

Muestreadores de espacio de cabeza Agilent 8697

Funcionamiento



Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2023

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

G4511-95004

Edición

Segunda edición, abril de 2023

Primera edición, febrero de 2021

Impreso en Estados Unidos o China

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 facilita "tal cual" y está sujeto a cambios sin previo aviso en ediciones futuras. Asimismo, y en la medida en que esté permitido por la legislación aplicable, Agilent rechaza todas las garantías, ya sean expresas o tácitas, relativas a este manual y a la información contenida en el mismo, incluidas a título enunciativo pero no limitativo las garantías implícitas de comerciabilidad e idoneidad para un fin determinado. Agilent no se responsabiliza de los errores contenidos en este manual ni de los daños ocasionales relativos al suministro, uso o prestaciones de este documento o de la información contenida en el mismo. En el supuesto de que Agilent y el usuario hayan firmado un contrato aparte por escrito cuyos términos de garantía que cubren el material contenido en este documento sean contrarios a los presentes términos, prevalecerán los términos de garantía del contrato firmado aparte.

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de PRECAUCIÓN indica un peligro. Advierte sobre alguna práctica, procedimiento de funcionamiento o proceso similar que, si no se realiza correctamente o no se cumple estrictamente, podría ocasionar daños en el producto o la pérdida de datos importantes. Ante la presencia de un aviso de tipo PRECAUCIÓN no debe proseguirse hasta que se hayan comprendido y cumplido todas las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de ADVERTENCIA indica un peligro. Advierte sobre alguna práctica, procedimiento de funcionamiento o proceso similar que, si no se realiza correctamente o no se cumple estrictamente, podría ocasionar lesiones o incluso la muerte. Ante la presencia de un aviso de ADVERTENCIA, no deberá continuar utilizando el aparato hasta que se hayan comprendido y cumplido todas las condiciones indicadas.

Contenido

1 Introducción

- Introducción **8**
- Técnicas de espacio de cabeza **9**
- Muestreo de espacio de cabeza estático usando una válvula y un loop **10**
- El Muestreador de Espacio de Cabeza (Headspace) Agilent 8697 **13**
- Acerca de este manual **14**
- Familiarización con el muestreador de espacio de cabeza **15**
 - LED indicador de estado **16**
 - Botón e indicador de estacionamiento **16**

2 Flujo de trabajo del funcionamiento

- Flujo de trabajo del funcionamiento de rutina **18**
- Flujo de trabajo del desarrollo de métodos **19**

3 Consumibles

- Consumibles para el análisis de espacio de cabeza **22**

4 Viales de muestra

- Tipos de viales de muestra **26**
- Tapas y septa de viales de muestra **27**
- Etiquetas de vial **28**
 - Códigos de barras compatibles **29**
- Llenado de viales de muestra **30**
- Tapar un vial de muestra **31**
 - Tapar un vial de muestra con un encapsulador electrónico **31**
 - Tapar un vial de muestra con un encapsulador manual **32**
 - Comprobaciones visuales del sellado del vial **33**
 - Verifique que un encapsulado es correcto con la Prueba de fuga de vial de usuario **34**
- Estacionar o desestacionar la bandeja **35**
- Instalación de una gradilla de viales **36**
- Carga de una muestra en la bandeja **37**

5 Parámetros del método de HS

Parámetros del método de HS	40
Interfaz de usuario local	41
Interfaz de navegador	42
Resumen de los parámetros del método	44
Determinación del tiempo del ciclo del GC	47
Determinación del tiempo de ciclo del GC	47
Validación del tiempo de ciclo del GC	48
Funcionamiento y especificaciones de la placa de refrigeración	49
Temperatura	49
Fuente de refrigeración	49
Condiciones ambientales y de condensado	50

6 Secuencias del HS

¿Qué es una secuencia del HS?	52
Secuencias, modos de extracción y perforaciones de viales	53
Secuencias y rendimiento	54
Muestras según prioridades	55
Acciones de secuencia de método	56
Tipos de problemas de secuencia que se tratan	56
Acciones disponibles	57
Cuándo se utiliza un MS	57
Acciones de secuencia de la interfaz del navegador y del sistema de datos	58
Detener, anular o pausar una secuencia en análisis	59
Estado de viales	60

7 Parámetros

Ajustes del espacio de cabeza	62
Settings > Configuration > Headspace (Ajustes > Configuración > Espacio de cabeza)	62
Settings > Calibration > Headspace (Ajustes > Calibración > Espacio de cabeza)	63
Settings > Service Mode > Headspace (Ajustes > Modo de servicio > Espacio de cabeza)	66
Settings > Scheduler (Ajustes > Programador): Conservación de los recursos	67

8 Cómo funciona el muestreador de espacio de cabeza 8697

Cómo procesa el HS un vial de muestra	70
Cómo equilibra el HS un vial	71
Cómo presuriza el HS un vial	72
Flow to pressure	72
Presión	72
Volumen constante	72
Comprobación de fugas dinámicas	73
Cómo llena el HS el loop de muestra (extrae una muestra)	74
Modo de llenado del loop predeterminado	74
Modo de llenado del loop personalizado	74
Tipos de extracciones e inyecciones del HS	75
Extracción estándar	77
Múltiples extracciones de espacio de cabeza	77
Extracciones de espacio de cabeza concentradas	77
Ventilación de la presión residual del vial	78
Cómo reduce el HS el efecto memoria	79

9 Desarrollo de métodos

Descripción general	82
Consideración de la muestra y la matriz	83
Teoría del análisis del espacio de cabeza	83
Impacto de K y relación de fase	84
Consideración del inyector del GC	86
Carga de un método similar	87
Edición del nuevo método	88
Temperaturas	88
Times	88
Vial y loop	89
Modos de llenado	90
Ventilación y purga	91
Otros parámetros	92
Desarrollo y mejora del método	93
Uso de un incremento de parámetro	93
Vial size	95
Agitación del vial	95
Tamaño del loop de muestra	95

Presurización del vial	95
Llenado del loop de muestra	96
Extraction mode	99
Optimización del rendimiento	100
Configuración para un nuevo método	101
Realización de análisis en blanco	102
10 Mantenimiento preventivo asistido	
Mantenimiento preventivo asistido del HS	104

1

Introducción

Introducción 8

Técnicas de espacio de cabeza 9

Muestreo de espacio de cabeza estático usando una válvula y un loop 10

Acerca de este manual 14

Familiarización con el muestreador de espacio de cabeza 15

Este capítulo presenta el instrumento Muestreador de Espacio de Cabeza (Headspace) Agilent 8697 e identifica los componentes principales y las técnicas generales de muestreo de espacio de cabeza.

Introducción

El análisis de espacio de cabeza es una técnica para el análisis de compuestos volátiles de una matriz de muestra. El análisis del espacio de cabeza prueba el volumen ambiente que supera la matriz de la muestra, donde los compuestos volátiles existen en forma gaseosa a niveles predecibles.

EL análisis del espacio de cabeza es útil para situaciones en las que:

- El analito de interés es volátil a temperaturas inferiores a 300 °C.
- La matriz de la muestra es un sólido, una pasta o un líquido que no es fácil de inyectar en un inyector de GC.
- La preparación de la muestra para permitir una sencilla inyección de líquido es difícil en la actualidad.
- Los compuestos no volátiles de la muestra son peligrosos. (En el análisis de espacio de cabeza, la muestra solo toca físicamente un vial de muestra desechable.)

El análisis de espacio de cabeza ofrece varias ventajas sobre las inyecciones tradicionales:

- Preparación más sencilla. No es necesario procesar la muestra para que se convierta en un líquido inyectable.
- Análisis directo de una amplia variedad de matrices de muestra (sólidos, pastas, líquidos y gases).
- Las columnas duran más tiempo, con menos mantenimiento. El volumen de espacio de cabeza por encima de la matriz de muestra es más limpio que la matriz. Al inyectar menos contaminantes, la columna de análisis dura más y requiere menos mantenimiento (recortes, acondicionamiento térmico, reemplazo de la columna de protección, etc.).
- Alta precisión.
- La temperatura del horno del espacio de cabeza puede ajustarse para excluir selectivamente los compuestos más pesados del análisis. Esto permite programas de horno más rápidos, enfriamientos del horno más rápidos y una mayor vida útil de la columna.

Técnicas de espacio de cabeza

Actualmente existe tres técnicas principales para realizar análisis de espacio de cabeza.

Muestreo de espacio de cabeza dinámico: Esta técnica, que suele formar parte de un sistema de purga y trampa, utiliza un flujo continuo de gas portador para purgar componentes volátiles desde la matriz de muestra. Estos analitos suelen estar atrapados en un adsorbente. Tras un período de tiempo especificado, la trampa se calienta, liberando los compuestos adsorbidos que son barridos al inyector del GC.

Muestreo de espacio de cabeza estático: Esta técnica utiliza un contenedor de muestra cerrado y un sistema de muestreo. Después de colocar la matriz en el vial de muestreo sellado, la matriz de muestra se calienta durante un período de tiempo especificado. Durante este tiempo, el vial también se puede agitar para ayudar a expulsar los compuestos volátiles de la matriz y llevarlos al volumen del espacio de cabeza. Tras un período de tiempo especificado, el vial se perfora, se presuriza y se extrae e inyecta una cantidad de los vapores del espacio de cabeza en el inyector del GC.

Micro extracción en fase sólida: En esta técnica, se coloca una sonda con un adsorbente en un vial que contiene la matriz de muestra. Los analitos de interés se adsorben en la sonda de muestra. El uso de distintos adsorbentes aporta flexibilidad para analizar diferentes compuestos de interés (mientras se ignoran otros) Tras un período de tiempo especificado, la sonda se calienta para expulsar los analitos, que son barridos a la columna del GC.

Muestreo de espacio de cabeza estático usando una válvula y un loop

Existen dos técnicas principales de muestreo de espacio de cabeza estático, *transferencia de presión* y *válvula y loop*. (Una tercera técnica, que consiste en realizar la inyección manualmente con una jeringa hermética a los gases, no ofrece resultados fácilmente reproducibles.)

El sistema de válvula y loop, como se utiliza en el 8697, también calienta y agita el vial durante un período de tiempo especificado. Sin embargo, el sistema de Agilent emplea un loop de muestra de volumen conocido para recoger la muestra. Los pasos de muestreo para el sistema de válvula y loop son:

1 Introducción

Muestreo de espacio de cabeza estático usando una válvula y un loop

- 1 Una sonda de aguja perfora el vial.
- 2 El muestreador presuriza el vial con gas. Consulte la sección **Figura 1**.

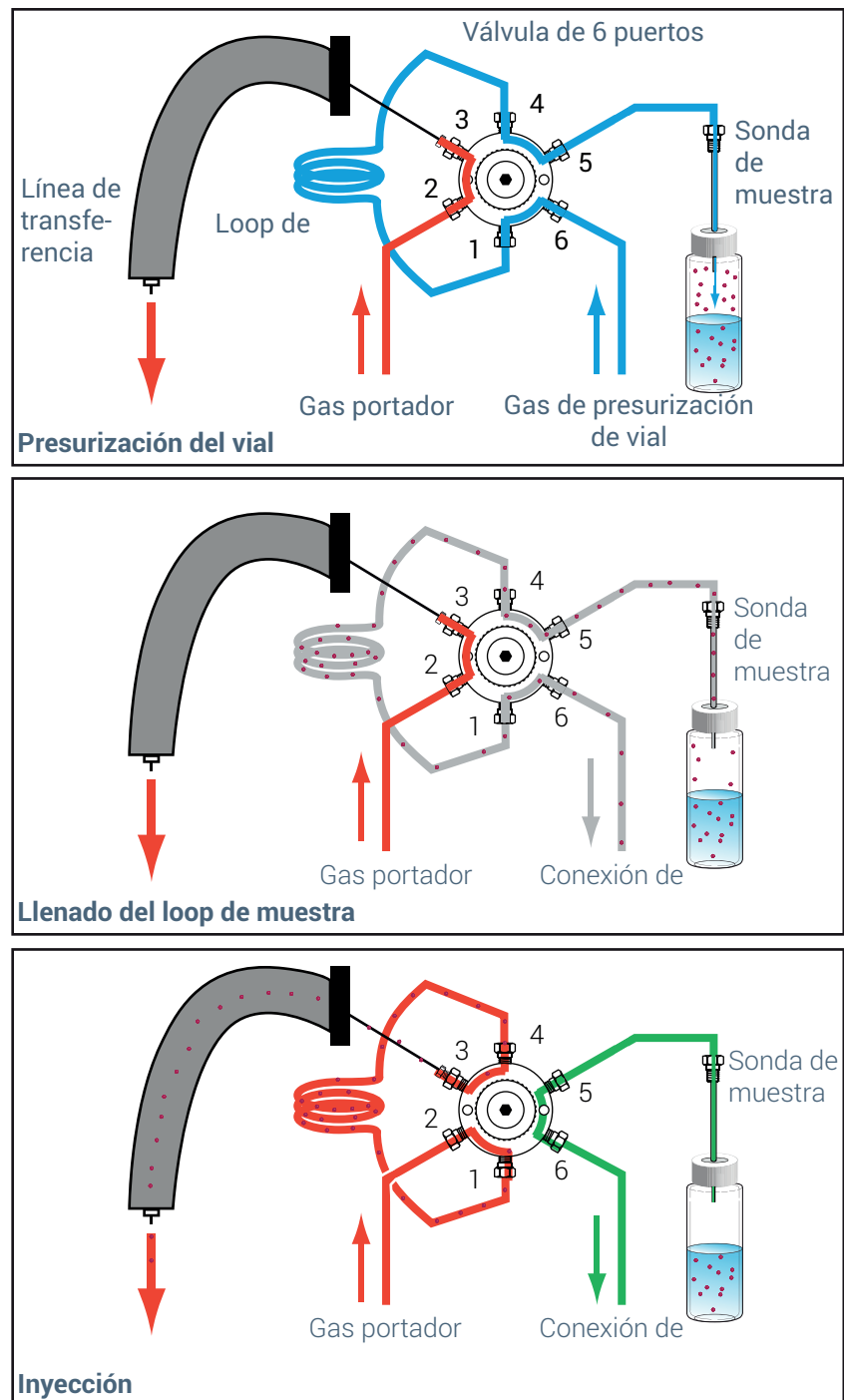


Figura 1. Etapas de muestreo e inyección del sistema de válvula y loop

1 Introducción

Muestreo de espacio de cabeza estático usando una válvula y un loop

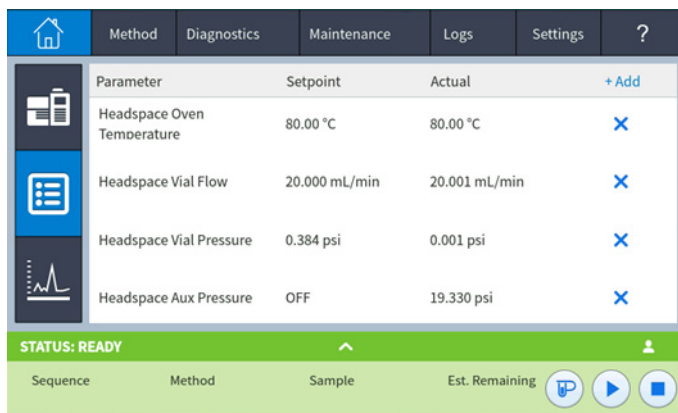
- 3 Tras un equilibrio a presión, los gases del vial presurizado se ventilan a través del loop de muestra, llenando el loop de muestra. Tenga en cuenta que el vial se ventila a la presión atmosférica en este caso, no a una presión alta de la cabeza de columna. Además, el 8697 puede controlar el flujo de gas en el loop de muestra para que el muestreo finalice antes de que el vial se despresurice por completo.
- 4 Después de que se equilibre el loop de muestra, la válvula cambia y el loop de muestra se vuelve parte del paso de flujo hacia el inyector del GC. El gas portador barre la cantidad de muestra conocida hacia el inyector del GC para el análisis.

El Muestreador de Espacio de Cabeza (Headspace) Agilent 8697

El Muestreador de Espacio de Cabeza (Headspace) Agilent 8697 (HS) es un sistema de muestreo de espacio de cabeza con válvula y bucle con una capacidad de 48 viales o de 120 viales (con la bandeja XL). El HS utiliza un horno de 12 viales para equilibrar muestras a temperatura. Debido a que el tiempo de espera más prolongado en el análisis de espacio de cabeza es generalmente el tiempo de equilibrio, si utiliza un horno de varios viales, el HS aumentará el rendimiento al equilibrar varios viales simultáneamente.

El HS 8697 se controla a través de la pantalla táctil del GC, la interfaz del navegador o la conexión del sistema de datos. Amplía los ajustes existentes del GC para incluir los parámetros del método de HS, los ajustes de configuración, el seguimiento del mantenimiento asistido, las entradas del registro, las pantallas del estado actual, etc. El HS 8697 es un componente integrado del GC.

Para distinguir las entradas de estado del GC y de las del HS, la pantalla táctil y las pantallas de estado de la interfaz del navegador estarán precedidas por **Headspace (Espacio de cabeza)**. De este modo, la pantalla táctil mostrará la temperatura del horno del HS 8697 como **Headspace Oven Temperature (Temperatura del horno del espacio de cabeza)** y la temperatura del horno del GC no tendrá ningún prefijo o anotación. Por ejemplo, vea la siguiente figura.



Method	Diagnostics	Maintenance	Logs	Settings	?
Parameter	Setpoint	Actual	+ Add		
Headspace Oven Temperature	80.00 °C	80.00 °C	✕		
Headspace Vial Flow	20.000 mL/min	20.001 mL/min	✕		
Headspace Vial Pressure	0.384 psi	0.001 psi	✕		
Headspace Aux Pressure	OFF	19.330 psi	✕		

STATUS: READY

Sequence Method Sample Est. Remaining

Figura 2. Ejemplo de elementos de estado de espacio de cabeza

Acerca de este manual

Este manual describe los conceptos y las tareas necesarias para la operación rutinaria del muestreador de espacio de cabeza, así como la información necesaria para realizar tareas más avanzadas y un desarrollo de métodos.

Familiarización con el muestreador de espacio de cabeza

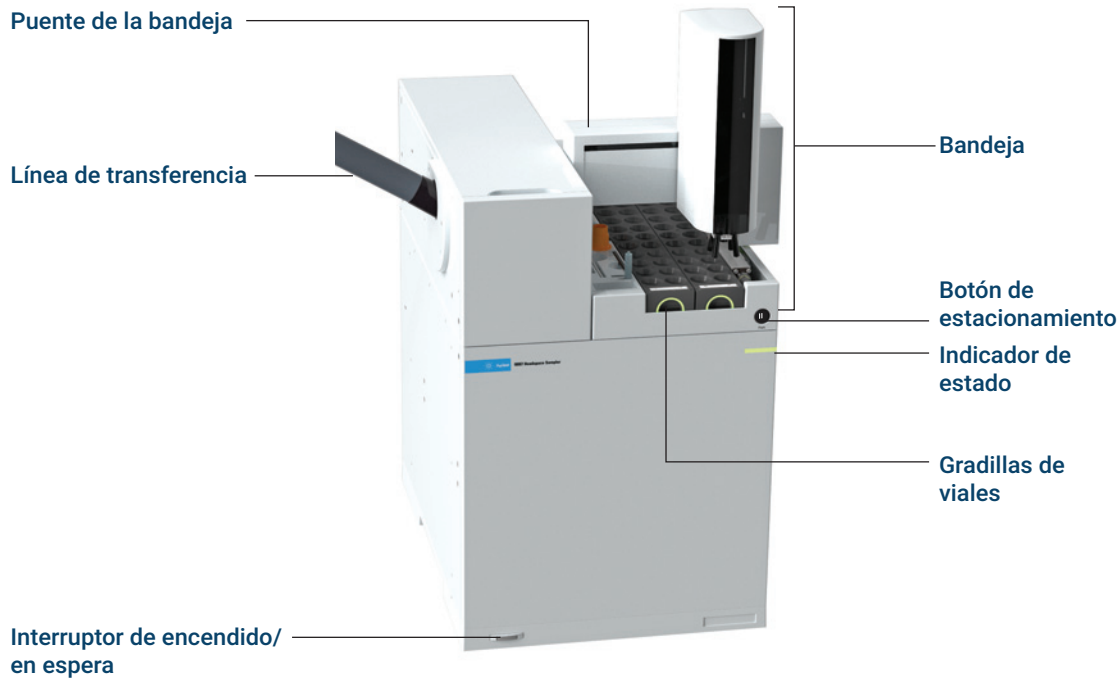


Figura 3. Vista frontal

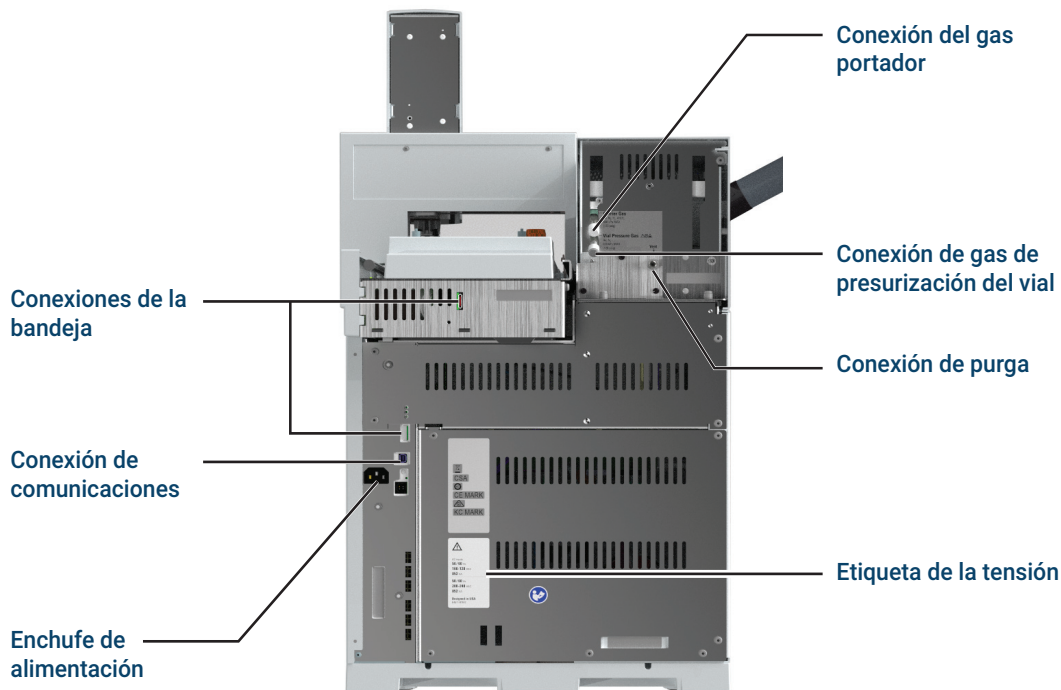


Figura 4. Vista posterior

LED indicador de estado

El HS incluye un indicador de estado en el panel frontal para que pueda determinarse rápidamente el estado general y la disponibilidad. El indicador de estado cambia de color en función del estado del HS en cada momento.

- Verde: Indica que el HS está preparado para su funcionamiento.
- Amarillo: Indica que el HS no está preparado para su funcionamiento. Le llega la alimentación pero no todos los parámetros han alcanzado los valores establecidos para su funcionamiento. Es posible que aparezca una advertencia u otro mensaje. Compruebe la pantalla táctil del GC para obtener información adicional.
- Rojo: Indica un fallo u otro problema grave. Posiblemente hay un mensaje de error o de otro tipo. Compruebe la pantalla táctil del GC para obtener información adicional. El HS no puede usarse hasta que el fallo se haya solucionado.

Además del LED indicador, aparece información detallada sobre el estado en la pantalla táctil del GC conectado y a través de la interfaz del navegador del GC.

Botón e indicador de estacionamiento

El botón de estacionamiento también incluye una luz indicadora. Cuando se enciende, la bandeja se encuentra en la posición de estacionamiento y el HS no está listo. Para estacionar o desestacionar la bandeja, pulse el botón **Park (Estacionar)** Consulte la sección **“Estacionar o desestacionar la bandeja”** en la página 35.

2

Flujo de trabajo del funcionamiento

Flujo de trabajo del funcionamiento de rutina 18

Flujo de trabajo del desarrollo de métodos 19

Esta sección describe el flujo de trabajo básico del uso del muestreador de espacio de cabeza.

Flujo de trabajo del funcionamiento de rutina

Figura 5 resume el flujo de trabajo del funcionamiento normal del análisis de espacio de cabeza. Este flujo de trabajo supone que el muestreador del espacio de cabeza se ha configurado y que se conocen los métodos y las muestras.



Figura 5. Flujo de trabajo del análisis de rutina del espacio de cabeza

Flujo de trabajo del desarrollo de métodos

Figura 6 resume el flujo de trabajo del desarrollo de los métodos. Para obtener más información sobre el desarrollo de métodos del HS, consulte “Desarrollo de métodos” en la página 81.

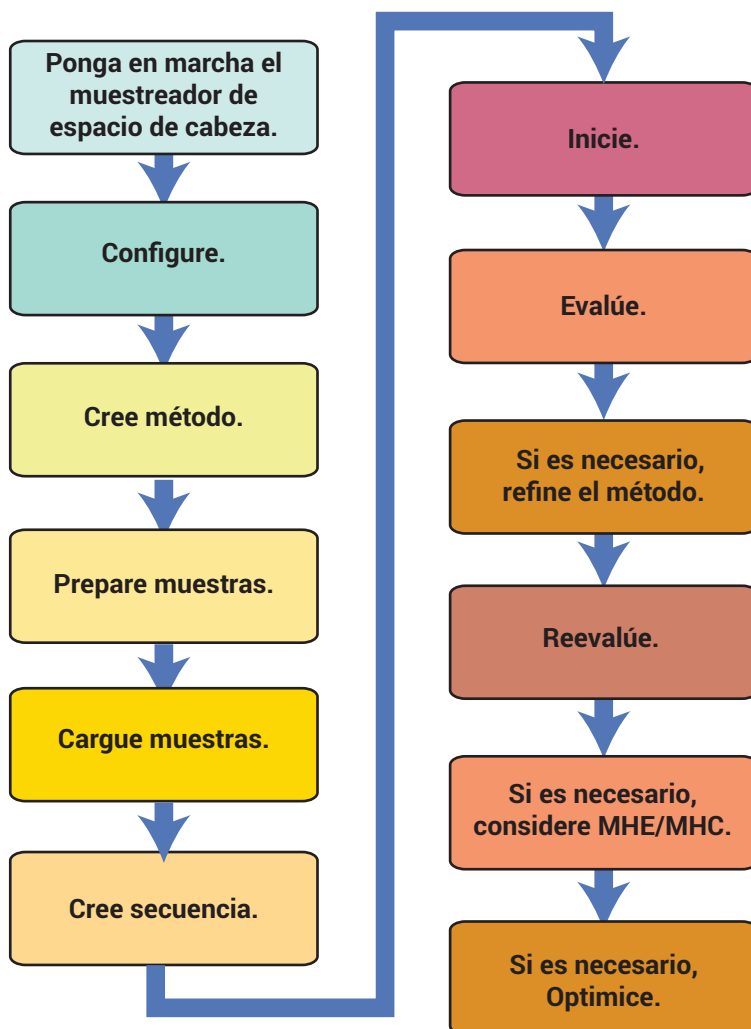


Figura 6. Flujo de trabajo del desarrollo de métodos

2 Flujo de trabajo del funcionamiento
Flujo de trabajo del desarrollo de métodos

Consumibles para el análisis de espacio de cabeza 22

Esta sección enumera piezas de uso común, tales como viales y loops de muestras, las cuales son necesarias para el funcionamiento rutinario del Muestreador de Espacio de Cabeza (Headspace) Agilent 8697. Encontrará los procedimientos para reemplazar dichas partes en este manual o en el manual de **Mantenimiento**.

Consumibles para el análisis de espacio de cabeza

Las siguientes tablas muestran suministros comunes para el muestreador de espacio de cabeza y el análisis de espacio de cabeza. Para obtener una lista de las piezas más recientes que están disponibles, visite el sitio web de Agilent en www.agilent.com.

Tabla 1 Piezas y estándares del muestreador de espacio de cabeza

Descripción	Referencia
Kit de prueba de fugas. Incluye:	G4556-67010
Férrula sin orificio	5181-7458
Septa de bajo sangrado de 11 mm, 5/paq	5182-3413
Vial de prueba de fugas	G4511-20180
Cierre de conexión de 1/8 de pulgada	0100-1526
Tapón sin volumen muerto de acero inoxidable de 1/16 de pulgada (tapón de válvula de 6 puertos)	G6600-80039
Gradilla del vial en la bandeja, 8697	G4511-60402
Etiquetas de gradilla de viales de bandeja	
Etiquetas de gradilla 1	G4511-90401
Etiquetas de gradilla 2	G4511-90402
Etiquetas de gradilla 3	G4511-90403
Etiquetas de gradilla 4	G4511-90404
Etiquetas de gradilla 5	G4511-90405
Filtro de limpieza de gas de sustitución, gas portador (se utiliza para gas de presurización de vial)	CP17973
Deflector de cortador de columna de cerámica	5181-8836
Sonda de muestra, desactivada	G4556-63825
Válvula de 6 puertos, rotor de reemplazo, serie WT, 300 psi, 350 °C	1535-4952
Clip de retención de loop de muestra, 1 cada uno:	G4556-20177
1 c.u. usado con loops de muestra de 0,025, 0,05, y 0.10 mL	
2 c.u. usado con loops de muestra de 0,5 y 1,0 mL	
1 c.u. usado con loops de muestra de 3,0 mL	
Clip de retención de loop de muestra, 1 cada uno:	G4556-20178
1 c.u. usado con loops de muestra de 0,025, 0,05, y 0.10 mL	
Liner del inyector para uso con el accesorio de línea de transferencia de HS	
Liner Ultra Inert recto de 2,0 mm	5190-6168
Estándares	
Muestra de OQ/PV de espacio de cabeza	5182-9733

3 Consumibles

Consumibles para el análisis de espacio de cabeza

Tabla 2 Piezas de la línea de transferencia del muestreador de espacio de cabeza

Descripción	Referencia
Componentes de la línea de transferencia	
Septa de línea de transferencia (9 mm)	5183-4801
Férrula, poliimida, grafito, 5/paq	
0,53 mm, 1/32 de pulgada para tubos con d. e. 0,50 x 0,80 mm	0100-2595
d. i. de 0,4 mm, para columnas con d. e. de hasta 250 µm	5190-1437
Tuerca del septum, línea de transferencia, para inyectores dividido/sin dividir y multimodo	G3452-60845
Tuerca separadora, de 1/16 pulgadas y de acero inoxidable	01080-83202
Tuerca y unión reductora para el puerto de 6 válvulas y la conexión de la línea de transferencia, de 1/16 a 1/32 de pulgada	0100-2594
Líneas de transferencia	
Sílice fundida desactivada, 250 µm x 5 m	160-2255-5
Sílice fundida desactivada, 320 µm x 5 m	160-2325-5
Sílice fundida desactivada, 450 µm x 5 m	160-2455-5
Sílice fundida desactivada, 530 µm x 5 m	160-2535-5
Acero inoxidable desactivado ProSteel, 5 m de longitud	160-4535-5
Funda para el tubo ProSteel, 5 m de longitud	4177-0607
Piezas para conexión a la interfaz para volátiles	
Férrula, 0,4 mm VG cond 0,25 col lng 10/ paq	5062-3508
Férrula, 0,5 mm VG cond 0,32 col lng 10/ paq	5062-3506
Férrula, 0,8 mm VG cond 0,53 col lng 10/ paq	5062-3538

Tabla 3 Loops de muestra del muestreador de espacio de cabeza

Descripción	Referencia
Loops de muestra, inertes	
0,025 mL	G4556-80101
0,05 mL	G4556-80102
0,1 mL	G4556-80103
0,5 mL	G4556-80105
1,0 mL	G4556-80106
1,0 mL, certificado	G4556-80126
2,0 mL	G4556-80107
3,0 mL	G4556-80108
3,0 mL, certificado	G4556-80128
5,0 mL	G4556-80109

3 Consumibles

Consumibles para el análisis de espacio de cabeza

Tabla 4 Tapones y viales de espacio de cabeza

Descripción	Referencia
Viales de fondo plano certificados	
Viales de espacio de cabeza de fondo plano certificados de 20 mL, 100/paq	5182-0837
Viales de espacio de cabeza de fondo plano certificados de 10 mL, 100/paq	5182-0838
Tapones de espacio de cabeza de 20 mm, con septa	
Tapón de sellado Al de espacio de cabeza certificado, septum PTFE/Si, 20 mm, 100/paq	5183-4477
Kits de viales de espacio de cabeza	
Kit de viales Viales de base plana y encapsulado de espacio de cabeza de 10 ml, tapones de sellado de una pieza de aluminio plateado, septa de silicona blanca/PTFE, paquete de 100	5182-0840
Encapsuladores y desencapsuladores	
Encapsulador electrónico de línea A de alta potencia, con alimentación, mordazas de 20 mm	5191-5624
Encapsulador electrónico de línea A para tapones de 20 mm	5191-5615
Desencapsulador electrónico de línea A para tapones de 20 mm	5191-5613
Encapsulador manual económico para tapones de 20 mm	5040-4669
Desencapsulador manual económico para tapones de 20 mm	5040-4671

Tabla 5 Piezas de sustitución de la placa de refrigeración

Descripción	Referencia
Unidad de gradilla de viales de metal (5)	G4512-60402
Tubo de goteo de enfriador	G4522-20540
Bandeja de goteo secundaria	G4556-40680
Conjunto de tuerca y ferrula, 1/4 de pulgada, latón	5080-8752
Tuerca, 1/4 de pulgada, latón	0100-0056
Unión de cabeza gruesa, 1/4 de pulgada	G4522-20500
Abrazadera, manguito, 0,468-0,531 pulgadas d. e., 0,22 pulgadas d. i.	1400-3298

Tipos de viales de muestra	26
Tapas y septa de viales de muestra	27
Etiquetas de vial	28
Llenado de viales de muestra	30
Tapar un vial de muestra	31
Estacionar o desestacionar la bandeja	35
Instalación de una gradilla de viales	36
Carga de una muestra en la bandeja	37

Esta sección explica la selección de viales, la preparación de muestras y el manejo de viales con el muestreador de espacio de cabeza 8697 de Agilent.

Tipos de viales de muestra

El muestreador de espacio de cabeza acepta viales de muestra de 10 mL, 20 mL o 22 mL. Establezca el tamaño de vial en el método. El tamaño del vial puede cambiar con cada nuevo método utilizado en una secuencia, pero no dentro de un mismo método. Si utiliza un tamaño de vial diferente del esperado por el método, se produce una excepción durante el tiempo de ejecución.

El muestreador de espacio de cabeza utiliza viales de muestra de vidrio color ámbar o transparente con tapones de sellado o tapas de rosca. Utilice los viales de vidrio color ámbar con las muestras sensibles a la luz. Ambos tipos están disponibles con fondos planos o redondos. Consulte el catálogo de Agilent para ver los consumibles y suministros de los tipos de viales aceptables, o visite el sitio web de Agilent en www.agilent.com. Los viales de muestra que no sean compatibles podrían provocar errores de sujeción.

Los viales deben ajustarse a las especificaciones contenidas en **Figura 7**.

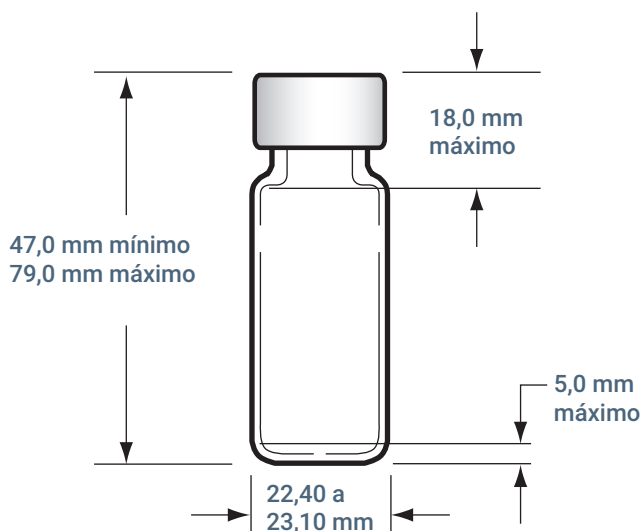


Figura 7. Dimensiones de viales compatibles

Evite la reutilización de los viales. Usar los viales más de una vez aumenta el riesgo de que se rompan.

Tapas y septa de viales de muestra

Hay diferentes tipos de septa que se utilizan con tapones de sellado y de rosca, cada uno con diferentes características de resellado y diferente resistencia a los disolventes.

Material de septum	Compatible con	Incompatible con	Capacidad resellable	Temperatura máxima*
PTFE/goma de butilo	Resistencia de PTFE hasta que se perfora, luego el septa o liner brinda la compatibilidad de la goma (ACN, acetona, DMF, alcoholes, dietilamina, DMSO, fenoles)	Disolventes clorados, compuestos aromáticos, hidrocarburos, disulfuro de carbono	Buena	< 125 °C
PTFE/goma de silicona	Resistencia de PTFE hasta que se perfora, luego el septa brinda la compatibilidad de la silicona (alcohol, acetona, éter, DMF, DMSO)	ACN, THF, benceno, cloroformo, piridina, tolueno, hexano, heptano	Promedio	< 180 °C
PTFE/silicona de alta temperatura	Resistencia de PTFE hasta que se perfora. Posteriormente, los septos ofrecen la compatibilidad de la silicona (alcohol, acetona, éter, DMF, DMSO)	ACN, THF, benceno, cloroformo, piridina, tolueno, hexano, heptano	Promedio	< 300 °C

* Aproximado. Consulte las recomendaciones del fabricante.

Las tapas de viales vienen con o sin un dispositivo interno de seguridad que permite que el vial se purgue si la presión interna supera los 310 kPa (45 psi).

En general, no utilice las tapas de sellado o septa más de una vez para el análisis del espacio de cabeza.

Consulte también el sitio web de Agilent en www.agilent.com para conocer los tipos de viales aceptables.

Etiquetas de vial

PRECAUCIÓN

Asegúrese de que la etiqueta y la tinta puedan soportar el calor del horno sin degradarse.

Si utiliza etiquetas, estas deben ajustarse a las dimensiones a continuación. Si también está utilizando el lector de código de barras opcional (G4527A), las etiquetas de código de barras deben ajustarse a las dimensiones generales de las etiquetas. También se muestran los requisitos de colocación.

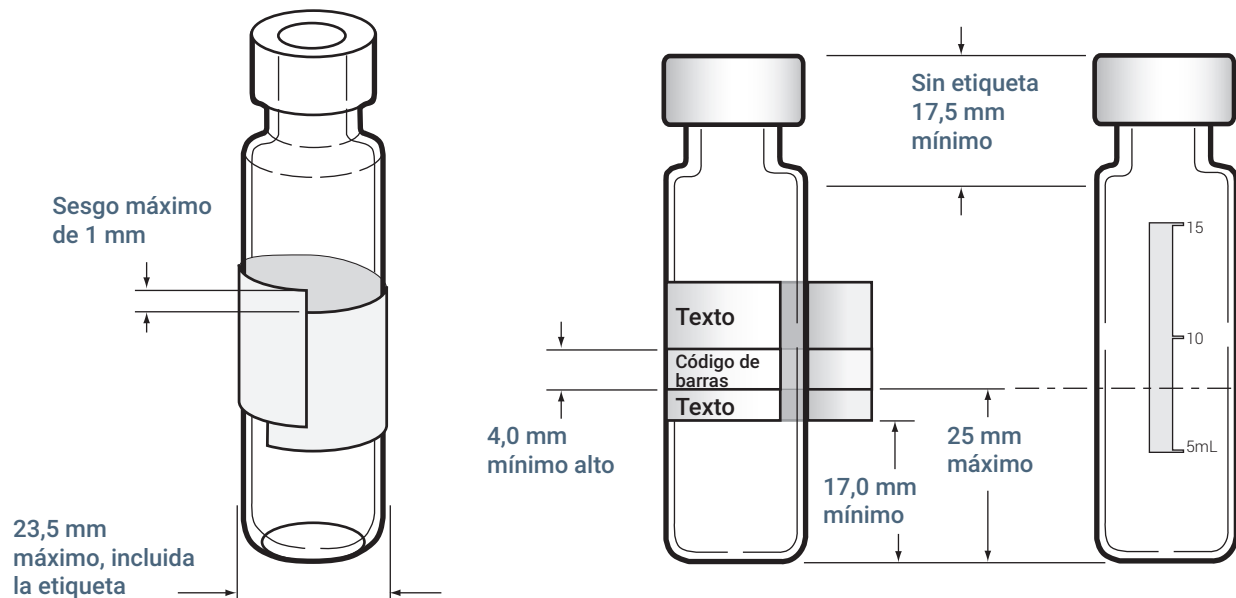


Figura 8. Etiqueta de vial y especificaciones de código de barras (mostrado vial 20 mL)

PRECAUCIÓN

Las dimensiones correctas del vial de muestra son críticas a fin de lograr una sujeción apropiada. Los viales y las etiquetas que no cumplan estas especificaciones podrían causar errores en el muestreador. Las llamadas de servicio y las reparaciones que se produzcan debido a viales y etiquetas que no hayan cumplido estas especificaciones no estarán cubiertas por la garantía ni el contrato de servicio.

Para confirmar el lugar de la etiqueta, coloque un vial etiquetado en el lector de código de barras. Vaya a **Diagnostics > Headspace > Manual Actions > Read Barcode (Diagnósticos > Espacio de cabeza > Acciones manuales > Leer código de barras)**. El lector de código de barras intentará leer un código de barras desde el vial.

Además, las etiquetas de los códigos de deben:

- Ser resistente al calor (para evitar la degradación o carbonización cuando se caliente)
- Utilizar un acabado mate u otro acabado no brillante. Las etiquetas de los códigos de barras brillantes pueden reflejar la luz ambiental e interferir con el lector.

Códigos de barras compatibles

El lector de códigos de barras puede leer cualquiera de las siguientes simbologías:

- Code 3 of 9
- Code 128
- Matrix 2 of 5
- Standard 2 of 5
- Interleaved 2 of 5
- UPC-A
- EAN/JAN 13
- EAN/JAN 8
- UPC-E

Llenado de viales de muestra

En general, llene los viales de muestra a la mitad o menos. Aunque las cantidades de muestra pueden variar dependiendo del análisis, no llene los viales por encima de los límites máximos indicados en la **Figura 9**. El correcto llenado del vial asegura que la sonda de muestreo no se ponga en contacto con la matriz durante el muestreo. Si necesita más muestras, utilice un vial más grande o bien, optimice el método para mejorar los resultados. Consulte **“Desarrollo de métodos”** en la página 81 para obtener más información.

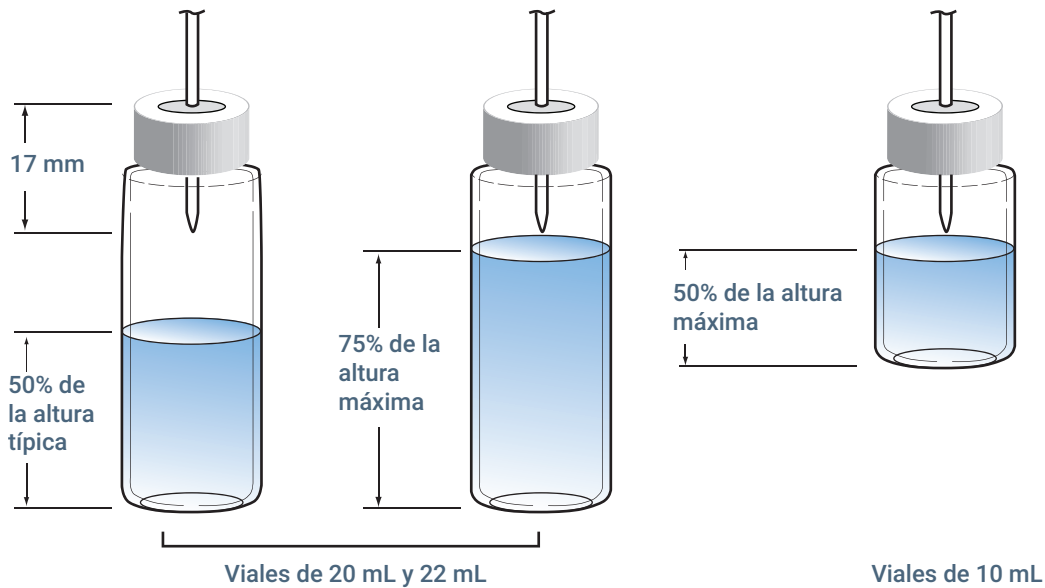


Figura 9. Límites de llenado del vial

Tapar un vial de muestra

El vial debe sellarse adecuadamente a fin de asegurar que los gases del espacio de cabeza no se escapen antes de tiempo. Con los viales con tapa de sellado, utilice un encapsulador diseñado para tapas de viales con espacio de cabeza de 20 mm a fin de sellar los viales. También se dispone de tapas y cierres a rosca. Consulte la sección **“Consumibles para el análisis de espacio de cabeza”** en la página 22.

Al encapsular viales con un encapsulador:

- 1 Comience realizando algunos viales de práctica vacíos hasta que los encapsulados parezcan aceptables. Consulte **“Tape un vial de muestra con un encapsulador electrónico”** o **“Tapar un vial de muestra con un encapsulador manual”**.
- 2 Prepare cinco (5) viales de prueba que contengan la muestra que se va a analizar.
- 3 Use la **Prueba de fuga de vial de usuario** incorporada en el HS para comprobar si los viales están bien sellados y para recibir un umbral de tasa de fuga sugerido para el método. (Si realiza la prueba con viales vacíos, la prueba no puede sugerir un umbral de tasa de fuga útil, pero evalúa si las tapas están selladas.) Consulte **“Verifique que un encapsulado es correcto con la Prueba de fuga de vial de usuario”**.

Tape un vial de muestra con un encapsulador electrónico

Los encapsuladores electrónicos proporcionan varias ventajas frente a los manuales:

- Es fácil configurar y mantener un ajuste de encapsulador (normalmente, este ajuste es digital).
- Encapsulados coherentes, independientemente del operador o la fuerza de la mano.
- Tapas de vial de acero fáciles de encapsular.

Para usar un encapsulador electrónico, consulte sus instrucciones.

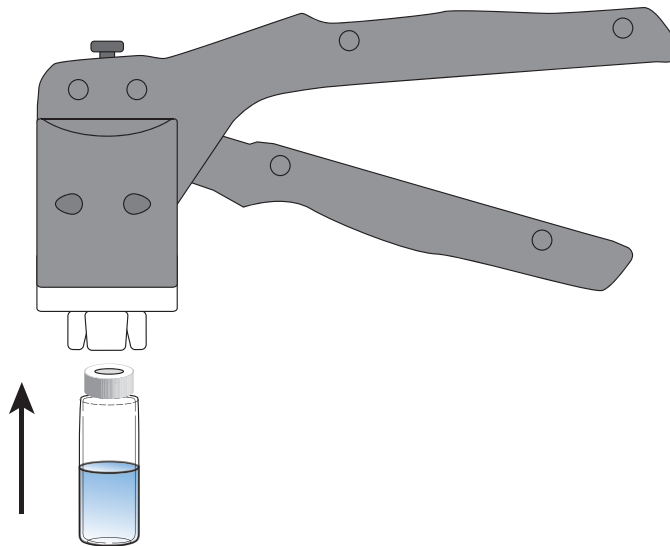
- 1 Antes de comenzar, limpie las superficies interiores de las pinzas de sujeción.
- 2 Si utiliza tapas y septa independientes, coloque un septum en una tapa de vial con la cara de PTFE hacia el vial. Tenga cuidado de no contaminar el septum.
- 3 Coloque la tapa al revés sobre una mesa.
- 4 Coloque la muestra en el vial. (La mayoría de los viales no deben llenarse a más del 50% de su capacidad. No obstante, algunos viales pueden alcanzar el 75% de su capacidad. Consulte **“Llenado de viales de muestra”**.)
- 5 Coloque el septum y la tapa sobre la abertura del vial.
- 6 Tape el vial tal como se describe en las instrucciones del encapsulador electrónico.
- 7 Compruebe que cada vial se haya sellado de forma adecuada. Consulte **“Comprobaciones visuales del sellado del vial”**.

4 Viales de muestra

Tapar un vial de muestra con un encapsulador manual

Tapar un vial de muestra con un encapsulador manual

- 1 Antes de comenzar, limpie las superficies interiores de las pinzas de sujeción.
- 2 Si utiliza tapas y septa independientes, coloque un septum en una tapa de vial con la cara de PTFE hacia el vial. Tenga cuidado de no contaminar el septum.
- 3 Coloque la tapa al revés sobre una mesa.
- 4 Coloque la muestra en el vial. (La mayoría de los viales no deben llenarse a más del 50% de su capacidad. No obstante, algunos viales pueden alcanzar el 75% de su capacidad. Consulte **“Llenado de viales de muestra”**.)
- 5 Coloque el septum y la tapa sobre la abertura del vial.
- 6 Levante el vial en el encapsulador.
- 7 Presionando de forma leve y constante, apriete las manijas del encapsulador para sellar el vial. (Apriete la manija hasta que llegue al tornillo de ajuste).

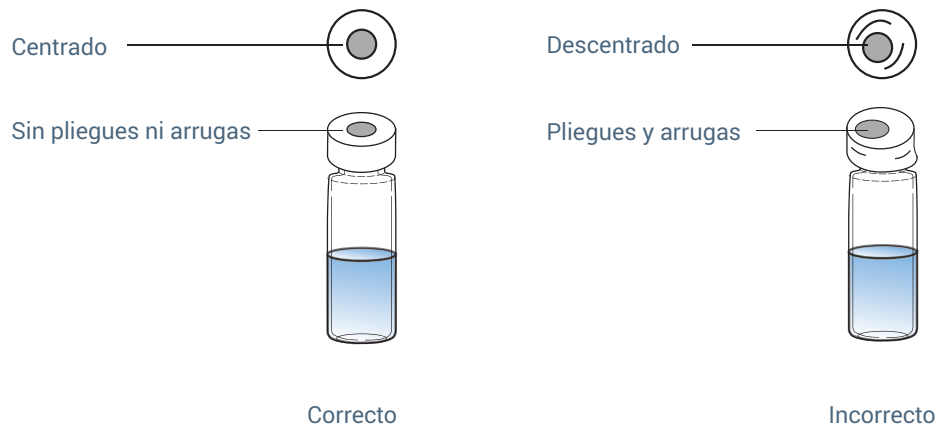


- 8 Compruebe que cada vial se haya sellado de forma adecuada. Consulte **“Comprobaciones visuales del sellado del vial”**.

Comprobaciones visuales del sellado del vial

Compruebe que cada vial se haya sellado de forma adecuada.

En la **Figura 10** se muestran ejemplos de tapas de vial correctas e incorrectas.



Demasiado suelto

- El tapón gira fácilmente
- Deformación pequeña o nula del tapón
- Ocurrirán fugas

Óptimo

- El tapón no gira fácilmente
- Cierta deformación del tapón
- Sin fugas

Ligeramente apretado en exceso

- El tapón no puede girar
- Tapón deformado en el centro
- El septum puede estar deformado
- Puede que no haya fugas, pero no es óptimo

Apretado en exceso

- El tapón no puede girar
- Tapón deformado en el centro y los laterales están aplastados
- El septum puede extruirse o abombarse
- Puede que no haya fugas, pero no es óptimo

Figura 10. Tapas aceptables e inaceptables de viales

- Asegúrese de que no haya pliegues ni arrugas en la parte del tapón que abraza el cuello del vial. Para quitar los pliegues o las arrugas, gire el vial alrededor de 10° y séllelo nuevamente. Ajuste el encapsulador para lograr un sellado más suelto. Para ello, gire el tornillo en el sentido de las agujas del reloj.

4 Viales de muestra

Verifique que un encapsulado es correcto con la Prueba de fuga de vial de usuario

- La tapa debe ajustarse de forma manual. Si la tapa está suelta, ajusta el encapsulador para lograr un sellado más fuerte. Para ello, gire el tornillo en el sentido contrario de las agujas del reloj. Selle la tapa nuevamente. Si la tapa está demasiado apretada, el septum se distorsionará y el vial podría tener fugas.
- Asegúrese de que cada tapa tenga un septum plano centrado sobre la parte superior del vial.
 - Si el septum no es plano, quite la tapa, gire el tornillo encapsulador de ajuste en el sentido de las agujas del reloj y vuelva a intentarlo.
 - Si la tapa no está centrada, quítela y asegúrese de que la nueva tapa esté plana en la parte superior del vial antes de apretar el encapsulador.

Tenga en cuenta que un exceso de encapsulado ejerce una presión adicional en el tapón y en el vial.

Verifique que un encapsulado es correcto con la Prueba de fuga de vial de usuario

La mejor forma de determinar si la herramienta de encapsulado está ajustada correctamente, y que los viales están bien tapados, es usar la prueba integrada del instrumento.

- 1 En primer lugar, cree un vial de práctica con tapón vacío como se describe en **“Tape un vial de muestra con un encapsulador electrónico”** o **“Tapar un vial de muestra con un encapsulador manual”**. Inspecciónelo para asegurarse que parece aceptable. El vial debería parecerse al vial óptimo en la **Figura 10**. De lo contrario, ajuste el encapsulador y cree más viales de práctica vacíos hasta que tenga un vial que parezca óptimo.
- 2 En la pantalla táctil del GC o en la interfaz del navegador, vaya a **Diagnostics > Diagnostic Tests > Headspace > User Vial Leak Test** (Diagnóstico > Pruebas de diagnóstico > Espacio de cabeza > Prueba de fuga de vial de usuario).
- 3 Inicie la prueba.
- 4 Siga las indicaciones para preparar los viales de muestra y realizar la prueba. (Crearé 5 viales utilizando la muestra que tiene previsto analizar). Si los viales superan la prueba, registre el ajuste empleado para tapar los viales y úselo para hacer futuros viales de muestra. Si no superan la prueba de fuga, ajuste el encapsulador y repita la prueba nueva con los nuevos viales.

Tenga en cuenta que, al usar viales de prueba que contengan una muestra, la **Prueba de fuga de vial de usuario** también sugerirá un umbral de tasa de fuga para el método. Si lo desea, edite el método para usar este umbral de tasa de fuga sugerida.

Si cambia las herramientas de encapsulado o experimenta fugas con un nuevo lote de viales, septos o tapones, vuelva a ejecutar esta prueba.

Estacionar o desestacionar la bandeja

El estacionamiento de la bandeja mueve el puente hasta un lugar seguro. Cuando esté estacionado, puede cargar viales en las gradillas o bien, instalar y retirar las gradillas del HS.

Pulse el botón de estacionamiento para estacionar la bandeja. El botón de estacionamiento se enciende para indicar que la bandeja está estacionada.

Vuelva a pulsar el botón de estacionamiento para desestacionar la bandeja y prepararla para su uso.

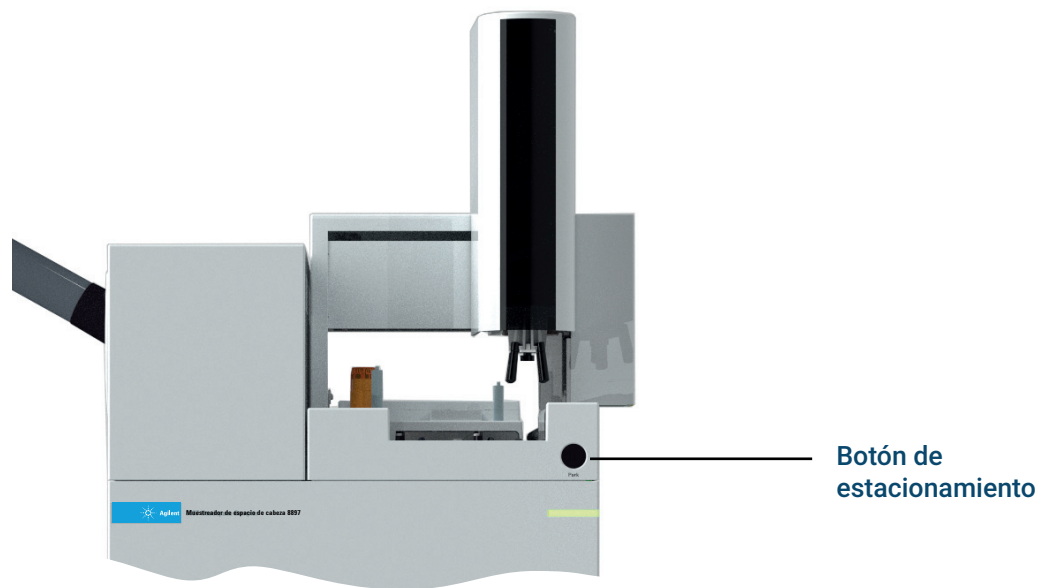


Figura 11. Ubicación del botón de estacionamiento

No se puede iniciar una secuencia si la bandeja está estacionada.

Estacionar la bandeja durante una secuencia pausa la secuencia. Los viales en el proceso continúan ejecutándose con normalidad, pero los viales no pueden entrar o salir del horno hasta que la bandeja se desestacione.

Instalación de una gradilla de viales

- 1 Pulse el botón de estacionamiento para “estacionar” la bandeja (mueva el puente a una posición de reposo para facilitar el acceso al área de gradillas de viales). Consulte la sección **Figura 10**.

PRECAUCIÓN

Evite el movimiento excesivo al manipular gradillas de viales. Si la muestra cubre el septum o el vial más de lo normal, se podrían cambiar los resultados.

- 2 Mientras sujeta el extremo frontal de la gradilla, deslícela hacia atrás y debajo de la pinza de montaje en la parte superior del HS. Luego, baje la parte delantera de la gradilla y colóquela en su lugar.

Si se ha instalado correctamente, se enciende un indicador LED blanco en la parte frontal de la gradilla.

- 3 Pulse el botón de estacionamiento a fin de preparar la bandeja para su uso.

Carga de una muestra en la bandeja

- 1 Pulse el botón de estacionamiento para "estacionar" la bandeja (mueva el puente a una posición de reposo para facilitar el acceso a las gradillas de viales).
- 2 Coloque los viales de muestra con tapa en la bandeja como desee. Consulte la sección **Figura 12**.

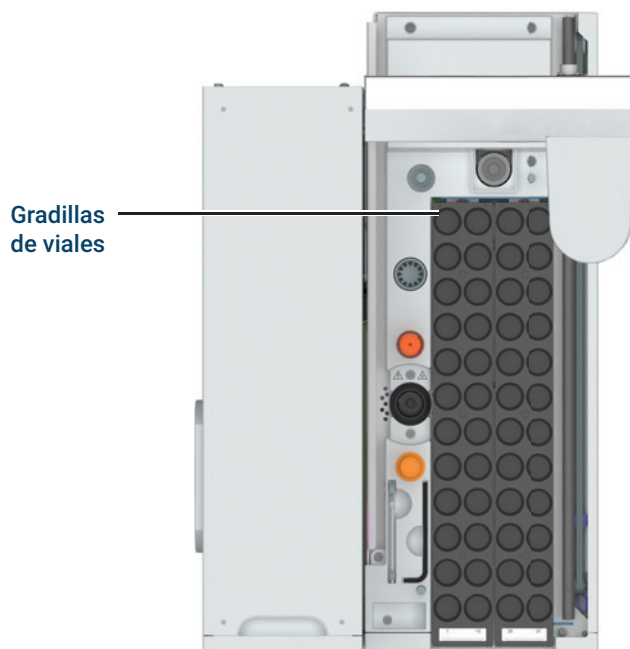


Figura 12. Posiciones de los viales en la bandeja (se muestra la bandeja de 48 viales, la bandeja de 120 es similar)

- 3 Pulse el botón de estacionamiento a fin de preparar la bandeja para su uso.

4 Viales de muestra

Carga de una muestra en la bandeja

Parámetros del método de HS 40

Resumen de los parámetros del método 44

Determinación del tiempo del ciclo del GC 47

Funcionamiento y especificaciones de la placa de refrigeración 49

En este capítulo se describen los parámetros del método disponibles para el HS. Realice todos los parámetros del método con la pantalla táctil del GC, la interfaz del navegador o en el sistema de datos. Para obtener más información sobre el desarrollo de métodos del HS, consulte **“Desarrollo de métodos”** en la página 81.

Parámetros del método de HS

El HS 8697 añade sus ajustes y parámetros del método para el GC. Acceda a ellos como a cualquier otro ajuste de método del GC, mediante la pantalla táctil del GC, la interfaz del navegador o el sistema de datos.

El HS añade:

- **Temperaturas** para el horno de espacio de cabeza, loop de muestra y línea de transferencia, más la temperatura prevista de la bandeja (cuando está presente la placa de refrigeración)
- Los **tiempos** de equilibrio e inyección, además del tiempo de ciclo del GC (que se utiliza en la superposición de muestras y los cálculos de rendimiento)
- La configuración de **vial** para definir tamaño, llenado, agitación y ventilación del después de la inyección

Se accede a la mayoría de los parámetros del método de HS a través de la pestaña **Methods (Métodos)** en la pantalla táctil de GC o en la interfaz del navegador. No obstante, algunos parámetros se encuentran en distintos lugares entre la pantalla táctil y la interfaz del navegador. Los parámetros para los tipos de gas, las dimensiones de la línea de transferencia, el flujo del vial en espera y las simbologías del código de barras se encuentran en **Settings (⚙️) > Configuration > Headspace** (Ajustes (G) > Configuración > Espacio de cabeza) para la pantalla táctil, y en **Method > Configuration > Headspace** (Método > Configuración > Espacio de cabeza) para la interfaz del navegador.

Consulte también **“Settings > Configuration > Headspace (Ajustes > Configuración > Espacio de cabeza)”** en la página 62. Tenga en cuenta que mientras establece el tipo de código de barras en el método o como un ajuste de configuración, las decisiones acerca de si usar códigos de barras y la forma de tratar los problemas de los códigos de barras se realizan solo a través de un sistema de datos. La interfaz del navegador no admite códigos de barras en secuencias.

Interfaz de usuario local

The screenshot shows a software interface for configuring GC method parameters. At the top, there is a navigation bar with tabs: Home (house icon), Method (selected), Diagnostics, Maintenance (with a '1' notification), Logs (with a '3' notification), Settings, and a help icon (?). Below the navigation bar is a sidebar menu with options: Headspace (selected), Valves, Inlets, Columns, Oven, Detectors, Collision Cell, Analog Out, and Events. The main content area is titled 'Headspace' and is divided into two sections: 'Temperatures' and 'Times'. The 'Temperatures' section contains a table with columns for 'Setpoint' and 'Actual'. The 'Times' section contains three rows of parameters with input fields.

Headspace		
Temperatures		
	Setpoint	Actual
<input checked="" type="checkbox"/> Oven	80.00 °C	80.00 °C
<input checked="" type="checkbox"/> Loop	85.00 °C	85.02 °C
<input checked="" type="checkbox"/> Transfer Line	85.00 °C	85.00 °C

Times	
Vial Equilibration	2.000 min
Injection Duration	0.500 min
GC Cycle	9.00 min

Figura 13. Parámetros del método de espacio de cabeza que se muestran en la interfaz de usuario local del GC

5 Parámetros del método de HS Interfaz de navegador

Los parámetros para los tipos de línea de transferencia, el volumen del loop de muestra, el tipo de gas y parámetros similares que se cambian con muy poca frecuencia se encuentran en la pantalla táctil en **Settings** (⚙) > **Configuration** > **Headspace** (Ajustes G > Configuración > Espacio de cabeza).

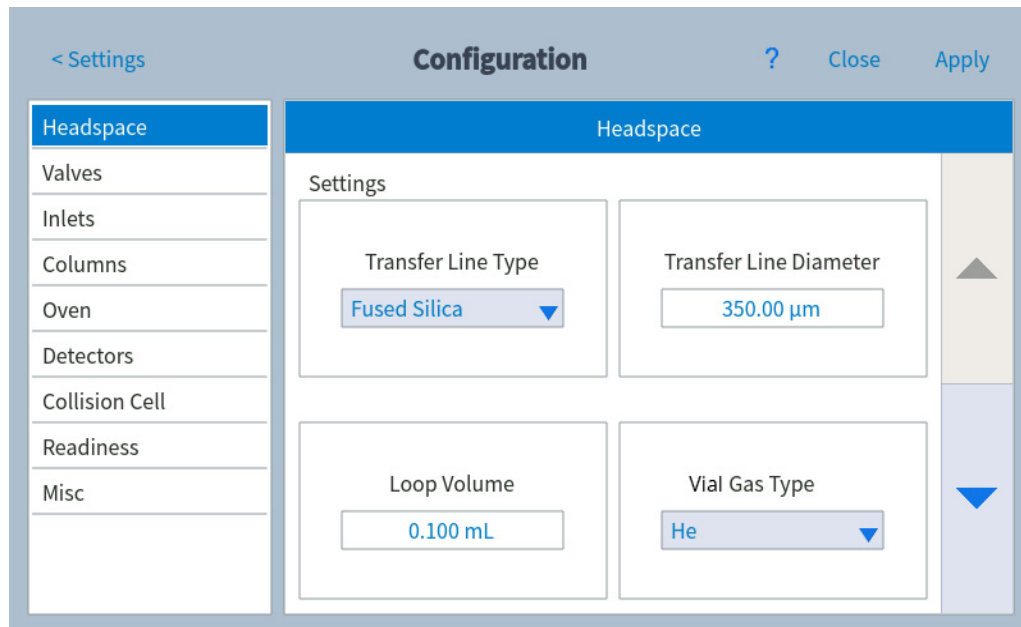


Figura 14. Parámetros del espacio de cabeza que se muestran en la interfaz de usuario local del GC (GC 8890)

Interfaz de navegador

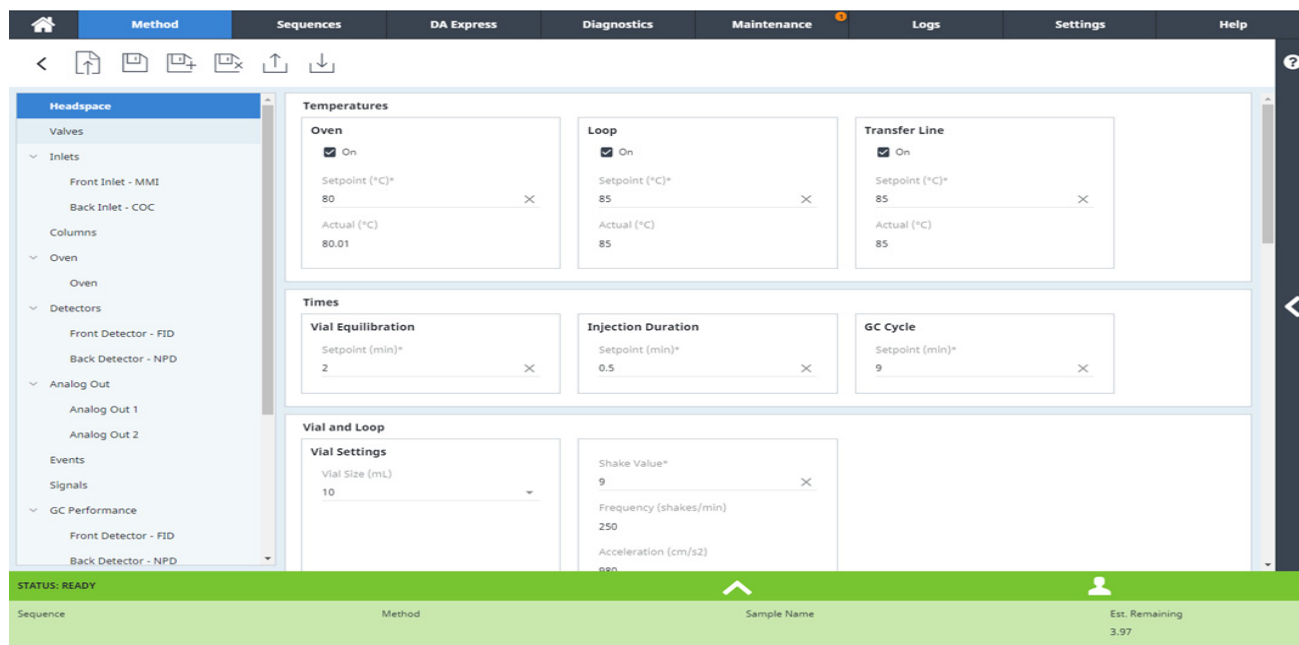


Figura 15. Parámetros del método de espacio de cabeza que se muestran en la interfaz del navegador (GC 8890)

5 Parámetros del método de HS

Interfaz de navegador

Cuando use la interfaz del navegador, tenga en cuenta que el método también incluye los parámetros para la configuración del espacio de cabeza, como el tipo de gas de presurización del vial.

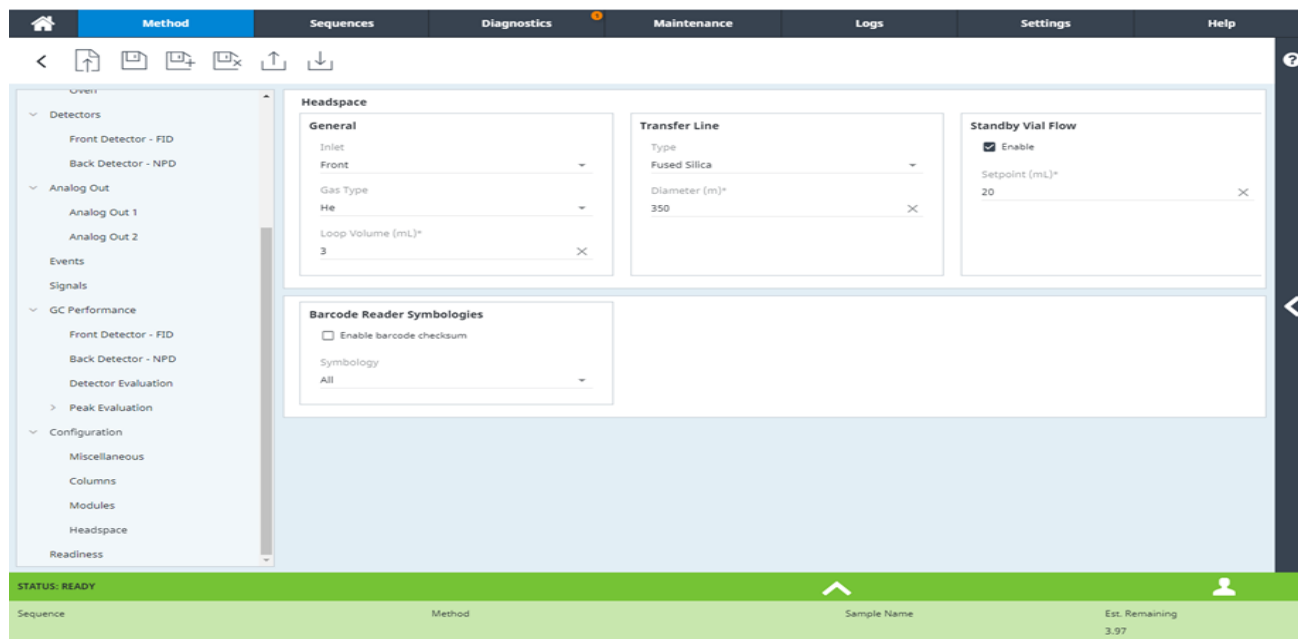


Figura 16. Parámetros de configuración del método de espacio de cabeza que se muestran en la interfaz del navegador (GC 8890)

Resumen de los parámetros del método

Esta sección enumera los parámetros del método, junto con una breve descripción de cada uno. Para obtener descripciones detalladas de los modos de llenado, consulte **“Desarrollo de métodos”** en la página 81.

Tabla 6 Parámetros comunes del método

Ruta	Parámetro	Descripción
Método		
Temperaturas	Horno	Temperatura del horno para el equilibrio del vial.
	Bucle	Temperatura del loop de muestra y de la válvula.
	Línea de transferencia	Temperatura de la línea de transferencia.
	Placa de refrigeración	Temperatura esperada de la bandeja, +/-5 °C. El CG estará Preparado siempre que la temperatura de la bandeja sea el Valor esperado +/-5 °C. (El HS monitoriza pero no controla la temperatura de la bandeja).
Times	Equilibrio del vial	Tiempo para que el vial se equilibre en el horno antes de perforar.
	Duración de la inyección	Cantidad de tiempo para eliminar los vapores del loop de muestra en el inyector del GC.
	Ciclo del GC	Tiempo para que el GC complete su análisis, incluido el tiempo para enfriarse y estar listo para el siguiente análisis. Consulte “Determinación del tiempo del ciclo del GC” en la página 47.
Vial y loop	Tamaño del vial (mL)	Seleccione el tamaño del vial de muestra para todos los viales que utilizan el método.
	Valor de agitación	Ajuste el nivel de agitación de la muestra durante el equilibrado en el horno. Unos valores más altos proporcionan una agitación más intensa. La interfaz del navegador también mostrará la frecuencia y la aceleración asociadas al nivel de agitación seleccionado.
Modo de llenado del vial	Modo de llenado del vial	Seleccione la forma en que se presuriza el vial. Consulte también “Presurización del vial” en la página 95.
Presión	Tiempo de equilibrio de presión	Tiempo para que la presión en el vial se estabilice después de la presurización inicial del vial.
	Presión de llenado	Presión objetivo final del vial de muestra.
Flujo para presión	Tiempo de equilibrio de presión	Tiempo para que la presión en el vial se estabilice después de la presurización inicial del vial.
	Presión de llenado	Presión objetivo final del vial de muestra.
	Flujo de llenado	Velocidad del flujo utilizado para presurizar el vial. Predeterminado: 50 mL/min
Volumen constante	Tiempo de equilibrio de presión	Tiempo para que la presión en el vial se estabilice después de la presurización inicial del vial.
	Fill volume, mL	Volumen específico de gas con el que se presurizará el vial.
Modo de llenado del loop	Velocidad de rampa del loop	Rapidez con la que se llena el loop de muestra.
	Presión final del loop	Presión final objetivo del loop de muestra relleno.

5 Parámetros del método de HS

Resumen de los parámetros del método

Tabla 6 Parámetros comunes del método (continuación)

Ruta	Parámetro	Descripción
	Equilibrio del loop	Tiempo fijado para que el loop de muestra se estabilice después de la presurización.
Modo de extracción	Extraction mode	Ajuste el tipo de extracción para el método: Single, Multiple o Concentrated. Consulte también "Extraction mode" en la página 99.
	Número de extracciones	Solo modo de extracciones concentradas : Introduzca el número de extracciones para concentrar antes de iniciar un análisis del GC.
Ventilación y purga		
	Ventile la presión del vial después de la última extracción	Después de la última extracción y mientras las muestras se transfieren al GC, purgue la presión residual del vial a la atmósfera.
	Ventile la presión del vial entre extracciones de concentración	Ventilar vial entre extracciones de concentración. (Solo extracciones múltiples o concentradas.)
	Modo de flujo de purga	
	Flujo de purga	Purgue el loop y la sonda de muestra con el gas de presurización del vial después de retirar el vial de la sonda.
	Tiempo de purga	Duración de la purga de la sonda y el loop de muestra.
Otros		
Comprobación de fugas dinámicas	Modo de prueba de fugas	Actívelo para comprobar si hay fugas en el vial de muestra tras la presurización del vial. El tiempo destinado a la prueba de fugas dinámicas es igual al Tiempo de equilibrio de presión + 0,02 minutos.
	Velocidad de fuga aceptable	La velocidad de fuga se consideró aceptable para la aplicación. La velocidad aceptable es 0,5 mL/min. Use la User Vial Leak Test (Prueba de fuga de vial de usuario) para generar un umbral de tasa de fuga para su método y muestra específicos. Consulte "Verifique que un encapsulado es correcto con la Prueba de fuga de vial de usuario" en la página 34.
Acciones de secuencia		Configure cómo debe manejar el HS los problemas inesperados de secuencia, como un vial faltante o que no coincide en su tamaño.
	Falta de viales	El HS no pudo encontrar el vial de muestra en la ubicación esperada.
	Tamaño de vial incorrecto	El HS determinó que la bandeja que está manipulando el vial no es del tamaño especificado en el método. Esto podría indicar que se está procesando la muestra incorrecta, o que se especificó el método incorrecto en la secuencia.
	Fuga detectada	El vial de muestra no superó la comprobación de fugas dinámicas.
	Sistema no listo	El HS ha procesado la muestra, ha hecho la extracción y está listo para transferir la muestra al inyector del GC, pero el GC no está listo para iniciar un análisis.
Method development		Acceso a parámetros que se utilizan al desarrollar métodos. Consulte "Uso de un incremento de parámetro" en la página 93.

5 Parámetros del método de HS

Resumen de los parámetros del método

Tabla 6 Parámetros comunes del método (continuación)

Ruta	Parámetro	Descripción
Preparación		<p>La temperatura de la placa de refrigeración del HS se puede considerar por separado de la preparación general del HS cuando el GC comprueba la preparación antes de iniciar un análisis. Para el uso normal con un muestreador de espacio de cabeza (HS), el HS debe estar preparado. Ignore el estado preparado de GC cuando realiza un ALS o inyecciones manuales. (Debido a que el GC comprueba el estado preparado del HS solo en el momento de la inyección, esta comprobación no está relacionada con el momento en que el HS coloca muestras en su horno. Este muestreador de espacio de cabeza colocará las muestras en su horno solo si la temperatura del horno es correcta, independientemente de los ajustes de preparación del GC. Sin embargo, si ignora el estado preparado de HS, el loop de muestra del HS y las temperaturas de la línea de transferencia pueden no estar preparados cuando el GC inicie el análisis.)</p>

Método > Configuración > Espacio de cabeza (Interfaz del navegador). Consulte la sección **“Settings > Configuration > Headspace (Ajustes > Configuración > Espacio de cabeza)”** en la página 62.

Determinación del tiempo del ciclo del GC

El **tiempo de ciclo del GC** es el tiempo necesario para que el GC realice el análisis y luego vuelva a un estado listo para la siguiente inyección. Esto incluye el tiempo de análisis del método, el tiempo posterior al análisis, el tiempo de enfriamiento y el tiempo asociado con los compuestos externos. Este valor se puede estimar pero no calcularse de forma precisa, por lo tanto, debe medirse para un método y entorno de laboratorio dados.

El HS depende de un valor de **tiempo de ciclo del GC** válido para calcular el rendimiento y la sincronización. Un **tiempo de ciclo del GC** preciso es vital para un funcionamiento fiable y un rendimiento óptimo.

Si el valor de **tiempo de ciclo del GC** es demasiado largo, puede ocasionar lo siguiente:

- Menor rendimiento. Los viales deberán esperar más tiempo del necesario antes de ser procesados.

Si el valor de **tiempo de ciclo del GC** es demasiado corto, puede producirse lo siguiente:

- Fallas en la secuencia. Los viales podrían ser procesados antes de tiempo y podrían estar demasiado tiempo en espera para que el GC esté listo.

Es mejor introducir un tiempo mayor del necesario que introducir un tiempo muy corto y quizá reducir la calidad de la muestra.

Determinación del tiempo de ciclo del GC

Para determinar el **tiempo de ciclo del GC**:

- 1 Realice un secuencia de cinco análisis que utilicen el método del HS y viales vacíos (tapado y sellados, pero que no contienen nada). En primer lugar, estime el tiempo de ciclo del GC como el tiempo del programa del horno del GC, más cualquier otro tiempo de post-análisis conocido, más 10 minutos. Este valor debería ser demasiado largo.
- 2 Establezca la acción de secuencia para Sistema no listo en **Omitir** o **Anular**.
- 3 Ejecute la secuencia.
- 4 Cuando finalice la secuencia, examine los registros del sistema de datos. Busque en el registro de actividades (para OpenLab CDS), en el registro de secuencias (para OpenLab CDS Chemstation Edition) o en el libro de registro (para MassHunter) para encontrar el tiempo de ciclo calculado. Se informará de 4 tiempos de ciclo que calculó el instrumento. Si utiliza la interfaz del navegador, examina el registro de secuencias.
- 5 Un buen valor de **tiempo de ciclo del GC** es el promedio de los tiempos de ciclo, más 0,2 a 0,5 minutos.

También puede *estimar* el valor de **tiempo de ciclo del GC** sin hacer ningún análisis. Al sumar la duración del programa del horno del GC y la duración de los programas de post-análisis, puede acercarse a la duración verdadera del ciclo. Sin embargo, la programación de la temperatura y el funcionamiento criogénico pueden dificultar la estimación. Añada un tiempo extra para tener en cuenta el enfriamiento de la zona (por ejemplo, el enfriamiento del horno o el inyector).

Cuando utilice un MS, incluya también cualquier tiempo extra necesario para otros factores que puedan afectar a la preparación.

5 Parámetros del método de HS

Validación del tiempo de ciclo del GC

También considere el tiempo de procesamiento de datos. Mientras que en la mayoría de los casos el procesamiento de datos no es un problema, un sistema de datos muy ocupado podría necesitar más tiempo entre las muestras.

Validación del tiempo de ciclo del GC

Vuelva a ejecutar la secuencia de tres o cuatro viales en blanco. Ahora no debería haber ningún tiempo de espera añadido entre viales consecutivos. El HS debería poder iniciar una inyección cuando esté listo, sin tener que esperar a que el GC esté listo.

Funcionamiento y especificaciones de la placa de refrigeración

Esta sección describe las características y especificaciones del accesorio opcional de la placa de refrigeración. Este accesorio permite que un baño de agua externo enfríe los viales de muestras de espacio de cabeza.

Temperatura

Todas las posiciones de viales en las gradillas de viales se pueden enfriar a 4 °C o calentar a 80 °C.

El centro de cada temperatura de ubicación de vial puede variar entre +1 a -3 °C de la lectura del sensor de la placa de refrigeración.

Fuente de refrigeración

En función de las condiciones del laboratorio, puede que necesite configurar su fuente de refrigeración en un valor de temperatura más bajo que la consigna deseada, ya que pueden producirse pérdidas de temperatura del refrigerante entre la fuente y la placa de refrigeración.

Refrigerante

Use solo agua destilada, etilenglicol o propilenglicol como refrigerante.

Especificaciones de baño de agua y bomba

El sistema de baño de agua y bomba utilizado para controlar las temperaturas de los viales de muestra debe cumplir con las siguientes especificaciones:

- Los compuestos deben satisfacer las normas nacionales en cuanto a requisitos de seguridad, adecuarse a una operación no asistida, a una operación continua y poderse controlar para una protección contra altas temperaturas.
- El intervalo de temperatura de refrigerante recomendado es de 4 a 80 °C.
- Si utiliza una bomba incorporada, debe ser adecuada para la circulación externa de líquido y para la conexión de un tubo de 1/4 pulgadas de diámetro exterior (6,35 mm) o mayor.
- Si utiliza una bomba a presión, debe mantener una presión de 1,5 a 2,5 psi.
- Si utiliza una bomba de aspiración, el vacío de la bomba no puede superar -4 psi.
- La capacidad típica de potencia de refrigeración del recirculador varía de 1000 a 2000 vatios.

Condiciones ambientales y de condensado

Para evitar el exceso de condensado, mantenga el nivel de humedad ambiental por debajo del 65 % y la temperatura ambiente por debajo de 23 °C. Si cualquiera de estos valores supera su límite, se formará un exceso de condensado y producirá un sobreflujo de drenaje.

Asegúrese de que la temperatura de funcionamiento de la placa de refrigeración se mantenga por encima de los 4 °C. Las temperaturas a 4 °C e inferiores pueden producir que el condensado se congele y haya problemas de drenaje.

Si la máquina se utiliza en un entorno sin aire acondicionado, apague la fuente de la placa de refrigeración o aumente su temperatura a un valor superior a la temperatura de punto de condensación cuando no se esté utilizando.

Un exceso ocasional de condensado no producirá un daño permanente a su instrumento. Si el sistema de gestión de condensado se desborda, desconecte la fuente de alimentación al espacio de cabeza lo antes posible y seque las áreas afectadas antes de utilizar el instrumento.

¿Qué es una secuencia del HS?	52
Secuencias, modos de extracción y perforaciones de viales	53
Secuencias y rendimiento	54
Muestras según prioridades	55
Acciones de secuencia de método	56
Acciones de secuencia de la interfaz del navegador y del sistema de datos	58
Detener, anular o pausar una secuencia en análisis	59
Estado de viales	60

Se crean y ejecutan secuencias de muestras mediante el uso de la interfaz de usuario en el navegador del GC o un sistema de datos de Agilent. En este capítulo se describen las consideraciones especiales para secuencias de espacio de cabeza cuando se utilizan estos sistemas para ejecutar muestras. También se describen las funciones relacionadas con secuencias que proporciona el HS 8697 para ayudar a optimizar el rendimiento.

Para obtener información sobre cómo usar la interfaz del navegador o el sistema de datos para crear secuencias y ejecutar muestras, consulte sus sistemas de ayuda en línea.

¿Qué es una secuencia del HS?

La secuencia del muestreador de espacio de cabeza 8697 es una serie ordenada de viales de muestra que se va a preparar e inyectar, lo cual incluye el método necesario para preparar cada vial.

- Una secuencia puede omitir las ubicaciones de los viales.
- Una secuencia puede ejecutar un vial más de una vez.
- Una secuencia no requiere ningún orden de vial en particular. El análisis de los viales 1, 23, 5, 2, 3 y 40 es válido.

Secuencias, modos de extracción y perforaciones de viales

En la secuencia puede especificar el mismo vial en la cantidad de líneas de entrada que desee. La manera en la que el muestreador de HS procesa el vial depende del método Modo de extracción y de la secuencia:

- **Modo de extracción es individual.**

Use el modo Extracción individual para forzar al HS a realizar una perforación en el vial, una extracción y un análisis por vial. Si el mismo vial de muestra aparece en más de una línea consecutiva en la secuencia, o si el número de inyecciones por vial es superior a 1, este modo producirá que el HS vuelve a procesar completamente el vial para cada entrada de secuencia o inyección.

- **Modo de extracción es múltiple.**

Use el modo Múltiples extracciones para realizar un ciclo de equilibrado, una perforación de vial y una o más extracciones por vial de muestra, donde cada extracción comienza un nuevo análisis. El vial solo se perfora una vez, independientemente del número de extracciones y análisis. Para cada línea consecutiva en la secuencia que utiliza el mismo vial y para el número de inyecciones por vial especificado en la secuencia, el HS realiza una extracción e inicia un análisis. Después de la última línea de secuencia consecutiva para este vial, el vial se devuelve a la bandeja. Si el mismo vial aparece más tarde en la secuencia, se equilibrará y perforará de nuevo.

- **Modo de extracción es concentrado.**

Use el modo Extracciones concentradas para realizar un ciclo de equilibrado, una perforación de vial y múltiples extracciones (y posiblemente inyecciones) por vial. Normalmente, este modo requiere una trampa de concentración de muestra de algún tipo. (La trampa podría ser un dispositivo externo opcional o un inyector como el inyector multimodo de Agilent.) El HS perfora el vial y realiza el número de extracciones especificado. Cada extracción se transfiere a la entrada del GC (o trampa), donde se acumula la muestra. Después de la última extracción, la muestra acumulada se inyecta y el HS inicia el análisis de GC.

Si la secuencia especifica más de una inyección por vial, el vial se mantiene en la misma sonda. Cuando el análisis de GC termina, el HS realiza las extracciones requeridas e inicia el siguiente análisis. Después de que se inicie el último análisis, el vial se devuelve a la bandeja.

Si el mismo vial aparece más tarde en la secuencia (pero no como el vial siguiente), se equilibrará y perforará de nuevo.

Consulte también **“Secuencias y rendimiento”**.

Secuencias y rendimiento

El HS optimiza el rendimiento mediante el control de los métodos para los viales especificados en la secuencia actual. Si los viales consecutivos comparten el mismo método, el HS estudiará los parámetros de sincronización de las muestras y calculará el mejor momento en el cual colocar cada vial en el horno. Este método maximiza el número de viales que se pueden equilibrar simultáneamente.

Los viales que usan distintos métodos no se analizan hasta que las muestras anteriores salgan del horno.

Para obtener más información, consulte la sección **“Optimización del rendimiento”** en la página 100.

Muestras según prioridades

La *muestra de prioridad* es un vial que desea analizar en cuanto sea posible, antes que otros viales en la secuencia que se esté analizando en el momento.

La interfaz del navegador y el sistema de datos de Agilent proporcionan una forma de pausar y editar una secuencia en análisis para insertar una nueva muestra en ella. Coloque la nueva muestra en cualquier ubicación sin usar de la bandeja. A continuación, pause y edite la secuencia para incluir el nuevo vial. Consulte la interfaz del navegador y las ayudas del sistema de datos para obtener instrucciones sobre cómo editar una secuencia en análisis.

Tenga en cuenta que las muestras que han comenzado a ser procesadas no se pueden editar. El HS seguirá procesando todos los viales que ya han comenzado antes de empezar a procesar un nuevo vial. Si la nueva muestra utiliza el mismo método, se puede colocar en el horno simultáneamente con las otras muestras que se están procesando. Si utiliza distintas condiciones de método, puede que no empiece hasta que se hayan sacado del horno todas las muestras anteriores.

Acciones de secuencia de método

Si el HS encuentra ciertos problemas durante una secuencia, tiene la capacidad de omitir viales, continuar de todos modos, hacer una pausa en la secuencia, anular todo o esperar a que el sistema esté listo. Los ajustes para controlar el comportamiento del HS durante la ejecución de secuencias se denominan *acciones de la secuencia*. Estas acciones de secuencia forman parte del método y, por lo tanto, pueden cambiar de una muestra a otra durante la ejecución de la secuencia. Utilice acciones de secuencia para especificar qué debe hacer el HS cuando se encuentre con problemas como falta de coincidencia en el tamaño de los viales, falta de viales y problemas similares. Las acciones de secuencia ofrecen flexibilidad para manipular problemas relativamente menores con el nivel de atención apropiado para su flujo de trabajo. Puede detener por completo el procesamiento de la secuencia para algunos problemas, mientras se permite que la secuencia continúe para otros problemas. El GC siempre registra el problema y la acción que se lleva a cabo.

Tipos de problemas de secuencia que se tratan

Las acciones de secuencia ofrecen un control de secuencia lógica para los problemas que se mencionan a continuación. Las posibles acciones se describen en **“Acciones disponibles”**.

Falta de viales: Controla el comportamiento del HS siempre que no pueda encontrar un vial de muestra en la ubicación prevista en la bandeja.

Tamaño de vial incorrecto: Controla el comportamiento del HS cuando el HS encuentre un vial de muestra, pero el tamaño del vial no coincide con el tamaño del vial tal como se define en el método. Por ejemplo, una falta de coincidencia en el tamaño puede cambiar los resultados del análisis o indicar un vial mal colocado. Para determinar el tamaño del vial, el HS mide la altura del vial cuando se encuentra en la pinza. (Esto significa que el HS no distingue entre viales de 20 mL y de 22 mL.)

Fuga detectada: Controla el comportamiento del HS si los viales de muestra no superan la prueba de fugas dinámicas. (Solo tiene sentido cuando está activada la comprobación de fugas dinámicas.)

Sistema no listo: Controla el comportamiento del HS cuando el HS esté listo para empezar a llenar el loop de muestra, pero el GC no esté listo para iniciar un análisis. Cuando el HS esté listo, comprueba si el GC está listo. Si el GC está listo, el HS empieza a llenar el loop de muestra durante el ciclo de inyección. Si el GC no está listo, el HS sigue la acción especificada. Un GC no listo podría indicar un parámetro de tiempo de ciclo del GC bajo en el método, desviaciones normales en el tiempo del GC o un problema del GC. Tenga en cuenta que puede que algunos sistemas de datos no recopilen datos si el GC no está listo antes de que se inicie el análisis.

Acciones disponibles

Las acciones disponibles para cada problema dependen de la naturaleza del problema de la secuencia. (Por ejemplo, no puede seguir procesando un vial que falta, pero puede omitir el vial o anular la secuencia.)

- **Continuar:** Continúa procesando el vial de muestra y la secuencia actuales.
- **Omitir:** Omite el vial de muestra actual y, a continuación, sigue procesando el siguiente vial de muestra en la secuencia. El vial de muestra actual se devuelve inmediatamente a la bandeja, si procede. El sistema omite todas las inyecciones para ese vial.
- **Pausar:** Pausa la secuencia. Los viales en el horno seguirán procesándose, incluido el vial actual, si procede. No se moverán otros viales al horno.

Para que vuelva a funcionar después de una pausa: Siga las instrucciones de la pantalla táctil del GC (o en la interfaz del navegador).

- **Anular:** Anula la secuencia. El HS detiene todo el procesamiento para el vial de muestra actual y el resto de viales de muestra. El HS devuelve todos los viales de muestra a la bandeja, empezando por el vial de muestra que tenía el problema. Para que vuelva a funcionar, compruebe los registros para determinar el vial de muestra que tenía el problema. Resuelve el problema, cree una nueva secuencia y reinicie.
- **Esperar a que esté listo:** El HS espera hasta que el GC esté listo. Este ajuste puede aumentar el tiempo de equilibrio para los viales del horno. El HS informa de los tiempos reales de equilibrio en sus registros. Tenga en cuenta que una vez que el HS empiece a llenar el loop de muestra, el HS comenzará una inyección tanto si el GC está listo como si no. Además, si algo impide que el GC esté listo, el HS espera.

NOTA

Anular solo detiene el HS. El GC y el sistema de datos pueden completar el procesamiento de cualquier muestra inyectada previamente.

Tenga en cuenta que las acciones de secuencia no anulan otros posibles problemas, como un fallo en el hardware, que pueden interrumpir una secuencia.

Cuándo se utiliza un MS

Debe incluir el tiempo adicional requerido para el retardo del disolvente del MS y otros factores en el parámetro de **GC Cycle time (Tiempo de ciclo del GC)**.


Acciones de secuencia de la interfaz del navegador y del sistema de datos

La interfaz del navegador y los sistemas de datos de Agilent pueden proporcionar funciones adicionales que se pueden utilizar para manejar eventos inesperados. Estas funciones aparecen como parte de los ajustes de la secuencia y varían en función de los datos del sistema. Por ejemplo, la interfaz del navegador y muchos sistemas de datos proporcionan un ajuste para manipular viales que faltan en la secuencia. En caso de conflicto entre el ajuste de la secuencia y un ajuste en el método de HS, el HS utilizará el valor establecido en el *método del HS* para los problemas específicos que se indican en **“Tipos de problemas de secuencia que se tratan”** en la página 56.

Los sistemas de datos también pueden ofrecer formas de gestionar errores en el lector de códigos de barras. Consulte la ayuda del sistema de datos para obtener más información.

Detener, anular o pausar una secuencia en análisis

Puede interactuar con una secuencia en análisis desde el botón Detener de la pantalla táctil del GC o el ordenador que está analizando la secuencia a través de la interfaz del navegador o un sistema de datos.

En la pantalla táctil del GC, presione detener (). La pantalla del GC indica que detenga el análisis, detenga la secuencia o cancele (no hacer nada).

- **Detener el análisis:** Finaliza inmediatamente el análisis actual y pasa al siguiente análisis en la secuencia. El resto de la secuencia termina de forma habitual.
- **Detener la secuencia:** Finaliza inmediatamente el análisis actual y anula la secuencia. Todos los viales del horno se devuelven a la bandeja a través de la estación de refrigeración y el sistema vuelve a un estado inactivo.

La interfaz del navegador y un sistema de datos ofrecen tres opciones para interactuar con una secuencia en análisis:

- **Pausar secuencia:** El HS finaliza las muestras que ya se han empezado a procesar, pero luego espera nuevas instrucciones. No se introducirán nuevos viales en el horno. Cuando se reanuda, la secuencia termina como de costumbre.

El uso de la pausa permite editar la secuencia. Durante la edición, la lista de muestras que aún no se han procesado se puede cambiar según sea necesario para insertar una nueva muestra o realizar cualquier otro cambio. Al reanudarse, el HS comienza a procesar lo que ahora es la siguiente muestra de la secuencia.

- **Detener el análisis:** Finaliza inmediatamente el análisis actual y pasa al siguiente análisis en la secuencia. El resto de la secuencia termina de forma habitual.
- **Detener la secuencia:** Finaliza inmediatamente el análisis actual y anula la secuencia. Todos los viales del horno se devuelven a la bandeja a través de la estación de refrigeración y el sistema vuelve a un estado inactivo.

Consulte la ayuda de la interfaz del navegador del GC y el sistema de datos para obtener más detalles sobre las funciones de su secuencia.

Estado de viales

Utilice la pantalla táctil del GC o la bandeja de estado de la interfaz del navegador para mostrar información sobre el estado actual de una secuencia en análisis. El GC muestra:

- Temperatura del horno
- Temperatura del loop
- Temperatura de la línea de transferencia
- Flujo del vial
- Presión del vial
- Presión del portador externo
- Estado de viales. Esto incluye un seguimiento en tiempo real del estado de los viales: equilibrio, presurización, extracción, inyección y devolución a la bandeja.

Los sistemas de datos de Agilent también proporcionan el estado de los viales.

Ajustes del espacio de cabeza 62

Settings > Configuration > Headspace (Ajustes > Configuración > Espacio de cabeza) 62

Settings > Calibration > Headspace (Ajustes > Calibración > Espacio de cabeza) 63

Settings > Service Mode > Headspace (Ajustes > Modo de servicio > Espacio de cabeza) 66

Settings > Scheduler (Ajustes > Programador): Conservación de los recursos 67

En esta sección se describen los ajustes y las funciones disponibles en Ajustes del GC.

Ajustes del espacio de cabeza

Los ajustes del HS disponibles en la pestaña **Settings** (Ajustes) (⚙) se aplican de forma general, independientemente del método actual. Si realiza cambios de hardware, compruebe siempre estos ajustes y actualice según sea necesario, por ejemplo, después de cambiar el tipo de gas de presurización del vial, la línea de transferencia o el loop de muestra.

Settings > Configuration > Headspace (Ajustes > Configuración > Espacio de cabeza)

⚙ > Configuration > Headspace (G > Configuración > Espacio de cabeza)

En la siguiente tabla se indican los ajustes de configuración del HS.

Configuración	Descripción
Entrada	Seleccione el inyector conectado a la línea de transferencia. (Ajuste disponible para GC con más de un inyector.)
Tipo de gas	Tipo de gas de presurización del vial.
Volumen del loop	Volumen interno del loop de muestra instalado.
Tipo de línea de transferencia	Seleccione el tipo de línea de transferencia instalado, sílice fundido o DB-ProSteel.
Diámetro de la línea de transferencia	Diámetro interno de la línea de transferencia (um).
Flujo del vial en espera	Normalmente se deja activado. El flujo del vial en espera purga el loop de muestra y la sonda de muestra entre extracciones y durante el tiempo inactivo. Al usar las funciones de conservación de los recursos del GC, este flujo se puede reducir para conservar el gas de presurización de vial. Predeterminado: 20 mL/min.
Limpiar horno al inicio	Si esta opción está activada, cuando se enciende por primera vez, el HS comprobará el horno en busca de viales y devolverá todos los viales que encuentre en la bandeja.
Activar suma de comprobación de código de barras	Disponible si hay un lector de código de barras presente. Determinados códigos de barras pueden incluir un valor de suma de comprobación que se utiliza para validar si el código de barras se lee correctamente. Active este ajuste cuando el código de barras incluya una suma de comprobación.
Simbología	Disponible si hay un lector de código de barras presente. Seleccione All (Todos) para permitir que el lector de códigos de barras compruebe todas las simbologías disponibles, o seleccione la simbología específica utilizada en las etiquetas de vial. Consulte a continuación la lista completa de simbologías compatibles.

El lector de código de barras puede leer códigos de barras de los siguientes tipos (simbologías):

- 3 of 9
- Code 128

7 Parámetros

Settings > Calibration > Headspace (Ajustes > Calibración > Espacio de cabeza)

- Matrix 2 of 5
- Standard 2 of 5
- Interleaved 2 of 5
- UPC-A
- EAN/JAN 13
- EAN/JAN 8
- UPC-E

Settings > Calibration > Headspace (Ajustes > Calibración > Espacio de cabeza)

⊗ > Calibration > Headspace (G > Calibración > Espacio de cabeza)

El HS proporciona una rutina de calibración para la bandeja para garantizar la manipulación óptima de viales y una calibración para los sensores de flujo y presión de gas.

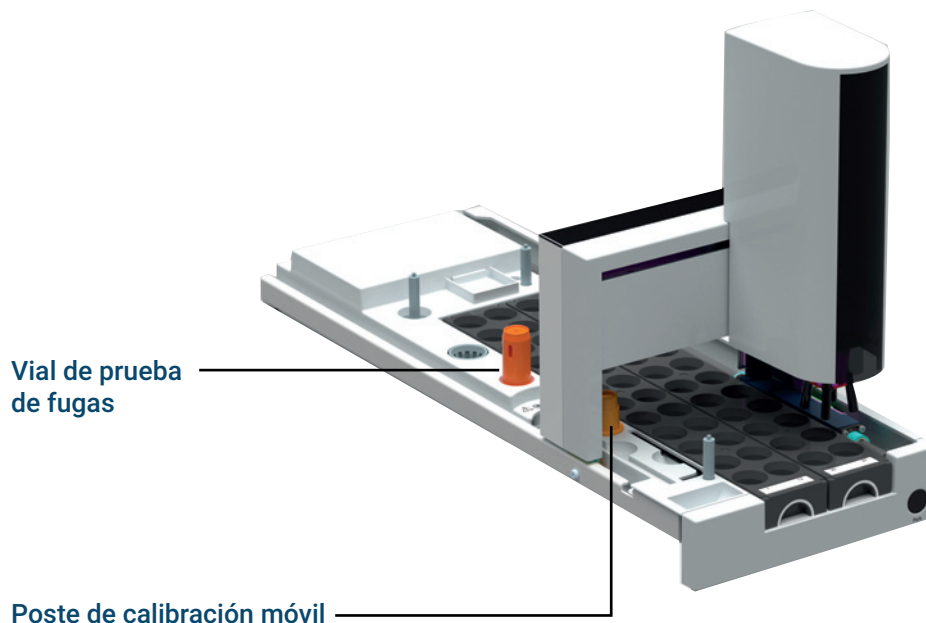
Calibración de la bandeja y las pinzas

Es posible que la bandeja requiera una calibración periódica para mantener un rendimiento óptimo. Esta calibración garantiza que los movimientos de la pinza y del puente sigan moviendo las muestras perfectamente, sin viales caídos. Calibre la bandeja tras la instalación del HS, después de sustituir las almohadillas de las pinzas, o cuando se recomiende durante la resolución de problemas automática o contadores de mantenimiento preventivo asistido (EMF).

7 Parámetros

Settings > Calibration > Headspace (Ajustes > Calibración > Espacio de cabeza)

- 1 Antes de empezar, vacíe el horno de viales y la bandeja de cualquier vial.
- 2 Compruebe que el poste de calibración móvil y el vial de prueba de fugas se encuentran en sus ubicaciones correspondientes.



- 3 Vaya a **G Ajustes > Calibración > Espacio de cabeza** y seleccione **Start System and Tray Calibration (Iniciar calibración de sistema y bandeja)** en la página de parámetros de calibración de la bandeja.
- 4 Seleccione **Factory (Fábrica)** como el tipo de calibración. Siga las indicaciones. Una calibración de fábrica calibra la bandeja con respecto al mainframe y calibra todas las ubicaciones de los viales en la bandeja.

Calibración de las pinzas

El HS calibrará las pinzas de forma automática y periódica. La calibración de las pinzas requiere el vial de pruebas de fugas y el poste de calibración móvil.

Calibración del EPC de presurización del vial

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

Cambie los parámetros de calibración o calibre manualmente los sensores EPC del gas de presurización de vial desde la pantalla táctil del GC o la interfaz del navegador:

- 1 Seleccione **Settings > Calibration > Headspace (G Ajustes > Calibración > Espacio de cabeza)** y desplácese hacia abajo hasta los parámetros de calibración del EPC.
- 2 Seleccione **On (Activado)** junto al sensor deseado para ponerlo a cero.
- 3 Para el sensor de flujo: Verifique si el gas está conectado y fluyendo (encendido).

- 4 Para el sensor de presión: Desconecte la línea de suministro de gas en la parte posterior del HS. No es recomendable cerrarla ya que podrían producirse pequeñas fugas en la válvula.
- 5 Vuelva a conectar cualquier línea de gas desconectada en los pasos anteriores y restaure los flujos operativos

Para restablecer un sensor EPC a su calibración de fábrica, vaya a **⚙ (Settings) > Calibration > Headspace (G Ajustes > Calibración > Espacio de cabeza)** y, en la sección **EPC** seleccione **Reset** (Restablecer) para ese sensor.

Calibración del sensor de presión auxiliar

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

Cambie los parámetros de calibración o calibre manualmente el sensores de presión auxiliar desde la pantalla táctil del GC o la interfaz del navegador:

- 1 Seleccione **⚙ (Settings > Calibration > Headspace (G Ajustes > Calibración > Espacio de cabeza))** y desplácese hacia abajo hasta los parámetros de calibración del EPC.
- 2 Seleccione **On (Activado)** junto al sensor deseado para ponerlo a cero.
- 3 Para el sensor de presión auxiliar: Desconecte la línea de suministro de gas en la parte posterior del HS. No es recomendable cerrarla ya que podrían producirse pequeñas fugas en la válvula.
- 4 Vuelva a conectar cualquier línea de gas desconectada en los pasos anteriores y restaure los flujos operativos

Para restablecer este sensor EPC a su calibración de fábrica, vaya a **⚙ (Settings) > Calibration > Headspace (G Ajustes > Calibración > Espacio de cabeza)** y, en la sección **EPC**, seleccione **Reset** (Restablecer) para ese sensor.

Procedimiento de calibración de la velocidad de fuga

Aunque es sumamente improbable, la expansión de algunos disolventes que se calientan a temperaturas por encima de su punto de ebullición puede crear un cambio dinámico de presión que resulta difícil de cuantificar con precisión en la escala de tiempo de la prueba típica de fugas dinámicas del HS. En lugar de comprometer el rendimiento de la muestra alargando el parámetro del método de tiempo de equilibrio de presión, la mejor forma de tener en cuenta la expansión del disolvente es calibrar la velocidad de fuga informada que se asocia a un determinado conjunto de condiciones.

Use **User Vial Leak Test** (Prueba de fuga de vial de usuario) (consulte **“Verifique que un encapsulado es correcto con la Prueba de fuga de vial de usuario”** en la página 34) para determinar automáticamente un umbral de tasa de fuga adecuado para un método y muestra determinados.

También puede calcularse manualmente un umbral de tasa de fuga. Si se ha analizado un mínimo de tres viales y se informa de una velocidad de fuga uniforme en la prueba de fugas dinámicas, puede llevar a cabo el siguiente procedimiento de calibración de la velocidad de fuga.

7 Parámetros

Settings > Service Mode > Headspace (Ajustes > Modo de servicio > Espacio de cabeza)

- 1 Compruebe que el sistema no presenta fugas.

Vaya a **Diagnostics > Diagnostic Tests > Headspace** (Diagnósticos > Pruebas de diagnóstico > Espacio de cabeza) y seleccione la **Leak and Restriction Test** (Prueba de restricciones y caída de presión). Ejecute la prueba usando el vial de prueba de fugas (número de referencia G4511-20180) y un septum verde avanzado de Agilent (número de referencia 5183-4759). Asegúrese de que las temperaturas de sus instrumentos sean las mismas que los valores establecidos del método analítico.

El procedimiento comienza con la prueba de fugas del sistema para garantizar que no se detectan fugas cuando el sistema está vacío de disolvente.

- 2 calibre la velocidad de fuga.
 - a Si se supera la prueba de restricciones y caída de presión, utilice su método analítico deseado para analizar seis viales que contengan el disolvente utilizado durante las ejecuciones analíticas.
 - b Registre la velocidad de fuga para cada uno de los seis viales y calcule su media y la desviación estándar. Establezca si la velocidad de fuga introducida en el método del HS es apta o no para el análisis en cuestión a la velocidad de fuga media más tres veces la desviación estándar.

La **Tabla 7** muestra un ejemplo en el que debería cambiar el límite de velocidad de fuga del método analítico a 1,840 mL/min.

Tabla 7 Ejemplo de cálculo del límite de la velocidad de fuga del método

Vial	Velocidad de fuga (mL/min)
1	1,403
2	1,352
3	1,621
4	1,458
5	1,541
6	1,623
Promedio	1,500
Dev. est.	0,114
3 * dev. est.	0,341
Med. + (3 * dev. est.)	1,840

Settings > Service Mode > Headspace (Ajustes > Modo de servicio > Espacio de cabeza)

⚙ > Service Mode > Headspace (G > Modo de servicio > Espacio de cabeza)

El modo de servicio del espacio de cabeza muestra los valores actuales y reales de varias configuraciones térmicas, neumáticas, electrónicas y otros ajustes y sensores.

7 Parámetros

Settings > Scheduler (Ajustes > Programador): Conservación de los recursos

También es posible realizar un restablecimiento de fábrica. Normalmente, no realice un restablecimiento de fábrica a no ser que sea absolutamente necesario. Un restablecimiento de fábrica borra todos los ajustes personalizados almacenados en el HS, desde las calibraciones de flujo hasta el número de serie del instrumento.

Un restablecimiento de fábrica:

- Borrará los registros de mantenimiento y de eventos.
- Borrará el historial de actualización del firmware.
- Borrará la configuración y las calibraciones actuales del HS.
- Borrará los datos de seguimiento y los ajustes del EMF.
- Registrará el restablecimiento de fábrica.
- Reinicie el HS.

Settings > Scheduler (Ajustes > Programador): Conservación de los recursos

⚙ > Scheduler (G > Programador)

El HS utiliza las funciones de conservación de los recursos del GC, y las funciones del GC para los métodos de suspensión y activación se amplían para incluir parámetros del método de HS. Puesto que el HS añade nuevos parámetros al método, algunos de estos se pueden utilizar para conservar gases y electricidad Sin embargo, la mayoría de ajustes del HS no son relevantes para los métodos de suspensión porque solo se utilizan mientras se preparan las muestras. Considere los siguientes parámetros del HS cuando establezca un método de suspensión:

- **Flujo del vial en espera:** Redúzcalo si lo desea. Agilent no recomienda desactivar este flujo, ya que protege el loop de muestra y la sonda de muestra de la contaminación atmosférica.
- Las temperaturas del horno, del loop de muestra y del horno de viales se pueden reducir durante períodos de inactividad.

7 Parámetros

Settings > Scheduler (Ajustes > Programador): Conservación de los recursos

Cómo funciona el muestreador de espacio de cabeza 8697

Cómo procesa el HS un vial de muestra 70

Cómo equilibra el HS un vial 71

Cómo presuriza el HS un vial 72

Cómo llena el HS el loop de muestra (extrae una muestra) 74

Tipos de extracciones e inyecciones del HS 75

Cómo reduce el HS el efecto memoria 79

En este capítulo se proporciona una teoría más avanzada detrás del muestreador de espacio de cabeza 8697. Esta información se ha diseñado únicamente para que la utilice los desarrolladores de métodos.

Cómo procesa el HS un vial de muestra

La **Figura 17** muestra el flujo de trabajo de un vial procesador por el HS.

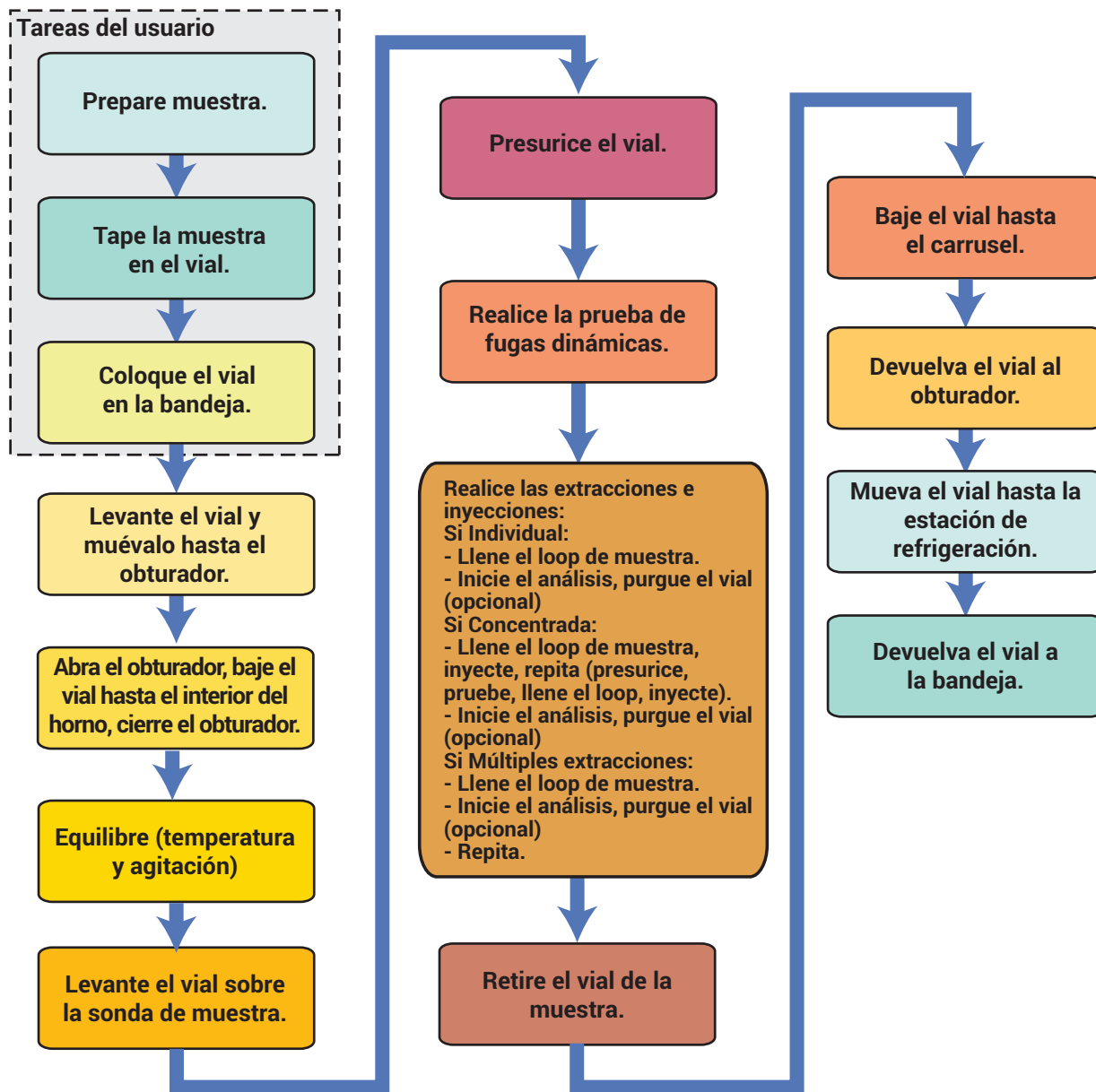


Figura 17. Flujo de proceso del vial del HS 8697

Cómo equilibra el HS un vial

El HS 8697 con bandeja tiene un horno de viales que puede equilibrar hasta 12 viales a temperaturas de hasta 300 °C. Además, el horno puede agitar los viales a 9 niveles de aceleración diferentes. Mientras los viales de secuencia compartan el mismo método, el HS determina cuándo se pueden cargar muestras consecutivas en el horno para aumentar el rendimiento, y luego las carga automáticamente. El HS optimiza el rendimiento independientemente del modo de extracción, el modo de relleno del loop, etc.

Cómo presuriza el HS un vial

El HS ofrece varias técnicas para presurizar el vial de muestra. Además de calentar simplemente el vial, que puede generar suficiente presión interna por sí mismo, el HS puede proporcionar gas adicional para ayudar con la extracción. Este gas procede de la conexión de **presión del vial** en el panel trasero del HS y puede diferir del gas portador usado para mover la muestra a la columna. Aunque el método predeterminado de presurización del vial suele ser suficiente, las técnicas alternativas pueden resultar útiles en algunas aplicaciones. Consulte la **Figura 18** a continuación.

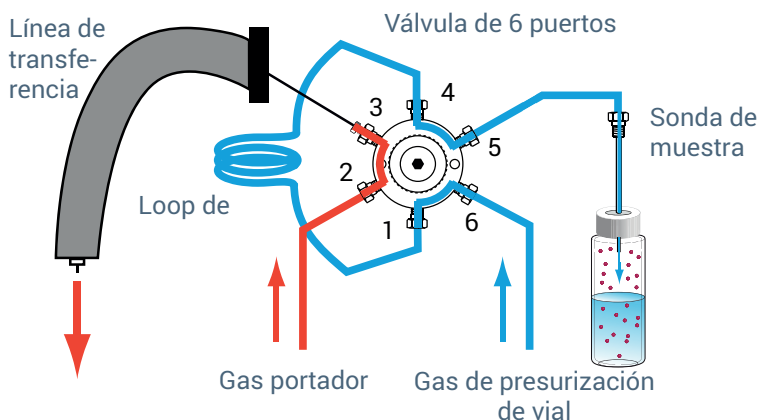


Figura 18. Presurización del vial

Flow to pressure

Este es el modo predeterminado de llenado del vial. En este modo, el HS mantiene una velocidad de flujo especificada de gas portador en el vial hasta que la presión dentro del vial alcance el valor establecido para la presión de llenado. El HS mantiene esta presión durante el tiempo de espera. Al final del tiempo de espera, comienza el llenado del loop de muestra.

Presión

En este modo, el HS llena el vial lo más rápido posible hasta el valor establecido para la presión de llenado objetivo. A continuación, mantiene esta presión durante el tiempo de espera especificado. Al final del tiempo de espera, comienza el llenado del loop de muestra.

Volumen constante

En este modo, el HS presuriza el vial de muestra con un volumen especificado de gas portador. A continuación, mantiene la presión resultante durante el tiempo de espera especificado. Este modo resulta útil si tiene que calcular las cantidades molares exactas de muestra y gas portador en el vial o loop de muestra.

Comprobación de fugas dinámicas

De forma predeterminada, el HS realiza una comprobación de fugas tras la presurización del vial. Mientras está en la sonda, el HS puede determinar si el vial tiene fugas comprobando la caída de presión en el vial. El HS registra los resultados de la prueba de fugas y proporciona una acción de secuencia para permitirle manipular (por ejemplo, omitir o anular) un vial de muestra con fugas.

El tiempo destinado a la prueba de fugas dinámicas es igual al Tiempo de equilibrio de presión + 0,02 minutos.

Cómo llena el HS el loop de muestra (extrae una muestra)

Una vez que se presuriza el vial y se haya estabilizado, el HS realizará las extracciones especificadas. La válvula de 6 puertos cambia, lo que permite que la muestra presurizada se ventile a través del loop de muestra. Después de que se cumplan las condiciones especificadas, el loop se considera lleno. Consulte la **Figura 19** a continuación.

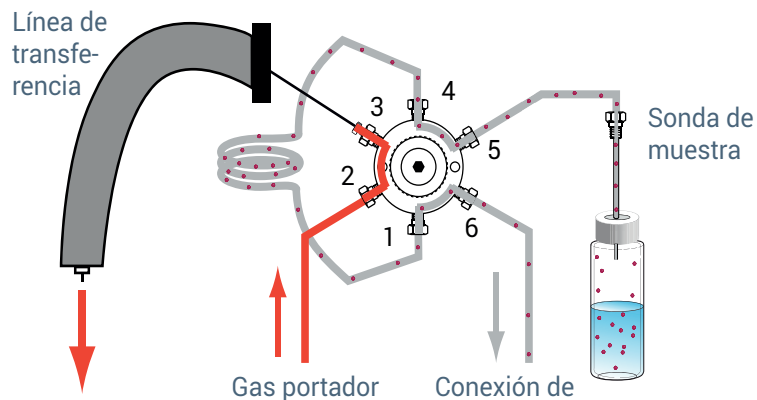


Figura 19. Llenado del loop de muestra

El HS proporciona dos modos de llenado del loop de muestra, **predeterminado** y **personalizado**.

Modo de llenado del loop predeterminado

En este caso, el HS despresuriza el vial de muestra en el loop de muestra a una velocidad especificada hasta que la presión del vial de muestra cae a una cantidad conocida. El HS calcula la presión final del loop y el tiempo de equilibrio basado en la configuración actual del HS y los datos del método.

Modo de llenado del loop personalizado

En este caso, puede especificar la velocidad de llenado del loop, la presión final del loop y el tiempo de equilibrio.

Tipos de extracciones e inyecciones del HS

El HS 8697 puede extraer e inyectar una muestras una o varias veces por vial. El HS proporciona una selección del tipo de extracción como una función avanzada. La **Figura 20** muestra los pasos de flujo básicos durante un ciclo de inyección, donde el loop de muestra se vierte en el GC.

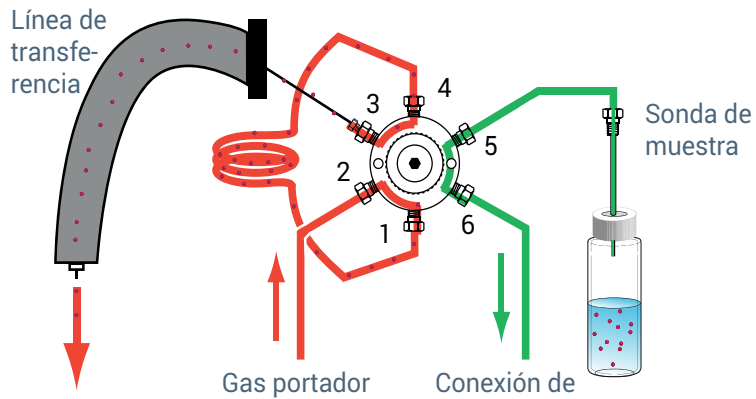


Figura 20. Ciclo de inyección del HS

Tenga en cuenta que el HS siempre controla el flujo de gas de presurización de vial. El módulo EPC del inyector del GC siempre controla el flujo de gas portador.

8 Cómo funciona el muestreador de espacio de cabeza 8697

Tipos de extracciones e inyecciones del HS

Consulte la **Figura 21** para un diagrama de los pasos de flujo dentro del muestreador de HS.

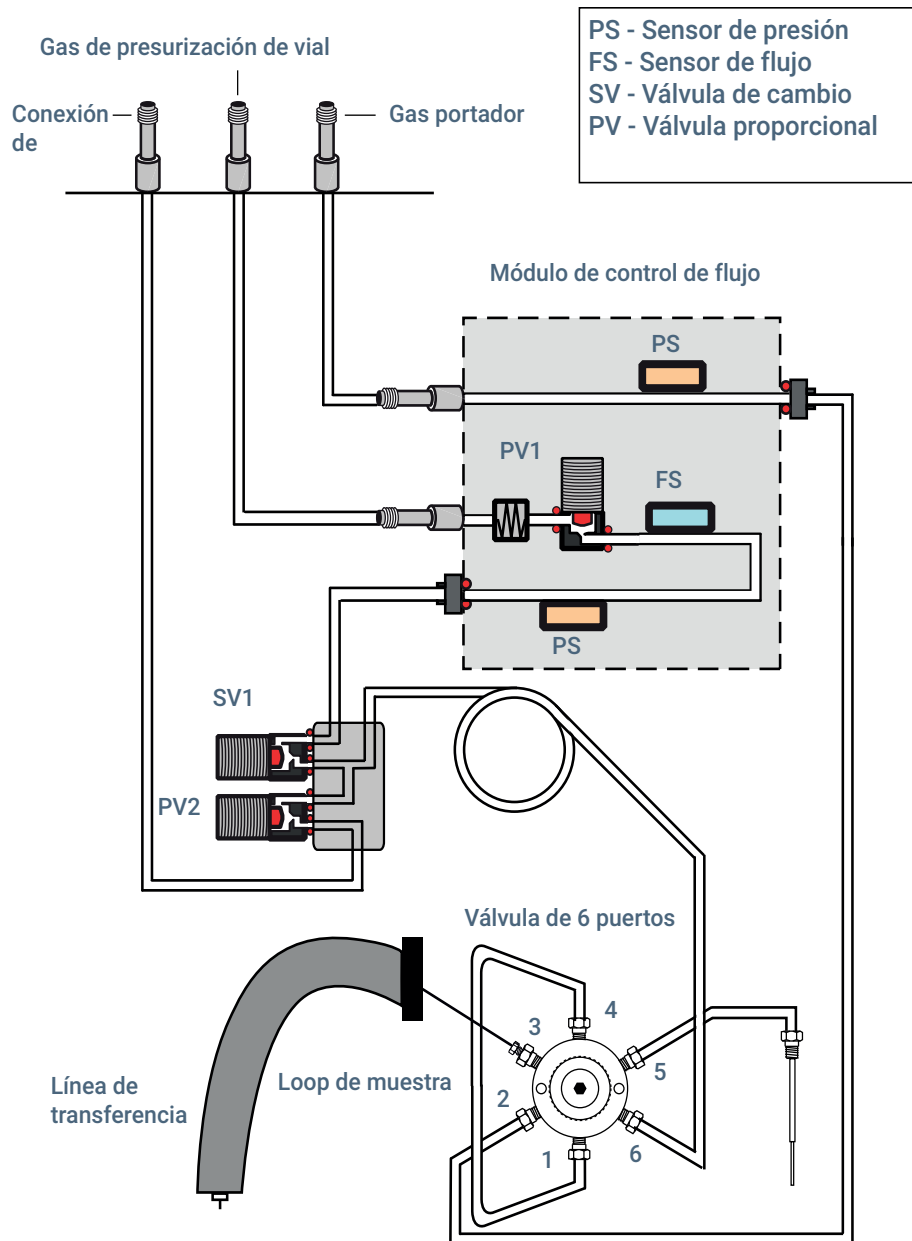


Figura 21. Flujos del muestreador de HS

Extracción estándar

En este modo, el HS realiza una extracción y una inyección por perforación del vial. Después de que se equilibre el vial, el HS comprueba la preparación del sistema. Si el sistema está listo, o si la acción de secuencia de preparación es continua, el HS perfora el vial. El HS presuriza el vial y extrae la muestra de este según los parámetros del método. Consulte la **Figura 18** y la **Figura 19**. Después de cualquier equilibrio del loop de muestra, la válvula de 6 puertos cambia a la posición de inyección, el HS inyecta la muestra y envía un comando de inicio al GC. Al mismo tiempo, el HS ventila la presión residual del vial (opcional). Después de que transcurra el tiempo de inyección, la válvula de 6 puertos vuelve a su posición original. El vial de muestra se retira de la sonda y vuelve al carrusel y luego a la bandeja

Múltiples extracciones de espacio de cabeza

En este modo, el HS realiza múltiples extracciones e inyecciones mediante una perforación del vial. Consulte la **Figura 19** y la **Figura 20**. Después de que se equilibre el vial, el HS comprueba la preparación del sistema. Si el sistema está listo, o si la acción de secuencia de preparación es continua, el HS perfora el vial. El HS presuriza el vial y extrae la muestra de este según los parámetros del método. Se cierra la ventilación del loop de muestra. El vial permanece en la sonda. Después de cualquier equilibrio del loop de muestra, la válvula de 6 puertos cambia a la posición de inyección, el HS inyecta la muestra y envía un comando de inicio al GC. Al mismo tiempo, el HS ventila la presión residual del vial (opcional). Después de que transcurra el tiempo de inyección, la válvula de 6 puertos vuelve a su posición original. El vial permanece en la sonda. Cuando transcurre el tiempo de **ciclo del GC**, el HS vuelve a comprobar la preparación del sistema. Si el sistema está listo, o si la acción de secuencia de preparación es continua, el HS realiza la siguiente presurización, extracción e inyección, e inicia el análisis. El proceso se repite hasta que se hayan realizado todas las extracciones e inyecciones.

Tras la extracción e inyección final, el vial de muestra se retira de la sonda y vuelve al carrusel y luego a la bandeja.

Extracciones de espacio de cabeza concentradas

Utilice este modo para concentrar la muestra en el GC. Normalmente, este modo requiere una trampa de concentración de muestra de algún tipo. (La trampa podría ser un dispositivo externo opcional o un inyector como el inyector multimodo de Agilent.) Consulte la **Figura 20** y la **Figura 21**.

Después de que se equilibre el vial, el HS comprueba la preparación del sistema. Si el sistema está listo, o si la acción de secuencia de preparación es continua, el HS perfora el vial. El HS presuriza el vial y extrae la muestra de este según los parámetros del método. El vial permanece en la sonda. Después de cualquier equilibrio del loop de muestra, la válvula de 6 puertos cambia a la posición de inyección, y el HS inyecta la muestra en el GC. El HS no envía un comando de inicio al GC. Después de que transcurra el tiempo de inyección, la válvula de 6 puertos vuelve a su posición original. El vial permanece en la sonda. El vial se puede ventilar (mientras se produce la inyección) o seguir presurizado. El HS repite la presurización, extracción, inyección y ventilación óptima del vial para cada extracción especificada en el método. Durante la inyección de concentración, el HS envía la señal de inicio al GC. El HS ventila el vial (opcional), lo extrae de la sonda y lo devuelve al carrusel y luego a la bandeja.

Ventilación de la presión residual del vial

Independientemente del tipo de extracción que se realice, el HS puede ventilar la presión residual del vial de muestra utilizado fuera del puerto de **ventilación** en el panel trasero del HS. Esta ventilación impide que un vial presurizado con contenido potencialmente nocivo se quede en la bandeja de muestra o en su laboratorio. Esta ventilación se produce durante el tiempo de inyección para cada entrada de la secuencia actual. Esta función se puede desactivar.

Al realizar extracciones concentradas, dispone un parámetro adicional: puede ventilar el vial entre extracciones de concentración y durante la inyección final.

Cómo reduce el HS el efecto memoria

El HS 8697 ofrece dos funciones especiales para reducir el efecto memoria.

- Después de cada vial, el HS purga el loop de muestra y la sonda de muestra con un flujo elevado de gas de presurización de vial, tal como se define en el método. Esto se denomina flujo de **purga** y le permite controlar la velocidad de flujo y el tiempo de purga.
- Entre cada secuencia, el HS purga el loop de muestra y la sonda de muestra con un flujo bajo y continuo de gas de presurización de vial. Esto se conoce como flujo **de espera**. Puede controlar la velocidad de flujo.

8 **Cómo funciona el muestreador de espacio de cabeza 8697**
Cómo reduce el HS el efecto memoria

Descripción general	82
Consideración de la muestra y la matriz	83
Consideración del inyector del GC	86
Carga de un método similar	87
Edición del nuevo método	88
Desarrollo y mejora del método	93
Optimización del rendimiento	100
Configuración para un nuevo método	101
Realización de análisis en blanco	102

En este capítulo se proporcionan detalles e información sobre parámetros del método. El objetivo de esta información es ayudar a un desarrollador de métodos a mejorar el rendimiento de un método con la funciones del muestreador de espacio de cabeza 8697.

Descripción general

La **Figura 22** muestra el flujo de trabajo típico para desarrollar un método de muestreador de espacio de cabeza.

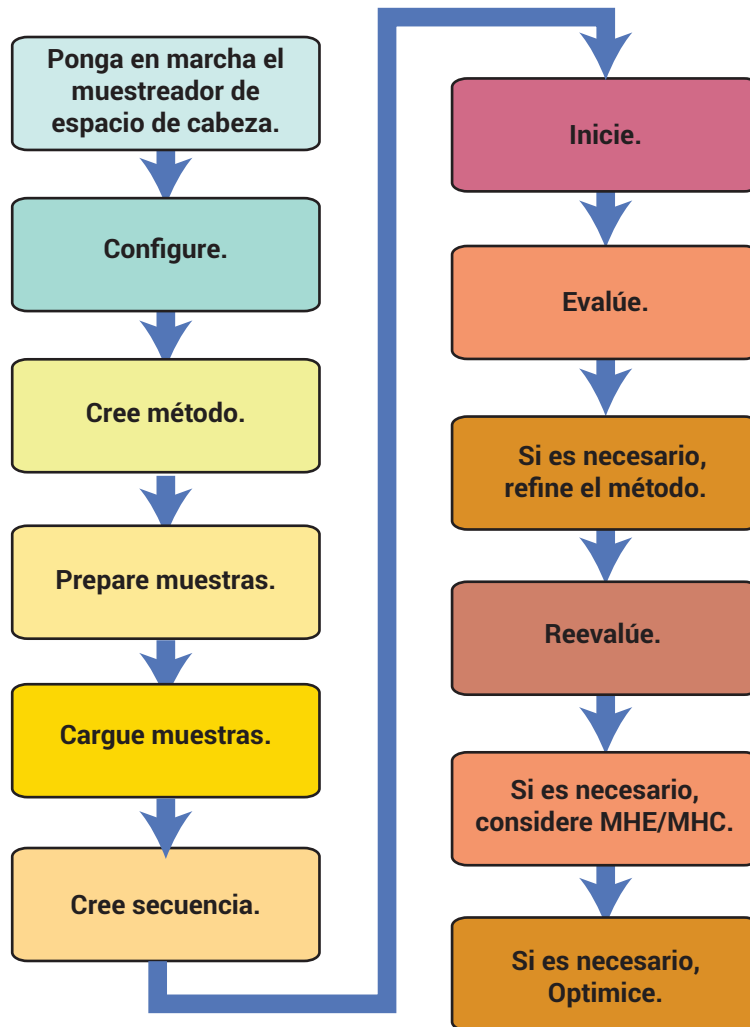


Figura 22. Flujo de trabajo del desarrollo de métodos

En este capítulo se describen técnicas para crear y perfeccionar un método usando los parámetros del método disponibles y las funciones de los métodos del HS 8697. Describe todos los parámetros del método disponibles y explica cómo afectan varios parámetros a un análisis.

Consideración de la muestra y la matriz

El primer paso a la hora de desarrollar el método es entender la muestra y la matriz.

Teoría del análisis del espacio de cabeza

Las ecuaciones que describen la teoría del espacio de cabeza derivan de tres leyes físicas asociadas a la presión de vapor, las presiones parciales y la relación entre la presión de vapor de un analito sobre una solución y la concentración de ese analito en la solución.

La **ley de Dalton de presiones parciales** indica que la presión total de una mezcla de gases ideales es igual a la suma de las presiones parciales de cada gas en la mezcla.

La **ley de Henry para soluciones diluidas** indica que, a temperatura constante, la cantidad de un determinado gas disuelto en un determinado tipo y volumen de fluido es directamente proporcional a la presión parcial de ese gas en equilibrio con ese fluido.

La **ley de Raoult** indica que la presión parcial de un soluto en el volumen de espacio de cabeza es proporcional a la fracción molar del soluto en la solución.

La concentración de analito de la muestra en el volumen de espacio de cabeza viene dada por el balance de masas:

$$C_0 V_L = C_G V_G + C_L V_L$$

donde:

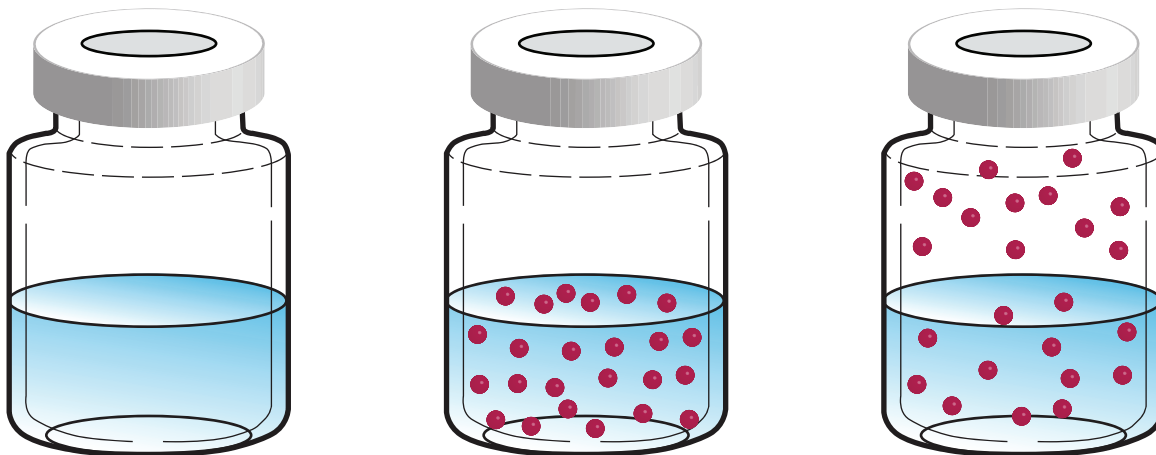
C_G es la concentración de analito en el espacio de cabeza

C_0 es la concentración de analito en la muestra original

V_G es el volumen de gas en el vial de muestras

V_L es el volumen de la muestra

K es el coeficiente de partición (o coeficiente de distribución), C_L/C_G en equilibrio V_G/V_L



Una nueva disposición proporciona:

$$C_G = \frac{C_O}{\left(K + \frac{V_G}{V_L} \right)}$$

donde:

K es el coeficiente de partición (o coeficiente de distribución),
 C_L/C_G en equilibrio

V_G/V_L también se denomina relación de fase

La ecuación muestra dos puntos importantes:

- Para obtener unos resultados coherentes, el ratio V_G/V_L debe permanecer constante. Esto significa que la cantidad de muestra y el tamaño del vial deben mantenerse iguales.
- Minimizar el coeficiente de partición, K, proporciona una mayor concentración de vapor de muestra en el volumen de espacio de cabeza.
- Una relación V_G/V_L más pequeña produce una mayor concentración de volátiles de interés en el volumen de espacio de cabeza

Impacto de K y relación de fase

La concentración de analito en el volumen de espacio de cabeza depende de muchos factores, entre los que se incluyen: la cantidad de muestra, la concentración original de analito en la muestra, el volumen de espacio de cabeza disponible, la temperatura y la presión total en el vial. Algunos factores se manipulan en la muestra y en la matriz, mientras que otros se pueden controlar con el muestreador de espacio de cabeza.

Control de K

Al optimizar un análisis de espacio de cabeza, primero considere el coeficiente de partición del disolvente. La siguiente tabla muestra los valores de K para varios disolventes comunes a 25 °C.

Analito	Disolvente	K (25 °C)
Tolueno	Decano	~3000
Tolueno	Agua	4
Etanol	Decano	60
Etanol	Agua	5000
Etanol	Agua, saturada con Na ₂ SO ₄	300

A temperaturas más altas, K disminuirá. A 40 °C, el valor de K para etanol en agua es ~1350. A 80 °C, el valor de K disminuye a ~330.

Como se puede ver en la tabla, K también depende del analito y de la matriz. Observe el cambio en K para el sistema de etanol-agua en comparación con el sistema similar saturado con Na₂SO₄.

Por tanto, para mejorar la concentración de analito en el volumen de espacio de cabeza, caliente la muestra. Si es necesario, considere la posibilidad de cambiar el disolvente (si es posible) o de añadir una sal inorgánica para reducir el valor de K del disolvente.

El otro factor a manipular para aumentar de sensibilidad es la relación de fase, V_G/V_L. Recuerde la ecuación de la concentración de la fase de vapor

$$C_G = \frac{C_O}{\left(K + \frac{V_G}{V_L} \right)}$$

Cuando K es pequeño, la reducción de la relación de fase producirá una mayor concentración de analito en el volumen de espacio de cabeza. El 8697 puede usar una serie de viales de muestras. Seleccione un vial de muestra y una cantidad de muestra para crear una mayor concentración de analito.

Cuando K es grande, la reducción de la relación de fase da como resultado una menor ganancia.

Control de la relación de fase

Otro factor a manipular para aumentar de sensibilidad es la relación de fase, V_G/V_L. Recuerde la ecuación de la concentración de la fase de vapor

$$C_G = \frac{C_O}{\left(K + \frac{V_G}{V_L} \right)}$$

Cuando K es pequeño, la reducción de la relación de fase producirá una mayor concentración de analito en el volumen de espacio de cabeza. El 8697 puede usar una serie de viales de muestras. Seleccione un vial de muestra y una cantidad de muestra para crear una mayor concentración de analito.

Cuando K es grande, la reducción de la relación de fase da como resultado una menor ganancia.

Consideración del inyector del GC

Normalmente, la elección del inyector está determinada por el GC disponible. No obstante, tenga en cuenta que para los tipos de inyector en los que la columna analítica se ejecuta directamente en la válvula de 6 puertos del muestreador de espacio de cabeza, la columna analítica no está en el horno del GC en toda su longitud. Las gráficas de pico pueden cambiar.

Con cualquier tipo de inyector, el HS solo admite modos de inyector dividido sin modificación. Se admiten modos de inyector sin dividir, pero requieren un firmware actualizado (constantes del PID) para el módulo EPC del inyector.

Carga de un método similar

Cuando inicie un método nuevo, comience con un método para un tipo de muestra similar.

Si utiliza un sistema de datos de Agilent, el software proporciona un nuevo asistente de métodos y asistentes de conversión. El nuevo asistente de métodos proporciona temperaturas de inicio seguras y otros parámetros para matrices de líquidos y sólidos, usando una lista de tipos de disolventes (incluidos valores personalizados). El asistente también considera los puntos de ebullición del analito.

Edición del nuevo método

Después de cargar un método similar, edítelo según sea necesario para la nueva muestra. En esta sección se describen los ajustes principales y en las siguientes secciones se explican los modos de extracción y otros parámetros.

Temperaturas

Vaya a **Method > Headspace (Método > Espacio de cabeza)**, desplácese a los parámetros de temperatura e introduzca los valores deseados para las temperaturas del horno del vial, del loop de muestra y de la línea de transferencia.

Tabla 8 Parámetros de temperatura

Parámetro	Comentarios
Horno	Comience con una temperatura del horno 15 °C por debajo del punto de ebullición del disolvente.
Bucle	Comience con esta temperatura igual a la del horno. Para evitar la condensación de la muestra, el loop de muestra y la válvula nunca deben ser inferiores a la temperatura del horno.
Línea de transferencia	Comience con una temperatura 15 °C por encima de la temperatura del horno. Para evitar la condensación de la muestra, la línea de transferencia nunca debe ser inferior a la temperatura de la válvula y del loop de muestra.

Times

Vaya a **Method > Headspace (Método > Espacio de cabeza)**, desplácese a los ajustes de tiempo e introduzca los valores deseados para los parámetros temporales usados por el HS.

Tabla 9 Parámetros de tiempo

Parámetro	Comentarios
Ciclo del GC	El tiempo total necesario para que el sistema del GC (o GC/MS) vuelva a un estado de listo después de un análisis. Consulte Para determinar el tiempo de ciclo del GC en la guía de <i>funcionamiento</i> .
Equilibrio del vial	El tiempo que pasa el vial equilibrándose a la temperatura del horno, incluyendo cualquier agitación. En general, comience con un valor de al menos 15 minutos si se desconoce el tiempo estimado.
Duración de la inyección	El tiempo asignado para barrer la muestra del loop, a través de la línea de transferencia, y en el GC. El tiempo de inyección predeterminado es de 0,50 minutos.

El HS utiliza estos parámetros para determinar el rendimiento. El valor más importante para una secuencia de muestras es el tiempo de **ciclo del GC**. Si es demasiado corto, las muestras se prepararán antes de que el GC o el GC/MS esté listo. Según los ajustes de la acción de la secuencia, esto puede causar muestras anuladas o resultados inesperados. Si el tiempo de **ciclo del GC** es demasiado largo, puede que disminuya el rendimiento, pero al menos el HS mantiene el procesamiento de las muestras de conformidad con el método.

Además, hay otros tiempos que el HS considera al cargar viales en el horno. Entre ellos se incluyen:

- Un tiempo de espera de 30 segundos para que todas las zonas calentadas se estabilicen a temperatura
- Tiempos de espera fijos para acciones como movimientos de la bandeja, movimientos del carrusel y movimientos del elevador
- Tiempos de espera fijos para conmutadores de válvulas
- Otros tiempos de procesamiento internos

El HS considera todos estos tiempos, así como la secuencia de los valores establecidos del método, para determinar el programa más eficiente para procesar los viales de muestra.

Vial y loop

Vaya a **Method > Headspace (Método > Espacio de cabeza)** y desplácese a los parámetros del vial y el loop.

Tabla 10 Parámetros del vial y el loop

Parámetro	Comentarios
Tamaño del vial	Seleccione el tamaño del vial, 10 mL, 20 mL, o 22 mL.
Valor de agitación	La agitación está disponible en 9 niveles. Consulte la sección Agitación del vial . Introduzca directamente el valor (del 1 al 9) o introduzca 0 para deshabilitar. La interfaz del navegador mostrará la frecuencia (agitaciones/minuto) y la aceleración del vial en cada nivel.

Modos de llenado

Vaya a **Method > Headspace (Método > Espacio de cabeza)** y desplácese a los parámetros del modo de llenado. Tenga en cuenta que los parámetros disponibles dependen del modo de llenado.

Tabla 11 Parámetros del modo de llenado

Parámetro	Comentarios
Modo de llenado del vial	<ul style="list-style-type: none"> • Predeterminado: Flujo para presión • El HS determina cómo se rellena el loop de muestra. Consulte " Presurización del vial " para obtener más información.
Presión de llenado del vial	Presión objetivo del vial de muestra para el muestreo. <ul style="list-style-type: none"> • La presión del vial debe ser lo suficientemente alta para transferir la muestra a través del loop de muestra. • Para algunas muestras, la presión desarrollada durante el equilibrio es suficiente para el muestreo de espacio de cabeza. • No supere ningún límite de presión del vial. • Evite fijar un valor por debajo de la presión desarrollada durante el equilibrio. Consulte " Presurización del vial " para obtener más información.
Flujo de llenado del vial	Evite una velocidad de flujo alta si el cambio en la presión del vial entre la presión interna natural después del equilibrio y la presión objetivo es pequeña. Consulte " Presurización del vial " para obtener más información.
Volumen de llenado	Se utiliza solo cuando el Modo de llenado se establece en Volumen constante . El volumen específico de gas con el que se presurizará el vial.
Tiempo de equilibrio de presión	El tiempo asignado para que el vial se equilibre a presión durante la presurización del vial. El tiempo predeterminado es de 0,50 minutos.
Modo de llenado del loop	<ul style="list-style-type: none"> • Si se utiliza Predeterminado, el HS selecciona valores razonables para el resto de parámetros del loop. • Si se utiliza Personalizado, el resto de parámetros del loop se habilitan para editarlos. Consulte " Llenado del loop de muestra " para obtener más información.
Velocidad de rampa del loop	Si está en modo Personalizado , evite una velocidad de llenado alta cuando la diferencia entre la presión del vial y la presión del loop sea pequeña. Valor predeterminado: 20 psi/min.
Presión final del loop	Si está en modo Personalizado , establezca la presión final del loop de muestra. Si está en modo Predeterminado , se muestra la presión final. Consulte " Llenado del loop de muestra " para obtener más información.
Equilibrio del loop	Si está en modo Personalizado , el valor predeterminado es: 0,05 minutos.

Ventilación y purga

Entre los viales de muestras, el HS purgará la sonda de muestra, el loop de muestra y la ventilación. Consulte la sección **Figura 23**. El flujo de purga predeterminedo es de 100 mL/min durante 0,5 minutos.

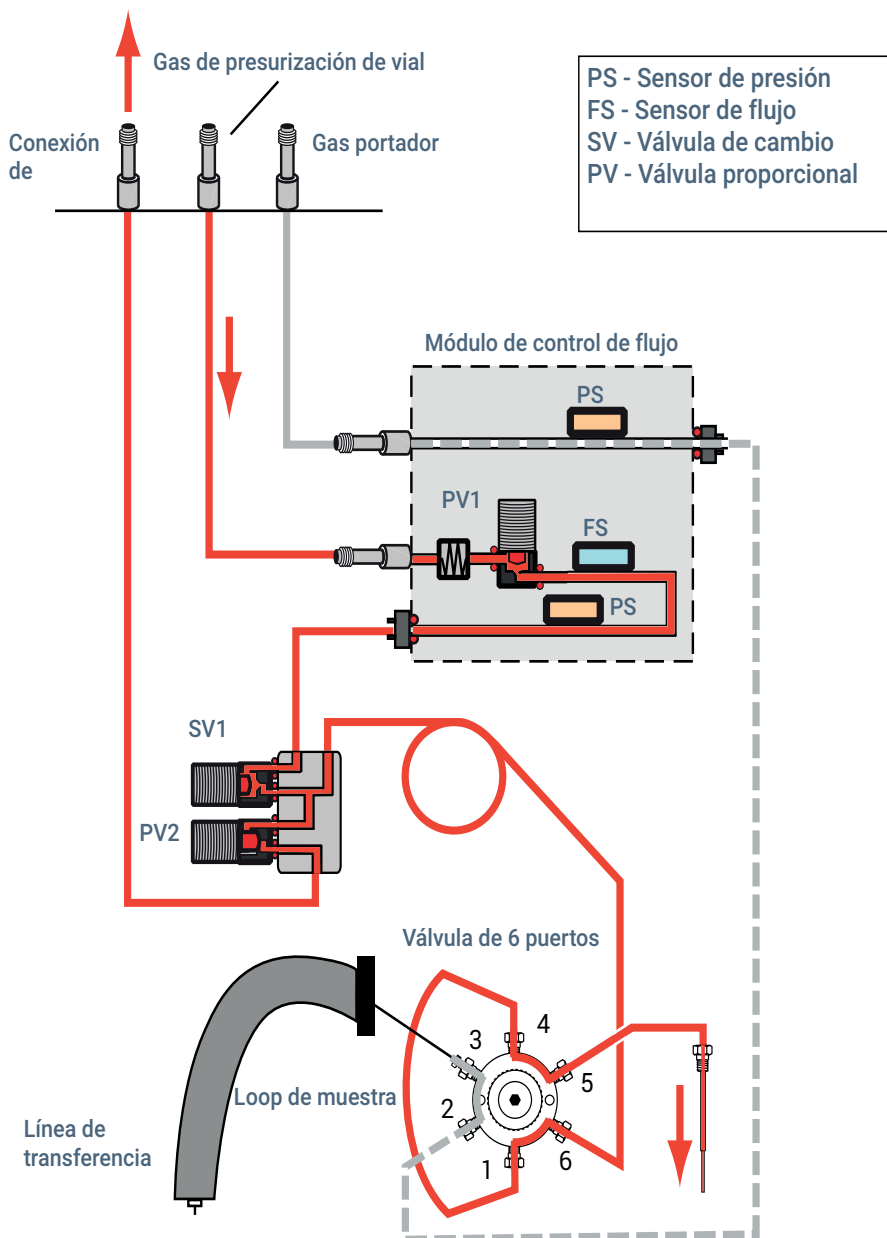


Figura 23. Pasos de flujo durante el tiempo de purga

Para establecer los parámetros de ventilación y purga, vaya a **Method > Headspace (Método > Espacio de cabeza)** y desplácese a los ajustes de ventilación y purga. Estos parámetros solo se aplican cuando se utiliza un modo de extracción distinto al individual. Para extracciones individuales, la presión del vial siempre se purga durante el ciclo de inyección.

Tabla 12 Parámetros de ventilación y purga

Parámetro	Comentarios
Ventile la presión del vial después de la última extracción	Durante un ciclo de inyección que inicia un análisis del GC, ventile la presión residual del vial. El vial se vuelve a presurizar para la siguiente extracción.
Ventile la presión del vial entre extracciones de concentración	Seleccione esta opción para ventilar la presión del vial entre cada extracción. El vial se vuelve a presurizar para la siguiente extracción.
Modo de flujo de purga	Predeterminado: El HS purga el loop de muestra, la ventilación y una sonda de muestra con un flujo de 100 mL/min de gas de presurización de vial durante 1 minuto. Personalizado: Introduzca la velocidad y el tiempo del flujo de purga. Desactivado: No se recomienda. El HS no purga entre muestras.
Flujo de purga	El tiempo asignado para que el vial se equilibre a presión durante la presurización del vial. El tiempo de inyección predeterminado es de 0,50 minutos.
Tiempo de purga	El tiempo asignado para purgar la sonda de muestra, el loop y la ventilación.

Si experimenta el efecto memoria, intente aumentar el flujo de purga o el tiempo de purga para barrer los vapores residuales de muestra del sistema.

Tenga en cuenta que, normalmente, el HS purga la sonda de muestra (incluido el loop de muestra) y la ventilación durante la primera mitad del tiempo de purga. Posteriormente, cierra la válvula de ventilación para purgar solo la sonda de muestra (y el loop de muestra). Si el tiempo de purga es de 0,1 a 0,2 minutos, durante los primeros 0,1 minutos se purga la ventilación y la sonda de muestra, y durante el tiempo restante se purga solo la sonda. Si el tiempo de purga es inferior a 0,1 minutos, el HS purga la sonda de muestra y la ventilación durante todo el tiempo.

Otros parámetros

Además de los parámetros descritos anteriormente, el resto de parámetros del método del muestreador de espacio de cabeza se explican en las siguientes secciones:

Extraction mode

Comprobación de fugas dinámicas

Resumen de los parámetros del método

Acciones de secuencia de método

Uso de un incremento de parámetro

Se utiliza el lector de códigos de barras, establezca los tipos de códigos de barras usados desde la pantalla táctil en **Settings (Ajustes)**. Consulte la sección **“Settings > Configuration > Headspace (Ajustes > Configuración > Espacio de cabeza)”** en la página 62. En la interfaz del navegador, estos ajustes aparecen en **Method > Configuration > Headspace (Método > Configuración > Espacio de cabeza)**.

Desarrollo y mejora del método

En esta sección se explica cómo mejorar un método mediante el uso de varias funciones del HS 8697. Ofrece consejos útiles e información contextual que le ayudará a desarrollar métodos con el HS. No se trata de una discusión general sobre la cromatografía de espacio de cabeza, sino más bien de una recopilación de información para ayudarle a usar el HS 8697 del mejor modo posible.

Uso de un incremento de parámetro

El objetivo del método inicial es obtener resultados con seguridad, *cualquier* resultado. Una vez que haya determinado que un método extrae con seguridad suficiente muestra que pueda ser analizada por el GC (o GC/MS), el siguiente paso suele ser determinar empíricamente la temperatura de equilibrio, el tiempo y el nivel de agitación que ofrezcan la mejor optimización para sus necesidades.

Para ello, utilice la función de incremento de parámetro del HS. Esta función incrementará la temperatura del horno, el tiempo de equilibrio del vial o el nivel de agitación del vial en una cantidad establecida en análisis consecutivos.

Para usar un incremento de parámetro:

- 1 Abra una conexión al GC mediante la interfaz del navegador.
- 2 Vaya a la pestaña **Method (Método)** y cargue el método deseado.
- 3 Desplácese a **Miscellaneous (Method Development) (Otros (desarrollo de métodos))**.
- 4 Active **Would you like to increment a method setting over subsequent runs? (¿Le gustaría incrementar el ajuste de un método en análisis posteriores?)**.
- 5 Seleccione **Temperature (Temperatura)**, **Vial shaking (Agitación de vial)** o **Vial equilibration hold time (Tiempo de espera de equilibrio del vial)**.
- 6 Introduzca los parámetros adecuados. Consulte **“Temperatura del horno”**, **“Tiempo de equilibrio del vial”** o **“Nivel de agitación del vial”** a continuación para obtener más información.
- 7 Guarde el método.
- 8 Determine el número de viales de muestras necesarios.
 - El parámetro se incrementará hasta que sobrepase el límite superior especificado. (Para ver un ejemplo, consulte la **Tabla 13**.)
 - Divida el intervalo por el incremento y redondee.
- 9 Prepare los viales de muestra y cárguelos en la bandeja (o carrusel).
- 10 Cree una secuencia para ejecutar cada vial con el método de incremento de parámetro.
- 11 Inicie la secuencia.
 - El HS iniciará la secuencia, analizando un vial a la vez, e incrementará los parámetros seleccionados con cada iteración hasta que sobrepase el límite superior especificado en cualquier parámetro.

- Vea los parámetros del método actual mediante la pantalla de estado. A medida que el HS incrementa el parámetro del método para cada nuevo vial, el nuevo valor se muestra como la temperatura, el tiempo o el nivel de agitación del valor establecido.

Temperatura del horno

Cuando incrementa la temperatura del horno, considere lo siguiente:

- Unas temperaturas más altas suelen mejorar las áreas de pico.
- No sobrepase el punto de ebullición del disolvente (o analito).
- El incremento de temperatura puede aumentar el rendimiento.
- Todas las zonas térmicas aumentan a la misma velocidad. Si una zona calentada alcanza (o sobrepasa) su temperatura máxima, se mantendrá en su temperatura máxima para cualquier vial restante. Por ejemplo, considere una temperatura inicial del horno de 175 °C, una temperatura de la línea de transferencia de 200 °C y una temperatura del loop de muestra de 190 °C. Si se incrementa 10 °C, en el quinto análisis, la temperatura del loop de muestra debería ser de 230 °C mientras que el horno estaría a 215 °C. Dado que se sobrepasaría la temperatura máxima del loop de muestra, en su lugar la temperatura se mantiene a 225 °C para el quinto y sexto análisis. Vea el ejemplo de la **Tabla 13**.

Tabla 13 Temperaturas de ejemplo, en °C, durante un incremento del parámetro de 10 °C por paso

Horno	Línea de transferencia	Loop de muestra
175	200	190
185	210	200
195	220	210
205	230	220
215	240	225
225	250	225

- Los viales de este caso se analizan en serie. No hay superposición, ya que la temperatura del horno es distinta para cada vial.
- No introduzca una serie que sobrepase el número de viales disponibles en la bandeja.

Tiempo de equilibrio del vial

Cuando incremente el tiempo de equilibrio del vial, considere lo siguiente:

- Aumente el tiempo de equilibrio si el incremento de temperatura puede introducir más disolvente que analito, o degradaría la muestra.
- Los viales de este caso no se puede superponer.
- No introduzca una serie que sobrepase el número de viales disponibles en la bandeja.

Nivel de agitación del vial

Cuando incrementa el tiempo de agitación del vial, considere lo siguiente:

- Los viales de este caso deben analizarse en serie, ya que el nivel de agitación es distinto para cada vial.
- La agitación ayuda más con analitos de alto K, mayores cantidades de muestra líquida y muestras líquidas más viscosas.

Vial size

El HS determina el tamaño del vial con la pinza o al cargar el vial en la sonda de muestreo.

Agitación del vial

El HS puede agitar viales en el horno a 9 niveles. Introduzca **0** para desactivar la agitación, o introduzca de **1** a **9**, siendo 9 la agitación más elevada.

Unos niveles de agitación más elevados pueden incrementar los recuentos de área a una determinada temperatura del horno.

Tamaño del loop de muestra

Configure siempre el tamaño del loop de muestra correcto. El HS controla determinados parámetros operativos, como el relleno del loop de muestra, basados en el volumen del loop de muestra configurado.

Los loops más grandes pueden ayudar a realizar análisis de trazas en los límites de detección.

Los loops más pequeños pueden ayudar a alcanzar una fidelidad de pico cuando se conectan directamente a la columna del GC.

Presurización del vial

Tal como se describe en **“Muestreo de espacio de cabeza estático usando una válvula y un loop”** en la página 10, el HS presuriza el vial, lo ventila a la atmósfera a través del loop de muestreo. El HS puede controlar la velocidad de transferencia de gas a través del loop, así como la presión inicial del cabezal dentro del vial y la presión residual que permanece en el vial cuando finaliza el muestreo.

- Para obtener resultados más reproducibles, asegúrese de que el vial contiene suficiente presión para barrer el loop de muestra más de una vez. Si el vial desarrolla menos de 70 kPA (10 psi) durante un equilibrio térmico, considere la posibilidad de añadir gas adicional para incrementar esa presión. Si la presión del vial es baja, puede causar problemas de reproducibilidad o pocas áreas de picos (debido a que llega una muestra insuficiente al loop de muestra).
- El HS puede presurizar el vial usando 3 modos diferentes. Utilice un modo de presurización del vial apropiada para la muestra.
- Establezca una presión del vial objetivo superior a la presión desarrollada durante un equilibrio térmico. (De lo contrario, purgará accidentalmente la muestra.)

Flow to pressure

Este es el modo predeterminado de presurización del vial y es adecuado para la mayoría de análisis. El HS utiliza una velocidad de flujo fija para presurizar el vial a un nivel especificado. Esto proporciona menos "sacudida" al vial.

- Evite una velocidad de flujo alta si el cambio en la presión del vial es pequeño.
- Las opciones personalizadas de llenado del loop de muestra están disponibles cuando se utiliza este modo.

Presión

En este modo, el HS presuriza el vial hasta el nivel objetivo lo más rápido posible. Este modo duplica el proceso utilizado en muestreadores de espacio de cabeza anteriores de Agilent (G1888 y 7694). Las opciones personalizadas de llenado del loop de muestra están disponibles cuando se utiliza este modo.

Volumen constante

En este modo, el vial desarrolla su presión interna natural. Posteriormente, el muestreador del HS inserta un volumen fijo de gas en el vial. En este caso, no se conoce la presión final real del vial, ya que depende de la presión inicial y de la compresibilidad del volumen de gas añadido.

Puesto que se desconoce la presión interna del vial, este modo excluye el uso de opciones avanzadas de llenado del loop de muestra. El HS determinará los mejores ajustes para llenar el loop de muestra.

Este modo resulta útil cuando son importantes las cantidades molares exactas.

Cuando se utiliza este modo, es posible que la presión del vial sea insuficiente. Si la presión final del vial después del muestreo fuese < 1 psi (unos 7 kPa), el HS detendrá el muestreo cuando la presión del loop/vial de la muestra alcance 1 psi.

Llenado del loop de muestra

El HS proporciona dos modos de llenado del loop de muestra: **predeterminado** y **personalizado**. En el modo **personalizado**, puede controlar la cantidad de presión del vial empleada para llenar el loop estableciendo la presión final del loop (vial) de muestra residual y la velocidad de rampa para llenar el loop de muestra.

9 Desarrollo de métodos
Llenado del loop de muestra

Independientemente del modo, debe desarrollar o añadir suficiente presión al vial antes de llenar el loop de muestra. El llenado del loop depende del diferencial de presión entre el vial y el loop (que se purga a la atmósfera). Consulte la sección **Figura 24**. Con una presión inicial del vial muy baja, por ejemplo de 7 kPa (1 psi), dependerá más de la difusión que del flujo de gas para transferir la muestra al loop. Los resultados se verán afectados.

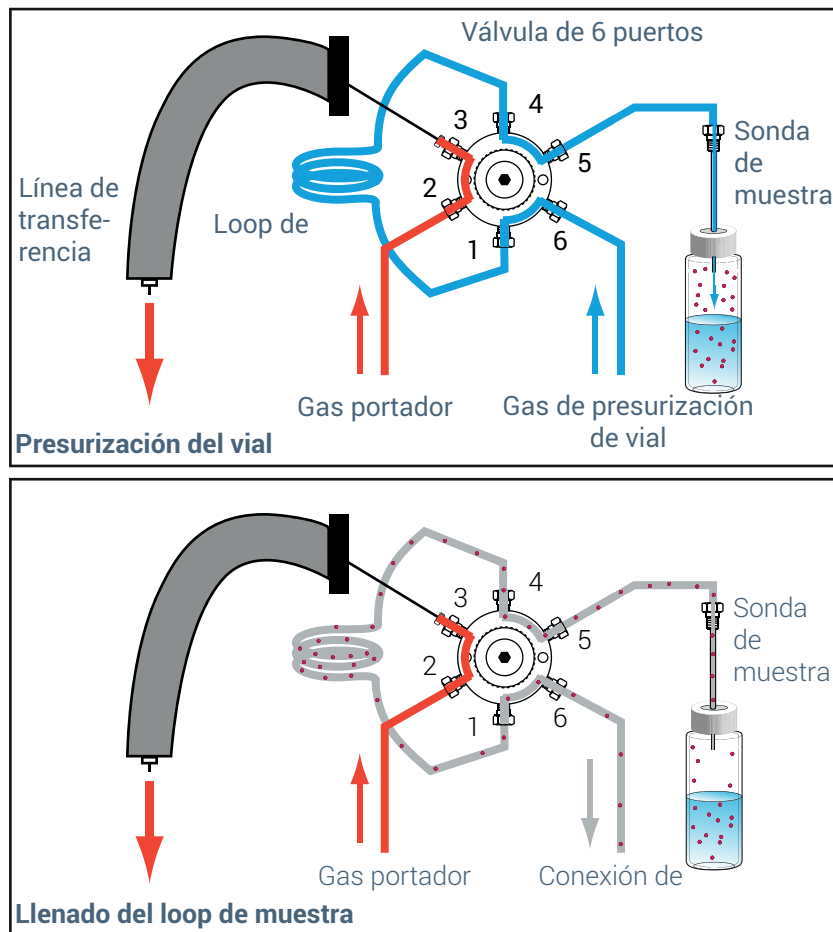


Figura 24. Llenado del loop de muestra

Para lograr una transferencia de muestras adecuada y reproducible al loop, desarrolle o añada suficiente presión al vial.

Si comienza con una presión inicial del vial baja (<70 kPa (10 psi)), trate de incrementar la presión del vial. Si los resultados o la reproducibilidad mejoran, no había suficiente presión para llenar el loop de muestra.

Default

Este modo debería ser suficiente para muchos análisis. En función de la presión inicial del vial (que se conoce excepto cuando se utiliza el modo de presurización del vial de **volumen constante**), el HS calcula una velocidad de flujo óptima y una presión final del vial para llenar el loop de muestra. El HS llenará el loop de muestra del vial, ajustando la velocidad de flujo, hasta que el loop de muestra se barra al menos una vez con la muestra.

Si la presión inicial del vial es baja, el HS realizará ajustes.

- La presión final del vial no puede ser < 1 psi (6,9 kPa) en NTP.
- Cuando se utiliza el modo de llenado del vial de volumen constante, es posible que la presión del vial sea insuficiente. Si la presión del vial al comienzo del muestreo diese lugar a una presión final del loop/vial de muestra < 1 psi (~7 kPa), el HS detendrá el muestreo cuando la presión del loop/vial de muestra alcance 1 psi.

Cómo calcula el HS el parámetro de llenado del loop de muestra predeterminado: El HS tiene en cuenta el tamaño del vial y las condiciones atmosféricas a la hora de calcular el volumen del loop de muestra predeterminado.

Tamaño del vial	Presión absoluta	Velocidad de rampa
10 mL	Presión final - 2/3 de la presión inicial	40 psi/min
20 mL	Presión final - 5/6 de la presión inicial	20 psi/min

La presión de NTP que aparece en el instrumento es Presión absoluta - 1 atmósfera estándar.

Personalizado

En este modo, puede establecer la velocidad a la que se llena el loop, la presión final del loop de muestra y un tiempo para que el loop se equilibre después de llenarse. Consulte la **Figura 24** según sea necesario.

Velocidad de rampa del loop: La velocidad de caída de presión del vial y a través del loop. Si sospecha que se está perdiendo una cantidad excesiva de muestra durante el llenado del loop, disminuya la velocidad de flujo.

Presión final del loop: Dado que el loop de muestra y el vial están conectados, esta también es la presión final del vial. El HS no puede aplicar un vacío en un vial.

- En general, establezca un valor > 7 kPa (1 psi).
- La presión final debería proporcionar suficiente caída de presión desde el valor inicial para garantizar que se llena el loop de muestra.
- Si se establece en **0**, el HS controlará el llenado del loop de muestra hasta que la presión del loop de muestra (y del vial) alcance 1 psi (unos 6,9 kPa). A continuación, la válvula de ventilación se abrirá completamente. El HS no controla el sistema de muestreo en este punto. Cuando la presión llega a 0 en relación con la atmósfera, la válvula de ventilación se cierra. Puede que el uso de este ajuste no ofrezca resultados reproducibles.
- Si se establece un valor entre 0 y 1 psi (6,89 kPa), aparece una advertencia. El HS intentará controlar la ventilación hasta este valor, pero puede que exista una pérdida de reproducibilidad o de muestra.

Equilibrio del loop: Fije un tiempo para que el loop de muestra se estabilice después del llenado.

Posibles problemas

- Si utiliza un loop de muestra pequeño y las áreas de pico son pequeñas, es posible que esté barriendo el loop en exceso. Si la diferencia entre la presión inicial y la final del vial es demasiado grande dadas las condiciones de muestra y el tamaño del loop, es posible que fluya demasiada muestra por el loop para poder ventilarlo. Intente reducir la presión del vial o disminuir la diferencia entre la presión inicial y la final (lo que reduce la cantidad de tiempo que el volumen de espacio de cabeza barre en el loop de muestra).
- Si utiliza un loop de muestra grande y las áreas de pico son pequeñas, es posible que no esté barriendo suficiente muestra en el loop. Intente aumentar la presión del vial o establecer una presión final del loop inferior (lo que aumenta la cantidad de tiempo que el volumen de espacio de cabeza barre en el loop de muestra).

Extraction mode

Existen tres (3) modos de extracción disponibles, **individual**, **múltiple** y **concentrada**. Consulte **“Secuencias, modos de extracción y perforaciones de viales”** en la página 53 para obtener descripciones detalladas del comportamiento del HS para cada modo.

Extracción individual

En este modo, el HS equilibra el vial, lo perfora una vez, llena el loop de muestra (una "extracción") y luego inicia un análisis mientras inyecta la muestra en el GC.

Si un vial aparece más de una vez en una secuencia, se vuelve a procesar por completo (ya sea en modo independiente o si utiliza un sistema de datos de Agilent).

Múltiples extracciones

Dos usos normales del modo de extracción múltiples son los estudios cinéticos y la calibración.

Tenga en cuenta que el vial se perfora solamente durante las extracciones.

Concentrated extractions

Este modo puede resultar útil para análisis de trazas, donde la muestra puede acumularse en el inyector de GC u otra trampa antes de que se barra a la columna del GC. Este modo requiere el uso de un inyector multimodo u otro tipo de trampa.

Optimización del rendimiento

El HS gestiona automáticamente sus tiempos para maximizar el rendimiento de las muestras que se le envían para su procesamiento. Al iniciar una secuencia, se comparan los métodos utilizados para cada vial y después se determina cómo y cuándo colocar cada vial en el horno para minimizar cualquier parada entre los análisis del GC. Su análisis depende de:

- Los parámetros temporales del HS (tiempos de espera, tiempos de equilibrio, etc.)
- La precisión del tiempo de ciclo del GC introducido
- El número de muestras contiguas en la secuencia que utilizan el mismo periodo
- Las diferencias en los parámetros del HS entre cada método
- Cualquier diferencia entre el tiempo de análisis real del GC y los valores introducidos para los parámetros del HS, como programas de presión o flujo del gas portador.

Los análisis de rendimiento del HS no consideran otros ajustes del GC, como la temperatura de horno del GC o cambios de temperatura de inyector. El HS no puede tener en cuenta el tiempo de espera del disolvente del MS u otros eventos externos que se producen después de que termine el análisis del GC. Debe incluir estos tipos de problemas de tiempo en el parámetro **GC Cycle (Ciclo del GC)** Por ejemplo, supongamos que programa la temperatura del inyector. El inyector debe enfriarse antes del siguiente análisis. Esto tardará un tiempo, durante el cual el GC está en estado No listo y puede que el HS tenga muestras en el horno. Si el enfriamiento tarda demasiado, las muestras permanecerán en el horno del HS demasiado tiempo y se activará la secuencia de acción **Sistema no listo**. En este caso, es posible que deba considerar aumentar el **ciclo del GC**.

Las prácticas que pueden aumentar el rendimiento son:

- Agrupar las muestras que utilicen una agitación y una temperatura del horno del HS similares.
- Disponer las muestras para evitar calentar y luego enfriar el horno del HS. Analizar las muestras para aumentar la temperatura del horno del HS.

Las prácticas que pueden disminuir el rendimiento son:

- Introducir líneas consecutivas en la secuencia que cambien los parámetros del horno del GC o de la agitación.
- Introducir líneas de secuencia consecutivas que requieran enfriar el horno del GC, calentarlo y luego enfriarlo de nuevo.

Configuración para un nuevo método

Aunque el HS puede ejecutar secuencias que incluyen muchos métodos, todos los métodos utilizados durante una única secuencia de HS deben tener en común lo siguiente:

- Mismo tamaño del loop de muestra
- Mismos tipos de gas

El resto de parámetros, incluido el tamaño del vial, pueden variar entre las muestras de la secuencia.

Cualquier muestra que requiera un tamaño del loop de muestra o un tipo de gas diferente se puede ejecutar al mismo tiempo que las muestras para ese otro método. Instale el hardware necesario y vuelva a configurar el HS.

Realización de análisis en blanco

Realice siempre varios análisis en blanco después de desarrollar un método. Use estos análisis en blanco para comprobar si existe un efecto memoria. En caso de que haya, soluciónelo. Consulte el manual de *resolución de problemas*.

Mantenimiento preventivo asistido del HS 104

En este capítulo se explican las funciones del mantenimiento preventivo asistido del muestreador de espacio de cabeza.

Mantenimiento preventivo asistido del HS

El HS añade varios contadores a las funciones del EMF del GC, que se encuentran en la pantalla táctil o en la interfaz del navegador en **Maintenance > Headspace (Mantenimiento > Espacio de cabeza)**. La **Tabla 14** que se muestra a continuación muestra los artículos consumibles a los que el HS realiza un seguimiento, así como el tipo de evento que el HS utiliza para realizar un seguimiento del artículo consumible. Por ejemplo, el HS realiza un seguimiento del uso de la línea de transferencia mediante el recuento de ciclos de inyección.

Tabla 14 Contadores 8697

Elemento	Contador
Almohadillas de pinzas	Movimientos de la pinza de la bandeja
Tiempo de encendido de espacio de cabeza	Tiempo de actividad del instrumento
Recuento de análisis del espacio de cabeza	Ciclos de inyección
Sonda	Ciclos de inyección
Loop de muestra	Ciclos de inyección
Rotor de 6 puertos	Ciclos de inyección
Válvula de 6 puertos	Ciclos de inyección
Línea de transferencia	Ciclos de inyección
Calibración de bandeja	Tiempo de actividad del instrumento
Tubo de ventilación	Ciclos de inyección
Válvula de ventilación	Ciclos de inyección

Antes de comenzar una secuencia, el GC comprueba los contadores de EMF del HS para la vida útil disponible. Si al ejecutar la secuencia, uno de los contadores de EMF activa una advertencia de servicio, el GC mostrará un mensaje de advertencia pero no impedirá la ejecución de la secuencia.

Establezca, restablezca o desactive el EMF del HS como cualquier otro EMF en el GC. Consulte el GC para obtener más información acerca de cómo usar el EMF.