



# Agilent 7890B Cromatógrafo de gases

# Manual de funcionamiento



Agilent Technologies

# Avisos

#### © Agilent Technologies, Inc. 2013

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

### Número de referencia del manual

G3430-95054

#### **Edición**

Primera edición, enero de 2013

Impreso en EE. UU. o China

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

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

#### Garantía

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

#### Avisos de seguridad

## PRECAUCIÓN

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

## **ADVERTENCIA**

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

# Contenidos

#### 1 Introducción

Cromatografía con un GC 10 Panel de operaciones 11 Pantalla 12 Indicadores de estado 12 Avisador acústico 13 Valor parpadeante 13 Teclado 14

#### 2 Conceptos básicos de funcionamiento

Descripción general 16

Control del instrumento 17

Para poner en marcha el GC 18

Para apagar el GC durante menos de una semana 19

Para apagar el GC durante más de una semana 20

Corrección de problemas 21

#### 3 Funcionamiento del teclado

Teclas de ejecución 24 Teclas de los componentes del GC 25 Tecla de estado 26 Tecla de información 27 Teclas de introducción de datos generales 28 29 Teclas auxiliares Teclas de automatización y almacenamiento de métodos 30 Funcionalidad del teclado cuando se controla el GC mediante un sistema de datos de Agilent 31 Tecla de modos de servicio 31 Acerca del estado del GC 32 Panel de estado 32 Tonos de alerta 32 Condiciones de error 33 Valor parpadeante 33 Acerca de los registros 35 Registro de mantenimiento 35

#### 4 Métodos y secuencias

Qué es un método 38 Qué se guarda en un método 38 Qué ocurre cuando se carga un método 39 Crear métodos 40 Para cargar un método 41 Para almacenar un método 41 Qué es una secuencia 43 Crear secuencias 43 Automatización del análisis de datos, desarrollo de métodos y desarrollo de secuencias 48

#### 5 Ejecución de un método o una secuencia desde el teclado

Ejecución de métodos desde el teclado 50
Para inyectar una muestra manualmente con una jeringa e iniciar un análisis 50
Para ejecutar un método y procesar una sola muestra en el ALS 50
Para cancelar un método 50
Einqueión de secuencias desde el teclade 51

Ejecución de secuencias desde el teclado 51

Para iniciar la ejecución de una secuencia 51

Para hacer una pausa en una secuencia en ejecución 52

Para reanudar una secuencia en pausa 52

Para detener una secuencia en ejecución 52

Para reanudar una secuencia detenida 52

Cancelación de una secuencia 53

Para reanudar una secuencia cancelada 53

#### 6 Comprobación cromatográfica

Acerca de la comprobación cromatográfica 56

Para preparar una comprobación cromatográfica 57

Para comprobar el rendimiento del FID 59

Para comprobar el rendimiento del TCD 64

Para comprobar el rendimiento del NPD 69

Para comprobar el rendimiento del uECD 74

Para comprobar el FPD<sup>+</sup> el rendimiento (muestra 5188-5953) 79

Preparación 79 Rendimiento del fósforo 80 Rendimiento del sulfuro 84 Para comprobar el FPD<sup>+</sup> el rendimiento (muestra 5188-5245, Japón) 86 Preparación 86 Rendimiento del fósforo 87 Rendimiento del sulfuro 91 Para comprobar el rendimiento del FPD (muestra 5188-5953) 93 Preparación 93 Rendimiento del fósforo 94 Rendimiento del sulfuro 98 Para comprobar el rendimiento del FPD (muestra 5188-5245, Japón) 101 Preparación 101 Rendimiento del fósforo 102 Rendimiento del sulfuro 106

#### 7 Conservación de recursos

Conservación de recursos 110 Métodos de suspensión 110 Métodos de condición y de activación 112 Para configurar el GC para conservar recursos 114 Para editar un programa de instrumento 117 Para crear o editar un método de suspensión, activación o condición 118 Para que el GC entre ahora en suspensión 119 Para activar el GC ahora 120

#### 8 Mantenimiento Preventivo Asistido

Mantenimiento preventivo asistido (EMF) 122 Tipos de contador 122 Umbrales 123 Umbrales predeterminados 124 125 **Contadores disponibles** Para activar o cambiar un límite para un contador EMF 128 Para desactivar un contador EMF 129 Para restablecer un Contador EMF 130 Contadores EMF para muestreadores automáticos 131 Contadores para ALS 7693A y 7650 con firmware compatible con EMF 131 Contadores para ALS con firmware anterior 131 Contadores EMF para instrumentos MS 132

#### 9 Características de GC-MS

Comunicaciones GC/MS 134 Purgar el MSD 134 134 Eventos de apagado del MS Para configurar un método de purga 136 Para preparar manualmente el GC para la purga del MS 137 Para salir manualmente del estado de purga del MS 138 Para utilizar el GC cuando el MSD está apagado 139 Para habilitar o deshabilitar las comunicaciones del MS 140

#### 10 Configuración

Acerca de la configuración 142

Asignación de recursos del GC a un dispositivo 142 Establecer las propiedades de configuración 143

#### Temas generales 144

Para desbloquear la configuración del GC 144 Ignore Ready = 144 Visualizaciones de información 145 Desconfigurado: 145

#### Horno 146

Para configurar el horno para una refrigeración criogénica 147

Entrada de inyector frontal/posterior 149 Para configurar el tipo de gas 149

Para configurar el refrigerante PTV o COC 149

Para configurar el refrigerante de MMI 151

Nº de columna 153

Para ver un resumen de las conexiones de la columna 157

Columnas compuestas 162

Para configurar columnas compuestas 163

Columnas de LTM 164

Módulos de columnas de LTM serie II 164

Trampa de crio 165

Detector frontal/Detector posterior/Detector auxiliar/Detector 2 auxiliar 167 Para configurar el gas de referencia/auxiliar 167 Desviación de encendido 167 Para configurar los calentadores de FPD 168

Para ignorar el FID o el encendedor del FPD 168

Salida analógica 1/Salida analógica 2 169 Picos rápidos 169 Caja de válvulas 170 Para asignar la fuente de alimentación del GC al calentador de una caja de válvulas 170 Zona térmica auxiliar 171 PCM A/PCM B/PCM C 174 Auxiliar de presión 1,2,3/Auxiliar de presión 4,5,6/Auxliar de presión 7,8,9 176 Estado 177 Tiempo 178 Nº de válvula 179 Inyector frontal/Inyector posterior 180 Bandeja de muestras (ALS 7683) 182 Instrumento 183 Uso del lector de código de barras opcionalr 184 Potencia del lector de código de barras 184 Instalación del lector de código de barras 185 Para escanear los datos de configuración mediante el lector de código de barras RS-232 de G3494B 185 Para escanear los datos de configuración mediante el lector de código de barras USB de G3494B 186 Para desinstalar el lector de código de barras RS-232 186 Acerca de las opciones 188 Calibración 188 Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión 190 Calibración de la columna 191 Comunicación 195 Configurar la dirección IP para el GC 195

Teclado y pantalla 196

11

**Opciones** 



Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

# Introducción

1

Cromatografía con un GC 10 Panel de operaciones 11

Este documento contiene una descripción general de los componentes individuales que forman el Cromatógrafo de gases (GC) 7890B de Agilent.



# Cromatografía con un GC

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

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

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

Durante este proceso se muestran los mensajes de estado del GC y el usuario puede hacer cambios en la configuración de los parámetros mediante el panel de operaciones.



Consulte el Manual de funcionamiento avanzado y el manual Procedimientos iniciales para obtener más detalles.

# Panel de operaciones

El panel de operaciones consta de la pantalla, los indicadores de estado y el teclado. Para obtener información más detallada, consulte "Funcionamiento del teclado" y el Manual Advanced Operation junto con toda la documentación incluida en los DVDs *GC de Agilent y Manuales de usuario y herramientas de GC/MS* que se incluye con el GC.

#### Pantalla -

Muestra estado, valores establecidos, actividad actual y mensajes.

#### Indicadores de estado -

Los LED indican el estado general, el estado de ejecución, el estado del programa, el control externo y la necesidad de mantenimiento.

#### Panel –

Utilizar para introducir los ajustes y programar el GC.



## Pantalla

La pantalla muestra información de lo que está ocurriendo en ese momento en el GC y le permite hacer cambios en los parámetros según sea necesario.

| (            | OVEN            |
|--------------|-----------------|
| Temperature  | 150.0 150.0     |
| Initial time | 1.000<          |
| Rate 1       | 20.000          |
|              | Actual Setpoint |

El cursor, <, muestra la línea actualmente activa. Utilice las

teclas de desplazamiento 🔺 🔽 para seleccionar otra línea en la pantalla y para ver líneas adicionales en la pantalla.

**Un asterisco parpadeante (\*)** le indica que debe pulsar **[Enter]** para guardar un valor o **[Clear]** para cancelar la entrada. No podrá realizar ninguna otra tarea hasta que no haga ésta.

## Indicadores de estado

Los indicadores de estado proporcionan información básica con una ojeada sobre lo que está sucediendo en ese momento en el GC 7.890B de Agilent.



Cuando en el panel de estado hay un indicador LED encendido, indica lo siguiente:

- El progreso actual de un análisis (Pre Run, Post Run y Run).
- Los elementos que posiblemente requieran atención (**Rate**, **Not Ready**, **Service Due** y **Run Log**).
- El GC está controlado mediante un sistema de datos de Agilent (**Remote**).

- El GC está programado para que se realicen actividades en los tiempos especificados (**Clock Table**).
- El GC está en modo de ahorro de gas (Gas Saver).

## Avisador acústico

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

**Una serie de pitidos de advertencia** suena si el GC encuentra un problema más serio. El GC empieza con un pitido. Cuanto más tiempo persista el problema, más pita el GC. Por ejemplo, suena una serie de pitidos si el flujo de gas del inyector frontal no puede alcanzar el valor establecido. Se mostrará brevemente el mensaje **Front inlet flow shutdown**. El flujo se cortará después de 2 minutos. Pulse **[Off/No]** para detener la prueba.

Si se corta el flujo de hidrógeno o se produce un corte térmico, sonará **un pitido continuo**. Pulse **[Clear]** para detener el pitido.

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

### Valor parpadeante

Si el sistema corta el flujo de gas, cierra la válvula multiposición o apaga el horno, parpadearán **Off** u **On/Off** en la línea correspondiente de la lista de parámetros de los componentes.

## Teclado

Todos los parámetros que se requieren para hacer funcionar el GC 7.890B de Agilent pueden introducirse mediante el teclado del GC. Sin embargo, la mayoría de estos parámetros se controlan normalmente mediante un sistema de datos conectado, como la OpenLAB CDS de Agilent el software MassHunter.

Cuando el sistema de datos de Agilent controla el GC 7890B, es posible que dicho sistema inhabilite la edición del método actual del GC desde el teclado.





Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

2

# **Conceptos básicos de funcionamiento**

Descripción general 16 Control del instrumento 17 Para poner en marcha el GC 18 Para apagar el GC durante menos de una semana 19 Para apagar el GC durante más de una semana 20 Corrección de problemas 21

En esta sección se describen algunas tareas básicas que lleva a cabo el usuario del GC 7890B de Agilent.



# Descripción general

El uso del GC implica las siguientes tareas:

- Configuración del hardware del GC para un método analítico.
- Puesta en marcha del GC. Consulte la sección "Para poner en marcha el GC".
- Preparación del muestreador automático de líquidos. Instale la jeringa correspondiente al método definido; configure el uso de las botellas de disolvente y de residuos, y el tamaño de la jeringa; y prepare y cargue los viales de disolvente, residuos y muestras.
  - Para el ALS 7693A, consulte el manual Instalación, funcionamiento y mantenimiento.
  - Para el ALS 7683, consulte el manual Funcionamiento del ALS 7683B en el GC serie 7890.
- Carga del método o la secuencia analíticos en el sistema de control del GC.
  - Consulte la documentación del sistema de datos de Agilent.
  - Para el funcionamiento del GC independiente, consulte la sección "Para cargar un método" y la sección "Para cargar una secuencia almacenada".
- Ejecución del método o la secuencia.
  - Consulte la documentación del sistema de datos de Agilent.
  - Para el funcionamiento del GC independiente, consulte las secciones "Para inyectar una muestra manualmente con una jeringa e iniciar un análisis", "Para ejecutar un método y procesar una sola muestra en el ALS" y "Para iniciar la ejecución de una secuencia".
- Monitorización de los análisis de muestras desde el panel de control del GC o desde el programa del sistema de datos de Agilent. Consulte la sección "Acerca del estado del GC" o la documentación del sistema de datos de Agilent.
- Apagado del GC. Consulte "Para apagar el GC durante menos de una semana" o "Para apagar el GC durante más de una semana".

# **Control del instrumento**

El GC 7890B de Agilent se suele controlar mediante un sistema de datos conectado, como el OpenLAB CDS de Agilent. De forma alternativa, el GC se puede controlar por completo desde su teclado, enviando los datos emitidos a un integrador conectado para generar informes.

**Usuarios del sistema de datos de Agilent**: Consulte la ayuda en línea incluida en el sistema de datos de Agilent para ver más detalles sobre cómo cargar, ejecutar o crear métodos y secuencias usando dicho sistema de datos.

**Usuarios del GC independiente** – Si utiliza un GC sin un sistema de datos conectado, consulte lo siguiente para obtener más detalles sobre cómo cargar los métodos y secuencias desde el teclado:

- "Para cargar un método"
- "Para cargar una secuencia almacenada"

Para obtener más detalles sobre cómo ejecutar métodos y secuencias desde el teclado consulte:

- "Para inyectar una muestra manualmente con una jeringa e iniciar un análisis"
- "Para ejecutar un método y procesar una sola muestra en el ALS"
- "Para iniciar la ejecución de una secuencia"

Para obtener detalles sobre cómo crear métodos y secuencias usando el teclado del GC, consulte "Métodos y secuencias".

## Para poner en marcha el GC

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

- 1 Compruebe las presiones de la fuente de gas. Para averiguar las presiones requeridas, consulte la Lista de verificación de preparación de la instalación del GC, GC/MS y ALS de Agilent.
- 2 Abra las fuentes del gas portador y del gas reactivo y abra las válvulas de cierre locales.
- 3 Abra la fuente de la refrigeración criogénica si se utiliza.
- 4 Encienda el GC. Espere a que se muestre el mensaje **Power on** successful.
- 5 Instale la columna
- 6 Compruebe que no haya fugas en las conexiones de la columna. Consulte el manual de resolución de problemas.
- 7 Cargue el método analítico. Consulte la sección "Para cargar un método".
- 8 Espere a que el detector o detectores se estabilicen antes de adquirir los datos. El tiempo que necesita el detector para lograr un estado estable depende de si el detector se ha apagado o si su temperatura se ha reducido mientras el detector seguía encendido.

| Tipo de detector | El tiempo de estabilización<br>se inicia partiendo de una<br>temperatura reducida<br>(horas) | El tiempo de estabilización<br>se inicia partiendo del<br>detector apagado<br>(horas) |
|------------------|--|---|
| FID              | 2  | 4   |
| TCD              | 2  | 4   |
| uECD             | 4  | De 18 a 24  |
| FPD              | 2  | 12  |
| NPD              | 4  | De 18 a 24  |

**Tabla 1**Tiempos de estabilización del detector

## Para apagar el GC durante menos de una semana

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

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

- 3 Cierre las fuentes de todos los gases, excepto la del gas portador (deje el gas portador abierto para proteger la columna de la contaminación atmosférica).
- **4** Si utiliza el enfriamiento criogénico, cierre la fuente de gas de refrigeración criogénica.
- 5 Baje la temperatura del detector, del inyector y de la columna a una temperatura entre 150 y 200 °C. Si lo desea, puede apagar el detector. Consulte la tabla siguiente para determinar si resulta ventajoso apagar el detector durante un breve período de tiempo. El tiempo que se requiere para devolver el detector a un estado estable es uno de los factores. Consulte la sección Tabla 1.

# Para apagar el GC durante más de una semana

Consulte el manual Mantenimiento del GC para ver los procedimientos de instalación de columnas, consumibles, etc.

- 1 Cargue el método de mantenimiento del GC y espere a que el aparato esté listo. Si desea más información en cuanto a la creación de métodos de mantenimiento, consulte el manual Mantenimiento del GC. (Si el método de mantenimiento no está disponible, establezca todas las zonas calentadas en 40 °C).
- 2 Apague el interruptor de alimentación principal.
- 3 Cierre todas las válvulas de la fuente de gas.
- **4** Si utiliza el enfriamiento criogénico, cierre la válvula de la fuente de gas de refrigeración criogénica.

| ADVERTENCIA | Tenga cuidado. Puede que el horno, el inyector o el detector estén |
|-------------|--|
|             | póngase unos guantes resistentes al calor para protegerse las      |
|             | manos.   |

- 5 Cuando el GC esté frío, extraiga la columna del horno y tapone ambos extremos para evitar que entren contaminantes.
- **6** Tapone las conexiones de la columna del inyector y del detector, así como de todas las conexiones externas del GC.

# Corrección de problemas

Si el GC deja de funcionar, debido a un error, compruebe si hay mensajes en la pantalla. Pulse [**Status**] y desplácese para ver cualquier mensaje adicional.

- Utilice el teclado o el sistema de datos para detener el tono de alerta. Pulse [Off/No] en el teclado para apagar el componente implicado en el sistema de datos.
- Resuelva el problema, por ejemplo, mediante el cambio de los cilindros de gas o la corrección de la fuga. Consulte la Guía de resolución de problemas para obtener más información.
- 3 Una vez que se corrija el problema, podría ser necesario apagar y volver a encender el instrumento o bien, utilizar el teclado en pantalla o el sistema de datos para apagar y encender el componente implicado. En el caso de errores de corte, necesita hacer ambas operaciones.

## 2 Conceptos básicos de funcionamiento



Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

3

# Funcionamiento del teclado

Teclas de ejecución 24 Teclas de los componentes del GC 25 Tecla de estado 26 Tecla de información 27 Teclas de introducción de datos generales 28 Teclas auxiliares 29 Teclas de automatización y almacenamiento de métodos 30 Funcionalidad del teclado cuando se controla el GC mediante un sistema de datos de Agilent 31 Tecla de modos de servicio 31 Acerca del estado del GC 32 Acerca de los registros 35

En esta sección se describe el funcionamiento básico del teclado del GC 7,890B de Agilent. Para obtener más información sobre la funcionalidad del teclado, consulte el Manual Advanced Operation.



#### **3** Funcionamiento del teclado

# Teclas de ejecución



Estas teclas se utilizan para iniciar, detener y preparar el GC para analizar una muestra.

[**Prep Run**] Activa los procesos necesarios para poner el GC en las condiciones de inicio que dicte el método (como por ejemplo cerrar el flujo de purga del inyector para una inyección sin división (splitless) o restablecer el flujo normal desde el modo de ahorro de gas). Consulte el Manual Advanced Operation para obtener más detalles.

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

Termina el análisis inmediatamente. Si el GC está en medio de un análisis, es posible que se pierdan los datos del mismo. Consulte también la sección "Para reanudar una secuencia cancelada" en la página 53.

## Teclas de los componentes del GC



Estas teclas se utilizan para establecer la temperatura, presión, flujo, velocidad y otros parámetros de funcionamiento de los métodos.

**Para mostrar la configuración actual**, pulse cualquiera de estas teclas. Es posible que haya más de tres líneas de información. Si es necesario, utilice las teclas de desplazamiento para ver más líneas en la pantalla.

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

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

| [Oven]                                   | Establece las temperaturas del horno, tanto<br>la isotérmica como la temperatura<br>programada.   |
|--|---|
| [Front Inlet]<br>[Back Inlet]            | Controla los parámetros de funcionamiento del inyector.   |
| [Col 1]<br>[Col 2]<br>[Aux Col #]        | Controla la presión, el flujo o la velocidad de<br>la columna. Puede establecer rampas de<br>flujo o presión.   |
| [Front Det]<br>[Back Det]<br>[Aux Det #] | Controla los parámetros de funcionamiento<br>del detector. Si está configurado con un<br>MS 5977, controle las comunicaciones y las<br>funciones especiales de GC-MS. |
| [Analog Out 1]<br>[Analog Out 2]         | Asigna una señal a la salida analógica.<br>La salida analógica está situada en la parte<br>trasera del GC.  |
| [Front Injector]<br>[Back Injector]      | Modifica los parámetros de control del<br>inyector, como por ejemplo los volúmenes<br>de inyección y muestras y los lavados con<br>disolventes.                       |
| [Valve #]                                | Permite controlar una válvula de muestreo<br>y/o válvulas de conmutación 1 de 8 (abiertas<br>o cerradas). Establece la posición de las<br>válvulas multiposición.     |

| [Aux Temp #]  | Controla las zonas con temperatura extra,<br>como una caja de válvulas que se ha<br>calentado, un detector selectivo de masas (u<br>otro), una línea de transferencias de un<br>detector de emisión atómica o un dispositivo<br>"desconocido". Se puede utilizar para<br>programar la temperatura. |
|---------------|--|
| [Aux EPC #]   | Proporciona neumática auxiliar para un<br>dispositivo inyector, detector, con tecnología<br>de flujo capilar (CFT) u otro dispositivo. Se<br>puede utilizar para programar la presión.   |
| [Column Comp] | Crea un perfil de compensación de la<br>columna.   |

# Tecla de estado



[Status]

Muestra información sobre los estados de "ready," "not ready," y "fault".

Cuando el indicador de estado **Not Ready** *parpadea*, significa que se ha producido un fallo. Pulse [**Status**] para ver qué parámetros no estás listos y qué fallo se ha producido.

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

- 1 Pulse [Config] [Status].
- 2 Desplácese al valor que desee que aparezca en primer lugar y pulse [**Enter**]. Este valor aparecerá a partir de ahora en la parte superior de la lista.
- **3** Desplácese al valor que desee que aparezca en segundo lugar y pulse [**Enter**]. Este valor aparecerá a partir de ahora como segundo elemento de la lista.
- 4 Siga con el mismo procedimiento hasta que la lista esté en el orden que necesite.

# Tecla de información



[Info]

Proporciona ayuda con respecto al parámetro que se muestra en ese momento. Por ejemplo, si **Oven Temp** es la línea activa en la pantalla (tiene un < al lado), [**Info**] mostrará el rango válido de temperaturas del horno. En otros casos, la tecla [**Info**] mostrará definiciones o acciones que se pueden realizar.



#### **3** Funcionamiento del teclado



# Teclas de introducción de datos generales

[Mode/Type] Proporciona acceso a una lista de parámetros posibles asociados con los ajustes no numéricos de un componente. Por ejemplo, si el GC está configurado con un inyector con y sin división se pulsa la tecla [**Mode/Type**], las opciones que aparecerán en la lista son split, splitless, pulsed split o pulsed splitless. [Clear] Elimina un valor que se ha introducido erróneamente antes de pulsar [Enter]. También se puede utilizar para volver a la línea superior de una pantalla de varias líneas, volver a una pantalla anterior, cancelar una función durante una secuencia o método, o cancelar la carga o almacenamiento de secuencias y métodos. [Enter] Acepta los cambios introducidos o selecciona un modo alternativo. Se desplaza por la pantalla de línea en línea, hacia **A V** arriba o hacia abajo. El signo < en la pantalla indica la línea que está activa. Teclas Sirven para establecer la configuración de los numéricas parámetros del método. (Pulse [Enter] una vez que termine de aceptar los cambios). [On/Yes] Se utilizan para establecer parámetros, por [Off/No] ejemplo el pitido de aviso, el pitido de modificación de método y el clic de las teclas, o para encender y apagar dispositivos, como un detector. [Front] [Back] Se utilizan principalmente durante las operaciones de configuración. Por ejemplo, al configurar una columna, utilice estas teclas para identificar el inyector y el detector al cual está acoplada la columna. [Delete] Elimina métodos, secuencias, entradas de la tabla de análisis y entradas de la tabla de tiempos. [**Delete**] sirve también para cancelar el proceso de ajuste de desviación de los detectores de nitrógeno-fósforo (NPD) sin interrumpir otros parámetros del detector. Consulte el Manual Advanced Operation para obtener más detalles.

# Teclas auxiliares



[Time]

[Logs]

Muestra la fecha y hora actual en la primera línea. Las dos líneas centrales muestran el tiempo entre análisis, el tiempo transcurrido y el tiempo que queda de un análisis, así como la hora del último análisis y el tiempo posterior durante un post-análisis.

La última línea siempre muestra un cronómetro. Cuando esté en la línea del cronómetro, pulse [**Clear**] para poner el reloj a cero y [**Enter**] para iniciar o detener el cronómetro.

[Post Run] Se utiliza para programar que el GC haga algo después de un análisis, como limpiar térmicamente o aplicar flujo de retroceso a una columna. Consulte el Manual Advanced Operation para obtener más detalles.

> Accede a tres registros: el registro de análisis, el registro de mantenimiento y el registro de eventos del sistema. La información de estos registros puede utilizarse como apoyo de los estándares de las Buenas Prácticas de Laboratorio (GLP).

[**Options**] Accede a las opciones de configuración de los parámetros del instrumento para la calibración, las comunicaciones y el teclado y la pantalla.Desplácese hasta la línea deseada y pulse [**Enter**] para acceder a las entradas asociadas. Consulte la sección "Opciones" en la página 187.

[Config]Se utiliza para configurar componentes que el GC<br/>no detecta automáticamente pero que son<br/>esenciales para ejecutar un método, como por<br/>ejemplo las dimensiones de las columnas, los tipos<br/>de gases portadores y detectores, las<br/>configuraciones de los gases auxiliares, los valores<br/>de la bandejas de muestras y la conexiones de las<br/>columnas a inyectores y detectores. Estos valores<br/>forman parte del método y se almacenan con él.<br/>Para ver la configuración actual de un componente

(como el inyector o el detector), pulse **[Config]** y, a continuación, la tecla del componente en cuestión. Por ejemplo, **[Config][Front Det]** abre los parámetros de configuración del detector frontal.

# Teclas de automatización y almacenamiento de métodos



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

- [Load] Se utilizan conjuntamente para cargar y almacenar [Method] métodos y secuencias en el GC. [Store] Por ejemplo, para cargar un método, pulse [Load] [Seq] [Method] y seleccione un método en la lista de métodos almacenados en el GC. Consulte la sección "Para cargar un método" en la página 41. [Run Table] Se utiliza para programar eventos especiales que son necesarios durante un análisis. Un evento especial puede ser, por ejemplo, accionar una válvula. Consulte el Manual Advanced Operation para obtener más detalles. [Clock Table] Se utiliza para programar eventos que se producirán a una hora del día determinada, en vez de producirse durante un análisis específico y para acceder al programa del instrumento. Los eventos de la tabla del reloj se podría utilizar, por ejemplo, para iniciar el apagado todos los días a las 5:00 de la tarde. Consulte el Manual Advanced Operation y "Conservación de recursos" en la página 110. [Seq Control] Inicia, detiene, hace una pausa o reanuda una secuencia, o muestra el estado de una secuencia. Consulte la sección "Ejecución de secuencias desde el teclado" en la página 51.
- [**Sample Tray**] Muestra si la bandeja y/o el lector/mezclador de códigos de barras están activados.
- [**Prog**] Le permite programar una serie de pulsaciones de
- [User Key 1] teclas que utilizará normalmente para operaciones
- [User Key 2] específicas. Pulse User Key 1 o User Key 2 para registrar hasta 31pulsaciones de teclas como una macro. Consulte el Manual Advanced Operation.

# Funcionalidad del teclado cuando se controla el GC mediante un sistema de datos de Agilent

Cuando el GC se controla mediante un sistema de datos de Agilent, dicho sistema define los valores establecidos y analiza las muestras. Si está configurado para bloquear el teclado, el sistema de datos puede impedir el cambio de los valores establecidos. El indicador LED **Remote** se enciende cuando el GC está controlado por un sistema de datos. Los indicadores LED encendidos en el panel de estado muestran el progreso actual de un análisis.

Cuando un sistema de datos de Agilent controla el GC, se puede utilizar el teclado para:

- Ver el estado del análisis seleccionando [Status]
- Ver los valores del método seleccionando la tecla del componente del GC.
- Mostrar la hora del último análisis y del análisis siguiente, el tiempo que queda de análisis y el tiempo de post-análisis restante seleccionando repetidas veces [**Time**]
- Cancelar un análisis seleccionando [Stop]
- Averiguar qué ordenador está controlando el GC. Para ello, pulse [Options] > Communication y luego desplácese. El nombre del ordenador que controla el GC se muestra después del parámetro Enable DHCP, junto con la cantidad de hosts conectados al GC.

## Tecla de modos de servicio



| [Service Mode] | Se utiliza para configurar el Mantenimiento<br>preventivo asistido y acceder a las revisiones de<br>fugas del inyector para determinados tipos de<br>inyectores. Consulte "Mantenimiento<br>preventivo asistido (EMF)" en la página 122 y el<br>manual de resolución de problemas. Esta tecla<br>también accede a los ajustes dirigidos al<br>personal de servicio. Debido a que estos ajustes<br>avanzados pueden causar problemas si no se |
|----------------|--|
|                | avanzados pueden causar problemas si no se<br>utilizan correctamente, evite los ajustes de<br>servicio, a menos que se le indique<br>específicamente que los utilice.  |
|                | avanzados pueden causar problemas si no se<br>utilizan correctamente, evite los ajustes de<br>servicio, a menos que se le indique<br>específicamente que los utilice.  |

# Acerca del estado del GC

Cuando el GC está preparado para empezar un análisis, la pantalla mostrará **STATUS Ready for Injection**. En cambio, cuando un componente del GC no está preparado para empezar un análisis, se encenderá el indicador LED **Not Ready** en el panel de estado. Pulse [**Status**] para ver el mensaje que explique por qué no está listo el GC.

## Panel de estado



Cuando en el panel de estado hay un indicador LED encendido, indica lo siguiente:

- El progreso actual de un análisis (Pre Run, Post Run y Run).
- Los elementos que posiblemente requieran atención (Rate, Not Ready, Service Due y Run Log).
- El GC está controlado mediante un sistema de datos de Agilent (**Remote**).
- El GC está programado para que se realicen actividades en los tiempos especificados (**Clock Table**).
- El GC está en modo de ahorro de gas (Gas Saver).

## Tonos de alerta

*Una serie de pitidos de aviso* suena antes de que se produzca un corte. El GC empieza con un pitido. Cuanto más tiempo persista el problema, más pita el GC. Transcurrido un poco de tiempo, el componente que tiene un problema se apaga, el GC emite un pitido y se muestra un breve mensaje. Por ejemplo, suena una serie de pitidos si el flujo de gas del inyector frontal no puede alcanzar el valor establecido. Se mostrará brevemente el mensaje **Front inlet flow shutdown**. El flujo se cortará después de 2 minutos. Pulse **[Off/No]** para detener la prueba. Si se corta el flujo de hidrógeno o se produce un corte térmico, sonará *un tono continuo*.

ADVERTENCIA Antes de reanudar las operaciones del GC, investigue y resuelva la causa del corte de hidrógeno. Para más detalles, consulte la sección Corte de hidrógeno del manual de resolución de problemas.

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

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

## **Condiciones de error**

Si se produce un problema, se muestra un mensaje de error. Si el mensaje indica que el hardware se ha dañado, hay más información disponible. Pulse la tecla del componente correspondiente (por ejemplo, **Front Det**, **Oven** o **Front Inlet**).

Cuando esté configurado para funcionar con un MS que utiliza Tecnologías inteligentes (por ejemplo, un MSD 5977, el GC que mostrará un mensaje relativo al MS. En este caso, compruebe el MS para más información.

### Valor parpadeante

Si el sistema corta el flujo de gas, cierra la válvula multiposición o apaga el horno, parpadeará **Off** en la línea correspondiente de la lista de parámetros de los componentes.

Si se produce un corte de la neumática o un fallo en otra parte del detector, parpadeará la línea **On/Off** de la lista de parámetros del detector.

Para cualquier parámetro de flujo o presión, y para la temperatura del horno, vaya al parámetro que parpadea y pulse [**Off/No**] para eliminar el error. Solucione el problema si es posible, luego pulse [**On/Yes**] en el parámetro para utilizarlo de nuevo. Si el problema persiste, el error volverá a suceder.

## **3** Funcionamiento del teclado

Si el corte pone en duda la seguridad, por ejemplo un corte del flujo de gas portador de hidrógeno, debe apagar y volver a encender el GC. Consulte el manual de resolución de problemas para más información.

## Acerca de los registros

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

## **Registro de análisis**

El registro de análisis se borra al comienzo de cada nuevo análisis. Durante el análisis, todas las desviaciones del método planeado (incluida la intervención del teclado) se enumeran en la tabla del registro de análisis. Cuando un registro de análisis contiene entradas, se enciende en indicador LED **Run Log**.

## Registro de mantenimiento

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

### Registro de eventos del sistema

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

## Funcionamiento del teclado


Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

4

# Métodos y secuencias

Qué es un método 38 Qué se guarda en un método 38 Qué ocurre cuando se carga un método 39 Crear métodos 40 Para programar un método 41 Para cargar un método 41 Para almacenar un método 41 Incompatibilidad del método 42 Qué es una secuencia 43 Crear secuencias 43 Acerca de la secuencia de prioridad 44 Para programar una secuencia 44 Para programar una secuencia de prioridad 45 Para programar una subsecuencia del ALS 45 Para programar una subsecuencia de válvula 46 Para programar eventos de postsecuencia 46 Para almacenar una secuencia 47 Para cargar una secuencia almacenada 47 Para determinar el estado de la secuencia 47 Automatización del análisis de datos, desarrollo de métodos y desarrollo

de secuencias 48



# Qué es un método

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

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

# Qué se guarda en un método

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

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

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

Consulte el Advanced Operation Manual para obtener más detalles sobre lo que puede incluir un método.

# Qué ocurre cuando se carga un método

Hay tres clases de métodos:

- El método activo-a veces se hace referencia a él como método actual. La configuración definida en este método es la configuración que mantiene actualmente el GC.
- **Métodos almacenados**—Hasta 9 métodos creados por el usuario pueden almacenarse en el GC, junto con un método SLEEP, un método WAKE, un método CONDITION, un método MS VENT y un método predeterminado.

**Cuando se carga un método**—desde el GC o el sistema de datos de Agilent, los valores del método activo se reemplazan inmediatamente con los valores establecidos del método cargado.

- El método cargado se convierte en el método activo (actual).
- El indicador **Not Ready** permanecerá encendido hasta que el GC alcance todos los valores especificados por el método que se acaba de cargar.

Consulte "Ejecución de un método o una secuencia desde el teclado" para obtener detalles sobre el uso del teclado para cargar, modificar y guardar métodos.

# **Crear métodos**

Un método es el grupo de valores establecidos necesarios para ejecutar una sola muestra en el GC, tal como programas de temperatura del horno, programas de presión, temperaturas del inyector, parámetros del muestreador, etc. Un método se crea guardando un grupo de valores establecidos como un método numerado utilizando la tecla **[Store]**.

El GC también puede almacenar varios métodos especializados. El GC almacena tres métodos utilizados para la conservación de los recursos llamados **SLEEP**, **CONDITION** y **WAKE**. Cuando se configura para el uso con un MS conectado, el GC también ofrece un método llamado **MS VENT**, utilizado para cambiar los valores establecidos del GC a valores adecuados para un proceso de ventilación del MS seguro. Consulte "Mantenimiento Preventivo Asistido" en la página 121 y "Características de GC-MS" en la página 133 para obtener más información sobre estos métodos especializados.

Los componentes para los que se pueden almacenar parámetros de valores establecidos se muestran en Tabla 2.

| Componente                   | Componente              |
|------------------------------|-------------------------|
| Horno                        | Temperatura auxiliar    |
| Válvula 1–8                  | EPC auxiliar            |
| Inyector frontal y posterior | Columna auxiliar        |
| Columnas 1 a 6               | Detector auxiliar 1 y 2 |
| Detector frontal y posterior | Ejecución posterior     |
| Analógico 1 y 2              | Mesa de ejecución       |
| Inyector frontal y posterior | Bandeja de muestras     |

 Tabla 2
 Componentes con parámetros de valores establecidos

El GC también guarda valores establecidos ALS.

- Consulte el manual de 7693A Installation, Operation, and Maintenance para ver los detalles de sus valores establecidos.
- Consulte el manual 7650 Installation, Operation, and Maintenance para ver los detalles de sus valores.
- Manual Operating the 7683B ALS on a 7890 Series GC para ver los detalles de sus valores establecidos.

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

# Para programar un método

- 1 Seleccione individualmente cada componente para el que los parámetros de valores establecidos son adecuados según su método. (consulte la sección Tabla 2).
- 2 Examine los valores establecidos actuales y modifíquelos como desee. Repita para cada componente como sea adecuado.
- 3 Examine los valores establecidos actuales para el ALS, si es adecuado, y modifíquelos como desee.
- 4 Guarde los valores establecidos como un método almacenado. (consulte la sección "Para almacenar un método" en la página 41).

# Para cargar un método

- 1 Pulse [Load].
- 2 Pulse [Method].
- 3 Introduzca el número del método que se va a cargar (de 1 a 9).
- 4 Pulse **[On/Yes]** para cargar el método y sustituir el método activo. También tiene la opción de pulsar **[Off/No]** para volver a la lista de métodos almacenados sin cargar el método.

# Para almacenar un método

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

# Incompatibilidad del método

Esta sección se aplica *solamente* a un GC independiente (no conectado a un sistema de datos). Cuando un sistema de datos, como OpenLAB CDS o MassHunter, controla el GC, los métodos se almacenan en un sistema de datos y pueden editarse ahí. Consulte la documentación de su sistema de datos para obtener más información.

Suponga que su GC independiente está equipado con un solo FID. Ha creado y guardado métodos que utilizan este detector. Ahora quita el FID e instala un TCD en su lugar. Cuando intenta cargar uno de sus métodos almacenados, observará un mensaje de error que dice que el método y el hardware no coinciden.

El problema es que el hardware actual ya no es el mismo que la configuración de hardware guardada en el método. El método no puede ejecutarse porque no sabe cómo manejar el TCD recientemente añadido.

Al inspeccionar el método, se dará cuenta de que todos los parámetros relacionados con el detector han sido restablecidos en los valores predeterminados.

La incompatibilidad del método solo ocurre con dispositivos electrónicos en el GC, tales como inyectores, detectores y módulos EPC. El GC genera una incompatibilidad para consumibles, tales como columnas, liners y jeringas.

#### Corregir una incompatibilidad del método en un GC independiente

Este problema se puede evitar si sigue este procedimiento para cualquier cambio de hardware, incluyendo la simple sustitución de un panel del detector defectuoso.

- Antes de cambiar cualquier hardware, pulse [Config][hardware module], donde [hardware module] es el dispositivo que pretende sustituir, por ejemplo, [Config][Front Detector].
- 2 Pulse [Mode/Type]. Seleccione Remove module y pulse [Enter]. El módulo está ahora Unconfigured.
- 3 Apague el GC.
- **4** Realice el cambio de hardware que pretendía (en este ejemplo, quite el FID y su módulo de flujo y sustitúyalos por el TCD y su módulo).
- 5 Encienda el GC. Pulse [Config][hardware module], por ejemplo, [Config][Front Detector]

- 6 Pulse [Mode/Type]. Seleccione Install module y pulse [Enter]. El GC instalará el nuevo módulo de hardware, que corrige el método activo (¡pero no el almacenado!).
- 7 Guarde el método corregido utilizando el mismo número (lo cual sobrescribe el método almacenado) o un número nuevo (lo cual deja el método original sin modificar).

# Qué es una secuencia

Una secuencia es una lista de muestras que se van a analizar junto con el método que se va a utilizar para cada análisis.

Consulte "Ejecución de un método o una secuencia desde el teclado"" y "Crear secuencias"" para obtener detalles sobre cómo crear, cargar, modificar y guardar las secuencias mediante el uso del teclado.

# **Crear secuencias**

Una secuencia especifica las muestras que se deben ejecutar y el método que debe utilizarse para cada una. La secuencia está dividida en una secuencia de prioridad (ALS solamente), subsecuencias (cada una de las cuales utiliza un solo método) y eventos de postsecuencia

- **Priority sequence** le permite interrumpir una secuencia de ALS o válvula en ejecución para analizar muestras urgentes. (consulte la sección "Acerca de la secuencia de prioridad" en la página 44).
- **Subsequences** contienen el número y la información del método almacenado que define un conjunto de viales (o posiciones de la válvula) que se deben analizar con un método particular. Las subsecuencias del muestreador y/o de la válvula se pueden utilizar en la misma secuencia.
- Post sequence nombra un método que debe cargarse y ejecutarse tras la última ejecución en la última subsecuencia. Especifica si la secuencia debe repetirse indefinidamente o debe detenerse tras la última subsecuencia.

Las muestras en cada subsecuencia están especificadas como ubicaciones de bandeja ALS o como posiciones de la válvula de muestreo (las válvulas de muestreo de gas o líquido, a menudo con una válvula de selección de corriente).

Se pueden almacenar cinco secuencias con hasta cinco subsecuencias cada una.

# Acerca de la secuencia de prioridad

La secuencia de prioridad consiste en una sola subsecuencia de muestreador o válvula y un parámetro especial **Use priority**, que puede activarse en cualquier momento, incluso cuando se está ejecutando una secuencia. Esta función le permite interrumpir una secuencia en ejecución sin tener que editarla.

Si Use priority está On, entonces:

- 1 El GC y el ALS completan la ejecución actual y después la secuencia se detiene.
- 2 El GC ejecuta la secuencia de prioridad.
- 3 El GC restablece el parámetro Use priority en Off.
- 4 La secuencia principal continúa donde se detuvo.

#### Para programar una secuencia

- 1 Pulse [**Seq**]. (Pulse de nuevo, si es necesario, para visualizar la información de la subsecuencia).
- 2 Cree una secuencia de prioridad si lo desea. (consulte la sección "Para programar una secuencia de prioridad" en la página 45). Si desea utilizar una secuencia de prioridad, debe programarla ahora. (Una vez que se inicie la secuencia, no podrá editarla sin detenerla).
- 3 Desplácese hasta la línea del Method # de Subseq 1 e introduzca un número de método. Utilice 1 a 9 para los métodos almacenados, 0 para el método activo actualmente o [Off/No] para finalizar la secuencia.
- 4 Pulse [Mode/Type] para seleccionar un tipo de válvula o inyector. (consulte la sección "Para programar una subsecuencia de válvula" en la página 46 o la sección "Para programar una subsecuencia del ALS" en la página 45).
- 5 Cree la próxima subsecuencia o desplácese hasta Post
   Sequence. (consulte la sección "Para programar eventos de postsecuencia" en la página 46).
- 6 Guardar la secuencia completada. (consulte la sección "Para almacenar una secuencia" en la página 47).

#### Para programar una secuencia de prioridad

- 1 Pulse **[Seq]**. (Pulse de nuevo, si es necesario, para visualizar la información de la subsecuencia).
- 2 Desplácese hasta Priority Method # e introduzca un número de método. Utilice 1 a 9 para los métodos almacenados, 0 para el método activo actualmente o [Off/No] para finalizar la secuencia. Pulse [Enter].

El método activo, 0, cambiará durante la secuencia si las subsecuencias utilizan métodos almacenados. Por tanto, debería elegirse método 0 para la secuencia de prioridad si todas las subsecuencias utilizan método 0.

- **3** Pulse [Mode/Type] y seleccione el tipo de inyector.
- 4 Programar la subsecuencia del ALS. (consulte la sección "Para programar una subsecuencia del ALS" en la página 45).
- 5 Almacenar la secuencia completada. (consulte la sección "Para almacenar una secuencia" en la página 47).

Una vez que la subsecuencia de prioridad exista en una secuencia, puede activarla cuando las muestras urgentes estén listas para ser procesadas del siguiente modo:

- **1** Pulse **[Seq]**. (Pulse de nuevo, si es necesario, para visualizar la información de la subsecuencia).
- 2 Desplácese hasta Use Priority y pulse [On/Yes].

Cuando se completen las muestras de prioridad, se reanudará la secuencia normal.

### Para programar una subsecuencia del ALS

- 1 Consulte paso 1 a través de paso 3 de "Para programar una secuencia" en la página 44.
- 2 Pulse [Mode/Type] y seleccione el tipo de inyector.
- **3** Introduzca los parámetros de secuencia del inyector (si utiliza ambos inyectores, habrá dos conjuntos de parámetros):
  - Number of Injections/vial—el número de ejecuciones de repetición de cada vial. Introduzca 0 si no se debe inyectar ninguna muestra. Por ejemplo, podría introducir 0 para realizar una ejecución en blanco (sin inyección) para limpiar el sistema después de ejecutar una muestra sucia.
  - **Samples**—el intervalo (primero-último) de los viales que deben analizarse.
- 4 Continuar con paso 5 de "Para programar una secuencia" en la página 44.

# Para programar una subsecuencia de válvula

- 1 Consulte paso 1 a través de paso 3 de "Para programar una secuencia" en la página 44.
- 2 Pulse [Mode/Type] y seleccione Valve.
- Introduzca los parámetros de la secuencia de válvula (los tres primeros aparecen solo si se configura una válvula de posición múltiple):
  - #inj/position—número de inyecciones en cada posición (0-99)
  - **Position rng**—posiciones de válvula primera-última para muestrear (1–32)
  - **Times thru range**—número de veces que se debe repetir el intervalo (1–99)
  - # injections-número de inyecciones para cada muestra
- 4 Continuar con paso 5 de "Para programar una secuencia" en la página 44.

#### Para programar eventos de postsecuencia

- 1 Consulte paso 1 a través de paso 4 de "Para programar una secuencia" en la página 44.
- 2 Desplácese hasta la línea del Method # de Post Sequence e introduzca un número de método. Utilice 1 a 9 para los métodos almacenados o 0 si no se debe cargar ningún método (mantenga el método activo cargado).
- 3 Pulse [On/Yes] en Repeat sequence para seguir repitiendo la secuencia (útil para secuencias de válvula). De lo contrario, pulse [Off/No] para detener la secuencia cuando finalicen todas las subsecuencias.

### Para almacenar una secuencia

- 1 Pulse [Store][Seq].
- 2 Introduzca un número identificador para la secuencia (1–9).
- **3** Pulse **[On/Yes]** para almacenar la secuencia. De forma alternativa, pulse **[Off/No]** para cancelar.

Aparece un mensaje si ya existe una secuencia con el número que seleccionó.

• Pulse [**On/Yes**] para sustituir la secuencia existente o [**Off/No**] para cancelar.

Las secuencias también se pueden almacenar dentro de la lista de secuencias almacenadas (**[Seq]**) desplazándose hasta el número de secuencia adecuado y pulsando la tecla **[Store]**.

#### Para cargar una secuencia almacenada

- 1 Pulse [Load][Seq].
- 2 Introduzca el número de la secuencia que se debe cargar (1–9).
- **3** Pulse **[On/Yes]** para cargar la secuencia o **[Off/No]** para cancelar la carga.

Si el número de secuencia especificado no se ha almacenado, aparecerá un mensaje de error.

# Para determinar el estado de la secuencia

Pulse **[Seq Control]** para visualizar el estado actual de la secuencia activa. Hay seis modos posibles de estado de la secuencia:

- Start/running
- Ready wait
- Paused/resume
- Stopped
- Aborted
- No sequence

# Automatización del análisis de datos, desarrollo de métodos y desarrollo de secuencias

El resultado de los detectores se digitaliza y puede enviarse a un sistema de análisis de datos automatizado (como OpenLAB CDS de Agilent), donde se analizan y se emiten informes con un resumen de los resultados.

El sistema de datos de Agilent puede utilizarse también para crear y almacenar métodos y secuencias que se envían al GC a través de una red.



Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

5

# Ejecución de un método o una secuencia desde el teclado

Ejecución de métodos desde el teclado 50 Ejecución de secuencias desde el teclado 51

En esta sección se explica cómo cargar, almacenar y ejecutar un método o secuencia mediante el teclado del GC, sin utilizar un sistema de datos de Agilent. El teclado puede utilizarse para seleccionar y ejecutar un método o una secuencia automatizada y almacenada en el GC. En este caso, los datos generados a partir del análisis se envían normalmente a un integrador para generar un informe del análisis de datos.

Para obtener información sobre cómo crear un método o secuencia utilizando el teclado, consulte Capítulo 4, "Métodos y secuencias."



# Ejecución de métodos desde el teclado

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

- 1 Prepare la jeringa de la muestra para su inyección.
- 2 Cargue el método deseado (consulte la sección "Para cargar un método").
- 3 Pulse [Prep Run].
- 4 Espere hasta que se muestre el mensaje STATUS Ready for Injection.
- 5 Inserte la aguja de la jeringa a través del septum y en el inyector por completo.
- 6 Baje el émbolo de la jeringa de forma simultánea para inyectar la muestra y pulse [**Start**].

### Para ejecutar un método y procesar una sola muestra en el ALS

- 1 Prepare la muestra para su inyección.
- 2 Cargue el vial de la muestra en el lugar asignado de la bandeja o torreta del ALS.
- **3** Cargue el método deseado (consulte la sección "Para cargar un método").
- 4 Pulse **[Start]** en el teclado del GC para iniciar la limpieza de la jeringa del ALS, la carga de la muestra y el método de inyección de la muestra. Una vez cargada la muestra en la jeringa, se inyectará automáticamente cuando el GC esté preparado.

#### Para cancelar un método

- 1 Pulse [Stop].
- 2 Cuando esté listo para reanudar la ejecución de análisis, cargue la secuencia o el método apropiado (consulte la sección "Para cargar un método" o la sección "Para cargar una secuencia almacenada").

# Ejecución de secuencias desde el teclado

Una secuencia puede especificar la ejecución de hasta cinco subsecuencias, además de la prioridad (solo con el ALS) y las secuencias post-análisis, si se han definido. Cada secuencia se almacena en forma de número (de 1 a 9).

#### Para iniciar la ejecución de una secuencia

- 1 Cargue la secuencia (consulte la sección "Para cargar una secuencia almacenada").
- 2 Pulse [Seq Control].
- 3 Compruebe el estado de la secuencia.
  - Running: La secuencia se está ejecutando
  - **Ready/wait**: El instrumento no está listo (debido a la temperatura del horno, los tiempos de equilibrado, etc.)
  - Paused: La secuencia está en pausa
  - **Stopped**: Vaya al paso 4
  - **Aborted**: La secuencia se ha detenido antes de que terminara el análisis (consulte la sección "Cancelación de una secuencia").
  - No sequence: La secuencia está desactivada o no está definida
- 4 Desplácese hasta la línea **Start sequence** y pulse **[Enter]** para cambiar el estado a **Running**.

El indicador LED **Run** se encenderá y permanecerá encendido hasta que la secuencia se haya completado. La secuencia continuará ejecutándose hasta que todas las subsecuencias se hayan ejecutado o hasta que la secuencia se cancele.

#### **Ready wait**

Si una secuencia se empieza pero el instrumento no está listo (debido a la temperatura del horno, el equilibrado, etc), la secuencia no empezará hasta que se alcancen todos los puntos establecidos del instrumento.

#### Para hacer una pausa en una secuencia en ejecución

- 1 Pulse [Seq Control].
- 2 Desplácese hasta Pause sequence y pulse [Enter].

La secuencia se detiene cuando termina el análisis de la muestra actual. El estado de la secuencia cambia a **paused** y tiene la opción de reiniciar o detener la secuencia pausada.

### Para reanudar una secuencia en pausa

- 1 Pulse [Seq Control].
- 2 Desplácese hasta Resume sequence y pulse [Enter].

La secuencia se reanuda con la muestra siguiente.

### Para detener una secuencia en ejecución

- 1 Pulse [Seq Control].
- 2 Desplácese hasta Stop sequence y pulse [Enter].

La secuencia se detiene al final de la subsecuencia que esté en ejecución en ese momento, a no ser que **[Seq] > Repeat sequence** esté establecido en **On**. La bandeja del muestreador se detiene inmediatamente. Una secuencia detenida solo se puede reiniciar desde el principio.

### Para reanudar una secuencia detenida

- 1 Pulse [Seq Control].
- 2 Desplácese hasta Resume sequence y pulse [Enter].

La secuencia vuelve a iniciarse desde el principio de la misma.

# Cancelación de una secuencia

Cuando se cancela una secuencia, se detiene inmediatamente sin esperar a que termine el análisis actual.

Una secuencia se cancelará por las causas siguientes:

- Se pulsa la tecla [Stop].
- Se produce un error en el muestreador, generando un mensaje de error.
- El GC detecta una configuración incompatible durante la carga de un método.
- Una secuencia en ejecución intenta cargar un método que no existe.
- El muestreador está apagado. Puede corregir el problema y luego reiniciar la secuencia. Se repetirá el análisis de la muestra cancelada.

# Para reanudar una secuencia cancelada

- 1 Corrija el problema (consulte la sección "Cancelación de una secuencia").
- 2 Pulse [Seq Control].
- 3 Desplácese hasta Resume sequence y pulse [Enter].

Se repetirá el análisis de la muestra cancelada.

# 5 Ejecución de un método o una secuencia desde el teclado



Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

6

# Comprobación cromatográfica

Acerca de la comprobación cromatográfica 56 Para preparar una comprobación cromatográfica 57 Para comprobar el rendimiento del FID 59 Para comprobar el rendimiento del TCD 64 Para comprobar el rendimiento del NPD 69 Para comprobar el rendimiento del uECD 74 Para comprobar el FPD<sup>+</sup> el rendimiento (muestra 5188-5953) 79 Para comprobar el FPD<sup>+</sup> el rendimiento (muestra 5188-5245, Japón) 86 Para comprobar el rendimiento del FPD (muestra 5188-5953) 93 Para comprobar el rendimiento del FPD (muestra 5188-5245, Japón) 101

Esta sección describe el procedimiento general para verificar el rendimiento frente a los estándares de fábrica originales. El proceso de comprobación aquí descrito asume un GC que ha estado en uso durante un periodo de tiempo. Por lo tanto, los procesos le piden que realice los acondicionamientos, reemplace el hardware consumible, instale la columna de verificación, etc. Para la instalación de un nuevo GC, consulte el manual de Instalación y primera configuración para ver los pasos que puede saltarse en este caso.



# Acerca de la comprobación cromatográfica

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

Las pruebas suponen lo siguiente:

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

# Para preparar una comprobación cromatográfica

Septum

Liner

|       | Debido a las diferencias de rendimiento c<br>asociadas con los distintos consumibles, A<br>firmemente el uso de las partes aquí enum<br>pruebas de comprobación. Agilent tambié<br>instalación de partes consumibles nuevas<br>conozca la calidad de los que están instala<br>instalación de un nuevo liner y septum as<br>contribuyen en la contaminación de los re<br>Cuando el GC se entrega de fábrica, estas<br>son nuevas y no tiene que reemplazarlas. | romatográfico<br>Agilent recomienda<br>neradas para todas las<br>in recomienda la<br>siempre que no se<br>ados. Por ejemplo, la<br>egura que no<br>esultados.<br>partes consumibles |
|-------|---|---|
| NOTAS | En el caso de un GC nuevo, compruebe el liner de<br>liner enviado con el inyector puede que no sea e<br>la comprobación.  | e inyección instalado. El<br>l liner recomendado para   |
|       | <ol> <li>Compruebe los indicadores/las fechas<br/>suministro de gas. Reemplace/reacond<br/>gastadas.</li> <li>Instalon las partos consumibles puevas</li> </ol>   | de las trampas de<br>icione las trampas   |
|       | prepare la jeringa del inyector correcta<br>sea necesario).   | a (y la aguja, cuando   |
|       | Tabla 3Partes recomendadas para la comprobinyector  | ación según el tipo de  |
|       | Parte recomendada para la comprobación  | Referencia  |
|       | Inyector split/splitless  |   |
|       | Jeringa, 10-μL  | 5181-1267   |
|       | Arandela  | 5188-5365   |
|       | Septum  | 5183-4757   |
|       | Liner   | 5062-3587 o<br>5181-3316  |
|       | Inyector multimodo  |   |
|       | Jeringa, 10-µL  | 5181-1267   |
|       | Arandela  | 5188-6405   |

5183-4757 5188-6568

| Parte recomendada para la comprobación  | Referencia             |
|---|------------------------|
| Inyector de columna empaquetada   |                        |
| Jeringa, 10-µL  | 5181-1267              |
| Arandela  | 5080-8898              |
| Septum  | 5183-4757              |
| inyector de frío en columna   |                        |
| Septum  | 5183-4758              |
| Tuerca de septum  | 19245-80521            |
| Jeringa, 5-µL en columna  | 5182-0836              |
| 0,32-mm de aguja para una jeringa de 5-µL   | 5182-0831              |
| 7693A ALS: Inserto del soporte de la aguja, COC   | G4513-40529            |
| 7683B ALS: Conjunto de soporte de la aguja para inyecciones de 0,25/0,32 mm               | G2913-60977            |
| Inserto, sílice fundida, d.i. 0,32 mm   | 19245-20525            |
| Inyector de PTV   |                        |
| Jeringa, 10-µL—para cabezal de septum<br>Jeringa, 10-µL, 23/42/HP—para cabezal sin septum | 5181-1267<br>5181-8809 |
| Adaptador de inyector Graphpak-2M   | 5182-9761              |
| Sello plateado para Graphpak-2M   | 5182-9763              |
| Liner de vidrio, multibaffle  | 5183-2037              |
| Férrula PTFE (cabezal sin septum)   | 5182-9748              |
| Recambio del microsello (si está instalado)   | 5182-3444              |
| Férrula, Graphpak-3D  | 5182-9749              |

# Tabla 3Partes recomendadas para la comprobación según el tipo de<br/>inyector (continuación)

# Para comprobar el rendimiento del FID

- **1** Prepare lo siguiente:
  - Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm (19091J-413)
  - Evaluación del rendimiento del FID (comprobación) muestra (5188-5372)
  - Asotano de grado cromatográfico
  - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector
  - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra
  - Inyector y hardware del inyector (Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica.")
- **2** Compruebe lo siguiente:
  - Chorro de columna capilar instalada. En caso contrario, seleccione e instale un chorro de columna capilar.
  - Adaptador de columna capilar (sólo para FID adaptable). En caso contrario, instálelo.
  - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, nitrógeno, hidrógeno y aire.
  - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
  - Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- Reemplace las partes consumibles (liner, septum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación.
   Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica"
- **4** Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI, o PTV en el manual de mantenimiento.)
  - Acondicione térmicamente la columna de evaluación durante 30 min como mínimo a 180 °C. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI, o PTV en el manual de mantenimiento.)
  - Asegúrese de configurar la columna.
- 5 Compruebe la línea base del FID. La salida debe ser de 5 pA a 20 pA y relativamente estable. (Si utiliza un generador de gas o un gas ultra puro, la señal puede estabilizarse por debajo de 5 pA.) Si la salida está fuera del intervalo o es inestable, solucione este problema antes de continuar.

- 6 Si la salida es demasiado baja:
  - Compruebe que el electrómetro está encendido.
  - Verifique que la llama todavía esté encendida.
  - Compruebe que la señal está establecida para el detector correcto.
- 7 Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en Tabla 4.

 Tabla 4
 Condiciones de comprobación del FID

| Columna y muestra               |  |
|---------------------------------|--|
| Тіро                            | HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm<br>(19091J-413) |
| Muestra                         | Comprobación de FID 5188-5372                  |
| Flujo de columna                | 6,5 mL/min                                     |
| Modo de columna                 | Flujo constante                                |
| Inyector split/splitless        |  |
| Temperatura                     | 250 °C   |
| Modo                            | Splitless                                      |
| Flujo de purga                  | 40 mL/min                                      |
| Tiempo de purga                 | 0,5 min  |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                                       |
| Ahorro de gas                   | Desactivado                                    |
| Inyector multimodo              |  |
| Modo                            | Splitless                                      |
| Temperatura de inyector         | 75 °C  |
| Tiempo inicial                  | 0,1 min  |
| Tasa 1                          | 720 °C/min                                     |
| Temperatura final 1             | 250 °C   |
| Tiempo final 1                  | 5,0 min  |
| Tiempo de purga                 | 1,0 min  |
| Flujo de purga                  | 40 mL/min                                      |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                                       |
| Inyector de columna empaquetada |  |
| Temperatura                     | 250 °C   |
|                                 |  |

| Purga del Septum                   | 3 mL/min              |
|------------------------------------|-----------------------|
| inyector de frío en columna        |                       |
| Temperatura                        | Seguimiento del horno |
| Purga del Septum                   | 15 mL/min             |
| Inyector de PTV                    |                       |
| Modo                               | Splitless             |
| Temperatura de inyector            | 75 °C                 |
| Tiempo inicial                     | 0,1 min               |
| Tasa 1                             | 720 °C/min            |
| Temperatura final 1                | 350 °C                |
| Tiempo final 1                     | 2 min                 |
| Tasa 2                             | 100 °C/min            |
| Temperatura final 2                | 250 °C                |
| Tiempo final 2                     | 0 min                 |
| Tiempo de purga                    | 0,5 min               |
| Flujo de purga                     | 40 mL/min             |
| Purga del Septum                   | 3 mL/min              |
| Detector                           |                       |
| Temperatura                        | 300 °C                |
| Flujo de H2                        | 30 mL/min             |
| Flujo de aire                      | 400 mL/min            |
| Flujo auxiliar (N2)                | 25 mL/min             |
| Desviación de encendido            | 2 pA normalmente      |
| Horno                              |                       |
| Temperatura inicial                | 75 °C                 |
| Tiempo inicial                     | 0,5 min               |
| Tasa 1                             | 20 °C/min             |
| Temperatura final                  | 190 °C                |
| Tiempo final                       | 0 min                 |
| Ajustes de ALS (si está instalado) |                       |
| Lavados de la muestra              | 2                     |
| Bombeos de la muestra              | 6                     |

 Tabla 4
 Condiciones de comprobación del FID (continuación)

| Volumen del lavado de la muestra                | 8  |
|---|--|
| Volumen de inyección                            | 1 μL   |
| Tamaño de la jeringa                            | 10 µL  |
| Prelavado del disolvente A                      | 2  |
| Pos lavado del disolvente A                     | 2  |
| Volumen de lavado del disolvente A              | 8  |
| Prelavados del disolvente B                     | 0  |
| Pos lavados del disolvente B                    | 0  |
| Volumen de lavado del disolvente B              | 0  |
| Modo de inyección (7693A)                       | Normal   |
| Volumen de espacio de aire (7693A)              | 0,20   |
| Retraso de viscosidad                           | 0  |
| Velocidad de suministro de inyección<br>(7693A) | 6.000  |
| Velocidad del émbolo (7683)                     | Rápido, para todos los inyectores<br>excepto el COC. |
| Tiempo de parada de la pre-inyección            | 0  |
| Tiempo de parada de la post-inyección           | 0  |
| Inyección Manual                                |  |
| Volumen de inyección                            | 1 μL   |
| Sistema de datos                                |  |
| Tasa de datos                                   | 5 Hz   |

 Tabla 4
 Condiciones de comprobación del FID (continuación)

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

Si no está utilizando un sistema de datos, cree una secuencia de muestra con el teclado del GC.

9 Inicie el análisis

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse **[Start]** en el GC. Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse **[Start]** en el GC.
- **c** El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas y con nitrógenos como gas auxiliar.



# Para comprobar el rendimiento del TCD

- **1** Prepare lo siguiente:
  - Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25  $\mu m$  (19091J-413)
  - Evaluación del rendimiento del FID/TCD (comprobación) muestra (18710-60170)
  - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector
  - Hexano de grado cromatográfico
  - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra
  - Helio de grado cromatográfico como gas portador, auxiliar o de referencia
  - Inyector y hardware del inyector (Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica.")
- 2 Compruebe lo siguiente:
  - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador y gas de referencia.
  - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
  - Vial de 4-mL de disolvente con tapón de difusión relleno con hexano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- Reemplace las partes consumibles (liner, septum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica"
- **4** Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI, o PTV en el manual de mantenimiento.)
  - Acondicione térmicamente la columna de evaluación durante 30 min como mínimo a 180 °C. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI, o PTV en el manual de mantenimiento.)
  - Configure la columna
- 5 Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en Tabla 5.

| Columna y muestra               |  |
|---------------------------------|--|
| Тіро                            | HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm<br>(19091J-413) |
| Muestra                         | Comprobación del FID/TCD<br>18710-60170        |
| Flujo de columna                | 6,5 mL/min                                     |
| Modo de columna                 | Flujo constante                                |
| Inyector split/splitless        |  |
| Temperatura                     | 250 °C   |
| Modo                            | Splitless                                      |
| Flujo de purga                  | 60 mL/min                                      |
| Tiempo de purga                 | 0,75 min                                       |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                                       |
| Inyector multimodo              |  |
| Modo                            | Splitless                                      |
| Temperatura de inyector         | 40 °C  |
| Tiempo inicial                  | 0,1 min  |
| Tasa 1                          | 720 °C/min                                     |
| Temperatura final 1             | 350 °C   |
| Tiempo final 1                  | 2 min  |
| Tiempo de purga                 | 1,0 min  |
| Flujo de purga                  | 40 mL/min                                      |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                                       |
| Inyector de columna empaquetada |  |
| Temperatura                     | 250 °C   |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                                       |
| inyector de frío en columna     |  |
| Temperatura                     | Seguimiento del horno                          |
| Purga del Septum                | 15 mL/min                                      |
| Inyector de PTV                 |  |
| Modo                            | Splitless                                      |
| Temperatura de inyector         | 40 °C  |

 Tabla 5
 Condiciones de comprobación del TCD

| Tiempo inicial                     | 0,1 min  |
|------------------------------------|--|
| Tasa 1                             | 720 °C/min   |
| Temperatura final 1                | 350 °C   |
| Tiempo final 1                     | 2 min  |
| Tasa 2                             | 100 °C/min   |
| Temperatura final 2                | 250 °C   |
| Tiempo final 2                     | 0 min  |
| Tiempo de purga                    | 0,5 min  |
| Flujo de purga                     | 40 mL/min  |
| Purga del Septum                   | 3 mL/min   |
| Detector                           |  |
| Temperatura                        | 300 °C   |
| Flujo de referencia (He)           | 20 mL/min  |
| Flujo auxiliar (He)                | 2 mL/min   |
| Salida de la línea base            | < 30 cuentas de pantalla en la<br>OpenLAB CDS ChemStation Edition de<br>Agilent (< 750 µV) |
| Horno                              |  |
| Temperatura inicial                | 40 °C  |
| Tiempo inicial                     | 0 min  |
| Tasa 1                             | 20 °C/min  |
| Temperatura final                  | 90 °C  |
| Tiempo final                       | 0 min  |
| Tasa 2                             | 15 °C/min  |
| Temperatura final                  | 170 °C   |
| Tiempo final                       | 0 min  |
| Ajustes de ALS (si está instalado) |  |
| Lavados de la muestra              | 2  |
| Bombeos de la muestra              | 6  |
| Volumen del lavado de la muestra   | 8  |
| Volumen de inyección               | 1 µL   |
| Tamaño de la jeringa               | 10 μL  |

 Tabla 5
 Condiciones de comprobación del TCD (continuación)

| Prelavado del disolvente A                      | 2   |
|---|---|
| Pos lavado del disolvente A                     | 2   |
| Volumen de lavado del disolvente A              | 8   |
| Prelavados del disolvente B                     | 0   |
| Pos lavados del disolvente B                    | 0   |
| Volumen de lavado del disolvente B              | 0   |
| Modo de inyección (7693A)                       | Normal  |
| Volumen de espacio de aire (7693A)              | 0,20  |
| Retraso de viscosidad                           | 0   |
| Velocidad de suministro de inyección<br>(7693A) | 6.000   |
| Velocidad del émbolo (7683)                     | Rápido, para todos los inyectores excepto el COC. |
| Tiempo de parada de la pre-inyección            | 0   |
| Tiempo de parada de la post-inyección           | 0   |
| Inyección Manual                                |   |
| Volumen de inyección                            | 1 μL  |
| Sistema de datos                                |   |
| Tasa de datos                                   | 5 Hz  |

 Tabla 5
 Condiciones de comprobación del TCD (continuación)

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

8 Inicie el análisis

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

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

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse [**Start**] en el GC.
- **c** El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.



# Para comprobar el rendimiento del NPD

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

| Columna y muestra               |  |
|---------------------------------|--|
| Тіро                            | HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm<br>(19091J-413) |
| Muestra                         | Comprobación del NPD 18789-60060               |
| Modo de columna                 | Flujo constante                                |
| Flujo de columna                | 6,5 mL/min (helio)                             |
| Inyector split/splitless        |  |
| Temperatura                     | 200 °C   |
| Modo                            | Splitless                                      |
| Flujo de purga                  | 60 mL/min                                      |
| Tiempo de purga                 | 0,75 min                                       |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                                       |
| Inyector multimodo              |  |
| Modo                            | Splitless                                      |
| Temperatura de inyector         | 60 °C  |
| Tiempo inicial                  | 0,1 min  |
| Tasa 1                          | 720 °C/min                                     |
| Temperatura final 1             | 350 °C   |
| Tiempo final 1                  | 2 min  |
| Tiempo de purga                 | 1,0 min  |
| Flujo de purga                  | 60 mL/min                                      |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                                       |
| Inyector de columna empaquetada |  |
| Temperatura                     | 200 °C   |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                                       |
| inyector de frío en columna     |  |
| Temperatura                     | Seguimiento del horno                          |
| Purga del Septum                | 15 mL/min                                      |
| Inyector de PTV                 |  |
| Modo                            | Splitless                                      |
| Temperatura de inyector         | 60 °C  |

 Tabla 6
 Condiciones de comprobación del NPD

| Tiempo inicial                     | 0,1 min                              |
|------------------------------------|--------------------------------------|
| Tasa 1                             | 720 °C/min                           |
| Temperatura final 1                | 350 °C                               |
| Tiempo final 1                     | 2 min                                |
| Tasa 2                             | 100 °C/min                           |
| Temperatura final 2                | 250 °C                               |
| Tiempo final 2                     | 0 min                                |
| Tiempo de purga                    | 0,75 min                             |
| Flujo de purga                     | 60 mL/min                            |
| Purga del Septum                   | 3 mL/min                             |
| Detector                           |                                      |
| Temperatura                        | 300 °C                               |
| Flujo de H2                        | 3 mL/min                             |
| Flujo de aire                      | 60 mL/min                            |
| Flujo auxiliar (N2)                | Auxiliar + columna = 10 mL/min       |
| Salida                             | 30 unidades de visualización (30 pA) |
| Horno                              |                                      |
| Temperatura inicial                | 60 °C                                |
| Tiempo inicial                     | 0 min                                |
| Tasa 1                             | 20 °C/min                            |
| Temperatura final                  | 200 °C                               |
| Tiempo final                       | 3 min                                |
| Ajustes de ALS (si está instalado) |                                      |
| Lavados de la muestra              | 2                                    |
| Bombeos de la muestra              | 6                                    |
| Volumen del lavado de la muestra   | 8                                    |
| Volumen de inyección               | 1 μL                                 |
| Tamaño de la jeringa               | 10 µL                                |
| Prelavado del disolvente A         | 2                                    |
| Pos lavado del disolvente A        | 2                                    |
| Volumen de lavado del disolvente A | 8                                    |
| Prelavados del disolvente B        | 0                                    |

 Tabla 6
 Condiciones de comprobación del NPD (continuación)

| Pos lavados del disolvente B                    | 0   |
|---|---|
| Volumen de lavado del disolvente B              | 0   |
| Modo de inyección (7693A)                       | Normal  |
| Volumen de espacio de aire (7693A)              | 0,20  |
| Retraso de viscosidad                           | 0   |
| Velocidad de suministro de inyección<br>(7693A) | 6.000   |
| Velocidad del émbolo (7683)                     | Rápido, para todos los inyectores excepto el COC. |
| Tiempo de parada de la pre-inyección            | 0   |
| Tiempo de parada de la post-inyección           | 0   |
| Inyección Manual                                |   |
| Volumen de inyección                            | 1 μL  |
| Sistema de datos                                |   |
| Tasa de datos                                   | 5 Hz  |

#### Tabla 6 Condiciones de comprobación del NPD (continuación)

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

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o cree una secuencia de muestra y pulse **[Start]** en el GC.

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

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse [**Start**] en el GC.
- **c** El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.


# Para comprobar el rendimiento del uECD

- **1** Prepare lo siguiente:
  - Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25  $\mu m$  (19091J-413)
  - Evaluación del rendimiento del uECD (comprobación) muestra (18713-60040, Japón 5183-0379)
  - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector.
  - Asotano de grado cromatográfico
  - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra.
  - Inyector y hardware del inyector (Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica.")
- **2** Compruebe lo siguiente:
  - Limpie el liner de mezcla indentado de sílice fundida. En caso contrario, instálelo.
  - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio para gas portador, nitrógeno para gas auxiliar.
  - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
  - Vial de 4-mL con tapón de difusión relleno con hexano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- Reemplace las partes consumibles (liner, septum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación.
   Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica"
- **4** Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI o PTV en el manual de mantenimiento.)
  - Acondicione térmicamente la columna de evaluación durante 30 minutos como mínimo a 180 °C. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI o PTV en el manual de mantenimiento.)
  - Asegúrese de configurar la columna.
- 5 Visualice la salida de señal para determinar la salida de la línea de base. Se acepta una salida de la línea de base estable entre los valores 0,5 y 1.000 Hz (unidades de visualización OpenLAB CDS ChemStation Edition) (incluidos).
  - Si la salida de la línea de base es < 0,5 Hz, compruebe que el electrómetro está encendido. Si la desviación sigue siendo de < 0,5 Hz, su detector requiere servicio.

- Si la salida de línea base es > 1.000 Hz, puede que haya contaminación química que contribuye en la señal. Limpie térmicamente el uECD. Si después de varias limpiezas sigue sin dar una señal aceptable, compruebe la pureza del gas. Utilice gases de mayor pureza y/o instale trampas.
- **6** Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en Tabla 7.

| Columna y muestra               |   |
|---------------------------------|---|
| Тіро                            | HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm<br>(19091J-413             |
| Muestra                         | Comprobación del µECD (18713-60040<br>o Japón: 5183-0379) |
| Modo de columna                 | Flujo constante   |
| Flujo de columna                | 6,5 mL/min (helio)  |
| Inyector split/splitless        |   |
| Temperatura                     | 200 °C  |
| Modo                            | Splitless   |
| Flujo de purga                  | 60 mL/min   |
| Tiempo de purga                 | 0,75 min  |
| Purga del Septum                | 3 mL/min  |
| Inyector multimodo              |   |
| Modo                            | Splitless   |
| Temperatura de inyector         | 80 °C   |
| Tiempo inicial                  | 0,1 min   |
| Tasa 1                          | 720 °C/min  |
| Temperatura final 1             | 250 °C  |
| Tiempo final 1                  | 5 min   |
| Tiempo de purga                 | 1,0 min   |
| Flujo de purga                  | 60 mL/min   |
| Purga del Septum                | 3 mL/min  |
| Inyector de columna empaquetada |   |
| Temperatura                     | 200 °C  |
| Purga del Septum                | 3 mL/min  |

 Tabla 7
 Condiciones de comprobación del uECD

| inyector de frío en columna        |   |
|------------------------------------|---|
| Temperatura                        | Seguimiento del horno   |
| Purga del Septum                   | 15 mL/min   |
| Inyector de PTV                    |   |
| Modo                               | Splitless   |
| Temperatura de inyector            | 80 °C   |
| Tiempo inicial                     | 0,1 min   |
| Tasa 1                             | 720 °C/min  |
| Temperatura final 1                | 350 °C  |
| Tiempo final 1                     | 2 min   |
| Tasa 2                             | 100 °C/min  |
| Temperatura final 2                | 250 °C  |
| Tiempo final 2                     | 0 min   |
| Tiempo de purga                    | 0,75 min  |
| Flujo de purga                     | 60 mL/min   |
| Purga del Septum                   | 3 mL/min  |
| Detector                           |   |
| Temperatura                        | 300 °C  |
| Flujo auxiliar (N2)                | 30 mL/min (constante + auxiliar)  |
| Salida de la línea base            | Debería ser < 1.000 cuentas de<br>visualización. En Agilent OpenLAB<br>CDS ChemStation Edition (< 1.000 Hz) |
| Horno                              |   |
| Temperatura inicial                | 80 °C   |
| Tiempo inicial                     | 0 min   |
| Tasa 1                             | 15 °C/min   |
| Temperatura final                  | 180 °C  |
| Tiempo final                       | 10 min  |
| Ajustes de ALS (si está instalado) |   |
| Lavados de la muestra              | 2   |
| Bombeos de la muestra              | 6   |
| Volumen del lavado de la muestra   | 8   |

 Tabla 7
 Condiciones de comprobación del uECD (continuación)

| Volumen de inyección                            | 1 μL   |
|---|--|
| Tamaño de la jeringa                            | 10 µL  |
| Prelavado del disolvente A                      | 2  |
| Pos lavado del disolvente A                     | 2  |
| Volumen de lavado del disolvente A              | 8  |
| Prelavados del disolvente B                     | 0  |
| Pos lavados del disolvente B                    | 0  |
| Volumen de lavado del disolvente B              | 0  |
| Modo de inyección (7693A)                       | Normal   |
| Volumen de espacio de aire (7693A)              | 0,20   |
| Retraso de viscosidad                           | 0  |
| Velocidad de suministro de inyección<br>(7693A) | 6.000  |
| Velocidad del émbolo (7683)                     | Rápido, para todos los inyectores<br>excepto el COC. |
| Tiempo de parada de la pre-inyección            | 0  |
| Tiempo de parada de la post-inyección           | 0  |
| Inyección Manual                                |  |
| Volumen de inyección                            | 1 μL   |
| Sistema de datos                                |  |
| Tasa de datos                                   | 5 Hz   |

Tabla 7 Condiciones de comprobación del uECD (continuación)

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

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

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse **[Start]** en el GC.
- 9 El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas. Faltará el pico de Aldrin cuando utilice la muestra japonesa 5183-0379.



# Para comprobar el FPD<sup>+</sup> el rendimiento (muestra 5188-5953)

Para comprobar el FPD<sup>+</sup> el rendimiento, primero compruebe el rendimiento del fósforo y luego el del sulfuro.

#### Preparación

- **1** Prepare lo siguiente:
  - Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25  $\mu m$  (19091J-413)
  - Evaluación del rendimiento del FPD (comprobación) muestra (5188-5953), 2,5 mg/L (± 0,5%) metil paratión en isooctano
  - Filtro de fósforo
  - Filtro de sulfuro y espaciador de filtro
  - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector.
  - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra.
  - Asotano de grado cromatográfico para disolvente de lavado de jeringa.
  - Inyector y hardware del inyector (Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica.")
- **2** Compruebe lo siguiente:
  - Adaptador de columna capilar instalado. En caso contrario, instálelo.
  - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, nitrógeno, hidrógeno y aire.
  - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
  - Vial de 4-mL con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- Reemplace las partes consumibles (liner, septum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación.
   Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica"
- **4** Verifique que la **desviación de encendido** se haya establecido correctamente. Normalmente, debe ser de 2,0 pA para el método de comprobación.
- **5** Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI o PTV en el manual de mantenimiento.)

- Establezca el horno, el inyector y el detector a 250 °C y acondicione térmicamente durante 15 minutos como mínimo. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI o PTV en el manual de mantenimiento.)
- Asegúrese de configurar la columna.

#### Rendimiento del fósforo

- 1 Si aun no está instalado, instale el filtro de fósforo.
- 2 Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en Tabla 10.

| Columna y muestra               |  |
|---------------------------------|--|
| Тіро                            | HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm<br>(19091J-413) |
| Muestra                         | Comprobación de FID (5188-5953)                |
| Modo de columna                 | Presión constante                              |
| Presión de la columna           | 25 psi   |
| Inyector split/splitless        |  |
| Temperatura                     | 200 °C Split/splitless                         |
| Modo                            | Splitless                                      |
| Flujo de purga                  | 60 mL/min                                      |
| Tiempo de purga                 | 0,75 min                                       |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                                       |
| Inyector multimodo              |  |
| Modo                            | Splitless                                      |
| Temperatura de inyector         | 75 °C  |
| Tiempo inicial                  | 0,1 min  |
| Tasa 1                          | 720 °C/min                                     |
| Temperatura final 1             | 250 °C   |
| Tiempo final 1                  | 5,0 min  |
| Tiempo de purga                 | 1,0 min  |
| Flujo de purga                  | 60 mL/min                                      |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                                       |
| Inyector de columna empaquetada |  |
| Temperatura                     | 200 °C   |

#### Tabla 8 FPD<sup>+</sup> Condiciones de comprobación (P)

| Purga del Septum            | 3 mL/min                            |
|-----------------------------|-------------------------------------|
| inyector de frío en columna |                                     |
| Temperatura                 | Seguimiento del horno               |
| Purga del Septum            | 15 mL/min                           |
| Inyector de PTV             |                                     |
| Modo                        | Splitless                           |
| Temperatura de inyector     | 75 °C                               |
| Tiempo inicial              | 0,1 min                             |
| Tasa 1                      | 720 °C/min                          |
| Temperatura final 1         | 350 °C                              |
| Tiempo final 1              | 2 min                               |
| Tasa 2                      | 100 °C/min                          |
| Temperatura final 2         | 250 °C                              |
| Tiempo final 2              | 0 min                               |
| Tiempo de purga             | 0,75 min                            |
| Flujo de purga              | 60 mL/min                           |
| Purga del Septum            | 3 mL/min                            |
| Detector                    |                                     |
| Temperatura                 | 200 °C (Encendido)                  |
| Flujo de hidrógeno          | 60 mL/min (activado)                |
| Flujo de aire (oxidante)    | 60 mL/min (activado)                |
| Modo                        | Flujo de auxiliar constante APAGADO |
| Flujo auxiliar              | 60 mL/min (activado)                |
| Tipo de gas auxiliar        | Nitrógeno                           |
| Llama                       | Activado                            |
| Desviación de encendido     | 2 pA normalmente                    |
| Voltaje del PMT             | Activado                            |
| Bloque de emisión           | 125 °C                              |
| Horno                       |                                     |
| Temperatura inicial         | 70 °C                               |
| Tiempo inicial              | 0 min                               |
| Tasa 1                      | 25 °C/min                           |
| Temperatura final 1         | 150 °C                              |

 Tabla 8
 FPD<sup>+</sup> Condiciones de comprobación (P) (continuación)

| Tiempo final 1                                  | 0 min   |
|---|---|
| Tasa 2  | 5 °C/min  |
| Temperatura final 2                             | 190 °C  |
| Tiempo final 2                                  | 4 min   |
| Ajustes de ALS (si está instalado)              |   |
| Lavados de la muestra                           | 2   |
| Bombeos de la muestra                           | 6   |
| Volumen del lavado de la muestra                | 8   |
| Volumen de inyección                            | 1 μL  |
| Tamaño de la jeringa                            | 10 μL   |
| Prelavado del disolvente A                      | 2   |
| Pos lavado del disolvente A                     | 2   |
| Volumen de lavado del disolvente A              | 8   |
| Prelavados del disolvente B                     | 0   |
| Pos lavados del disolvente B                    | 0   |
| Volumen de lavado del disolvente B              | 0   |
| Modo de inyección (7693A)                       | Normal  |
| Volumen de espacio de aire (7693A)              | 0,20  |
| Retraso de viscosidad                           | 0   |
| Velocidad de suministro de inyección<br>(7693A) | 6.000   |
| Velocidad del émbolo (7683)                     | Rápido, para todos los inyectores excepto el COC. |
| Tiempo de parada de la pre-inyección            | 0   |
| Tiempo de parada de la post-inyección           | 0   |
| Inyección Manual                                |   |
| Volumen de inyección                            | 1 μL  |
| Sistema de datos                                |   |
| Tasa de datos                                   | 5 Hz  |

 Tabla 8
 FPD<sup>+</sup> Condiciones de comprobación (P) (continuación)

**3** Encienda la llama del FPD, si no está encendida.

4 Muestra el monitor y la salida de señal. Esta saluda normalmente funciona entre 40 y 55 pero puede llegar hasta 70. Espere mientras la salida se estabiliza. Esto tarda aproximadamente 1 hora.

Si la salida es demasiado alta:

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

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

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

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse **[Start]** en el GC. Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse [**Start**] en el GC.
- **c** El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.



# **Rendimiento del sulfuro**

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

Si la salida es demasiado alta:

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

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

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

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

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse [**Start**] en el GC.
- 6 El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.



# Para comprobar el FPD<sup>+</sup> el rendimiento (muestra 5188-5245, Japón)

Para comprobar el FPD<sup>+</sup> el rendimiento, primero compruebe el rendimiento del fósforo y luego el del sulfuro.

#### Preparación

- **1** Prepare lo siguiente:
  - Columna de evaluación, DB5 15 m × 0,32 mm × 1,0  $\mu m$  (123-5513)
  - Evaluación del rendimiento del FPD (comprobación) muestra (5188-5245, Japón), composición: n-Dodecane 7499 mg/L (± 5%), Dodecanethiol 2,0 mg/L (± 5%), Tributilfosfato 2,0 mg/L (± 5%), tert-Butyldisulfide 1,0 mg/L (± 5%), en isooctano como disolvente
  - Filtro de fósforo
  - Filtro de sulfuro y espaciador de filtro
  - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector.
  - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra.
  - Asotano de grado cromatográfico para disolvente de lavado de jeringa.
  - Inyector y hardware del inyector (Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica.")
- **2** Compruebe lo siguiente:
  - Adaptador de columna capilar instalado. En caso contrario, instálelo.
  - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, nitrógeno, hidrógeno y aire.
  - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
  - Vial de 4-mL con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- Reemplace las partes consumibles (liner, septum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica"
- **4** Verifique que la desviación de encendido se haya establecido correctamente. Normalmente, debe ser de 2,0 pA para el método de comprobación.

- **5** Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI o PTV en el manual de mantenimiento.)
  - Establezca el horno, el inyector y el detector a 250 °C y acondicione térmicamente durante 15 minutos como mínimo. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI o PTV en el manual de mantenimiento.)
  - Configure la columna.

#### **Rendimiento del fósforo**

- 1 Si aun no está instalado, instale el filtro de fósforo.
- 2 Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en Tabla 12.

| Columna y muestra        |   |
|--------------------------|---|
| Тіро                     | DB-5MS, 15 m × 0,32 mm × 1,0 μm<br>(123-5513) |
| Muestra                  | Comprobación de FPD (5188-5245)               |
| Modo de columna          | Flujo constante                               |
| Flujo de columna         | 7,5 mL/min                                    |
| Inyector split/splitless |   |
| Temperatura              | 250 °C  |
| Modo                     | Splitless                                     |
| Flujo de purga total     | 69,5 mL/min                                   |
| Flujo de purga           | 60 mL/min                                     |
| Tiempo de purga          | 0,75 min                                      |
| Purga del Septum         | 3 mL/min                                      |
| Inyector multimodo       |   |
| Modo                     | Splitless                                     |
| Temperatura de inyector  | 80 °C   |
| Tiempo inicial           | 0,1 min                                       |
| Tasa 1                   | 720 °C/min                                    |
| Temperatura final 1      | 250 °C  |
| Tiempo final 1           | 5,0 min                                       |

**Tabla 9** FPD<sup>+</sup> Condiciones de comprobación del fósforo

| Tiempo de purga                 | 1,0 min                             |
|---------------------------------|-------------------------------------|
| Flujo de purga                  | 60 mL/min                           |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                            |
| Inyector de columna empaquetada |                                     |
| Temperatura                     | 250 °C                              |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                            |
| inyector de frío en columna     |                                     |
| Temperatura                     | Seguimiento del horno               |
| Purga del Septum                | 15 mL/min                           |
| Inyector de PTV                 |                                     |
| Modo                            | Splitless                           |
| Temperatura de inyector         | 80 °C                               |
| Tiempo inicial                  | 0,1 min                             |
| Tasa 1                          | 720 °C/min                          |
| Temperatura final 1             | 350 °C                              |
| Tiempo final 1                  | 2 min                               |
| Tasa 2                          | 100 °C/min                          |
| Temperatura final 2             | 250 °C                              |
| Tiempo final 2                  | 0 min                               |
| Tiempo de purga                 | 0,75 min                            |
| Flujo de purga                  | 60 mL/min                           |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                            |
| Detector                        |                                     |
| Temperatura                     | 200 °C (activado)                   |
| Flujo de hidrógeno              | 60,0 mL/min (activado)              |
| Flujo de aire (oxidante)        | 60,0 mL/min (activado)              |
| Modo                            | Flujo de auxiliar constante apagado |
| Flujo auxiliar                  | 60,0 mL/min (activado)              |
| Tipo de gas auxiliar            | Nitrógeno                           |
| Llama                           | Activado                            |
| Desviación de encendido         | 2 pA normalmente                    |
| Voltaje del PMT                 | Activado                            |

 Tabla 9
 FPD<sup>+</sup> Condiciones de comprobación del fósforo (continuación)

| Bloque de emisión                               | 125 °C   |
|---|--|
| Horno   |  |
| Temperatura inicial                             | 70 °C  |
| Tiempo inicial                                  | 0 min  |
| Tasa 1  | 10 °C/min  |
| Temperatura final                               | 105 °C   |
| Tiempo final                                    | 0 min  |
| Tasa 2  | 20 °C/min  |
| Temperatura final 2                             | 190 °C   |
| Tiempo final 2                                  | 7,25 min para sulfuro<br>12,25 min para fósforo      |
| Ajustes de ALS (si está instalado)              |  |
| Lavados de la muestra                           | 2  |
| Bombeos de la muestra                           | 6  |
| Volumen del lavado de la muestra                | 8  |
| Volumen de inyección                            | 1 μL   |
| Tamaño de la jeringa                            | 10 µL  |
| Prelavado del disolvente A                      | 2  |
| Pos lavado del disolvente A                     | 2  |
| Volumen de lavado del disolvente A              | 8  |
| Prelavados del disolvente B                     | 0  |
| Pos lavados del disolvente B                    | 0  |
| Volumen de lavado del disolvente B              | 0  |
| Modo de inyección (7693A)                       | Normal   |
| Volumen de espacio de aire (7693A)              | 0,20   |
| Retraso de viscosidad                           | 0  |
| Velocidad de suministro de inyección<br>(7693A) | 6.000  |
| Velocidad del émbolo (7683)                     | Rápido, para todos los inyectores<br>excepto el COC. |
| Tiempo de parada de la pre-inyección            | 0  |
| Tiempo de parada de la post-inyección           | 0  |

 Tabla 9
 FPD<sup>+</sup> Condiciones de comprobación del fósforo (continuación)

| Inyección Manual     |      |  |
|----------------------|------|--|
| Volumen de inyección | 1 µL |  |
| Sistema de datos     |      |  |
| Tasa de datos        | 5 Hz |  |

 Tabla 9
 FPD<sup>+</sup> Condiciones de comprobación del fósforo (continuación)

- 3 Encienda la llama del FPD, si no está encendida.
- **4** Muestra el monitor y la salida de señal. Esta saluda normalmente funciona entre 40 y 55 pero puede llegar hasta 70. Espere mientras la salida se estabiliza. Esto tarda aproximadamente 1 hora.

Si la salida es demasiado alta:

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

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

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

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

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse [**Start**] en el GC.



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

#### **Rendimiento del sulfuro**

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

Si la salida es demasiado alta:

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

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

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

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

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse [**Start**] en el GC.
- 6 El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.



# Para comprobar el rendimiento del FPD (muestra 5188-5953)

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

#### Preparación

- **1** Prepare lo siguiente:
  - Columna de evaluación, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25  $\mu m$  (19091J-413)
  - Evaluación del rendimiento del FPD (comprobación) muestra (5188-5953), 2,5  $\,$  mg/L (± 0,5%) metil paratión en isooctano
  - Filtro de fósforo
  - Filtro de sulfuro y espaciador de filtro
  - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector.
  - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra.
  - Asotano de grado cromatográfico para disolvente de lavado de jeringa.
  - Inyector y hardware del inyector (Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica.")
- **2** Compruebe lo siguiente:
  - Adaptador de columna capilar instalado. En caso contrario, instálelo.
  - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, nitrógeno, hidrógeno y aire.
  - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
  - Vial de 4-mL con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- Reemplace las partes consumibles (liner, septum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación.
   Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica"
- **4** Verifique que la **desviación de encendido** se haya establecido correctamente. Normalmente, debe ser de 2,0 pA para el método de comprobación.
- **5** Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI o PTV en el manual de mantenimiento.)

- Establezca el horno, el inyector y el detector a 250 °C y acondicione térmicamente durante 15 minutos como mínimo. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI o PTV en el manual de mantenimiento.)
- Asegúrese de configurar la columna.

### Rendimiento del fósforo

- 1 Si aun no está instalado, instale el filtro de fósforo.
- 2 Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en Tabla 10.

| Columna y muestra        |  |
|--------------------------|--|
| Тіро                     | HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm<br>(19091J-413) |
| Muestra                  | Comprobación de FID (5188-5953)                |
| Modo de columna          | Presión constante                              |
| Presión de la columna    | 25 psi   |
| Inyector split/splitless |  |
| Temperatura              | 200 °C Split/splitless                         |
| Modo                     | Splitless                                      |
| Flujo de purga           | 60 mL/min                                      |
| Tiempo de purga          | 0,75 min                                       |
| Purga del Septum         | 3 mL/min                                       |
| Inyector multimodo       |  |
| Modo                     | Splitless                                      |
| Temperatura de inyector  | 75 °C  |
| Tiempo inicial           | 0,1 min  |
| Tasa 1                   | 720 °C/min                                     |
| Temperatura final 1      | 250 °C   |
| Tiempo final 1           | 5,0 min  |
| Tiempo de purga          | 1,0 min  |
| Flujo de purga           | 60 mL/min                                      |
| Purga del Septum         | 3 mL/min                                       |

#### Tabla 10 FPD Condiciones de comprobación (P)

| Inyector de columna empaquetada |                                     |
|---------------------------------|-------------------------------------|
| Temperatura                     | 200 °C                              |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                            |
| inyector de frío en columna     |                                     |
| Temperatura                     | Seguimiento del horno               |
| Purga del Septum                | 15 mL/min                           |
| Inyector de PTV                 |                                     |
| Modo                            | Splitless                           |
| Temperatura de inyector         | 75 °C                               |
| Tiempo inicial                  | 0,1 min                             |
| Tasa 1                          | 720 °C/min                          |
| Temperatura final 1             | 350 °C                              |
| Tiempo final 1                  | 2 min                               |
| Tasa 2                          | 100 °C/min                          |
| Temperatura final 2             | 250 °C                              |
| Tiempo final 2                  | 0 min                               |
| Tiempo de purga                 | 0,75 min                            |
| Flujo de purga                  | 60 mL/min                           |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                            |
| Detector                        |                                     |
| Temperatura                     | 200 °C (Encendido)                  |
| Flujo de hidrógeno              | 75 mL/min (activado)                |
| Flujo de aire (oxidante)        | 100 mL/min (activado)               |
| Modo                            | Flujo de auxiliar constante APAGADO |
| Flujo auxiliar                  | 60 mL/min (activado)                |
| Tipo de gas auxiliar            | Nitrógeno                           |
| Llama                           | Activado                            |
| Desviación de encendido         | 2 pA normalmente                    |
| Voltaje del PMT                 | Activado                            |
| Horno                           |                                     |
| Temperatura inicial             | 70 °C                               |
| Tiempo inicial                  | 0 min                               |

 Tabla 10
 FPD Condiciones de comprobación (P) (continuación)

| Tasa 1  | 25 °C/min   |
|---|---|
| Temperatura final 1                             | 150 °C  |
| Tiempo final 1                                  | 0 min   |
| Tasa 2  | 5 °C/min  |
| Temperatura final 2                             | 190 °C  |
| Tiempo final 2                                  | 4 min   |
| Ajustes de ALS (si está instalado)              |   |
| Lavados de la muestra                           | 2   |
| Bombeos de la muestra                           | 6   |
| Volumen del lavado de la muestra                | 8   |
| Volumen de inyección                            | 1 μL  |
| Tamaño de la jeringa                            | 10 µL   |
| Prelavado del disolvente A                      | 2   |
| Pos lavado del disolvente A                     | 2   |
| Volumen de lavado del disolvente A              | 8   |
| Prelavados del disolvente B                     | 0   |
| Pos lavados del disolvente B                    | 0   |
| Volumen de lavado del disolvente B              | 0   |
| Modo de inyección (7693A)                       | Normal  |
| Volumen de espacio de aire (7693A)              | 0,20  |
| Retraso de viscosidad                           | 0   |
| Velocidad de suministro de inyección<br>(7693A) | 6.000   |
| Velocidad del émbolo (7683)                     | Rápido, para todos los inyectores excepto el COC. |
| Tiempo de parada de la pre-inyección            | 0   |
| Tiempo de parada de la post-inyección           | 0   |
| Inyección Manual                                |   |
| Volumen de inyección                            | 1 μL  |
| Sistema de datos                                |   |
| Tasa de datos                                   | 5 Hz  |
|   |   |

 Tabla 10
 FPD Condiciones de comprobación (P) (continuación)

3 Encienda la llama del FPD, si no está encendida.

**4** Muestra el monitor y la salida de señal. Esta saluda normalmente funciona entre 40 y 55 pero puede llegar hasta 70. Espere mientras la salida se estabiliza. Esto tarda aproximadamente 1 hora.

Si la salida es demasiado alta:

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

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

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

Si está realizando una inyección utilizando el muestreador automático, empiece el análisis con el sistema de datos o pulse **[Start]** en el GC. Si está realizando una inyección manual (con o sin un sistema de datos):

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse [**Start**] en el GC.
- **c** El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.



## Rendimiento del sulfuro

- 1 Instale el filtro de sulfuro y el espaciador de filtro.
- 2 Realice los siguientes cambios en los parámetros del método.

| Tabla 11         Parámetros del método de sulfu | uro (S | S |  |
|---|--------|---|--|
|---|--------|---|--|

| Parámetro     | Valor ( mL/min) |
|---------------|-----------------|
| Flujo de H2   | 50              |
| Flujo de aire | 60              |

3 Encienda la llama del FPD, si no está encendida.

**4** Muestra el monitor y la salida de señal. Esta saluda normalmente funciona entre 50 y 60 pero puede llegar hasta 70. Espere mientras la salida se estabiliza. Esto tarda aproximadamente 1 hora.

Si la salida es demasiado alta:

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

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

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

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

- **a** Pulse **[Prep Run]** para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse **[Start]** en el GC.
- 7 El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.

### 6 Comprobación cromatográfica



# Para comprobar el rendimiento del FPD (muestra 5188-5245, Japón)

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

#### Preparación

- **1** Prepare lo siguiente:
  - Columna de evaluación, DB5 15 m × 0,32 mm × 1,0 μm (123-5513)
  - Evaluación del rendimiento del FPD (comprobación) muestra (5188-5245, Japón), composición: n-Dodecane 7499 mg/L (± 5%), Dodecanethiol 2,0 mg/L (± 5%), Tributilfosfato 2,0 mg/L (± 5%), tert-Butyldisulfide 1,0 mg/L (± 5%), en isooctano como disolvente
  - Filtro de fósforo
  - Filtro de sulfuro y espaciador de filtro
  - Botellas de 4-mL de disolvente y residuos o equivalente para el autoinyector.
  - Viales de muestra de 2-mL o equivalente para muestra.
  - Asotano de grado cromatográfico para disolvente de lavado de jeringa.
  - Inyector y hardware del inyector (Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica.")
- **2** Compruebe lo siguiente:
  - Adaptador de columna capilar instalado. En caso contrario, instálelo.
  - Gases de grado cromatográfico conectado y configurado: helio como gas portador, nitrógeno, hidrógeno y aire.
  - Viales de residuos vacíos cargados en la torreta de muestras.
  - Vial de 4-mL con tapón de difusión relleno con isooctano e insertado en la posición del inyector Disolvente A.
- Reemplace las partes consumibles (liner, septum, trampas, jeringa, etc.) cuando sea necesario para la comprobación. Consulte "Para preparar una comprobación cromatográfica"
- **4** Verifique que la desviación de encendido se haya establecido correctamente. Normalmente, debe ser de 2,0 pA para el método de comprobación.

- **5** Instale la columna de evaluación. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI o PTV en el manual de mantenimiento.)
  - Establezca el horno, el inyector y el detector a 250 °C y acondicione térmicamente durante 15 minutos como mínimo. (Consulte el procedimiento para el SS, PP, COC, MMI o PTV en el manual de mantenimiento.)
  - Configure la columna.

#### **Rendimiento del fósforo**

- 1 Si aun no está instalado, instale el filtro de fósforo.
- 2 Cree o cargue un método con los valores del parámetro enumerados en Tabla 12.

| Columna y muestra        |   |
|--------------------------|---|
| Тіро                     | DB-5MS, 15 m × 0,32 mm × 1,0 μm<br>(123-5513) |
| Muestra                  | Comprobación de FPD (5188-5245)               |
| Modo de columna          | Flujo constante                               |
| Flujo de columna         | 7,5 mL/min                                    |
| Inyector split/splitless |   |
| Temperatura              | 250 °C  |
| Modo                     | Splitless                                     |
| Flujo de purga total     | 69,5 mL/min                                   |
| Flujo de purga           | 60 mL/min                                     |
| Tiempo de purga          | 0,75 min                                      |
| Purga del Septum         | 3 mL/min                                      |
| Inyector multimodo       |   |
| Modo                     | Splitless                                     |
| Temperatura de inyector  | 80 °C   |
| Tiempo inicial           | 0,1 min                                       |
| Tasa 1                   | 720 °C/min                                    |
| Temperatura final 1      | 250 °C  |
| Tiempo final 1           | 5,0 min                                       |

 Tabla 12
 Condiciones de comprobación del fósforo del FPD

| Tiempo de purga                 | 1,0 min                             |
|---------------------------------|-------------------------------------|
| Flujo de purga                  | 60 mL/min                           |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                            |
| Inyector de columna empaquetada |                                     |
| Temperatura                     | 250 °C                              |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                            |
| inyector de frío en columna     |                                     |
| Temperatura                     | Seguimiento del horno               |
| Purga del Septum                | 15 mL/min                           |
| Inyector de PTV                 |                                     |
| Modo                            | Splitless                           |
| Temperatura de inyector         | 80 °C                               |
| Tiempo inicial                  | 0,1 min                             |
| Tasa 1                          | 720 °C/min                          |
| Temperatura final 1             | 350 °C                              |
| Tiempo final 1                  | 2 min                               |
| Tasa 2                          | 100 °C/min                          |
| Temperatura final 2             | 250 °C                              |
| Tiempo final 2                  | 0 min                               |
| Tiempo de purga                 | 0,75 min                            |
| Flujo de purga                  | 60 mL/min                           |
| Purga del Septum                | 3 mL/min                            |
| Detector                        |                                     |
| Temperatura                     | 200 °C (activado)                   |
| Flujo de hidrógeno              | 75,0 mL/min (activado)              |
| Flujo de aire (oxidante)        | 100,0 mL/min (activado)             |
| Modo                            | Flujo de auxiliar constante apagado |
| Flujo auxiliar                  | 60,0 mL/min (activado)              |
| Tipo de gas auxiliar            | Nitrógeno                           |
| Llama                           | Activado                            |
| Desviación de encendido         | 2 pA normalmente                    |
| Voltaje del PMT                 | Activado                            |

Tabla 12 Condiciones de comprobación del fósforo del FPD

| Bloque de emisión                               | 125 °C   |
|---|--|
| Horno   |  |
| Temperatura inicial                             | 70 °C  |
| Tiempo inicial                                  | 0 min  |
| Tasa 1  | 10 °C/min  |
| Temperatura final                               | 105 °C   |
| Tiempo final                                    | 0 min  |
| Tasa 2  | 20 °C/min  |
| Temperatura final 2                             | 190 °C   |
| Tiempo final 2                                  | 7,25 min para sulfuro<br>12,25 min para fósforo      |
| Ajustes de ALS (si está instalado)              |  |
| Lavados de la muestra                           | 2  |
| Bombeos de la muestra                           | 6  |
| Volumen del lavado de la muestra                | 8  |
| Volumen de inyección                            | 1 μL   |
| Tamaño de la jeringa                            | 10 µL  |
| Prelavado del disolvente A                      | 2  |
| Pos lavado del disolvente A                     | 2  |
| Volumen de lavado del disolvente A              | 8  |
| Prelavados del disolvente B                     | 0  |
| Pos lavados del disolvente B                    | 0  |
| Volumen de lavado del disolvente B              | 0  |
| Modo de inyección (7693A)                       | Normal   |
| Volumen de espacio de aire (7693A)              | 0,20   |
| Retraso de viscosidad                           | 0  |
| Velocidad de suministro de inyección<br>(7693A) | 6.000  |
| Velocidad del émbolo (7683)                     | Rápido, para todos los inyectores<br>excepto el COC. |
| Tiempo de parada de la pre-inyección            | 0  |
| Tiempo de parada de la post-inyección           | 0  |

 Tabla 12
 Condiciones de comprobación del fósforo del FPD

| Inyección Manual     |      |  |
|----------------------|------|--|
| Volumen de inyección | 1 µL |  |
| Sistema de datos     |      |  |
| Tasa de datos        | 5 Hz |  |

Tabla 12 Condiciones de comprobación del fósforo del FPD

- 3 Encienda la llama del FPD, si no está encendida.
- 4 Muestra el monitor y la salida de señal. Esta saluda normalmente funciona entre 40 y 55 pero puede llegar hasta 70. Espere mientras la salida se estabiliza. Esto tarda aproximadamente 1 hora.

Si la salida es demasiado alta:

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

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

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

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

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse [**Start**] en el GC.



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

## **Rendimiento del sulfuro**

- 1 Instale el filtro de sulfuro.
- 2 Realice los siguientes cambios en los parámetros del método.

| Parámetro     | Valor ( mL/min) |
|---------------|-----------------|
| Flujo de H2   | 50              |
| Flujo de aire | 60              |

Tabla 13 Parámetros del método de sulfuro

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

Si la salida es demasiado alta:

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

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

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

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

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

- **a** Pulse [**Prep Run**] para preparar el inyector para una inyección splitless.
- **b** Cuando el GC está listo, inyecte 1  $\mu$ L de la muestra de comprobación y pulse [**Start**] en el GC.
- 7 El siguiente cromatograma muestra los resultados típicos de un nuevo detector con partes consumibles nuevas instaladas.



## 6 Comprobación cromatográfica


Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

7

# Conservación de recursos

Conservación de recursos 110 Métodos de suspensión 110 Métodos de condición y de activación 112 Para configurar el GC para conservar recursos 114 Para editar un programa de instrumento 117 Para crear o editar un método de suspensión, activación o condición 118 Para que el GC entre ahora en suspensión 119 Para activar el GC ahora 120

Esta sección describe las funciones para el ahorro de recursos del GC.



### Conservación de recursos

El GC 7890B proporciona un programa del instrumento para conservar recursos tales como la electricidad y los gases. Mediante el uso del programa del instrumento, puede crear métodos de acondicionamiento, suspensión y activación que le permiten programar el uso de recursos. Un método de **SUSPENSIÓN** establece flujos y temperaturas bajos. Un método de **ACTIVACIÓN** establece nuevos flujos y temperaturas, normalmente para restablecer las condiciones de funcionamiento. Un método de **CONDICIÓN** establece flujos y temperaturas para un tiempo determinado del análisis suficientemente altos para limpiar la contaminación que pueda haber.

Cargue el método de suspensión en un tiempo determinado durante el día para reducir los flujos y las temperaturas. Cargue el método de activación o de condición para restablecer los ajustes analíticos antes de utilizar el GC de nuevo. Por ejemplo, cargue el método de suspensión al final de cada día o de la semana laboral, luego cargue el método de activación o de condición aprox. una hora antes de llegar al trabajo al día siguiente.

### Métodos de suspensión

Cree un método de suspensión para reducir el uso de gas y de electricidad en horas de poca actividad.

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

- El detector. Mientras puede reducir las temperaturas y el uso de gas, tenga en cuenta el tiempo de estabilización requerido para preparar el detector para su uso. Consulte la sección Tabla 1 Tiempos de estabilización del detectoren la página 18. El ahorro energético es mínimo.
- **Dispositivos conectados.** Si está conectado a un dispositivo externo, como el espectrómetro de masa, establezca flujos y temperaturas compatibles.
- Las columnas y el horno. Asegúrese de mantener el flujo suficiente para proteger las columnas a la temperatura establecida para el horno. Puede que tenga que encontrar la mejor velocidad de flujo reducido y la mejor temperatura. También tenga en cuenta el ciclo térmico adicional que puede aflojar las uniones, especialmente en las conexiones de la línea de transferencia del MS. En tal caso, mantenga la temperatura del horno a > 110 °C.

- Los inyectores. Mantenga el flujo suficiente para evitar la contaminación.
- **Refrigeración crio** Los dispositivos que utilizan la refrigeración crio pueden empezar a usar de inmediato el criógeno si así lo requiere el método de activación.

Consulte Tabla 14 a continuación, para ver las recomendaciones generales.

| Componente de GC        | Comentario  |
|-------------------------|---|
| Columnas y horno        | <ul> <li>Reduzca la temperatura para ahorrar energía.</li> <li>Desconecte para ahorrar el máximo de energía.</li> <li>Mantenga algo del flujo del gas portador para proteger las columnas.</li> </ul>                                   |
| Inyectores              | <ul> <li>Para todos los inyectores:</li> <li>Reduzca las temperaturas. Reduzca las temperaturas a 40 °C o Desconecte para ahorrar el máximo de energía.</li> </ul>  |
| Split/Splitless         | <ul> <li>Utilice el modo split para evitar la difusión de la contaminación desde la línea<br/>de purga. Utilice una relación de split reducida.</li> <li>Reduzca la presión. Utilice niveles de ahorro de gas, en su caso.</li> </ul>   |
| Frío en columna         | <ul><li>Reduzca la presión.</li><li>Reduzca el flujo de purga del septum.</li></ul>   |
| Multimodo               | <ul> <li>Utilice el modo split para evitar la difusión de la contaminación desde la línea<br/>de purga. Utilice una relación de split reducida.</li> <li>Reduzca la presión. Utilice niveles de ahorro de gas, en su caso.</li> </ul>   |
| Purgado empaquetado     | <ul><li>Reduzca la presión.</li><li>Reduzca el flujo de purga del septum.</li></ul>   |
| Interfaz para volátiles | <ul><li>Reduzca la presión.</li><li>Reduzca el flujo de purga del septum.</li></ul>   |
| Detectores              |   |
| FID                     | <ul> <li>Apague la llama. (Esto apagará el hidrógeno y los flujos de aire.)</li> <li>Reduzca las temperaturas. (Mantenga a 100 °C o más para reducir la contaminación y la condensación.)</li> <li>Apague el flujo auxiliar.</li> </ul> |
| FPD <sup>+</sup>        | <ul> <li>Apague la llama. (Esto apagará el hidrógeno y los flujos de aire.)</li> <li>Reduzca las temperaturas. (Mantenga a 100 °C o más para reducir la contaminación y la condensación.)</li> <li>Apague el flujo auxiliar.</li> </ul> |
| μECD                    | <ul> <li>Reduzca el flujo auxiliar. Pruebe usar 15–20 mL/min y compruebe los resultados.</li> <li>Mantenga la temperatura para evitar largos tiempos de recuperación y estabilización.</li> </ul>                                       |

 Tabla 14
 Recomendaciones para el método de suspensión

| Componente de GC              | Comentario   |  |
|-------------------------------|--|--|
| NPD                           | <ul> <li>Mantenga los flujos y las temperaturas. No se recomienda el modo de<br/>suspensión debido a los tiempos de recuperación y también porque el ciclo<br/>térmico puede reducir la duración de la perla.</li> </ul>   |  |
| TCD                           | <ul> <li>Deje el filamento puesto.</li> <li>Deje la temperatura del bloque.</li> <li>Reduzca los flujos de referencia y auxiliar.</li> </ul>   |  |
| FPD                           | <ul> <li>Mantenga los flujos y las temperaturas. No se recomienda el modo de<br/>suspensión.</li> </ul>  |  |
| Otros dispositivos            |  |  |
| Caja de válvulas              | <ul> <li>Reduzca la temperatura. (Mantenga la temperatura de la caja de válvulas<br/>suficientemente alta para evitar la condensación de la muestra, en su caso.)</li> </ul>   |  |
| Zonas térmicas auxiliares     | <ul> <li>Reduzca o apague. También se pueden consultar los manuales de los<br/>dispositivos, por ejemplo para un MSD conectado.</li> </ul>   |  |
| Presiones o flujos auxiliares | <ul> <li>Reduzca o apague, según corresponda a las columnas conectadas, las líneas<br/>de transferencia, etc. Consulte siempre los manuales de los dispositivos o<br/>instrumentos conectados, por ejemplo, de un MSD conectado, para mantener<br/>como mínimo los flujos y las presiones recomendados.</li> </ul> |  |

|--|

Consulte también la sección "Para crear o editar un método de suspensión, activación o condición" en la página 118.

### Métodos de condición y de activación

El GC se puede programar para activarse de muchas maneras:

- Mediante la carga del último método activo utilizado antes de entrar en suspensión.
- Mediante la carga del métodoACTIVACIÓN
- Mediante la ejecución del método llamado **CONDICIÓN**, luego cargando el último método activo
- Mediante la ejecución del método llamado **CONDICIÓN**, luego cargando el método **ACTIVACIÓN**

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

**Un método de ACTIVACIÓN** establece las temperaturas y los flujos. El programa de temperatura del horno es isotérmico, ya que el GC no inicia un análisis. Cuando el GC carga un método de **ACTIVACIÓN**, permanece con estos ajustes hasta que cargue otro método usando el teclado, el sistema de datos o empezando una secuencia.

Un método de **ACTIVACIÓN** puede incluir cualquier ajuste, aunque normalmente hará lo siguiente:

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

Un método de CONDICIÓN establece los flujos y las temperatura para la duración del programa del horno del método. Cuando finaliza el programa, el GC carga el método de ACTIVACIÓN o el último método que estaba activo antes de entrar en suspensión, tal y como lo indica el programa del instrumento (o cuando se sale manualmente del estado de suspensión).

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

### Para configurar el GC para conservar recursos

Configure le GC para conservar recursos, creando y utilizando un **Programa del instrumento**.

- 1 Decida cómo restablecer los flujos. Las opciones son:
  - **Activación actual**: A la hora especificada, el GC restablecerá el último método que estaba activo antes de entrar en suspensión.
  - Activación con el archivo ACTIVACIÓN: A la hora especificada, el GC cargará el método de activación y permanecerá con esos ajustes.
  - Activación actual: A la hora especificada, el GC cargará el método de condición. Este método se ejecuta una vez, luego el GC cargará el último método que estaba activo antes de entrar en suspensión. Durante este análisis acondicionamiento, el GC no produce o recopila datos.
  - Condición, Activación con el archivo ACTIVACIÓN: A la hora especificada, el GC cargará el método de condición. Este método se ejecuta una vez, luego el GC carga el método de activación. Durante el análisis acondicionamiento, el GC no produce o recopila datos.
  - Ajuste la desviación del detector frontal (o posterior): Si el GC incluye un NPD, Puede establecer el GC para ejecutar su ajuste de error de voltaje Ajuste de desviación.
- 2 Cree un método de **SUSPENSIÓN**. Este método debe reducir los flujos y las temperaturas. Consulte la sección "Métodos de suspensión".
- 3 Programe los métodos de ACTIVACIÓN o CONDICIÓN, cuando sea necesario. Consulte la sección "Métodos de condición y de activación". (Aunque crear estos métodos es una buena práctica, no los necesita si solo activa el GC con el último método que estuvo activo.)

- 4 Cree el Programa del instrumento.
  - a Pulse [Clock Table], vaya a Programa del instrumento, luego pulse [Enter].



- **b** Pulse [**Mode/Type**] para crear un elemento nuevo del programa.
- **c** Cuando se le pida, vaya al día de la semana que quiera y pulse [**Enter**].

| INST SCHEDULE | TABLE | DAY |   |
|---------------|-------|-----|---|
| Monday        |       |     | < |
| Tuesday       |       |     |   |
| Wednesday     |       |     |   |
|               |       | 0-4 |   |

- d Cuando se le pida, seleccione la función Entrar en suspensión, pulse [Enter], luego inserte la hora del evento. Pulse [Enter].
- e A continuación establezca la función de activación. Mientras sigue viendo el programa, pulse [**Mode/Type**] para crear un elemento nuevo del programa.
- f Cuando se le pida, vaya al día de la semana que quiera y pulse [**Enter**].



g Cuando se le pida, seleccione la función deseada, pulse [Enter], luego inserte la hora del evento. Pulse [Enter]. (Consulte paso 2 para ver las descripciones de las funciones de activación.)



h Repita los pasos bg cuando sea necesario para cualquier otro día de la semana.

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

También puedes utilizar el **Programa del instrumento** para programar una función de Ajuste de desviación para un NPD, si está instalado. Esta función es útil para preparar automáticamente el NPD para usarlo cada día.

Consulte también la sección "Para crear o editar un método de suspensión, activación o condición" en la página 118.

### Para editar un programa de instrumento

Para editar un programa existente, borre los elementos no deseados y agregue los elementos nuevos que quiera.

1 Pulse [Clock Table], vaya a Programa del instrumento, luego pulse [Enter].



2 Vaya al elemento del programa que quiere borrar.



3 Pulse [**Delete**]. Cuando se le pida, pulse [**On/Yes**] para confirmar, o [**Off/No**] para cancelar y mantener el elemento.



Agregue nuevos elementos, como se describe en "Para configurar el GC para conservar recursos" en la página 114.

## Para crear o editar un método de suspensión, activación o condición

Para crear o editar un método de SUSPENSIÓN, ACTIVACIÓN, o CONDICIÓN

- 1 Si lo desea, cargue un método con valores similares.
- 2 Edite los valores del método. El GC permite ajustar solo los parámetros relevantes:
  - Para un método de SUSPENSIÓN, el GC establece la temperatura del horno inicial, las temperaturas del inyector y el detector, el inyector (columna), las velocidades del flujo del detector, las temperaturas auxiliares, etc. El GC ignora cualquier rampa en un método de SUSPENSIÓN, así como la señal de salida u otros ajustes relacionados con el análisis o el tiempo. El método de SUSPENSIÓN no se puede ejecutar.
  - Para un método de ACTIVACIÓN, el GC puede establecer los mismos parámetros que para el método de suspensión. El GC ignora cualquier rampa en un método de SUSPENSIÓN, así como la señal de salida u otros ajustes relacionados con el análisis o el tiempo. El método de SUSPENSIÓN no se puede ejecutar.
  - Para un método de CONDICIÓN, el método también puede incluir rampas, por ejemplo una rampa de horno. El tiempo de ejecución del horno establece la duración de los valores establecidos para el método CONDICIÓN que se aplican al GC antes de que éste cargue el método de activación o el último método activo. Mientras el GC ejecuta el método de CONDICIÓN para aplicar cualquier rampa y tiempos de espera, el GC no recopila datos o produce una señal. El análisis en CONDICIÓN es un análisis en blanco, ya que no hay ninguna inyección.
- 3 Pulse [Method], vaya al método que quiere guardar (SUSPENSIÓN, ACTIVACIÓN o CONDICIÓN) y pulse [Store].
- 4 Si se le pide sobrescribir, pulse [**On/Yes**] para sobrescribir el método existente o [**Off/No**] para cancelar.

# Para que el GC entre ahora en suspensión

- 1 Pulse [Clock Table], seleccione Programa del instrumento, luego pulse [Enter].
- 2 Seleccione Entrar en suspensión ahora, luego pulse [Enter].



# Para activar el GC ahora

Si el GC está en suspensión, puede despertar de la siguiente manera:

- 1 Pulse [Clock Table], seleccione Programa del instrumento, luego pulse [Enter].
- 2 Seleccione la opción de activación deseada, luego pulse [Enter].
  - Activar ahora (restablecer el método). Salga del modo de suspensión, mediante la carga del último método activo utilizado antes de entrar en suspensión.
  - Activar ahora (método ACTIVACIÓN). Salga del método de suspensión mediante la carga del método de ACTIVACIÓN.
  - **Condición del análisis, Activo (actualmente)** Salga del método de suspensión, ejecutando el método de condición. Cuando finaliza el método de **CONDICIÓN**, el GC carga el último método activo antes de entrar en suspensión.
  - Condición del análisis, Activándose (ACTIVACIÓN).Salga del método de suspensión, ejecutando el método de condición. Cuando el método CONDICIÓN finaliza, el GC carga el método de activación.



Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

8

# Mantenimiento Preventivo Asistido

Mantenimiento preventivo asistido (EMF) 122 Umbrales predeterminados 124 Contadores disponibles 125 Para activar o cambiar un límite para un contador EMF 128 Para desactivar un contador EMF 129 Para restablecer un Contador EMF 130 Contadores EMF para muestreadores automáticos 131 Contadores EMF para instrumentos MS 132

Esta sección describe la función de Mantenimiento Preventivo Asistido (Early Maintenance Feedback, EMF) disponible en el GC 7890B de Agilent.



### Mantenimiento preventivo asistido (EMF)

El 7890B ofrece contadores basados en tiempo y en inyección para diversas piezas de mantenimiento y consumibles. Utilice estos contadores para realizar un seguimiento del uso y sustituir o reacondicionar estos elementos antes de que la posible degradación afecte a los resultados cromatográficos.

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

#### **Tipos de contador**

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

Considere, por ejemplo, el siguiente GC:

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

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

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

### Umbrales

La función EMF proporciona dos umbrales de advertencia: **Service due** y **Service warning**.

- Service Due: Cuando el contador excede este número de inyecciones o de días, el indicador del Service Due se ilumina y se realiza una entrada en el Maintenance Log. El límite del Service Due debe ser mayor que el límite del Service warning.
- **Service warning**: Cuando el contador excede este número de inyecciones o de días, el estado del instrumento muestra un aviso de que es posible que el componente necesite mantenimiento pronto.

Ambos umbrales están establecidos de forma independiente para cada contador. Puede activar uno o los dos, como desee.

### **Umbrales predeterminados**

Los contadores seleccionados tienen umbrales predeterminados para utilizarlos como punto de inicio. Para ver toda la información disponible para un contador:

- 1 Navegue hasta el contador deseado y pulse [**Enter**]. Consulte la sección "Para activar o cambiar un límite para un contador EMF".
- 2 Desplácese hasta la entrada del **Service Due** del contador y pulse [**Modo/Tipo**]. Si está disponible, aparece el umbral predeterminado para el contador. Pulse [**Clear**] para volver al contador.

Si no se sugiere un límite predeterminado, introduzca un límite conservador basado en su experiencia. Utilice la función de advertencia para alertarle cuando el servicio se aproxime, después realice un seguimiento del rendimiento para determinar si el umbral de **Service Due** es demasiado elevado o demasiado bajo.

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

# **Contadores disponibles**

Table 15 enumera los contadores más comunes disponibles. Los contadores disponibles variarán según las opciones del GC instaladas, los consumibles y las futuras actualizaciones.

| Componente de GC      | Piezas con un contador                     | Tipo                            | Valor predeterminado                              |
|-----------------------|--|---------------------------------|---|
| Detectores            |  |                                 |   |
| FID                   | Colector                                   | Número de inyecciones           |   |
|                       | Chorro                                     | Número de inyecciones           |   |
|                       | Encendedor                                 | Número de intentos de encendido |   |
| TCD                   | Cambio de solenoide                        | Tiempo de encendido             |   |
|                       | Tiempo de encendido del<br>filamento       | Tiempo de encendido             |   |
| μECD                  | Insertar liner                             | Número de inyecciones           |   |
|                       | Tiempo desde el test de<br>limpieza        | Tiempo de encendido             | 6 meses   |
| NPD                   | Perla                                      | Número de inyecciones           |   |
|                       | Cerámica                                   | Número de inyecciones           |   |
|                       | Colector                                   | Número de inyecciones           |   |
|                       | Desviación de la línea base de<br>la perla | Valor pA                        |   |
|                       | Voltaje de la línea base de la<br>perla    | Valor del voltaje               | Perla de cerámica: 3,895<br>Perla Blos: 1,045     |
|                       | Integral actual de la perla                | Valor pA-sec                    |   |
|                       | Tiempo de encendido de la<br>perla         | Tiempo de encendido             | Perla de cerámica: 1.200 h<br>Perla Blos: 2.400 h |
| FPD <sup>+</sup> /FPD | Encendedor                                 | Número de intentos de encendido |   |
|                       | PMT  | Número de inyecciones           |   |
|                       | PMT  | Tiempo de encendido             | 6 meses   |
| Inyectores            |  |                                 |   |
| SSL                   | Sello de oro                               | Número de inyecciones           | 5.000   |
|                       | Sello de oro                               | Tiempo                          | 90 días   |
|                       | Liner                                      | Número de inyecciones           | 200   |

#### **Tabla 15**Contadores EMF comunes

| Componente de GC | Piezas con un contador                        | Тіро                  | Valor predeterminado |
|------------------|---|-----------------------|----------------------|
|                  | Liner   | Tiempo                | 30 días              |
|                  | A-randela del liner                           | Número de inyecciones | 1.000                |
|                  | A-randela del liner                           | Tiempo                | 60 días              |
|                  | Septum  | Número de inyecciones | 200                  |
|                  | Trampa de purga de split                      | Número de inyecciones | 10.000               |
|                  | Trampa de purga de split                      | Tiempo                | 6 meses              |
| MMI              | Liner   | Número de inyecciones | 200                  |
|                  | Liner   | Tiempo                | 30 días              |
|                  | A-randela del liner                           | Número de inyecciones | 1.000                |
|                  | A-randela del liner                           | Tiempo                | 60 días              |
|                  | Septum  | Número de inyecciones | 200                  |
|                  | Trampa de purga de split                      | Número de inyecciones | 10.000               |
|                  | Trampa de purga de split                      | Tiempo                | 6 meses              |
|                  | Ciclos de refrigeración                       | Número de inyecciones |                      |
|                  | Sello inferior limpio                         | Número de inyecciones | 1.000                |
| PP               | Liner   | Número de inyecciones | 200                  |
|                  | Liner   | Tiempo                | 30 días              |
|                  | Septum  | Número de inyecciones | 200                  |
|                  | A-randela del bloque superior                 | Número de inyecciones | 10.000               |
|                  | A-randela del bloque superior                 | Tiempo                | 1 año                |
| COC              | Septum  | Número de inyecciones | 200                  |
| PTV              | Sello plateado del adaptador de<br>la columna | Número de inyecciones | 5.000                |
|                  | Liner   | Número de inyecciones | 200                  |
|                  | Liner   | Tiempo                | 30 días              |
|                  | Trampa de purga de split                      | Número de inyecciones | 10.000               |
|                  | Trampa de purga de split                      | Tiempo                | 6 meses              |
|                  | Férrula PTFE                                  | Número de inyecciones |                      |
|                  | Férrula PTFE                                  | Tiempo                | 60 días              |
| VI               | Trampa de purga de split                      | Número de inyecciones | 10.000               |
|                  | Trampa de purga de split                      | Tiempo                | 6 meses              |

| Tabla 15 | Contadores | EMF | comunes | (continuación) |  |
|----------|------------|-----|---------|----------------|--|
|          |            |     |         |                |  |

| Componente de GC          | Piezas con un contador                      | Тіро                                 | Valor predeterminado |
|---------------------------|---|--------------------------------------|----------------------|
| Columnas                  |   |                                      |                      |
| Columna                   | Inyecciones en la columna                   | Número de inyecciones                |                      |
|                           | Ciclos del horno                            | Número de inyecciones                |                      |
|                           | Longitud                                    | Valor                                |                      |
| Válvulas                  |   |                                      |                      |
| Válvula                   | Rotor                                       | Activaciones (número de inyecciones) |                      |
|                           | Temperatura máxima                          | Valor                                |                      |
| Instrumento               |   |                                      |                      |
| Instrumento               | Tiempo de encendido                         | Tiempo                               |                      |
|                           | Número de ejecuciones                       | Número de inyecciones                |                      |
|                           | Filtros                                     | Tiempo                               |                      |
| Inyectores ALS            |   |                                      |                      |
| ALS                       | Jeringa                                     | Número de inyecciones                | 800                  |
|                           | Jeringa                                     | Tiempo                               | 2 meses              |
|                           | Aguja                                       | Número de inyecciones                | 800                  |
|                           | Movimientos del émbolo                      | Valor                                | 6.000                |
| Espectrómetros de n       | lasas                                       |                                      |                      |
| Espectrómetro de<br>masas | Bomba                                       | Tiempo (días)                        | 1 año                |
|                           | Filamento 1                                 | Tiempo (días)                        | 1 año                |
|                           | Filamento 2                                 | Tiempo (días)                        | 1 año                |
|                           | Fuente (tiempo desde la última<br>limpieza) | Tiempo (días)                        | 1 año                |
|                           | EMV en última sintonización                 | V                                    | 2.600                |

### Tabla 15 Contadores EMF comunes (continuación)

### Para activar o cambiar un límite para un contador EMF

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

- 1 Pulse [Service Mode].
- 2 Desplácese hasta Maintenance y pulse [Enter].
- **3** Desplácese hasta el componente del GC deseado (inyector frontal o posterior, detector frontal o posterior, válvulas, etc.) y pulse [**Enter**] para seleccionarlo. El GC muestra la lista de contadores para este componente.
- 4 Desplácese hasta el contador deseado.
- **5** Pulse [**Enter**] para seleccionar el contador actual. La pantalla mostrará las entradas del **Service Due** y del **Service warning**.
  - Si en la línea del **Service Due** o del **Service warning** se lee un número o tiempo (número de días, por ejemplo), el contador está activado.
  - Si en la línea del **Service Due** o del **Service warning** se lee **Off**, pulse [**On/Yes**] para activar el contador.
  - La pantalla también muestra la fecha y hora en la que el contador se modificó por última vez.
- **6** Desplácese hasta cada línea del umbral e introduzca el límite deseado.

### Para desactivar un contador EMF

Cuando utilice el GC sin un sistema de datos, desactive un contador de la siguiente forma:

- **1** Pulse [Service Mode].
- 2 Desplácese hasta Maintenance y pulse [Enter].
- **3** Desplácese hasta el componente del GC deseado (inyector frontal o posterior, detector frontal o posterior, válvulas, etc.) y pulse [**Enter**] para seleccionarlo. El GC muestra la lista de contadores para este componente.
- 4 Desplácese hasta el contador deseado.
- **5** Pulse [**Enter**] para seleccionar el contador actual. La pantalla mostrará las entradas del **Service Due** y del **Service warning**.
  - Si en la línea del **Service Due** o del **Service warning** se lee un número o tiempo (número de días, por ejemplo), el contador está activado.
  - Si en la línea del **Service Due** o del **Service warning** se lee **Off**, ese contador está actualmente desactivado.
  - La pantalla también muestra la fecha y hora en la que el contador se modificó por última vez.
- **6** Desplácese hasta cada línea del umbral y pulse [**0ff/No**] para desactivar.

# Para restablecer un Contador EMF

Cuando un contador de **Service Due** sobrepasa su umbral, el indicador del **Service Due** del GC se ilumina.

- **1** Pulse [Service Mode].
- 2 Desplácese hasta Maintenance y pulse [Enter].
- 3 Cada componente EMF con un contador que sobrepasó su umbral se marcará con un asterisco. Desplácese hasta el componente del GC deseado (inyector frontal o posterior, detector frontal o posterior, válvula, etc.) y pulse [Enter] para seleccionarlo. Aparece la lista de contadores para este componente. Cada componente que sobrepasó su umbral se marcará con un asterisco.
- 4 Desplácese hasta el contador deseado.
- **5** Pulse [**Off/No**] para restablecer el contador a 0.

### Contadores EMF para muestreadores automáticos

El GC proporciona acceso a los contadores para el muestreador automático. La funcionalidad para los contadores ALS depende del modelo de ALS y la versión de firmware. En todos los casos, el GC 7890B muestra el estado del contador EMF y le permite activar, desactivar y borrar los contadores con el panel del GC.

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

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

- Los contadores del inyector se incrementarán siempre que el inyector se utilice en cualquier GC de la serie 7890. Puede cambiar las posiciones en el mismo GC o instalar el inyector en un GC diferente sin perder los datos del contador ALS actual.
- El ALS informará sobre el exceso del límite solo cuando esté montado en un GC 7890B.

#### **Contadores para ALS con firmware anterior**

Si utiliza un inyector 7693 o 7650 con firmware anterior, o si utiliza otro modelo de inyector (por ejemplo, el 7683B), el GC realiza un seguimiento de los contadores para ese inyector. El GC utiliza el número de serie del inyector para distinguir entre los inyectores instalados pero solo mantiene hasta dos conjuntos de contadores: uno para el inyector frontal y uno para el inyector posterior.

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

## **Contadores EMF para instrumentos MS**

Cuando se conecta a un MSD Agilent serie 5977, el GC informa de los contadores EMF según el seguimiento del MSD. El MSD serie 5977 proporciona su propio seguimiento EMF.

Cuando se conecta a un MS o MSD de un modelo anterior (por ejemplo, un MSD serie 5975), el GC realiza el seguimiento de los contadores MS, no el MS.



Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

9

# **Características de GC-MS**

Comunicaciones GC/MS 134 Para configurar un método de purga 136 Para preparar manualmente el GC para la purga del MS 137 Para salir manualmente del estado de purga del MS 138 Para utilizar el GC cuando el MSD está apagado 139 Para habilitar o deshabilitar las comunicaciones del MS 140

Esta sección describe las comunicaciones y características de un sistema MSD serie 7890B-5977.



### **Comunicaciones GC/MS**

Cuando el GC 7890B y el MSD serie 5977 (u otro instrumento MS con Tecnologías inteligentes) están configurados conjuntamente se comunican y reaccionan los unos con los otros. (Consulte el manual Instalación y primer arranque para ver los detalles de la configuración.) Los dos eventos más importantes que provocan la interacción son la purga MSD y el apagado del MS.

### **Purgar el MSD**

Cuando utilice el teclado del MSD o el sistema de datos de Agilent para empezar a purgar, el MSD avisa al GC. El GC carga el método especial de purga del MS. El GC mantiene cargado el método de purga del MS hasta que:

- El MS vuelve a estar listo.
- Elimine manualmente el estado de purga del MS.

Durante el proceso de purga, el MSD serie 5977 avisará al GC de que la purga se ha completado. El GC entonces establecerá flujos muy bajos en cada dispositivo de control de presión o flujo, regresando al inyector a través de la cadena de configuración de la columna. Por ejemplo, para una configuración que utiliza una unión en la línea de transferencia, el GC ejerce la presión de 1,0 psi en la unión purgada y la presión en el inyector de 1,25 psi.

Si utiliza gas portador hidrógeno, el GC simplemente cerraré el gas para evitar una acumulación de hidrógeno en el MSD.

Tenga en cuenta que mientras esté en estado de purga del MS, el GC no apagará el MS hasta que se corten las comunicaciones con el MSD.

### Eventos de apagado del MS

Cuando lo configure con un MSD serie 5977, los siguientes eventos podrán provocar el apagado del MS en el GC:

- Pérdida de comunicación con el MS, cuando no se purgue el MS. (No requiere comunicaciones durante un largo período de tiempo.)
- MSD comunica un error de la bomba de alto vacío.

Cuando el GC inserta un apagado del MS:

• El GC aborta cualquier análisis actual.

- El horno está establecido a 50 °C. cuando alcanza dicha temperatura, se apaga.
- La línea de transferencia del MS está desactivada.
- Si utiliza un gas portador inflamable, el gas está desconectado después de que se enfríe el horno (solo para el recorrido del flujo de la columna MS).
- Si no está utilizando un gas portador inflamable, el GC establecerá flujos muy bajos en cada dispositivo de control de presión o flujo, regresando al inyector a través de la cadena de configuración de la columna. Por ejemplo, para una configuración que utiliza una unión en la línea de transferencia, el GC ejerce la presión de 1,0 psi en la unión purgada y la presión en el inyector de 1,25 psi.
- El GC muestra el estado de error y los avisos de eventos en los registros.

El GC no se podrá utilizar hasta que el estado de error esté eliminado o hasta que el MSD se desconfigure del GC. Consulte la sección "Para utilizar el GC cuando el MSD está apagado".

Si el MS está reparado o elimina sus errores, o si las comunicaciones se han restablecido, el GC eliminará automáticamente este estado de error.

Tenga en cuenta que para instrumentos de MS sin Tecnologías inteligentes, tales como el MSD serie 5975, puede crear manualmente una desconexión del MS, si lo desea, pulsando [**Aux Det #**], luego desplazándose hasta **Desconexión del MS** y luego pulsando [**Enter**].

# Para configurar un método de purga

Un buen método de purga del MS hace los siguiente:

- Apaga el calentador de la línea de transferencia del MS.
- Apaga el calentador del inyector.
- Establece el horno a una temperatura inferior, < 50 °C.
- Establece la velocidad de flujo de la columna en el MS tan elevada como crea que es adecuado y seguro. Para bombas turbo, establezca el flujo a 15 mL/min o a la velocidad máxima de flujos posible para la configuración de la columna (tenga en cuenta que las velocidades superiores a 15 mL/min puede que no ofrezcan ventajas adicionales). Para bombas de difusión, normalmente establece la velocidad del flujo en 2 mL/min (nunca supera los 4 mL/min).

Debe crear este método para utilizar la característica de purga rápida.

Para crear y almacenar el método:

- 1 Cree el método realizando los ajustes en el GC.
- 2 Cuando haya introducido los ajustes, pulse [Method].
- 3 Desplácese hasta **MS Vent**, luego pulse [**Store**]. Si se le pide que sobreescriba un método de purga del MS, pulse [**On/Yes**] para confirmar.

# Para preparar manualmente el GC para la purga del MS

Si utiliza un MS que no comunica eventos al GC (además de los eventos sencillos de inicio/parada), aun puede preparar el GC para purgar, cargando el método de purga del MS. Para cargar manualmente el método de purga del MS:

- 1 Pulse [Method], desplácese hasta MS Vent y pulse [Load].
- 2 Cuando se le pida, pulse [**On/Yes**] para confirmar.

## Para salir manualmente del estado de purga del MS

PRECAUCIÓN

Salir manualmente del estado de purga del MS cuando el GC y el MS aun están conectados y el MS está purgando o está desconectado, puede dañar el MS si establece flujos no apropiados.

Normalmente, se sale del estado de purga del MS cuando la purga se ha completado y el MS está listo. Cuando está configurado con un MSD serie 5977, el GC saldrá automáticamente del estado de purga del MS, cuando el MSD vuelva a estar listo.

- 1 Pulse [Aux Det #].
- 2 Desplácese hasta MS Vent, luego pulse [Enter].

### Para utilizar el GC cuando el MSD está apagado

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

- 1 Deshabilite las comunicaciones del MS. Pulse [Aux Det #], desplácese hasta MS Communication, luego pulse [Off/No].
- 2 Desplácese hasta Clear MS Shutdown, luego pulse [Enter].

Procure evitar ajustes que envían gases portadores al MS, o que aumentan la temperatura de las partes, ya que esto puede provocar incendios cuando trabaje con el MS.

Si es necesario, desinstale el MS del GC por completo.

## Para habilitar o deshabilitar las comunicaciones del MS

- 1 Pulse [Aux Det #].
- 2 Desplácese hasta MS Communication. La entrada leerá On si está habilitada o Disabled si está deshabilitada.
- 3 Pulse [Off/No] para deshabilitarla. La línea leerá MS Communication Disabled.

Pulse [**On/Yes**] para habilitar las comunicaciones.



Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

# 10 Configuración

Acerca de la configuración 142 Asignación de recursos del GC a un dispositivo 142 Establecer las propiedades de configuración 143 Temas generales 144 Para desbloquear la configuración del GC 144 Ignore Ready = 144Visualizaciones de información 145 Desconfigurado: 145 Horno 146 Entrada de inyector frontal/posterior 149 Para configurar el refrigerante PTV o COC 149 Para configurar el refrigerante de MMI 151 Nº de columna 153 Para configurar una única columna 154 Para configurar varias columnas 157 Columnas compuestas 162 Columnas de LTM 164 Trampa de crio 165 Detector frontal/Detector posterior/Detector auxiliar/Detector 2 auxiliar 167 Salida analógica 1/Salida analógica 2 169 Picos rápidos 169 Caja de válvulas 170 Zona térmica auxiliar 171 Para asignar una fuente de alimentación al GC a la zona térmica auxiliar 171 Para configurar un calentador de la línea de transferencia de MSD 172 Para configurar un calentador de catalizador de níquel 173 Para configurar un calentador de la línea de transferencia de la trampa de iones 173 PCM A/PCM B/PCM C 174 Auxiliar de presión 1,2,3/Auxiliar de presión 4,5,6/Auxliar de presión 7,8,9 176 Estado 177 Tiempo 178 Nº de válvula 179 Invector frontal/Invector posterior 180 Bandeja de muestras (ALS 7683) 182 Instrumento 183 Uso del lector de código de barras opcionalr 184



### Acerca de la configuración

La configuración es un proceso que consta de dos partes para la mayoría de los dispositivos de accesorio del GC que requieren alimentación eléctrica y/o recursos de comunicación desde el GC. En la primera parte del proceso de configuración, un recurso de alimentación y/o de comunicación se asigna al dispositivo. La segunda parte del proceso de configuración permite configurar las propiedades de configuración asociadas con el dispositivo.

#### Asignación de recursos del GC a un dispositivo

El GC otorga un modo de **desconfigurado** a un dispositivo de hardware que requiere recursos del GC pero no los tiene asignados. Una vez asigna recursos del GC a un dispositivo, el GC otorga al dispositivo un modo de **configurado**, así que le permite acceder a otros ajustes de propiedades (si hay alguna) para el dispositivo.

Para asignar los recursos del GC a un dispositivo con un modo **desconfigurado**:

- 1 Desbloquee la configuración del GC. Pulse [Options], seleccione Teclado y pantalla y pulse [Enter]. Vaya a Bloqueo rígido de la configuración y pulse [Off/No].
- **2** Pulse **[Config]** en el teclado del GC y seleccione un dispositivo de la lista, luego pulse **[Enter]**.

La tecla [Config] abre un menú similar a este:

Horno Entrada de invector frontal Entrada de inyector posterior Nº de columna **Detector frontal Detector posterior Detector auxiliar Detector auxiliar 2** Salida analógica 1 Salida analógica 2 Caja de válvulas Zona térmica auxiliar 1 Zona térmica auxiliar 2 Zona térmica auxiliar 3 PCM A PCM B PCM C EPC auxiliar 1,2,3

EPC auxiliar 4,5,6 EPC auxiliar 7,8,9 Situación Tiempo N° de válvula Válvula del GC 2 dimensional Inyector frontal Inyector posterior Bandeja de muestras Instrumento

En muchos casos puede moverse directamente al elemento de interés pulsando [**Config**][*device*].

- **3** Cuando se abre Configure Device Display, el cursos debe estar en el campo **desconfigurado**. Pulse [**Mode/Type**] y siga las instrucciones del GC para asignar recursos al dispositivo.
- **4** Después de asignar recursos, el GC le muestra el ciclo de alimentación del GC. Apague y vuelva a encender la alimentación del GC.

Cuando el GC se inicie, seleccione el dispositivo asignado a los recursos del GC para seguir con la configuración, en caso necesario. Cuando acceda, su modo debe indicar **configurado** y el resto de propiedades de la configuración se visualizan.

#### Establecer las propiedades de configuración

Las propiedades de configuración de un dispositivo son constantes para una configuración del hardware del instrumento, a diferencia de la configuración del método, que puede cambiar de análisis de muestra en análisis de muestra. Dos ajustes de configuración de ejemplo son el tipo de gas que fluye a través de un dispositivo neumático y el límite de la temperatura de funcionamiento de un dispositivo.

Para cambiar las propiedades de ajuste de la configuración para un dispositivo **configurado**:

1 Pulse [**Config**] en el teclado del GC y seleccione un dispositivo de la lista, luego pulse [**Enter**].

En muchos casos puede moverse directamente al elemento de interés pulsando [**Config**][*device*].

2 Vaya a los ajustes del dispositivo y cambie la propiedad. Esto puede suponer hacer una selección de una lista utilizando [Mode/Type], [On/Yes] o [Off/No], o insertando un valor numérico. Pulse [Info] para obtener ayuda para cambiar los ajustes numéricos o consulte la sección de este documento que describe la configuración específica del dispositivo.

### **Temas generales**

### Para desbloquear la configuración del GC

Los dispositivos accesorios que incluyen inyectores, detectores, controladores de presión EPC AUXILIAR y PCM) y bucles de control de la temperatura (Zona térmica auxiliar) tienen conexiones eléctricas para una fuente de alimentación y/o el bus de comunicación en el GC. Se deben asignar recursos del GC a estos dispositivos antes de que se puedan utilizar. Antes de asignar recursos a un dispositivo, debe desbloquear la configuración del GC. Si intenta configurar un dispositivo **desconfigurado** sin desbloquear la configuración del GC, éste muestra el mensaje **LA CONFIGURACIÓN ESTÁ BLOQUEADA vaya a las opciones del teclado para desbloquearla**.

También es necesario desbloquear la configuración del GC si está eliminando los recursos del GC del dispositivo **configurado**. Esta acción devuelve el dispositivo al estado **desconfigurado**.

Para desbloquear la configuración del GC:

- 1 Pulse [Options], seleccione Teclado y pantalla y pulse [Enter].
- 2 Vaya a Bloqueo rígido de la configuración y pulse [Off/No].

La configuración del GC permanece desbloqueada hasta que el GC se apaga y enciende.

### Ignore Ready =

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

Bajo algunas circunstancias, puede no querer tener la preparación de un elemento específico considerado en la determinación de la preparación del GC. Este parámetro le permite hacer la elección. Los siguientes elementos permiten ignorar la preparación: inyectores, detectores, el horno, PCM, y los módulos del EPC auxiliares.

Por ejemplo, supongamos que un calentador de inyector está defectuoso pero no planea utilizarlo hoy. Si configura **Ignore Ready = TRUE** para ese inyector, puede utilizar el resto del GC. Después de reparar el calentador, establezca **Ignore Ready = FALSE** o el análisis puede empezar antes de que las condiciones del inyector estén listas.
Para ignorar la preparación de un elemento, pulse **[Config]**, luego seleccione el elemento. Desplácese hasta **Ignore Ready** y pulse **[On/Yes]** para establecerlo en **True**.

Para considerar la preparación de un elemento, pulse **[Config]**, luego seleccione el elemento. Desplácese hasta **Ignore Ready** y pulse **[Off/No]** para establecerlo en **False**.

### Visualizaciones de información

A continuación hay algunos ejemplos de visualizaciones de configuración:

[EPC1] = (INLET) (SS) EPC N<sup>o</sup> 1 se utiliza para un inyector tipo split/splitless. No está disponible para otros usuarios.

[**EPC3**] = (**DET-EPC**) (**FID**) EPC N<sup> $\circ$ </sup> 3 está controlando el detector de gases de un FID.

 $[EPC6] = (AUX_EPC) (PCM)$  EPC N<sup>o</sup> 6 está controlando un módulo de control de presión de dos canales.

**FINLET (OK) 68 watts 21.7** Este calentador está conectado a la entrada de inyector frontal. Estado = OK, significa que está listo para su uso. En el momento en que el GC se encendió, el calentador marcaba 68 vatios y la temperatura del inyector era de 21,7 °C.

[**F-DET**] = (SIGNAL) (FID) La tarjeta de señal para el detector frontal es del tipo FID.

**AUX 2 1 vatios (sin sensor)** El Calentador auxiliar 2 no está instalado o no funciona correctamente.

#### **Desconfigurado:**

Los dispositivos accesorios que requieren alimentación o comunicación del GC deben tener asignado estos recursos del GC antes de poder usarlos. Para hacer que este elemento de hardware se pueda utilizar, primero "Para desbloquear la configuración del GC" en la página 144 luego vaya al parámetro **desconfigurado** y pulse [**Mode/Type**] para instalarlo. Si el elemento de hardware que está configurando requieren la selección de parámetros adicionales, el GC le pedirá dicha selección. Si no se requieren parámetros, pulse [**Enter**] en el aviso del GC para instalar dicho elemento. Se le pide que apague el GC y luego lo encienda para completar esta configuración. Después de reiniciar el GC, aparece un mensaje que le recuerda este cambio y sus efectos sobre el método por defecto. En caso necesario, cambie sus métodos para acomodar el nuevo hardware.

# Horno

Consulte "Desconfigurado:" en la página 145 y "Ignore Ready =" en la página 144.

**Temperatura máxima** Establece un límite superior a la temperatura del horno. Se utiliza para evitar daños accidentales en las columnas. El intervalo es de 70 a 450 °C. Consulte las recomendaciones del fabricante de la columna.

**Tiempo de equilibrio** El tiempo que transcurre después de que el horno se aproxime a la temperatura establecida, antes de que el horno se declare como **Listo**. El intervalo es de 0 a 999,99 minutos. Se utiliza para asegurar que los contenidos del horno se han estabilizado antes de empezar otro análisis.

**Crio** Estos valores establecidos controlan el dióxido de carbono líquido ( $CO_2$  o el nitrógeno líquido ( $N_2$ ) que enfrían el horno.

La válvula criogénica le permite hacer funcionar el horno por debajo de la temperatura ambiental. La temperatura mínima que puede alcanzar el horno depende del tipo de válvula instalada.

El GC nota la presencia y el tipo de válvula criogénica y deshabilita los valores establecidos si no hay una válvula instalada. Cuando la refrigeración criogénica no es necesaria o el enfriamiento criogénico no está disponible, el funcionamiento criogénico debería desconectarse. Si no se hace esto, no es posible un control de la temperatura del horno apropiado, especialmente en el caso de temperaturas similares a la temperatura ambiente.

**Modo de horno externo** Horno interno isotérmico y horno externo programado utilizados para calcular el flujo de la columna.

**Modo de enfriamiento del horno lento** Encendido reduce la velocidad del ventilador del horno durante el ciclo de enfriamiento.

Límite balístico de alimentación eléctrica Reduce la alimentación del horno cuando está calentando al valor máximo para limitar la corriente de la línea de alimentación.

### Para configurar el horno

- 1 Pulse [Config][Oven].
- 2 Desplácese hasta **Temperatura máxima**. Inserte un valor y pulse [Enter].
- 3 Vaya a Tiempo de equilibrio. Inserte un valor y pulse [Enter].
- 4 Vaya a **Crio**. Pulse **[On/Yes]** o **[Off/No]**. Si **On**, inserte los valores establecidos descritos en "Para configurar el horno para una refrigeración criogénica" en la página 147.
- 5 Vaya a Modo de horno externo. Pulse [On/Yes] o [Off/No].
- 6 Vaya a Modo de enfriamiento del horno lento. Pulse [On/Yes] para activar el ventilador del horno y poca velocidad durante la refrigeración, o [Off/No] para activarlo a su velocidad normal. Tenga en cuenta que habilitar esta función significa que el GC se enfriará más lentamente de lo que se indica en las especificaciones publicadas del GC.

#### Para configurar el horno para una refrigeración criogénica

Todos los valores establecidos de criogénica en la lista de parámetros de **[Config][Oven]**.

**Crio [ON]** habilita la refrigeración criogénica, **[OFF]** la deshabilita.

**Refrigeración crio rápida** Esta función está separada de **Crio**. La refrigeración crio rápida hace que el horno se enfríe después de un análisis más rápido de lo que lo haría sin ella. Esta función es útil cuando es necesario analizar un máximo de muestras, aunque utiliza más refrigerante. La refrigeración crio rápida se detiene cuando el horno alcanza su valor establecido y se ahorra crio, si es necesario.

**Temperatura ambiental** La temperatura en el laboratorio. Este valor determina la temperatura a la que se habilita la refrigeración criogénica:

- Temp. ambiental + 25 °C, para un funcionamiento de crio normal
- Temp. ambiental + 45 °C, para un funcionamiento de refrigeración crio rápida.

**Reposo de crio** El crio entra en reposo y el horno se apaga cuando un análisis no se inicia dentro del plazo especificado (de 10 a 120 minutos) después de que el horno se equilibre. Si desactiva el reposo del crio, deshabilita esta función. Le recomendamos que la mantenga activada, porque el reposo del crio conserva el refrigerante al final de una secuencia o si falla la automatización. También se puede utilizar un método de secuencia posterior.

**Error en el crio** Apaga el horno si no alcanza la temperatura establecida después de 16 minutos de funcionamiento continuado del crio. Tenga en cuenta que es el tiempo para *alcanzar* el valor establecido, no el tiempo para estabilizarse y estar listo en dicho valor. Por ejemplo, con un inyector de frío en columna y un control del crio en el modo de seguimiento del horno, el horno puede tardar de 20 a 30 minutos en estar listo.

Si la temperatura baja más que el mínimo admitido (-90°C para nitrógeno líquido, -70°C para  $CO_2$  líquido), el horno se apagará.

Los inyectores de COC y PTV deben utilizar el mismo tipo de crio que el configurado para el horno.

# Entrada de inyector frontal/posterior

Consulte "Desconfigurado:" en la página 145 y "Ignore Ready =" en la página 144.

### Para configurar el tipo de gas

El GC necesita saber qué gas portador se va a utilizar.

- 1 Pulse [Config] [Front Inlet] o [Config] [Back Inlet].
- 2 Desplácese hasta Tipo de gas y pulse [Mode/Type].
- 3 Vaya al gas que quiere utilizar. Pulse [Enter].

Esto completa la configuración del gas portador.

### Para configurar el refrigerante PTV o COC

Pulse **[Config] [Front Inlet]** o **[Config] [Back Inlet]**. Si el inyector no ha sido configurado previamente, aparecerá una lista de los refrigerantes disponibles. Desplácese hasta el refrigerante deseado y pulse **[Enter]**. Si la refrigeración del horno está instalada, su elección se limita al refrigerante que el horno utiliza o a **Ninguno**.

**Tipo de crio** [Mode/Type] muestra una lista de los refrigerantes disponibles. Desplácese hasta el refrigerante deseado y pulse [Enter].

Si la selección del tipo de crio no es **Ninguna**, aparecerán muchos otros parámetros.

**Crio [On/Yes]** habilita la refrigeración criogénica del inyector en el valor establecido de **temperatura de uso del crio**, **[Off/No]** deshabilita la refrigeración.

**Temperatura de uso del crio** Este valor determina la temperatura a la que se utiliza la refrigeración criogénica continuamente. El inyector utiliza criógeno para alcanzar el valor establecido inicial. Si el valor inicial es inferior a la **temperatura de uso del crio**, se utiliza criógeno de forma continuada para alcanzar y mantener el valor establecido. Una vez se inicia el programa de temperatura del inyector, el criógeno se desactiva cuando el inyector supera la **temperatura de uso del crio**, el criógeno se utiliza para refrigerar el inyector hasta que alcance el valor establecido y luego se desactiva. Al final de un análisis, el inyector espera hasta que el horno esté listo antes de utilizar el criógeno.

Si el inyector tiene que refrigerarse durante un análisis, se utiliza el criógeno para alcanzar el valor establecido. Esto puede tener un impacto negativo sobre el rendimiento cromatográfico del horno y causar picos distorsionados.

**Reposo de crio** Utilice este ajuste para conservar el fluido criogénico. Si está seleccionado, el instrumento desconecta el inyector y la refrigeración criogénica (subambiente) (si está instalada) cuando no se inicia ningún análisis en el periodo de tiempo especificado. El intervalo de tiempo va de 2 a 120 minutos (30 minutos por defecto). Si desactiva el reposo del crio, deshabilita esta función. Recomendamos habilitar el reposo del crio para conservar el refrigerante al final de una secuencia o si falla la automatización. También se puede utilizar un método de secuencia posterior.

**Error en el crio** Apaga la temperatura del horno si no alcanza la temperatura establecida después de 16 minutos de funcionamiento continuado del crio. Tenga en cuenta que es el tiempo para *alcanzar* el valor establecido, no el tiempo para estabilizarse y estar listo en dicho valor.

#### Comportamiento del apagado

Tanto el reposo como un error del Crio pueden provocar que el Crio se apague. Si esto sucede, el calentador del inyector se desconecta y la válvula de crio se cierra. El GC avisa con un pitido y muestra un mensaje.

El calentador del inyector se controla para evitar un sobrecalentamiento. Si el calentador permanece encendido a toda potencia durante más de 2 minutos, éste se apagará. El GC avisa con un pitido y muestra un mensaje.

Para recuperarse cualquier condición, apague el GC y enciéndalo, o inserte un nuevo valor.

### Para configurar el refrigerante de MMI

Pulse **[Config] [Front Inlet]** o **[Config] [Back Inlet]**. Si el inyector no ha sido configurado previamente, aparecerá una lista de los refrigerantes disponibles. Desplácese hasta el refrigerante deseado y pulse **[Enter]**.

**Tipo de crio/tipo de refrigerante** [Mode/Type] muestra una lista de los refrigerantes disponibles. Desplácese hasta el refrigerante deseado y pulse [Enter]. Normalmente, seleccione el tipo de refrigerante adecuado para el hardware instalado.

- **Crio con N2** Seleccione si la opción  $N_2$  está instalada y está utilizando  $LN_2$  o aire comprimido.
- **Crio con CO2** Seleccione si la opción  $CO_2$  está instalada y está utilizando  $LN_2$  o aire comprimido.
- Aire comprimido Seleccione si la opción  $N_2$  o  $CO_2$  está instalada y solo está utilizando aire comprimido. Si Aire comprimidoestá seleccionado como tipo de refrigeración, el aire refrigerante se utiliza para enfriar el inyector, independientemente de la temperatura de uso del crio establecida durante el ciclo de refrigeración. Si el inyector alcanza el valor establecido, el aire refrigerante se desactiva y permanece así durante el ciclo de refrigeración. Consulte el manual Advanced Operation para obtener más detalles.

Si la selección del tipo de crio no es **Ninguna**, aparecerán muchos otros parámetros.

**Crio [On/Yes]** habilita la refrigeración criogénica del inyector en el valor establecido de **temperatura de uso del crio**, **[Off/No]** deshabilita la refrigeración.

**Temperatura de uso del crio** Si **crio con N2** o **crio con C02** está seleccionado como el tipo de crio, este valor determina la temperatura por debajo de la cual se utiliza la refrigeración criogénica de forma continuada para mantener la temperatura del inyector en el valor establecido. Establezca la **temperatura de uso del crio** igual o por encima del valor establecido para que el inyector se enfríe y mantenga dicho valor hasta que el programa de temperatura del inyector supere la **temperatura de uso del crio**. Si la **temperatura de uso del crio** es inferior al valor establecido del para el inyector, el criógeno enfriará el inyector hasta el valor inicial establecido y se desactivará.

**Reposo de crio** Este parámetro está disponible con los tipo de crio **crio con N2** y **crio con C02**. Utilice este ajuste para conservar el fluido criogénico. Si está seleccionado, el instrumento desconecta el inyector y la refrigeración criogénica cuando no se inicia ningún análisis en el periodo de tiempo especificado. El intervalo de tiempo va de 2 a 120 minutos (30 minutos por defecto). Si desactiva el reposo del crio, deshabilita esta función. Recomendamos habilitar el reposo del crio para conservar el refrigerante al final de una secuencia o si falla la automatización. También se puede utilizar un método de secuencia posterior.

**Error en el crio** Este parámetro está disponible con los tipo de crio **crio con N2** y **crio con C02**. Apaga la temperatura del horno si no alcanza la temperatura establecida después de 16 minutos de funcionamiento continuado del crio. Tenga en cuenta que es el tiempo para *alcanzar* el valor establecido, no el tiempo para estabilizarse y estar listo en dicho valor.

#### Comportamiento del apagado

Tanto el reposo como un error del Crio pueden provocar que el Crio se apague. Si esto sucede, el calentador del inyector se desconecta y la válvula de crio se cierra. El GC avisa con un pitido y muestra un mensaje.

El calentador del inyector se controla para evitar un sobrecalentamiento. Si el calentador permanece encendido a toda potencia durante más de 2 minutos, éste se apagará. El GC avisa con un pitido y muestra un mensaje.

Para recuperarse cualquier condición, apague el GC y enciéndalo, o inserte un nuevo valor.

# Nº de columna

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

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

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

**Inyector** Identifica la fuente del gas para la columna.

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

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

**Longitud del segmento de entrada** La longitud, en metros, del segmento de entrada de una columna compuesta. Inserte **0** para deshabilitar. Consulte la sección "Columnas compuestas" en la página 162.

**Longitud del segmento de salida** La longitud, en metros, del segmento de salida de una columna compuesta. Inserte **0** para deshabilitar. Consulte la sección "Columnas compuestas" en la página 162.

**Longitud del segmento 2** La longitud, en metros, del segmento 2 de una columna compuesta. Inserte **0** para deshabilitar. Consulte la sección "Columnas compuestas" en la página 162.

**Bloqueo de DI de columna** Determina si las dimensiones de la columna se pueden establecer mediante el teclado o solo a través del accesorio opcional de escáner de código de barras. Cuando está bloqueado, el teclado no puede cambiar las dimensiones de la columna y el sistema de datos de Agilent no sobreescribirá los datos de configuración de la columna. cuando está bloqueado, un método utilizará la configuración de la columna escaneada.

**Escanear los códigos de barras de la columna** Sin utiliza un accesorio de escáner de código de barras opcional, seleccione los datos de configuración de la columna de entrada mediante su escaneo. Consulte la sección "Uso del lector de código de barras opcionalr" en la página 184.

### Para configurar una única columna

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

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

- Insertar las relaciones de split directamente y haber calculado el instrumento y establecido las velocidades de flujo.
- Insertar la velocidad de flujo o la presión del cabezal o la velocidad lineal media. El instrumento calcula la presión necesaria para alcanzar la velocidad del flujo, la establece e informa de los valores.
- Realizar inyecciones splitless sin necesidad de medir los flujos de gas.
- Elija cualquier modo de columna. Si la columna no está definida, la variedad de elección está limitada y varía en función del inyector.

Excepto para las configuraciones más simples, tales como una columna conectada a un inyector específico y un detector, recomendamos que empiece haciendo un boceto de cómo se conectará la columna.

Si utiliza un accesorio de escáner de códigos de barras opcional, consulte "Para escanear los datos de configuración mediante el lector de código de barras RS-232 de G3494B" en la página 185. El uso del escáner configurará automáticamente las dimensiones de la columna y los límites de la temperatura. Aun tendrá que establecer el inyector, la salida y la zona térmica como se describe a continuación. Para configurar una columna:

- 1 Pulse [Config][Col 1] o [Config][Col 2], o pulse [Config][Aux Col #] e inserte el número de la columna que se va a configurar.
- 2 Desplácese hasta la línea **Longitud**, escriba la longitud de la columna, en metros, seguida de **[Enter]**.
- 3 Vaya a **Diámetro**, escriba el diámetro interior de la columna en micras, seguido de [**Enter**].
- 4 Vaya a **Espesor de la película**, escriba el espesor de la película en micras, seguido de [**Enter**]. La columna ahora está *definida*.

Si desconoce las dimensiones de la columna—normalmente se incluyen con la columna, o si no quiere utilizar las funciones de cálculo del GC, inserte **0** para la **Longitud** o el **Diámetro**. La columna estará *no definida*.

5 Desplácese hasta Inyector. Pulse [Mode/Type] para seleccionar el dispositivo de control de presión del gal para este extremo de la columna. Las selecciones incluyen los inyectores del GC instalados, y los canales PCM y auxiliares instalados.

Seleccione el dispositivo de control de la presión del gas apropiado y pulse **[Enter]**.

6 Desplácese hasta **Salida**. Pulse [**Mode/Type**] para seleccionar el dispositivo de control de presión del gal para este extremo de la columna.

Seleccione el dispositivo de control de la presión del gas apropiado y pulse [**Enter**].

- Las opciones de elección disponibles incluyen los canales PCM y auxiliares instalados, los detectores frontal y posterior y el MSD.
- Cuando se selecciona un detector, el extremo de salida de la columna se controla en 0 psig para el FID, TCD, FPD, NPD y uECD o vacío para el MSD.
- Si selecciona Otros habilita el valor establecido de presión de salida. Si la columna sale a un detector o un entorno no estándar (ni la presión ambiental no el vacío completo), seleccione Otros e inserte la presión de salida.
- 7 Vaya a Zona térmica. Pulse [Mode/Type] para ver las opciones de elección disponibles. En la mayoría de los casos será el horno del GC, pero debe tener una línea de transferencia de MSD calentada por una zona auxiliar, por válvulas en una caja de válvulas calentadas por separado u otras configuraciones.

Seleccione la Zona térmica adecuada y pulse [Enter].

- 8 Vaya a Bloqueo de DI de la columna. Si utiliza un escáner de códigos de barras opcional, éste será establecido como Activado por el sistema de datos. Normalmente, se establece como Desactivado cuando no se utiliza un escáner de códigos de barras.
- 9 Establezca la Longitud del segmento de entrada, la longitud del segmento de salida y la longitud del segmento 2 a 0 para deshabilitar la configuración de la columna compuesta.

Consulte "Columnas compuestas" en la página 162 para más información.

Esto completa la configuración de una única columna capilar.

#### Notas adicionales sobre la configuración de columnas

Las columnas empaquetadas deberían configurarse como columna no definida. Para ello, inserte **0** para la longitud o el diámetro de la columna.

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

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

Cuando existen divisores o uniones en el recorrido del flujo del gas portado, sin dispositivo de control de la presión, controlando el punto común de la unión, los flujos de columnas individuales no se pueden controlar directamente con el GC. El GC solo puede controlar la presión del inyector de la columna ascendiente cuyo extremo del inyector está acoplado al dispositivo de control de la presión del GC. Se utiliza una calculadora del flujo de la columna de Agilent, que se facilita junto con dispositivos de flujo capilar de Agilent, para determinar las presiones y los flujos en este tipo de unión. Algunos valores neumáticos cambian con la temperatura del horno debido a los cambios en la resistencia de la columna y a la viscosidad del gas. Esto puede confundir a los usuarios que observan como cambian los valores neumáticos establecidos, cuando la temperatura de su horno cambia. No obstante, la condición del flujo en la columna permanece como lo especifica el modo de la columna (flujo o presión constantes, rampa de flujo o presión) y los valores iniciales establecidos.

### Para ver un resumen de las conexiones de la columna

Para ver un resumen de las conexiones de la columna, pulse [**Config**][**Aux Col #**], luego pulse [**Enter**]. El GC enumera las conexiones, por ejemplo:



### Para configurar varias columnas

Para configurar varias columnas. repita el proceso de arriba para cada columna.

Estas opciones de elección están disponibles para **inyector**, **salida** y **zona térmica**. Algunos no aparecerán en el GC si el hardware específico no está instalado.

| Inyector                         | Salida              | Zona térmica            |  |
|----------------------------------|---------------------|-------------------------|--|
| Entrada de inyector<br>frontal   | Detector frontal    | Horno del GC            |  |
| Entrada de inyector<br>posterior | Detector posterior  | Horno auxiliar          |  |
| Nº de auxiliar del 1 al 9        | MSD                 | Zona térmica auxiliar 1 |  |
| РСМ А, В у С                     | Detector auxiliar   | Zona térmica auxiliar 2 |  |
| PCM auxiliar A, B y C            | Auxiliar del 1 al 9 | Zona térmica auxiliar 3 |  |
| No especificado                  | РСМ А, В у С        |                         |  |
|                                  |                     |                         |  |

|--|

PCM auxiliar A, B y C

| Inyector | Salida                           | Zona térmica |  |
|----------|----------------------------------|--------------|--|
|          | Entrada de inyector<br>frontal   |              |  |
|          | Entrada de inyector<br>posterior |              |  |
|          | Otros                            |              |  |

#### Tabla 16 Opciones para la configuración de la columna (continuación)

### **Inyectores y salidas**

Los dispositivos de control de la presión en los extremos del inyector y de salida de una columna o una serie de columnas en un recorrido de flujo, controla su flujo de gas. El dispositivo de control de la presión está físicamente acoplado a la columna a través de una conexión con el inyector del GC, una válvula, un divisor, una unión u otro dispositivo.

#### **Tabla 17**Extremo del inyector de la columna

| Si la fuente del flujo de gas de la columna es:                                       | Elija:  |
|---|---|
| Un inyector (SS, PP, COC, MMI, PTV, VI, u otro) con control electrónico de la presión | El inyector.  |
| Una válvula, como una de muestreo de gas  | El canal de módulo de control del auxiliar (PCM auxiliar) o<br>del neumático (PCM) que proporciona flujo de gas durante<br>el ciclo de inyección. |
| Un divisor con un suministro de gas auxiliar de EPC                                   | El canal de EPC o de PCM auxiliar que proporciona gas<br>auxiliar   |
| Un dispositivo con un controlador de presión manual                                   | Desconocido   |

Se aplican consideraciones similares para el extremo de salida de la columna. Cuando una columna sale a un divisor, seleccione la fuente de control de la presión del GC acoplada al mismo divisor.

#### Tabla 18 Extremo de la salida de la columna

| Si la columna sale a                                | Elija:   |
|---|--|
| Un detector   | El detector.   |
| Un divisor con un suministro de gas auxiliar        | El canal de EPC o de PCM auxiliar que proporciona flujo de<br>gas auxiliar al divisor. |
| Un dispositivo con un controlador de presión manual | Desconocido  |

#### Un ejemplo sencillo

Una columna analítica se acopla en su extremo del inyector a un inyector split/splitless ubicado en la parte frontal del GC y la salida de la columna se acopla a un FID ubicado en la posición frontal del detector.

Tabla 19Columna analítica

| Compartimento     | Inyector                | Salida      | Zona térmica |
|-------------------|-------------------------|-------------|--------------|
| Columna analítica | Split/splitless frontal | FID frontal | Horno del GC |

Solo hay configurada una columna, de modo que el GC determina que controla la presión del inyector sobre la columna, estableciendo la presión de la entrada de inyector frontal y la presión de salida siempre como la atmosférica. El GC puede calcular una presión para la entrada de inyector frontal que puede superar exactamente la resistencia al flujo presentado por esta columna en cualquier momento durante un análisis.

#### Un ejemplo algo más complejo

Una precolumna va seguida de un divisor auxiliar 1 de presión controlada y dos columnas analíticas. Esto requiere tres descripciones de columna.

| Tabla 20 | La precolumna | se divide en dos | columnas | analíticas |
|----------|---------------|------------------|----------|------------|
|----------|---------------|------------------|----------|------------|

| Columna               | Inyector                       | Salida                | Zona térmica |
|-----------------------|--------------------------------|-----------------------|--------------|
| 1 - Precolumna        | Entrada de<br>inyector frontal | AUX 1                 | Horno del GC |
| 2 - Columna analítica | AUX 1                          | Detector frontal      | Horno del GC |
| 3 - Columna analítica | AUX 1                          | Detector<br>posterior | Horno del GC |

El GC puede calcular el flujo a través de la precolumna que utilizan las propiedades físicas de la precolumna para calcular la resistencia de la columna al flujo, junto con la presión de la entrada de inyector frontal y la presión del AUX 1. Su método analítico puede establecer este flujo directamente para la precolumna. Para el flujo en las dos columnas analíticas paralelas 1 y 2, el GC puede utilizar las propiedades físicas de la columna para calcular el flujo dividido en cada columna individual, a una presión del AUX 1 determinada, con ambas columnas saliendo a presión atmosférica. Su método analítico solo puede establecer el flujo para la columna con el número más bajo en una columna analítica 2 dividida. Si intenta establecer el flujo para la columna nº 3, será ignorado y se utilizará el flujo establecido para la columna nº 2.

Si otras columnas están actualmente definidas, en su configuración no utilizarán el AUX 1, la entrada de inyector frontal, o el detector posterior.

#### **Ejemplo complicado**

El inyector alimenta la columna analítica que termina en un diviso de tres vías. El divisor tiene el efluente de la columna y el gas auxiliar entrando y las líneas de transferencia (columnas no recubiertas) en tres detectores diferentes. En este caso es necesario un boceto.



| Columna                      | Inyector                          | Salida                | Zona térmica |
|------------------------------|-----------------------------------|-----------------------|--------------|
| 1 - 30 m × 0,25 mm × 0,25 μm | Entrada de<br>inyector<br>frontal | EPC 1 auxiliar        | Horno del GC |
| 2 - 1,444 m × 0,18 mm × 0 µm | EPC 1<br>auxiliar                 | MSD                   | Horno del GC |
| 3 - 0,507 m × 0,10 mm × 0 μm | EPC 1<br>auxiliar                 | Detector<br>frontal   | Horno del GC |
| 4 - 0,532 m × 0,18 mm × 0 μm | EPC 1<br>auxiliar                 | Detector<br>posterior | Horno del GC |

**Tabla 21**Divisor con auxiliar y varios detectores

El horno ha sido seleccionado para la línea de MSD ya que la mayoría está en el horno

Al igual que en ejemplos anteriores, su método analítico puede controlar el flujo de la columna nº 1, que tiene un GC con la presión del inyector y de la salida controladas.

Los flujos de los tres detectores se basan en las caídas de presión a través de los capilares y sus resistencias al flujo. Se utiliza una calculadora de flujo de Agilent, que se proporciona con el dispositivo divisor del flujo capilar, para medir la longitud y el diámetro de estas secciones capilares y obtener las relaciones de split deseadas.

Su método analítico puede establecer el flujo o la presión para la columna nº 2, la columna con el número más bajo en el split. Utilice la válvula obtenida desde la calculadora de flujo de Agilent para este valor establecido en su método.

# **Columnas compuestas**

Una columna compuesta es una columna capilar que pasa a través de varias zonas calentadas. Una columna compuesta consta de un segmento principal y uno o varios segmentos adicionales. Puede haber un segmento sobre el lado de entrada del segmento principal (**Segmento de entrada**) y hasta dos segmentos en el lado de salida (**Segmento de salida**, **Segmento 2**). Se pueden especificar por separado las longitudes, los diámetros y el espesor de la película de cada uno de los cuatro segmentos. Así como las zonas que determinan las temperaturas de cada uno de los cuatro segmentos. Los tres segmentos adicionales a menudo no están recubiertos (sin espesor de película) y, a modo de conectores, tienen una longitud inferior a la del segmento principal. Es necesario especificar estos segmentos adicionales, de modo que se pueda determinar la relación flujo-presión para la columna compuesta.

Las columnas compuestas se diferencian de varias columnas porque para columnas compuestas, el 100% del flujo de la columna sigue a través de una única columna o a través de varios segmentos de columna sin gas auxiliar adicional.



### Para configurar columnas compuestas

- 1 Siga los pasos 1-7 en página 155.
- 2 Si utiliza un segmento de entrada, vaya a Longitud de segmento de entrada e inserte la longitud en metros. Si no utiliza un segmento de entrada, inserte 0 para deshabilitarlo.
- 3 Si utiliza un segmento de entrada, vaya a Longitud de segmento de salida e inserte la longitud en metros. Si no utiliza un segmento de salida, inserte 0 para deshabilitarlo.
- **4** Si utiliza un segmento 2, vaya a **Longitud de segmento 2** e inserte la longitud en metros. Si no utiliza un segmento de 2, inserte **0** para deshabilitarlo.

# Columnas de LTM

Consulte "Desconfigurado:" en la página 145 y "Ignore Ready =" en la página 144.

Los controladores y las columnas de Masa térmica baja (LTM) se montan en la puerta frontal del GC y se conectan a los conectores de LVDS [A-DET 1], [A-DET 2], o [EPC 6].

Pulse **[Config][Aux Col #]**, inserte el número de la columna de LTM deseada **[1-4]** y configúrela como una columna compuesta. Consulte la sección "Columnas compuestas" en la página 162.

### Módulos de columnas de LTM serie II

Si utiliza un módulo de columna de LTM serie II, el GC obtiene los siguientes parámetros del módulo de columna durante el inicio: las dimensiones de la columna principal (longitud, di, espesor de la película y tamaño de la cesta) y las temperaturas máxima y máxima absoluta de la columna.

Configure el tipo de columna, las dimensiones de los segmentos de entrada y salida, etc., según sea necesario.

Tenga en cuenta que solo se pueden editar ciertos parámetros de las columnas de LTM: la longitud de la columna (en un porcentaje pequeño, con el propósito de calibrar) y el di (en un porcentaje pequeño). Debido a que el módulo de columna de LTM serie II contiene la información de su columna y a que el tipo de columna no se puede cambiar, no es posible cambiar otras dimensiones (como por ejemplo, el espesor de la película).

Consulte la sección "Columnas compuestas" en la página 162.

# Trampa de crio

Esta discusión asume que la trampa está montada en posición B, que usted utiliza refrigerante de nitrógeno líquido y que controla la trampa con una zona térmica auxiliar 1.

La configuración se realiza en muchas partes:

- Configure la trampa del GC
- Configure un calentador de la trampa de crio.
- Configure el refrigerante.
- Configure el calentador configurable por el usuario.
- Reinicie el GC.

#### Configure la trampa de crio del GC

- 1 Pulse [Config], luego [Aux Temp #] y seleccione Zona térmica auxiliar 1. Pulse [Enter].
- 2 Pulse [Mode/Type]. Desplácese hasta Instalar BINLET con crio de BV y pulse [Enter].
- Pulse [Options], seleccione Comunicaciones y pulse [Enter].
   Seleccione Reiniciar el GC y pulse [On/Yes] dos veces.

Esto informa al GC de que una trampa de crio está instalada en la posición B.

#### Configure un calentador de la trampa de crio

- Pulse [Config], luego [Aux Temp #] y seleccione Zona térmica auxiliar 1 y pulse [Enter]. Seleccione Tipo de auxiliar: Desconocidoy pulse [Mode/Type]. Seleccione Calentador configurable por el usuario y pulse [Enter].
- 2 Pulse [Options], seleccione Comunicaciones y pulse [Enter]. Seleccione Reiniciar el GC y pulse [On/Yes] dos veces.

Esto informa al GC de que el usuario proporcionará los parámetros del calentador.

#### Configure el refrigerante

El GC solo puede funcionar con un tipo de refrigerante. Si el refrigerante ya se ha especificado para algún otro dispositivo, entonces, aquí se tiene que especificar el mismo.

- 1 Pulse [Config], luego [Aux Temp #].
- 2 Seleccione la Zona térmica auxiliar 1 y pulse [Enter].

3 Vaya a Tipo de crio (Válvula de bola BV).

Si la válvula *no es de* N2, pulse [Mode/Type], seleccione crio de N2, pulse [Enter] y luego [Clear].

Esto indica al GC el refrigerante que se va a utilizar.

#### Configure el calentador configurable por el usuario

Muchos de los pasos siguientes le indican que reinicie el GC. Ignore estas solicitudes pulsando [**Clear**]. *No* reinicie hasta que estas instrucciones se lo indiquen específicamente.

- 1 Pulse [Config] y seleccione Aux 1. Pulse [Enter].
- 2 Inserte los siguientes valores de control. Pulse [Enter], luego [Clear] después de cada uno.
  - a Ganancia proporcional: 5,30
  - **b** Tiempo integral: 10
  - c Tiempo derivado: 1,00
  - d Masa (Vatios-seg/deg): 18
  - e Potencia (Vatios): para encontrar los vatios que se establecen aquí, vaya a **Estado de la entrada de inyector posterior (BINLET)**. Tome nota del valor de los vatios e insértelo en este parámetro.
  - f Modo de control de crio: Pulse [Mode/Type]. La primera línea ya debería ser PTV. Seleccione Trampa de crio.
  - g Modo de control de zona: Pulse [Mode/Type]y seleccione PTV.
  - h Sensor: Pulse [Mode/Type]y seleccione Termoeléctrico.
  - i Valor máximo: 400
  - j Valor máximo de programación: 720

#### **Reinicie el GC**

Pulse [Options], seleccione Comunicaciones y pulse [Enter]. Seleccione Reiniciar el GC y pulse [On/Yes] dos veces.

# **Detector frontal/Detector posterior/Detector auxiliar/Detector 2 auxiliar**

Consulte Ignore Ready = y "Desconfigurado:" en la página 145.

### Para configurar el gas de referencia/auxiliar

La línea de gas auxiliar de la lista de parámetros del detector cambia en función de la configuración del instrumento.

Si tiene un inyector con la*columna no definido*,el flujo auxiliar es constante. Si está operando con una *columna definida*, puede elegir entre dos modos de gas auxiliar. Consulte el manual Advanced Operation para obtener más detalles.

- 1 Pulse [**Config**][*device*], cuando el [*dispositivo*] es uno de los siguientes:
  - [Front Det]
  - [Back Det]
  - [Aux detector 1]
  - [Aux detector 2]
- 2 Vaya a Tipo de gas auxiliar (o Tipo de gas de referencia/auxiliar) y pulse [Mode/Type].
- 3 Desplácese hasta el gas correcto y pulse [Enter].

### Desviación de encendido

El GC controla la diferencia entre la salida del detector con la llama encendida y la salida cuando la llama no está encendida. Si la diferencia es inferior al valor establecido, el GC asume que la llama se ha apagado e intenta encenderla de nuevo. Consulte el manual *Advanced Operation* para obtener más detalles sobre como establecer la **Desviación de encendido**:

#### FID

#### FPD

Si se establece demasiado elevada, la salida de la línea de base puede ser inferior al valor establecido de **desviación de encendido**, provocando así que el GC intente por error encender la llama de nuevo.

### Para configurar los calentadores de FPD

El detector fotométrico de llama (FPD) utiliza dos calentadores, uno en la línea de transferencia junto a la base del detector y el otro junto a la cámara de combustión. Cuando se configuran los calentadores del FPD, seleccione **Instalar el detector de 2 calentadores** en lugar de el predeterminado **Instalar el detector (FPD)**. Esta configuración de dos calentadores controla el cuerpo del detector mediante la zona calentada del detector y la línea de transferencia, utilizado la Zona térmica auxiliar 1 para un detector frontal o la Zona térmica auxiliar 2 para un detector posterior.

### Para ignorar el FID o el encendedor del FPD

#### ADVERTENCIA

En general, no ignore el encendedor para un funcionamiento normal. Si lo ignora, también deshabilita la desviación de encendido y las funciones de autoencendido, que funcionan conjuntamente para desactivar el detector si la llama del detector se apaga. Si la llama se apaga con el encendido manual, el GC continuará transmitiendo el gas combustible hidrógeno en el detector y en el laboratorio.

Utilice esta función solo si el encendedor tiene un defecto y solo hasta que éste se repare.

Si utiliza un FID o FPD, puede encender la llama de forma manual, configurando el GC para que ignore el encendedor.

- 1 Pulse [Config] [Front Det] o [Config] [Back Det].
- 2 Vaya a Ignorar encendedor.
- **3** Pulse **[On/Yes]** para ignorar el encendedor (o **[Off/No]** para habilitar el encendedor.

Cuando **Ignorar el encendedor** se configura en **Verdadero**, el GC no intenta encender la llama usando el encendedor. El GC también ignora por completo el valor establecido para la **Desviación de encendido** y no intenta el encendido automático. Esto significa que el GC no puede determinar si la llama está encendida y no apagará el gas combustible.

# Salida analógica 1/Salida analógica 2

### **Picos rápidos**

El GC le permite la salida de datos analógicos a dos velocidades. La velocidad mayor que se utiliza solo con el FID, FPD y NPD: permite la anchura de picos mínima de 0,004 minutos (8 Hz de ancho de banda), mientras que la velocidad estándar, que se puede utilizar con todos los detectores, permite anchura de picos mínima de 0,01 minutos (3,0 Hz de ancho de banda).

Para utilizar los picos rápidos:

- 1 Pulse [Config][Analog out 1] o [Config][Analog out 2].
- 2 Vaya a Picos rápidos y pulse [On/Yes].

La función picos rápidos no se aplica para salida digital.

Si está utilizando la función *picos rápidos*, su integrador tiene que ser suficientemente rápido para procesar los datos que vienen del GC. El ancho de banda del integrador debe ser como mínimo de 15 Hz.

# Caja de válvulas

Consulte "Desconfigurado:" en la página 145 y "Ignore Ready =" en la página 144.

La caja de válvulas se monta encima del horno de la columna. Puede contener hasta cuatro válvulas montadas en bloques calientes. Cada bloque puede contener dos válvulas.

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

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

# Para asignar la fuente de alimentación del GC al calentador de una caja de válvulas

- 1 Desbloquee la configuración del GC, pulse [Options], seleccione Teclado y pantalla y pulse [Enter]. Vaya a Bloqueo rígido de la configuración y pulse [Off/No].
- 2 Pulse [Config], vaya a Caja de válvulas y pulse [Enter].
- 3 Con Desconfigurado seleccionado, pulse [Mode/type], seleccione una de las siguientes opciones y pulse [Enter].
  - Instalar calentador A1: para una caja de válvulas que contiene un calentador individual acoplado al conector con la etiqueta A1 en el soporte de la caja de válvulas.
  - **Instalar calentador A2**: para una caja de válvulas que contiene un calentador individual acoplado al conector con la etiqueta A2 en el soporte de la caja de válvulas.
  - **Instalar 2 calentadores A1 y A2**: para una caja de válvulas que contiene dos calentadores acoplados a los conectores con las etiquetas A1 y A2 en el soporte de la caja de válvulas.

El soporte de la caja de válvulas se ubica dentro del compartimento electrónico a la parte derecha del GC, en la parte superior derecha.

4 Cuando el GC lo indique, desconecte el suministro eléctrico y vuelva a conectarlo.

Esto completa la configuración de la caja de válvulas. Para establecer la temperatura de la caja de válvulas para su método, pulse la tecla [Valve #] y vaya a Caja de válvulas.

# Zona térmica auxiliar

Consulte "Desconfigurado:" en la página 145 y "Ignore Ready =" en la página 144.

Los controladores de la zona térmica proporcionan hasta tres canales de control de la temperatura. Estos controladores están etiquetados como Zona térmica auxiliar 1, Zona térmica auxiliar 2 y Zona térmica auxiliar 3.

#### Para asignar una fuente de alimentación al GC a la zona térmica auxiliar

Los dispositivos como las cajas de válvulas y las líneas de transferencia tienen calentadores que se pueden acoplar a muchos conectores del GC. Antes de usarlos, debe configurar estos dispositivos de modo que el GC sepa el tipo de dispositivo que está acoplado al conector (calentador de inyector, calentador de detector, calentador de línea de transferencia, etc) y cómo controlarlo.

Este procedimiento asigna la fuente de alimentación a la zona de control de la temperatura de la Zona térmica auxiliar 1, 2 o 3.

- 1 Desbloquee la configuración del GC. Pulse [Options], seleccione Teclado y pantalla y pulse [Enter]. Vaya a Bloqueo rígido de la configuración y pulse [Off/No].
- 2 Pulse [Config][Aux Temp #] y vaya a Zona térmica auxiliar 1, Zona térmica auxiliar 2, o Zona térmica auxiliar 3 y pulse [Enter].
- **3** Con **Desconfigurado** seleccionado, pulse [**Mode/Type**] y seleccione:
  - **Instalar calentador A1** para configurar un calentador de la caja de válvulas conectado al enchufe del soporte de la caja de válvulas con la etiqueta A1.
  - **Instalar calentador A2** para configurar un calentador de la caja de válvulas conectado al enchufe del soporte de la caja de válvulas con la etiqueta A2.
  - Si instala una línea de transferencia, vaya a la línea que describe el tipo de línea de transferencia (Línea de transferencia de MSD, Trampa de iones, Línea de transferencia de RIS, etc.) y su conector del GC (F-DET, A1, BINLET, etc.). Por ejemplo, para una línea de transferencia de MSD conectada a A2, seleccione Instalar línea de transferencia A2.
- 4 Pulse [Enter] después de realizar la selección.

5 Para dispositivos tales como una caja de válvulas o un detector, la configuración está completa. Cuando el GC lo indique, desconecte el suministro eléctrico y vuelva a conectarlo. Sáltese el resto de pasos de este procedimiento.

Para otros dispositivos, primero configure el tipo de dispositivo específico: Pulse [**Clear**] para saltarse el reinicio por el momento.

- **6** Vaya a **Tipo de auxiliar**, pulse [**Mode/Type**], vaya y seleccione el tipo de dispositivo deseado y pulse [**Enter**]. Entre los tipos se incluyen:
  - Crio focalizado
  - Trampa de crio
  - Línea de transferencia de AED
  - Catalizador de níquel
  - Precalentamiento de argón de ICMPS
  - Línea de transferencia de ICMPS
  - Inyector de ICPMS
  - Interfase calentada de la trampa de iones del GC
  - Línea de transferencia de G3520
  - Línea de transferencia de MSD
  - Configurable por el usuario
- 7 Cuando se le pida, reinicie el GC para implementar los cambios.

### Para configurar un calentador de la línea de transferencia de MSD

- 1 Compruebe que se ha asignado una fuente de alimentación para el calentador de MSD. Consulte la sección "Para asignar una fuente de alimentación al GC a la zona térmica auxiliar" en la página 171.
- 2 Pulse [Config][Aux Temp #] y vaya a Zona térmica auxiliar 1, Zona térmica auxiliar 2, o Zona térmica auxiliar 3 en función del calentador de MSD asignado, y pulse [Enter].
- **3** Vaya a Tipo de auxiliar, pulse [Mode/Type], vaya y seleccione la línea de transferencia de MSD y pulse [Enter].

### Para configurar un calentador de catalizador de níquel

- 1 Compruebe que se ha asignado una fuente de alimentación para el calentador del catalizador de níquel. Consulte la sección "Para asignar una fuente de alimentación al GC a la zona térmica auxiliar" en la página 171.
- 2 Pulse [Config][Aux Temp #] y vaya a Zona térmica auxiliar 1, Zona térmica auxiliar 2, o Zona térmica auxiliar 3 en función del calentador del catalizador de níquel asignado, y pulse [Enter].
- 3 Vaya a Tipo de auxiliar, pulse [Mode/Type], vaya y seleccione Catalizador de níquel y pulse [Enter].

### Para configurar un calentador de la línea de transferencia de AED

- Compruebe que se ha asignado una fuente de alimentación para el calentador de la línea de transferencia de AED. Consulte la sección "Para asignar una fuente de alimentación al GC a la zona térmica auxiliar" en la página 171.
- 2 Pulse [Config][Aux Temp #] y vaya a Zona térmica auxiliar 1, Zona térmica auxiliar 2, o Zona térmica auxiliar 3 en función del calentador de la línea de transferencia de AED asignado, y pulse [Enter].
- 3 Vaya a Tipo de auxiliar, pulse [Mode/Type], vaya y seleccione la línea de transferencia de AED y pulse [Enter].

# Para configurar un calentador de la línea de transferencia de la trampa de iones

- 1 Compruebe que se ha asignado una fuente de alimentación para el calentador de la línea de transferencia de la trampa de iones. Consulte la sección "Para asignar una fuente de alimentación al GC a la zona térmica auxiliar" en la página 171.
- 2 Pulse [Config][Aux Temp #] y vaya a Zona térmica auxiliar 1, Zona térmica auxiliar 2, o Zona térmica auxiliar 3 en función del calentador de la línea de transferencia de la trampa de iones asignado, y pulse [Enter].
- 3 Vaya a Tipo de auxiliar, pulse [Mode/Type], vaya y seleccione Interfase calentada de la trampa de iones del GC y pulse [Enter].

# PCM A/PCM B/PCM C

Consulte "Desconfigurado:" en la página 145 y "Ignore Ready =" en la página 144.

Un módulo de control de la presión (PCM) proporciona dos canales de control de gas.

Canal 1 es un regulador simple de presión directa que mantiene una presión constante en su salida. Con una restricción fija de contracorriente, proporciona flujo constante.

El canal 2 es más versátil. Con la dirección de flujo normal (dentro, en el conector amenazado; fuera, a través del tubo enrollado) es similar al canal 1. Sin embargo, con la dirección del flujo invertida (se necesitarán algunas conexiones extra), se convierte en un regulador de retropresión que mantiene una presión constante en su inyector.

Por lo tanto, el canal 2 (revertido) se comporta como una fuga controlada. Si la presión del inyector desciende por debajo del valor establecido, el regulador se cierra. Si la presión del inyector aumenta por encima del valor establecido, el regulador purga gas hasta que la presión vuelva al valor establecido.

### Para asignar una fuente de comunicación del GC al PCM

- 1 Desbloquee la configuración del GC, pulse [Options], seleccione Teclado y pantalla y pulse [Enter]. Vaya a Bloqueo rígido de la configuración y pulse [Off/No].
- 2 Pulse [Config][Aux EPC #], vaya a PCMx y pulse [Enter].
- 3 Con Desconfigurado seleccionado, pulse [Mode/Type], seleccione Instalar EPCx y pulse [Enter].
- 4 Cuando el GC lo indique, desconecte el suministro eléctrico y vuelva a conectarlo.

Para configurar los otros parámetros en este PCM, consulte Para configurar un PCM.

### Para configurar un PCM

- 1 Pulse [Config][Aux EPC #], vaya a PCMx y pulse [Enter].
- 2 Desplácese hasta **Tipo de gas**, pulse [**Mode/Type**], haga una selección y pulse [**Enter**].

Esto completa la configuración del Canal 1. El resto de entradas se refieren al Canal 2.

- **3** Desplácese hasta **Tipo de gas auxiliar**, pulse [**Mode/Type**], haga una selección y pulse [**Enter**].
- 4 Vaya a **Modo auxiliar:**, pulse [**Mode/Type**], seleccione una de las siguientes opciones y pulse [**Enter**].
  - Control de la presión directa: Canal auxiliar
  - Control de la retropresión: Canal auxiliar

Para ver una definición de estos términos el manual Advanced Operation.

El modo de control de presión para el canal principal se establece pulsando [Aux EPC #]. Seleccione Modo:, pulse [Mode/type], seleccione el modo y pulse [Enter].

# Auxiliar de presión 1,2,3/Auxiliar de presión 4,5,6/Auxliar de presión 7,8,9

Consulte Ignore Ready = y "Desconfigurado:" en la página 145.

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

La numeración de los calanes depende del controlador instalado. Consulte el manual Advanced Operation para obtener más detalles. Dentro de un único módulo, los canales están numerados de izquierda a derecha (visto desde detrás del GC) y están etiquetados en el módulo EPC AUX.

### Para asignar una fuente de comunicación del GC a un EPC AUX

- 1 Desbloquee la configuración del GC, pulse [Options], seleccione Teclado y pantalla y pulse [Enter]. Vaya a Bloqueo rígido de la configuración y pulse [Off/No].
- 2 Pulse [Config][Aux EPC #], seleccione Aux EPC 1,2,3 o Aux EPC 4,5,6 o Aux EPC 7,8,9 y pulse [Enter].
- 3 Con Desconfigurado seleccionado, pulse [Mode/Type], seleccione Instalar EPCx y pulse [Enter].
- 4 Cuando el GC lo indique, desconecte el suministro eléctrico y vuelva a conectarlo.

Para configurar los otros parámetros en este EPC, consulte Para configurar un canal de presión auxiliar.

### Para configurar un canal de presión auxiliar

- 1 Pulse [Config][Aux EPC #], seleccione Aux EPC 1,2,3 o Aux EPC 4,5,6 o Aux EPC 7,8,9 y pulse [Enter].
- 2 Seleccione **Canal x tipo de gas**, pulse [**Mode/Type**], seleccione el gas que está conectado al canal y pulse [**Enter**].
- **3** Si es necesario, repita el paso de arriba para los otros dos canales en el módulo de EPC.

# Estado

La tecla **[Status]** tiene dos tablas asociadas a ella. Se pasa de una a otra pulsando la tecla.

### La tabla de estado Ready/Not Ready

Esta tabla enumera los parámetros en estado *No listos* o le muestra *Listos para la inyección*. Si hay cualquier *error*, *advertencia* o *incompatibilidades con el método*, aparecen aquí.

### La tabla de estado de valores

Esta tabla enumera los valores establecidos recopilados de las listas de parámetros en el instrumento. Esta es una forma rápida de ver los valores activos durante un análisis sin tener que abrir varias listas.

#### Para configurar la tabla de estado de valores

Puede cambiar el orden de la lista. Puede que quiera que aparezcan los tres valores más importantes en la ventana cuando abre la tabla.

- 1 Pulse [Config][Status].
- 2 Desplácese al valor que desee que aparezca en primer lugar y pulse [**Enter**]. Este valor aparecerá a partir de ahora en la parte superior de la lista.
- 3 Desplácese al valor que desee que aparezca en segundo lugar y pulse [Enter]. Este valor aparecerá a partir de ahora como segundo elemento de la lista.
- 4 Y siga así, hasta que la lista tenga el orden que usted quiera.

# Tiempo

Pulse **[Time]** para abrir esta función. La primera línea siempre muestra la fecha y la hora actuales y la última línea siempre muestra un cronómetro. Las dos líneas centrales varían:

**De un análisis a otro** Muestra los tiempos (calculados) de los análisis último y próximo.

**Durante un análisis** Muestra el tiempo transcurrido y el tiempo restante en un análisis.

**Durante un post análisis** Muestra el tiempo del último análisis y el tiempo restante del post análisis.

## Para establecer la hora y la fecha

- 1 Pulse [Config][Time].
- 2 Seleccione **Zona horaria (hhmm)** e inserte el desplazamiento de hora local de GMT utilizando un formato de 24 horas.
- 3 Seleccione Hora (hhmm) e inserte la hora local.
- 4 Seleccione Fecha (ddmmyy) e inserte la fecha.

# Para utilizar un cronómetro

- 1 Pulse [Time].
- 2 Vaya a la línea **hora=**.
- 3 Para empezar el período programado pulse [Enter].
- 4 Para detener el período programado pulse [Enter].
- 5 Pulse [Clear] para reiniciar el cronómetro.

# Nº de válvula

Hasta 4 válvulas se pueden montar en una caja de válvulas de temperatura controlada y normalmente están conectadas por cable al soporte de la caja de válvulas V1 a través de enchufes V4, ubicados dentro del compartimento eléctrico. Se pueden conectar válvulas adicionales u otros dispositivos (4 a través de 8) utilizando el enchufe con la etiqueta **EVENT** en la parte posterior del GC.

### Para configurar una válvula

- 1 Pulse [**Config**][**Valve** #] e inserte el número (1 de 8) de la válvula que está configurando. Aparece el tipo de válvula actual.
- 2 Para cambiar el tipo de válvula, pulse [Mode/Type], seleccione el nuevo tipo de válvula y pulse [Enter].

#### Tipos de válvula

- **Muestreo** Válvula de dos posiciones (carga e inyección). En la posición de carga, una corriente de muestra exterior fluye a través de un bucle adjunto (muestreo de gas) o interno (muestreo de líquido) y fuera para los residuos. En la posición de inyección, el bucle de muestreo lleno se inserta en el flujo de gas portador. Cuando la válvula cambia de Carga a Inyección, se inicia un análisis, si uno aun no está en progreso. Consulte el manual Advanced Operation para obtener más detalles.
- **Cambio** de una válvula de dos posiciones por cuatro, seis o más puertos. Estas son válvulas de uso general que se utilizan para tareas como la selección de la columna, el aislamiento de la columna, y muchas más. Para ver un ejemplo de control de válvula, consulte el manual Advanced Operation.
- **Multiposición** También llamada una válvula de selección de flujo. Selecciona uno de varios flujos de gas y lo transmite a una válvula de muestreo. El actuador puede ser impulsado por el trinquete (avanza la válvula una posición cada vez que se activa) o impulsada por el motor. Tiene un ejemplo que combina una válvula de selección de flujo con una válvula de muestreo de gas en el manual Advanced Operation.
- **Inicio remoto** Selección disponible solo cuando configura la válvula nº 7 o la nº 8. Utilice esta selección cuando los cables que controlan un dispositivo externo están conectados aun par de contactos internos controlados por el GC.
- Otro Otro distinto.
- No instalado Se sobreentiende.

# Inyector frontal/Inyector posterior

El GC es compatible con tres modelos de muestreadores.

**Para los muestreadores 7693A y 7650A**, el GC reconoce cual es el inyector acoplado al conector, **INJ1** o **INJ2**. No hace falta ninguna configuración. Para mover un inyector de una entrada a otra, no hay que realizar ajustes: el GC detecta la posición del inyector.

Para configurar el sistema de muestreo 7693A, consulte el manual de instalación, funcionamiento y mantenimiento del 7693A. Para configurar el sistema de muestreo 7650A, consulte el manual de instalación, funcionamiento y mantenimiento del 7650A.

**Para la serie de muetreadores 7683**, normalmente la entrada de inyector frontal está acoplado a la conexión de la parte posterior del GC con la etiqueta **INJ1**. El inyector posterior está acoplado a la conexión de la parte posterior del GC con la etiqueta **INJ2**.

Cuando un GC comparte un solo inyector 7683 entre dos entradas, el inyector cambia de una entrada a la otra y el enchufe del inyector de la parte posterior del GC está conectado.

Para pasar el inyector 7683 de una entrada del GC a otra, sin tener que cambiar el enchufe del inyector, utilice el parámetro **Torre frontal/posterior**. Consulte la sección "Para mover el inyector 7683 entre las posiciones frontal y posterior" en la página 181.

### Modo lavado de disolvente (7683 ALS)

**Esta sección se aplica para el sistema ALS 7683.** Para configurar el sistema de muestreo 7693A, consulte el manual de instalación, funcionamiento y mantenimiento del 7693A.

En función del inyector y la torre instalados, estos parámetros pueden estar disponibles para configurar el uso de varias botellas de lavado de disolvente. Si es necesario, consulte la documentación del usuario del inyector, para ver más detalles.

**A**, **B**: utilice la botella de disolvente A si el inyector utiliza lavados con disolvente A y la botella de disolvente B si el inyector utiliza lavados con disolvente B.
**A-A2, B-B2**: utilice las botellas de disolvente A y A2 si el inyector utiliza lavados con disolvente A y las botellas de disolvente B y B2 si el inyector utiliza lavados con disolvente B. El inyector alterna entre ambas botellas.

**A-A3, B-B3**: utiliza las botellas de disolvente A, A2 y A3 si el inyector utiliza lavados con disolvente A y las botellas de disolvente B, B2 y B3 si el inyector utiliza lavados con disolvente B. El inyector alterna entre todas las botellas.

#### Para configurar un inyector (ALS 7683)

**Esta sección se aplica para el sistema ALS 7683.** Para configurar el sistema de muestreo 7693A, consulte el manual de instalación, funcionamiento y mantenimiento del 7693A. Para configurar el sistema de muestreo 7650A, consulte el manual de instalación, funcionamiento y mantenimiento del 7650A.

- 1 Pulse [Config] [Front Injector] o [Config] [Back Injector]
- 2 Vaya a Torre frontal/posterior.
- **3** Pulse **[Off/No]** para cambiar la posición de la torre actual de INJ1 a INJ2 o de INJ2 a INJ1.
- 4 Si la torre instalada tiene ubicaciones para varias botellas de disolvente, vaya a Modo de lavado, pulse [Mode/Type] y luego seleccione 1, 2, o 3 botellas para cada disolvente, y pulse [Enter].
- **5** Desplácese hasta **[Syringe size]**. Inserte el tamaño de la jeringa instalada y pulse **[Enter]**.

#### Para mover el inyector 7683 entre las posiciones frontal y posterior

**Esta sección se aplica para el sistema ALS 7683.** (El sistema 7693A determina automáticamente la ubicación del inyector actual.)

Si solo hay instalado un inyector en el GC, muévalo de la entrada frontal a la posterior y vuelva a configurar el GC como se describe a continuación:

- 1 Pulse [Config] [Front Injector] o [Config] [Back Injector]
- 2 Vaya a Torre frontal/posterior.
- **3** Pulse [**Off/No**] para cambiar la posición de la torre actual de INJ1 a INJ2 o de INJ2 a INJ1.

Si pulsa **[Config]**, luego desplácese hacia abajo, verá que el único inyector que se puede configurar está ahora en la otra posición.

4 Eleve el inyector y colóquelo encima del poste de montaje para la otra entrada de inyector.

## Bandeja de muestras (ALS 7683)

**Esta sección se aplica para el sistema ALS 7683.** Para configurar el sistema de muestreo 7693A, consulte el manual de instalación, funcionamiento y mantenimiento del 7693A.

- 1 Pulse [Config][Sample Tray].
- 2 Si las mordazas del vial están sujetando los viales a mucha o poca altura, para un agarre fiable, vaya a Desviación de sujecióny pulse [Mode/Type] para seleccionar:
  - Arriba para aumentar la altura de amarre del brazo de las mordazas
  - Predeterminada
  - Abajo para reducir la altura de amarre del brazo de las mordazas
- **3** Vaya a Lector de código de barras.
- 4 Pulse [**On/Yes**] o [**Off/No**] para controlar los valores de código de barras siguientes:
  - **Habilite 3 de 9**—codifica tanto letras como números, además de algunos signos de puntuación, y la longitud del mensaje puede cambiarse para que coincidan la cantidad de datos a codificad y el espacio disponible
  - **Habilite 2 de 5**—restringido para números pero no se puede cambiar la longitud del mensaje
  - **Habilita el código de UPC**—restringido solo para números con longitud de mensaje invariable
  - Habilite la suma de verificación—verifica que la suma de verificación coincide con la suma de verificación calculada desde los caracteres del mensaje, pero no incluye el carácter de la suma de verificación en el mensaje devuelto
- 5 Inserte 3 como la Posición del BCR cuando el lector esté instalado en la parte frontal de la bandeja. Las posiciones de la 1 a la 19 están disponibles.

### Instrumento

- 1 Pulse [Config]. Desplácese hasta Instrumento y pulse [Enter].
- 2 Desplácese hasta N<sup>o</sup> de serie. Inserte un número de serie y pulse [Enter]. Esta función solo la puede realizar el personal de servicio de Agilent.
- **3** Vaya a **Preparación automática de análisis**. Pulse **[On/Yes]** para habilitar la **Preparación automática de análisis**, **[Off/No]** para deshabilitarla. Consulte el manual Advanced Operation para obtener más detalles.
- 4 Vaya a Cero archivos de datos de Init.
  - Pulse [**On/Yes**] para habilitarlo. Cuando esté en On (encendido), el GC empieza de inmediato a restar la salida del detector actual de todos los valores futuros. Esto solo se aplica a la salida digital y es útil cuando un sistema de datos no perteneciente a Agilent tiene problemas con los datos de la línea de base que no es cero.
  - Pulse [**Off/No**] para deshabilitarlo. Esto es apropiado para todos los sistemas de datos de Agilent.
- **5** Vaya a **Requiere Conexión a host**. Establezca **Encendido** para considerar si el host remoto muestra Ready, como parte de la preparación del GC.
- 6 Pulse [Clear] para regresar al menú Config o a cualquier función para finalizar.

## Uso del lector de código de barras opcionalr

El lector de código de barras USB de G3494A opcional y los accesorios del lector de código de barras RS-232 de G3494B proporcionan una forma sencilla de insertar información de configuración cuando se utiliza con un sistema de datos de Agilent. El accesorio G3494B utiliza la comunicación de RS-232 y se conecta con el puerto **BCR/RA** en la parte posterior del GC. El accesorio G3494A utiliza comunicaciones USB y se conecta con el PC el sistema de datos.

Consulte la ayuda de sus sistema de datos de Agilent para obtener más detalles relativos al uso.

Los accesorios del código de barras se pueden utilizar para insertar datos directamente desde etiquetas de nuevos consumibles en el sistema de datos. El sistema de datos utiliza esta información de referencia para buscar los catálogos de las partes consumibles y luego rellenar varios campos de configuración con los datos adecuados para cada parte.

Los datos que se pueden escanear incluyen, referencias, números de lotes y números de serie. Los datos de búsqueda de la base de datos incluyen:

- La descripción de la columna, los límites de temperatura, el factor de forma y las dimensiones nominales.
- La descripción del liner y el volumen interno.
- La descripción, el tipo y el volumen de la jeringa del inyector.

#### Potencia del lector de código de barras

La versión del USB del lector del código de barras obtiene el suministro eléctrico del puerto USB del PC.

La versión RS-232 del lector del código de barras utiliza su propia fuente de alimentación. Conecte el cable de alimentación en el enchufe correspondiente. **Cuando apague y encienda el GC, desconecte también el lector del código de barras RS-232.** 

#### PRECAUCIÓN

Para evitar dañar el lector de código de barras, no conecte o desconecte el lector de código de barras RS-232 al o del GC cuando la alimentación del GC o la del lector de código de barras esté encendida.

#### Instalación del lector de código de barras

#### Para instalar el lector de código de barras RS-232 de G3494B

- 1 Apague el GC y desconéctelo.
- 2 Conecte el cable de control del código de barras al puerto del GC **BCR/RA**.
- **3** Conecte el cable de alimentación del lector de código de barras en el enchufe correspondiente.
- 4 Encienda el GC.
- **5** Pulse [**Options**], vaya a **Comunicaciones** y pulse [**Enter**].
- 6 Vaya a conector BCR/RA, luego pulse [Mode/Type].
- 7 Seleccione Conexión del lector de código de barras, luego pulse [Enter] para aceptar.

El lector del código de barras está listo para su uso.

#### Para instalar el lector del código de barras USB de G3494A

- 1 Apague el sistema de datos de Agilent.
- 2 Conecte el cable USB del lector de código de barras a un puerto USB abierto del PC.
- El lector del código de barras está listo para su uso.

# Para escanear los datos de configuración mediante el lector de código de barras RS-232 de G3494B

- 1 Si no está abierto, inicie una sesión en línea del sistema de datos para el GC.
- **2** Pulse [**Config**], luego vaya hasta elemento que quiere configurar:
  - Seleccione la columna para configurar una columna.
  - Seleccione [Front Inlet] o [Back Inlet] para escanear los datos del liner.
  - Seleccione **Inyector** para configurar la jeringa del ALS.
- 3 Vaya a la línea apropiada: Escanear códigos de barras de jeringa, Escanear códigos de barras de columna, o Escanear códigos de barras de liner. Pulse [Enter].
- 4 Vaya a la entrada adecuada para escanear. Consulte la sección Tabla 22.

| Columnas    | Liners         | Jeringas       |
|-------------|----------------|----------------|
| Referencia  | Referencia     | Referencia     |
| N⁰ de serie | Número de lote | Número de lote |

 Tabla 22
 Datos de configuración que se pueden escanear

- **5** Escanee el código de barras para la entrada.
- **6** Vaya a la línea siguiente para el elemento consumible, luego escanee su código de barras.
- 7 Después de escanear todos los elementos deseados, vaya a **Enter para guardar, Clear para abandonar**.
- 8 Pulse [Enter] para guardar los datos escaneados, o pulse [Clear] para abandonar el proceso y descartar los datos escaneados.
- 9 Después de pulsar [Enter], el GC pitará una vez cuando el sistema de datos y el GC sincronicen sus datos correctamente.

Si la sesión en línea del sistema de datos no está activa, no verá los datos de la nueva configuración. Tendrá que abrir la sesión en línea del sistema de datos, y volver a escanear esta información.

# Para escanear los datos de configuración mediante el lector de código de barras USB de G3494B

Consulte la ayuda en línea disponible en el sistema de datos.

#### Para desinstalar el lector de código de barras RS-232

Para desinstalar el lector de código de barras, deshabilítelo antes de desconectarlo.

- **1** Pulse [Options], vaya a Comunicaciones y pulse [Enter].
- 2 Vaya a conector BCR/RA, luego pulse [Mode/Type].
- **3** Seleccione **Deshabilitar la conexión del lector de código de barras**, luego pulse [**Enter**] para aceptar.
- 4 Apague el GC.
- 5 Desenchufe el lector de código de barras del GC y desconéctelo de la corriente eléctrica.



Agilent 7890B Cromatógrafo de gases Manual de funcionamiento

## **Opciones**

11

Acerca de las opciones 188 Calibración 188 Mantenimiento de la calibración EPC—inyectores, detectores PCM y AUX 188 Auto flow zero 189 Auto zero septum purge 189 Condiciones cero 189 Intervalos cero 190 Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión 190 Calibración de la columna 191 Comunicación 195 Configurar la dirección IP para el GC 195 Teclado y pantalla 196



## Acerca de las opciones

La tecla **[Options]** se utiliza para un grupo de funciones que se suelen establecer en la instalación y raramente se cambian después. Accede a este menú:

Calibración Comunicación Teclado y pantalla

## Calibración

Pulse [**Calibration**] para enumerar los parámetros que se pueden calibrar. Entre éstas se incluye:

- Inyectores
- Detectores
- ALS
- Columnas
- Horno
- Presión atmosférica

En general, solo tendrá que calibrar los módulos EPC y las columnas capilares. La calibración del ALS, el horno y la presión atmosférica solo debe ser realizada por personal de servicio formado.

# Mantenimiento de la calibración EPC—inyectores, detectores PCM y AUX

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

#### Sensores de flujo

Los módulos de inyector empaquetado purgado y split/splitless utilizan sensores de flujo. Si la función **Auto flow zero** (consulte página 188) está encendida, se pondrán a cero automáticamente después de cada ejecución. Esta es la forma recomendada. También pueden ponerse a cero manualmente—consulte "Para poner a cero un sensor específico de flujo o presión".

#### Sensores de presión

Todos los módulos de control EPC utilizan sensores de presión. Tienen que ponerse en cero de forma individual. No hay ningún cero automático para los sensores de presión.

#### Auto flow zero

Una opción de calibración útil es **Auto flow zero**. Cuando está **On**, después de finalizar una ejecución el GC cierra el flujo de gases en un inyector, espera a que el flujo descienda hasta cero, mide y almacena el resultado del sensor de flujo y vuelve a encender el gas. Esto tarda alrededor de dos segundos. La desviación cero se utiliza para corregir futuras medidas de flujo.

Para activarla, seleccione **Calibration** en el menú **Options**, después elija **Front inlet** o **Back inlet**, pulse [**Enter**] y encienda **Auto flow zero**.

#### Auto zero septum purge

Es similar a **Auto flow zero**, pero es para el flujo de purga del septum.

#### **Condiciones cero**

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

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

#### **Intervalos cero**

| Tabla 23 | Intervalos cero    | de sensor de  | presión  | v de fluio |
|----------|--------------------|---------------|----------|------------|
|          | 111101 1 4100 0010 | 40 0011001 40 | p1001011 | , ao majo  |

| Tipo de sensor | Tipo de módulo   | Intervalo cero                                       |
|----------------|--|--|
| Flujo          | Todos  | Utilice Auto flow zero y/o<br>Auto zero septum purge |
| Presión        | Inyectores   |  |
|                | Columnas empaquetadas                                  | Cada 12 meses  |
|                | Columnas capilares<br>pequeñas<br>(id 0,32 mm o menos) | Cada 12 meses  |
|                | Columnas capilares grandes<br>(id > 0,32 mm)           | A 3 meses, a 6 meses,<br>después cada 12 meses       |
|                | Canales auxiliares                                     | Cada 12 meses  |
|                | Gases del detector                                     | Cada 12 meses  |

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

- 1 Pulse [Options], desplácese hasta Calibration y pulse [Enter].
- 2 Desplácese hasta el módulo que quiere poner a cero y pulse [Enter].
- 3 Establezca el flujo o presión:

**Sensores de flujo**. Verifique si el gas está conectado y fluyendo (encendido).

**Sensores de presión**. Desconecte la línea de suministro de gas en la parte posterior del GC. No es recomendable cerrarla ya que podrían producirse fugas en la válvula.

- 4 Desplácese hasta la línea cero deseada.
- 5 Pulse [On/Yes] para ponerla a cero o [Clear] para cancelar.
- 6 Vuelva a conectar cualquier línea de gas desconectada en paso 3 y restaure los flujos operativos

#### Calibración de la columna

Como utiliza una columna capilar, puede cortar trozos de vez en cuando, cambiando la longitud de la columna. Si medir la longitud real no es práctico y si utiliza EPC con una columna definida, puede utilizar una rutina de calibración interna para calcular la longitud real de la columna. De forma similar, si no conoce el diámetro interno de la columna o cree que es inexacto, puede calcular el diámetro a partir de medidas relacionadas.

Antes de que pueda calibrar la columna, asegúrese de que:

- Utiliza una columna capilar
- La columna está definida
- No hay rampas de horno
- La fuente de gas de la columna (normalmente el inyector) está **On** y no en cero

También tenga en cuenta que la calibración fallará si la corrección de la longitud de la columna calculada es  $\geq 5$  m o si la corrección del diámetro calculado es  $\geq 20$  µm.

#### Modos de calibración

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

- Calibración con una velocidad de flujo de la columna medida real
- Calibración con un tiempo pico no retenido (tiempo de elución)
- Calibración de la longitud y el diámetro con tiempo de elución y velocidad de flujo

#### PRECAUCIÓN

Cuando mida la velocidad de flujo de la columna, asegúrese de que convierte la medida a temperatura y presión normales si su dispositivo de medida no informa sobre datos en NTP. Si introduce datos no corregidos, la calibración será incorrecta.

#### Para calcular la longitud o diámetro real de la columna a partir de un tiempo de elución

- 1 Establezca la rampa de horno 1 en 0,00 y verifique si la columna está definida.
- 2 Realice una ejecución con un compuesto no retenido y registre el tiempo de elución.
- 3 Pulse [Options], desplácese hasta Calibration y pulse [Enter].

- 4 En la lista de calibración, seleccione la columna y pulse [Enter]. El GC muestra el modo de calibración actual para la columna.
- 5 Para volver a calibrar o cambiar el modo de calibración, pulse [Mode/Type] para ver el menú de modos de calibración de la columna.
- 6 Desplácese hasta **Length** o **Diameter** y pulse [**Enter**]. Aparecen las siguientes opciones:
  - Modo
  - Measured flow
  - Unretained peak
  - Calculated length o Calculated diameter
  - Not calibrated
- 7 Desplácese hasta **Unretained peak** e introduzca el tiempo de elución real de la ejecución realizada anteriormente.
- 8 Al pulsar [Enter], el GC calculará la longitud o el diámetro de la columna basándose en la entrada del tiempo de elución y utilizará ahora esos datos para todos los cálculos.

## Para calcular la longitud o diámetro real de la columna a partir de la velocidad de flujo medida

- 1 Establezca la rampa de horno 1 en 0,00 y verifique si la columna está definida.
- 2 Establezca las temperaturas del horno, el inyector y los detectores en 35 °C y deje que se enfríen a temperatura ambiente.
- **3** Saque la columna del detector.

#### PRECAUCIÓN Cuando mida la velocidad de flujo de la columna, asegúrese de que convierte la medida a temperatura y presión normales si su dispositivo de medida no informa sobre datos en NTP. Si introduce datos no corregidos, la calibración será incorrecta.

- **4** Mida la velocidad de flujo real a través de la columna con un medidor de flujo calibrado. Registre el valor. Vuelva a instalar la columna.
- 5 Pulse [Options], desplácese hasta Calibration y pulse [Enter].
- 6 En la lista de calibración, seleccione la columna y pulse [Enter]. El GC muestra el modo de calibración actual para la columna.

- 7 Para volver a calibrar o cambiar el modo de calibración, pulse [Mode/Type] para ver el menú de modos de calibración de la columna.
- 8 Desplácese hasta **Length** o **Diameter** y pulse [**Enter**]. Aparecen las siguientes opciones:
  - Modo
  - Measured flow
  - Unretained peak
  - Calculated length o Calculated diameter
  - Not calibrated
- **9** Desplácese hasta **Measured flow** e introduzca la velocidad de flujo de la columna corregida (en mL/min) de la ejecución realizada actualmente.
- **10** Al pulsar **[Enter]**, el GC calculará la longitud o el diámetro de la columna basándose en la entrada del tiempo de elución y utilizará ahora esos datos para todos los cálculos.

#### Para calcular la longitud y el diámetro de la columna reales

- 1 Establezca la rampa de horno 1 en 0,00 y verifique si la columna está definida.
- 2 Realice una ejecución con un compuesto no retenido y registre el tiempo de elución.
- **3** Establezca las temperaturas del horno, el inyector y los detectores en 35 °C y deje que se enfríen a temperatura ambiente.
- 4 Saque la columna del detector.

columna.

| PRECAUCIÓN | Cu<br>cc<br>di<br>da | uando mida la velocidad de flujo de la columna, asegúrese de que<br>onvierte la medida a temperatura y presión normales si su<br>spositivo de medida no informa sobre datos en NTP. Si introduce<br>atos no corregidos, la calibración será incorrecta. |
|------------|----------------------|---|
|            | 5                    | Mida la velocidad de flujo real a través de la columna con un<br>medidor de flujo calibrado. Registre el valor. Vuelva a<br>instalar la columna.  |
|            | 6                    | Pulse [Options], desplácese hasta Calibration y pulse [Enter].  |
|            | 7                    | En la lista de calibración, seleccione la columna y pulse<br>[ <b>Enter</b> ]. El GC muestra el modo de calibración actual para la  |

- 8 Para volver a calibrar o cambiar el modo de calibración, pulse [**Mode/Type**] para ver el menú de modos de calibración de la columna.
- **9** Desplácese hasta **Length & diameter** y pulse **[Enter]**. Aparecen las siguientes opciones:
  - Modo
  - Measured flow
  - Unretained peak
  - Calculated length
  - Calculated diameter
  - Not calibrated
- **10** Desplácese hasta **Measured flow** e introduzca la velocidad de flujo de la columna corregida (en mL/min) de la ejecución realizada actualmente.
- **11** Desplácese hasta **Unretained peak** e introduzca el tiempo de elución real de la ejecución realizada anteriormente.
- 12 Al pulsar [Enter], el GC calculará la longitud o el diámetro de la columna basándose en la entrada del tiempo de elución y utilizará ahora esos datos para todos los cálculos.

## Comunicación

### Configurar la dirección IP para el GC

Para el funcionamiento en red (LAN), el GC necesita una dirección IP. Puede obtenerla de un servidor DHCP o se puede introducir directamente desde el teclado. En cualquiera de los casos, consulte con su administrador de LAN.

#### Para utilizar un servidor DHCP

- 1 Pulse [Options]. Desplácese hasta Communications y pulse [Enter].
- 2 Desplácese hasta **Enable DHCP** y pulse **[On/Yes]**. Cuando se le solicite, apague el GC y vuelva a encenderlo.

#### Para establecer la dirección LAN en el teclado

- 1 Pulse [Options]. Desplácese hasta Communications y pulse [Enter].
- 2 Desplácese hasta Enable DHCP y, si es necesario, pulse [Off/No]. Desplácese hasta Reboot GC. Pulse [On/Yes] y [On/Yes].
- **3** Pulse [Options]. Desplácese hasta Communications y pulse [Enter].
- 4 Desplácese hasta **IP**. Introduzca los números de la dirección IP del GC, separados por puntos, y pulse **[Enter]**. Un mensaje le indica que apague y encienda el instrumento. *No* apague y vuelva a encender el instrumento todavía. Pulse **[Clear]**.
- 5 Desplácese hasta **GW**. Escriba el número de Gateway y pulse **[Enter]**. Un mensaje le indica que apague y encienda el instrumento. *No* apague y vuelva a encender el instrumento todavía. Pulse **[Clear]**.
- 6 Desplácese hasta SM y pulse [Mode/Type]. Desplácese hasta la máscara de subred apropiada en la lista dada y pulse [Enter]. Un mensaje le indica que apague y encienda el instrumento. No apague y vuelva a encender el instrumento todavía. Pulse [Clear].
- 7 Desplácese hasta **Reboot GC**. Pulse **[On/Yes]** y **[On/Yes]** para apagar y encender el instrumento, y aplicar los valores LAN establecidos.

## Teclado y pantalla

Pulse [Options] y desplácese hasta Keyboard and Display. Pulse [Mode/Type].

Los siguientes parámetros se encienden y se apagan pulsando las teclas **[On/Yes]** o **[Off/No]**.

**Bloqueo del teclado** Estas teclas y funciones están operativas cuando el bloqueo del teclado está activado:

[Start], [Stop] y [Prep Run]

[Load][Method] y [Load][Seq]

[Seq]-para editar las secuencias existentes

[Seq Control]—para iniciar o detener las secuencias.

Cuando **Keyboard lock** está activado, las otras teclas y funciones no están operativas. Tenga en cuenta que un sistema de datos de Agilent puede bloquear el teclado del GC de forma independiente. Para editar los valores establecidos del GC con el teclado del GC, desactive el bloqueo del teclado del GC y el bloqueo del teclado del sistema de datos.

**Bloqueo de configuración severo On** evita que la configuración del teclado cambie; **Off** quita el bloqueo.

**Clic de las teclas** Sonido de clic cuando se pulsan las teclas.

**Pitido de advertencia** Le permite escuchar pitidos de advertencia.

**Modo de pitido de advertencia** Hay 9 sonidos de advertencia diferentes que pueden seleccionarse. Esto le permite dar a varios GC "voces" individuales. Le recomendamos que experimente.

**Pitido de método modificado** Encender para obtener un pitido agudo cuando se modifique el valor establecido del método.

Pulse [**Mode/Type**] para cambiar las unidades de presión y el tipo de base.

**Unidades de presión** psi–libras por pulgada cuadrada, lb/in<sup>2</sup>

bar–unidad de presión cgs absoluta, dina/cm<sup>2</sup>

kPa–unidad de presión mks,  $10^3$  N/m<sup>2</sup>

ldioma Seleccione inglés o chino.

**Tipo de base** Determina el tipo de separador numérico-1.00 o 1,00

**Protector de pantalla** Si está en **On**, la pantalla se atenúa tras un período de inactividad. Si está en **Off**, está desactivado.

### Opciones