiz molecular y delante de una trampa de oxígeno, si están presentes.

La trampa de oxígeno elimina el 99% del oxígeno del gas y las trazas de agua. Debe colocarse detrás de la trampa de tamiz molecular y antes de la de oxígeno, si estuvieran presentes. Debido a que tan sólo trazas de oxígeno pueden dañar las columnas y disminuir el rendimiento de los ECD, usar una trampa de oxígeno con los gases portador y los del ECD. No debe utilizarse con los gases del FID, FPD o NPD.

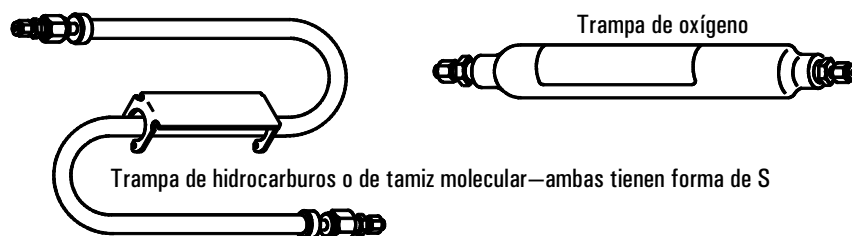


Figura 96 Trampas

Requisitos de la refrigeración criogénica

La refrigeración criogénica permite enfriar el horno por debajo de la temperatura ambiente. Una válvula solenoide introduce refrigerante líquido, dióxido de carbono (CO_2) o nitrógeno (N_2), para enfriar el horno a la temperatura deseada.

El CO_2 y el N_2 requieren un hardware diferente. Debe sustituirse todo el conjunto de la válvula si se desea cambiar el refrigerante. El kit de la válvula para el CO_2 líquido tiene el n° de referencia G1565-65510 y el del N_2 líquido, G1566-65517.

Elección de refrigerante

A la hora de seleccionar el refrigerante a usar, han de tenerse en cuenta:

- La temperatura mínima que se necesita alcanzar
- Con qué frecuencia se usará la refrigeración criogénica
- La disponibilidad y el precio del refrigerante
- El tamaño de las botellas en relación al tamaño del laboratorio
- El N₂ líquido refrigera de manera fiable hasta -80°C
- El CO₂ líquido refrigera de manera fiable hasta -40°C

El CO₂ es la mejor elección para la refrigeración criogénica *poco frecuente*, porque no se evapora y resulta más económico que el N₂. Sin embargo, una botella de CO₂ contiene mucho menos refrigerante que una de N₂ y se requiere más CO₂ para la misma refrigeración.

Aunque el N₂ líquido se evapora de la botella independientemente de la frecuencia con la que se usa, las botellas de N₂ contienen más refrigerante que las de CO₂ y, por ello, pueden resultar mejores para un uso frecuente.

Utilización del dióxido de carbono

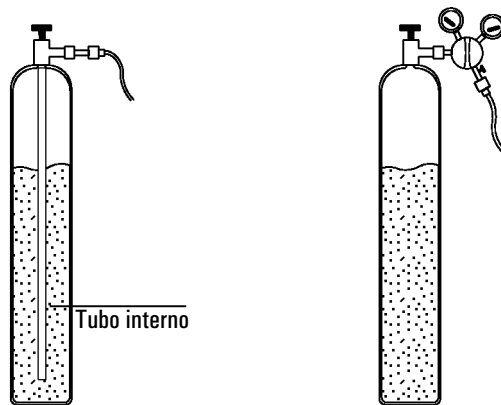
AVISO El CO₂ líquido presurizado es un material peligroso. Tomar precauciones para proteger al personal de las elevadas presiones y bajas temperaturas. El CO₂ en concentraciones elevadas es tóxico; tomar precauciones para prevenir las concentraciones peligrosas. Consultar al distribuidor local sobre las precauciones de seguridad y diseño del sistema de suministro.

Precaución El CO₂ líquido no debe utilizarse como refrigerante para temperaturas inferiores a -40°C, porque el líquido al expandirse puede formar hielo seco de CO₂ en el horno del GC. Si se genera éste, el GC puede resultar seriamente dañado.

El CO₂ líquido está disponible en botellas de alta presión de 50 libras de líquido. El CO₂ debe estar libre de partículas y de aceite u otros contaminantes. Estos contaminantes pueden atascar el orificio de expansión o afectar al buen funcionamiento del GC.

Requisitos adicionales para el sistema de CO₂ líquido:

- El tanque ha de contener un tubo sifón interno para suministrar CO₂ líquido en lugar de gas (ver la [Figura 97](#)).
- El CO₂ líquido debe suministrarse al GC a una presión entre 700 y 1.000 psi a una temperatura de 25°C.
- Utilizar un tubo de acero inoxidable, de paredes anchas y 1/8" de diámetro como tubo de suministro. El tubo ha de tener entre 5 y 10 pies de longitud.
- Fijar los extremos de los tubos para evitar un “latigazo” si se rompen.
- No instale un regulador de presión en la botella de CO₂ ya que la vaporización y el enfriamiento se producirán en el regulador en vez de en el horno.
- No emplee una botella bombeada (aquella en la que se añade otro gas para incrementar la presión).



Configuración correcta

Configuración incorrecta

Figura 97 Configuración correcta e incorrecta del tanque CO₂ líquido

AVISO

No usar tubos de cobre o de acero inoxidable de pared fina con CO₂ líquido. Ambos se endurecerán en los puntos de tensión y podrían explotar.

Utilización del nitrógeno líquido

AVISO

El nitrógeno líquido es un material peligroso dadas las bajas temperaturas y elevadas presiones que pueden darse en sistemas de suministro mal diseñados.

El nitrógeno líquido puede dar lugar a peligros de asfixia si el nitrógeno vaporizado desplaza el oxígeno del aire. Consultar al distribuidor sobre las medidas de precaución adecuadas e información sobre el diseño.

El nitrógeno líquido está disponible en botellas Dewar aislantes. El tipo adecuado para fines de refrigeración es un Dewar *de baja presión* equipado con un tubo interno sifón—para suministrar líquido en vez de gas—y una válvula de seguridad para prevenir el exceso de presión. El distribuidor configura la válvula de escape a 20-25 psi de presión.

AVISO

Si el nitrógeno (l) queda atrapado entre la válvula de la botella cerrada y la válvula criogénica del GC, se generará una presión muy elevada, y puede producirse una explosión. Por ello, dejar la válvula de suministro de la botella abierta, para que todo el sistema esté protegido por la válvula de liberación de presión.

Para desplazar o cambiar una botella, cerrar la válvula de suministro y desconectar cuidadosamente la línea de cualquiera de los extremos para permitir el escape del nitrógeno residual.

Requisitos adicionales para el sistema de N₂ líquido:

- El nitrógeno líquido debe suministrarse al GC a una presión de 20-30 psi.
- El tubo de suministro de N₂ líquido debe estar *aislado*. El tubo de espuma usado para las líneas de refrigeración y de aire acondicionado, es adecuado como aislante. Dadas las bajas presiones, se recomienda un tubo de cobre *aislado*.
- La botella de nitrógeno líquido ha de estar próxima (de 5 a 10 pies) al GC, para asegurar que se suministra líquido, y no gas, al inyector.

Suministro de aire al mecanismo de activación de la válvula

Algunas válvulas utilizan aire a presión para su activación (otras son activadas eléctrica o manualmente). El aire del mecanismo de activación no debe contener aceite, humedad ni partículas. Debe suministrarse desde una botella regulada seca, aunque sería aceptable el suministro de aire “ambiental” o el aire procedente de un compresor.

La mayoría de las válvulas requieren una presión de 20-40 psi para operar. Las válvulas de presión elevada pueden requerir una presión de 65-70 psi.

Las válvulas requieren un suministro específico de aire. No se debe compartir el suministro de aire de las válvulas con los detectores.

Ver [“Control de válvulas”](#).

29 Instalación

Paso 1. Desembalaje del GC

Paso 2. Colocación del GC sobre el banco de trabajo

Paso 3. Encendido del equipo

Paso 4. Conexión de los tubos a la botella de suministro de gas

Paso 5. Colocación de las trampas a los tubos de suministro de gas

Paso 6. Colocación de una T SWAGelok™ al tubo

Paso 7. Conexión de los tubos a la entrada del inyector

Paso 8. Conexión del tubo a las entradas del detector

El 6890 con Control Electrónico de la Presión

Paso 9. Comprobación de fugas

Paso 10. Conexión del suministro de líquido criogénico

Conexión del dióxido de carbono líquido

Instalación de nitrógeno líquido

Paso 11. Conexión del aire para el mecanismo de activación de la válvula

Paso 12. Fijar las presiones de la fuente

Paso 13. Conexión de cables

Diagramas de cables

Cable analógico, uso general

Cable de arranque/parada remota

Cable decimal de código binario

Cable para el envío de señales eléctricas al exterior

Paso 14. Configuración del GC

Procedimiento: Preparación de una configuración de LAN

Antes de comenzar la instalación

Herramientas y piezas necesarias para la instalación

Asegurarse de tener todas las herramientas y piezas necesarias antes de iniciar la instalación.

Llaves

- Una de 5/16"
- Una de 3/8"
- Dos de 7/16"
- Una de 9/16"

Destornilladores

- Destornillador Torx T-10
- Destornillador Torx T-20

Tube

- Tubo de cobre, de 1/8" de diámetro (1/4" si es > 15 pies (4.6 m) largo)
- Tubo de acero inoxidable, y paredes pesadas, de 1/8" de diámetro (Para CO₂ líquido)
- Tubo de cobre aislado, de 1/4" de diámetro, (para N₂ líquido)
- Cortador de tubos

Conexiones

- Adaptadores SWAGELOK de 1/8"
- Adaptadores SWAGELOK de 1/4" (tubos para nitrógeno líquido y para el aire de activación de la válvula)
- T SWAGELOK de 1/8"
- Tuercas y férrulas

Trampas (opcional)

- Trampa de humedad de tamiz molecular 5A preacondicionada
- Trampa de hidrocarburos
- Trampa de oxígeno

Otros

- Destornillador plano pequeño
- Detector electrónico de fugas de elevada calidad
- Material aislante (sólo para tubos de nitrógeno líquido)

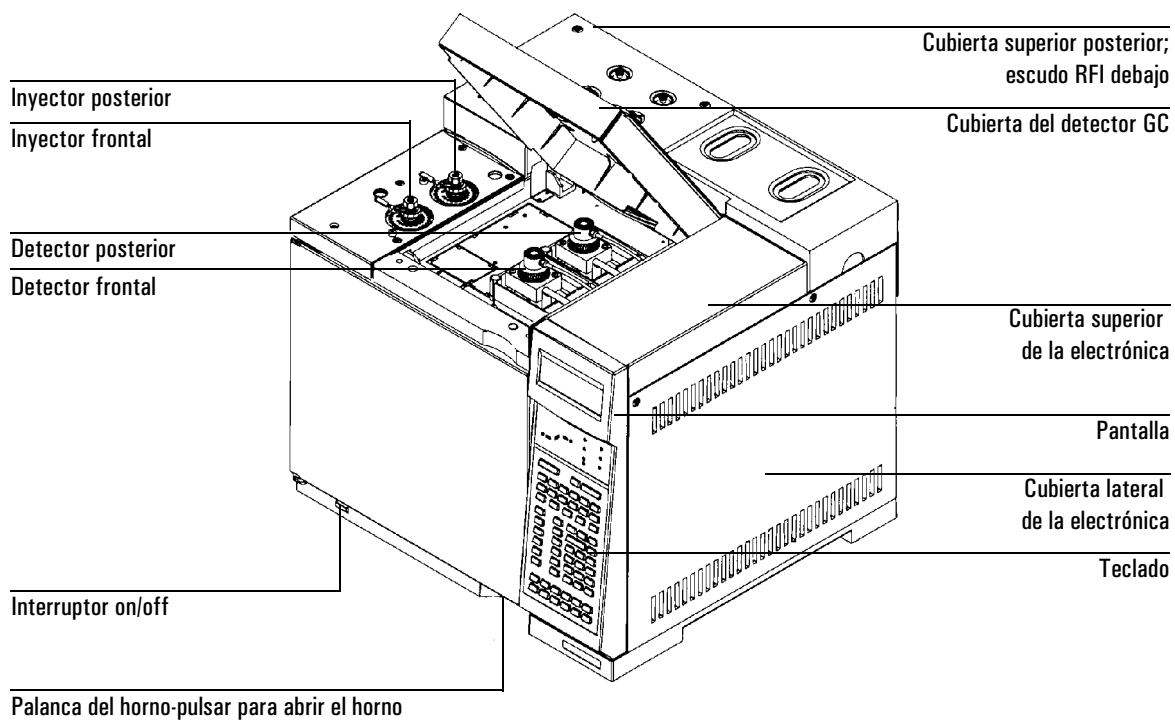


Figura 98 Vista frontal del GC

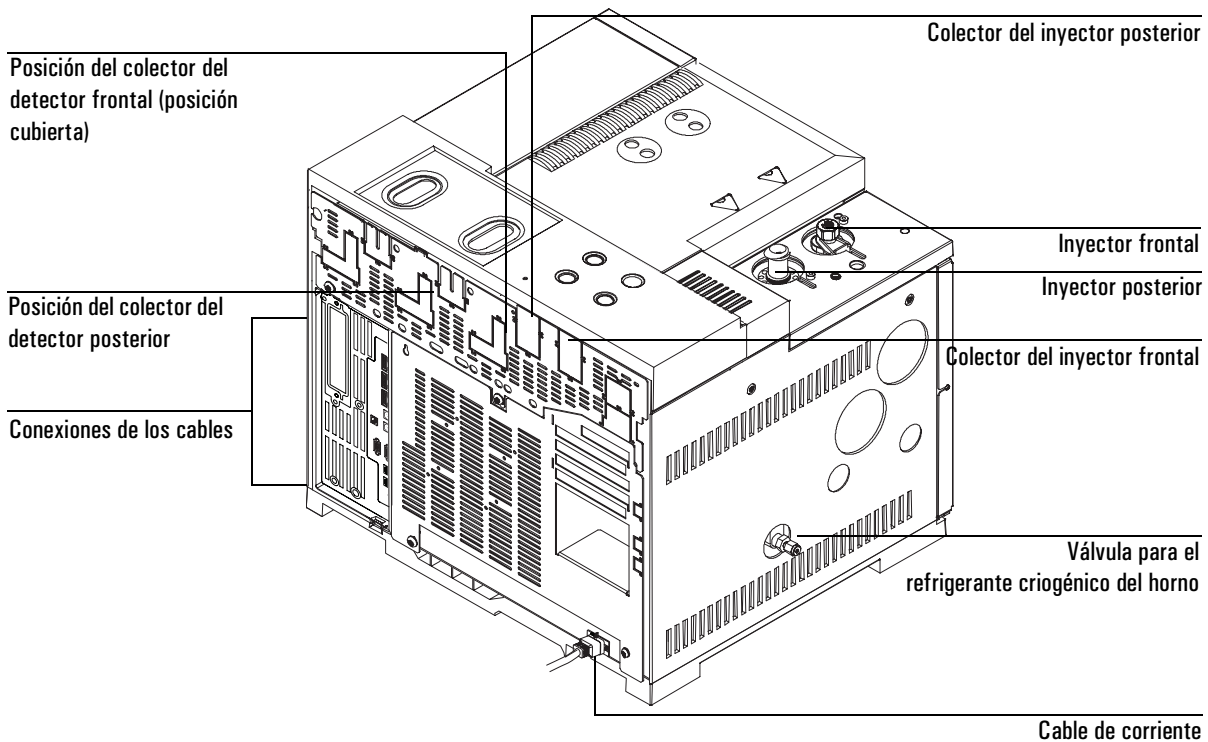


Figura 99 Vista posterior del GC

Instalación

Este capítulo contiene los procedimientos de instalación del GC. La mayoría de los pasos de la instalación se aplican a todos los sistemas de GC; sin embargo, algunos son opcionales, como las conexiones para la refrigeración criogénica y para el aire del mecanismo de activación de las válvulas. Se incluyen instrucciones para la conexión de los cables del GC a otros instrumentos en un sistema 6890 típico. Además, se incluye información sobre la configuración del GC y de otros instrumentos.

La mayor parte de la instalación comprende la conexión de los tubos de gases a las botellas, trampas y colectores del GC. Los adaptadores SWAGELOK™ se utilizan para realizar conexiones libres de fugas. Si no se sabe cómo hacer una conexión SWAGELOK, consultar [“Conexiones SWAGELOK”](#) para obtener instrucciones.

Los pasos de instalación presumen que es necesario un tubo de suministro de gas de 1/8", de longitud inferior a 15 pies (4,6 m) para cada fuente de gas. Para instalaciones más largas, utilizar un tubo de 1/4", el hardware apropiado y adaptadores reductores.

AVISO

El hidrógeno es un gas inflamable. Si se utiliza hidrógeno o cualquier otro gas inflamable, deben realizarse con frecuencia tests de fugas. Asegurarse de que el suministro de hidrógeno esté cerrado hasta haber realizado todas las conexiones oportunas y asegurarse de que el inyector esté bien conectado a una columna o tapado, en todo momento, mientras el hidrógeno esté presente en el instrumento.

La sustitución de piezas o la realización de modificaciones no autorizadas en el instrumento, puede resultar en peligros de seguridad.

El aislamiento en torno a inyectores, detectores, caja de válvulas y las tazas aislantes se hace de fibras cerámicas refractarias (RCF). Para evitar la inhalación de partículas de estas fibras, se recomiendan los siguientes procedimientos de seguridad: ventilar el área de trabajo; llevar ropa de manga larga, guantes, gafas de seguridad y un respirador de polvo/niebla desechable; desechar el material aislante en una bolsa de plástico sellada; lavarse bien las manos con jabón y agua fría después de manejar los filtros refractarios.

Paso 1. Desembalaje del GC

1. Examinar las cajas por si existiera algún defecto. Si el contenedor estuviera dañado o presentara signos de tensión, notifíquese al transportista y contactar con la oficina local de Agilent.

Guardar todas las cajas del envío para que el transportista las examine.

2. Confirmar los elementos recibidos con la lista de control del envío que se adjunta. Si hubiera discrepancias, notifíquese de inmediato a la oficina local de Agilent.

Conservar las cajas hasta haber comprobado su contenido por completo y verificado el correcto funcionamiento del equipo.

Paso 2. Colocación del GC sobre el banco de trabajo

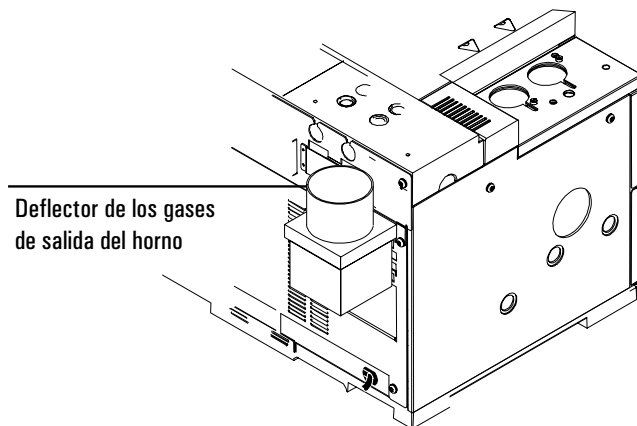
El GC debe colocarse sobre una mesa que soporte su peso además del de otros equipos utilizados con él. La [Tabla 70 en la página 679](#) lista algunos datos típicos de peso. El área debe estar libre de cualquier tipo de obstáculos que puedan interferir en la ventilación y que limiten el acceso a la parte superior del instrumento.

AVISO

Cuidado al levantar el GC; es pesado. Debe levantarse entre dos personas. Téngase en cuenta que la parte trasera es más pesada que la delantera.

Materiales necesarios:

- ❑ Deflector de los gases de escape del horno, n° ref. 19247-60510 (opcional)
1. Sacar el GC de la caja
 2. Colocarlo sobre la mesa. Asegurarse de que las fuentes de gas y de corriente sean accesibles. Situar otras partes del equipo cerca del GC. Consultar la [Tabla 70 en la página 679](#), sobre cómo colocar el equipo sobre la mesa.
 3. Si el espacio disponible es limitado, instalar el deflector de los gases de salida del horno en la parte posterior del GC, como se indica en la figura siguiente. El deflector cuelga de las rendijas de ventilación por cuatro ganchos.

**Figura 100 Posición del deflector de los gases de salida del horno**

Paso 3. Encendido del equipo

Cuando se enciende el GC, se realizan una serie de diagnósticos de autoevaluación. Ejecutar los diagnósticos antes de continuar con la instalación, para asegurarse de que los componentes electrónicos del equipo funcionan correctamente.

1. Comprobar que el interruptor esté apagado (off)

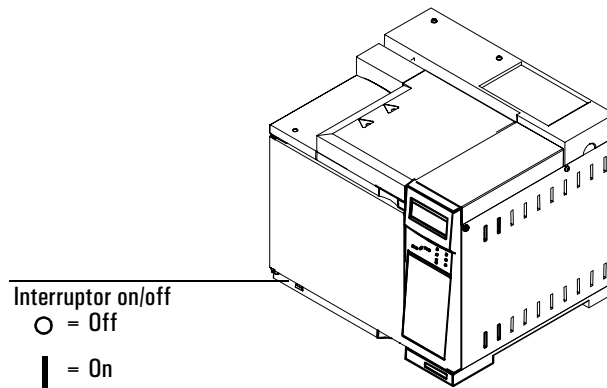


Figura 101 Posición del interruptor

2. Enchufar el cable de corriente a la parte posterior del GC y a la fuente de alimentación. Encender el GC.

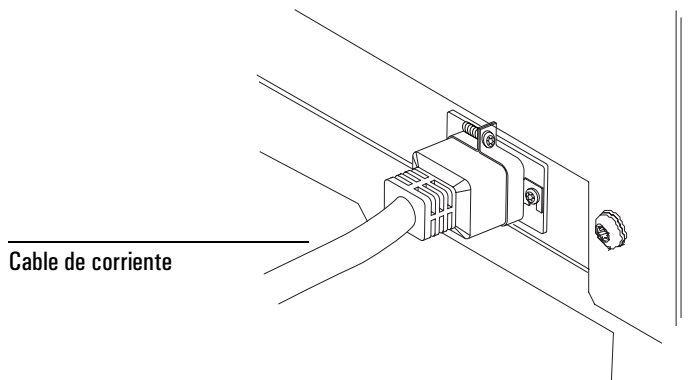


Figura 102 Posición del cable de corriente

Paso 4. Conexión de los tubos a la botella de suministro de gas

3. Los diagnósticos de autoevaluación se ejecutan automáticamente. Para ver el mensaje superado/fallo, esperar a que el test haya finalizado y pulsar [Oven] [Temp] [On]

Si la pantalla muestra *Power on successful*, apagar el GC y continuar con el procedimiento de instalación.

Si no aparece el mensaje, apagar el GC y contactar con el servicio de Agilent Technologies.

Paso 4. Conexión de los tubos a la botella de suministro de gas

Materiales necesarios

- Tubo de cobre de 1/8" preacondicionado
 - Cortador de tubos (nº ref. 8710-1709)
 - Tuercas SWAGELOK de 1/8", ferrulas frontal y posterior
 - Dos llaves inglesas de 7/16"
1. Cerrar el suministro de gases en la fuente. Determinar la longitud del tubo necesaria alcanzar desde la salida del suministro de gas hasta el colector del inyector del GC. Tener en cuenta cualquier tipo de trampa o conexiones tipo T que pueda necesitar.
 2. Cortar la longitud deseada del tubo, utilizando preferiblemente un cortador de tubos.

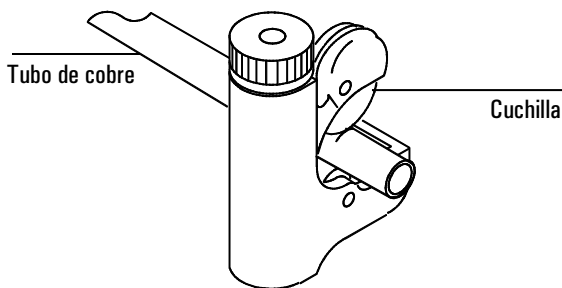


Figura 103 Cortador de tubos

3. Conectar el tubo a la salida de gas mediante un adaptador, SWAGELOK. Consultar [“Conexiones SWAGELOK”](#) para obtener más información sobre la realización de conexiones SWAGELOK.

Paso 5. Colocación de las trampas a los tubos de suministro de gas

Materiales necesarios:

- Tubo de cobre de 1/8" preacondicionado
 - Cortador de tubos
 - Adaptadores, tuercas y férrulas SWAGELOK de 1/8"
 - Dos llaves de 7/16" y una llave inglesa de 1/2"
 - Trampas
1. Determinar donde se va a instalar la trampa en la línea de suministro. Consultar el orden recomendado de las trampas en la [Figura 104](#).

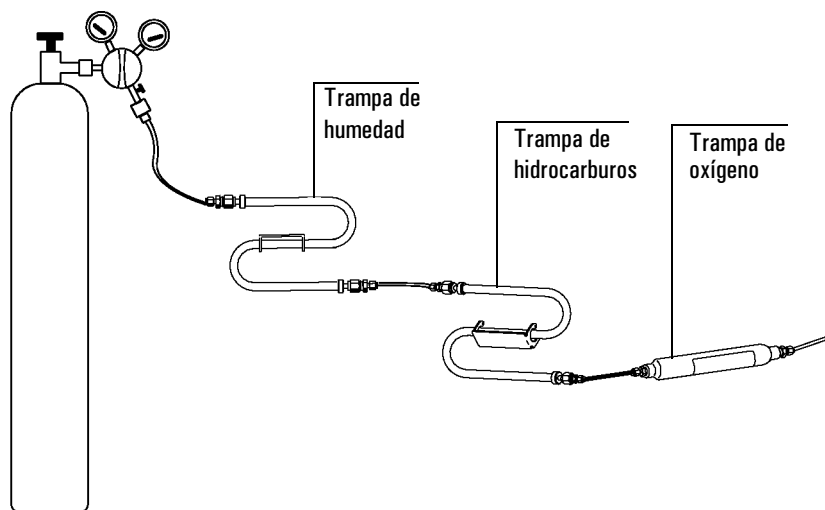


Figura 104 Diagrama de las tuberías

2. Cortar la longitud deseada de tubo utilizando un cortador de tubos.
3. Conectar las trampas y los tubos.

Paso 6. Conexión de una T SWAGELOK™ al tubo

Si se necesitara suministrar gas a más de un inyector o detector desde una única fuente, utilizar una T SWAGELOK™ cerca de los colectores del inyector o detector.

Materiales necesarios:

- Tubo de cobre de 1/8" preacondicionado
- Cortador de tubos
- Tuercas SWAGELOK de 1/8" y férrulas frontales y posteriores.
- TSWAGELOK de 1/8"
- Dos llaves inglesas de 7/16"
- Tapón SWAGELOK de 1/8"

1. Cortar el tubo donde se quiera instalar la T. Conectar el tubo y la T mediante un adaptador SWAGELOK. Ver la [Figura 105](#).

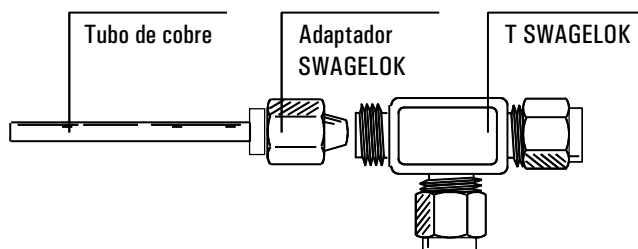


Figura 105 Conexión de una T SWAGELOK

2. Medir la distancia desde la T hasta los inyectores del GC y conectar un tubo de cobre a los extremos abiertos de la T, mediante adaptadores SWAGELOK.
3. Se debe instalar un cierre SWAGELOK en el extremo abierto de la T si no se van a conectar tubos inmediatamente.

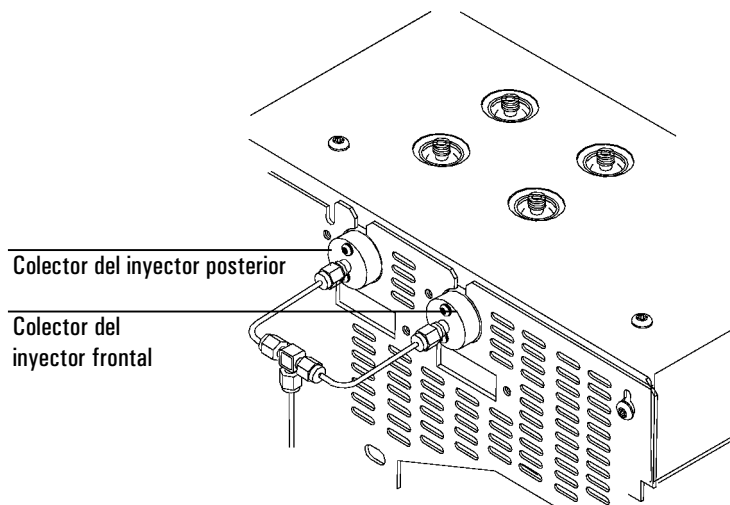
Paso 7. Conexión de los tubos a la entrada del inyector

Si el GC tiene inyectores con EPC, unir los tubos para el suministro de gas a los inyectores en las entradas de la parte trasera del instrumento. La conexión de inyectores sin EPC se realiza dentro del portador de la neumática en el lado izquierdo del GC.

Materiales necesarios:

- Tubo de cobre de 1/8" preacondicionado
- Tuercas SWAGelok de 1/8" y férrulas frontales y posteriores.
- Dos llaves inglesas de 7/16"

1. Apagar la fuente del gas portador.
2. Conectar el tubo de suministro de gas a la entrada de gas portador del inyector, con una tuerca SWAGelok. Ver la [Figura 106](#).



El GC en este caso, tiene los inyectores frontal y trasero conectados al mismo gas portador.

Figura 106 Conexión a las entradas del inyector

Paso 8. Conexión del tubo a las entradas del detector

Los gases conectados al detector dependerán del tipo de detector. Las entradas indican claramente qué tipo de gases requieren los detectores y dónde debe conectarse el tubo. Consultar las tablas de la [página 684](#) para ver las alternativas de gases para el detector.

Este procedimiento explica cómo instalar los gases del FID. Los gases se conectan a todos los detectores de manera similar.

El 6890 con Control Electrónico de la Presión

Las conexiones de entrada de gas al detector están accesibles en el panel posterior del instrumento.

1. Apagar el suministro de gas a conectarse en su fuente.
2. Todas las conexiones de gas del detector están etiquetadas. Conectar el tubo a la conexión apropiada utilizando una tuerca SWAGELOK.

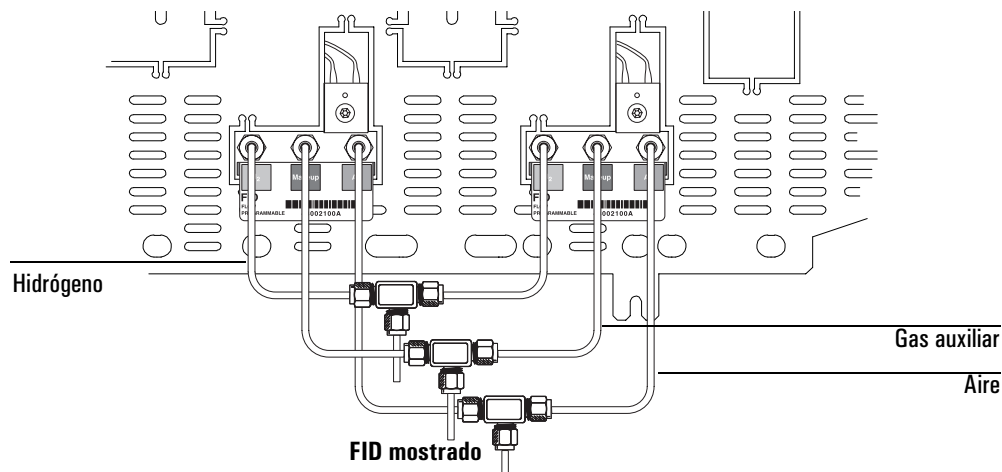


Figura 107 Conexión del tubo a un detector EPC

Materiales necesarios:

- Tubo de cobre de 1/8" preacondicionado
- Tres conjuntos de tuercas SWAGELOK de 1/8" y de férrulas frontales y traseras.
- Dos llaves inglesas de 7/16"

Paso 9. Comprobación de fugas

No se recomiendan los detectores líquidos de fugas (Snoop es uno común), especialmente en las áreas donde la limpieza es muy importante. Si se usa un fluido para la detección de fugas, aclarar inmediatamente el fluido para eliminar la capa jabonosa.

AVISO

Para evitar los peligros potenciales de descarga eléctrica cuando se utilice el fluido de detección, apagar el GC y desconectar el cable de corriente principal. Cuidado no derramar la disolución de fugas sobre los cables eléctricos.

Materiales necesarios:

- Detector de fugas electrónico (preferiblemente)
 - Fluido para la detección de fugas
1. Fijar la presión del gas portador en la fuente (generalmente una botella) a aproximadamente 50 psi.
 2. Fijar las presiones de los gases del detector como se indica a continuación:
 - Auxiliar = 50 psi
 - Hidrógeno = 50 psi
 - Aire = 50 psi
 - Gas de referencia del TCD = 50 psi
 3. Utilizando el detector de fugas, comprobar las posibles fugas de cada conexión.
 4. Corregir las fugas apretando las conexiones. Realizar de nuevo el test; continuar apretando hasta que todas las conexiones estén libres de fugas.
 5. Cortar los gases del inyector y detector en la fuente.

Paso 10. Conexión del suministro de líquido criogénico

La refrigeración criogénica permite trabajar con el GC por debajo de la temperatura ambiente. Una válvula solenoide introduce líquido refrigerante, CO₂ ó N₂, a la velocidad apropiada para enfriar el horno hasta la temperatura deseada.

El líquido refrigerante a utilizar depende, en gran medida, de la frecuencia con la que se utilice la refrigeración criogénica. No es posible utilizar CO₂ y N₂ indistintamente, porque requieren diferentes conjuntos de válvulas. Para obtener más información sobre la elección del refrigerante criogénico, consultar la sección [“Requisitos de la refrigeración criogénica”](#).

Los adaptadores acampanados o AN para los tubos se usan frecuentemente, para conectar el tubo de suministro de líquido al tanque de refrigerante criogénico. Verificar, antes de la conexión, con el proveedor del refrigerante que se disponen los adaptadores adecuados.

Conexión del dióxido de carbono líquido

AVISO No utilizar tubos de cobre o de pared fina de acero inoxidable! Cualquiera de ellos presenta peligro de explosión.

Precaución No utilizar botellas bombeadas para el suministro de CO₂. La válvula criogénica no está diseñada para manejar las altas presiones que estas botellas generan.

Materiales necesarios:

- Tubo de acero inoxidable de 1/8", de paredes gruesas.
- Cortador de tubos
- Tuercas y férrulas SWAGELOK de 1/8"
- Dos llaves inglesas de 7/16"

1. Localizar la entrada para CO₂ líquido en el lateral **izquierdo** del GC.
Preparar el tubo suficiente para alcanzar desde la botella de suministro a esta conexión. Ver la [Figura 108](#).

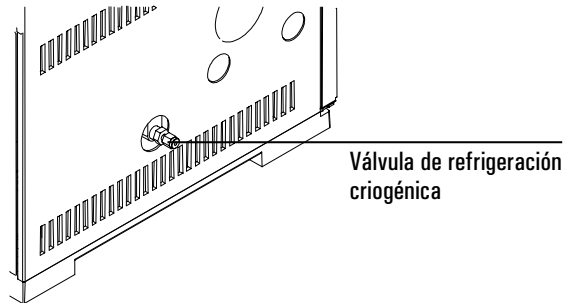


Figura 108 Posición de la válvula de refrigeración criogénica

2. Conectar el tubo a la salida de la botella de CO₂ líquido con el adaptador recomendado por el proveedor.
3. Usar un adaptador SWAGELOK para conectar el tubo de suministro a la entrada de la válvula criogénica.

Instalación de nitrógeno líquido

Materiales necesarios:

- Tubo de cobre aislado de 1/4"
- Cortador de tubos
- Adaptadores, tuercas y férrulas SWAGELOK de 1/4"
- Dos llaves inglesas de 9/16"

Paso 10. Conexión del suministro de líquido criogénico

1. Colocar el tanque de nitrógeno lo más próximo posible al GC para garantizar que se suministra líquido, y no gas, a la entrada.
2. Localizar la entrada de refrigerante en el lateral izquierdo del GC. Preparar el tubo suficiente para alcanzar desde el tanque de suministro hasta esta salida. Ver la [Figura 109](#).

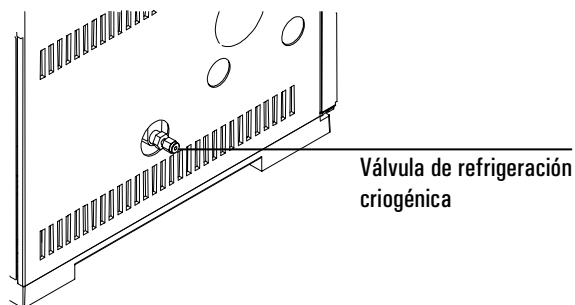


Figura 109 Posición de la válvula de refrigeración criogénica

3. Conectar el tubo de suministro a la salida de la botella de N₂ líquido con el adaptador recomendado por el proveedor.
4. Usar un adaptador SWAGELOK para conectar el tubo de suministro a la entrada de la válvula criogénica.

Paso 11. Conexión del aire para el mecanismo de activación de la válvula

Las válvulas necesitan aire para activarse. Las válvulas deben tener una fuente de aire específica; no pueden compartir el suministro de aire con los detectores. El aire del mecanismo de activación de la válvula se suministra a través de un tubo de plástico de 1/4". Si el GC tiene válvulas, el tubo de plástico ya vendrá acoplado a los mecanismos de activación y se extenderá desde la parte posterior del GC.

Precaución Alejar el tubo de la salida de escape del horno. El aire caliente fundirá el tubo de plástico.

Materiales necesarios:

- Adaptadores SWAGELOK de 1/4" y ferrula frontal y posterior.
- Dos llaves inglesas de 9/16"

Cerrar el suministro de aire. Utilizar un cuchillo afilado si se necesita acortar el tubo. Conectar el tubo a la fuente de aire utilizando una tuerca SWAGELOK de 1/4". Ver la [Figura 110](#).

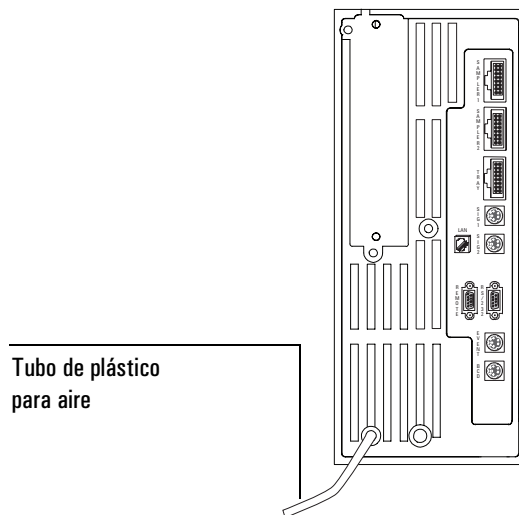


Figura 110 Posición del tubo de aire del mecanismo de activación de la válvula

Paso 12. Fijar las presiones de la fuente

La presión del regulador de la botella depende de los siguientes factores:

- La presión necesaria para alcanzar la máxima velocidad de flujo que se piense utilizar.
La relación presión/flujo depende de la columna o del instrumento implicados. El mejor modo para establecerla es comenzar en un nivel de presión moderado e ir aumentándolo hasta el valor necesario.
- Una diferencia de presión de unos 10 psi (138 kPa) y dispositivos de medida y control de la presión y flujo, para optimizar su operación.
Este diferencia de presión es prácticamente igual para todos los sensores y controladores, incluidos los controladores de flujo y los reguladores de presión.
- El límite de presión de la parte *más débil* del sistema de suministro.
Los Adaptadores Swagelok y los tubos de cobre son más que adecuados para las elevadas presiones de gas de la cromatografía de gases.
Los módulos de la neumática del GC resistirán una presión de 250 psi, pero podrían no funcionar con fiabilidad. Se recomienda una presión de operación continua máxima de 170 psi para evitar el deterioro excesivo y las fugas.
Las trampas son, generalmente, las partes más débiles del sistema.
Debe indicarse, en la trampa o en la documentación adjunta, la presión de operación máxima. La presión de la fuente no debe exceder la *menor* presión máxima de operación del sistema de suministro.

Los valores iniciales sugeridos para la presión de la fuente son:

Gas	Uso	Presión de la fuente
Portador	Columnas empaquetadas	410 kPa (60 psi)
	Columnas capilares	550 kPa (80 psi)
Aire	Detectores	550 kPa (80 psi)
Hidrógeno	Detectores	410 kPa (60 psi)

Consultar las presiones máximas y mínimas del inyector y el detector en la [Tabla 76](#).

Paso 13. Conexión de cables

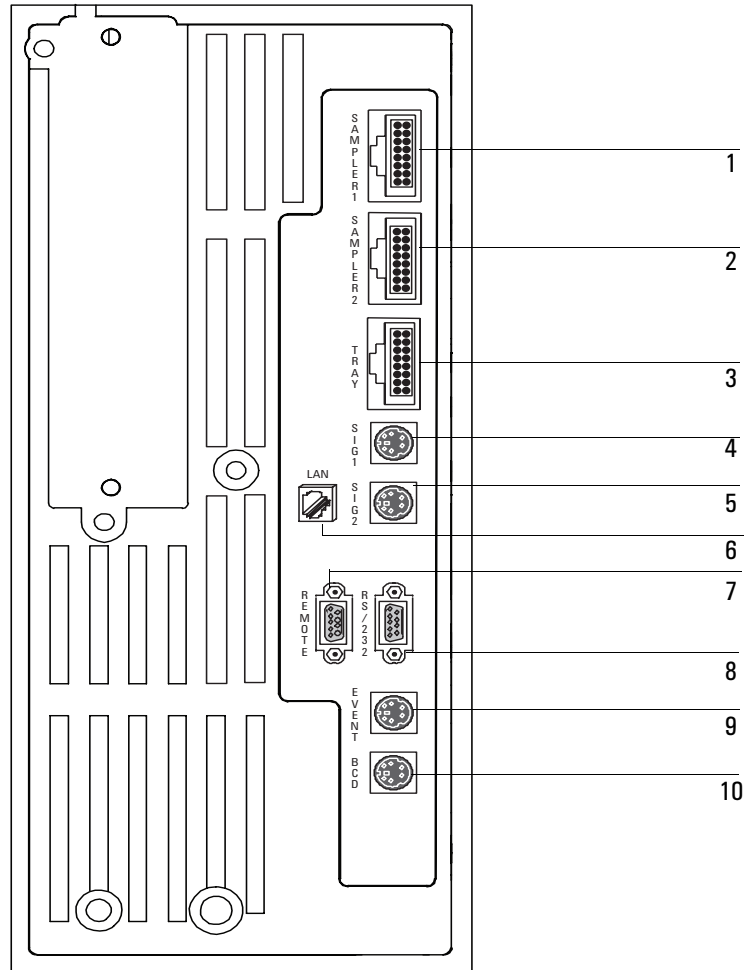
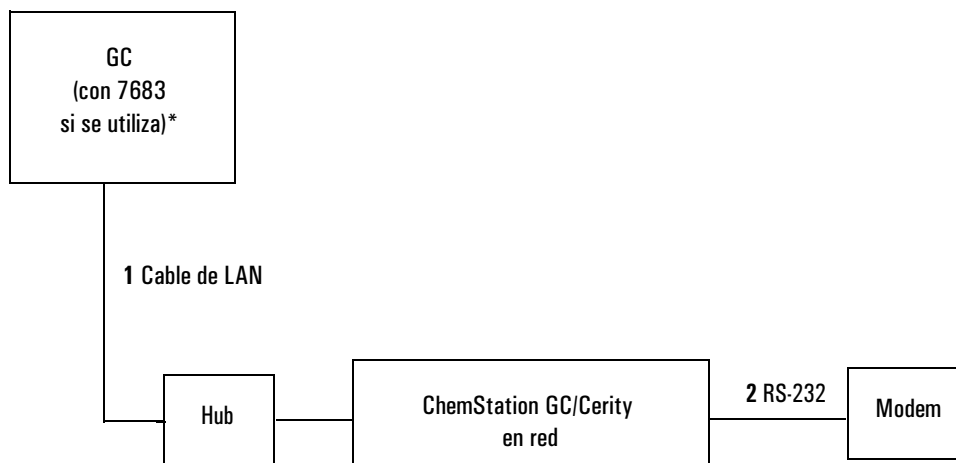


Figura 111 Conexiones de cables en la parte posterior del GC

El GC tiene un amplio conjunto de herramientas de comunicación:

- **1, 2 Inyector automático** Alimentación y comunicaciones para el inyector G2613A. Utilizar el inyector automático 1 para el inyector frontal.
- **3 Bandeja** Alimentación y comunicaciones para la bandeja G2613A.
- **4, 5 Salidas de señal analógica** Dos canales de salida de datos analógicos para utilizar con procesadores externos de señal. Cada salida analógica tiene tres rangos de voltaje.
- **6 LAN** Comunicaciones a través de LAN
- **7 Remote** Puerto remoto que puede utilizarse para sincronizar hasta 10 instrumentos.
- **8 Modem/RS-232C** Para usarlo con modems, ordenadores y otros dispositivos de control.
- **9 Control de parámetros externos** Dos cierres de contacto pasivos y dos salidas de control de 24V para controlar dispositivos externos. Conectado a los controladores de válvulas 5 - 8 del GC.
- **10 BCD** (decimal codificado en binario) Este conector proporciona los relés de control y una entrada BCD para una válvula de selección de corriente. No proporciona una salida para utilizar con dispositivos de tratamiento de datos.

Existen numerosas configuraciones posibles para el GC. Las figuras siguientes muestran dos configuraciones típicas del sistema. Ver los requisitos de cables para otras combinaciones en la [Tabla 78](#) y la [Tabla 79](#). Ver la [Figura 112](#).



* El controlador 7683 es interno al GC 6890. El Inyector G2613A y la bandeja 2614 se conectan directamente al GC.

Figura 112 GC—ChemStation de GC/Cerity en red—Inyector automático de líquidos del GC

Número	Referencia y descripción
1	92268 B, Cable LAN, Par Ethertwist 4
2	G1530-61120, RS-232/cable para modem o 24540-80012, RS-232/cable para modem

Tabla 78 Requisitos de los cables

Instrumento al que se conecta:	Cable(s) necesario(s)	Nº Referencia
Automático de Líquidos 7683	El cable del inyector es el cable de la bandeja	G2614-60610
ChemStation GC	LAN (ver abajo)	
Muestreador de espacio de cabeza7694	Remoto, Macho 9 pin/Conector de 6 pin	G1290-60570
7695 Muestreador de purga y trampa	Remoto, Macho 25 pin/Macho 9 pin	G1500-60820
Integrador 3395A	Remoto, 9 pin/15 pin Análogo, 2 m, 6 pin	03396-61020 G1530-60570
Integrador 3395B	Remoto, 9 pin/15 pin Análogo, 2 m, 6 pin	03396-61010 G1530-60570
Integrador 3396B	Remoto, 9 pin/15 pin Análogo, 2 m, 6 pin	03396-61020 G1530-60570
Integrador 3396C/3397	Remoto, 9 pin/15 pin Análogo, 2 m, 6 pin	03396-61010 G1530-60570
Integrador no Agilent	Análogo, 2 m, 6 pin	G1530-60560
Convertidor A/D 35900 C/D/E	Remoto, Macho 9 pin/Macho 9 pin Análogo, 2 m, 6 pin	G1530-60930 G1530-60570
Detector selectivo de masas	Remoto, 2-m, Macho 9-pin/Macho 9-pin	G1530-60930
Modem	Modem, Hembra 9-pin/Macho 9-pin, o Modem, Hembra 9-pin/Macho 25-pin	G1530-61120, o 24540-80012
Sistema de datos no Agilent	Remoto, uso general, macho 9 pin/patas planas Parámetro externo, 8 pin/patas planas	35900-60670 (2 m), 35900-60920 (5 m), 35900-60930 (0,5 m) G1530-60590
Instrumento no Agilent, no especificado	Parámetro externo, 8 pin/patas planas	G1530-60590
Válvulas de selección de canal Válvulas de inyección de gases	Consultar la documentación adjunta a la válvula	
LAN	Par Ethertwist 4	92268B

Tabla 79 Cables para otros instrumentos de un sistema 6890

Instrumento 1	Instrumento 2	Tipo de cable	Nº Referencia
Detector selectivo de masas	ChemStation GC	LAN	92268B
ChemStation GC	Modem	RS-232	24540-80012, o G1530-61120
Muestreador de espacio de cabeza 7694	ChemStation GC	RS-232, Hembra 9 pin/ Macho 9 pin	24542U
Muestreador de espacio de cabeza 7694	Integrador	RS-232, Macho 15 pin/ Hembra 9 pin	03396-60530
Muestreador de espacio de cabeza 7694	No especificado, no Agilent instrumento	Decimal codificado en binario cable	03396-60570
Detector selectivo de masas	Purga y trampa o muestreador de espacio de cabeza	Cable divisor ("Y") para remoto, 1 conector macho y 2 hembra	G1530-61200
		Cable divisor ("H") para APG remote, 2 conectores macho y 2 hembra	35900-60800

Diagramas de cables

Si se conecta el GC a un instrumento no Agilent o al convertidor A/D 35900, debe conocerse la función de cada cable. Ver la [Tabla 80](#).

Cable analógico, uso general

El GC utiliza el cable analógico de uso general para comunicarse con un integrador no Agilent. El cable de uso general se utiliza también con detectores no Agilent. Ver la [Figura 113](#).

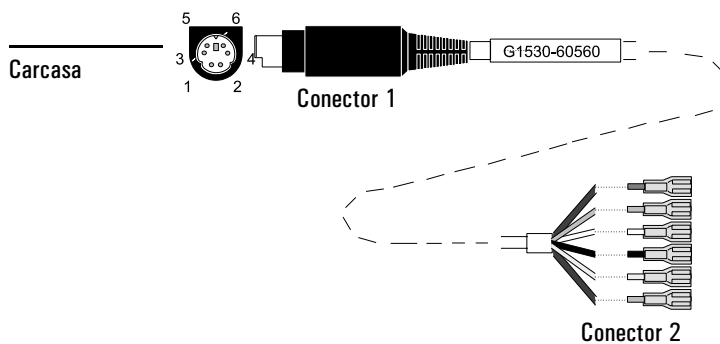


Figura 113 Cable analógico, de uso general (Nº ref. G1530-60560)

Tabla 80 Cable analógico, Conexiones de salida de uso general

Conector 1	Conector 2— Conexión rápida	Señal
1	Marrón o violeta	0 a 1 mV (-)
2	Blanco	0 a 1 V, de 0 a 10 V(-)
3	Rojo	0 a 1 mV (+)
4	Negro	1 V (+)
6	Azul	10 V (+)
Carcasa	Naranja	Tierra

Cable de arranque/parada remota

Existen dos puertos para arrancar y detener los instrumentos remotamente. Por ejemplo, puede haber un integrador, un inyector automático de líquidos y un cromatógrafo de gases conectados con cables remotos. Pueden sincronizarse hasta un máximo de 10 instrumentos utilizando cables remotos. Ver la [Figura 114](#) y la [Tabla 81](#).

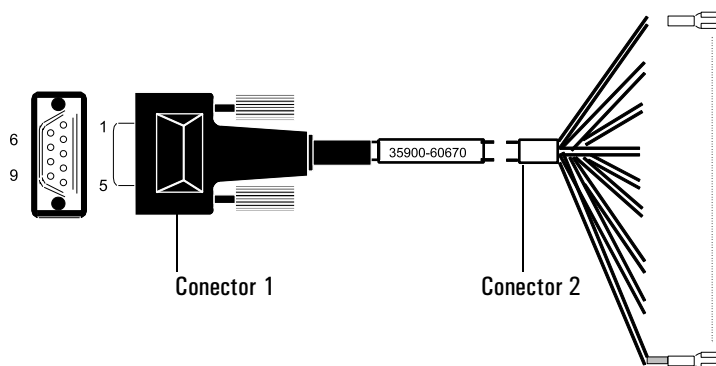


Figura 114 Cables de arranque/parada remota

Tabla 81. Conexiones de arranque/parada remota

Conector 1 Macho 9 pines	Conector 2 35900-60670, patas planas	Nombre de señal
1	Negro	Tierra digital
2	Blanco	Preparar (tono bajo)
3	Rojo	Inicio (tono bajo)
4	Verde	Iniciar relé (cerrado durante el inicio)
5	Marrón	Iniciar relé (cerrado durante el inicio)
6	Azul	Circuito abierto
7	Naranja	Preparado (entrada verdadera alta)
8	Amarillo	Parada (tono bajo)
9	Violeta	Circuito abierto

Cable decimal de código binario

El cable BCD contiene ocho entradas pasivas que detectan los niveles totales decimales en código binario. Ver la [Figura 115](#) y la [Tabla 82](#).

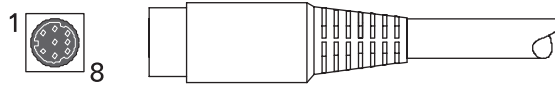


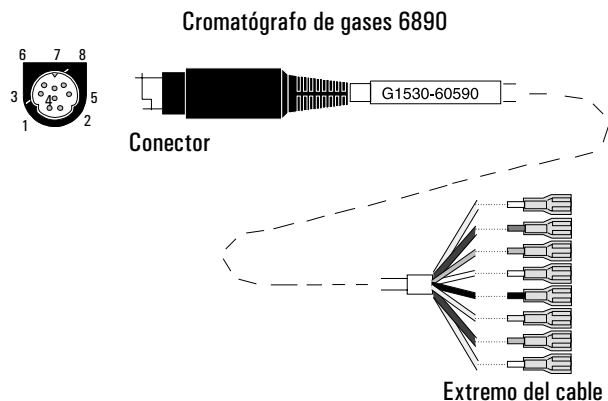
Figura 115 Cable de entrada BCD típico

Tabla 82. Conexiones de entrada BCD

Pin	Función	Rangos máximos
1	Relé	48 V AC/DC, 250 mA
2	Relé	48 V AC/DC, 250 mA
3	LS digit 0	
4	LS digit 1	
5	LS digit 2	
6	LS digit 3	
7	MS digit 0	
8	GND	
Blindaje	Tierra del chasis	

Cable para el envío de señales eléctricas al exterior

Para controlar los dispositivos externos, están disponibles dos cierres de contacto relé pasivos y dos salidas de 24 voltios. Los aparatos conectados a los cierres de contacto pasivo deben conectarse a su propia fuente de alimentación. Ver la [Figura 116](#) y la [Tabla 83](#).



**Figura 116 Cable para envío de señales eléctricas al exterior
(n° ref. G1530-60590)**

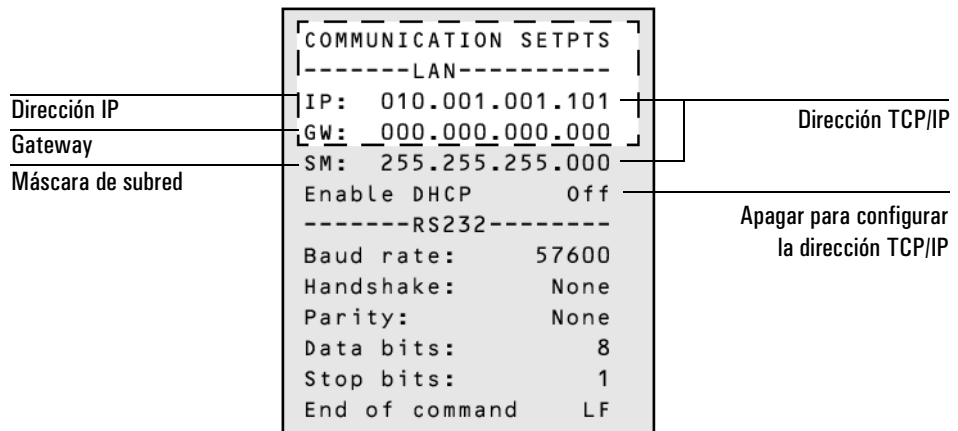
Tabla 83 Conexiones al exterior

Conector	Nombre de señal	Rangos máximos	Extremos del cable	Corresponde a la válvula n°
Salida control 24V				
1	24 volt output 1	salida de 75 mA	Amarillo	5
2	24 volt output 2	salida de 75 mA	Negro	6
3	Ground		Rojo	
4	Ground		Blanco	
Cierres de contacto relé (normalmente abierto)				
5	Contact closure 1	48V ac/dc, 250 mA	Naranja	7
6	Contact closure 1		Verde	7
7	Contact closure 2	48 V AC/DC, 250 mA	Marrón o violeta	8
8	Contact closure 2		Azul	8

4. **Para configurar la dirección de LAN desde el teclado frontal del GC,** ir a Enable DHCP y seleccionar Off.

- Introducir la información de la dirección TCP/IP en los espacios oportunos.
- Pulsar [Enter] para introducir cada entrada, o bien pulsar [Clear] para cancelar los cambios.
- Después de cada entrada, se pedirá que se apague el GC y se vuelva a encender. Pulsar una tecla cualquiera para borrar este mensaje.

Una vez realizadas todas las entradas, apagar el GC y volver a encenderlo para utilizar la nueva configuración.



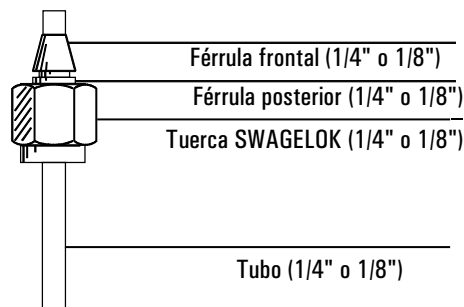
30 Conexiones SWAGELOK

Conexiones SWAGELOK

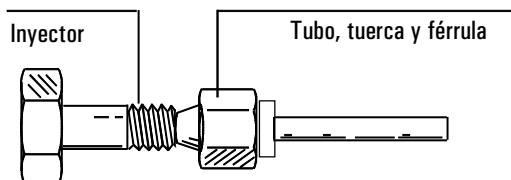
El tubo de suministro de gas se conecta con adaptadores SWAGELOK. Si no se está familiarizado con la realización de conexiones SWAGELOK, revisar el siguiente procedimiento. El procedimiento explica como conectar el tubo a un adaptador, tales como la entrada de inyector y detector o el tanque de suministro de gas.

Materiales necesarios:

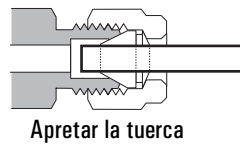
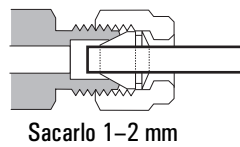
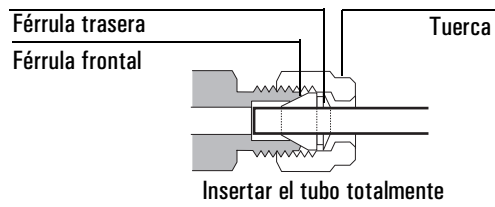
- Tubo de cobre de 1/8" (o 1/4", si se utiliza), preacondicionado
 - Tuercas de 1/8" (o 1/4", si se utiliza) SWAGELOK y férrulas frontal y posterior.
 - Dos llaves inglesas de 7/16"
1. Conectar una tuerca SWAGELOK de 1/8", férrula posterior y frontal al tubo.



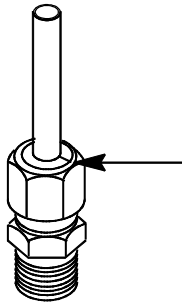
2. Asegurarse de que la férrula frontal toca la entrada, y deslizar la tuerca SWAGELOK por la férrula, apretándola bien a mano.



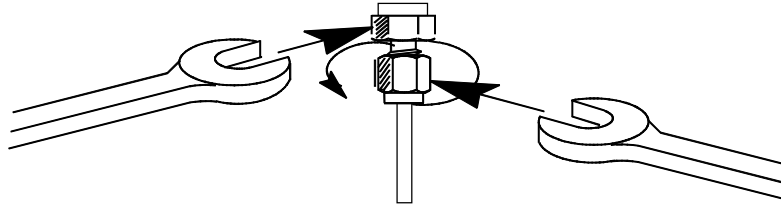
- Introducir el tubo totalmente en el adaptador hembra, y sacarlo aproximadamente 1-2 mm.



- Marcar el adaptador SWAGELOK con un lápiz.



5. Si se utilizan adaptadores SWAGELOK de 1/8", sujetando el adaptador con la otra llave de 7/16", apretar el adaptador 3/4 de vuelta. Si se utilizan adaptadores de 1/4", apretarlas 1 1/4 vuelta.



Este procedimiento de apretar las tuercas SWAGELOK proporciona un sellado sin fugas en todas las conexiones de tubos.

Índice íntegro

A

Acondicionamiento
columna
pasos preliminares 157
columnas 156
columnas capilares 158
columnas empaquetadas 159
trampas 160

Adaptador
detector
instalación 147
Inyector PTV, cambio 428
medidor de burbuja 97

adaptadores de rosca 691

Agujas, sílice fundida
inyector de refrigeración
en columna 368, 369

ahorrador de gas 286
Indicadores 39

Aire para el mecanismo de activación
Conexión 714
Requisitos 696

Aire para el mecanismo de activación
de la válvula
Conexión 714
Requisitos 696

Alineadores
inyector con/sin división 294
inyector de empaquetadas
con purga 329, 331
Inyector PTV 436
sustitución 438

Almacenaje
método 200
secuencia 233

Analógico
Cable G1530-60560 721
Cable G1530-60570 719
cero 173

Arandela
columnas empaquetadas de vidrio 155

Arranque/parada remota

Cable 03396-61010 719
Cable 03396-61020 719
Cable 35900-60670 722
Cable 35900-60670,
conexiones identificadas 722
Cable de uso
general 35900-60670 (2 m) 719
Cable de uso
general 35900-60920 (5 m) 719
Cable de uso
general 35900-60930 (0,5 m) 719
Cable G1530-60930 719
Puerto de comunicación 717

Asterisco 36

Atenuación 175

Aumentar la presión del septum 293

Auto Prep Run (Preparación automática
del análisis) 288

Automatización del instrumento 185

Avisos 31

B

Baterías 29

BCD
Cable 03396-60570 720
G1530-60630 723
Puerto de comunicaciones 717

Beep 37, 54

Bloqueo
teclado 54

Borrar
método 204
secuencia 236

C

Cabeza del septum
Inyector PTV 434
retirar 434

Índice íntegro

- Cabeza sin septum
 - inyector PTV
 - limpieza 431
 - retirar 430
- Cabezas de muestreo
 - inyector PTV 384
- Cable de corriente
 - Requisitos 681
- Cable de encendido, FID
 - sustitución 544
- Cables
 - 03396-60530, RS-232 720
 - 03396-60570, BCD 720
 - 03396-61010, Remoto 719
 - 03396-61020, Remoto 719
 - 24540-80012
 - Modem 719
 - RS-232 720
 - 24542U, RS-232 720
 - 35900-60670, Remote, diagrama 722
 - 92268B, LAN 718, 719
 - G1530-60560, Analógico, Diagrama 721
 - G1530-60570, Analógico 719
 - G1530-60590, Envío de señales
 - eléctricas al exterior 719, 724
 - G1530-60630, BCD 723
 - G1530-60930, remoto 719
 - G1530-61120
 - Modem 719
 - RS-232 720
 - G1530-61200, APG, Divisor 720
 - G2614A-60610, cable
 - de bandeja 2619A 719
 - Requisitos
 - Comunicaciones del GC 719
 - Requisitos de los cables que no son del GC 720
- Calibración
 - EPC 93
 - opción 54
- cambio de la arandela
 - inyector con/sin división 314, 315
 - inyector de empaquetadas
 - con purga 340
- Cambio del septum
 - inyector con/sin división 311, 312
 - inyector de empaquetadas
 - con purga 337
 - inyector de refrigeración
 - en columna 356, 370, 371
 - inyector PTV 435
- Canales
 - auxiliares 89
 - cambio de fritas 92
- Canales auxiliares 89
- Cargar
 - método 201
 - método por defecto 202
 - parámetros por defecto 62
 - secuencia 234
- Cartucho del filtro de bloqueo de la salida
 - con división, cambio
 - inyector con/sin división 319, 439, 479
- ChemStation
 - Comunicación con el detector
 - selectivo de masas 720
 - Comunicación con el GC 719
 - Comunicación con el inyector
 - automático de líquidos 720
 - Comunicación con el modem 720
 - Especificaciones 679
 - procesado de la señal 177
- Cinta de teflón 691
- Clock Table (Tabla horaria)
 - Indicador 39
 - tecla 61
- Colgador
 - columnas capilares 121

Índice íntegro

Columna

- condicionamiento 156
- capilar
 - colgador 121
 - férrulas 140
 - preparación 122
- compensación 179
 - realización de un análisis 181
 - representación gráfica del perfil 183
- configuración 71
- desconexión automática 66
- empaquetada
 - condicionamiento 159
- empaquetada de vidrio
 - instalación 153
- empaquetada metálica
 - conexiones 141
 - Fabricación de un espaciador 144
 - férrulas 149
 - instalación 148
 - Instalación de férrulas 146
 - preparación 143
- Interfase de volátiles
 - instalación 471
- Inyector PTV
 - instalación 429
- modos 75
- perfil de compensación 181
- selección de un modo 76
- tabla de control 282
- tamaño y velocidad de flujo 78

Columnas capilares

- condicionamiento 158

Columnas de vidrio

- instalación 153

Columnas empaquetadas metálicas

- instalación 148

Comienzo del análisis

- modo de salida de disolvente del inyector PTV 415

Compensación

- columna 179
- perfil
 - creación 181

Compensación de una sola columna 179

Compensación del encendido (Lit offset)

- FID 523

- FPD 636

Comunicaciones

- Analógico 717
- Arranque/parada remota 717
- BCD 717
- opción 54

Comunicaciones APG remote

- ver Arranque/parada remota 717

Concentrador de purga y bloqueo

- Interfase de volátiles
 - conexión 490

Conexión con un muestreador

- Interfase de volátiles 485

Conexión SWAGELOK 707

Conexiones

- Comprobación de fugas 710
- Conexión al tubo 729

Conexiones SWAGELOK

- Comprobación de fugas 710
- Conexión al tubo 729
- T, conexión 707

Configuración

- columna 71
- definición 69
- gas auxiliar 517
- gas portador 74
- hora y fecha 51
- horno 106
- instrumento 56
- Interfase de volátiles
 - modo directo 467
- inyector
 - 7683 210
- inyector no EPC 496

Índice íntegro

Configuración *continuación*
 Inyector PTV 386
 Post-análisis 51
 tabla de estado de los parámetros 49
 válvula 218

Configuración de la fecha 51
Configuración del inyector
 inyección de volumen grande 420

Configuraciones del sistema
 Introducción 678

Constant flow 75

Constant pressure 75

Control de
 válvulas
 tabla de análisis u horaria 220
 teclado 220

Control electrónico de la neumática
 definición 65

Convertidor analógico/digital, 35900 679, 719

Corrección de fugas
 Interfase de volátiles 484
 inyector con/sin división 325
 inyector de empaquetadas
 con purga 346
 inyector de refrigeración
 en columna 378
 Inyector PTV 444

Creación
 método 199
 secuencia 230
 subsecuencia de muestreador 231
 subsecuencia de válvula 232

Criogénico
 horno 117

Cromatograma de prueba 183

Cronómetro 51

Cryo
 parámetro del horno 117

Cryo fault
 parámetro del horno 118

Cryo timeout
 parámetro del horno 118

CryoBlast
 inyector de refrigeración
 en columna 361

Cursor 36

D

decimal codificado en binario 717

Deflector de los gases de salida del horno
 Conexión al GC 703
 Utilización 676

Desconexión
 columna 66
 criogénica 118, 388
 hidrógeno 66
 horno 105

Desconexión automática del detector
 FID 522

Desconexión criogénica 118
 Inyector PTV 388

Desconexión del horno 105

Desplazamiento 36

Detector
 Conexión del gas a la entrada 709

ECD
 conexiones 87

ECD y μ -ECD
 instalación de columnas
 capilares 134

FID
 instalación de columnas
 capilares 130

FID y NPD
 conexiones 85

FPD
 instalación de columnas
 capilares 137

Gases recomendados 683, 684

Índice íntegro

- Detector *continuación*
 - Instalación de adaptadores 147
 - introducción 512
 - NPD
 - instalación de columnas capilares 130
 - tabla de control 513
 - TCD
 - conexiones 86
 - instalación de columnas capilares 133
 - tecla Det Control 519
 - velocidad de flujo 518
- Detector de captura de electrones
 - Conexión de las tuberías de gas 709
 - ECD
 - condiciones de control 619
 - cromatograma de control 621
 - seguridad 613
 - Gases recomendados 684, 685
 - instalación de columnas capilares 134
 - μ -ECD 609, 617
 - corrección de problemas 623
 - electrómetro 615
 - gases 615
 - limpieza térmica 626
 - linealidad 614
 - mantenimiento 622
 - parámetros 616
 - tabla de control 618
 - temperatura 615
 - test de fugas 625
 - test de limpieza 628
- Detector de captura electrónica de micro-celda 608
- detector de conductividad térmica 553
 - análisis de hidrógeno 558
 - condiciones de control 563
 - Conexión de las tuberías de gas 709
 - corrección de problemas 566
- detector de conductividad térmica *continuación*
 - cromatograma de control 565
 - EPC 562
 - tabla de control 561
 - flujo y presión 560
 - gas auxiliar 557
 - gas de referencia 557
 - gas portador 557
 - Gases recomendados 684, 685
 - instalación de columnas capilares 133
 - limpieza térmica 567
 - mantenimiento 566
 - polaridad negativa 558
 - temperaturas 559
 - velocidad de flujo 559
- Detector de ionización a la llama
 - Conexión de las tuberías de gas 709
 - Gases recomendados 684
- Detector de ionización de llama 521, 542
 - cambio del cable de encendido 544
 - colector
 - limpieza 539
 - retirar 540
 - compensación del encendido (lit offset) 523
 - condiciones de control 530
 - cromatograma de control 532
 - desconexión automática 522
 - dispositivo 543
 - electrómetro 524
 - encendido automático 523
 - EPC 529
 - tabla de control 528
 - jets 522
 - instalación 538
 - limpieza 537
 - retirar 535
 - sustitución o limpieza 534
 - mantenimiento 533
 - picos rápidos 525

- Detector de ionización de llama *continuación*
 - presión y flujo 527
 - problemas del hardware 534
 - temperaturas 526
 - velocidad de flujo 526
 - velocidad de muestreo 524
 - Detector de nitrógeno-fósforo 568
 - detector de nitrógeno-fósforo 570, 580, 684, 685, 709
 - adjust offset 573
 - abortar 574
 - apagado 574
 - Cambio de aislantes y anillas 596
 - condiciones de control 584
 - cromatograma de control 586
 - dispositivo 607
 - electrómetro 578
 - EPC 583
 - tabla de control 582
 - flujos 580
 - hidrógeno apagado 576
 - instalación de columnas capilares 130
 - jets 579
 - limpieza 606
 - retirada e inspección 604
 - sustitución o limpieza 603
 - lecho 572, 580
 - sustitución 591
 - voltaje 576
 - limpieza 596
 - mantenimiento 587
 - pico de disolvente
 - apagar el hidrógeno 576
 - presiones y flujos 581
 - problemas del hardware 588
 - sustitución del jet 607
 - temperaturas 580
 - Tiempo de equilibrado 575
 - velocidad de muestreo 578
 - Detector fotométrico de llama 629
 - alineador 657
 - apagamiento 631
 - cambio de fotomultiplicador 660
 - compatibilidad 633
 - compensación del encendido (lit offset) 636
 - condiciones de control 643
 - Conexión de las tuberías de gas 709
 - cromatograma de control 645
 - electrómetro 639
 - filtros 632
 - Gases recomendados 684, 685
 - ignición 638
 - linealidad 630
 - longitud de onda dual 634
 - saturación 632
 - temperatura 635
 - Detector selectivo de masas
 - Comunicación con el GC 719
 - Comunicación con la ChemStation 720
 - Especificaciones 679
 - Detención
 - secuencia 238
 - Diagnósticos
 - opción 54
 - Diagnósticos de autoevaluación 704
 - Digital zero (Cero digital) 176
 - Dióxido de carbono
 - Conexión al GC 711
 - Para la refrigeración criogénica 693
 - Dióxido de carbono líquido
 - Conexión al GC 711
 - Requisitos para la refrigeración criogénica 693
- E**
- Edición
 - método 204
 - secuencia 235
 - Ejecución de una secuencia 237
-

Índice íntegro

Electrómetro

- FID 524
- FPD 639
- μ -ECD 615
- NPD 578

Encendido

- FID, automático 523

Entrada del inyector

- Conexión del gas portador 708

EPC

- calibración 93
- definición 65, 68

Error 38

Espaciador para columnas empaquetadas metálicas 144

espacio de retención 361

Especificaciones

- ChemStation 679
- Convertidor analógico/digital, 35900 679
- Detector selectivo de masas, 5972A 679
- GC 679
- Horno de rápido calentamiento 679
- Horno regular 679
- Integrador, 3395 y 3396 679
- Muestreador de espacio de cabeza, 7694 679
- Ordenador personal 679
- Vetra 679

Estrategia 28

F

Férrula de teflón del inyector PTV, cambio 433

Férrula de teflón, inyector PTV sustitución 433

Férrulas

- columnas capilares 140
- columnas empaquetadas de vidrio 155
- Columnas empaquetadas metálicas 149
- instalación 146
- Teflón, cambio 433

Filtro

- cartucho de bloqueo de la salida con división, cambio
- Inyector con/sin división 319, 439, 479
- FPD 632

Flujo

- calibración del sensor 93
- constante 75
- FID 526
- inicial 77
- interpretación 99
- Inyector PTV
- modo de salida de disolvente 411
- medida con un flujómetro de burbuja 96
- NPD 580
- problemas 100
- programación 80
- rampas 75
- TCD 559
- velocidades máximas 518

Flujo inicial 77

Flujómetro de burbuja 96

Fugas

- Comprobación 710

Fungibles

- lista 698

Fusibles 29

G

Gas

- configuración del portador 74
- entrada 515
- flujo del portador y tamaño de la columna 78

Gas auxiliar

- configuración 517
- detectores EPC 515
- flujo 515
- modos de flujo 517

Gas de referencia

- flujo TCD 557

Índice íntegro

Gas portador

- Columnas capilares 685
- Columnas empaquetadas 684
- Conexión a la entrada del inyector 708
- Velocidad de flujo y tamaño de la columna 279

Gases

- control on/off 67
- μ -ECD 615

Gases recomendados

- Columnas capilares 684
- Columnas empaquetadas 683
- Detectores 683, 684
- Pureza 686

GC

- Comunicación con otros instrumentos, introducción 717
- Dimensiones 679
- espacio requerido 677
- Especificaciones de calor 679
- Especificaciones eléctricas 679
- Interruptor On/Off 704
- Peso 679
- Rango de humedad 675
- Rango de temperatura 675
- requisitos de la mesa 677
- Requisitos de la refrigeración 675
- Requisitos eléctricos 681
- Toma de tierra 680
- ventilación 676
- ventilación de gases nocivos 676
- Voltaje de línea 680

H

Hardware

- inyector de refrigeración en columna 351

Herramientas

- lista 698
- obtener 675

Hidrógeno 277, 512

- análisis de 558
- desconexión automática 66
- NPD, apagado durante el pico de disolvente 576

Horario

- añadir eventos 195
- borrar eventos 196
- editar eventos 195
- programación 192, 193

Horno

- configuración 106
- criogénica 117
- especificaciones 104
- isotérmico 107
- Requisitos de alimentación 679
- seguridad 105
- temperatura máxima 106
- Tiempo de equilibrado 106
- velocidades rápidas 110

Horno de calentamiento rápido 679

Horno isotérmico 107

Horno regular

- Requisitos de alimentación 679

Humedad

- rangos de operación 675

I

Ignición

- FPD 638

Impresoras

- Especificaciones 679

Indicador Run Log 39

Información general 23

Inicio de una secuencia 237

Initial Temp

- Indicador 39

Índice íntegro

- Insertos
 - inyector de empaquetadas
 - con purga 329, 332
 - inyector de refrigeración
 - en columna 353
- Instalación 697
- Instalación de columnas
 - Interfase de volátiles 471
 - Inyector PTV 429
- Instalación de columnas capilares
 - ECD y μ -ECD 134
 - FPD 137
 - Interfase de volátiles 130
 - inyector con/sin división 124
 - inyector de empaquetadas
 - con purga 127
 - inyector de refrigeración
 - en columna 126
 - Inyector PTV 130
 - NPD y FID 130
 - TCD 133
- Instalación de columnas empaquetadas de vidrio 153
- Instalación de columnas empaquetadas metálicas 148
- Instalación de los jets
 - FID 538
- Instrumento, no especificado no Agilent
 - Comunicación con el GC 719
 - Comunicación con el muestreador de espacio de cabeza 720
- Integrador
 - Comunicación con el GC 719
 - Comunicación con el muestreador de espacio de cabeza 720
 - Especificaciones 679
- Integrador no Agilent 719
- Interfase de volátiles 448
 - con concentrador de purga y bloqueo 490
 - con muestreador con espacio de cabeza 486
- Interfase de volátiles *continuación*
 - conexión con un muestreador 485
 - corrección de fugas 484
 - instalación de columnas 471
 - introducción 449
 - línea de salida con división
 - desconexión 464
 - mantenimiento 470
 - modo con división 450
 - columna definida 454
 - columna no definida 455
 - parámetros 453
 - tabla de control 451
 - modo directo 462, 469
 - configuración 467
 - desconexión de la línea de salida con división 464
 - parámetros 469
 - tabla de control 467
 - modo sin división 456, 461
 - parámetros 460
 - tabla de control 457
 - sustitución o limpieza 476
 - test de fugas 481
 - conexiones de gas 480
 - preparación 483
- Introducción
 - Componentes del sistema de GC 679
 - herramientas para la instalación 698
 - piezas para la instalación 698
 - Requisitos de los cables 719, 720
 - Vista frontal del instrumento, ilustración 699
 - Vista posterior del instrumento, ilustración 700
- Introducción a los inyectores 276
- Inyección de volumen grande
 - ejemplo 422
 - requisitos de la ChemStation 419

Índice íntegro

- Inyección manual
 - inyector de refrigeración en columna
 - torre de refrigeración 359
 - tuerca del septum 359
- Inyector
 - con/sin división
 - instalación de columnas capilares 124
 - septum 293
 - tabla de control 84
 - configuración del 7683 210
 - empaquetado con purga
 - instalación de columnas capilares 127
 - Interfase de volátiles
 - instalación de columnas capilares 130
 - no EPC 95
 - configuración 496
 - parámetros 82
 - PTV
 - instalación de columnas capilares 130
 - refrigeración en columna
 - instalación de columnas capilares 126
- Inyector “split/splitless” (con/sin división) 291
- Inyector automático 205
- Inyector automático de líquidos 7683
 - configuración del inyector 210
 - lector de códigos de barras 211
 - parámetros de la bandeja de muestras 211
 - parámetros del inyector 208
 - tabla de control 207
- Especificaciones 679
- Inyector Automático de Líquidos del GC 679
- Inyector con EPC
 - Conexión del tubo 708
 - Gases recomendados 683, 684, 686
- Inyector con/sin división 293
 - alineadores 294
 - aumentar la presión del septum 293
 - cambio de la arandela 314, 315
 - cambio del sello de la base 317
 - cambio del septum 311, 312
 - Cartucho de bloqueo de la salida con división, cambio 319, 439, 479
 - corrección de fugas 325
 - instalación de columnas capilares 124
 - limpieza 326
 - mantenimiento 310
 - modo con división 296
 - no EPC 499
 - tabla de control 297
 - modo con división a pulsos 307
 - tabla de control 306
 - modo sin división 300
 - columna definida 303
 - columna no definida 304
 - no EPC 501
 - parámetros 302
 - tabla de control 301
 - modo sin división a pulsos 309
 - tabla de control 308
 - modos a pulsos 305
 - no EPC 498
 - presión 293
 - test de fugas 320
 - EPC 321
 - no EPC 323
- Inyector de empaquetadas con purga 327, 328
 - alineadores 329
 - cambio de la arandela 340
 - cambio del septum 337

- Inyector de empaquetadas con purga *continuación*
 - columna definida 335
 - columna no definida 335
 - columnas capilares 335
 - columnas empaquetadas 335
 - tabla de control 334
 - corrección de fugas 346
 - insertos 329
 - instalación de alineadores 331
 - instalación de columnas capilares 127
 - instalación de insertos 332
 - limpieza 347
 - mantenimiento 336
 - no EPC 498
 - tabla de control
 - columna definida 334
 - test de fugas
 - conexiones de gas 342
 - EPC 343
 - no EPC 344
- Inyector de refrigeración en columna 349, 350
 - aguja de sílice fundida 368, 369
 - agujas 353
 - cambio del septum 356, 370, 371
 - consideraciones criogénicas 362
 - corrección de fugas 378
 - CryoBlast 361
 - funcionamiento 364
 - hardware 351
 - insertos 353
 - instalación de columnas capilares 126
 - instalación de un inserto 357
 - inyección con tuerca del septum 353
 - inyección manual
 - tuerca del septum 359
 - limpieza 373
 - mantenimiento 365
 - modo de seguimiento del horno 361
 - problemas del hardware 367
- Inyector de refrigeración en columna *continuación*
 - programación de la temperatura 362, 363
 - rango de los parámetros 362
 - septum duckbill 355
 - test de fugas 376
 - conexiones de gas 376
 - torre de refrigeración 355, 371, 374
 - inyección manual 359
 - tuerca del septum 356, 372, 374
 - verificación del tamaño de la aguja 358
- Inyector de vaporización con temperatura programada 379
- Inyector no EPC 494
 - Gases recomendados 683, 684, 686
- Inyector PTV 382, 428
 - alineadores 436
 - cabeza de septum 434
 - retirar 434
 - cabeza sin septum
 - limpieza 431
 - retirar 430
 - cabezas de muestreo 384
 - calentamiento 385
 - cambio de adaptadores 428
 - cambio de los alineadores 438
 - cambio del septum 435
 - componentes del sistema 383
 - configuración 386
 - Corrección de fugas 444
 - desconexión criogénica 388
 - instalación de columnas 429
 - instalación de columnas capilares 130
 - inyección de volumen grande
 - configuración del inyector 420
 - ejemplo 422
 - parámetros del inyector 420
 - requisitos de la ChemStation 419
 - mantenimiento 428

Inyector PTV *continuación*
 modo con división 389
 columna definida 391
 columna no definida 392
 tabla de control 391
 modo con división a pulsos
 columna definida 396
 columna no definida 397
 tabla de control 395
 modo de salida de disolvente 409
 columna definida 417
 columna no definida 418
 Comienzo del análisis 415
 inyección de volumen grande 419
 líneas de tiempo 414
 secuencia de operaciones 412
 tabla de control 415
 temperatura, presión y flujo 411
 modo sin división 398
 columna definida 404
 columna no definida 405
 tabla de control 402
 valores de inicio 402
 modo sin división a pulsos
 columna definida 407
 columna no definida 408
 tabla de control 406
 modos a pulsos 394
 modos con división
 temperaturas 390
 piezas de recambio 445
 Puntos de fugas 444
 refrigeración 386
 requisitos del sistema 382
 temperatura 401
 Test de fugas 440
 Test de fugas del sistema 441

Inyector, EPC
 Gases recomendados 683, 684, 686
Inyector, no EPC
 Gases recomendados 683, 684, 686
Inyectores
 introducción 278

J

Jets
 FID 522
 instalación 538
 limpieza 537
 retirar 535
 sustitución o limpieza 534
 FPD
 limpieza y cambio 655
 NPD 579
 limpieza 606
 retirada e inspección 604
 sustitución 607
 sustitución o limpieza 603

K

Key click 54

L

LAN
 Cable 719
LaserJet
 Especificaciones 679
Lecho
 NPD 572, 580
 sustitución 591
 voltaje 576
Lector
 códigos de barras 211
Lector de códigos de barras
 con 7683 211

Índice íntegro

Limpieza

- Interfase de volátiles 476
- inyector con/sin división 326
- inyector de empaquetadas
 - con purga 347
- inyector de refrigeración
 - en columna 373
- Inyector PTV
 - cabeza sin septum 431
- jets, NPD 606

Limpieza térmica

- μ -ECD 626
- TCD 567

Línea de salida con división

- Interfase de volátiles
 - desconexión 464

Linealidad

- FPD 630
- μ -ECD 614

Líneas de tiempo

- modo de salida de disolvente
 - del inyector PTV 414

listado de un método 204

M

Mantenimiento

- FID 533
- Interfase de volátiles 470
- inyector con/sin división 310
- inyector de empaquetadas
 - con purga 336
- inyector de refrigeración
 - en columna 365
- Inyector PTV 428
- μ -ECD 622
- NPD 587
- programa 30
- TCD 566

Mensaje de precaución 38

Mensajes 38, 241

Método

- almacenaje 200
- borrar 204
- cargar 201
- cargar el de defecto 202
- creación 199
- definición 198
- discrepancias 203
- edición 204
- listar 204

Método por defecto 202

Microsello Merlin 435

Modem

- Cable 24540-80012 719
- Cable G1530-61120 719
- Comunicación con la ChemStation 720
- Puerto de comunicaciones 717

Modo con división

- Interfase de volátiles 450
 - columna definida 454
 - columna no definida 455
 - parámetros 453
- inyector con/sin división 296
 - columna definida 298
 - columna no definida 299

Inyector PTV 389

- columna definida 391
- columna no definida 392

Modo con división a pulsos

- Inyector PTV
 - columna definida 396
 - columna no definida 397

Modo de salida de disolvente

- inyección de volumen grande
 - requisitos de la ChemStation 419

Inyector PTV

- columna definida 417
- columna no definida 418
- inyección de volumen grande 419
- tabla de control 415

Índice íntegro

Modo de seguimiento del horno
inyector de refrigeración
en columna 361

Modo directo
Interfase de volátiles 462, 469
parámetros 469
tabla de control 467

Modo sin división
Interfase de volátiles 456, 461
parámetros 460
inyector con/sin división 300
columna definida 303
columna no definida 304
Inyector PTV 398
columna definida 404
columna no definida 405
valores de inicio 402

Modo sin división a pulsos
Inyector PTV
columna definida 407
columna no definida 408
tabla de control 406

Modos a pulsos
Inyector PTV 394
Módulo de control de la neumática 503, 504
funcionamiento, con una válvula
u otro mecanismo 507
introducción 504
operación, con inyector 506
Test de fugas
conexiones de gas 509

Muestreador de espacio de cabeza, 7694
Comunicación con el integrador 720
Comunicación con la ChemStation 720
Comunicación con un instrumento no
especificado no Agilent 720
Especificaciones 679
Interfase de volátiles
conexión 486

N
Nitrógeno
Conexión al GC 712
Requisitos para la refrigeración
criogénica 695

Nitrógeno líquido
Conexión al GC 712
Requisitos para la refrigeración
criogénica 695

Not Ready (No preparado)
Indicador 39

O
Ordenador personal
Especificaciones 679
Ordenador, no Agilent
Cable 35900-60670 (2 m) 719
Cable 35900-60920 (5 m) 719
Cable 35900-60930 (0,5 m) 719
Comunicación con el GC 719
Especificaciones 679

P
Pantalla 36
Indicador 39
parpadeo 37
Parámetros
7683
Bandeja de muestras 211
inyector 208
inyector 82
inyector de refrigeración
en columna 362
por defecto 62
programación del horno 109
Tabla de estado 49
Parámetros del inyector
inyección de volumen grande 420
Parámetros por defecto 62

Índice íntegro

- Peso
 - Componentes del sistema de GC 677
 - GC 677
 - Tabla de pesos 679
- Pico de disolvente
 - NPD, apagar el hidrógeno 576
- Picos rápidos 176
 - FID 525
 - FPD 639
 - NPD 578
- Piezas
 - lista 698
 - obtener 675
- Polaridad
 - TCD 558
- Post secuencia 229, 233
- Post-análisis
 - configuración 51
 - Indicador 39
- Pre Run (Pre-análisis)
 - Indicador 39
- Preparación análisis 286, 287
 - Auto 288
 - tecla 41, 288
- Preparación de columnas capilares 122
- Preparación de columnas empaquetadas
 - metálicas 143
- Preparación de las instalaciones 673
- Pres correct 73
- Presión
 - calibración del sensor 93
 - canales auxiliares 89
 - constante 75
 - conversión de unidades 280
 - inicial 77
 - modo de salida de disolvente 411
 - Normal 68
 - problemas 100
 - programa 80
 - rampas 75
 - selección de unidades 55
- Presión inicial 77
- Prioridad de
 - secuencia 229
- Procedimiento
 - Acondicionamiento de columnas
 - Columnas capilares 158
 - Columnas empaquetadas 159
 - Pasos preliminares 157
 - ahorrador de gas 287
 - Almacenaje
 - Método 200
 - Secuencia 233
 - Añadir eventos
 - tabla de análisis 189
 - tabla horaria 195
 - Auto Prep Run (Preparación automática del análisis) 288
 - Borrar
 - Eventos de la tabla del análisis 190
 - eventos de la tabla horaria 196
 - Método almacenado 204
 - Secuencia almacenada 236
 - Cambio
 - Frita del canal auxiliar 92
 - cambio del modo de flujo del gas auxiliar 517
 - Cargar
 - Método almacenado 201
 - Método por defecto 202
 - Parámetros por defecto 62
 - Secuencia almacenada 234
 - Con/sin división
 - cambio de la arandela 315
 - cambio del alineador 294
 - cambio del sello de la base 317
 - Cambio del septum 312
 - cartucho de bloqueo de la salida con división, cambio 319, 439, 479
 - Corrección de fugas 325
 - Limpieza del inyector 326
 - Modo con división a pulsos 307

Índice íntegro

Procedimiento *continuación*

- Modo con división, columna definida (split-column defined) 298
- Modo con división, columna no definida (split-column not defined) 299
- Modo sin división a pulsos 309
- Modo sin división, columna definida (splitless-column defined) 303
- Modo sin división, columna no definida (splitless-column not defined) 304
- test de fugas de las conexiones de gas 320
- test de fugas del inyector EPC 321
- test de fugas del inyector no EPC 323
- Con/sin división sin control EPC
 - Determinación de los flujos en modo con división (split) 499
 - Determinación de los flujos en modo sin división (splitless) 501
- Configuración 51
 - Columna capilar 72
 - Flujo inicial 79
 - Gas portador 74
 - Hora y fecha 51
 - inyector 7683 210
 - lector de códigos de barras 7683 211
 - Parámetros del inyector 83
 - Parámetros post-análisis 51, 233
 - Presión inicial 79
 - Tabla de estado de los parámetros 49
 - Válvulas 219
 - Velocidad lineal media 79

Procedimiento *continuación*

- configuración de las tablas control del detector 513
- Control de las válvulas desde el teclado 220
- Creación
 - Perfil de compensación de columna 181
 - Secuencia 230
 - Subsecuencia de muestreador 231
 - Subsecuencia de válvula 232
- definir el gas auxiliar 517
- Detención de una secuencia 238
- Edición
 - Eventos de la tabla del análisis 190
 - eventos de la tabla horaria 195
 - Método almacenado 204
 - parámetros de la bandeja de muestras 7683 211
 - parámetros del inyector 7683 208
 - Secuencia almacenada 235
- Empaquetadas con purga
 - cambio de la arandela 340
 - Cambio del septum 337
 - Corrección de fugas 346
 - instalación de alineadores 331
 - instalación de insertos de vidrio 332
 - Limpieza del inyector 347
 - test de fugas de las conexiones de gas 342
 - test de fugas del inyector EPC 343
 - test de fugas del inyector no EPC 344
 - Utilización de columnas capilares definidas 335
 - utilización de columnas capilares no definidas 335

- Procedimiento *continuación*
 utilización de columnas
 empaquetadas 335
- Empaquetadas con purga no EPC
 Determinación del flujo portador 498
- FID
 Cambio del cables de encendido 544
 cambio del valor de
 autoencendido 524
 instalación del jet 538
 limpieza del colector 542
 Limpieza del jet 537
 montaje del detector 543
 retirada e inspección del jet 535
 Retirar el colector 540
 utilización con EPC 529
 utilización de picos rápidos 525
- Inicio/ejecución de una secuencia 237
- Instalación de columna empaquetadas
 Columnas de vidrio 153
- Instalación de columnas capilares
 ECD y μ -ECD 134
 FID 130
 FPD 137
 Interfase de volátiles 130
 Inyector con/sin división 124
 Inyector de empaquetadas
 con purga 127
 Inyector de refrigeración
 en columna 126
 Inyector PTV 130
 NPD 130
 Preparación de la columna 122
 TCD 133
- Instalación de columnas empaquetadas
 Adaptadores del detector 147
 columnas metálicas 148
 Fabricación de un espaciador 144
- Procedimiento *continuación*
 Férrulas para columnas
 metálicas 146
- Interfase de volátiles
 Cambio o limpieza de la interfase 476
 Conexión del concentrador
 de purga y bloqueo 490
 Conexión del muestreador
 con espacio de cabeza 486
 Configuración de una inyección
 directa 467
 Corrección de fugas 484
 Desconexión de la línea de salida
 con división 464
 Instalación de columnas 471
 Modo con división, columna
 definida (split-column
 defined) 454
 Modo con división, columna no
 definida (split-column not
 defined) 455
 Modo directo 469
 Modo sin división 461
 Preparación para el test de fugas 483
 test de fugas de las conexiones
 de gas 480
 Test de fugas del sistema 481
- Interrupción y reinicio de
 una secuencia 238
- Inyector PTV
 test de fugas de las conexiones
 de gas 440
- Inyectores no EPC
 Configuración 496
- Llevar a cero
 Señal analógica 173
 Sensores de flujo y presión 94

Índice íntegro

Procedimiento *continuación*

μ -ECD

Comprobar las fugas de gas 625

Funcionamiento 617

Limpieza térmica 626

NPD

Cambio de aislantes y anillas 596

Determinación del tiempo

de equilibrado 575

fijar velocidad de muestreo 578

Limpieza del detector y colector 596

Limpieza del jet 606

montaje del detector 607

montaje del jet 607

retirada e inspección del jet 604

sustitución del dispositivo

del lecho 591

utilización con EPC 583

PCM

test de fugas de las conexiones

de gas 509

Utilización de columnas capilares

definidas 509

Utilización de columnas

empaquetadas y

no definidas 508

Programación

Eventos de la tabla del análisis 188

eventos de la tabla horaria 192, 193

Flujo en columna (ml/min) 80

Horno isotérmico 107

Presión en columna 80

Temperatura de múltiples rampas

del horno 112

Temperatura de rampa individual

del horno 111

Procedimiento *continuación*

PTV

Cambio de la férula de teflón 433

Cambio de los adaptadores del

inyector 428

Cambio de los alineadores 438

Cambio del septum 435

Corrección de fugas 444

Instalación de columnas 429

Limpieza de la cabeza sin septum 431

Modo con división a pulsos,

columna definida (pulsed

split-column defined) 396

modo con división a pulsos,

columna no definida 397

Modo con división, columna

definida (split-column

defined) 391

Modo con división, columna no

definida (split-column not

defined) 392

Modo de salida de disolvente,

columna definida 417

Modo de salida de disolvente,

columna no definida 418

Modo sin división a pulsos, columna

definida (splitless-column

defined) 407

Modo sin división a pulsos, columna

no definida (pulsed splitless-

column not defined) 408

Modo sin división, columna

definida (splitless-column

defined) 404

Modo sin división, columna no

definida (splitless-column

not defined) 405

- Procedimiento *continuación*
Retirada de la cabeza del septum 434
Retirada de la cabeza sin septum 430
- Refrigeración en columna
Cambio de la aguja de sílice fundida 368
Cambio de la torre de refrigeración 356
Cambio de la tuerca del septum 356
Cambio del septum 356, 371
Corrección de fugas 378
Funcionamiento 364
Instalación de insertos 357
Instalación de una aguja de sílice fundida 369
Inyección manual con torre de refrigeración 359
Inyección manual con tuerca del septum 359
Limpieza del inyector 373
Programación de la temperatura 363
Revisión de la aguja/columna 358
test de fugas de las conexiones de gas 376
Test de fugas del inyector 376
- Representación gráfica
Perfil de compensación de columna 183
- Selección
Modo de columna 76
Picos rápidos 176
- TCD
Limpieza térmica 567
utilización con EPC 562
- Utilización
Compensación de columna 181
Cronómetro 51
Flujómetro 98
- Procedimientos de instalación
Colocación del sistema sobre el banco de trabajo 702
Conexión de cables 716
Conexión de la entrada del detector 709
Conexión de los tubos al suministro de gas 705
Conexión de trampas 706
Conexión de tubos a la entrada de un inyector 708
Conexión de tubos a la entrada del inyector 708
Conexión del aire para el mecanismo de activación de la válvula 714
Conexión del deflector de los gases de salida del horno 703
Conexión del líquido criogénico Dióxido de carbono 711
Nitrógeno 712
Conexión del tubo a la entrada del detector 709
Conexión del tubo de dióxido de carbono líquido 711
Conexión del tubo de nitrógeno líquido 712
Configuración del GC 726
desembalaje del GC 702
Diagnósticos de autoevaluación 704
- Programación
de presión 80
flujo 80
Horario 192, 193
temperatura del horno 108
temperatura del inyector de refrigeración en columna 362
tiempo de análisis 186, 188
Zona de temperatura auxiliar 215
- Programación de la temperatura inyector de refrigeración en columna 362, 363
- Programación de la temperatura auxiliar 215

Índice íntegro

Q

- Quenching (Apagamiento)
 - FPD 631
- Quick cryo cool
 - parámetro del horno 117

R

- Radix type 55
- Ramped flow 75
- Ramped pressure 75
- Rango
 - Salida analógica 174
- Refrigeración
 - horno 117
- Refrigeración criogénica
 - Conexión del dióxido de carbono líquido 711
 - Conexión del nitrógeno líquido 712
 - Dióxido de carbono 693
 - Nitrógeno 695
 - Requisitos 692
- Regulador de purga 289
 - no EPC 95
- Reguladores de presión
 - adaptadores de rosca 691
 - Conexión a los tubos de gas 691
 - Recomendaciones 690
- reguladores de presión de dos pasos 690
- Remote Indicador 39
- Requisitos de alimentación
 - Cable 681
 - Consumo máximo 681
 - Tipo de horno 681
 - Voltajes 681
- Requisitos de espacio
 - configuraciones del sistema GC 677
 - GC 677
- Requisitos de la refrigeración
 - GC 675

- Requisitos de ventilación
 - deflector de ventilación del horno 676
 - Detectores 676
 - Horno 676
 - Inyector con/sin división 676
- Requisitos eléctricos
 - Cable 681
 - Consumo máximo 681
 - Tipo de horno 681
 - Voltajes 681
- Requisitos medioambientales, GC
 - Humedad 675
 - Temperatura 675
- RS-232 720
- Run Indicador 39

S

- Salida
 - analógico 173
 - Llevar a cero 173
- Salida analógica 717
 - atenuación 175
 - rango 174
- Secuencia
 - abortar 239
 - almacenaje 233
 - borrar 236
 - cargar 234
 - creación 230
 - definición 227
 - tabla de control 227
 - detención 238
 - edición 235
 - inicio y ejecución 237
 - integrador 240
 - interrupción y reinicio 238
 - post 229
 - post secuencia 233
 - subsecuencia
 - definición 230

Índice íntegro

Secuencia *continuación*
 subsecuencia de muestreador
 creación 231
 subsecuencia de válvula
 creación 232
 tabla de control 227, 236
Secuencia prioritaria 229
Seguridad
 ECD 613
Selección de un modo de columna 76
Señal
 analógico 173
 ChemStation 177
 conversión 170
 escala de salida 174
 grabar digital 176
 Llevar a cero 173
 tabla de control 169
 tipo 169
 valor 169
Señales eléctricas al exterior
 Cable G1530-60590 719, 724
 conector 217
Sistema
 Especificaciones de
 los componentes 679
Sistema de datos, no Agilent
 Comunicación con el GC 719
Sistema GC
 Cables 716, 719, 720
 Comunicación entre
 instrumentos 716, 720
 Configuraciones 678
 Diagramas 718
 Especificaciones de los componentes
 679
Sonido
 tecla 54

Subsecuencia
 definición 230
 muestreador
 creación 231
Suministro de gas
 Conexión 705
 Conexión de los tubos 705
 Recomendaciones de pureza 686
sustitución del lecho 591

T

Tabla de control
 columna 282
 columna no definida
 inyector de empaquetadas
 con purga 334
 columnas empaquetadas 284
 columnas sin definir 284
 definición 24
 definición de secuencia 227
 detector 513
 FID
 EPC 528
Interfase de volátiles
 modo con división 451
 modo directo 467
 modo sin división 457
inyector automático de líquidos
 7683 207
inyector con/sin división 84
 modo con división 297
 modo con división a pulsos 306
 modo sin división 301
 modo sin división a pulsos 308
inyector de empaquetadas
 con purga 334
inyector no EPC 497, 498

Índice íntegro

Tabla de control *continuación*

- Inyector PTV
 - modo con división 391
 - modo con división a pulsos 395
 - modo de salida de disolvente 415
 - modo sin división 402
 - modo sin división a pulsos 406
- μ-ECD 618
- NPD
 - EPC 582
- secuencia 236
- secuencia almacenada 227
- señal 169
- TCD
 - EPC 561
- teclado y pantalla 54
- utilización 25

Tabla de estado 48

Tamaño de la aguja

- inyector de refrigeración en columna 358

Tecla Back Det 42

Tecla Back Injector 61

Tecla Back Inlet 42

Tecla Clear 59

Tecla Config 56

Tecla de Stop 41

Tecla Delete 59

tecla Det Control 44, 519

Tecla Flow 43

Tecla Front Det 42

Tecla Front Injector 61

Tecla Front Inlet 42

Tecla Info 46

Tecla Load 61

Tecla Method 61

Tecla Mode/Type 58

Tecla Options 53

Tecla Oven 42

Tecla Pres 43

Tecla Ramp # 45

Tecla Run Log 52

Tecla Run Table 61

Tecla Sample Tray 61

Tecla Seq 61

Tecla Seq Control 61

Tecla Status 48

Tecla Store 61

Tecla Valve # 61

Teclado 40

- lock 54

Teclas Aux # 42

Teclas Col Comp n 42

Teclas Col n 42

Teclas Signal n 42

Temp. inicial

- programación del horno 109

Temperatura

- FPD 635
- Inyector PTV 401
 - modo de salida de disolvente 411
 - modos con división 390
- isotérmico 107
- máxima del horno 106
- μ-ECD 615
- Normal 68
- NPD 580
- programación del horno 109
- programada 108
- rangos de operación 675
- TCD 559
- tecla 43

Temperatura ambiente

- parámetro del horno 118

Temperatura final

- Indicador 39
- programación del horno 109

Test de fugas

- Interfase de volátiles 481
 - conexiones de gas 480
 - preparación 483

Índice íntegro

- Test de fugas *continuación*
 - inyector con/sin división
 - conexiones de gas 320
 - EPC 321
 - no EPC 323
 - inyector de empaquetadas con purga
 - conexiones de gas 342
 - EPC 343
 - no EPC 344
 - inyector de refrigeración
 - en columna 376
 - conexiones de gas 376
 - inyector PTV 441
 - conexiones de gas 440
 - puntos de fugas 444
 - μ-ECD 625
 - módulo de control de la neumática
 - conexiones de gas 509
- Test de limpieza
 - μ-ECD 628
- Tiempo
 - configuración 51
 - tecla 50
- Tiempo de equilibrado
 - horno 106
 - NPD 575
- Tiempo del análisis
 - añadir eventos 189
 - borrar eventos 190
 - editar eventos 190
 - máximo 109
 - programación 188
- Tiempo final
 - programación del horno 109
- Tiempo inicial
 - programación del horno 109
- Toma de tierra
 - GC 680
- Torre de refrigeración
 - inyector de refrigeración
 - en columna 355, 371, 374
- Trampa de carbón activo
 - Descripción 691
 - Instalación 706
- Trampa de hidrocarburos
 - Descripción 691
 - Instalación 706
- Trampa de humedad
 - Descripción 691
 - Instalación 706
- Trampa de oxígeno
 - Descripción 692
 - Instalación 706
- Trampa de tamiz molecular
 - Descripción 691
 - Instalación 706
- Trampas
 - acondicionamiento 160
 - Carbón activo 691
 - Conexión a los tubos de gas 706
 - humedad 691
 - Introducción 691
 - oxígeno 692
 - Tamiz molecular 691
 - Trampa de hidrocarburos 691
 - Válvula de "Split" (división) 676
- Tuberías del gas
 - adaptadores de rosca 691
 - Conexión de trampas 706
 - Diagrama 706
 - Introducción 687
 - Recomendaciones 687
 - Regulador de presión de dos pasos 690
- Tubo 707
 - Para el suministro de gases 689
- Tubo de acero inoxidable
 - Conexión para la refrigeración criogénica 711

Índice íntegro

Tubo de cobre

- Conexión a la entrada del detector 709
- Conexión a la entrada del inyector 708
- Conexión al suministro de gas 705
- Conexión para la refrigeración
criogénica 712
- Recomendaciones 689

Tubo de suministro de gas

- Comprobación de fugas 710
- Conexión a la entrada del detector 709
- Conexión a la entrada del inyector 708
- Conexión al suministro de gas 705
- Conexión de una T 707
- Determinación de la longitud 705
- Diámetro 689
- Recomendaciones 689

Tubo fotomultiplicador, FPD, cambio 660

Tuerca del septum

- inyector de refrigeración
en columna 353, 372, 374
- cambio 356

U

Unidades

- de presión 55
- uso del hidrógeno 277, 512

V

Vacuum correct 73

Valor

- actual 37
- valor programado 37

Valor actual 37

Valor programado 37

Válvula

- caja 214
- calentamiento 214
- Comunicación con el GC 719
- configuración 218
- controladores 216

Válvula *continuación*

- controladores externos 217
- controladores internos 216
- muestreo de gases 222
- posición múltiple 223
- programación de la temperatura 215
- selección de columna 221
- selección de corriente 223
- subsecuencia
creación 232

Válvula de inyección de gases 222

- Comunicación con el GC 719

Válvula de selección de corriente 223

- Comunicación con el GC 719

Variaciones de la línea base

- Señal digital 176

Vectra 679

- Comunicación con el detector
selectivo de masas 720
- Comunicación con el GC 719
- Comunicación con el modem 720
- Comunicación con el muestreador
de espacio de cabeza 720
- Especificaciones 679

Velocidad

- datos 175
- horno rápido 110
- Indicador 39
- lineal media 77
- programación del horno 109

Velocidad de muestreo

- ChemStation 177
- definición 175
- FID 524
- NPD 578

Velocidad lineal 77

Voltaje

- Requisitos por país 682

Voltaje de línea

- Requisitos 680
- Requisitos por país 682

Z

Zero

analógico 173

digital 176

Señal resultante 173

sensores de flujo y presión 93

