

INSTRUCTIVO PARA MANEJO Y VERIFICACIÓN DEL CROMATOGRAFO DE GASES DEL LABORATORIO DE PLAGUICIDAS Y SALUD DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

1. OBJETIVO

Establecer las instrucciones para el manejo del cromatógrafo de gases Agilent 6890N del laboratorio de Plaguicidas y Salud de la Universidad del Quindío.

2. ALCANCE

Este procedimiento se aplica a los procesos de investigación y prestación de servicios del laboratorio de plaguicidas y salud.

3. GLOSARIO

Cromatografía de gases:

Es una técnica de separación en donde los componentes a ser separados están distribuidos entre dos fases, una fase estacionaria que es un líquido soportado en una columna y una fase móvil que es un gas inerte. El proceso de separación se produce por la interacción de los analitos con la fase estacionaria de la columna.

4. ACTIVIDADES

4.1 Encendido del equipo

Diríjase al cuarto de gases y verifique que la válvula de gas se encuentra abierta, de no estarlo abrirla hasta que la presión del barómetro se estabilice, purgue por unos segundos el sistema abriendo la válvula de escape.

Abra la válvula de paso al equipo.

Diríjase nuevamente al equipo y abra la válvula pequeña del nitrógeno grado analítico 5.0 hasta que la presión se estabilice, espere 1 minuto aproximadamente a que el equipo llene por completo los ductos del gas.

Encienda el equipo con el botón ubicado en la parte inferior izquierda y espere a que el equipo reconozca el auto-inyector, y espere hasta que el equipo le indique en la pantalla táctil que ya ha encendido.

**INSTRUCTIVO PARA MANEJO Y VERIFICACIÓN DEL CROMATOGRÁFO DE GASES DEL LABORATORIO DE
PLAGUICIDAS Y SALUD DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO**

Figura 1. Sistema de gases de nitrógeno analítico 5.0



4.2. Instalación de cilindro de gas comprimido para nitrógeno grado analítico 5.0

Cierre la válvula de suministro del gas que está conectado al cromatógrafo de gases.

Diríjase al cuarto de gases y ubique cuidadosamente la bala de gas que desea instalar. Asegúrese que el contenido del cilindro sea el indicado leyendo etiquetas y marcas.

Retire los sellos de seguridad que recubren la salida del gas, con la ayuda de un papel absorbente, limpie cuidadosamente la zona de salida del gas y el conector de la línea de gases.

Coloque cinta teflón en la punta del conector de la línea de alimentación del gas con el cilindro de nitrógeno.

Conecte cuidadosamente la línea de alimentación al cilindro, asegúrese de que la línea entre lo más recto posible y ajuste con la ayuda de una llave inglesa.

Verifique que las válvulas de purga y entrada se encuentren cerradas.

Abra cuidadosamente la válvula de suministro de gas, para evitar un cambio brusco en la liberación de presión.

Verifique cada una de las terminaciones de los conectores que no tengan fugas con la ayuda de una solución tenso-activa (shoop o solución de jabón)

Realizar dos purgas al sistema abriendo y cerrando la válvula de purga y posteriormente verifique que la válvula de purga quede cerrada completamente.

Abra la válvula de alimentación de nitrógeno y deje que la presión se estabilice, registre la presión de entrada y de salida.

INSTRUCTIVO PARA MANEJO Y VERIFICACIÓN DEL CROMATOGRAFO DE GASES DEL LABORATORIO DE PLAGUICIDAS Y SALUD DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Observaciones:

Cuando el equipo se apague, cerrar las válvulas de paso al cromatógrafo y posteriormente desplazarse hasta el cuarto de gases y registrar la presión de entrada y de salida, luego cerrar las válvulas de paso.

4.3. Software del equipo (instrument 1)

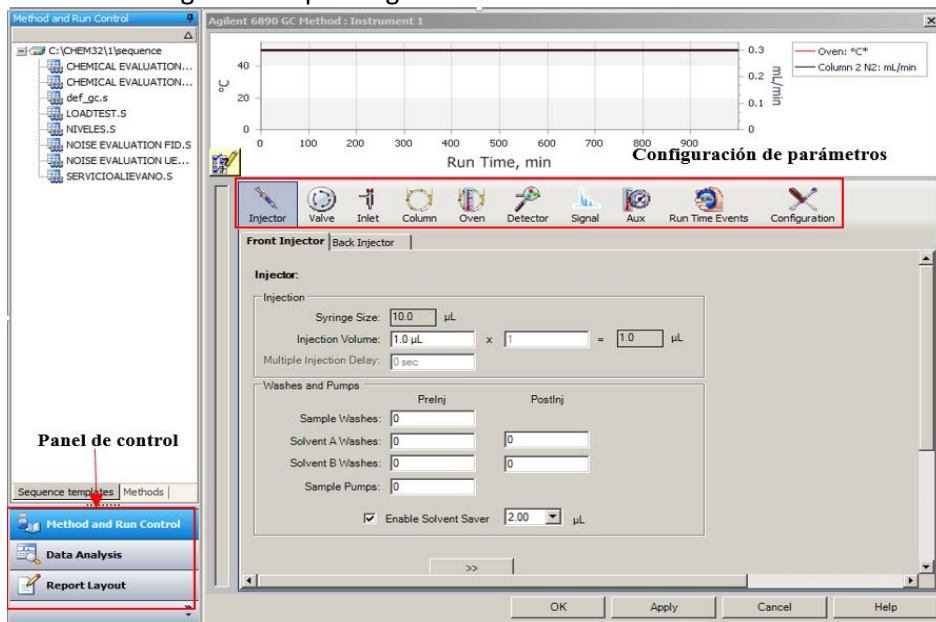
Para iniciar el software del equipo presione doble click en el icono de instrument 1 en el escritorio.

Figura 2. Icono del software del equipo



Nota: asegúrese que al dar doble click en el icono el controlador del instrumento este iniciando correctamente.

Figura 3. Esquema general del software instrument 1



INSTRUCTIVO PARA MANEJO Y VERIFICACIÓN DEL CROMATOGRAFO DE GASES DEL LABORATORIO DE
PLAGUICIDAS Y SALUD DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Figura 4. Módulo de los parámetros para el inlet

Injector Valve **Inlet** Column Oven Detector Signal Aux Run Time Events

Front Inlet Back Inlet

Split-Splitless Inlet

Setpoint

☒ Heater: 50 °C

☒ Pressure: 1.6 psi

☒ Total Flow: (N2) 7.8 mL/min

Mode: Splitless

Purge Flow to Split Vent: 5.0 mL/min at 0.00 min

Gas Saver: 20.0 mL/min After: 2.00 min

OK Apply Cancel Help

Figura 5. Módulo de los parámetros de la columna

Injector Valve Inlet **Column** Oven Detector Signal Aux Run Time Events

Column 1 Column 2

Column: (HP-5 5% Phenyl Methyl Siloxane)

Gas settings: (N2)

Mode: Const Flow

Setpoint

Pressure: 1.6 psi

Flow: 0.3 mL/min

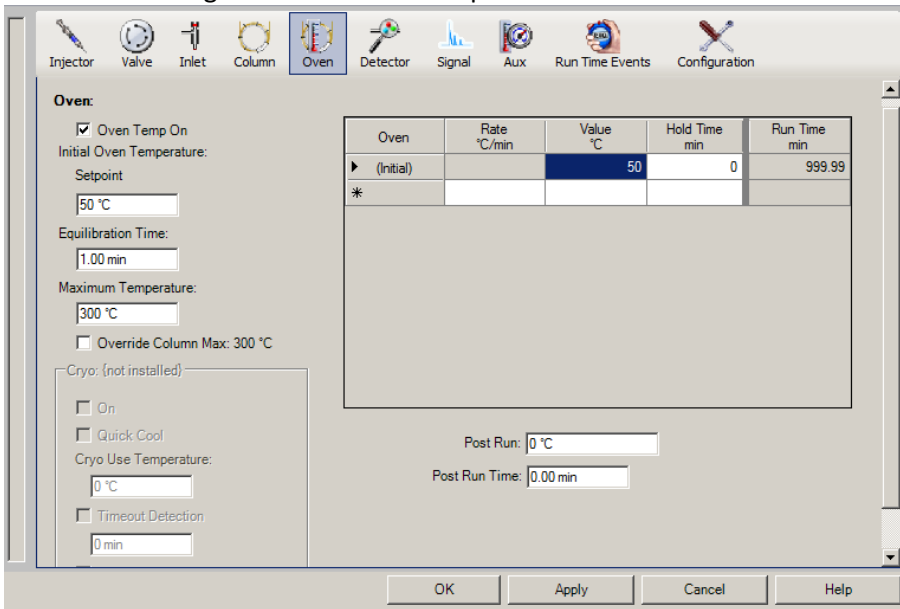
Average Velocity: 6 cm/sec

Post Run: 0 mL/min

OK Apply Cancel Help

INSTRUCTIVO PARA MANEJO Y VERIFICACIÓN DEL CROMATOGRAFO DE GASES DEL LABORATORIO DE
PLAGUICIDAS Y SALUD DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Figura 6. Módulo de los parámetros del horno



Oven:

☒ Oven Temp On

Initial Oven Temperature:

Setpoint:

Equilibration Time:

Maximum Temperature:

☐ Override Column Max: 300 °C

Cryo: (not installed)

☐ On

☐ Quick Cool

Cryo Use Temperature:

☐ Timeout Detection

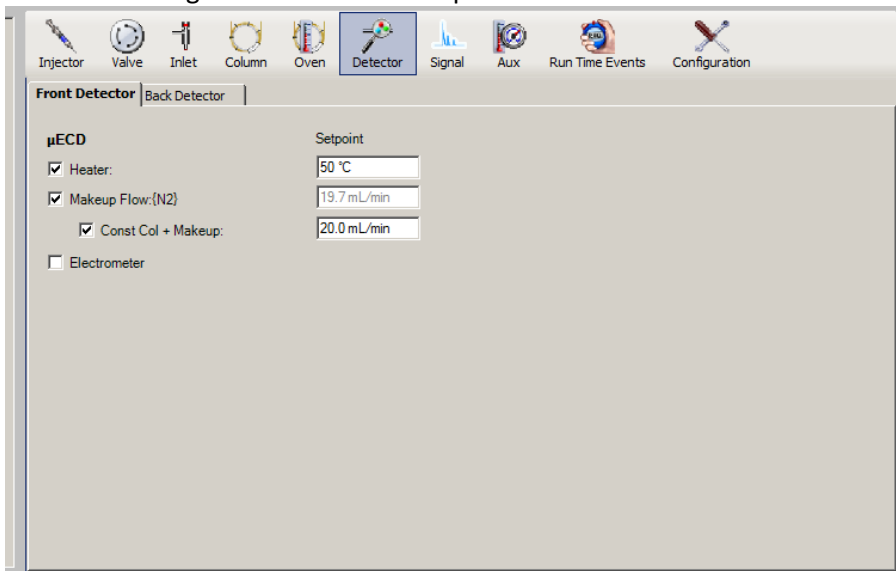
Oven	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
► (Initial)		50	0	999.99
*				

Post Run:

Post Run Time:

OK Apply Cancel Help

Figura 7. Módulo de los parámetros del detector



Front Detector Back Detector

μECD

☒ Heater:

☒ Makeup Flow: (N2)

☒ Const Col + Makeup:

☐ Electrometer

En la figura 7 se pueden ver dos opciones de detectores, el equipo del laboratorio de Plaguicidas y Salud, cuenta con dos tipos de detectores uno es μ -ECD y el otro FID, front detector y back detector respectivamente.

INSTRUCTIVO PARA MANEJO Y VERIFICACIÓN DEL CROMATOGRÁFO DE GASES DEL LABORATORIO DE PLAGUICIDAS Y SALUD DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

4.4. Creación de métodos instrumentales

La creación de un nuevo método siempre significa la modificación de uno de los métodos actuales y guardar las modificaciones realizadas con un nombre nuevo, se debe tener en cuenta que cuando es modificado un método existente o actual, la versión en el disco permanece sin cambios hasta cuando estos se hayan guardado correctamente.

Edición de métodos

Figura 8. Esquema para modificación de métodos cromatográficos (software chemstation)

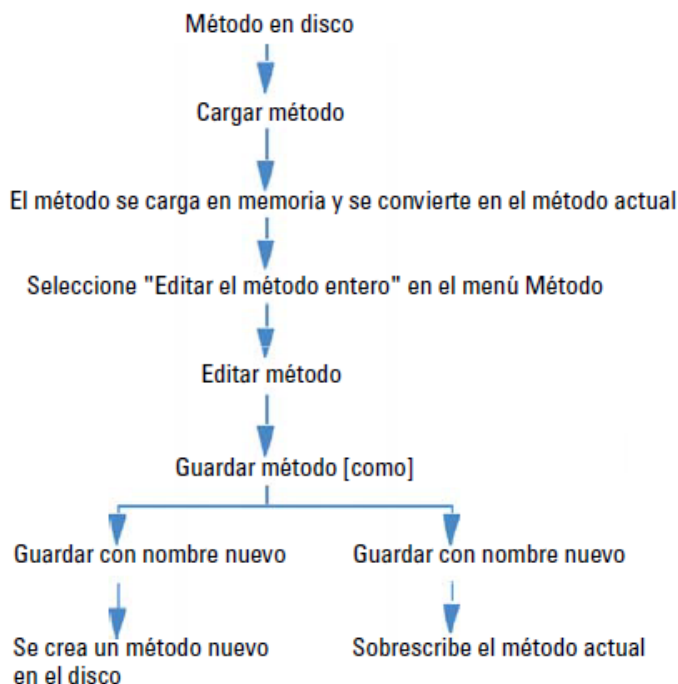
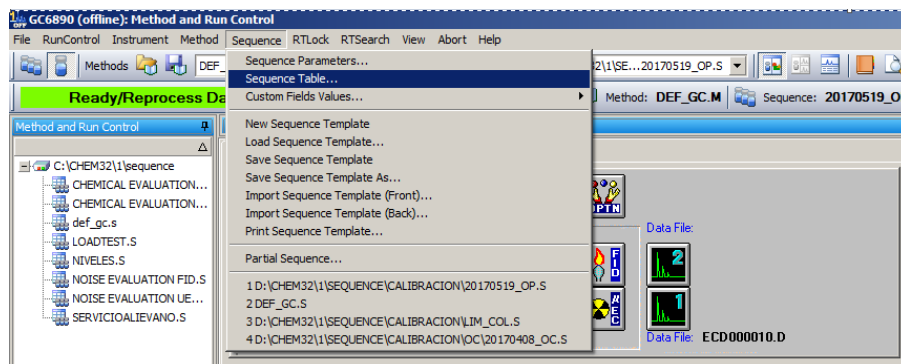
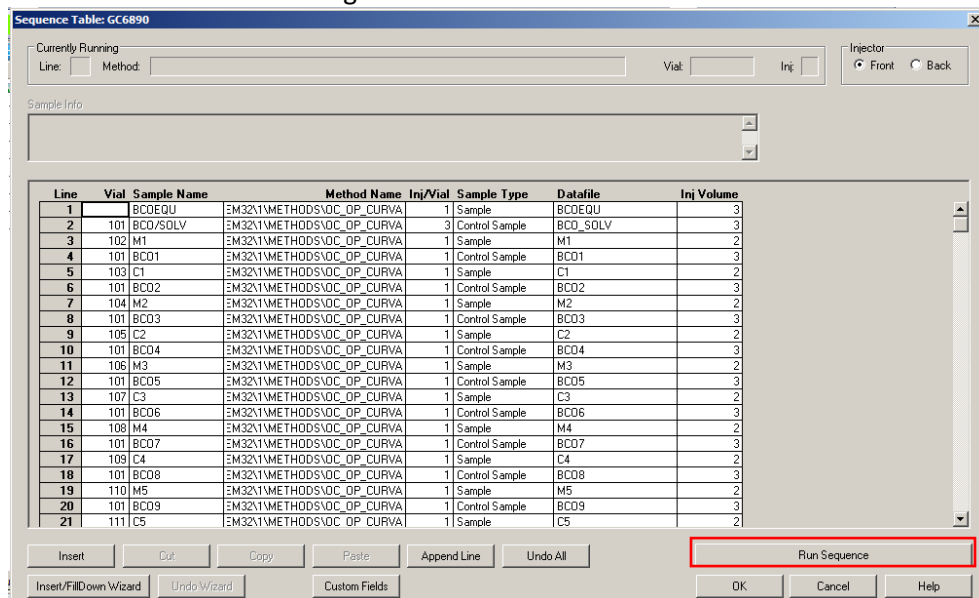


Figura 9. Como generar una tabla de secuencia



INSTRUCTIVO PARA MANEJO Y VERIFICACIÓN DEL CROMATOGRAFO DE GASES DEL LABORATORIO DE
PLAGUICIDAS Y SALUD DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

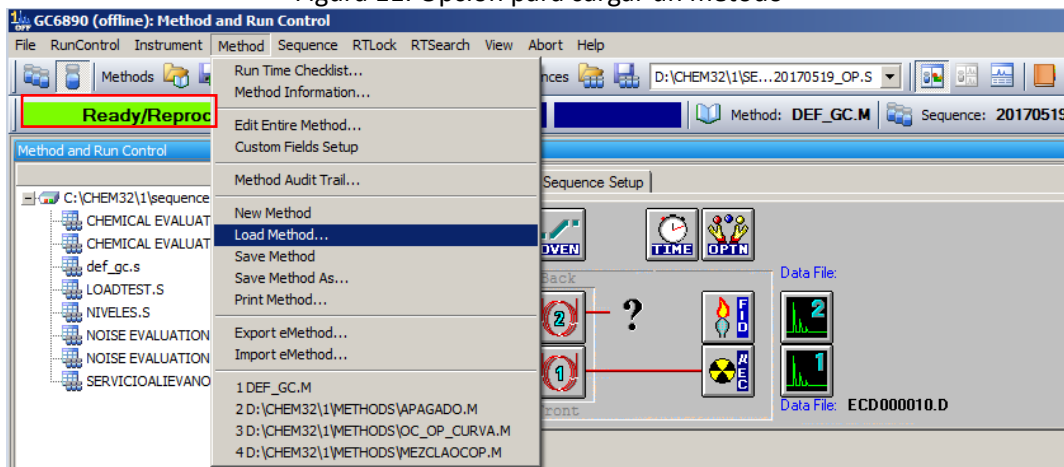
Figura 10. Tabla de Secuencia



Line	Vial	Sample Name	Method Name	Inj/Vial	Sample Type	Datafile	Inj Volume
1		BC0EQU	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	BC0EQU	3
2	101	BC0/SOLV	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	3	Control Sample	BC0_SOLV	3
3	102	M1	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	M1	2
4	101	BC01	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Control Sample	BC01	3
5	103	C1	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	C1	2
6	101	BC02	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Control Sample	BC02	3
7	104	M2	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	M2	2
8	101	BC03	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Control Sample	BC03	3
9	105	C2	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	C2	2
10	101	BC04	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Control Sample	BC04	3
11	106	M3	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	M3	2
12	101	BC05	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Control Sample	BC05	3
13	107	C3	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	C3	2
14	101	BC06	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Control Sample	BC06	3
15	108	M4	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	M4	2
16	101	BC07	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Control Sample	BC07	3
17	109	C4	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	C4	2
18	101	BC08	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Control Sample	BC08	3
19	110	M5	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	M5	2
20	101	BC09	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Control Sample	BC09	3
21	111	C5	EM32\1\METHODS\VOC_OP_CURVA	1	Sample	C5	2

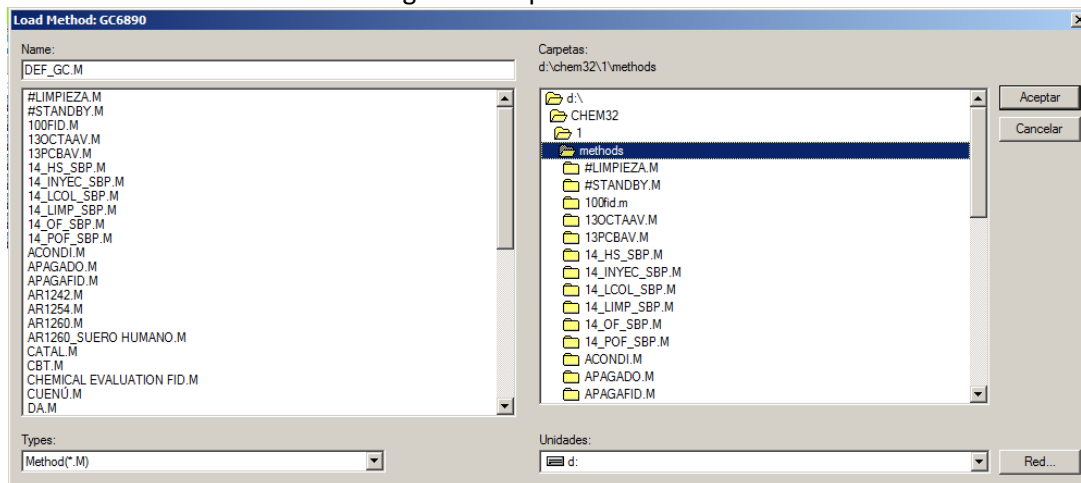
En la figura 9 se puede observar la opción “sequence table” da click derecho y luego se abre una tabla de secuencia como se puede observar en la figura 10, en la tabla de secuencia es necesario especificar en qué parte del auto inyector se encuentra la muestra a analizar, además, debe diligenciar un nombre que distinga la muestra analizada y el método con el que se va a realizar el análisis, luego se digita la cantidad en μL que se van a inyectar de muestra, posterior a esto se dirige a la parte inferior donde dice “run sequence” y se da click derecho y se espera a que el método que escogió para el análisis cargue las condiciones, luego el equipo automáticamente busca la muestra y realiza su inyección

Figura 11. Opción para cargar un método



INSTRUCTIVO PARA MANEJO Y VERIFICACIÓN DEL CROMATOGRÁFO DE GASES DEL LABORATORIO DE PLAGUICIDAS Y SALUD DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Figura 12. Tipos de métodos



Para cargar un método se dirige a la barra de herramientas del software y busca el ítem “method” y lo selecciona, luego se despliega una ventana y se dirige hasta “load method” y le da click, posteriormente aparece una ventana emergente con las carpetas donde se encuentran cada uno de los archivos que están en el disco D pertenecientes al cromatógrafo, seguidamente se busca la siguiente secuencia: DiscoD/CHEM32/1/methdos, se selecciona el método de interés y le da click en aceptar.

NOTA: al seleccionar el método de interés se debe dejar que el cromatógrafo reconozca la orden y posterior a esto configure las condiciones que el método requiere, en la parte superior izquierda de la figura 11 que esta subrayada de color rojo, cuando este la palabra “ready” y de color verde es porque el equipo ha cargado el método y se encuentra listo para la orden de inyección, y si este recuadro esta de color rojo es porque el equipo no está listo para una orden de inyección.

4.5. Apagado del equipo

Cargue el método apagado como se explicó en el ítem anterior, deje que las condiciones del equipo lleguen hasta lo estipulado en el método y cuando la temperatura haya bajado por debajo de 50 °, tanto del horno, detector y puerto de inyección, apague el cromatógrafo de gases.

Cierre la llave de paso del gas de nitrógeno.

Cubra la totalidad del equipo usando una manta o plástico.

Observaciones: cuando el equipo se haya apagado en su totalidad diríjase al cuarto de gases y cierre todas las válvulas de paso de gases y por ultimo cierre la válvula de la bombona de gas

5. CALIFICACIÓN

Anualmente se realiza calibración y calificación del cromatógrafo de gases por proveedor externo acreditado ante la ONAC, la calibración se realiza de acuerdo a lo establecido en el M-EDS-04.01.F.02 Programa de mantenimiento, verificación y calibración de equipos de laboratorio.

**INSTRUCTIVO PARA MANEJO Y VERIFICACIÓN DEL CROMATOGRAFO DE GASES DEL LABORATORIO DE
PLAGUICIDAS Y SALUD DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO**

6. FORMATOS PARA REGISTRO

M-EDS-04.01.F.02 Programa de mantenimiento, verificación y calibración de equipos de laboratorio

Elaboró: Valeria Betancur Zuluaga Diana Milena Cardona Lindo	Revisó: Alberto Sánchez López Andrea Gómez Escudero	Aprobó: Luis Fernando Polanía Obando
Fecha: 2017/12/18	Fecha: 2018/01/20	Fecha: 2018/02/15