Guía de resolución problemas en sistemas GC

Su guía para resolver problemas frecuentes y mantener la productividad

Comprobación de los elementos básicos

Un número sorprendente de problemas está relacionado con componentes bastante simples del sistema GC o del análisis que a menudo no se tienen en cuenta. En muchos de estos componentes no se interviene durante el funcionamiento cotidiano del sistema GC; además, se suele asumir que no darán ningún problema. Las zonas y los componentes que se deben verificar son los siguientes:

- Gases: presiones, velocidad lineal media del gas portador y flujos (detector, purga de split y purga del séptum).
- Temperaturas: columna, inyector, detector y líneas de transferencia.
- Parámetros del sistema: tiempos de activación de la purga, atenuación y rango del detector, rangos de masas, etc.
- Líneas y trampas de gas: limpieza, fugas y caducidad.
- Consumibles del inyector: séptum, liners, juntas tóricas y férrulas.
- Integridad de las muestras: concentración, degradación, disolvente y almacenamiento.
- Jeringas: técnica de manipulación, fugas, filo de la aguja y limpieza.
- Sistema de datos: configuración y conexiones.

Prueba de condensación

Utilice esta prueba cuando sospeche la existencia de problemas de contaminación del inyector o el gas portador (por ejemplo, picos fantasma o línea base errática).

1. Deje el sistema GC a 40-50 °C durante 8 horas o más.
2. Realice un análisis de blanco (es decir, inicie el sistema GC, pero sin inyección) con las condiciones de temperatura y la configuración del instrumento habituales.
3. Obtenga el cromatograma de este análisis de blanco.
4. Una vez completado el primer análisis, repita inmediatamente el análisis de blanco. No deje que transcurran más de 5 minutos antes de iniciar el segundo análisis de blanco.
5. Obtenga el cromatograma del segundo análisis de blanco y compárelo con el primero.
6. Si el número de picos y la inestabilidad de la línea base del segundo cromatograma son sustancialmente superiores, eso implica que la línea de entrada de gas portador o el gas portador están contaminados.
7. Si ambos cromatogramas tienen pocos picos o muy poca deriva de la línea de base, eso significa que el gas portador y las líneas de entrada de gas portador están relativamente limpios.

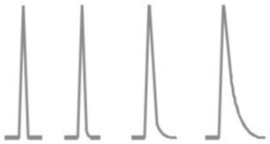
Solicítenos un póster de esta guía de resolución de problemas en sistemas GC

Suministros Generales para Laboratorio, S.L.
C/ Energia, 77 - Pol. Ind. les Guixeres 08915 BADALONA
Telf: 0034 933 568 171 - sglab@sglab.net

Guía de resolución problemas en sistemas GC

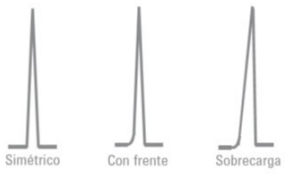
Su guía para resolver problemas frecuentes y mantener la productividad

Picos con colas



Causa posible	Solución	Comentarios
Contaminación de la columna	Corte la columna	Corte entre 0,5 y 1 m de la parte frontal de la columna
	Lave la columna con disolvente	Solamente para fases ligadas y entrecruzadas
		Compruebe si el inyector está contaminado
Actividad de la columna	Problema irreversible. Sustituya la columna	Solamente afecta a los compuestos activos
Desajuste de la polaridad de la fase y el disolvente	Cambie el disolvente de la muestra por un disolvente único	Aumentan las colas de los picos de elución iniciales o los más próximos al frente del disolvente
	Use una precolumna de retención	Una precolumna de retención de 3-5 metros es suficiente
Efecto del disolvente inadecuado en las inyecciones splitless u *on-column*	Reduzca la temperatura inicial de la columna	Las colas de los picos se reducen con la retención
Relación de split demasiado baja	Aumente la relación de split	El flujo de purga de split debe ser de 20 ml/min o superior
Instalación incorrecta de la columna	Vuelva a instalar la columna	Aumentan las colas de los picos de elución iniciales
Presencia constante de colas para algunos compuestos activos	Utilice consumibles que permitan conseguir una ruta de flujo inerte (agilent.com/chem/inert)	Es un problema más frecuente en el caso de las aminas y los ácidos carboxílicos

Picos con frente



Causa posible	Solución	Comentarios
Sobrecarga de la columna	Reduzca la cantidad de masa del analito en la columna. Reduzca el volumen de inyección, diluya la muestra y aumente la relación de split	Es la causa más común de los picos con frente
Instalación incorrecta de la columna	Reinstale la columna en el inyector	Consulte el manual del sistema GC para obtener información sobre la distancia correcta de instalación
Técnica de inyección	Cambie de técnica	El problema suele estar relacionado con una presión irregular del émbolo o con la presencia de muestra en la aguja de la jeringa. Utilice un inyector automático
Compuesto muy soluble en el disolvente de inyección	Cambie el disolvente. Puede ser útil el uso de una precolumna de retención	El problema es más grave en el caso de los análisis a nivel de trazas
Disolvente de la muestra mezclado	Cambie el disolvente de la muestra	El problema es mayor en el caso de los disolventes con diferencias considerables en la polaridad o los puntos de ebullición

Suministros Generales para Laboratorio, S.L.

C/ Energia, 77 - Pol. Ind. les Guixeres 08915 BADALONA
Telf: 0034 933 568 171 - sglab@sglab.net

Guía de resolución problemas en sistemas GC

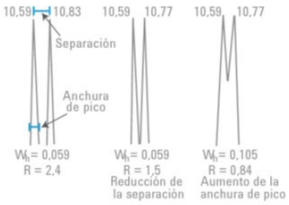
Su guía para resolver problemas frecuentes y mantener la productividad

Picos fantasma o efecto memoria



Causa posible	Solución	Comentarios
Contaminantes introducidos con la muestra	Limpieza de la muestra o el disolvente	Contaminantes en el procesamiento de la muestra o en el disolvente
Contaminación del inyector	Limpie el inyector y sustituya el liner, el sello de oro y el séptum	Realice una prueba de condensación; también puede ser necesario limpiar las líneas de gas. Tome medidas para evitar el retroflujo de la muestra (como reducir el volumen de inyección, disminuir la temperatura del inyector o utilizar un liner de gran volumen)
Sangrado del séptum	Cambie el séptum	Utilice un séptum de alta calidad, adecuado para la temperatura del inyector
Contaminación de la muestra antes de la introducción en el sistema GC	Revise los pasos de manipulación de la muestra en busca de posibles fuentes de contaminación (limpieza, manipulación, transferencia y almacenamiento de la muestra)	Este problema se suele producir después de cambiar un cilindro de gas
Contaminación producida por compuestos semivolátiles (las anchuras de pico serán mayores que los picos de la muestra con una retención similar)	Lleve a cabo el acondicionamiento térmico de la columna. Lave la columna con disolvente. Compruebe si existe contaminación en el inyector, el gas portador o las líneas de gas portador	Limite el acondicionamiento térmico a 1-2 horas. Solamente para fases ligadas y entrecruzadas

Pérdida de resolución



Causa posible	Solución	Comentarios
Reducción de la separación		
Temperatura de la columna diferente	Compruebe la temperatura de la columna	Se observan diferencias en otros picos
Diferencias en las dimensiones o la fase de la columna	Verifique la identificación de la columna y mida la velocidad del gas portador	Se observan diferencias en otros picos
Coelución con otro pico	Cambie la temperatura de la columna	Reduzca la temperatura de la columna y compruebe si hay picos en el hombro o colas de pico
Aumento de la anchura de los picos		
Cambio en la velocidad del gas portador	Compruebe la velocidad del gas portador	También variará el tiempo de retención
Contaminación de la columna	Corte la columna	Corte entre 0,5 y 1 m de la parte frontal de la columna
	Lave la columna con disolvente	Solamente para fases ligadas y entrecruzadas
Cambio en el inyector	Compruebe los ajustes del inyector	Parámetros típicos: relación de split, liner, temperatura y volumen de inyección
Cambio en la concentración de la muestra	Pruebe a usar una concentración distinta para la muestra	La anchura de los picos aumenta a concentraciones superiores
Efecto inadecuado del disolvente o enfoque deficiente	Reduzca la temperatura del horno, use un disolvente de mayor calidad, ajuste la polaridad de la fase de la muestra o use una precolumna de retención	Para la inyección splitless

Suministros Generales para Laboratorio, S.L.

C/ Energia, 77 - Pol. Ind. les Guixeres 08915 BADALONA
Telf: 0034 933 568 171 - sglab@sglab.net

Guía de resolución problemas en sistemas GC

Su guía para resolver problemas frecuentes y mantener la productividad

Ruido excesivo de la línea base



Causa posible	Solución	Comentarios
Contaminación del inyector	Limpie el inyector y sustituya el liner y el sello de oro	Realice una prueba de condensación; también puede ser necesario limpiar las líneas de gas
Contaminación de la columna	Lleve a cabo el acondicionamiento térmico de la columna	Limite el acondicionamiento térmico a 1-2 horas
	Lave la columna con disolvente	Solamente para fases ligadas y entrecruzadas
		Compruebe si el inyector está contaminado
Contaminación del detector	Limpie el detector.	El ruido suele aumentar de forma progresiva, y no repentinamente
Gases contaminados o de mala calidad	Use gases de mayor calidad y compruebe la caducidad de los filtros de purificación de gases	Este problema se suele producir después de cambiar un cilindro de gas
Inserción excesiva de la columna en el detector	Vuelva a instalar la columna	Consulte la distancia de inserción adecuada en el manual del sistema GC
Flujos de gas del detector incorrectas	Ajuste los flujos según los valores recomendados	Consulte los flujos adecuados en el manual del sistema GC
Fugas durante el uso de un sistema MS o un detector ECD o TCD	Use una férrula metálica flexible UltiMetal Plus o una tuerca de columna de autoapriete para conseguir uniones sin fugas para la columna	Este problema se suele producir en las conexiones de la columna o el inyector
Filamento del detector, lámpara o multiplicador de electrones deteriorados por el uso	Cambie la pieza correspondiente	
Degradación del séptum	Cambie el séptum	En el caso de las aplicaciones a altas temperaturas, use un séptum adecuado

Inestabilidad o alteración



Causa posible	Solución	Comentarios
Contaminación del inyector	Limpie el inyector	Realice una prueba de condensación; también puede ser necesario limpiar las líneas de gas
Contaminación de la columna	Lleve a cabo el acondicionamiento térmico de la columna	Limite el acondicionamiento térmico a 1-2 horas
Detector no equilibrado	Espere hasta que el detector se estabilice	Algunos detectores pueden tardar hasta 24 horas en estabilizarse por completo
Columna acondicionada de forma incompleta	Acondicione la columna por completo	El problema es más grave en el caso de los análisis a nivel de trazas
Cambio en el flujo de gas portador durante el programa de temperatura	Es algo normal en muchos casos	El sistema MS o el detector TCD o ECD responden a los cambios en el flujo de gas portador

Picos divididos



Causa posible	Solución	Comentarios
Técnica de inyección	Cambie de técnica	El problema suele estar relacionado con una presión irregular del émbolo o con la presencia de muestra en la aguja de la jeringa. Use un inyector automático
Disolvente de la muestra mezclado	Cambie el disolvente de la muestra por un disolvente único	El problema es mayor en el caso de los disolventes con diferencias considerables en la polaridad o los puntos de ebullición
Instalación incorrecta de la columna	Vuelva a instalar la columna	El problema se suele deber a un error considerable en la distancia de inserción
Degradación de la muestra en el inyector	Reduzca la temperatura del inyector	Se pueden producir colas de pico o un ensanchamiento de los picos si la temperatura es demasiado baja
	Cambie a una inyección *on-column*	Se debe usar un inyector *on-column*
Focalización de muestra deficiente	Use una precolumna de retención	Para la inyección splitless y *on-column*

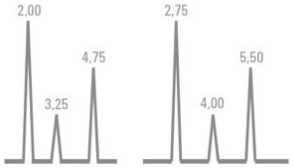
Suministros Generales para Laboratorio, S.L.

C/ Energia, 77 - Pol. Ind. les Guixeres 08915 BADALONA
Telf: 0034 933 568 171 - sglab@sglab.net

Guía de resolución problemas en sistemas GC

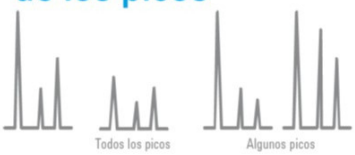
Su guía para resolver problemas frecuentes y mantener la productividad

Deriva del tiempo de retención



Causa posible	Solución	Comentarios
Cambio en la velocidad del gas portador	Compruebe la velocidad del gas portador	Todos los picos presentan deriva en la misma dirección y aproximadamente en la misma medida
Cambio en la temperatura de la columna	Compruebe la temperatura de la columna	No todos los picos presentarán deriva en la misma medida
Cambio en las dimensiones de la columna	Verifique la identificación de la columna	Mida la velocidad del gas portador con un compuesto que no quede retenido
Cambio considerable en la concentración de los compuestos	Pruebe a usar una concentración distinta para la muestra	Este problema puede afectar también a los picos adyacentes. La sobrecarga de muestra se corrige mediante el aumento de la relación de split o la dilución de la muestra
Fuga en el inyector	Compruebe si hay fugas en el inyector	Este problema suele modificar también el tamaño de los picos
Obstrucción en la línea de gas	Limpie o cambie la línea bloqueada	Este problema es más frecuente en las líneas de split. Compruebe también los controladores de flujo y los solenoides
Fuga en el séptum	Cambie el séptum	Compruebe la espiga de la aguja
Incompatibilidad del disolvente de la muestra	Cambie el disolvente de la muestra Use una precolumna de retención	Para la inyección splitless

Cambio en el tamaño de los picos



Causa posible	Solución	Comentarios
Cambio en la respuesta del detector	Compruebe los flujos de gas, las temperaturas y los ajustes	Es posible que el problema no afecte a todos los picos por igual
	Compruebe el nivel o el ruido de fondo	El problema se puede deber a la contaminación del sistema, y no al detector
Cambio en la relación de split	Compruebe la relación de split	Es posible que el problema no afecte a todos los picos por igual
Cambio en el tiempo de activación de purga	Compruebe la línea de activación de purga	Para la inyección splitless
Cambio en el volumen de inyección	Compruebe la técnica de inyección	Los volúmenes de inyección no son lineales
Cambio en la concentración de la muestra	Compruebe y confirme la concentración de la muestra	Los cambios también se pueden deber a la degradación, la evaporación o las variaciones en la temperatura o el pH de la muestra
Fuga en la jeringa	Use otra jeringa	Las fugas de muestra se producen en el émbolo o alrededor de la aguja y no suelen ser inmediatamente visibles.
Contaminación de la columna	Corte la columna	Corte entre 0,5 y 1 m de la parte frontal de la columna
	Lave la columna con disolvente	Solamente para fases ligadas y entrecruzadas
Actividad de la columna	Problema irreversible	Solamente afecta a los compuestos activos
Coelución	Cambie la temperatura de la columna o la fase estacionaria	Reduzca la temperatura de la columna y compruebe si hay picos en el hombro o colas de pico
Cambio en la discriminación del inyector	Mantenga los mismos parámetros para el inyector	El problema es más grave en el caso de las inyecciones split
Retroexpansión de la muestra	Use la calculadora de volumen de vapor de Agilent para ajustar el tamaño de la inyección, el volumen del liner, la temperatura del inyector o el disolvente	La recomendación es usar menos disolvente y aumentar la velocidad de flujo
Descomposición por contaminación del inyector	Limpie el inyector y sustituya el liner y el sello de oro	Solamente se pueden usar liners desactivados y lana de vidrio en el inyector

Suministros Generales para Laboratorio, S.L.

C/ Energia, 77 - Pol. Ind. les Guixeres 08915 BADALONA
Telf: 0034 933 568 171 - sglab@sglab.net