

Agilent 7890A

Cromatógrafo de gases

**Diagnóstico y resolución de
problemas**

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2009

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

G3430-95014

Edición

Tercera edición, abril del 2009
Segunda edición, mayo del 2008
Primera edición, Marzo de 2007

Impreso en EE. UU.

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

安捷伦科技（上海）有限公司
上海市浦东新区外高桥保税区
英伦路412号
联系电话：（800）820 3278

Garantía

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

Avisos de seguridad

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 Conceptos y tareas generales

- Conceptos 10
 - Cómo solucionar problemas mediante este manual 10
 - La tecla [Status] 10
- Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados 11
 - Configuración de las columnas 11
 - Configuración del inyector automático de líquidos 11
 - Configuración del gas 11
- Cómo visualizar el registro de análisis, el registro de mantenimiento y el registro de eventos 12
- Información que hay que obtener antes de llamar a Agilent para una reparación 13

2 Síntomas del ALS y del detector

- Errores del émbolo 16
- Vial manejado de forma incorrecta por el ALS 17
- La aguja de la jeringa se dobla durante la inyección en el inyector 18
- El FID no se enciende 19
- El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de encendido 20
- Corrosión en el colector del detector de ionización de llama y el tapón incandescente del encendedor 21
- El FPD no se enciende 22
- Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD 23

3 Síntomas cromatográficos

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

Busque las causas posibles: compruebe todas las combinaciones de inyector y detector	28
Picos mayores de lo esperado	30
No se muestran picos/no hay picos	31
Table 1. Diagnóstico y solución de problemas del detector	31
Subida de la línea base durante el programa de temperatura del horno	32
Poca resolución en el pico	33
Colas en los picos	34
NPD	35
Discriminación deficiente del pico del punto de ebullición o del peso molecular	36
Para todos los inyectores que funcionan en modo split con cualquier detector.	36
Para todos los inyectores que funcionan en modo splitless con cualquier detector.	36
Descomposición de la muestra en el inyector/Falta de picos	37
Asimetría de picos al inicio	38
Detector de ruido, que incluye picos de oscilación, deriva y fantasma en la línea base	39
Línea base con mucho ruido	39
Oscilación y deriva de la línea base	41
Aparición de picos fantasmas en la línea base	42
Figure 1. Picos fantasma cíclicos	42
Figure 2. Picos fantasma aleatorios	42
Poca altura o área bajo el pico (sensibilidad baja)	43
La llama del FID se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse	45
Salida de la línea base del FID por encima de 20 pA	46
La llama del FPD se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse	47
Valor de salida del FPD demasiado alto o demasiado bajo	48
Áreas de pico bajo en el FPD	49
Gran anchura de pico a media altura en el FPD	50
Salida de la línea base del FPD alta, > 20 pA	51
Atenuación del disolvente del NPD	52
Baja respuesta del NPD	53
Salida de la línea base del NPD > 8 millones	54

El proceso de ajuste de desviación del NPD no funciona correctamente	55
Baja selectividad del NPD	56
Se observan picos negativos con el TCD	57
La línea base del TCD tiene picos de arrastre de ruido sinusoidal amortiguados (línea base de “ringing”)	58
Los picos del TCD tienen una caída negativo en la cola	59

4 Síntomas de que el GC no está listo

El GC nunca llega a estar listo	62
El flujo nunca llega a estar listo	63
La temperatura del horno nunca se enfría/se enfría muy lentamente	64
El horno no se calienta nunca	65
La temperatura nunca llega a estar lista	66
No se puede establecer un flujo o presión	67
Un gas no alcanza el valor establecido de presión o flujo	68
Un gas excede el valor establecido de presión o flujo	69
La presión o el flujo del inyector fluctúa	70
No se puede mantener la presión tan baja como el valor establecido en un inyector split	71
El flujo de columna medido no es igual al flujo mostrado	72
El FID no se enciende	73
El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de inyección	74
Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD	75
El FPD no se enciende	76

5 Síntomas de cortes

Cortes de columna	78
Cortes de hidrógeno	79
Cortes térmicos	81

6 Síntomas de encendido y de comunicación del GC

El GC no se enciende	84
El GC se enciende y luego se para durante el inicio (durante la autocomprobación)	85

El PC no se puede comunicar con el GC 86

7 Comprobación de fugas

Sugerencias para la comprobación de fugas 88

Para comprobar si hay fugas externas 90

Para comprobar si hay fugas del GC 92

Fugas en las conexiones de flujo capilar 93

8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas

Medición del flujo de una columna 96

Medición del flujo de columna del FID, TCD, uECD y FPD 96

Medición del flujo de columna NPD 99

Para medir un flujo de purga de split o purga de septum 101

Medición de un flujo del detector 103

Medición de los flujos del FID, TCD, uECD y FPD 103

Medición de flujos del NPD 106

Para realizar la autocomprobación del GC 108

Ajuste de la desviación de encendido del FID 109

Para verificar si la llama del FID está encendida 110

Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido 111

Para medir la corriente de descarga del FID 112

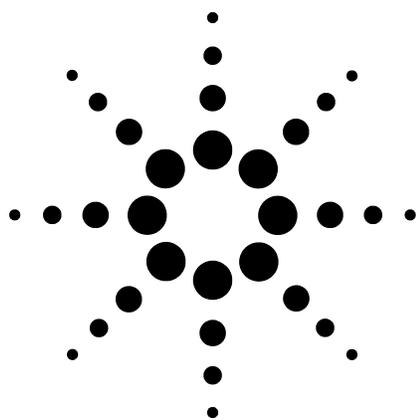
Para medir la salida de línea base del FID 113

Medición de la corriente de descarga del NPD 114

Comprobación de que la perla del NPD está encendida 115

Para verificar si la llama del FPD está encendida 116

Ajuste de la desviación de encendido del FPD 117



1

Conceptos y tareas generales

Conceptos 10

Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados 11

Cómo visualizar el registro de análisis, el registro de mantenimiento y el registro de eventos 12

Información que hay que obtener antes de llamar a Agilent para una reparación 13



Conceptos

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

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

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

Cómo solucionar problemas mediante este manual

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

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

La tecla [Status]

Asegúrese de que utiliza también las teclas [Status] e [Info] del teclado del GC al usar esta información para la resolución de problemas. Estas teclas le mostrarán información adicional relacionada con el estado del GC y sus componentes que le resultará útil.

Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados

Ciertos elementos configurables del GC deben mantenerse siempre actualizados. El incumplimiento de esta norma puede dar lugar a una sensibilidad reducida, errores cromatográficos y a posibles peligros para la seguridad.

Configuración de las columnas

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

Configuración del inyector automático de líquidos

Mantenga la configuración del inyector automático de líquidos (ALS) actualizada para asegurar un funcionamiento correcto. Entre los elementos del ALS que se deben mantener actualizados se incluye la posición del inyector, el tamaño de la jeringa instalada y el uso de las botellas de disolvente y residuos.

Configuración del gas

ADVERTENCIA

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

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

Cómo visualizar el registro de análisis, el registro de mantenimiento y el registro de eventos

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

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

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

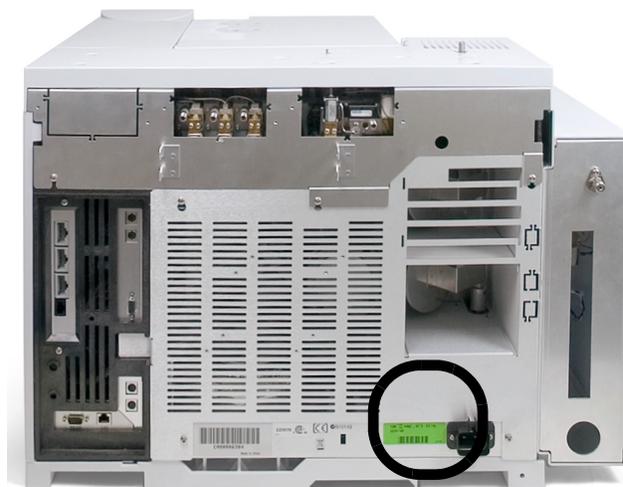
Registro de mantenimiento El registro de mantenimiento contiene una entrada por cada vez que se llega al límite para el Mantenimiento previo asistido o dicho límite se reinicializa o se cambia. En el registro se anotan datos como el elemento del contador, el valor del contador, el nuevo valor del contador y si dicho contador se ha reinicializado (indicando la sustitución de la pieza). Cuando el registro de mantenimiento está lleno, el GC sobrescribe las entradas, empezando por la más antigua.

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

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

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

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

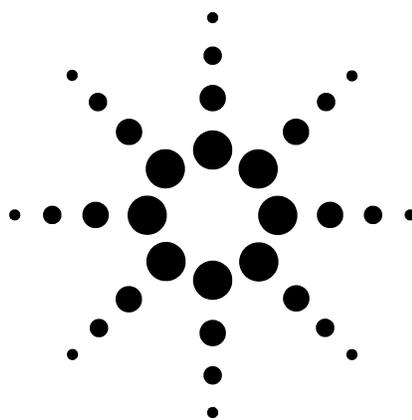


- Configuración del horno (calentamiento rápido o lento)

1 Conceptos y tareas generales

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

Para obtener los números de contacto de servicio o soporte, consulte el sitio Web de Agilent en www.agilent.com/chem.



2 Síntomas del ALS y del detector

Errores del émbolo	16
Vial manejado de forma incorrecta por el ALS	17
La aguja de la jeringa se dobla durante la inyección en el inyector	18
El FID no se enciende	19
El FPD no se enciende	22
Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD	23

Errores del émbolo

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

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

Vial manejado de forma incorrecta por el ALS

Consulte la documentación de operación del inyector para obtener información adicional.

Si detecta que un vial de muestras se ha manejado de forma incorrecta, haga lo siguiente:

- Compruebe si hay pliegues o arrugas en el tapón de sellado, especialmente cerca del cuello del vial de muestras.
- Utilice los viales de muestras recomendados por Agilent.
- Compruebe las etiquetas de las muestras (si procede).
 - Compruebe si su tamaño es correcto.
 - Asegúrese de que las etiquetas no obstaculizan la sujeción.
- Compruebe que las gradillas de viales estén limpias y encajadas en la base de la bandeja.

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

ADVERTENCIA

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

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

Instalación, funcionamiento y mantenimiento del inyector automático de líquidos 7683B

Instalación, funcionamiento y mantenimiento del inyector automático de líquidos 7693A

- Compruebe que la tuerca de septum del GC no está demasiado apretada.
- Compruebe que la jeringa está instalada correctamente en su mecanismo de soporte.
- Compruebe que el soporte de la aguja y la guía están limpios. Elimine todos los residuos o depósitos de séptum.
- Si está utilizando el inyector frío en columna, compruebe que está instalado el inserto adecuado para la jeringa.
- Compruebe que está utilizando la jeringa apropiada. La longitud total del cuerpo de la jeringa y la aguja debe ser 126,5 mm aproximadamente.

El FID no se enciende

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

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

ADVERTENCIA

Mantenga una distancia de seguridad con respecto a la chimenea del FID mientras realiza esta tarea. Si utiliza hidrógeno, la llama del FID no será visible.

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

Si la prueba falla, compruebe si el problema es debido a las siguientes causas posibles:

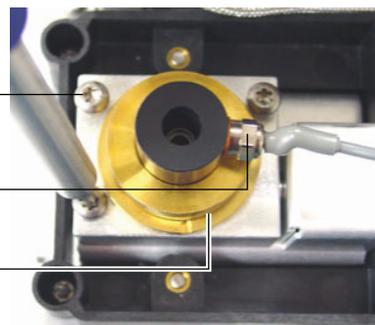
- El encendedor puede estar mal; sustituya el encendedor.
- La temperatura del detector está establecida en < 150 °C. Agilent recomienda utilizar el FID a ≥ 300 °C.
- El encendedor no está haciendo una buena conexión a la toma de tierra:
 - El encendedor debe estar bien atornillado en el conjunto almenado del FID.
 - Los tres tornillos Torx T-20 que sujetan el conjunto del colector en su sitio deben estar apretados.
 - La tuerca estriada de latón que sujeta el conjunto de la tuerca almenada del FID en su sitio debe estar apretada.

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

Tornillos Torx T-20 (3)

Encendedor

Tuerca estriada



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

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

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

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

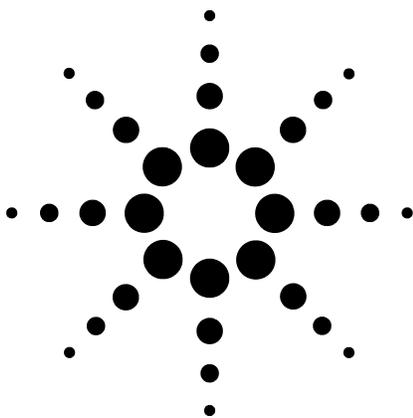
El FPD no se enciende

- Compruebe si la temperatura del FPD es lo suficientemente alta para la ignición (> 150 °C).
- Compruebe las velocidades de flujo del FPD y si son las correspondientes al tipo de filtro instalado en el FPD.
- Mida los flujos reales del detector (consulte la sección Medición del flujo de un detector).
- Es posible que la columna esté instalada demasiado alta en el detector.
- Compruebe si funciona el encendedor del FPD (Consulte Para verificar si la llama del FID está encendida.)
- Compruebe las velocidades de flujo de la columna y del gas auxiliar.
- Asegúrese de que la condensación del tubo de purga no gotea en el detector. Para drenar el agua condensada correctamente, el tubo de purga de plástico flexible debe salir desde el detector a un contenedor sin combarse. Mantenga el extremo abierto del tubo fuera del agua del contenedor.
- Compruebe el valor de **Lit offset (desviación de encendido)**. El valor típico de **desplazamiento de Lit** es de 2,0.
- Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas (consulte la sección Revisión de fugas).

Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD

- Inspeccione el chorro para ver si está atascado.
- Mida los flujos reales del detector (consulte la sección Medición del flujo de un detector).
- Compruebe el estado de la perla. Sustitúyala si es necesario.
- Verifique que los parámetros de flujo son correctos.
- Compruebe y sangre el sistema completo, especialmente la conexión de la columna del detector. (consulte la sección Revisión de fugas).
- Establezca el tiempo de equilibrio en 0,0.

2 Síntomas del ALS y del detector



3 Síntomas cromatográficos

Tiempos de retención no reproducibles	26
Áreas de pico no reproducibles	27
Contaminación o efecto memoria	28
Picos mayores de lo esperado	30
No se muestran picos/no hay picos	31
Subida de la línea base durante el programa de temperatura del horno	32
Poca resolución en el pico	33
Colas en los picos	34
Discriminación deficiente del pico del punto de ebullición o del peso molecular	36
Descomposición de la muestra en el inyector/Falta de picos	37
Asimetría de picos al inicio	38
Detector de ruido, que incluye picos de oscilación, deriva y fantasma en la línea base	39
Poca altura o área bajo el pico (sensibilidad baja)	43
La llama del FID se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse	45
Salida de la línea base del FID por encima de 20 pA	46
La llama del FPD se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse	47
Valor de salida del FPD demasiado alto o demasiado bajo	48
Áreas de pico bajo en el FPD	49
Gran anchura de pico a media altura en el FPD	50
Salida de la línea base del FPD alta, > 20 pA	51
Atenuación del disolvente del NPD	52
Baja respuesta del NPD	53
Salida de la línea base del NPD > 8 millones	54
El proceso de ajuste de desviación del NPD no funciona correctamente	55
Baja selectividad del NPD	56
Se observan picos negativos con el TCD	57
La línea base del TCD tiene picos de arrastre de ruido sinusoidal amortiguados (línea base de "ringing")	58
Los picos del TCD tienen una caída negativo en la cola	59

Tiempos de retención no reproducibles

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

Áreas de pico no reproducibles

Compruebe el funcionamiento de la jeringa del ALS (Consulte la sección de resolución de problemas del manual Instalación, funcionamiento y mantenimiento del inyector automático de líquidos 7683B y Instalación, funcionamiento y mantenimiento del inyector automático de líquidos 7693A.)

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

Contaminación o efecto memoria

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

Aísle la fuente

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

Busque las causas posibles: compruebe todas las combinaciones de inyector y detector

- Revise el tipo de septum y la instalación.
- Realice una operación de mantenimiento completo en el inyector: sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Realice el mantenimiento de la columna: Limpie térmicamente los contaminantes, elimine la parte contaminada de la columna cerca del inyector e invierta y acondicione térmicamente la columna según sea necesario.
- Compruebe si hay efecto memoria por arrastre de muestras de análisis previos. Realice varios análisis en blanco, sin inyección, para ver si los picos fantasma desaparecen o se hacen más pequeños.
- Compruebe el flujo de purga del septum. Si es demasiado bajo, el septum puede haber acumulado contaminación o puede haber condensado atascado en la línea de purga.
- Revise todos los indicadores y fechas de las trampas de gas.
- Verifique la pureza del gas. Compruebe si existe contaminación en las conexiones y tuberías de suministro.

- Si sospecha que existe contaminación en el inyector, columna o detector, lleve a cabo el procedimiento de acondicionamiento térmico.
- Verifique que la temperatura y el tiempo del programa del horno son suficientes para las muestras que se están inyectando.
- Compruebe el nivel de disolvente de las botellas de lavado del ALS.
- Sustituya la jeringa del ALS si es necesario.
- Compruebe el volumen de inyección de la muestra.
- Instale un sistema de retroflujo de columna de Agilent.

Picos mayores de lo esperado

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

No se muestran picos/no hay picos

- Si utiliza un inyector automático:
 - Asegúrese de que hay muestra en el vial.
 - Verifique que el soporte del émbolo del ALS está sujeto al émbolo de la jeringa.
 - Compruebe que la jeringa está correctamente instalada y extraiga la muestra.
 - Verifique si la torreta o la bandeja están correctamente cargadas y que las inyecciones no proceden de viales que están fuera del orden.
 - Asegúrese de que la muestra entra en la jeringa.
- Verifique que el detector que se está usando está asignado a una señal.
- Compruebe que la columna está instalada correctamente.
- Asegúrese de que la columna no está bloqueada (Consulte la sección “Medición del flujo de una columna”). Realice el mantenimiento de la columna:
- Compruebe si hay fugas. (Consulte la sección “Comprobación de fugas”).
- Compruebe los parámetros de flujo y mida los flujos reales del detector (Consulte la sección “Medición de un flujo del detector”).

Si el problema está en el detector, consulte la Tabla 1.

Tabla 1 Diagnóstico y solución de problemas del detector

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

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

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

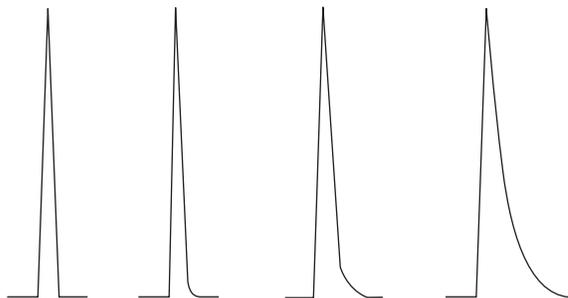
Poca resolución en el pico

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

Colas en los picos

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

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



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

NPD

Para el NPD, haga lo siguiente:

- Verifique que está utilizando la perla correcta para la muestra que se está analizando. Si está analizando fósforo, instale una perla negra. Las perlas blancas pueden provocar colas en los picos cuando se analiza fósforo.
- Verifique si está instalado el chorro adecuado. Utilice un chorro extendido.
- Sustituya los aislantes de cerámica.

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

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

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

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

- Compruebe el tipo de liner.
- Aumente la temperatura del inyector y verifique que la caperuza de aislamiento está instalada y tiene aislamiento.
- Revise el corte de la columna y su instalación en el inyector. Consulte el tema sobre el SS, MMI, PTV y VI.

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

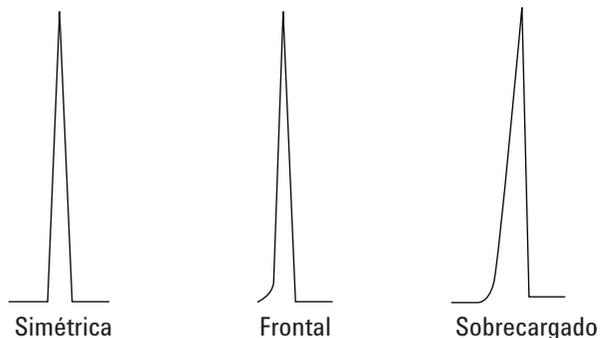
- Compruebe si hay fugas en el inyector (Consulte la sección “Comprobación de fugas”).
- Compruebe el tipo de liner.
- Verifique que la temperatura de inicio del horno es inferior al punto de ebullición del disolvente.
- Revise el corte de la columna y su instalación en el inyector. Consulte el tema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

Descomposición de la muestra en el inyector/Falta de picos

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

Asimetría de picos al inicio

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



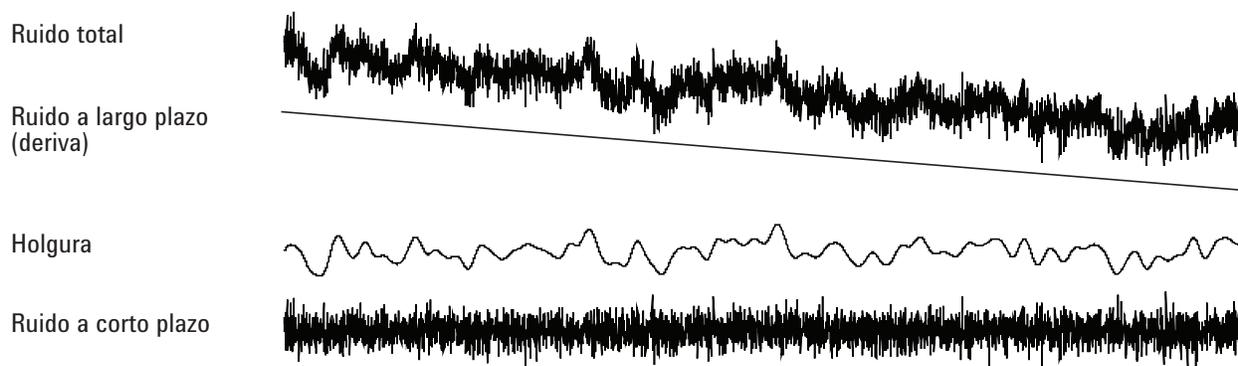
Si se produce asimetría de picos al inicio o sobrecargados, pruebe a hacer lo siguiente:

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

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

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

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



Línea base con mucho ruido

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

- Para todos los detectores, compruebe si hay fugas en las conexiones de la columna (Consulte la sección “Comprobación de fugas”).
- Para el FID, consulte la sección Medición de la corriente de descarga del NPD.
- Para el TCD, verifique la recogida de datos a ≤ 5 Hz.

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

- Piense en los cambios recientes que se han hecho en el sistema.
- Acondicione térmicamente el inyector. Consulte lo siguiente:
 - Limpieza térmica de los contaminantes del inyector split/splitless
 - Limpieza térmica de los contaminantes del inyector MMI
 - Limpieza térmica de los contaminantes del inyector de empaquetado con purga
 - Limpieza térmica de los contaminantes del inyector de COC
 - Limpieza térmica de los contaminantes del inyector de PTV
 - Limpieza térmica de los contaminantes del inyector VI
- Verifique la pureza de los gases portadores y detectores.
- Verifique que se ha hecho un montaje correcto después de un mantenimiento reciente.
- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación.

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

- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación.
- Inspeccione la columna y el inyector para ver si hay contaminación.
- Inspeccione el chorro del FID o del NPD para ver si hay contaminación.
- Verifique si el tubo fotomultiplicador (PMT) del FPD está correctamente instalado. Si no es así, el resultado es que se producirán fugas ligeras y en última instancia ruido.

Otros factores que pueden contribuir al ruido:

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

Oscilación y deriva de la línea base

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

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

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

Aparición de picos fantasmas en la línea base

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

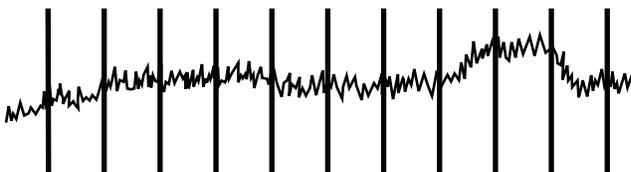


Figura 1 Picos fantasma cíclicos

Los picos fantasma cíclicos pueden producirse por lo siguiente:

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

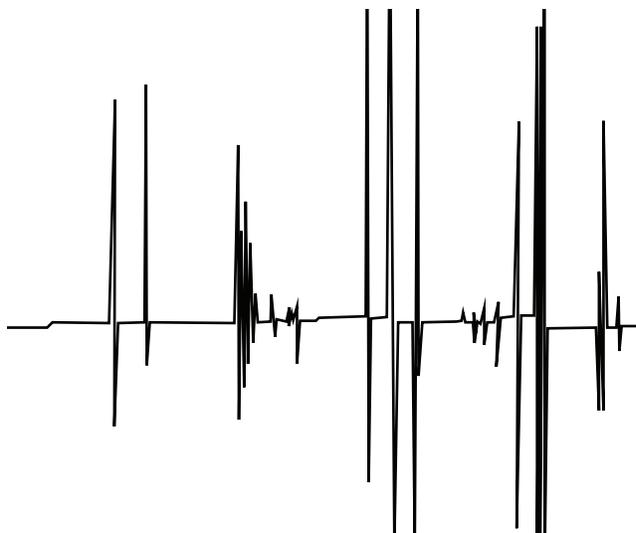


Figura 2 Picos fantasma aleatorios

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

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

Poca altura o área bajo el pico (sensibilidad baja)

- Si utiliza un inyector en modo split, compruebe la relación de split.
- Compruebe si hay fugas. (Consulte la sección “Comprobación de fugas”).
- Compruebe si hay contaminación en el inyector (Consulte la sección “Contaminación o efecto memoria”).
- Revise todas las columnas y verifique se han cortado e instalado correctamente en cada uno de los extremos.
- Verifique que el tipo de columna es correcto.
- Realice el mantenimiento de la columna: Limpie térmicamente los contaminantes, elimine la parte contaminada de la columna cerca del inyector e invierta y acondicione térmicamente la columna según sea necesario.
- Verifique si el tipo de liner es apropiado para la muestra.
- Verifique que los parámetros de flujo del detector son correctos.
- Compruebe la pureza del gas que se suministra.
- Revise todos los indicadores y las fechas de las trampas.
- Verifique que los parámetros del método son correctos.
- Compruebe la estabilidad de la muestra.
- Compruebe el tamaño de la jeringa configurada. Algunos tamaños de jeringas se especifican a capacidad media. Si el volumen máximo de la jeringa está marcado a media altura y no en la parte superior del cuerpo de la jeringa, introduzca **dos veces** el volumen de la etiqueta al configurar el tamaño de la jeringa.

Si utiliza un FID:

- Verifique si está instalado el chorro adecuado.
- Inspeccione el chorro para comprobar si existe suciedad.

Si está utilizando un uECD:

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

Si utiliza un NPD:

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

3 Síntomas cromatográficos

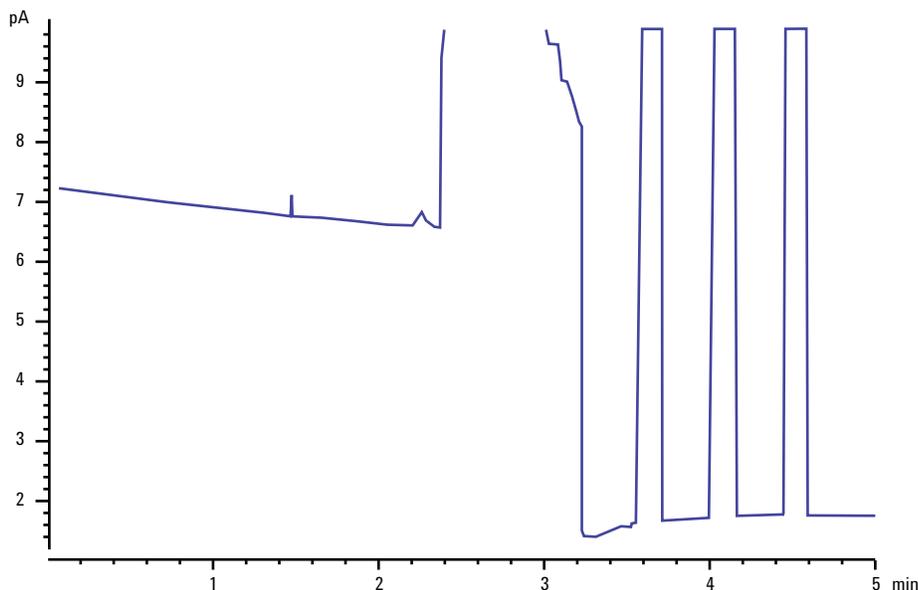
- Sustituya la perla.

Si utiliza un FPD:

- Verifique si la instalación de la columna es correcta.
- Compruebe si el filtro está correctamente instalado y limpio.
- Compruebe las velocidades de flujo.
- Compruebe el tipo de gas auxiliar.

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

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



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

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

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

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

- Verifique si la **desviación de encendido** del FID se ha establecido correctamente para el análisis (normalmente $\leq 2,0$ pA).
- Observe si la llama se extinguió por un pico aromático o agua.
- Inspeccione el chorro para ver si está parcialmente bloqueado. Mida los flujos reales de hidrógeno, aire y gas auxiliar del detector (Consulte la sección “Medición de un flujo del detector”).
- Compruebe si hay fugas en la conexión de la columna del detector (Consulte la sección “Comprobación de fugas”).

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

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

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

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

- Compruebe si hay fugas en el sistema del GC, especialmente en la conexión de la columna del detector (Consulte la sección “Comprobación de fugas”).
- Verifique que la temperatura del detector se ha establecido en ≥ 200 °C.
- Asegúrese de que la condensación del tubo de purga no gotea en el detector. Para drenar el agua condensada correctamente, el tubo de purga de plástico flexible debe salir desde el detector a un contenedor sin combarse. Mantenga el extremo abierto del tubo fuera del agua del contenedor.

Si la llama del FPD se paga y luego se vuelve a encender, haga lo siguiente:

- Verifique que el valor de la **Lit offset** es inferior al de la línea base normal.
- Compruebe si hay fugas. (Consulte la sección “Comprobación de fugas”).
- Compruebe los parámetros de flujo y mida los flujos reales del detector (Consulte la sección “Medición de un flujo del detector”).

Valor de salida del FPD demasiado alto o demasiado bajo

- Verifique que se está utilizando el filtro correcto. No utilice un filtro de fósforo con flujos optimizados para azufre o un filtro de azufre con flujos optimizados para fósforo.
- Compruebe la posición de la columna según está instalada en el detector.
- Compruebe la pureza del gas.

Áreas de pico bajo en el FPD

- Compruebe los parámetros de flujo y mida los flujos reales del detector (Consulte la sección “Medición de un flujo del detector”).
- Realice una operación de mantenimiento completo en el inyector: sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Realice el mantenimiento de la columna: Limpie térmicamente los contaminantes, elimine la parte contaminada de la columna cerca del inyector e invierta y acondicione térmicamente la columna según sea necesario.
- Verifique si la columna está correctamente instalada.
- Tenga en cuenta el tipo de filtro (de azufre o de fósforo).
- Compruebe si hay fugas en el sistema. (Consulte la sección “Comprobación de fugas”).
- Verifique que los parámetros del método son apropiados.
- Compruebe las velocidades de flujo.
- Compruebe el tipo de gas auxiliar.

Gran anchura de pico a media altura en el FPD

Si el FPD produce picos que son anormalmente anchos a mitad de la altura del pico, haga lo siguiente:

- Compruebe el volumen de inyección real y redúzcalo si es necesario.
- Verifique que el tipo de liner no está reaccionando con la muestra.

Salida de la línea base del FPD alta, > 20 pA

- Compruebe la pureza del gas que se suministra.
- Revise todos los indicadores y las fechas de las trampas.
- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación.
- Compruebe si hay fugas ligeras en el tubo fotomultiplicador (PMT) y apriete el tubo si está flojo.
- Realice una operación de mantenimiento completo en el inyector: sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Realice el mantenimiento de la columna: limpie térmicamente los contaminantes según sea necesario.

Atenuación del disolvente del NPD

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

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

Baja respuesta del NPD

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

Salida de la línea base del NPD > 8 millones

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

El proceso de ajuste de desviación del NPD no funciona correctamente

- Inspeccione el chorro para ver si está atascado.
- Mida los flujos reales del detector (consulte la sección Medición del flujo de un detector).
- Compruebe el estado de la perla. Sustitúyala si es necesario.
- Verifique que los parámetros de flujo son correctos.
- Compruebe y sangre el sistema completo, especialmente la conexión de la columna del detector. (consulte la sección Revisión de fugas).
- Establezca el tiempo de equilibrio en 0,0.

Baja selectividad del NPD

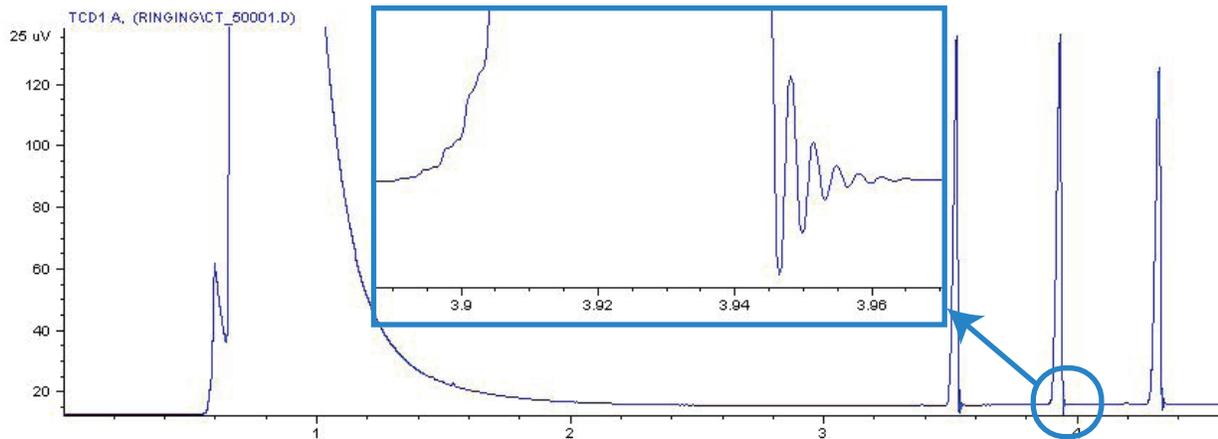
- Verifique si el flujo del hidrógeno es correcto (≤ 3 ml/min).
- Inspeccione la perla; es posible que este defectuosa o gastada.
- Verifique si el voltaje de la perla es correcto.
- Sustituya el colector y los aislantes.

Se observan picos negativos con el TCD

- Verifique que se está utilizando el tipo de gas correcto.
- Compruebe si hay fugas en el sistema, especialmente en la conexión de la columna del detector (consulte la sección Comprobación de fugas).
- Tenga en cuenta la sensibilidad para analitos.
- Compruebe los parámetros de flujo y mida los flujos reales del detector (consulte la sección Medición del flujo de un detector).

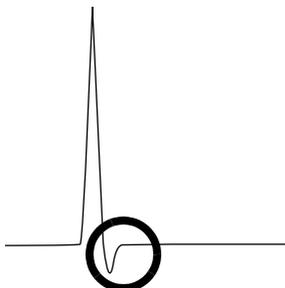
3 Síntomas cromatográficos

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



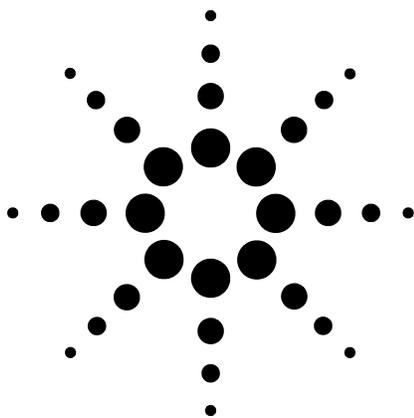
Se ha seleccionado una velocidad de transmisión de datos errónea en el sistema de datos. Para el TCD, la velocidad de transmisión de datos debe ser ≤ 5 Hz.

Los picos del TCD tienen una caída negativo en la cola



- Compruebe si hay fugas en la conexión del adaptador de columna del detector (consulte la sección Comprobación de fugas).
- Actualice el detector a un filamento menos activo químicamente.

3 Síntomas cromatográficos



4 Síntomas de que el GC no está listo

El GC nunca llega a estar listo	62
El flujo nunca llega a estar listo	63
La temperatura del horno nunca se enfría/se enfría muy lentamente	64
El horno no se calienta nunca	65
La temperatura nunca llega a estar lista	66
No se puede establecer un flujo o presión	67
Un gas no alcanza el valor establecido de presión o flujo	68
Un gas excede el valor establecido de presión o flujo	69
La presión o el flujo del inyector fluctúa	70
No se puede mantener la presión tan baja como el valor establecido en un inyector split	71
El flujo de columna medido no es igual al flujo mostrado	72
El FID no se enciende	73
El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de inyección	74
Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD	75
El FPD no se enciende	76

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



El GC nunca llega a estar listo

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

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

Para más información sobre [**Prep Run**], consulte el manual Agilent 7890A GC Advanced User Guide.

El flujo nunca llega a estar listo

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

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

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

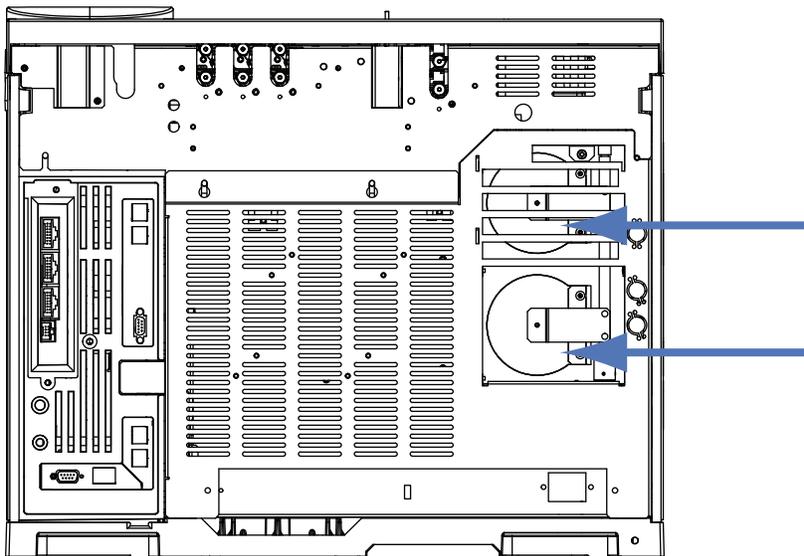
Si el horno no se enfría o se enfría con mucha lentitud:

ADVERTENCIA

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

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

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



Si utiliza enfriamiento criogénico:

- Compruebe si hay suficiente refrigeración criogénica.
- Compruebe si se han excedido los límites de funcionamiento.

El horno no se calienta nunca

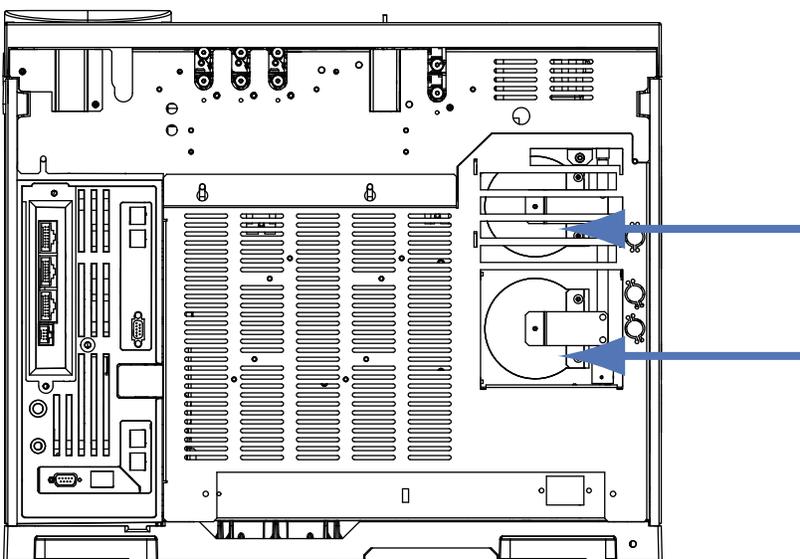
- Pulse **[Status]** para comprobar si hay errores de los que informar Agilent.

ADVERTENCIA

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

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

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



La temperatura nunca llega a estar lista

Para que se considere que está lista, la temperatura debe estar en el valor establecido ± 1 °C durante 30 seg.

- Compruebe si falta alguna caperuza de aislamiento en el inyector o en el detector.
- Compruebe si una gran diferencia de temperatura entre el horno y el inyector o el detector.
- Compruebe si falta aislamiento alrededor del inyector o del detector.
- Si utiliza frío en columna con CryoBlast o con un inyector PTV o MMI:
 - Compruebe el nivel del gas de refrigeración criogénica.
 - Compruebe si se han excedido los límites de funcionamiento.

No se puede establecer un flujo o presión

Si no puede establecer un flujo o presión utilizando los inyectores split/splitless, MMI, PTV, VI o fríos en columna, haga lo siguiente:

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

Si no puede establecer un flujo o presión utilizando el inyector empaquetado con purga, haga lo siguiente:

- Compruebe el modo de la columna.
- Compruebe que el filamento está encendido.
- Compruebe el modo del inyector. Cuando se usa el control de flujo del inyector, sólo se pueden establecer los modos de control del flujo para las columnas. Cuando se usa el control de presión del inyector, se puede establecer la columna para los modos de flujo y de presión.

Un gas no alcanza el valor establecido de presión o flujo

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

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

Si utiliza un inyector split/splitless, un inyector MMI, un inyector PTV o una interfaz para volátiles:

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

Un gas excede el valor establecido de presión o flujo

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

Si utiliza un inyector split/splitless, un inyector MMI, un inyector PTV o una interfaz para volátiles:

- Reduzca la relación de split.
- Sustituya el filtro de venteo de split.
- Verifique si el liner seleccionado es el correcto (en el caso de inyectores split/splitless, MMI y PTV).
- Compruebe si hay contaminación en el sello de oro (inyector split/splitless).

Si utiliza un FID o un NPD:

- Compruebe si hay algún chorro bloqueado.

Válvulas:

- Compruebe si algún rotor está mal alineado.

La presión o el flujo del inyector fluctúa

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

- Compruebe si el purificador de gas o generador de gas está funcionando a su capacidad o se aproxima.
- Revise el suministro de gas para comprobar si el suministro de presión es suficiente.
- Verifique que el regulador de presión de suministro funciona adecuadamente.
- Compruebe si hay fugas. (consulte la sección “Comprobación de fugas”).
- Compruebe si hay grandes restricciones en el liner del inlet o en la trampa de purga de split.
- Verifique si está instalado el liner adecuado.
- Compruebe si hay alguna restricción en el espacio de cabeza, purga y trampa y en cualquier otro dispositivo de muestras externo.

No se puede mantener la presión tan baja como el valor establecido en un inyector split

Si el GC no puede mantener una presión tan baja como el valor establecido, compruebe lo siguiente:

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

El flujo de columna medido no es igual al flujo mostrado

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

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

El FID no se enciende

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

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

ADVERTENCIA

Mantenga una distancia de seguridad con respecto a la chimenea del FID mientras realiza esta tarea. Si utiliza hidrógeno, la llama del FID no será visible.

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

Si la prueba falla, compruebe si el problema es debido a las siguientes causas posibles:

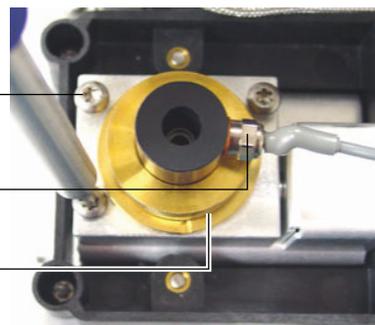
- El encendedor puede estar mal; sustituya el encendedor.
- La temperatura del detector está establecida en < 150 °C. Agilent recomienda utilizar el FID a ≥ 300 °C.
- El encendedor no está haciendo una buena conexión a la toma de tierra:
 - El encendedor debe estar bien atornillado en el conjunto almenado del FID.
 - Los tres tornillos Torx T-20 que sujetan el conjunto del colector en su sitio deben estar apretados.
 - La tuerca estriada de latón que sujeta el conjunto de la tuerca almenada del FID en su sitio debe estar apretada.

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

Tornillos Torx T-20 (3)

Encendedor

Tuerca estriada

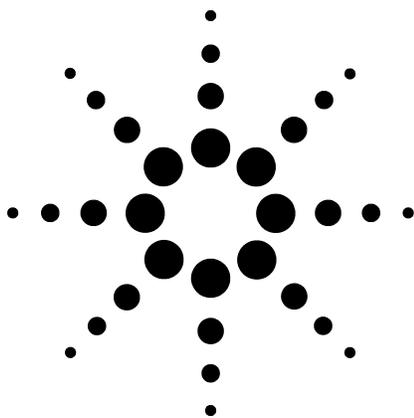


Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD

- Inspeccione el chorro para ver si está atascado.
- Mida los flujos reales del detector (consulte la sección Medición del flujo de un detector).
- Compruebe el estado de la perla. Sustitúyala si es necesario.
- Verifique que los parámetros de flujo son correctos.
- Compruebe y sangre el sistema completo, especialmente la conexión de la columna del detector. (consulte la sección Revisión de fugas).
- Establezca el tiempo de equilibrio en 0,0.

El FPD no se enciende

- Compruebe si la temperatura del FPD es lo suficientemente alta para la ignición ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Compruebe las velocidades de flujo del FPD y si son las correspondientes al tipo de filtro instalado en el FPD.
- Mida los flujos reales del detector (consulte la sección Medición del flujo de un detector).
- Es posible que la columna esté instalada demasiado alta en el detector.
- Compruebe si funciona el encendedor del FPD (Consulte Para verificar si la llama del FID está encendida.)
- Compruebe las velocidades de flujo de la columna y del gas auxiliar.
- Asegúrese de que la condensación del tubo de purga no gotea en el detector. Para drenar el agua condensada correctamente, el tubo de purga de plástico flexible debe salir desde el detector a un contenedor sin combarse. Mantenga el extremo abierto del tubo fuera del agua del contenedor.
- Compruebe el valor de **Lit offset (desviación de encendido)**. El valor típico de **desplazamiento de Lit** es de 2,0.
- Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas (consulte la sección Revisión de fugas).



5 Síntomas de cortes

Cortes de columna 78

Cortes de hidrógeno 79

Cortes térmicos 81



Cortes de columna

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

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

Para que vuelva a funcionar:

- 1 Arregle la causa del corte.
 - Compruebe si hay una columna rota cerca del inyector.
 - Compruebe si hay fugas.
 - Sustituya el septum del inyector.
 - Sustituya la arandela del inyector.
 - Compruebe la presión de suministro.
- 2 Pulse la tecla del dispositivo que inició el corte. Desplácese al parámetro neumático que parpadea en **Off** y, a continuación, pulse [**On**] u [**Off**].

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

Cortes de hidrógeno

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

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

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

ADVERTENCIA

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

Cómo recuperarse de un estado de corte de hidrógeno:

- 1 Arregle la causa del corte:
 - Sustituya el septum del inyector.
 - Sustituya la arandela del inyector.

5 Síntomas de cortes

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

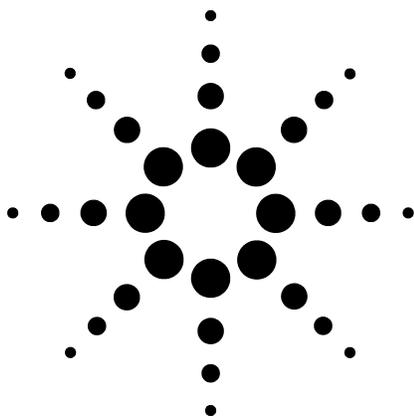
Cortes térmicos

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

Para que vuelva a funcionar:

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

5 Síntomas de cortes



6 **Síntomas de encendido y de comunicación del GC**

El GC no se enciende 84

El GC se enciende y luego se para durante el inicio (durante la autocomprobación) 85

El PC no se puede comunicar con el GC 86



El GC no se enciende

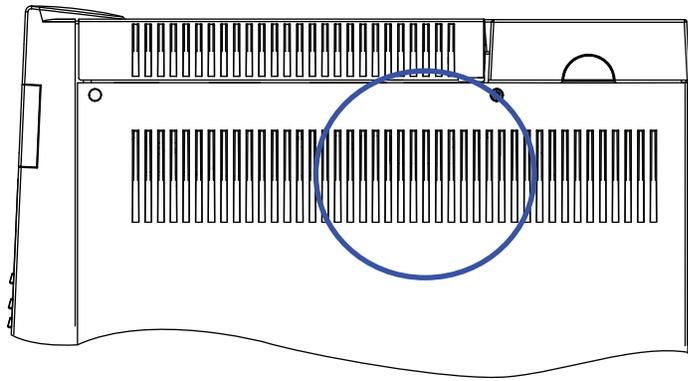
Si el GC no se enciende:

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

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

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

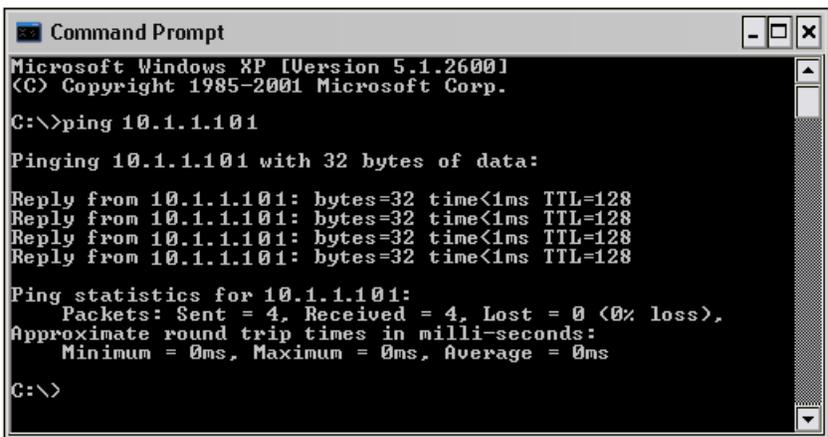
- 1 Ponga el interruptor de alimentación del GC en **Off**. Espere un minuto y luego ponga la alimentación del GC en **On**.
- 2 Si el GC no vuelve a la normalidad, registre los mensajes que aparezcan en la pantalla y póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.



El PC no se puede comunicar con el GC

- Realice la prueba **ping**

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



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

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

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

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

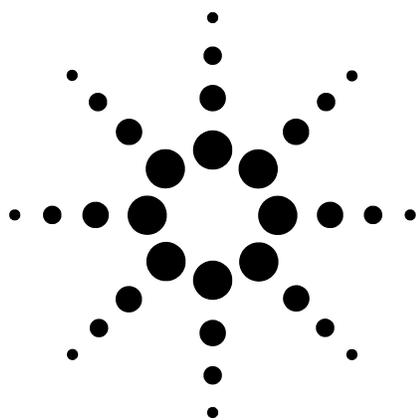
C:\>
```

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

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

- Compruebe el cableado de la red LAN.
- Compruebe la dirección IP, la máscara de subred y las direcciones de puerta de enlace.
- Compruebe que se ha instalado un cable de enlace para un solo GC a la conexión directa del ordenador.

Para actualizar el firmware del GC, debe utilizar el Agilent Instrument Utility o bien el software Agilent Lab Advisor.



7 Comprobación de fugas

Sugerencias para la comprobación de fugas	88
Para comprobar si hay fugas externas	90
Para comprobar si hay fugas del GC	92
Fugas en las conexiones de flujo capilar	93

Sugerencias para la comprobación de fugas

Cuando haga la comprobación de fugas, tenga en cuenta dos partes del sistema: los puntos de fuga externos y los puntos de fuga del GC.

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

ADVERTENCIA

El hidrógeno (H₂) es inflamable y hay peligro de explosión cuando se mezcla con el aire en un espacio cerrado (por ejemplo, un medidor de flujo). Purgue los flujómetros con gas inerte cuando sea necesario. Mida siempre los gases por separado. Apague siempre los detectores para evitar el autoencendido de la llama/perla.

ADVERTENCIA

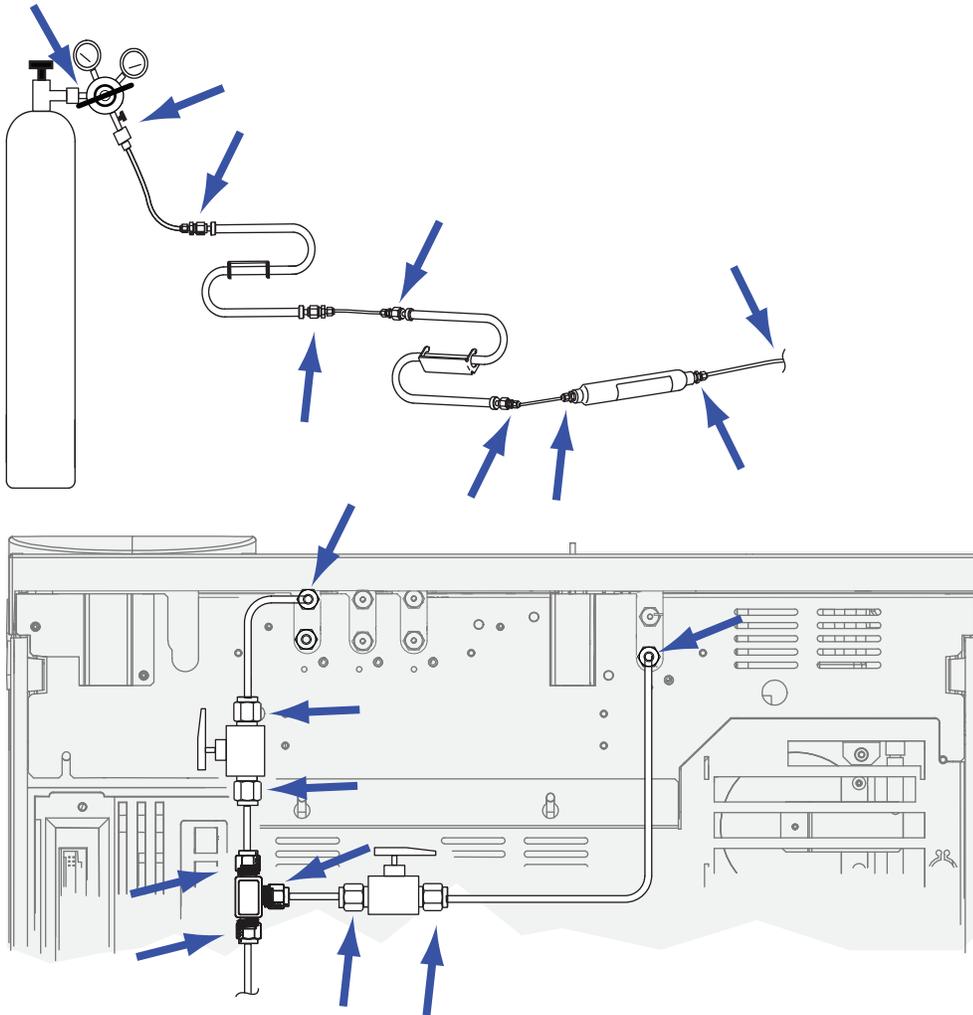
Puede haber gases de muestra peligrosos.

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

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

Para comprobar si hay fugas externas

Compruebe si hay fugas en las siguientes conexiones:



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

Realice una prueba de caída de presión.

- 1 Apague el GC.
- 2 Establezca la presión del regulador en 415 kPa (60 psi).

- 3** Gire totalmente el botón del regulador en el sentido contrario al de las agujas del reloj para cerrar la válvula.
- 4** Espere 5 minutos. Si hay una caída de presión apreciable, significa que hay una fuga en las conexiones externas. Si la presión no baja indica que no hay fugas en las conexiones externas.

Para comprobar si hay fugas del GC

Compruebe si hay fugas en las siguientes conexiones:

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

Fugas en las conexiones de flujo capilar

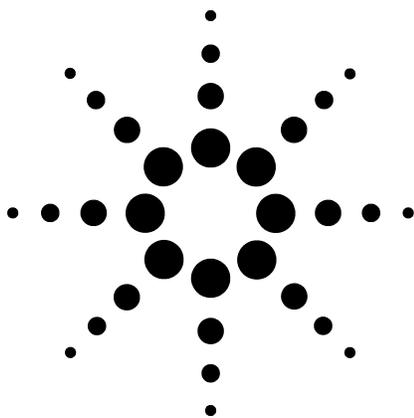
En las conexiones de flujo capilar, una fuga indica normalmente que la conexión se ha apretado en exceso. No la apriete más a no ser que la conexión esté obviamente suelta. En su lugar, extraiga la conexión, corte el extremo de la columna e instálela de nuevo. (Consulte la sección Acoplado de una columna capilar mediante conexiones de metal SilTite).

Inspeccione también la placa y la conexión para ver si algún extremo de columna está roto.

ADVERTENCIA

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

7 Comprobación de fugas



8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas

Medición del flujo de una columna	96
Para medir un flujo de purga de split o purga de septum	101
Medición de un flujo del detector	103
Para realizar la autocomprobación del GC	108
Ajuste de la desviación de encendido del FID	109
Para verificar si la llama del FID está encendida	110
Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido	111
Para medir la corriente de descarga del FID	112
Para medir la salida de línea base del FID	113
Medición de la corriente de descarga del NPD	114
Comprobación de que la perla del NPD está encendida	115
Para verificar si la llama del FPD está encendida	116
Ajuste de la desviación de encendido del FPD	117



Medición del flujo de una columna

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

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

ADVERTENCIA

El hidrógeno (H₂) es inflamable y hay peligro de explosión cuando se mezcla con el aire en un espacio cerrado (por ejemplo, un medidor de flujo). Purgue los flujómetros con gas inerte cuando sea necesario. Mida siempre los gases por separado. Apague siempre los detectores para evitar el autoencendido de la llama/perla.

ADVERTENCIA

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

1 Prepare lo siguiente:

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

2 Apague el detector.

3 Cierre los flujos del detector.

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

NOTA

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

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



Se suministra un adaptador aparte (19301-60660) para el FID. Inserte el adaptador en el sistema de ventilación del detector hasta donde sea posible. Percibirá resistencia cuando la arandela del adaptador se introduzca a la fuerza en el sistema de ventilación del detector. Gire y empuje el adaptador durante la inserción para asegurar que se logra un buen sello.

8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas



Para el FPD, extraiga el tubo de plástico del sistema de escape del FPD y conecte el flujómetro directamente al tubo de ventilación del FPD. Si es necesario, utilice un adaptador de tubo de 1/4 pulg. entre el sistema de escape del detector y el tubo del flujómetro.



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

Medición del flujo de columna NPD

1 Prepare lo siguiente:

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



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

ADVERTENCIA

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

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

8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas



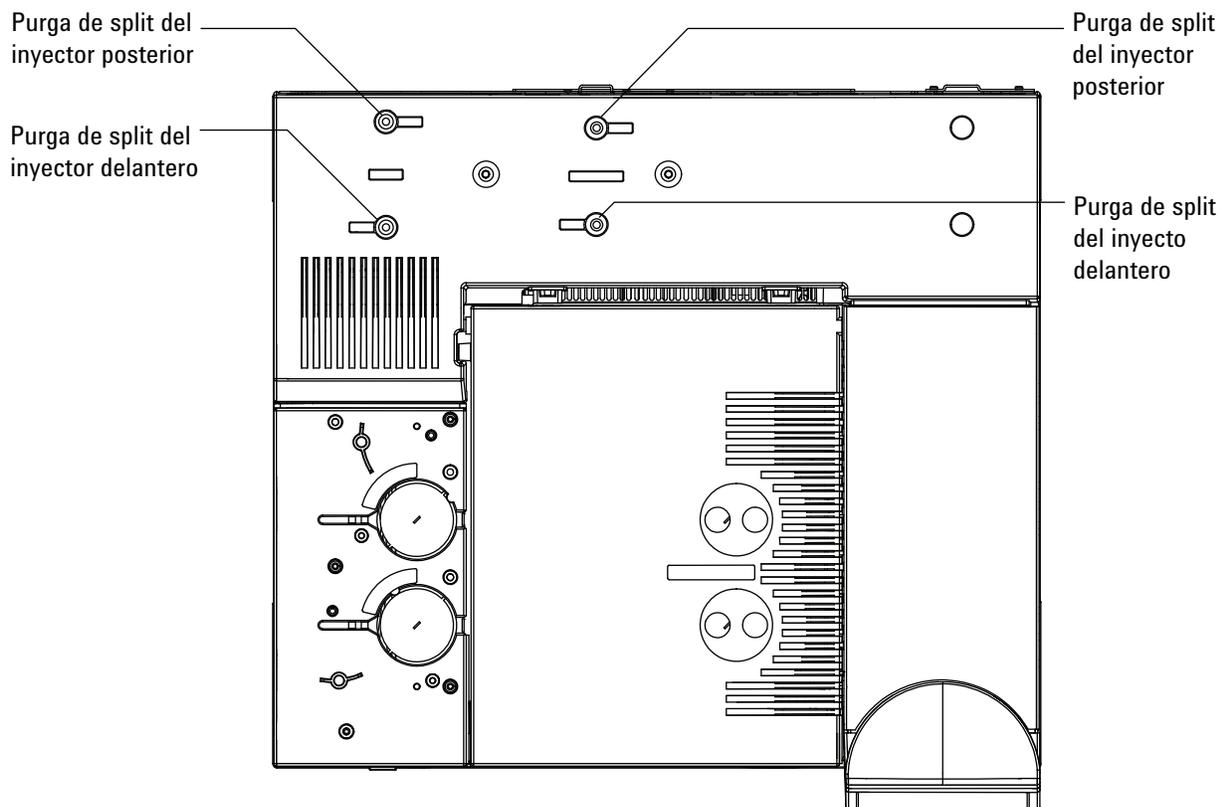
- 7 Coloque el tubo del flujómetro sobre el inserto de medición de flujo para comenzar la medición.

Para medir un flujo de purga de split o purga de septum

ADVERTENCIA

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

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



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

8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas

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



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

Medición de un flujo del detector

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

ADVERTENCIA

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

1 Prepare lo siguiente:

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

PRECAUCIÓN

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

2 Establezca la temperatura en la temperatura ambiente (35 °C).

3 Cierre el flujo de la columna y la presión.

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

5 Enfríe el detector.

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

NOTA

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

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

8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas



Se suministra un adaptador aparte (19301-60660) para el FID. Inserte el adaptador en el sistema de ventilación del detector hasta donde sea posible. Percibirá resistencia cuando la arandela del adaptador se introduzca a la fuerza en el sistema de ventilación del detector. Gire y empuje el adaptador durante la inserción para asegurar que se logra un buen sello.



Para el FPD, extraiga el tubo de plástico del sistema de escape del FPD y conecte el flujómetro directamente al tubo de ventilación del FPD. Si es necesario, utilice un adaptador de tubo de 1/4 pulg. entre el sistema de escape del detector y el tubo del flujómetro.



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

Medición de flujos del NPD

1 Prepare lo siguiente:

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



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

ADVERTENCIA

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

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



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

Para realizar la autocomprobación del GC

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



Ajuste de la desviación de encendido del FID

Para ajustar la **desviación de encendido (Lit offset)** del FID:

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

Para verificar si la llama del FID está encendida

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

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

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

ADVERTENCIA

Mantenga una distancia de seguridad con respecto a la chimenea del FID mientras realiza esta tarea. Si utiliza hidrógeno, la llama del FID no será visible.

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

Para medir la corriente de descarga del FID

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

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

- 6 Encienda la llama.

Para medir la salida de línea base del FID

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

Medición de la corriente de descarga del NPD

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

Comprobación de que la perla del NPD está encendida

ADVERTENCIA

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

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

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

Para verificar si la llama del FPD está encendida

Comprobación de que la llama del FPD está encendida:

- 1** Saque el tubo de goteo de goma del sistema de ventilación del detector.
- 2** Sujete un espejo o una superficie brillante cerca del tubo de escape de aluminio. Si la condensación es estable, significa que la llama está encendida.

Ajuste de la desviación de encendido del FPD

Para ajustar la **desviación de encendido (Lit offset)** del FPD:

- 1 Pulse **[Config]**.
- 2 Desplácese hasta **Front detector** o **Back detector** (detector frontal o detector posterior, según el detector que esté instalado) y pulse **[Enter]**.
- 3 Desplácese hasta **Lit offset**. Cuando la línea **Lit offset** esté resaltada, introduzca el nuevo parámetro del FPD (el valor normal es 2,0 pA), y pulse **[Enter]**.

ADVERTENCIA

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

8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas