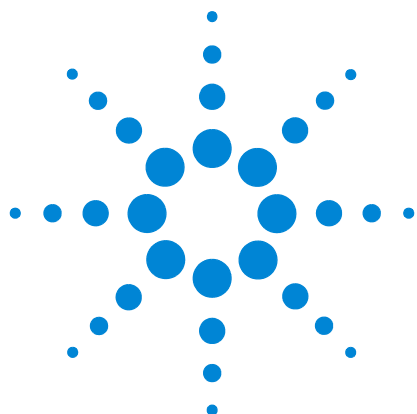




Rivelatori a chemiluminescenza di zolfo 8355 e di azoto 8255 Agilent

Manuale utente



Agilent Technologies

Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2015

Nessuna parte di questo manuale può essere riprodotta in qualsiasi forma o mezzo (compresa la memorizzazione su supporti elettronici ed il recupero o la traduzione in lingua straniera) senza la preventiva autorizzazione scritta di Agilent Technologies, Inc. conformemente a quanto previsto dalle leggi in vigore negli Stati Uniti e da altre normative internazionali sul diritto d'autore.

Codice del manuale

G3488-94010

Edizione

Terza edizione, dicembre 2015
Seconda edizione, ottobre 2015
Prima edizione, settembre 2015

Stampato negli USA o in Cina

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

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

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite allo stato corrente e sono soggette a modifiche senza preavviso nelle edizioni future. Inoltre, nei limiti massimi previsti dalla legge, Agilent non fornisce alcuna garanzia, esplicita o implicita, relativamente al presente manuale e alle informazioni in esso contenute, comprese, senza limitazione alcuna, le garanzie implicite di commerciabilità e di idoneità a un uso specifico. Agilent non sarà responsabile di errori o danni diretti o indiretti relativi alla fornitura, all'uso o alle prestazioni di questo documento o delle informazioni in esso contenute. In caso di separato accordo scritto fra Agilent e l'utente con diverse condizioni di garanzia relativamente al contenuto di questo documento in conflitto con le condizioni qui riportate, prevarranno le condizioni dell'accordo separato.

Informazioni sulla sicurezza

ATTENZIONE

L'indicazione **ATTENZIONE** segnala un rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. In presenza della dicitura **ATTENZIONE** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non sono perfettamente comprese e soddisfatte.

AVVERTENZA

L'indicazione **AVVERTENZA** segnala un rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare lesioni personali o morte. In presenza della dicitura **AVVERTENZA** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

Indice

1 Guida introduttiva

Manuali, informazioni, strumenti e dove trovarli	8
Manuali, strumenti e guida online del gascromatografo	8
Applicazioni utente	14
Opportunità di formazione	17
Panoramica dei rivelatori SCD 8355 e NCD 8255	18
Panoramica su installazione e primo avvio	22

2 Informazioni sulla sicurezza e norme vigenti

Introduzione	24
Importanti avvertenze di sicurezza	25
In molte parti interne del rivelatore sono presenti tensioni pericolose	25
Le scariche elettrostatiche costituiscono un pericolo per i componenti elettronici del gascromatografo	26
Molte parti sono pericolosamente calde	26
Sicurezza dell'idrogeno	26
Ozono	28
Ambienti con ossigeno	28
Simboli	29
Fusibili	30
Informazioni sulla sicurezza e norme vigenti	31
Certificazione delle emissioni acustiche per la Germania	32
Schalldruckpegel	32
Compatibilità elettromagnetica	32
Uso previsto	34
Cleaning	34
Riciclaggio del prodotto	34
Supporto tecnico	34

3 Descrizione del sistema

Specifiche	36
SCD 8355	36
NCD 8255	36
Teoria di funzionamento	37
SCD	37
NCD	37
Descrizione dei principali componenti	39
Gruppo del bruciatore	39
Generatore di ozono	41
Cella di reazione e tubo fotomoltiplicatore (PMT)	42
Moduli EPC	42
Pompa a vuoto	42
Trappola di eliminazione dell'ozono	42
Filtro a coalescenza per l'olio	42
Adattatore FID (opzionale)	43
Raffreddatore NCD	43

4 Funzionamento

Introduzione	46
Versione integrata	46
Impostazione dei parametri	47
Parametri e intervalli	47
Impostazione tramite software	48
Impostazione tramite tastierino del GC	50
Riconoscimento del rivelatore	50
Stabilità e risposta del rivelatore	51
Condizioni operative normali	52
Regolazione delle condizioni operative	53
Avvio	54
Risparmio delle risorse	55
Arresto	56
Configurazione della funzione Auto Flow Zero sul GC	57
Configurazione del rivelatore	58

5 Manutenzione

Log di manutenzione ed Early Maintenance Feedback (EMF)	62
Piano di manutenzione	63
Registrazione della sensibilità del rivelatore	64
Consumabili e pezzi di ricambio	65
Sezione esplosa del rivelatore SCD	67
Sezione esplosa del rivelatore NCD	68
Metodo per la manutenzione del rivelatore	69
Collegamento di una colonna al rivelatore	70
Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)	73
Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)	76
Controllo dell'olio nella pompa a vuoto	80
Aggiunta dell'olio nella pompa a vuoto	81
Sostituzione dell'olio nella pompa a vuoto	83
Sostituzione della trappola per l'ozono	85
Sostituzione del filtro antinebbia	87
Pulizia delle parti esterne del rivelatore	88
Calibrazione dei sensori di flusso e pressione	89
Aggiornamento del firmware	90

6 Risoluzione dei problemi

Risoluzione dei problemi del rivelatore	92
Tabella per la risoluzione dei problemi	93
LED indicatore di stato	96
Messaggi del rivelatore	97
Perdite	98
Perdite di ozono	98
Perdite di idrogeno	98
Perdita di ossidante	98
Controllo di eventuali perdite di idrogeno e ossidante	99
Problemi di alimentazione	100
Assenza di alimentazione	100
Problemi di generazione dell'ozono	101

Residui di coke	102
Contaminazione da idrogeno	103
Gas contaminati	104

7 Verifica delle prestazioni

Test cromatografico	106
Preparazione del test cromatografico	107
Preparazione delle fiale di campione	108
Verifica delle prestazioni del rivelatore SCD	109
Verifica delle prestazioni del rivelatore NCD	114



1

Guida introduttiva

Manuali, informazioni, strumenti e dove trovarli	8
Panoramica dei rivelatori SCD 8355 e NCD 8255	18
Panoramica su installazione e primo avvio	22

In questo capitolo vengono presentati il rivelatore a chemiluminescenza di zolfo 8355 (SCD) e il rivelatore a chemiluminescenza di azoto 8255 (NCD) di Agilent. Viene inoltre spiegato dove trovare informazioni e strumenti utili, come manuali GC, calcolatori del flusso, e altro.



Manuali, informazioni, strumenti e dove trovarli

Questo manuale descrive il funzionamento dei rivelatori a chemiluminescenza di zolfo 8355 (SCD) e di azoto 8255 (NCD) di Agilent una volta installati su un gascromatografo (GC) 7890B Agilent. In questo manuale sono inoltre contenuti consigli, procedure di manutenzione e istruzioni per la risoluzione dei problemi. Per istruzioni sull'installazione, consultare il manuale *Installazione e Primo avviodei* rivelatori SCD 8355 e NCD 8255 Agilent. Prima di alloggiare un nuovo rivelatore SCD o NCD, preparare il laboratorio seguendo il manuale *Preparazione del laboratorio* dei rivelatori SCD 8355 o NCD 8255 Agilent.

Inoltre, Agilent mette a disposizione dell'utente altri manuali, esercitazioni e sistemi guida per imparare a conoscere il GC 7890B. Per installare e utilizzare il rivelatore, è necessario innanzitutto avere una generale conoscenza del GC. Le prossime sezioni illustrano e spiegano dove trovare tali informazioni.

Manuali, strumenti e guida online del gascromatografo

Agilent mette a disposizione del materiale didattico che illustra l'installazione, il funzionamento, la manutenzione e la risoluzione dei problemi del gascromatografo 7890B. Questi manuali sono disponibili sui DVD Agilent *GC e GC/MS User Manuals & Tools* forniti insieme al gascromatografo.

L'installazione dei manuali consente un'esperienza molto migliore; è possibile installare i manuali che si desiderano e nella lingua preferita. È possibile installare le versioni HTML o PDF.



Manuali disponibili

Tabella 1 Materiale didattico del gascromatografo 7890B

Materiale didattico	Sommario	Quando utilizzare questa documentazione
Guida introduttiva	Panoramica dei manuali. Dove trovare le informazioni. Come installare i manuali. Panoramica del gascromatografo.	
Guida alla sicurezza	Informazioni sulla sicurezza e relative normative Precauzioni nell'uso dell'idrogeno come gas di trasporto (o come combustibile). Precauzioni da prendere per le attività di manutenzione.	• Prima dell'installazione, per preparare un ambiente di installazione sicuro. • Prima della manutenzione.
Guida di preparazione del laboratorio per GC, GC/MS e ALS	Requisiti di spazio e peso del tavolo di lavoro, alimentazione, dissipazione del calore, ventilazione, condizioni del laboratorio (ambiente locale previsto), purezza del gas e del gas reagente, dispositivi per il gas, tubature del gas (comprendenti di filtri, tipi di regolatori e tubi necessari) e dispositivi del sistema criogenico (se presenti). Dispositivi consigliati da acquistare prima dell'installazione.	• Prima dell'installazione per preparare il laboratorio. • Prima dell'installazione per conoscere i dispositivi (gas, kit di installazione, purificatori del gas, regolatori, tubi, raccordi, materiali di consumo ecc.) necessari per una corretta installazione. • In qualsiasi momento, come riferimento per conoscere i requisiti dei gas, dei regolatori dei dispositivi di raffreddamento criogenici, dei dispositivi di pressione ecc.
Installazione e primo avvio	Come installare il gascromatografo sul tavolo del laboratorio. Piedinatura dei cavi.	• Durante l'installazione.
Manuale operativo	Funzioni comuni della tastiera. Uso della tastiera per avviare analisi e sequenze. Uso della tastiera in caso di collegamento a un sistema dati Agilent. Panoramica di metodi e sequenze. Accensione e spegnimento. Come controllare le prestazioni del gascromatografo dopo l'installazione. Risparmio energetico (sospensione/ripresa). Early Maintenance Feedback. Configurazione.	• Per conoscere le attività di uso comuni (effettuare un'analisi, caricare un metodo, analizzare una serie di campioni). • Per imparare a utilizzare la tastiera del gascromatografo nelle operazioni con controllo del sistema dati. • Prima di uno spegnimento per periodi brevi o lunghi. • Quando si avvia il gascromatografo dopo un periodo di inattività. • Ogniqualevolta si ha la necessità di verificare le prestazioni dello strumento rispetto agli standard di fabbrica, ad esempio, dopo determinate operazioni di manutenzione. • Per conoscere come configurare correttamente i componenti del gascromatografo, specie dopo la prima installazione.

Tabella 1 Materiale didattico del gascromatografo 7890B

Materiale didattico	Sommario	Quando utilizzare questa documentazione
Manuale operativo avanzato	Procedure e teoria di funzionamento non solitamente richieste per l'utilizzo quotidiano: programmazione; informazioni dettagliate su metodi e sequenze; modalità di flusso dell'iniettore (a colonna) e pressione; dettagli su ingresso, rivelatore, valvola, forno e altri valori di regolazione; e impostazioni del segnale di uscita.	• Durante lo sviluppo dei metodi. • Durante l'uso del gascromatografo come unità autonoma (senza sistema dati). • Per conoscere i dettagli delle impostazioni.
Manutenzione del gascromatografo	Procedure per la manutenzione del gascromatografo, comprese le procedure per tutte le opzioni standard per iniettore e rivelatore. Informazioni sui ricambi. Istruzioni per l'uso della funzione di Early Maintenance Feedback (EMF).	• Per trovare un pezzo di ricambio o un materiale di consumo. • Prima di effettuare qualsiasi operazione di manutenzione sul gascromatografo.
Risoluzione dei problemi	Procedure per risolvere i problemi del gascromatografo. Sintomi e soluzioni per risolvere i problemi di hardware o cromatografici del gascromatografo. Procedure per determinare se un problema è legato all'hardware, al software o ad altri fattori (ad esempio alla preparazione dei campioni).	• Quando si desidera isolare la causa di un problema di prestazioni inatteso.
Presentazione del software del gascromatografo	Introduzione all'interfaccia del software di controllo del sistema dati del gascromatografo. Introduce concetti relativi alla funzione EMF, alla configurazione e ad altre nuove funzioni.	• Per individuare le impostazioni nell'interfaccia utente del sistema dati.
Guida per il sistema di dati	Argomenti e attività per creare e modificare i metodi di modifica del gascromatografo.	• Per rispondere a domande relative all'uso del software per controllare il gascromatografo.

Lingue disponibili

I materiali di apprendimento per l'unità 7890B sono messi a disposizione da Agilent in diverse lingue. La [Tabella 2](#) sotto elenca i manuali e le lingue disponibili per ciascun formato del manuale (stampa, Adobe PDF o HTML).

Tabella 2 Lingue disponibili per i manuali del gascromatografo

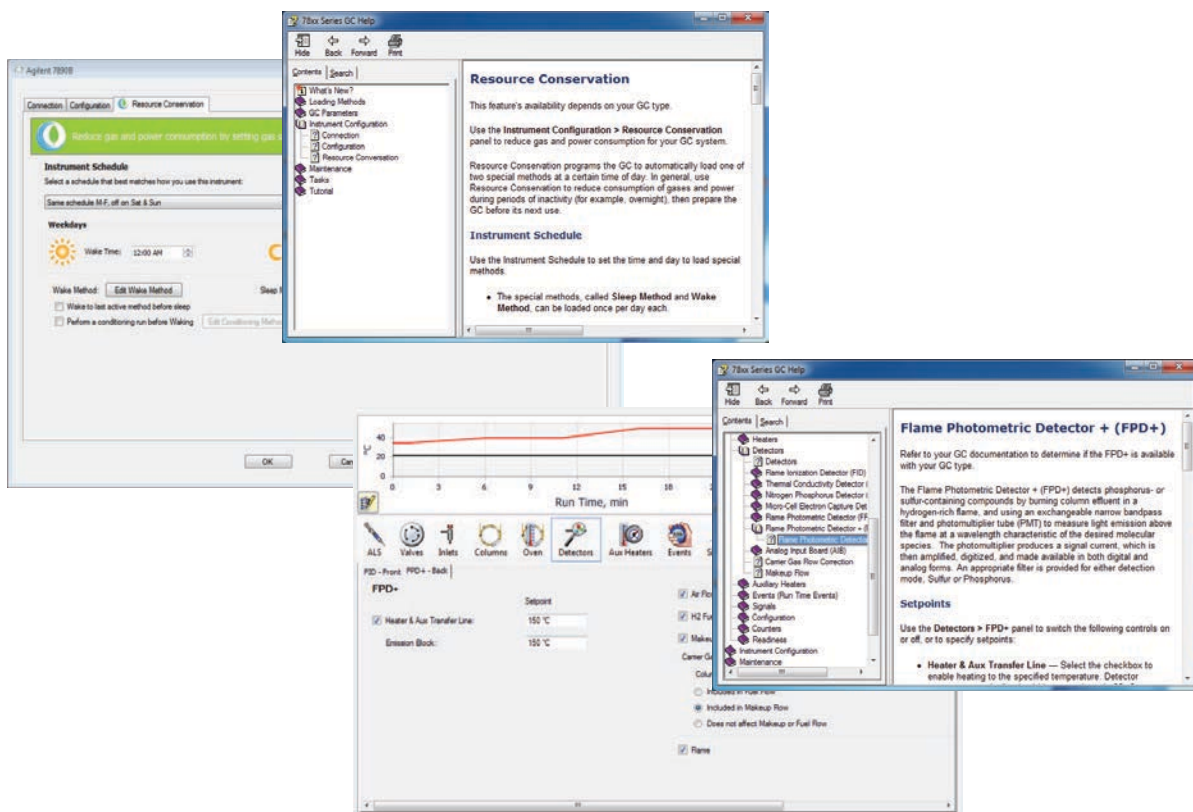
Manuale	Formato	Spagnolo	Inglese	Cinese	Francese	Tedesco	Italiano	Giapponese	Portoghese brasiliano	Russo
Guida introduttiva	Stampato	✓	✓				✓	✓		
	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Guida alla sicurezza	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Installazione e primo avvio	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Guida di preparazione del laboratorio per GC, GC/MS e ALS	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Manutenzione del gascromatografo	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Risoluzione dei problemi	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

Tabella 2 Lingue disponibili per i manuali del gascromatografo

Manuale	Formato									
		Spagnolo	Inglese	Cinese	Francese	Tedesco	Italiano	Giapponese	Portoghese brasiliano	Russo
Manuale operativo	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Manuale operativo avanzato	HTML	✓								
	PDF	✓								
Presentazione del software	HTML	✓	✓				✓	✓	✓	

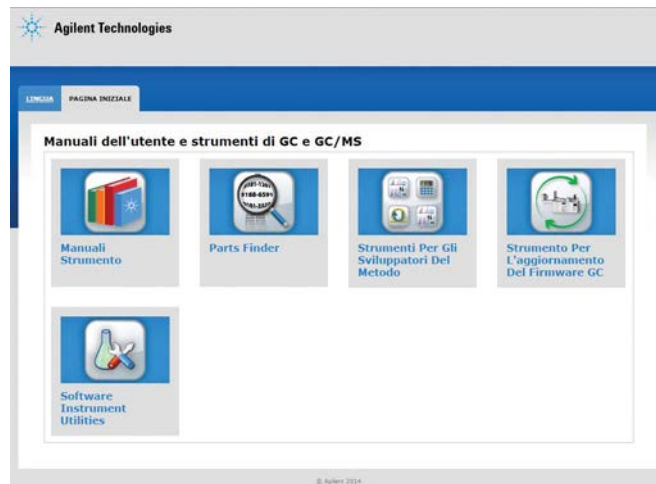
Guida online

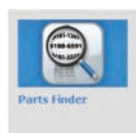
Oltre ai manuali fisici, il sistema dati del gascromatografo comprende anche un'approfondita guida online con informazioni dettagliate, operazioni comuni ed esercitazioni video sull'uso del software.



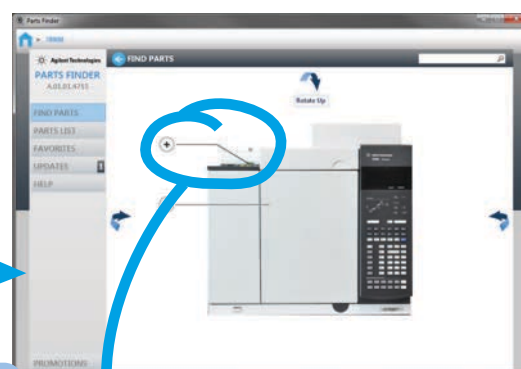
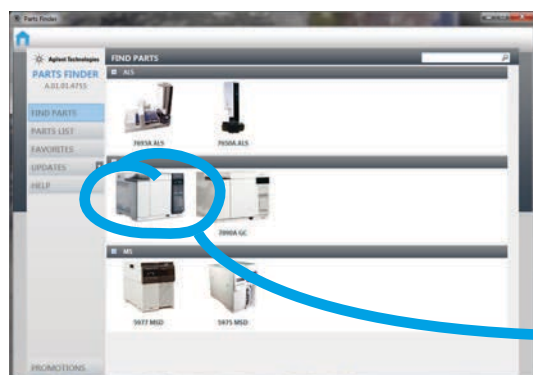
Applicazioni utente

Oltre ai manuali fisici, i DVD Agilent GC e GC/MS User Manuals & Tools contengono anche diverse applicazioni per l'utente. Nelle pagine seguenti vengono descritte le applicazioni disponibili, come Parts Finder, lo strumento di aggiornamento del firmware del gascromatografo e una serie di strumenti per lo sviluppo dei metodi.

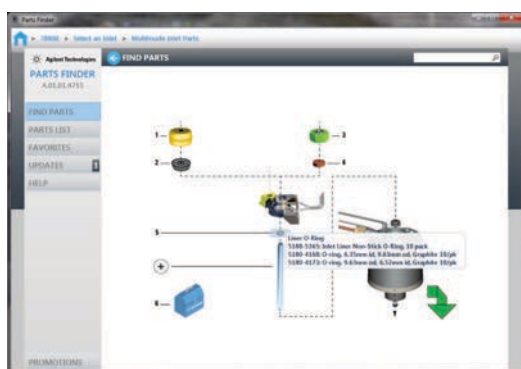
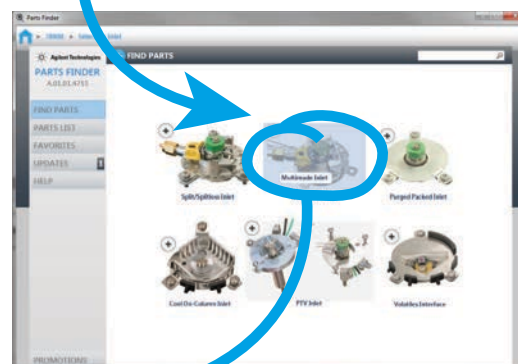




Installare Parts Finder per individuare rapidamente parti di ricambio e materiali di consumo facendo clic sulle immagini dello strumento.



Invece di sfogliare un catalogo o un manuale, è sufficiente fare clic sulle foto e sulle immagini per isolare i componenti dello strumento desiderato (un tipo specifico di iniettore o rivelatore, una sorgente di ioni o un vassoio per campioni, per esempio) e scorrere visivamente le parti di ricambio necessarie.

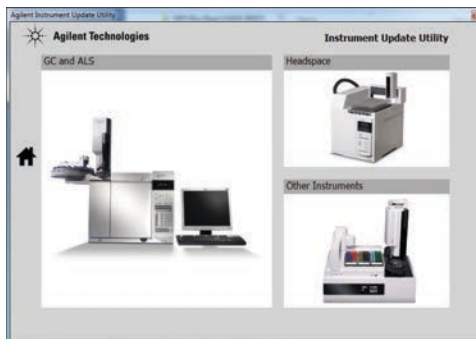


Parts Finder non solo consente di risparmiare tempo quando si ordinano parti di ricambio, ma si aggiorna anche automaticamente da Internet e in questo modo permette di accedere sempre all'elenco di parti di ricambio più aggiornato per tutti gli strumenti.

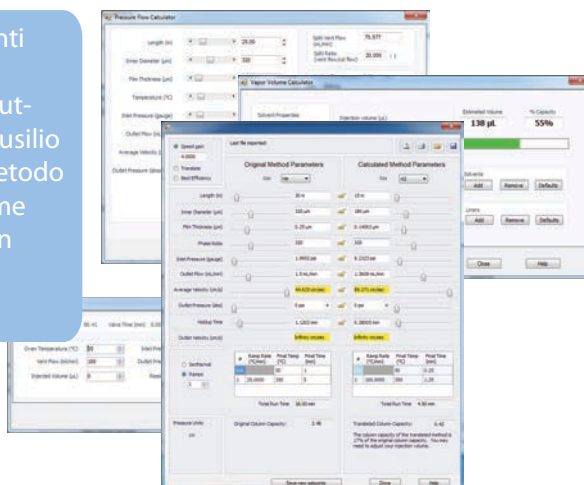
1 Guida introduttiva



Installare lo strumento di aggiornamento del firmware del GC per installare il firmware più recente sul GC e sui sistemi di campionamento.



Installare gli strumenti per lo sviluppo dei metodi, come il traduttore metodi, quale ausilio per convertire un metodo che utilizza l'elio come gas di trasporto in un metodo che utilizza l'idrogeno.



Opportunità di formazione



Agilent organizza dei corsi per i clienti in cui viene descritto come utilizzare il gascromatografo per aumentare la produttività e sfruttare le eccezionali funzioni del sistema:

R1778A: uso dei gascromatografi della serie Agilent 7890 A/B e di OpenLAB ChemStation

R1914A: risoluzione dei problemi e manutenzione dei gascromatografi della serie Agilent 7890 A/B

R2255A: uso dei gascromatografi della serie Agilent 7890 con OpenLAB EZChrom

Per dettagli sui corsi e sulle opportunità di formazione, visitare il sito <http://www.agilent.com/chem/education>, o contattare il rappresentante vendite Agilent di zona.

Panoramica dei rivelatori SCD 8355 e NCD 8255

Dalla [Figura 1](#) alla [Figura 5](#) sono illustrati i comandi, le parti e i componenti dei rivelatori SCD 8355 e NCD 8255 utilizzati o ispezionati durante l'installazione, il funzionamento o la manutenzione.



Figura 1 Vista frontale, rivelatore (SCD e NCD)

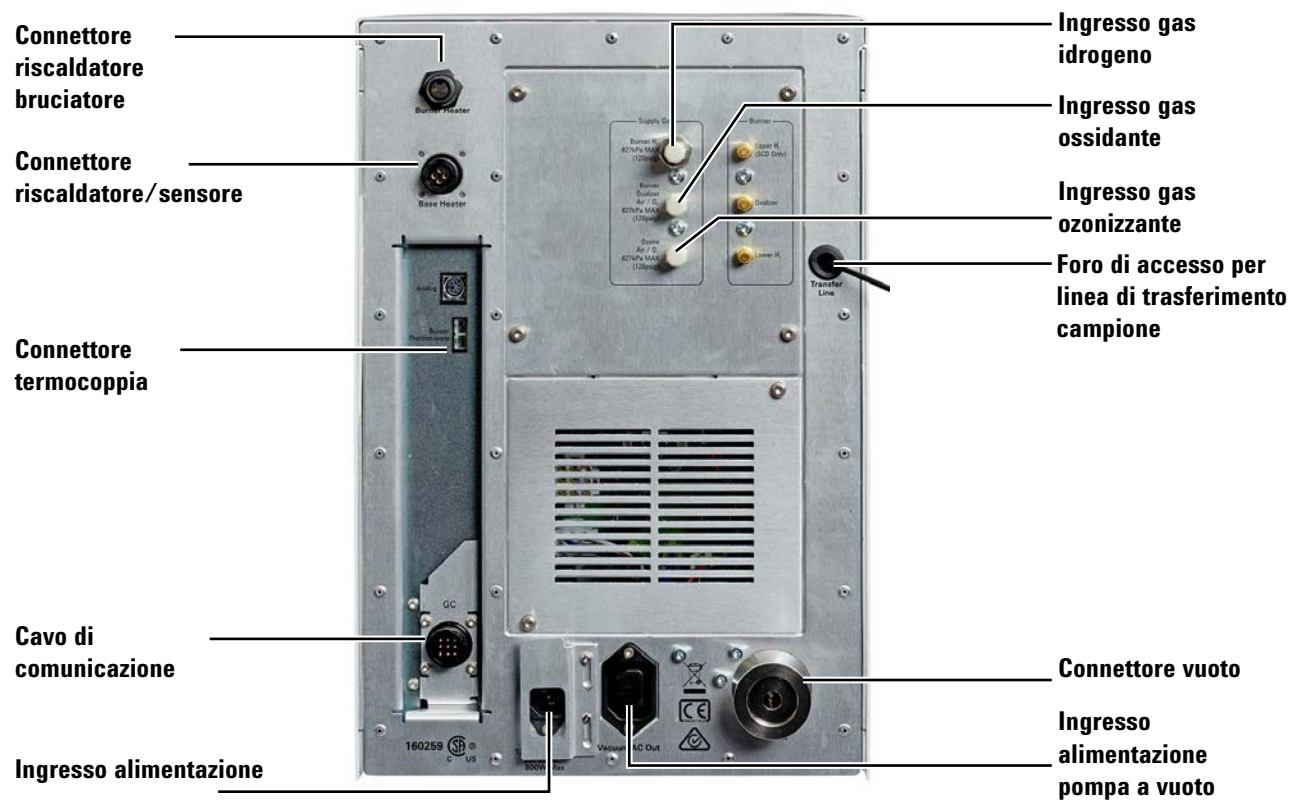


Figura 2 Vista posteriore del rivelatore

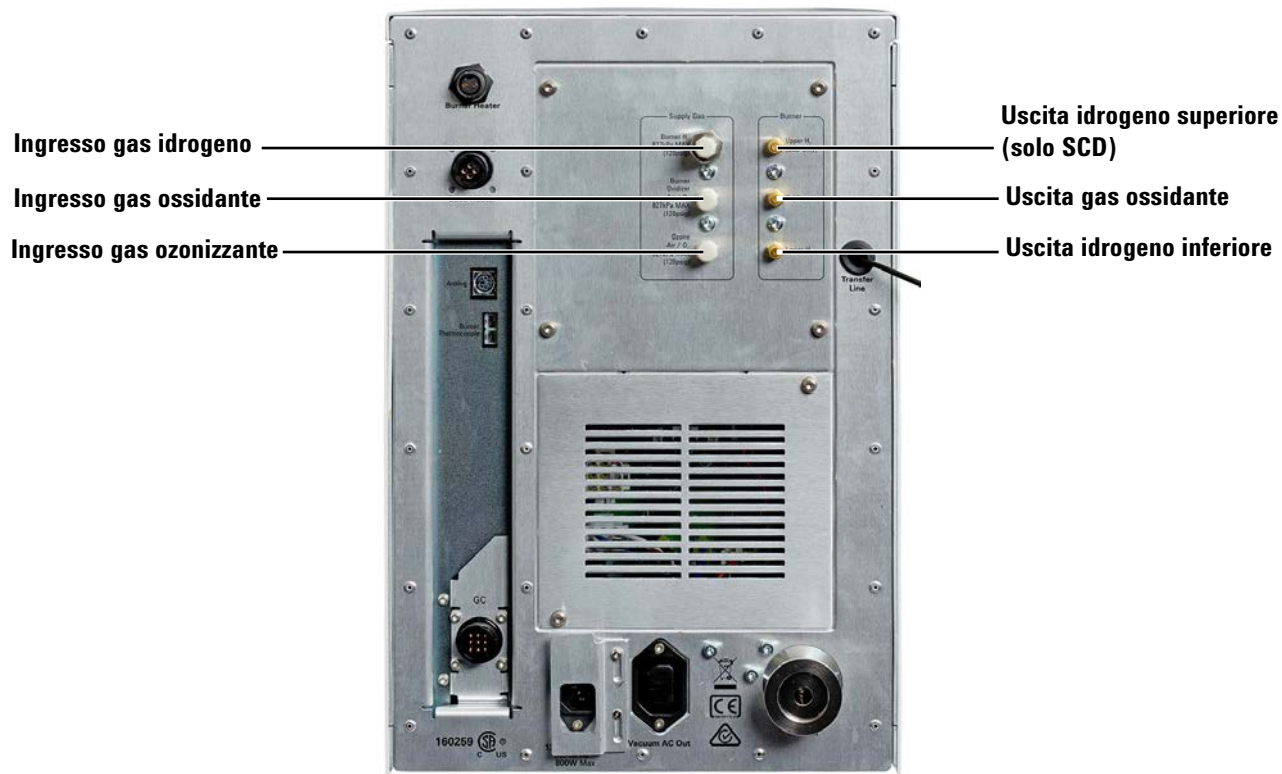


Figura 3 Collegamenti dei gas del rivelatore



Figura 4 Pompa a vuoto RV5

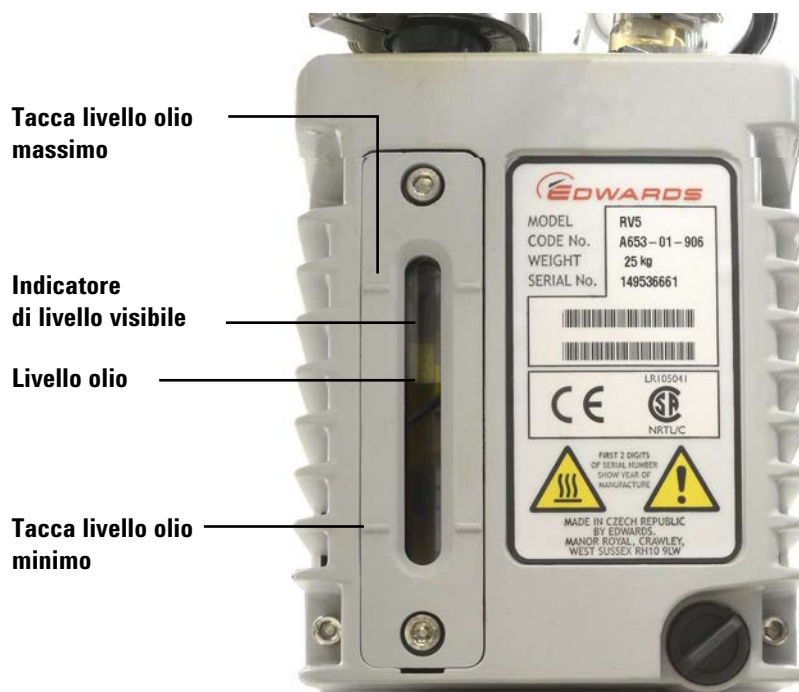
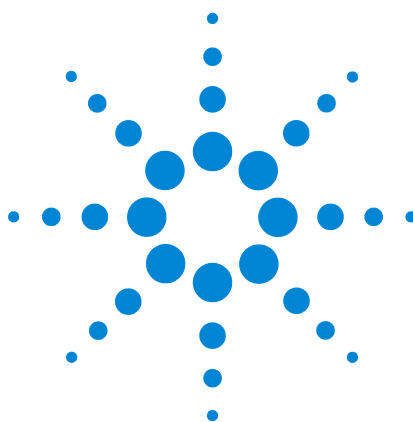


Figura 5 Indicatore di livello visibile della pompa a vuoto RV5

Panoramica su installazione e primo avvio

Di seguito sono riepilogati i passi per l'installazione. Consultare il manuale *Installazione e primo avvio* per tutti i dettagli sull'installazione.

- 1** Installare il gascromatografo e il sistema di dati Agilent se non sono ancora installati (in presenza di un altro rivelatore, verificarne le prestazioni).
- 2** Disporre il GC sul banco. Rimuovere le protezioni.
- 3** Preparare il GC. Raffreddare il GC, spegnere e scollegare il cavo di alimentazione. Rimuovere i pannelli.
- 4** Preparare il punto in cui sarà montato il rivelatore.
- 5** Togliere la pompa a vuoto dal suo imballo. Rimuovere i tappi. Installare i filtri a coalescenza per l'olio e lo zavorratore.
- 6** Installare la pompa a vuoto.
- 7** Verificare la configurazione di alimentazione.
- 8** Installare il gruppo del bruciatore.
- 9** Collegare i gas di erogazione.
- 10** Collegare i gas del rivelatore.
- 11** Collegare i cavi e i fili del rivelatore.
- 12** Collegare i cavi al gascromatografo e al rivelatore.
- 13** Collegare l'alimentazione.
- 14** Installare la colonna
- 15** Installare i pannelli del GC.
- 16** Accendere il GC e il rivelatore.
- 17** Configurare il rivelatore.
- 18** Definire un metodo di prova e verificare le prestazioni.



2 Informazioni sulla sicurezza e norme vigenti

Introduzione	24
Importanti avvertenze di sicurezza	25
Simboli	29
Fusibili	30
Informazioni sulla sicurezza e norme vigenti	31
Uso previsto	34
Cleaning	34
Riciclaggio del prodotto	34
Supporto tecnico	34

In questo capitolo sono contenute importanti informazioni sulla sicurezza e sulle norme vigenti da seguire durante l'installazione e l'utilizzo dei rivelatori SCD 8355 o NCD 8255 Agilent. Prima di utilizzare il rivelatore, leggere bene queste informazioni.



Introduzione

Questo manuale fornisce istruzioni sul funzionamento, sulla manutenzione e sulla risoluzione dei problemi dei rivelatori SCD 8355 o NCD 8255 Agilent. Solitamente sono i tecnici Agilent ad occuparsi dell'installazione dei rivelatori SCD e NCD sul gascromatografo (GC). Per istruzioni sull'installazione dei rivelatori SCD e NCD, consultare la *Guida all'installazione*.

Oltre alle informazioni qui contenute, fare riferimento ai suggerimenti sulla sicurezza fornite insieme al GC. Altre informazioni sono disponibili sui DVD Agilent *GC and GC/MS User Manuals & Tools*.

Importanti avvertenze di sicurezza

È necessario tenere sempre conto di alcune importanti informazioni sulla sicurezza durante l'utilizzo dei rivelatori SCD 8355 o NCD 8255.

In molte parti interne del rivelatore sono presenti tensioni pericolose

Se il GC e il rivelatore sono collegati a una presa di corrente, anche se gli interruttori di alimentazione sono spenti, esistono comunque tensioni potenzialmente pericolose su:

- Il cablaggio tra il cavo di alimentazione del rivelatore e l'alimentatore di corrente CA
- L'alimentatore di corrente CA
- Il cablaggio tra l'alimentatore di corrente CA e l'interruttore di accensione

Quando gli interruttori di alimentazione sono accesi, sono presenti tensioni potenzialmente pericolose anche su:

- Tutte le schede elettroniche.
- I fili e i cavi interni collegati a queste schede.

Nota: il gascromatografo alimenta le schede elettroniche del rivelatore e i moduli EPC.

Le scariche elettrostatiche costituiscono un pericolo per i componenti elettronici del gascromatografo

Le schede del circuito stampato (PC) nel rivelatore possono essere danneggiate da scariche elettrostatiche. Non toccare le schede se non è strettamente necessario. Se è necessario maneggiarle, indossare un bracciale per la messa a terra e adottare altre precauzioni antistatiche. Indossare sempre un bracciale con messa a terra quando occorre rimuovere il pannello laterale destro del GC o i pannelli laterali a destra o a sinistra del rivelatore.

Molte parti sono pericolosamente calde

Molte parti del rivelatore funzionano a temperature che possono provocare gravi ustioni. Tra queste parti vi sono:

- Il bruciatore a doppio plasma
- L'interfaccia del rivelatore rivolta al GC, compreso il collegamento alla colonna.

Lasciare raffreddare sempre le parti del rivelatore a temperatura ambiente prima di lavorare su di esse. Se è necessario eseguire la manutenzione di parti calde, utilizzare una chiave inglese ed indossare guanti a protezione termica. Se possibile, raffreddare la parte dello strumento sulla quale si eseguirà la manutenzione prima di iniziare l'operazione.

Sicurezza dell'idrogeno

Il gas idrogeno viene utilizzato come gas combustibile per generare una fiamma all'interno del rivelatore.

AVVERTENZA

Quando si utilizza idrogeno (H₂) come gas combustibile, tenere presente che il flusso di idrogeno può raggiungere il forno del gascromatografo con conseguente rischio di esplosione. Pertanto, assicurarsi che l'erogazione sia chiusa finché non sono state effettuate tutte le connessioni e che i raccordi della colonna del rivelatore siano connessi a una colonna o tappati tutte le volte che l'idrogeno viene erogato al rivelatore. L'idrogeno è infiammabile. Eventuali fuoriuscite, se costrette in uno spazio chiuso, possono comportare rischi di incendio o di esplosione. In qualsiasi applicazione che utilizzi idrogeno, verificare l'assenza di fughe in ogni connessione, tubazione e valvola prima di mettere in funzione lo strumento. Arrestare sempre alla sorgente l'erogazione di idrogeno prima di eseguire operazioni sullo strumento.

L'idrogeno è comunemente utilizzato come gas di trasporto del GC. L'idrogeno è un gas potenzialmente esplosivo e che presenta altre caratteristiche di pericolosità.

- È combustibile in una vasta gamma di concentrazioni. A pressione atmosferica, l'idrogeno è combustibile con concentrazioni che variano da 4 % a 74,2 % per volume.
- L'idrogeno ha una velocità di combustione superiore a qualsiasi altro gas.
- L'idrogeno è caratterizzato da un'energia di ignizione estremamente bassa.
- L'idrogeno, lasciato espandere rapidamente da una pressione elevata nell'atmosfera, può dar luogo al fenomeno dell'autocombustione in presenza di una scintilla elettrostatica.
- L'idrogeno brucia con una fiamma non luminosa pressoché invisibile in luce diurna.

Arresto dell'idrogeno

Il gas idrogeno viene utilizzato come combustibile nei rivelatori SCD e NCD.

Se il rivelatore viene utilizzato insieme ad un GC 7890B o 7890A+ Agilent, il gascromatografo controlla tutte le erogazioni di idrogeno. Se un flusso si interrompe perché non è in grado di raggiungere il valore di regolazione di flusso o pressione e se la configurazione prevede l'utilizzo dell'idrogeno, il GC presuppone che si sia verificata una perdita e, per sicurezza, arresta l'idrogeno.

Quando il GC arresta l'idrogeno per questioni di sicurezza, gli effetti sul rivelatore sono i seguenti:

- Le zone riscaldate del rivelatore vengono disattivate.
- I flussi di idrogeno del rivelatore vengono arrestati.
- Il generatore di ozono viene disattivato.
- La pompa a vuoto rimane accesa.

Per ripristinare la normalità, eliminare la causa dell'arresto (valvola della bombola chiusa, perdita consistente, altro). Spegnerlo lo strumento e il rivelatore, quindi riaccenderli.

AVVERTENZA

Il GC non è sempre in grado di rilevare fuoriuscite nei flussi gassosi del rivelatore. Per questo motivo, è di vitale importanza che i raccordi delle colonne siano sempre collegati a una colonna o dotati di un cappuccio o di un tappo. I flussi di H₂ devono essere configurati per l'idrogeno, in modo che il GC sia informato dell'utilizzo di questo gas.

Misurazione dei flussi di idrogeno

AVVERTENZA

Non misurare l'idrogeno insieme all'aria o all'ossigeno, perché potrebbero crearsi miscele esplosive la cui accensione potrebbe essere innescata automaticamente dall'accenditore. Per evitare questo rischio: 1. Disattivare l'accenditore automatico prima di iniziare. 2. Misurare sempre i gas separatamente.

Quando si misurano i flussi gassosi in un rivelatore che utilizza l'idrogeno per la fiamma del rivelatore o il gas di trasporto GC, misurare separatamente il flusso di idrogeno. Non lasciare mai che entri un flusso d'aria quando è presente l'idrogeno in un flussometro.

Ozono

AVVERTENZA

L'ozono è un gas pericoloso e un forte ossidante. È possibile ridurre l'esposizione all'ozono utilizzando lo strumento in un ambiente ben areato e ventilando gli scarichi della pompa a vuoto in una cappa aspirante. Se lo strumento non è un uso, si consiglia di spegnere il generatore.

Ambienti con ossigeno

AVVERTENZA

Gli ambienti ricchi di ossigeno possono favorire la combustione e la conseguente combustione spontanea in condizioni di pressione elevata ed esposizione a contaminazione. Utilizzare quindi solo componenti OR (oxygen-rated) e assicurarsi che i componenti non siano contaminati da ossigeno prima di utilizzare l'ossigeno puro.

Simboli

Le avvertenze riportate nel manuale o sullo strumento devono essere seguite durante tutte le fasi di funzionamento, manutenzione e riparazione dello strumento. Il mancato rispetto di tali istruzioni costituisce una violazione degli standard di sicurezza di progettazione e uso previsto dello strumento. Agilent Technologies non si assume nessuna responsabilità per la mancata osservanza di queste regole da parte del cliente.

Per ulteriori informazioni consultare la documentazione che accompagna lo strumento.



Indica una superficie calda.



Indica tensioni pericolose.



Indica il terminale del conduttore di protezione.



Indica il potenziale pericolo di esplosione.



Indica il pericolo di cariche elettrostatiche.



Indica pericolo. Consultare la documentazione utente di Agilent per l'articolo etichettato.



Indica che il prodotto elettrico/elettronico non deve essere smaltito tra i rifiuti domestici



Fusibili

Per un corretto funzionamento i rivelatori SCD 8355 e NCD 8255 richiedono l'utilizzo di fusibili. **Solo il personale qualificato del servizio di assistenza Agilent può accedere a questi componenti.**

AVVERTENZA

Per evitare il rischio di incendio, sostituire i fusibili con prodotti del medesimo tipo e di pari portata.

AVVERTENZA

Rischio di scossa elettrica. Togliere la corrente allo strumento prima di sostituire i fusibili.

Tabella 3 Fusibili della scheda CA

Scelta del fusibile	Tensione di linea	Portata e tipo di fusibile
F1/F2	Tutte	15 A, 250 V CA, IEC tipo F (non ritardati), corpo in ceramica
F6/F5	Tutte	0,75 A, 250 V CA, IEC tipo F (non ritardati), corpo in vetro
F4/F3	Tutte	10 A, 250 V CA, IEC tipo F (non ritardati), corpo in vetro

Informazioni sulla sicurezza e norme vigenti

Questo strumento è stato progettato e testato in conformità con la pubblicazione IEC 61010-1 per la sicurezza di apparecchiature elettriche di misura, controllo e utilizzo del laboratorio. Inoltre è stato fornito intatto. La documentazione fornisce informazioni e avvertenze che l'utente deve seguire per garantire un funzionamento sicuro e mantenere lo strumento in condizioni ottimali.

Per informazioni generali sulla sicurezza e sulle normative riguardanti il GC 7890B, consultare il manuale sulla sicurezza del GC 7890B disponibile sul DVD GC and GC/MS User Manuals & Tools. Le sezioni seguenti forniscono informazioni specifiche sui rivelatori SCD 8355 e NCD 8255.

I rivelatori SCD 8355 e NCD 8255 sono conformi alle norme di sicurezza indicate di seguito:

- Canadian Standards Association (CSA): C22.2 No. 61010-1
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): ANSI/UL 61010-1
- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010-1, 61010-2-010
- EuroNorm (EN): 61010-1

Si tratta di un prodotto con Classe I, Grado di inquinamento 2, Categoria di installazione II. Deve essere collegato alla corrente utilizzando una messa a terra di protezione, inserita nel cavo di alimentazione. Una qualsiasi interruzione del conduttore di protezione, internamente o esternamente, può trasformare lo strumento in un dispositivo pericoloso. È vietato interrompere il conduttore intenzionalmente.

Se lo strumento viene utilizzato in modalità non previste dalle specifiche di Agilent, la protezione fornita dallo strumento potrebbe risultare insufficiente.

I rivelatori SCD 8355 e NCD 8255 Agilent sono conformi alle seguenti normative in relazione alla compatibilità elettromagnetica (EMC) e alle interferenze radio (RFI):

- CISPR 11/EN 55011: Gruppo 1, Classe A
- IEC/EN 61326



Questo dispositivo ISM è conforme alla normativa canadese ICES-001. Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.



I rivelatori SCD 8355 e NCD 8255 Agilent sono progettati e realizzati seguendo un sistema qualitativo certificato conforme alla normativa ISO 9001. È disponibile la Dichiarazione di conformità.



Istruzioni per lo smaltimento delle apparecchiature di scarto da parte degli utenti nell'Unione Europea. Questo simbolo sul prodotto o sulla sua confezione indica che il prodotto non può essere smaltito insieme ad altri rifiuti. È responsabilità dell'utente smaltire le apparecchiature di scarto consegnandole al punto di raccolta designato per il riciclo dei rifiuti elettrici o elettronici. La raccolta differenziata ed il riciclo delle apparecchiature di scarto aiuta a preservare le risorse naturali ed a garantire che le apparecchiature siano riciclate in modo da tutelare la salute delle persone e l'ambiente. Per maggiori informazioni sul luogo in cui depositare le apparecchiature di scarto affinché siano riciclate, contattare gli enti del proprio comune, il servizio di raccolta rifiuti urbani oppure il negozio dove è stato acquistato il prodotto.

Certificazione delle emissioni acustiche per la Germania

Livello di pressione acustica $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ e bystander $L_p < 72 \text{ dB(A)}$ come da standard DIN-EN 27779 (test tipo).

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ Operator and $L_p < 72 \text{ dB(A)}$ Bystander nach DIN-EN 27779 (Typprüfung).

Compatibilità elettromagnetica

L'apparecchiatura è conforme alle normative CISPR11.
L'utilizzo è soggetto alle due condizioni seguenti:

- L'apparecchiatura non deve causare interferenze dannose.
- L'apparecchiatura deve accettare qualunque interferenza ricevuta, comprese le interferenze che possono causare un funzionamento non corretto.

Se l'apparecchiatura causa interferenze dannose alla ricezione radio o televisiva, verificabili mediante spegnimento e accensione dell'apparecchiatura, si consiglia all'utente di adottare una o più delle seguenti misure:

- 1 Riposizionare la radio o l'antenna.
- 2 Allontanare l'apparecchiatura dalla radio o dal televisore.
- 3 Collegare l'apparecchiatura ad una presa di corrente diversa, in modo che la radio o il televisore siano su circuiti elettrici separati.
- 4 Accertarsi che tutti i dispositivi periferici siano certificati.
- 5 Accertarsi che vengano utilizzati i cavi appropriati per collegare l'apparecchiatura ai dispositivi periferici
- 6 Richiedere l'assistenza del vostro fornitore, di Agilent Technologies o di un tecnico esperto.
- 7 Cambiamenti o modifiche non approvate espressamente da Agilent Technologies possono invalidare l'autorità dell'utente all'uso dell'attrezzatura.

Uso previsto

I prodotti Agilent devono essere utilizzati solo come descritto nei manuali utenti dei prodotti Agilent. Qualsiasi altro utilizzo potrebbe causare danni al prodotto o lesioni personali. Agilent non è responsabile di eventuali danni causati, interamente o in parte, dall'utilizzo improprio dei prodotti, alterazioni non autorizzate, regolazioni o modifiche dei prodotti, mancata osservanza delle procedure descritte nei manuali utenti dei prodotti Agilent o dall'utilizzo dei prodotti in violazione di leggi, norme o disposizioni vigenti.

Cleaning

Per pulire l'unità, scollegare il cavo di alimentazione e utilizzare un panno pulito e inumidito.

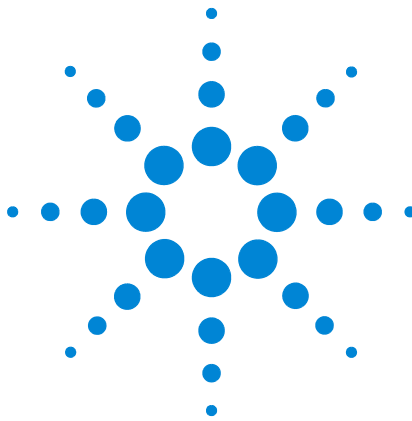
Riciclaggio del prodotto



Per il riciclaggio, contattare il rivenditore Agilent locale.

Supporto tecnico

Insieme allo strumento viene fornita la documentazione necessaria al funzionamento, alla manutenzione ordinaria e alla risoluzione dei problemi. Per un maggiore supporto tecnico, visitare le pagine specifiche disponibili sul sito Web di Agilent <http://www.agilent.com>, oppure contattare il rivenditore Agilent di zona. Per informazioni aggiornate sui contatti, visitare il sito Web di Agilent all'indirizzo: <http://www.chem.agilent.com/en-US/Contact-US/Pages/ContactUs.aspx>.



3

Descrizione del sistema

Specifiche	36
Teoria di funzionamento	37
Descrizione dei principali componenti	39

In questo capitolo vengono elencate le specifiche tipiche relative alle prestazioni nonché viene illustrata la teoria di funzionamento dei rivelatori SCD 8355 e NCD 8255.



Specifiche

In questa sezione vengono elencate le specifiche pubblicate di un nuovo rivelatore, installato su un nuovo gascromatografo 7890B Agilent, in un tipico ambiente da laboratorio.

SCD 8355

Specifica	
Limite di rilevabilità minimo (MDL), normale	< 0,5 pg (S)/s (2x rumore ASTM con sistema di dati Agilent)
Linearità	> 10^4
Selettività	> 2×10^7 S risposta /C ² risposta
Precisione* e stabilità	< 2 % RSD su 2 ore < 5 % RSD su 24 ore
Tempo normale di raggiungimento di 800 °C da temperatura ambiente	10 min

* In genere si basa su un'analisi di 30 minuti, nelle 24 ore. In 24 ore, ad esempio, si eseguono all'incirca 24 repliche.

NCD 8255

Specifica	
Limite di rilevabilità minimo, normale	< 3 pg (N)/s (2x rumore ASTM con sistema di dati Agilent)
Linearità	> 10^4
Selettività	> 2×10^7 N risposta /C risposta
Ripetibilità dell'area	< 1.5 % RSD su 8 ore < 2 % RSD su 18 ore
Tempo normale di raggiungimento di 800 °C da temperatura ambiente	10 min

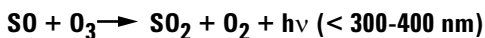
Teoria di funzionamento

I rivelatori a chemiluminescenza 8355 e 8255 Agilent individuano le molecole target, e in varie fasi, le trasformano chimicamente in una specie eccitata che emette luce. La luce così emessa viene convertita in un segnale elettrico da un tubo fotomoltiplicatore (PMT). Indipendentemente dal rivelatore, i campioni vengono sottoposti a reazioni preliminari utilizzando un ossidante (aria in un SCD, ossigeno in un NCD) e l'idrogeno in una zona di reazione molto calda (il bruciatore) a pressione ridotta. In questo modo si formano SO o NO in aggiunta ad altri prodotti quali H₂O e CO₂. I prodotti di reazione fluiscono quindi in una cella di reazione all'interno di un modulo separato del rivelatore. In questa cella, si mischiano con l'ozono (O₃) prodotto dall'aria mediante un generatore di ozono. O₃ reagisce con SO o NO e genera rispettivamente SO₂* e NO₂*. Questa cella di reazione funziona ad una pressione di ca. 4-7 Torr. Queste specie ad energia elevata ritornano allo stato fondamentale per effetto della chemiluminescenza. La luce emessa viene filtrata, quindi rilevata da un PMT. Il segnale elettrico prodotto è proporzionale al quantitativo di SO₂* o NO₂* generato nella cella di reazione. Il campione, dalla cella di reazione, attraversa prima la trappola di eliminazione dell'ozono, poi una pompa a vuoto e infine viene sfiatato.

SCD

Il rivelatore SCD utilizza la chemiluminescenza (reazione che produce luce) da una reazione dell'ozono con il monossido di zolfo (SO) prodotto dalla combustione dell'analita:

Composto solforato (analita) ► SO + H₂O + altri prodotti

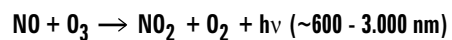
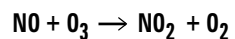


Il differenziale di pressione prodotto da una pompa a vuoto trasferisce i prodotti di combustione in una cella di reazione, in cui viene aggiunto ozono in eccesso. La luce (hν) prodotta dalla conseguente reazione viene otticamente filtrata e rilevata da un tubo fotomoltiplicatore sensibile al blu. Il segnale viene quindi amplificato per essere visualizzato o emesso ad un sistema di dati.

NCD

Il rivelatore NCD utilizza la chemiluminescenza da una reazione dell'ozono con l'ossido di azoto prodotto dalla combustione. Dalla reazione dell'ossido di azoto con l'ozono si forma biossido

di azoto elettronicamente eccitato. Il biossido di azoto eccitato emette luce (una reazione di chemiluminescenza), nella regione rossa e infrarossa dello spettro. La luce emessa è direttamente proporzionale al quantitativo di azoto nel campione:



La luce ($h\nu$) emessa per reazione chimica viene otticamente filtrata e rilevata da un PMT. Un raffreddatore raffredda il PMT per ridurre il rumore termico e favorire la misurazione della luce infrarossa. Il segnale del PMT viene quindi amplificato per essere visualizzato o emesso ad un sistema di dati.

Descrizione dei principali componenti

Gruppo del bruciatore

Il gruppo del bruciatore viene montato sulla parte alta del gascromatografo e contiene il collegamento alla colonna.

Nel rivelatore SCD, il bruciatore dispone di due zone riscaldate, una alla base e una in alto. Alla base del bruciatore, l'effluente della colonna si unisce al flusso d'idrogeno inferiore e all'aria a temperatura elevata. La fiamma d'idrogeno risultante brucia l'effluente. I componenti a bassa concentrazione bruciano e formano classici prodotti di combustione, come SO_2 nel caso di composti che contengono zolfo. I prodotti vengono spinti verso l'alto passando attraverso un tubo in ceramica, dove a temperatura più alta il flusso d'idrogeno superiore si unisce ai prodotti di combustione. In questo modo SO_2 viene trasformato in SO.

La [Figura 6](#) illustra i percorsi del flusso nel bruciatore del rivelatore SCD.

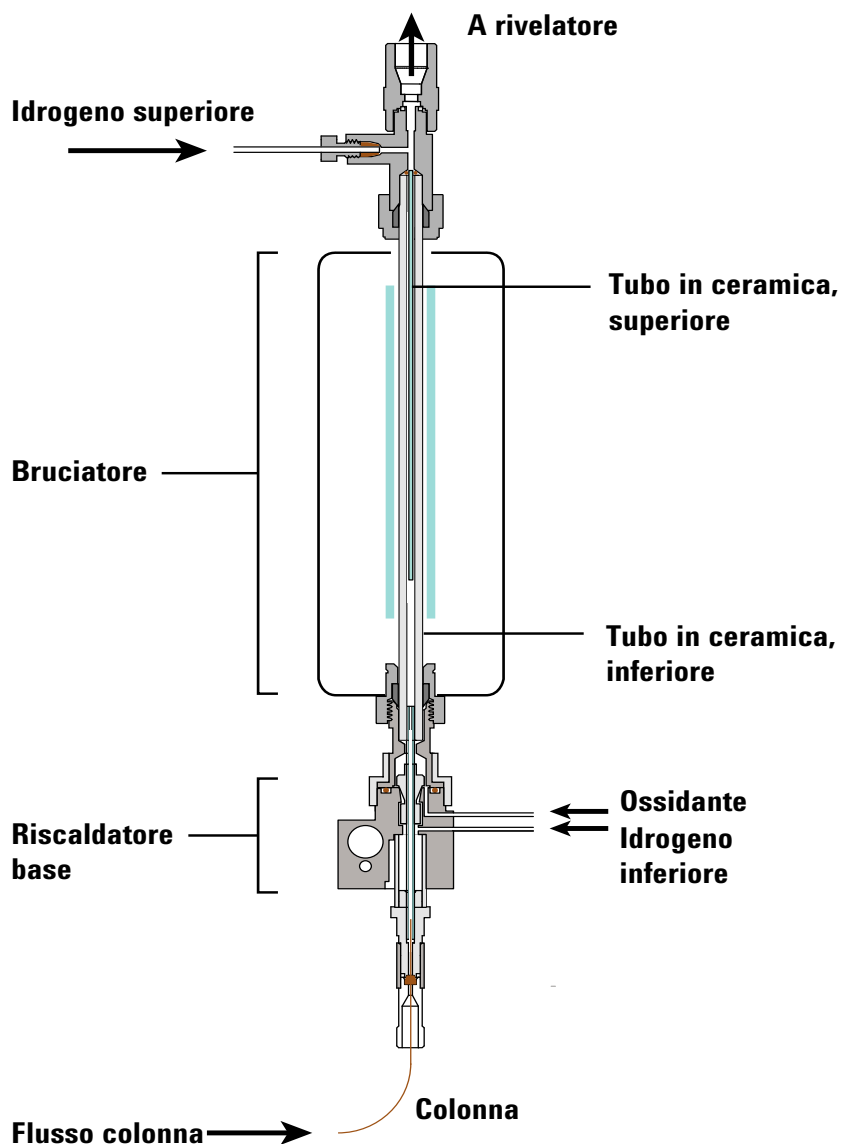


Figura 6 Flussi nel rivelatore SCD

Nel rivelatore NCD, il bruciatore dispone di due zone riscaldate, una alla base e una in alto. Alla base del bruciatore, l'effluente della colonna si unisce all'idrogeno e all'aria a temperatura elevata. La fiamma d'idrogeno risultante brucia l'effluente. I componenti a bassa concentrazione bruciano e formano classici prodotti di combustione, come NO_2 nel caso di composti che contengono azoto. I prodotti vengono spinti verso l'alto passando attraverso un tubo al quarzo e un catalizzatore, dove una temperatura elevata trasformerà NO_2 in NO .

La **Figura 7** illustra i percorsi del flusso nel bruciatore del rivelatore NCD.

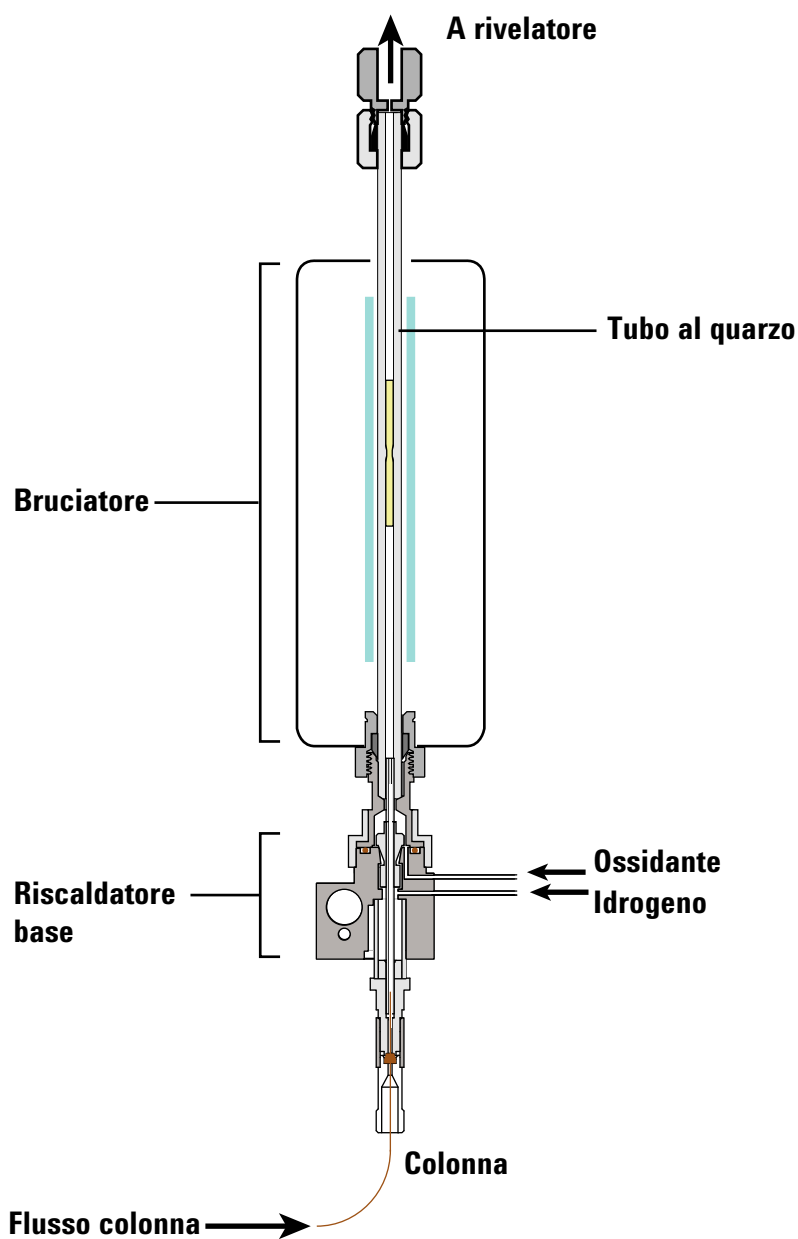


Figura 7 Flussi nel rivelatore NCD

Generatore di ozono

Il generatore di ozono fornisce ozono per reagire con SO o NO nella cella di reazione e formare rispettivamente SO_2^* e NO_2^* . Queste specie ad energia elevata ritornano allo stato fondamentale per effetto della chemiluminescenza.

Cella di reazione e tubo fotomoltiplicatore (PMT)

Il generatore di ozono scarica l'ozono nella cella di reazione. L'ozono reagisce con SO o NO e genera rispettivamente SO_2^* e NO_2^* . Per effetto della chemiluminescenza, le specie ritornano allo stato fondamentale. Il tubo fotomoltiplicatore produce quindi una corrente proporzionale all'intensità della luce emessa. Per ottimizzare la ricerca di zolfo o azoto del rivelatore, viene adottato un filtro passa banda.

Moduli EPC

Per controllare i flussi di idrogeno, ossidante (aria oppure ossigeno) e gas di erogazione di ozono (ossigeno), il rivelatore utilizza due moduli elettronici per il controllo della pressione.

Pompa a vuoto

Una pompa a vuoto bifase rotante con tenuta ad olio fornisce pressione operativa compresa tra 3 e 10 Torr nella cella di reazione. Il vuoto favorisce il trasferimento dei gas di combustione dal bruciatore alla cella di reazione nonché il trasferimento dell'ozono dal generatore di ozono alla cella di reazione. La pompa a vuoto riduce inoltre lo spegnimento (quenching) di tipo collisionale non radioattivo della specie che emette luce nella cella di reazione.

Trappola di eliminazione dell'ozono

Una trappola chimica posizionata tra lo sfiato del rivelatore e la pompa a vuoto elimina l'ozono trasformandolo in ossigeno biatomico. L'ozono, se non trasformato, contribuisce al deperimento della pompa.

Filtro a coalescenza per l'olio

La pompa a vuoto rotante con tenuta ad olio utilizza uno zavorratore parzialmente aperto che favorisce l'eliminazione dell'acqua prodotta nel bruciatore e trasferita alla pompa. Grazie all'apertura dello zavorratore e ai flussi dei gas relativamente veloci, l'olio vaporizzato nella pompa riesce ad uscire dallo scarico della pompa. Per ridurre al minimo la perdita d'olio, la pompa impiega sullo scarico un filtro a coalescenza che intrappola l'olio vaporizzato e lo restituisce al serbatoio dell'olio della pompa a vuoto.

Adattatore FID (opzionale)

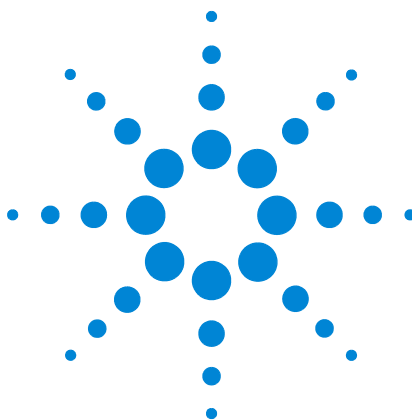
Solitamente il bruciatore SCD viene montato sul forno del gascromatografo come rivelatore indipendente. Tuttavia, in talune applicazioni è necessario rilevare simultaneamente componenti di idrocarburi utilizzando un'unica colonna senza splitting. Per questo motivo, Agilent offre un adattatore FID opzionale per montare il bruciatore su un FID e rilevare in maniera simultanea cromatogrammi FID e SCD. Durante operazioni SCD esclusive, il 100 % dell'effluente della colonna attraversa il bruciatore e raggiunge il rivelatore. Nel caso di rivelazione simultanea, circa il 10 % dei gas di scarico del FID viene spinto nel bruciatore mediante un limitatore, il quale riduce la sensibilità SCD a circa 1/10 del segnale osservato in un bruciatore SCD dedicato.

Raffreddatore NCD

Nel rivelatore NCD viene utilizzato un modulo di raffreddamento Peltier per abbassare la temperatura del tubo PMT che a sua volta riduce il rumore. Questo sistema raffredda il tubo PMT portandolo alla temperatura dell'ambiente in cui si trova. Temperature di laboratorio più alte possono determinare un innalzamento delle temperature del PMT. Fluttuazioni della temperatura dell'ambiente possono contribuire a rendere fluttuante anche la temperatura del PMT.

Il limite di rilevabilità (MDL) è determinato da rumore e risposta. Pertanto l'efficienza del raffreddatore può influire su tale limite. In base alla temperatura dell'ambiente, è possibile che il raffreddatore non riesca a mantenere una temperatura sufficientemente bassa nel tubo PMT. Pertanto il rumore XCD aumenterà e di conseguenza il limite di rilevabilità sarà maggiore.

Poiché l'efficienza del raffreddatore dipende dalla temperatura ambiente all'interno del rivelatore e in laboratorio, è importante che i valori di regolazione del raffreddatore non compromettano la preparazione del rivelatore. Un GC può funzionare indipendentemente dal fatto che il raffreddatore abbia o meno raffreddato il gascromatografo al valore di regolazione.



4 Funzionamento

Introduzione	46
Impostazione dei parametri	47
Stabilità e risposta del rivelatore	51
Condizioni operative normali	52
Regolazione delle condizioni operative	53
Avvio	54
Risparmio delle risorse	55
Arresto	56
Configurazione della funzione Auto Flow Zero sul GC	57
Configurazione del rivelatore	58

In questo capitolo vengono illustrate le modalità di utilizzo del rivelatore SCD 8355 e del rivelatore NCD 8255. Si presume una certa familiarità con il sistema di dati (se utilizzato) nonché con il tastierino del pannello anteriore e il display del gascromatografo. Per maggiori informazioni, consultare la guida online del sistema di dati e la documentazione sullo strumento sui DVD Agilent *GC and GC/MS User Manuals and Tools*.



Introduzione

Versione integrata

Se i rivelatori vengono installati su un GC 7890B o 7890A+ Agilent, programmare e utilizzare i rivelatori come un qualsiasi altro rivelatore su gascromatografo. Se viene impiegato un sistema di dati Agilent, utilizzare il driver del gascromatografo per accedere ai parametri operativi. Gli utenti di GC senza sistema di dati possono accedere a questi parametri dal pannello anteriore e dal tastierino del gascromatografo. Il driver e il tastierino del gascromatografo consentono di accedere alle seguenti impostazioni e informazioni:

- Impostazioni di temperatura, flussi e tipi di gas
- Integrazione della sequenza
- Archiviazione del metodo
- Impostazioni EMF (Early Maintenance Feedback), frequenza dati, registrazione errori, registrazione manutenzione e informazioni di stato

Impostazione dei parametri

In questa sezione sono elencati i parametri per i rivelatori SCD e NCD. I valori operativi forniti sono adatti per diverse applicazioni e per lo sviluppo di un metodo. Consultare [“Regolazione delle condizioni operative”](#) a pagina 53 per dettagli importanti sull'utilizzo congiunto di tali valori.

Parametri e intervalli

Nella tabella seguente sono elencati i parametri disponibili per il rivelatore.

Tabella 4 Parametri e intervalli dei rivelatori SCD 8355 e NCD 8255

Parametro	Intervallo, SCD	Intervallo, FID-SCD	Intervallo, NCD
Metodo			
Temperatura base	125 – 400 °C	125 – 400 °C	125 – 400 °C
Temperatura bruciatore	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C
Temperatura raffreddatore (solo NCD) *	On/Off	On/Off	On/Off
Flusso idrogeno inferiore	5 – 25 mL/min	—	1 – 25 mL/min
Flusso idrogeno superiore (solo SCD)	25 – 100 mL/min	25 – 100 mL/min	—
Flusso ossidante	25 – 150 mL/min	5 – 100 mL/min	4 – 80 mL/min
Flusso generatore O3	On/Off	On/Off	On/Off
Tensione alta generatore O3	On/Off	On/Off	On/Off
Pompa a vuoto	On/Off	On/Off	On/Off
Configurazione			
Tipo gas ossidante	Aria	Aria	Ossigeno
Tipo gas generatore O3	Ossigeno	Ossigeno	Ossigeno
Ignore Ready	Consultare il <i>Manuale operativo</i> del GC.		
Segnale	XCD. Consultare il <i>Manuale operativo avanzato</i> del GC.		

* Il funzionamento del raffreddatore (modulo di raffreddamento PMT) dipende dalla temperatura dell'ambiente in cui si trova il rivelatore. La temperatura del rivelatore non compromette preparazione del rivelatore. Consultare [“Raffreddatore NCD”](#) a pagina 43.

Ricordare che la tensione del tubo PMT è fissa su 800 V.

Impostazione tramite software

Se si utilizza un sistema di dati Agilent, aprire la sessione online e modificare i parametri di acquisizione dello strumento per cambiare le impostazioni del metodo. Selezionare il rivelatore dall'editor del metodo, solitamente **Rivelatori > Rivelatore anteriore** (o **Rivelatore posteriore** o **Rivelatore ausiliario**, a seconda del caso). Vedere la [Figura 8](#), [Figura 9](#) e la [Tabella 5](#).

SCD		
	Setpoint	Actual
☒ Base Temperature:	280 °C	280 °C
☒ Burner Temperature:	800 °C	800 °C
☒ Upper H2 Flow:	38 mL/min	38 mL/min
☒ Lower H2 Flow:	8 mL/min	8 mL/min
☒ Oxidizer Flow (Air):	50 mL/min	50 mL/min
☒ O3 Generator Flow		46.4 mL/min
☒ O3 Generator Power		
☒ Vacuum Pump		
Burner Pressure:		363.2 Torr
Reaction Cell Pressure:		4.2 Torr
Signal Output:		681.9 pA

SCD
 Subtract from Signal:
☐ (Nothing)
☐ Column Compensation Curve #1
☒ Column Compensation Curve #2

Figura 8 Esempio di parametri SCD in un sistema di dati

NCD		Setpoint	Actual
☒	Base Temperature:	280 °C	280 °C
☒	Burner Temperature:	450 °C	450 °C
☒	Chiller Temperature		-10 °C
☒	H2 Flow:	3 mL/min	3 mL/min
☒	Oxidizer Flow (O2):	10 mL/min	10 mL/min
☒	O3 Generator Flow		35.9 mL/min
☒	O3 Generator Power		
☒	Vacuum Pump		
	Burner Pressure:		110.1 Torr
	Reaction Cell Pressure:		1.7 Torr
	Signal Output:		52.8 pA

NCD
 Subtract from Signal:
☐ (Nothing)
☐ Column Compensation Curve #1
☒ Column Compensation Curve #2

Figura 9 Esempio di parametri NCD in un sistema di dati

In caso di rivelatori tandem (ad esempio FID-SCD anteriore), il FID sarà il rivelatore anteriore mentre XCD sarà un rivelatore ausiliario.

Per accedere ai parametri di configurazione tramite il sistema di dati, selezionare **Configurazione > Moduli**. Vedere la [Figura 10](#) per un esempio.

Front Detector
SCD
 Oxidizer Gas Air
 O3 Generator Gas O2

Back Detector
NCD
 Oxidizer Gas O2
 O3 Generator Gas O2

Figura 10 Esempio di parametri di configurazione dei rivelatori SCD e NCD

Consultare “Configurazione del rivelatore” a pagina 58 per ulteriori informazioni.

Impostazione tramite tastierino del GC

Per accedere ai parametri per un metodo di un rivelatore SCD o NCD, premere il tasto [**Front Det**] Rivelatore anteriore, [**Back Det**] Rivelatore posteriore o [**Aux Det #**] Rivelatore ausiliario (solo in caso di rivelatore tandem FID-XCD). Vedere la [Tabella 5](#).

Per attivare la tensione del tubo PMT, premere [**Config**] Configurazione, quindi premere il tasto relativo al rivelatore ([**Front Det**] Rivelatore anteriore, [**Back Det**] Rivelatore posteriore o [**Aux Det #**] Rivelatore ausiliario). È possibile attivare o disattivare la tensione del tubo PMT, che funziona ad una tensione fissa (800 V).

Riconoscimento del rivelatore

La [Tabella 5](#) elenca le configurazioni previste per un XCD.

Tabella 5 Collegamenti al cablaggio del GC

Installazione XCD	Rivelatore XCD
XCD anteriore	Anteriore
XCD posteriore	Posteriore
FID-XCD anteriore singolo (FID-XCD tandem anteriore)	Anteriore: Front FID (FID anteriore) Rivelatore ausiliario 2: XCD
FID-XCD posteriore singolo (FID-XCD tandem posteriore)	Posteriore: FID posteriore Rivelatore ausiliario 2: XCD
FID-XCD anteriore doppio e FID-XCD posteriore (FID-XCD tandem doppio)	Anteriore: Front FID (FID anteriore) Rivelatore ausiliario 1: XCD anteriore Posteriore: FID posteriore Rivelatore ausiliario 2: XCD posteriore

Stabilità e risposta del rivelatore

Il tempo che il sistema impiega per stabilizzarsi varia a seconda di applicazione, grado di pulizia del sistema, presenza di siti attivi e altri fattori.

- Se si avvia un sistema esistente, è solitamente necessario attendere almeno 10 minuti prima di poter utilizzare il sistema di dati per raccogliere i dati.
- Se invece si utilizzano un bruciatore nuovo o una nuova serie di tubi in ceramica, è possibile dover attendere fino a 24 ore prima di raggiungere la stabilità. Impostare il rivelatore sulle condizioni operative e controllare che la linea di base sia sufficientemente stabile per l'applicazione.

Condizioni operative normali

La **Tabella 6** elenca le condizioni iniziali consigliate per i metodi dei rivelatori SCD e NCD. Con tali condizioni, i risultati dovrebbero essere accettabili per una serie di applicazioni. Tuttavia, è possibile regolare queste condizioni per ottimizzare le prestazioni di un'applicazione specifica.

Tabella 6 Condizioni operative normali, SCD e NCD

Parametro	SCD	NCD
Temperatura base, °C	250	250
Temperatura bruciatore, °C	800	900
Temperatura raffreddatore	N/D	On
Flusso H ₂ superiore, mL/min	40	N/D
Flusso H ₂ inferiore, mL/min	10	3
Flusso ossidante, mL/min	50, aria	8, ossigeno
Flusso generatore O ₃ , mL/min	On	On
Tensione alta generatore O ₃	On	On
Pompa a vuoto	On	On
Pressione bruciatore, Torr, lettura tipica	< 425 Torr	< 120 Torr
Pressione reattore, Torr (solo lettura)	Deve essere inferiore a 7 Torr	Deve essere inferiore a 5 Torr

I metodi di prova dei rivelatori SCD e NCD offrono inoltre parametri di esempio per creare un giusto equilibrio tra limite di rilevabilità, selettività e durata adeguata del tubo in ceramica. Nei metodi XCD:

- Lasciare che il gas ossidante scorra sempre nel bruciatore.
- Il firmware non consentirà all'idrogeno di scorrere nel bruciatore in assenza di ossidante che protegge il sistema.

In fase di avvio e arresto, accendere e poi spegnere sempre la pompa per impedire contaminazioni o danneggiamenti.

Regolazione delle condizioni operative

Nella [Tabella 4](#) a pagina 47 sono elencati i valori per ciascun parametro (con le limitazioni imposte dal firmware del GC). Per garantire una certa flessibilità nello sviluppo di un metodo adatto per specifiche applicazioni, l'intervallo proposto è maggiore rispetto a quanto richiesto dalla maggior parte delle applicazioni.

Tuttavia, è importante prestare particolare attenzione ai flussi di idrogeno nel rivelatore SCD. L'utilizzo di flussi di idrogeno molto elevati (sia superiore che inferiore) rispetto al flusso di ossidante, può compromettere in maniera definitiva i tubi in ceramica. Non è possibile rimediare a tale condizione.

Consultare [“Contaminazione da idrogeno”](#) a pagina 103.

Flusso idrogeno inferiore SCD: Un flusso molto elevato può danneggiare i tubi in ceramica.

Flusso idrogeno inferiore NCD: Nonostante non sia consigliato, il rivelatore NCD può funzionare senza flusso d'idrogeno. La fiamma/plasma d'idrogeno favorisce la combustione di solvente e molecole pesanti. Se si utilizza un rivelatore NCD senza flusso d'idrogeno, sigillare il tubo da 1/16" destinato al flusso d'idrogeno. Diversamente, i residui d'idrogeno si diffonderanno nel bruciatore, compromettendo la stabilità.

- 1 Scollegare il tubo di **H2 inferiore** sul retro del rivelatore e togliere il tappo dal raccordo del rivelatore.
- 2 Installare un raccordo T Swagelok da 1/16" all'uscita dell'**ossidante**, sul corpo del rivelatore.
- 3 Collegare i tubi di **ossidante** e **H2 inferiore** al raccordo a T.

In genere sarà necessario regolare le condizioni iniziali consigliate per ottimizzare un metodo per la propria applicazione. Ottimizzando i parametri del metodo dei rivelatori SCD o NCD, considerare quanto segue:

- Un rapporto di idrogeno e ossidante maggiore può inizialmente favorire una risposta più veloce. Tuttavia, a lungo andare la risposta non sarà più così veloce dato l'accumulo di contaminanti (come fuliggine nera o altre specie attive) che compromettono la risposta del rivelatore.
- L'utilizzo del bruciatore a temperature più elevate può ridurre la durata di riscaldatore, termocoppia e guarnizioni.

In linea generale, quando si modificano alcuni parametri, è necessario considerare che il sistema abbia il tempo sufficiente per trovare l'equilibrio. Tenere monitorata la linea di base finché non raggiunge stabilità sul nuovo valore.

Avvio

La procedura di avvio del rivelatore cambia a seconda che sia stato creato o meno un metodo per il rivelatore.

Esiste un metodo valido: Dopo aver utilizzato il rivelatore SCD/NCD (esiste almeno un metodo valido), avviare il rivelatore caricando il metodo. Una volta caricato il metodo, il gascromatografo avvierà la pompa a vuoto e i flussi di ossidante. Attiverà inoltre tutti gli altri parametri ad esclusione del flusso di idrogeno. Il GC controllerà le temperature e bloccherà il flusso d'idrogeno finché la base non avrà raggiunto i 150 °C e il bruciatore i 200 °C. Una volta raggiunti tali limiti minimi, il GC attiverà il flusso di idrogeno.

In caso di primo avvio, o nel caso in cui per i rivelatori SCD o NCD non siano impostati metodi, procedere come segue per avviare il rivelatore:

- 1 Accedere ai parametri del metodo.
 - Sul pannello anteriore del GC, premere **[Front Det]** Rivelatore anteriore, **[Back Det]** Rivelatore posteriore oppure **[Aux Det #]** Rivelatore ausiliario.
 - Nel sistema di dati, selezionare il rivelatore nell'editor del metodo.
- 2 Accendere la pompa a vuoto.
- 3 Impostare la velocità di flusso dell'ossidante e attivarne il flusso.
- 4 Attendere 1/2 minuti per permettere alla pompa a vuoto di spurgare il sistema utilizzando il flusso dell'ossidante.
- 5 Impostare la temperatura della base e attivarla.
- 6 Impostare la temperatura del bruciatore e attivarlo.
- 7 Solo per il rivelatore NCD: Impostare la temperatura del raffreddatore e attivarlo.
- 8 Impostare il flusso di idrogeno e attivarlo.
- 9 Impostare il flusso di erogazione dell'ozono e attivarlo.
- 10 Attivare l'alta tensione del gas di erogazione di ozono.

Il GC controllerà le temperature e bloccherà il flusso d'idrogeno finché la base non avrà raggiunto i 150 °C e il bruciatore i 200 °C. Una volta raggiunti tali limiti minimi, il GC attiverà il flusso di idrogeno.

Se necessario, attivare anche la tensione del tubo PMT.
Consultare “[Configurazione del rivelatore](#)” a pagina 58.

Risparmio delle risorse

Per risparmiare le risorse durante i periodi di inattività, ad esempio di notte o nel fine settimana, utilizzare la funzione di risparmio delle risorse del GC 7890B e caricare un metodo Sleep (consultare il *Manuale operativo* del GC per conoscere i dettagli sull'utilizzo dei metodi Sleep e Wake).

Un metodo Sleep su un rivelatore SCD o NCD effettua le seguenti operazioni:

- Disattivare tutti i flussi di idrogeno
- Mantenere la temperatura della base a 125 °C per evitare la condensazione
- Mantenere la temperatura del bruciatore ad almeno 200 °C per evitare la condensazione
- Impostare il forno ad una temperatura di 30 °C per impedire che la colonna sbiadisca

In più, un metodo Sleep può anche definire le seguenti attività:

- Attivare la modalità di risparmio del gas per ridurre il flusso della colonna
- Spegnerne il generatore di ozono e disattivare il flusso del gas di erogazione dell'ozono
- Disattivazione del raffreddatore (solo NCD)
- Spegnerne la pompa a vuoto se il gas di trasporto e il forno non sono attivi (se il flusso del gas di trasporto è attivo, non spegnere la pompa a vuoto. Spegnendola, il flusso di un gas di trasporto potrebbe determinare l'arresto di un flusso).

Si consiglia di lasciare attivo il flusso dell'ossidante se la pompa a vuoto rimane accesa.

Arresto

Quando si lascia spento il rivelatore per un lungo periodo, oppure si deve praticare la manutenzione al gascromatografo o al rivelatore, arrestare il rivelatore come descritto di seguito:

- 1 Accedere ai parametri del metodo.
 - Sul pannello anteriore del GC, premere **[Front Det]** Rivelatore anteriore, **[Back Det]** Rivelatore posteriore oppure **[Aux Det #]** Rivelatore ausiliario.
 - Nel sistema di dati, selezionare il rivelatore nell'editor del metodo.
- 2 Disattivare l'alta tensione del gas di erogazione di ozono.
- 3 Disattivare il flusso del gas di erogazione di ozono.
- 4 Disattivare il flusso di idrogeno.
- 5 Solo per il rivelatore NCD: Disattivare il raffreddatore.
- 6 Disattivare il riscaldatore del bruciatore.
- 7 Disattivare il riscaldatore della base.

NOTA

In fase di arresto, il gascromatografo manterrà attivi la pompa a vuoto e il flusso di ossidante finché circa 100 mL di gas ossidante avrà spurgato il sistema a seguito della disattivazione del flusso di idrogeno. Questa azione riduce il rischio di contaminazione da parte di residui di umidità.

- 8 Disattivare il flusso di ossidante.
- 9 Disattivare la pompa a vuoto.
- 10 Disattivare l'alimentatore del rivelatore.
- 11 Se si arresta il gascromatografo, spegnere lo strumento.

AVVERTENZA

Pericolo di ustioni. Molte parti del GC possono essere pericolosamente calde. Durante la manutenzione al gascromatografo o al rivelatore, disattivare tutte le aree riscaldate e attendere che raggiungano una temperatura non pericolosa prima di spegnere il GC.

Oppure, creare un metodo per disattivare tutti i componenti del rivelatore e caricarlo per arrestare il rivelatore.

Configurazione della funzione Auto Flow Zero sul GC

Per ridurre la deriva, Agilent consiglia di impostare il GC sull'azzeramento automatico dei sensori di flusso. Consultare il *Manuale operativo* del GC per i dettagli.

- 1 Sul tastierino del GC, premere [**Options**] **Opzioni**.
- 2 Scorrere fino a **Calibrazione** e premere [**Enter**] **Invio**.
- 3 Scorrere e scegliere il rivelatore apposito (anteriore, posteriore, ausiliario 2 o ausiliario 1), quindi premere [**Enter**] **Invio**.
- 4 Scorrere fino a **Azzeramento automatico dei flussi (H2 inferiore)** e premere [**On/Yes**] Attiva/Sì (per disattivare l'azzeramento automatico, premere invece [**Off/No**] Disattiva/No).
- 5 Per il rivelatore SCD, selezionare **Azzeramento automatico dei flussi (H2 superiore)**.

Configurazione del rivelatore

Nei rivelatori SCD o NCD, i tipi di gas vengono solitamente impostati una volta. Il rivelatore SCD utilizza l'ossigeno per erogare l'ozono e l'aria come ossidante, mentre il rivelatore NCD utilizza l'ossigeno in entrambi i casi.

Per configurare i tipi di gas per i rivelatori SCD o NCD utilizzando il tastierino del gascromatografo:

- 1 Sul tastierino del GC, premere i tasti per accedere al rivelatore, ad esempio [**Config**][**Front Det**] Configurazione Rivelatore anteriore.
- 2 Scorrere fino all'opzione **Gas ossidante** e premere [**Mode/Type**] Modalità/Tipo.
- 3 Scorrere fino al tipo di gas corretto, **Aria** (SCD) o **Ossigeno** (NCD), quindi premere [**Enter**] Invio.

Se si utilizza un sistema di dati, è possibile impostare i tipi di gas tramite il sistema.

- 1 Dal sistema di dati, aprire l'interfaccia utente con i parametri del gascromatografo. Ad esempio, in Agilent OpenLAB, selezionare **Home > Method > Instrument Setup > Configuration > Modules**.
- 2 Selezionare i tipi di gas per il metodo.

The screenshot shows a configuration window with two sections. The top section is for the 'Front Detector SCD' and contains two dropdown menus: 'Oxidizer Gas' set to 'Air' and 'O3 Generator Gas' set to 'O2'. The bottom section is for the 'Back Detector NCD' and also contains two dropdown menus: 'Oxidizer Gas' set to 'O2' and 'O3 Generator Gas' set to 'O2'.

Figura 11 Esempio di parametri di configurazione dei rivelatori SCD e NCD

- 3 Fare clic su **OK** e salvare le modifiche al metodo.

È possibile attivare o disattivare la tensione del tubo PMT soltanto dal pannello anteriore del GC. Per attivare o disattivare la tensione del tubo PMT:

- 1 Sul tastierino del GC, premere i tasti per accedere al rivelatore , ad esempio [**Config**][**Front Det**] Configurazione Rivelatore anteriore, nel caso di un rivelatore XCD montato in posizione anteriore, oppure [**Config**][**Back Det**] Configurazione Rivelatore posteriore, nel caso di un rivelatore XCD montato in posizione posteriore.
- 2 Scorrere fino a **Tensione PMT**.
- 3 Premere [**On/Yes**] Attiva/Sì per attivare la tensione, oppure [**Off/No**] Disattiva/No per disattivarla. Premere [**Enter**] Invio.



5 Manutenzione

Log di manutenzione ed Early Maintenance Feedback (EMF)	62
Piano di manutenzione	63
Registrazione della sensibilità del rivelatore	64
Consumabili e pezzi di ricambio	65
Sezione esplosa del rivelatore SCD	67
Sezione esplosa del rivelatore NCD	68
Metodo per la manutenzione del rivelatore	69
Collegamento di una colonna al rivelatore	70
Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)	73
Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)	76
Controllo dell'olio nella pompa a vuoto	80
Aggiunta dell'olio nella pompa a vuoto	81
Sostituzione dell'olio nella pompa a vuoto	83
Sostituzione della trappola per l'ozono	85
Sostituzione del filtro antinebbia	87
Pulizia delle parti esterne del rivelatore	88
Calibrazione dei sensori di flusso e pressione	89
Aggiornamento del firmware	90

Questo capitolo descrive le procedure di manutenzione ordinaria necessarie per un normale utilizzo dei rivelatori SCD e NCD.



Log di manutenzione ed Early Maintenance Feedback (EMF)

Quando il rivelatore è utilizzato insieme ad un GC 7890B Agilent, attivare la funzionalità Early Maintenance Feedback (EMF) per seguire la manutenzione ordinaria. La funzionalità EMF è disponibile dal pannello anteriore del GC e in un qualsiasi sistema di dati Agilent. Indica la necessità di sostituzione di filtri e oli prima di assistere a problemi di contaminazione.

Il GC 7890B Agilent offre i seguenti contatori per i rivelatori SCD, NCD e la pompa a vuoto:

Componente	Parte con contatore	Tipo di contatore	Valore predefinito
Rivelatore	Rivelatore	N. di iniezioni	
	Tubo esterno (solo SCD)	N. di iniezioni	
	Tubo interno (solo SCD)	N. di iniezioni	
	Tubo al quarzo (solo NCD)	N. di iniezioni	
	Filtri gas	Temporale (giorni)	
Pompa a vuoto	Olio pompa	Temporale (giorni)	3 mesi
	Filtro antinebbia	Temporale (giorni)	

Se non si utilizza la funzionalità EMF del GC, aggiornare manualmente il log di manutenzione con le seguenti informazioni:

- Date e tipo di manutenzione eseguita
- Modifiche operative che potrebbero influire sulle prestazioni, ad esempio impostazioni di temperatura e flussi di idrogeno
- Pressioni durante la normale esecuzione dei metodi
- Segnale di fondo (la differenza tra ozono "attivo" e "non attivo")

Piano di manutenzione

Perché le prestazioni dei rivelatori SCD 8355 e NCD 8255 Agilent siano sempre ottimali, sostituire periodicamente la trappola per ozono, il filtro a coalescenza per l'olio e l'olio nella pompa a vuoto. Consultare la [Tabella 7](#) per la durata prevista di ciascun componente.

Tabella 7 Piano di manutenzione consigliato per la pompa a vuoto Edwards RV5

Componente	Durata di funzionamento *
Trappola chimica (converte O ₃ in O ₂)	ca. 6 mesi
Filtro a coalescenza per l'olio	ca. 3 mesi
Filtro olio anti odore	ca. 3 mesi se necessario
Olio pompa †	ca. 3 mesi
Livello olio	Controllo settimanale

* La durata di funzionamento è basata sul funzionamento registrato (in termini di tempo) del rivelatore con bruciatore e generatore di ozono attivi.

† L'olio della pompa può essere acquistato da un fornitore o direttamente da Agilent: SAE 10W-30, Olio motore sintetico multiviscoso, come MOBIL 1 o AMSOIL.

Registrazione della sensibilità del rivelatore

Oltre all'utilizzo della funzionalità EMF del gascromatografo e del rivelatore, si consiglia di tenere monitorata la sensibilità del rivelatore. La sensibilità riflette le prestazioni di un dato sistema. Se livello di sensibilità diminuisce, è necessario prestare manutenzione ordinaria. La sensibilità è in genere espressa così:

$$\text{Sensibilità} = \frac{\text{area di picco}}{\text{quantità}}$$

Calcolare il limite di rilevabilità minimo (MDL) dalla seguente formula:

$$\text{MDL} = \frac{2 \times \text{rumore}}{\text{sensibilità}}$$

dove il rumore corrisponde al rumore ASTM riportato nel sistema di dati Agilent.

Consumabili e pezzi di ricambio

Per un elenco più completo dei consumabili e delle parti di ricambio, consultare il catalogo Agilent oppure visitare il sito Web di Agilent per informazioni aggiornate (<http://www.chem.agilent.com/store>).

Tabella 8 Consumabili e parti di ricambio per i rivelatori SCD e NCD

Descrizione/quantità	Codice
Parti rivelatore	
Tubo in ceramica, interno, piccolo (SCD)	G6602-45005
Tubo al quarzo (NCD)	G6600-80063
Ferrula, 1/4", grafite, dritta, 10/pz per tubo esterno in ceramica SCD e tubo al quarzo NCD	0100-1324
Strumento d'installazione colonna	G3488-81302
Campione di prova per chemiluminescenza di zolfo	
Campione di prova per chemiluminescenza di azoto	
Parti per pompa a vuoto	
Pompa-RV5 – 230 V – Inland	G6600-64042
Vassoio pompa, pompa RV5	G1946-00034
Kit PM; pompa ad olio RV5	G6600-67007
Filtro antinebbia per pompa RV5, per SCD/NCD	G6600-80043
Filtro a coalescenza di ricambio, pompa RV5	G6600-80044
Filtro anti odore di ricambio	G6600-80045
Trappola di eliminazione dell'ozono	G6600-85000
Tubo di ritorno olio, pompa RV5	3162-1057
Olio, sintetico, Mobil 1	G6600-85001
Anello di chiusura NW 20/25 (per filtro antinebbia)	0100-0549
Anello di chiusura NW 20/25 (per tubo di scarico)	0100-1398
Utensili	
Imbuto	9301-6461
Chiave, Allen, 5-mm	8710-1838
Cacciavite, punta piatta	8710-1020
Guanti, resistenti a prodotti chimici che non si sfilacciano	9300-1751

Tabella 9 Filtri per i rivelatori SCD e NCD

Descrizione/quantità	Codice
Filtro per gas non contaminati, zolfo (filtri per zolfo e umidità)	CP17989
Kit filtri per gas non contaminati (per rivelatori SCD)	CP17990

Tabella 10 Dadi, ferrule e minuteria per colonne capillari

ID colonna (mm)	Descrizione	Utilizzo tipico	Codice/quantità
0,53	Ferrula in grafite, 1,0 mm ID	Colonne capillari da 0,53 mm	5080-8773 (conf. da 10)
	Ferrula in grafite, 0,8 mm ID	Colonne capillari da 0,53 mm	500-2118 (conf. da 10)
	Dado colonna, serraggio manuale (per colonne da 0,53 mm)	Collegamento della colonna a iniettore o rivelatore	5020-8293
0,45	Ferrula in grafite, 0,8 mm ID	Colonne capillari da 0,45 mm	500-2118 (conf. da 10)
0,32	Ferrula in grafite, 0,5 mm ID	Colonne capillari da 0,1 mm, 0,2 mm, 0,25 mm e 0,32 mm	5080-8853 (conf. da 10)
	Dado colonna, serraggio manuale (per colonne da 0,100 a 0,320 mm)	Collegamento della colonna a iniettore o rivelatore	5020-8292
0,1 – 0,25	Ferrula in grafite, 0,4 mm ID	Colonne capillari da 0,1 mm, 0,2 mm, 0,25 mm e 0,32 mm	500-2114 (conf. da 10)
	Dado colonna, serraggio manuale (per colonne da 0,100 a 0,320 mm)	Collegamento della colonna a iniettore o rivelatore	5020-8292
Tutte	Ferrula senza foro	Collaudo	5181-3308 (conf. da 10)
	Dado di fermo per colonna capillare	Collaudo con qualunque ferrula capillare	5020-8294
	Dado per colonna universale	Collegamento della colonna a iniettore o rivelatore	5181-8830 (conf. da 2)
	Wafer tagliacolonne in ceramica	Taglio di colonne capillari	5181-8836 (conf. da 4)
	Kit strumenti ferrula	Installazione ferrula	440-1000

Sezione esplosa del rivelatore SCD

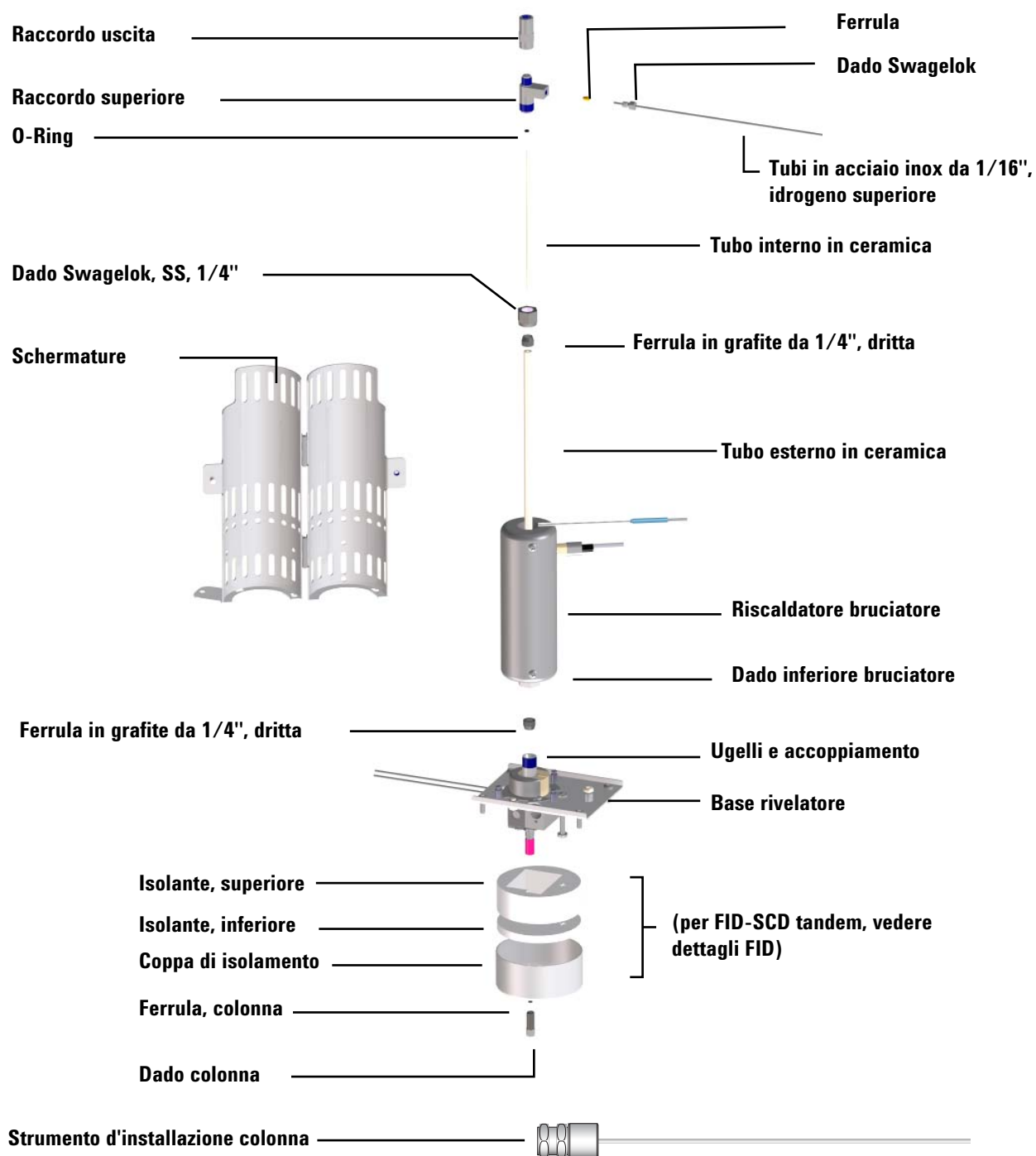


Figura 12 Sezione esplosa del rivelatore SCD

Sezione esplosa del rivelatore NCD

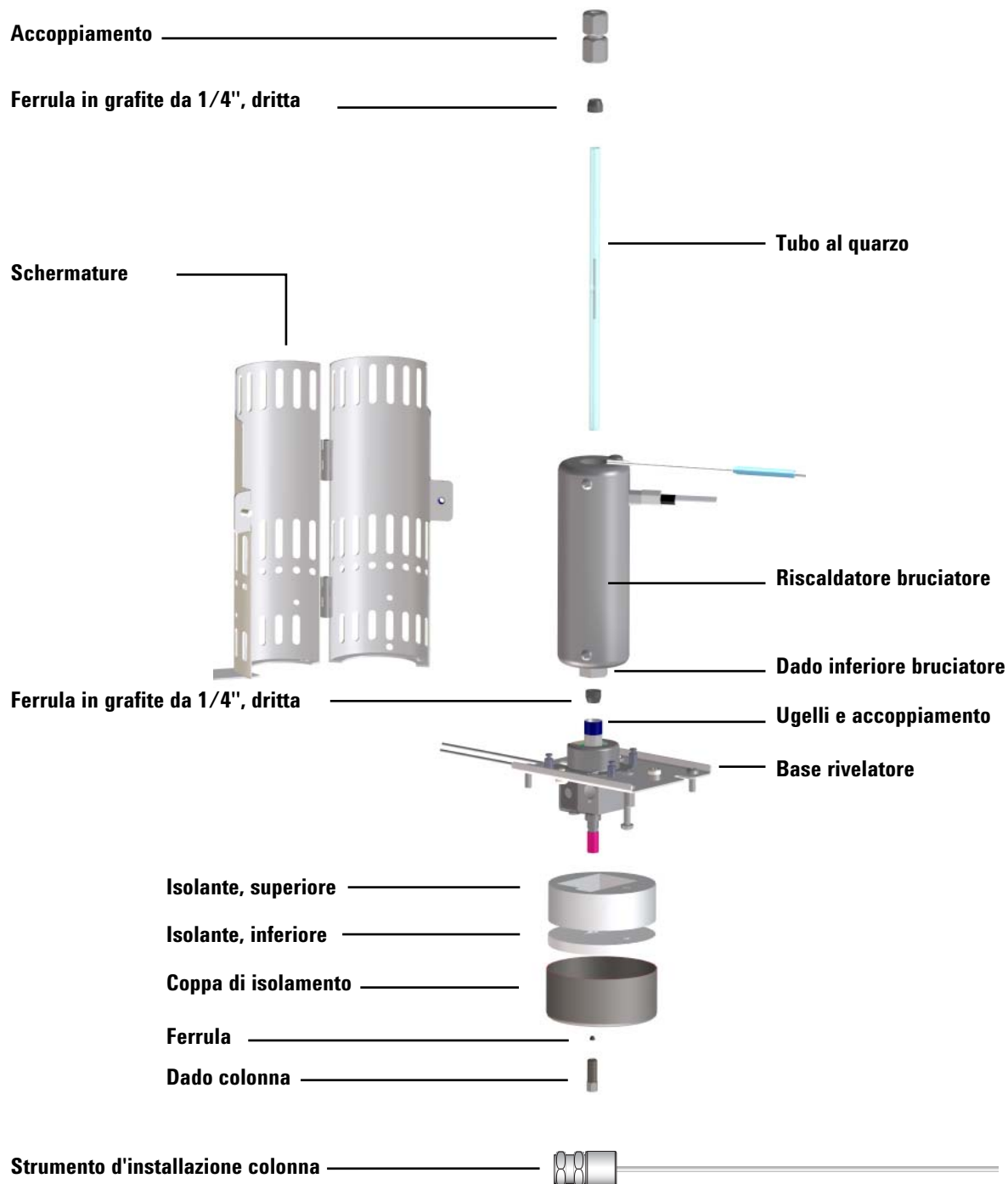


Figura 13 Sezione esplosa del rivelatore NCD

Metodo per la manutenzione del rivelatore

È consigliabile creare un metodo di manutenzione per il gascromatografo che prepari il GC e il rivelatore alla manutenzione. Caricare il metodo prima di eseguire la manutenzione.

Un metodo di manutenzione su un rivelatore SCD effettua le seguenti operazioni:

- 1 Spegnere il riscaldatore e il bruciatore e lasciarli raffreddare.
- 2 Disattivare tutti i flussi di idrogeno.
- 3 Gas ossidante e ozonizzante lasciati attivi.
- 4 Spegnere il generatore di ozono.
- 5 Pompa a vuoto lasciata attiva.
- 6 Flusso del gas di trasporto elio in scorrimento.
- 7 Impostare il forno a 30 °C per ridurre al minimo lo spurgo della colonna.
- 8 Raffreddamento di altre parti del GC (forno, iniettore, ecc.) se necessario.

Un metodo di manutenzione su un rivelatore NCD effettua le seguenti operazioni:

- 1 Spegnere il riscaldatore e il bruciatore e lasciarli raffreddare.
- 2 Disattivazione del flusso di idrogeno.
- 3 Gas ossidante e ozonizzante lasciati attivi.
- 4 Spegnere il generatore di ozono.
- 5 Pompa a vuoto lasciata attiva.
- 6 Flusso del gas di trasporto elio in scorrimento.
- 7 Impostare il forno a 30 °C per ridurre al minimo lo spurgo della colonna.
- 8 Raffreddamento di altre parti del GC (forno, iniettore, ecc.) se necessario.

Per motivi di sicurezza, lasciare raffreddare a < 40 °C le zone riscaldate.

Collegamento di una colonna al rivelatore

NOTA

Questa procedura descrive come collegare una colonna direttamente ad un rivelatore XCD. In un rivelatore FID-XCD tandem, installare la colonna nel FID come spiegato nelle istruzioni del FID. Consultare la documentazione del GC.

1 Predisporre i seguenti materiali (consultare “Consumabili e parti di ricambio per i rivelatori SCD e NCD” a pagina 65):

- Strumento d'installazione della colonna per SCD/NCD (G3488-81302)
- Colonna
- Ferrula (per colonna)
- Dado della colonna
- Tagliacolonne
- Chiave aperta da 1/4"
- Setto
- Isopropanolo
- Panno da laboratorio
- Guanti che non si sfilacciano
- Lente di ingrandimento

AVVERTENZA

Il forno, l'iniettore o il rivelatore possono essere molto caldi e provocare ustioni. Se il forno, l'iniettore o il rivelatore sono caldi, indossare guanti resistenti al calore per proteggere le mani.

AVVERTENZA

Indossare occhiali protettivi per riparare gli occhi da particelle volanti durante la manipolazione, il taglio o l'installazione di colonne capillari in vetro o silice fusa. Fare attenzione a non tagliarsi quando si maneggiano queste colonne.

ATTENZIONE

Indossare guanti puliti che non si sfilacciano per evitare di contaminare i componenti con polvere e grasso.

- 2 Preparare il rivelatore per la manutenzione.
 - a Caricare il metodo di manutenzione del GC e attendere che lo strumento sia pronto (vedere “Metodo per la manutenzione del rivelatore” a pagina 69). Attendere che gli iniettori, il forno, i rivelatori, il comparto con le valvole, il gruppo del bruciatore e la base del rivelatore si siano raffreddati e abbiano raggiunto una temperatura di sicurezza ($< 40^{\circ}\text{C}$).
 - b Disattivare tutti i flussi di idrogeno. Lasciare attivi il gas ossidante e ozonizzante.
 - c Spegnerne il generatore di ozono.

AVVERTENZA

L'idrogeno è un gas infiammabile. Disattivare tutti i flussi di gas idrogeno dei rivelatori (e della colonna) prima di eseguire la manutenzione del rivelatore.

- 3 Posizionare un setto, un dado per colonna capillare e una ferrula sulla colonna.

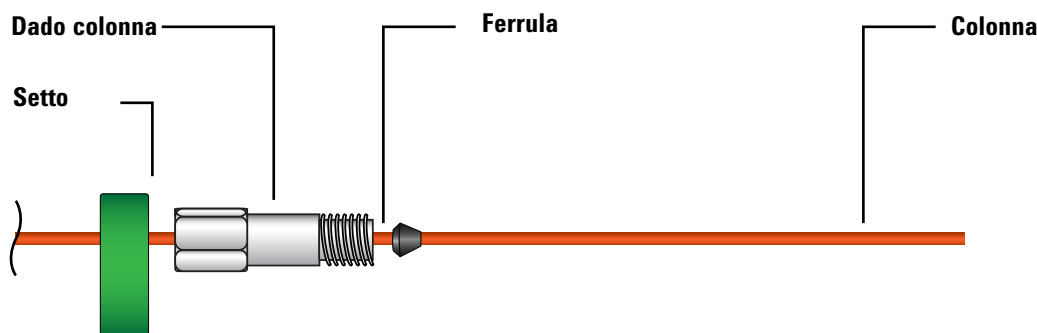


Figura 14 Posizionare setto, dado per colonna e ferrula sulla colonna.

- 4 Inserire l'estremità della colonna nello strumento di misura della colonna, in modo che l'estremità sporga oltre lo strumento.

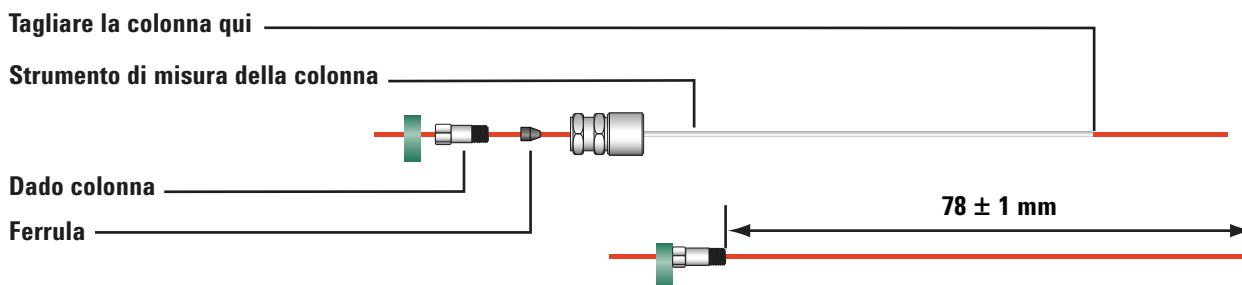
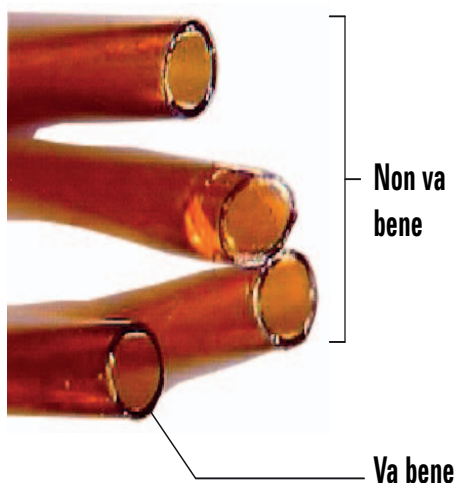


Figura 15 Impostare la lunghezza della colonna e rastremare la ferrula utilizzando uno strumento di misura della colonna

- 5** Serrare il dado della colonna sullo strumento di misura della colonna finché è ben stretto. Con una coppia di chiavi stringere il dado con una rotazione da 1/8 a 1/4 di giro. Aggiustare con precisione il setto contro la base del dado della colonna.
- 6** Con un wafer tagliacolonne, tagliare la colonna con un'inclinazione di 45°.
- 7** Far saltare l'estremità della colonna. La colonna può sporgere di circa 1 mm oltre l'estremità dello strumento. Osservare l'estremità con una lente d'ingrandimento per accertarsi che i bordi non siano obliqui o irregolari.



- 8** Togliere la colonna, il dado e la ferrula rastremata dallo strumento.
- 9** Pulire le pareti della colonna con un tessuto impregnato di isopropanolo per eliminare polvere e impronte.
- 10** Avvitare delicatamente la colonna rastremata al raccordo del rivelatore. Serrare manualmente il dado, quindi applicare un ulteriore ottavo di giro con una chiave.

Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)

Per sostituire il tubo interno in ceramica:

AVVERTENZA

Il forno, gli iniettori e i rivelatori possono essere molto caldi e provocare ustioni. Raffreddare queste aree portandole ad una temperatura non pericolosa prima di intervenire.

ATTENZIONE

Indossare guanti puliti che non si sfilacciano per evitare di contaminare i componenti con polvere e grasso.

ATTENZIONE

Diversi passi di questa procedura richiedono l'utilizzo di due chiavi, una per tenere saldo il bruciatore e l'altra per allentare una parte. Utilizzare sempre due chiavi per evitare di torcere eccessivamente o piegare il gruppo del bruciatore.

1 Predisporre i seguenti elementi:

- Due chiavi aperte da 7/16"
- Chiave aperta da 3/8"
- O-ring nuovo
- Tubo in ceramica nuovo
- Pinzette
- Tappo da 1/8" per la linea di trasferimento
- Cacciavite torsionometrico T20

2 Preparare il rivelatore per la manutenzione.

- a** Caricare il metodo di manutenzione del GC e attendere che lo strumento sia pronto (vedere [“Metodo per la manutenzione del rivelatore”](#) a pagina 69). Attendere che gli iniettori, il forno, i rivelatori, il comparto con le valvole, il gruppo del bruciatore e la base del rivelatore si siano raffreddati e abbiano raggiunto una temperatura di sicurezza (< 40 °C).
- b** Disattivare tutti i flussi di idrogeno. Lasciare attivi il gas ossidante e ozonizzante.
- c** Spegnerne il generatore di ozono.

AVVERTENZA

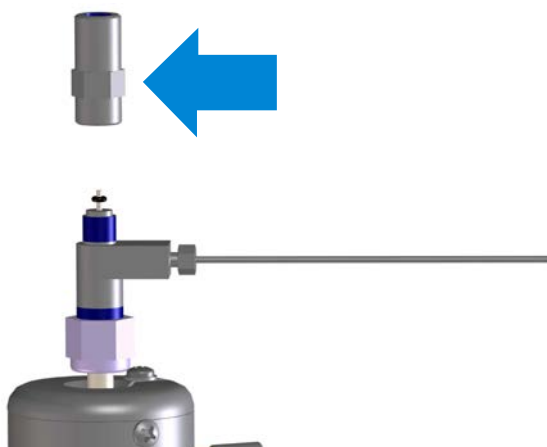
L'idrogeno è un gas infiammabile. Disattivare tutti i flussi di gas idrogeno dei rivelatori (e della colonna) prima di eseguire la manutenzione del rivelatore.

- 3 Scollegare la linea di trasferimento e coprire velocemente l'estremità aperta con il tappo da 1/8". Per tenere saldo il gruppo del bruciatore, utilizzare una chiave da 3/8" sulla linea di trasferimento e una da 7/16" sul raccordo superiore.
- 4 Con le due chiavi da 7/16", rimuovere il raccordo di uscita dal raccordo superiore.
- 5 Se il vecchio o-ring è incastrato sul fondo del raccordo di uscita, utilizzare delle pinzette o qualcosa di simile per sollevarlo delicatamente dal raccordo.
- 6 Rimuovere il vecchio tubo interno in ceramica.
- 7 Posizionare il nuovo o-ring all'estremità del nuovo tubo interno in ceramica, quindi far scivolare l'o-ring di 7 mm verso il basso del tubo (questa misura non è fondamentale).



- 8 Inserire delicatamente il tubo e l'o-ring nel bruciatore fino a posizione corretta.

- 9** Ruotare il raccordo di uscita in modo che le superfici esagonali siano più vicine al raccordo superiore (come illustrato nella figura), quindi installare sul tubo in ceramica. Stringere il raccordo di uscita in modo che l'o-ring e il tubo in ceramica si posizionino automaticamente in maniera corretta. Stringere a mano fino in fondo senza sforzare.



- 10** Rimontare la linea di trasferimento sul raccordo di uscita. Stringere a mano fino in fondo senza sforzare.
- 11** Ripristinare il flussi di gas del rivelatore.
- 12** Controllare la presenza di perdite sul raccordo di idrogeno superiore. Risolvere eventuali perdite.
- 13** Ripristinare tutte le altre condizioni operative del rivelatore.
- 14** Azzerare il contatore EMF.

Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)

Per sostituire il tubo al quarzo NCD:

AVVERTENZA

Il forno, gli iniettori e i rivelatori possono essere molto caldi e provocare ustioni. Raffreddare queste aree portandole ad una temperatura non pericolosa prima di intervenire.

ATTENZIONE

Indossare guanti puliti che non si sfilacciano per evitare di contaminare i componenti con polvere e grasso.

ATTENZIONE

Diversi passi di questa procedura richiedono l'utilizzo di due chiavi, una per tenere saldo il bruciatore e l'altra per allentare una parte. Utilizzare sempre due chiavi per evitare di torcere eccessivamente o piegare il gruppo del bruciatore.

1 Predisporre i seguenti elementi:

- Due chiavi aperte da 7/16"
- Chiave aperta da 3/8"
- Chiave aperta da 5/8"
- Tubo al quarzo nuovo
- Pinzette
- Tappo da 1/8" per la linea di trasferimento
- Cacciavite torsionometrico T20
- Strumento odontoiatrico o simile per rimuovere la ferrula in grafite
- 2 ferrule in grafite nuove

2 Preparare il rivelatore per la manutenzione.

- a Caricare il metodo di manutenzione del GC e attendere che lo strumento sia pronto (vedere [“Metodo per la manutenzione del rivelatore”](#) a pagina 69). Attendere che gli iniettori, il forno, i rivelatori, il comparto con le valvole, il gruppo del bruciatore e la base del rivelatore si siano raffreddati e abbiano raggiunto una temperatura di sicurezza (< 40 °C).
- b Disattivare tutti i flussi di idrogeno. Lasciare attivi il gas ossidante e ozonizzante.
- c Spegnerne il generatore di ozono.

AVVERTENZA

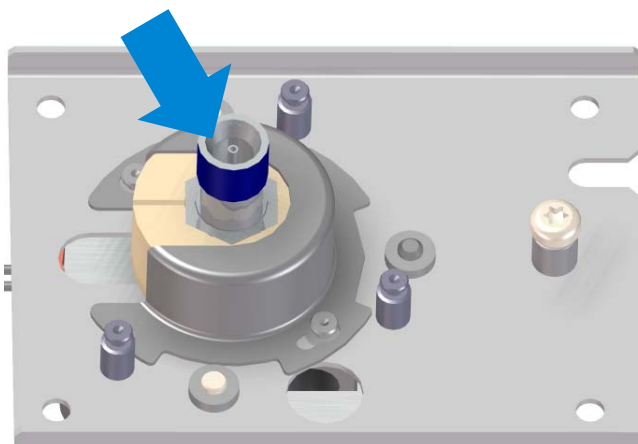
L'idrogeno è un gas infiammabile. Disattivare tutti i flussi di gas idrogeno dei rivelatori (e della colonna) prima di eseguire la manutenzione del rivelatore.

- 3 Rimuovere la schermatura. Rimuovere le due viti torsionometriche T20, ruotare la schermatura in senso orario per rimuoverla dalle staffe quindi sollevarla. Mettere da parte la schermatura e le viti che saranno riutilizzate poi.
- 4 Scollegare la linea di trasferimento e coprire velocemente l'estremità aperta con il tappo da 1/8". Per tenere saldo il gruppo del bruciatore, utilizzare una chiave da 3/8" sulla linea di trasferimento e una da 7/16" sul raccordo superiore.
- 5 Con le due chiavi da 7/16", rimuovere il raccordo di uscita dal dado posizionato nella parte alta del tubo al quarzo.
- 6 Far scorrere delicatamente il dado e la ferrula verso l'alto, estraendoli dal tubo al quarzo.

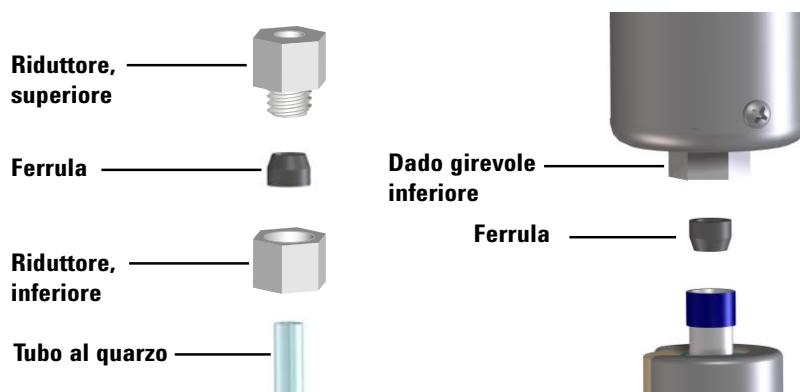
ATTENZIONE

Il tubo al quarzo è fragile, quindi può essere facilmente scheggiato o rotto. Maneggiare con cura i tubi al quarzo, per evitare di danneggiarli.

- 7 Utilizzando le chiavi da 5/8" e 9/16", rimuovere il gruppo del bruciatore e il tubo dall'accoppiamento nella base del rivelatore.
- 8 Ispezionare la zona che circonda l'ugello nell'accoppiamento. In presenza di frantumi di tubo, rimuoverli utilizzando una pinzetta o uno strumento simile.



- 9 Per rimuovere il tubo al quarzo, estrarlo delicatamente facendolo passare dal gruppo del bruciatore. La ferrula in grafite deve rimanere nel dado girevole alla base del bruciatore.
- 10 Utilizzare uno strumento odontoiatrico o simile per rimuovere la ferrula in grafite usurata dal dado girevole all'interno della base del bruciatore.
- 11 Utilizzare due chiavi per smontare il riduttore, quindi rimuovere la ferrula da sostituire.
- 12 Fissare le nuove ferrule in grafite. In entrambi i casi, l'estremità rastremata della ferrula è rivolta verso l'esterno, lontana dal bruciatore.



- 13 Rimontare il riduttore. Utilizzare due chiavi per stringere fino in fondo.
- 14 Far scivolare il nuovo tubo in quarzo facendolo passare dal gruppo del bruciatore fino a quando sporge dalla base di ca. 1 cm (questa misura non è fondamentale). Stringendo il dado inferiore sull'accoppiamento, il tubo assumerà la giusta posizione.

ATTENZIONE

Stringere le ferrule in grafite sul tubo al quarzo oltre il necessario può danneggiare le ferrule stesse o i tubi quarzo.

- 15 Accompagnare il gruppo del bruciatore delicatamente verso la base del rivelatore e avvitare il dado sulla base del rivelatore a mano. Avvitare a mano, quindi utilizzare una chiave per stringere fino in fondo senza sforzare.
- 16 Posizionare il dado e la ferrula sull'estremità aperta del tubo al quarzo in modo che l'estremità aperta del dado sia rivolta verso l'alto.
- 17 Fissare il dado sul raccordo di uscita e utilizzare due chiavi per stringere fino in fondo.

- 18 Rimontare la linea di trasferimento sul raccordo di uscita.
Stringere a mano fino in fondo senza sforzare.
- 19 Rimontare la schermatura.
- 20 Ripristinare tutte le condizioni operative del rivelatore.
- 21 Azzerare il contatore EMF.

Controllo dell'olio nella pompa a vuoto

ATTENZIONE

Non aggiungere o sostituire l'olio nella pompa principale se la pompa è attiva.

Controllare il livello e il colore dell'olio nella pompa tutte le settimane.

- 1 Controllare il livello dell'olio dalla finestrella della pompa principale. Il livello dell'olio deve essere tra le marcature Max e Min.

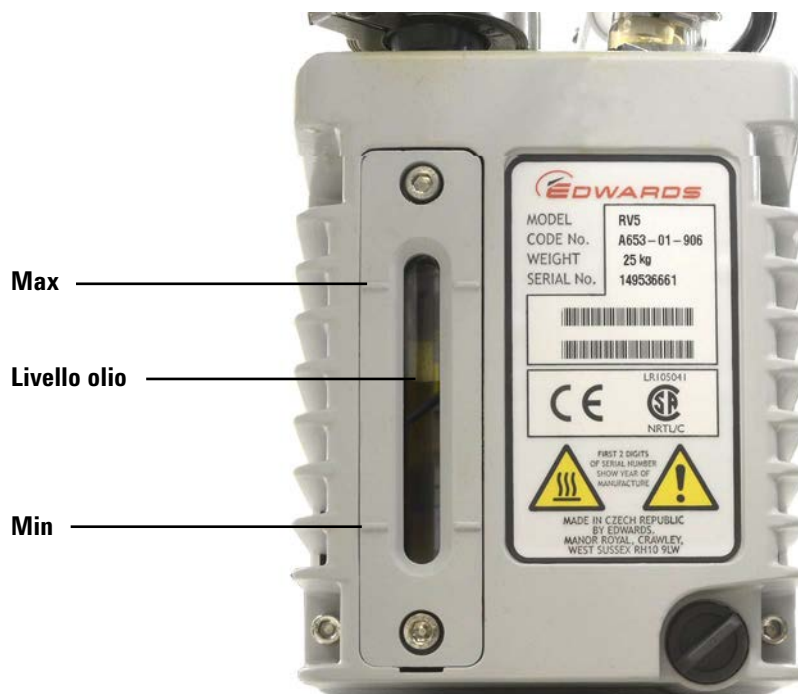


Figura 16 Controllo del livello dell'olio

- 2 Verificare che il colore dell'olio nella pompa sia chiaro o che contenga poche particelle in sospensione. Se l'olio nella pompa è scuro o ricco di particelle in sospensione, sostituirlo.
- 3 Registrare il tipo di manutenzione nel logbook. Se disponibile, azzerare il contatore EMF.

Aggiunta dell'olio nella pompa a vuoto

Se il livello dell'olio nella pompa è basso, aggiungere olio.

Materiali richiesti

- Imbuto (9301-6461)
- Chiave Allen da 5 mm (8710-1838)
- Guanti, resistenti a prodotti chimici che non si sfilacciano (9300-1751)
- Olio, sintetico, Mobil 1 (G6600-85001)
- Occhiali protettivi

AVVERTENZA

Non aggiungere mai l'olio nella pompa principale se la pompa è attiva.

AVVERTENZA

È possibile che il tappo di riempimento e la pompa siano pericolosamente caldi. Prima di toccare il tappo di riempimento e la pompa, assicurarsi che si siano raffreddati.

ATTENZIONE

Utilizzare solo olio sintetico 10W30, tipo Mobil 1. Altri tipi di olio possono ridurre considerevolmente la durata della pompa e invalidarne la garanzia.

Procedura

- 1 Arrestare il rivelatore e attendere lo spegnimento della pompa. Consultare “Arresto” a pagina 56.
- 2 Spegner il rivelatore e scollegare il cavo di alimentazione della pompa.

- 3** Rimuovere il tappo di riempimento dalla pompa a vuoto.



- 4** Aggiungere nuovo olio alla pompa fino a raggiungere, ma non superare, la marcatura Max a fianco della finestrella d'ispezione. Vedere la [Figura 16](#) a pagina 80.
- 5** Riposizionare il tappo di riempimento.
- 6** Ripulire gli eccessi di olio intorno e sotto la pompa.
- 7** Ricollegare il cavo di alimentazione della pompa.
- 8** Accendere il rivelatore e ripristinare le condizioni operative. Consultare "[Avvio](#)" a pagina 54.
- 9** Registrare il tipo di manutenzione nel logbook. Se disponibile, azzerare il contatore EMF.

Sostituzione dell'olio nella pompa a vuoto

Sostituire l'olio nella pompa ogni tre mesi o prima se l'olio appare scuro o torbido.

Materiali richiesti

- Contenitore per raccogliere l'olio della pompa utilizzato
- Imbuto (9301-6461), chiave Allen da 5 mm (8710-1838)
- Guanti, resistenti a prodotti chimici che non si sfilacciano (9300-1751)
- Olio, sintetico, Mobil 1 (G6600-85001)
- Occhiali protettivi
- Cacciavite, punta piatta, largo (8710-1029)

AVVERTENZA

Non aggiungere mai l'olio nella pompa principale se la pompa è attiva.

AVVERTENZA

È possibile che il tappo di riempimento e la pompa siano pericolosamente caldi. Prima di toccare il tappo di riempimento e la pompa, assicurarsi che si siano raffreddati.

AVVERTENZA

Non toccare l'olio. I residui di alcuni campioni sono tossici. Smaltire l'olio in maniera corretta.

ATTENZIONE

Utilizzare solo olio sintetico 10W30, tipo Mobil 1. Altri tipi di olio possono ridurre considerevolmente la durata della pompa e invalidarne la garanzia.

Procedura

- 1 Arrestare il rivelatore e attendere lo spegnimento della pompa. Consultare [“Arresto”](#) a pagina 56.
- 2 Spegnerne il rivelatore e scollegare il cavo di alimentazione della pompa.

- 3** Posizionare un contenitore sotto il tappo di scarico della pompa a vuoto.

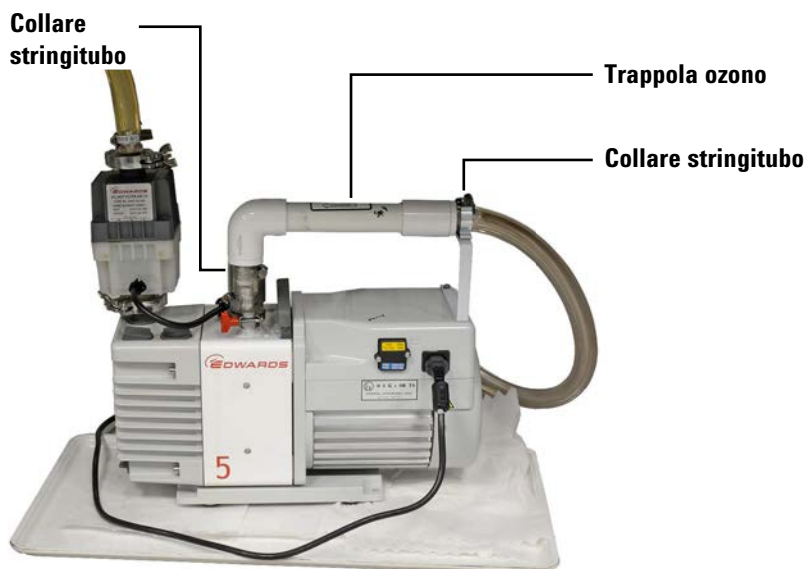


- 4** Rimuovere il tappo di riempimento, quindi aprire lo scarico. Scolare completamente l'olio sollevando l'estremità del motore della pompa.
- 5** Rimontare il tappo di scarico.
- 6** Aggiungere nuovo olio alla pompa fino a raggiungere, ma non superare, la marcatura Max a fianco della finestrella d'ispezione. Vedere la [Figura 16](#) a pagina 80.
- 7** Riposizionare il tappo di riempimento.
- 8** Ripulire gli eccessi di olio intorno e sotto la pompa.
- 9** Ricollegare il cavo di alimentazione della pompa.
- 10** Accendere il rivelatore e ripristinare le condizioni operative. Consultare "[Avvio](#)" a pagina 54.
- 11** Registrare il tipo di manutenzione nel logbook. Se disponibile, azzerare il contatore EMF.
- 12** Controllare l'eventuale presenza di perdite dopo ca. 30 minuti e di nuovo dopo 24 ore.

Sostituzione della trappola per l'ozono

Per sostituire la trappola per l'ozono:

- 1 Caricare un metodo per raffreddare il rivelatore, spegnere i riscaldatori e disattivare il flusso di idrogeno.
 - Spegnere i riscaldatori e lasciare raffreddare il bruciatore.
 - Lasciare attivo il flusso dell'ossidante.
 - Disattivare il flusso di idrogeno
 - Disattivare la pompa a vuoto.
 - Impostare il forno del GC a 30 °C (oppure spegnerlo) per ridurre al minimo lo spurgo della colonna.
 - Lasciare fluire il gas di trasporto di trasporto (elio).
- 2 Lasciare raffreddare la pompa a vuoto finché raggiunge una temperatura non pericolosa.
- 3 Rimuovere il gruppo della trappola e il tubo del vuoto dalla staffa di supporto.
- 4 Allentare i due collari stringitubo che tengono in posizione la vecchia trappola.



- 5 Rimuovere la trappola dal tubo di aspirazione della pompa (se necessario, allentare il collare nel punto di aspirazione della pompa).
- 6 Sollevare la vecchia trappola dalla staffa, quindi rimuovere il tubo del vuoto del rivelatore dal raccordo scanalato sulla vecchia trappola.

- 7 Installare la nuova trappola. Controllare che la freccia di direzione del flusso sulla nuova trappola sia rivolta verso il raccordo d'aspirazione (il gomito della trappola deve essere il più vicino possibile all'aspirazione delle pompa). Se il tubicino del connettore è stato rimosso dall'aspirazione delle pompa, rimontarlo.

Sostituzione del filtro antinebbia

Il filtro antinebbia della pompa RV5 è formato da due componenti: il filtro anti odore ai carboni e il filtro a coalescenza. Per sostituire questi filtri, smontare il gruppo del filtro antinebbia utilizzando una chiave esagonale da 4 mm con lunga impugnatura (fornita). Il filtro più piccolo anti odore ai carbone si trova sul filtro più grande a coalescenza. Si consiglia di sostituire il filtro a coalescenza dopo 90 giorni di utilizzo continuo. La sostituzione del filtro anti odore ai carboni è invece facoltativa. Dopo aver sostituito il filtro, rimontare il gruppo dei filtri e collegarlo alla flangia della pompa. Azzerare il contatore EMF.

Pulizia delle parti esterne del rivelatore

AVVERTENZA

Pericolo di ustioni. Il forno può essere molto caldo e provocare ustioni. Prima di toccarlo, lasciare raffreddare finché raggiunge una temperatura non pericolosa ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).

AVVERTENZA

Rischio di scossa elettrica Prima di pulire il rivelatore, spegnerlo e scollegare il cavo di alimentazione.

Prima di pulire il rivelatore, arrestarlo, spegnerlo e scollegare il cavo di alimentazione. Pulire il rivelatore utilizzando un panno **inumidito** con acqua. Non spruzzare liquidi direttamente sul rivelatore. Asciugare con un panno pulito e morbido. Evitare che i detergenti gocciolino all'interno del rivelatore o del GC poiché i liquidi possono danneggiare i componenti elettronici degli strumenti.

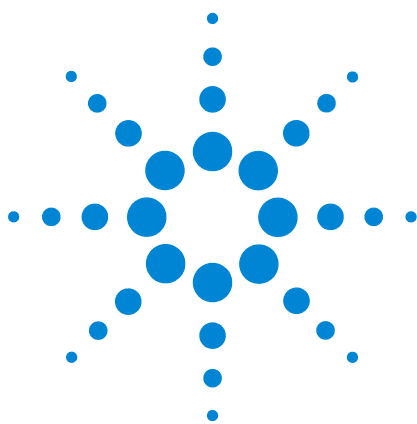
Non utilizzare sul gruppo del bruciatore prodotti per la pulizia che possono danneggiare il bruciatore.

Calibrazione dei sensori di flusso e pressione

I rivelatori SCD 8355 e NCD 8255 utilizzano dei moduli elettronici per controllare la pressione. In genere si consiglia di impostare il GC 7890B sull'azzeramento automatico del flusso. Pertanto la calibrazione non è generalmente necessaria. Tuttavia, se richiesto, i sensori di flusso e pressione possono essere azzerati manualmente. Consultare il *Manuale operativo* del GC per i dettagli.

Aggiornamento del firmware

Il firmware del GC controlla il rivelatore. Gli aggiornamenti per il rivelatore saranno applicati tramite il firmware del GC. Consultare lo strumento di aggiornamento del firmware sui DVD Agilent *GC and GC/MS User Manuals & Tools*, oppure scaricare lo strumento dalle pagine di supporto sul sito Web di Agilent.



6 Risoluzione dei problemi

Risoluzione dei problemi del rivelatore	92
Tabella per la risoluzione dei problemi	93
LED indicatore di stato	96
Messaggi del rivelatore	97
Perdite	98
Problemi di alimentazione	100
Problemi di generazione dell'ozono	101
Residui di coke	102
Contaminazione da idrogeno	103
Gas contaminati	104

Questo capitolo descrive le procedure di risoluzione di problemi che si verificano comunemente durante l'utilizzo degli strumenti SCD o NCD Agilent.



Risoluzione dei problemi del rivelatore

Una conoscenza base del rivelatore consente di diagnosticare e risolvere eventuali problemi del rivelatore. Rileggere la teoria di base sul rivelatore in [“Teoria di funzionamento”](#) a pagina 37. Questa sezione può servire a risolvere problemi riscontrati in un rivelatore che precedentemente funzionava in maniera accettabile. Per ottimizzare l'applicazione di un nuovo rivelatore, consultare [“Regolazione delle condizioni operative”](#) a pagina 53. Qui sono raccolti i consigli su come regolare i valori dei metodi e migliorare i risultati.

Molti sintomi possono essere il risultato di più fattori oppure di una tecnica cromatografica scadente. Analizzare i composti solforati e azotati è da sempre molto complicato per la reattività e l'instabilità che contraddistinguono questi composti. Spesso, problemi inizialmente attribuiti al rivelatore, sono invece la conseguenza di una tecnica cromatografica scadente o di guasti al sistema (ad esempio una perdita dal raccordo dell'iniettore della colonna). Pertanto, è innanzitutto indispensabile in questa fase, isolare il problema sul GC (ingresso, iniettore o colonna), sul gruppo del bruciatore o sul rivelatore (generatore di ozono, pompa a vuoto, tubo fotomoltiplicatore o componenti elettronici). Una volta diagnosticato il problema in un sistema, si consiglia innanzitutto di ripristinare le normali condizioni operative predefinite. La risposta del sistema una volta ripristinate tali condizioni può aiutare a determinare se siano o meno le impostazioni del metodo a causare il problema.

Si consiglia di utilizzare il log di manutenzione del GC e la funzionalità Early Maintenance Feedback (EMF) del rivelatore. Questa funzionalità consente di mantenere il rivelatore in buone condizioni operative e impedire l'insorgenza di problematiche. Per maggiori informazioni consultare il *Manuale operativo* del GC.

Tenere inoltre aggiornato il log di manutenzione per registrare le letture relative alla pressione e il segnale di fondo (la differenza tra ozono "attivo" e "non attivo"). Variazioni nel tempo di questi valori stanno ad indicare la necessità di manutenzione.

La [Tabella 11](#) nella prossima sezione elenca le problematiche più comuni, le probabili cause principali e le misure da adottare.

Tabella per la risoluzione dei problemi

Tabella 11 Risoluzione dei problemi del rivelatore

Problema	Causa possibile	Diagnosi	Misura
Problemi del rivelatore			
Nessuna risposta	Assenza di ozono	Differenza minima o nulla nel segnale di uscita tra ozono Attivo e Disattivo.	Vedere "Assenza di ozono" .
Assenza di ozono	Trasformatore e/o generatore di ozono ad alta tensione non operativi.	Differenza nulla nel segnale di uscita tra ozono Attivo e Disattivo nonostante il flusso nel generatore di ozono sia normale.	Contattare Agilent per richiedere assistenza.
	Erogazione di ozono alla cella del reattore limitata.		Contattare Agilent per richiedere assistenza.
Nessuna risposta	Tubo in ceramica o al quarzo rotto.		Sostituire il tubo in ceramica. Consultare "Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)" a pagina 73 o "Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)" a pagina 76.
Risposta bassa	Velocità dei flussi di idrogeno o ossidante non appropriate.	Verificare le velocità dei flussi.	Regolare le velocità dei flussi.
	Perdita nel rivelatore.		Controllare la presenza di eventuali perdite nel rivelatore e ripararle. Consultare "Perdite" a pagina 98.)
	Tubo in ceramica o al quarzo contaminato.	Se non si rilevano perdite, controllare il tubo in ceramica. La contaminazione può essere causata dallo spurgo della colonna, da campioni che contengono complessi metallici volatili e iniezioni di grandi volumi di idrocarburi che favoriscono la formazione di coke.	Sostituire il tubo in ceramica. Consultare "Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)" a pagina 73 o "Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)" a pagina 76.
Linea di base instabile	Contaminazione in uno dei gas del rivelatore.	Verificare la differenza nel segnale di uscita tra ozono Attivo e Disattivo.	Controllare le trappole della linea e sostituirle. Sostituire i gas del rivelatore.

Tabella 11 Risoluzione dei problemi del rivelatore

Problema	Causa possibile	Diagnosi	Misura
	Perdite nei condotti dell'ossidante.		Controllare la presenza di eventuali perdite nel rivelatore e ripararle. Consultare "Perdite" a pagina 98.)
	Perdita nei condotti di erogazione dell'idrogeno.		Controllare la presenza di eventuali perdite nel rivelatore e ripararle. Consultare "Perdite" a pagina 98.)
Picchi anomali con risposta non equimolare	Grave contaminazione dei gas del rivelatore.	Segnale di fondo elevato in considerazione dell'ozono disattivo.	Controllare le trappole della linea e sostituirle. Sostituire i gas del rivelatore.
Picchi anomali	Collegamento della colonna non preciso.	Verificare la posizione della colonna su iniettore e uscita. Controllare l'eventuale decolorazione della colonna sul raccordo del rivelatore (colonna nella zona di combustione).	Installare nuovamente la colonna. Consultare "Collegamento di una colonna al rivelatore" a pagina 70.
	Tubi rotti.	Confermare i valori di pressione e vuoto. Controllare colonne e ferrule.	Sostituire il tubo in ceramica. Consultare "Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)" a pagina 73 o "Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)" a pagina 76.
Arresto termico del rivelatore	Termocoppia aperta.		Contattare Agilent per richiedere assistenza.
Pressione del bruciatore eccessivamente alta.	Tubo al quarzo o tubo esterno in ceramica rotto. Condotto di idrogeno o ossidante da 1/16" in acciaio inox con perdite o scollegato.		Sostituire il tubo in ceramica. Consultare "Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)" a pagina 73 o "Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)" a pagina 76. Controllare il collegamento. Verificare la presenza di fuoriuscite. Se il condotto è rotto, contattare Agilent per richiedere assistenza.
	Perdite nel bruciatore.		Controllare la presenza di eventuali perdite nel rivelatore e ripararle. Consultare "Perdite" a pagina 98.)
Pressione del bruciatore più bassa del previsto e risposta bassa	Tubo interno in ceramica rotto.		Consultare "Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)" a pagina 73

Tabella 12 Risoluzione dei problemi della pompa

Problema	Causa possibile	Diagnosi	Misura
Problemi della pompa a vuoto			
La pompa non parte	Pompa spenta o cavo di alimentazione non collegato.		Posizionare su On l'interruttore di accensione della pompa. Controllare il cavo di alimentazione della pompa.
Fusibili bruciati all'avvio	Olio emulsionato.	Controllare l'integrità dell'olio.	Sostituire l'olio della pompa, inserire la spina a parete e avviare per 10/15 minuti. Contattare Agilent per sostituire i fusibili bruciati.
Acqua nella pompa.	Filtro a coalescenza rotto.	Olio giallognolo osservabile dalla finestrella d'ispezione della pompa.	Sostituire il filtro a coalescenza e l'olio nella pompa.
Pressione alta nella cella di reazione	Trappola di eliminazione dell'ozono ostruita.	Rimuovere la trappola di eliminazione dell'ozono dal condotto del vuoto e ricontrollare i valori della pressione.	Sostituire la trappola chimica.
	Bruciatore scollegato dalla cella di reazione.	Controllare i collegamenti.	
	Pompa a vuoto difettosa.		Sostituire la pompa a vuoto.
Perdita di olio dalla pompa (gorgoglio)	Zavorratore aperto.	Livello dell'olio in calo.	Ripristinare lo zavorratore. Consultare le sezioni specifiche per la pompa.
Livello di olio elevato nel filtro a coalescenza	Limitatore di ritorno dell'olio ostruito.	Nessun movimento d'olio nel condotto di ritorno.	Sostituire il filtro e pulire il limitatore.

LED indicatore di stato

Controllare il LED indicatore di stato per determinare velocemente lo stato del rivelatore. Il colore del LED cambia in base allo stato attuale del rivelatore.

- **Verde:** Indica la presenza di corrente ai riscaldatori, al raffreddatore (NCD), alla pompa a vuoto e al generatore di ozono. Ricordare che il GC fornisce corrente ai componenti elettronici del rivelatore indipendentemente dalla posizione dell'interruttore sul pannello anteriore del rivelatore.
- **Giallo:** Indica che il rivelatore non è pronto. Lo strumento è alimentato da corrente ma non tutti i parametri hanno raggiunto i valori operativi. Potrebbe essere un messaggio di avvertenza o di altro genere. Controllare il display del GC.
- **Rosso:** Indica la presenza di un errore o di altre condizioni gravi. Potrebbe essere un messaggio di guasto o di altro genere. Controllare il display del GC. Il rivelatore non può essere utilizzato fino alla risoluzione della condizione di errore.

Messaggi del rivelatore

Controllare il display di stato del GC per eventuali messaggi del rivelatore. Sul display del GC vengono visualizzati messaggi di stato ed errore rilevati durante il funzionamento dello strumento nonché messaggi relativi alla manutenzione e di errore nei file di log del GC. Consultare i manuali di funzionamento del GC per ulteriori dettagli.

Perdite

Perdite di ozono

AVVERTENZA

L'ozono è un gas pericoloso e un forte ossidante. È possibile ridurre l'esposizione all'ozono utilizzando lo strumento in un ambiente ben areato e ventilando gli scarichi della pompa a vuoto in una cappa aspirante. Se lo strumento non è un uso, si consiglia di spegnere il generatore.

Se si sospetta una perdita di ozono, arrestare il rivelatore. Non aprire il mainframe del rivelatore. Contattare Agilent per richiedere assistenza.

Perdite di idrogeno

AVVERTENZA

Non misurare l'idrogeno insieme all'aria o all'ossigeno, perché potrebbero crearsi miscele esplosive la cui accensione potrebbe essere innescata dalla temperatura elevata del bruciatore. Per evitare questo rischio: 1. Raffreddare il bruciatore prima di iniziare. 2. Misurare sempre i gas separatamente.

Controllare che i collegamenti esterni non presentino perdite. Vedere [“Controllo di eventuali perdite di idrogeno e ossidante”](#) a pagina 99. Controllare i collegamenti di erogazione dei gas al mainframe del rivelatore e quelli tra il mainframe e il gruppo del bruciatore. Se si sospetta una perdita all'interno del mainframe del rivelatore, contattare Agilent per richiedere assistenza. Non aprire il mainframe del rivelatore.

Perdita di ossidante

AVVERTENZA

Gli ambienti ricchi di ossigeno possono favorire la combustione e la conseguente combustione spontanea in condizioni di pressione elevata ed esposizione a contaminazione. Utilizzare quindi solo componenti OR (oxygen-rated) e assicurarsi che i componenti non siano contaminati da ossigeno prima di utilizzare l'ossigeno puro.

Controllare i collegamenti di erogazione dell'ossidante al mainframe del rivelatore e quelli tra il mainframe e il gruppo del bruciatore. Vedere “[Controllo di eventuali perdite di idrogeno e ossidante](#)” a pagina 99. Se si sospetta una perdita all'interno del mainframe del rivelatore, contattare Agilent per richiedere assistenza. Non aprire il mainframe del rivelatore.

Controllo di eventuali perdite di idrogeno e ossidante

Per controllare l'eventuale perdita di idrogeno o ossidante lungo il percorso, procedere nel modo seguente:

- 1 Controllare che i raccordi esterni non presentino perdite. Risolvere la perdita (stringere i raccordi o ripristinare i collegamenti).
- 2 Se si ritiene che la perdita non sia stata risolta, predisporre le condizioni di controllo di un flusso tipico (vedere la [Tabella 14](#) a pagina 110 per il rivelatore SCD o la [tabella Tabella 15](#) a pagina 115 per il rivelatore NCD).
- 3 Mantenere tali condizioni per alcuni minuti. Se il rivelatore non riesce a supportare queste velocità di flusso, contattare Agilent per richiedere assistenza.
- 4 Se il rivelatore non è riuscito a mantenere le velocità di flusso, disattivare i flussi di gas utilizzando il tastierino del GC o il software di controllo.
- 5 Controllare sul display del GC i valori della pressione (premere [**Front Det**] Rilev. ant o [**Back Det**] Rivel. post. o [**MS/Aux Det**]. MS/Rilev. aus. Se la pompa a vuoto è in funzione, la pressione della cella di reazione dovrebbe scendere a ca. 0 (zero). La pressione del rivelatore dovrebbe scendere ad un valore di molto inferiore rispetto alla pressione operativa tipica. Data la configurazione interna del gruppo del bruciatore, tale processo sarà piuttosto lungo. Se la pressione del bruciatore rimane alta o su valori normali, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Problemi di alimentazione

Nella risoluzione dei problemi legati all'alimentazione dei rivelatori SCD o NCD, ricordare che l'alimentazione fornita ai componenti elettronici del rivelatore e ai moduli di flusso arriva dal GC ed è determinata dall'interruttore del gascromatografo. L'alimentazione fornita ai riscaldatori di SCD/NCD, al raffreddatore NCD, alla pompa a vuoto e al generatore di ozono arriva invece dal rivelatore ed è determinata dall'interruttore del rivelatore.

Assenza di alimentazione

Se il rivelatore non sembra alimentato (la pompa a vuoto non funziona e i riscaldatori non si accendono), controllare quanto segue:

- Verificare che l'interruttore sia su on.
- Verificare che il cavo di alimentazione si collegato correttamente.
- Verificare la presenza di corrente nell'edificio.

Se il cavo è collegato correttamente e non si rilevano problemi di corrente nell'edificio che possono compromettere il funzionamento del rivelatore, contattare Agilent.

Problemi di generazione dell'ozono

Prima di tentare di risolvere i problemi relativi alla generazione dell'ozono, verificare innanzitutto che tutti gli altri componenti del sistema funzionino correttamente. Controllare ad esempio l'eventuale presenza di perdite nei collegamenti esterni del rivelatore, nell'iniettore e nel raccordo della colonna dell'iniettore. Verificare che la pompa a vuoto, l'iniettore e l'ALS funzionino normalmente.

Attenersi alla seguente procedura per risolvere problemi di generazione dell'ozono:

- 1 Sul display del GC, controllare il segnale di uscita del rivelatore.
- 2 Lasciare attiva la pompa a vuoto e il flusso di gas di erogazione dell'ozono.
- 3 Spegnerne il generatore di ozono.
- 4 Osservare il segnale di uscita del rivelatore.
- 5 Accendere il generatore di ozono e controllare nuovamente il segnale di uscita del rivelatore.

Se il rivelatore funziona correttamente, solitamente viene visualizzata una differenza di segnale di fondo tra la tensione del gas di erogazione dell'ozono quando è attivo o disattivo. In assenza di tale differenza, richiedere l'assistenza di Agilent.

Residui di coke

La contaminazione di alcune matrici di campione può ridurre la sensibilità. L'olio greggio, ad esempio (che contiene complessi metallici volatili), può contaminare i tubi in ceramica. Anche la combustione incompleta di alcuni composti contenenti idrocarburi lascia residui di coke nei tubi in ceramica. È possibile rimuovere i residui di coke dal bruciatore riducendo la velocità di flusso dell'idrogeno.

Contaminazione da idrogeno

I tubi in ceramica del rivelatore SCD possono essere contaminati dall'idrogeno se il flusso di ossidante relativo è molto più basso del flusso di idrogeno. Se si verifica tale condizione, o perché i valori del metodo non sono appropriati o perché sussiste un problema con il flusso ossidante, la risposta sarà estremamente limitata o del tutto assente. Nel caso si sospetti una contaminazione da idrogeno:

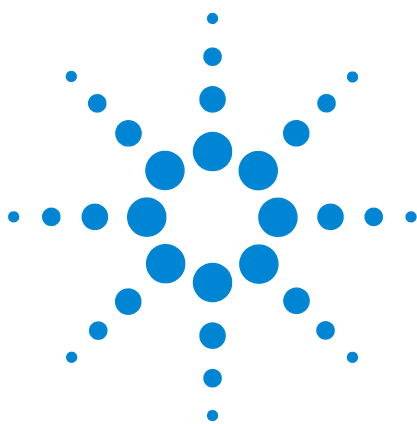
- Verificare ed eventualmente risolvere arresti di flusso.
- Controllare l'eventuale presenza di occlusioni nel tubo di erogazione dell'ossidante collegato al gruppo del bruciatore.
- Caricare un metodo di prova o un altro metodo che utilizza velocità di flussi relative e bilanciate. In assenza prolungata di risposta, sostituire i tubi in ceramica.

In assenza di risposta, sostituire il tubo in ceramica interno. Se il problema persiste, sostituire il tubo in ceramica esterno. In quanto non possono essere ricondizionati.

Gas contaminati

Agilent consiglia l'utilizzo di gas non contaminati che soddisfano i requisiti indicati nella *Guida alla preparazione del laboratorio*. È inoltre vivamente consigliato l'utilizzo di trappole di qualità elevata perché si possa eliminare il più possibile la contaminazione. L'utilizzo di gas non contaminati assicura ottime prestazioni. Diversamente, lo zolfo e altri contaminati di gas possono accumularsi nella colonna e nello spurgo nel corso del tempo, riducendo così la sensibilità dei tubi in ceramica e aumentando le linee di base.

La presenza di umidità nel condotto del generatore di ozono può favorire la formazione di acidi in grado di danneggiare o distruggere il generatore di ozono e gli altri componenti del rivelatore. Agilent consiglia anche l'utilizzo di una trappola per l'umidità di qualità elevata (ad esempio un sistema di filtri per gas non contaminati con trappola per l'umidità) per il gas di erogazione dell'ozono. Consultare [“Consumabili e pezzi di ricambio”](#) a pagina 65.



7 Verifica delle prestazioni

Test cromatografico	106
Preparazione del test cromatografico	107
Verifica delle prestazioni del rivelatore SCD	109
Verifica delle prestazioni del rivelatore NCD	114

In questo capitolo vengono illustrate le verifiche necessarie per garantire il normale funzionamento del rivelatore.



Test cromatografico

I test descritti in questa sezione servono a confermare che le prestazioni del GC e del rivelatore siano paragonabili a quelle di fabbrica. Tuttavia i rivelatori e altri componenti del GC invecchiano; pertanto le prestazioni possono differire. I risultati qui presentati si riferiscono a condizioni tipiche di funzionamento. Non sono specifiche.

I test presuppongono:

- L'utilizzo di un campionatore automatico per liquidi. Se non è disponibile, utilizzare una siringa manuale adatta al posto della siringa indicata.
- L'utilizzo di una siringa da 10 μ L nella maggior parte delle situazioni. In alternativa è possibile utilizzare una siringa da 5 μ L.
- L'utilizzo di un setto e di altri accessori (liner, adattatori, ecc.) descritti. In presenza di altri accessori, le prestazioni possono divergere.

Preparazione del test cromatografico

Poiché le prestazioni cromatografiche variano a seconda dei consumabili utilizzati, Agilent consiglia di impiegare i prodotti qui elencati per eseguire i test. Si consiglia inoltre di installare consumabili nuovi se la qualità di quelli installati è incerta. Ad esempio, se si installano liner e setto nuovi, i risultati non saranno contaminati.

Un GC appena spedito è composto da consumabili nuovi che non necessitano di essere sostituiti.

NOTA

Nel caso in cui il GC sia nuovo, verificare il liner dell'iniettore installato. Il liner fornito con l'iniettore potrebbe non essere quello consigliato per il test.

- 1 Verificare gli indicatori/le date delle trappole di erogazione del gas. Sostituire le trappole esaurite.
- 2 Installare i nuovi consumabili dell'iniettore e preparare la siringa corretta per l'iniettore (anche l'ago se necessario).

Tabella 13 Parti consigliate per il test in base al tipo di iniettore

Parte consigliata per il test	Codice
Iniettore split/splitless	
Siringa, 10µL	5181-1267
Guarnizione O-ring liner	5188-5365
Setto	5183-4757
Liner	5190-2295
Tenuta iniettore placcata oro, con rondella	5188-5367
Iniettore multimodale	
Siringa, 10µL	5181-1267
Guarnizione O-ring liner	5188-5365
Setto	5183-4757
Liner	5190-2295
Iniettore COC (Cool on-column)	
Setto	5183-4758
Dado setto	19245-80521

Tabella 13 Parti consigliate per il test in base al tipo di iniettore

Parte consigliata per il test	Codice
Siringa, 5µL on-column	5182-0836
Ago da 0,32 mm per siringa da 5µL	5182-0831
ALS 7693A: Inserito supporto ago, COC	G4513-40529
ALS 7683B: Supporti ago per iniezioni da 0,25/0,32 mm	G2913-60977
Inserito in silice fusa, 0,32 mm id	19245-20525

Preparazione delle fiale di campione

Verificare le prestazioni utilizzando un'iniezione di 1 uL. Gli standard per i test dei rivelatori SCD e NCD vengono forniti in 3 ampole.

AVVERTENZA

Quando si maneggiano gli standard per i test, seguire sempre le istruzioni preventive fornite con il prodotto.

- 1 Aprire l'imballo con il campione.
- 2 Rimuovere il tappo di una delle ampole che contiene il campione di prova.
- 3 Trasferire il contenuto in una fiala ALS da 2 ml e poi chiuderla.

Verifica delle prestazioni del rivelatore SCD

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, DB-1 30 m × 0,32 mm × 1,0 µm (codice prodotto 123-1033)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del rivelatore SCD (5190-7003): 0,7 ± 0,002 mg/L di disolfuro di etile e 1,0 ± 0,003 mg/L di disolfuro di tert-butile inisottano.
 - Isottano di grado cromatografico
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica
 - Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione
 - Minuteria per ingresso e iniettore (consultare [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 107.)
- 2 Verificare quanto segue:
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio come gas di trasporto, aria come gas ossidante e ossigeno come gas di erogazione di ozono.
 - Lo stato della trappola per il gas di erogazione di ozono e di altre trappole in uso.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala di solvente da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
 - La fiala di solvente da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente B dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Consultare [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 107.)
- 4 Installare la colonna di valutazione (seguire la procedura descritta nel manuale *Manutenzione del gascromatografo* del GC).
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 minuti a 180 °C (seguire la procedura descritta nel manuale *Manutenzione del gascromatografo* del GC).
 - Configurare la colonna.
- 5 Controllare l'uscita della linea di base del rivelatore. L'uscita deve essere inferiore a 150 pA e deve essere relativamente stabile. Si presuppone così che il sistema sia ben stabilizzato se il forno della colonna raggiunge i 50 °C.

Tuttavia, è possibile che, la linea di base di un bruciatore nuovo (oppure di un bruciatore con un nuovo tubo in ceramica) sia molto elevata alla prima accensione. In questo caso, la linea di base dovrebbe diminuire in maniera graduale a seconda del livello di pulizia del bruciatore. Anche il rumore dovrebbe ridursi nel corso del tempo. Il rumore misurato da Agilent OpenLAB CDS non dovrebbe superare le 5 unità visualizzate in un sistema con un giusto livello di stabilizzazione.

È possibile proseguire le operazioni di test anche se la linea di base non è ancora completamente stabile.

- 6 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 14](#).

Tabella 14 Condizioni per il test del rivelatore SCD

Colonna e campione	
Tipo	DB-1, 30 m × 0,32 mm × 1 µm (123-1033)
Campione	Test SCD 5190-7003
Flusso colonna	3,5 mL/min di elio
Modalità colonna	Flusso costante
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	80 mL/min
Tempo spurgo	0,7 min
Spurgo setto	3 mL/min
Risparmio gas	Off
Iniettore multimodale	
Mode	Splitless
Temperatura iniettore	250 °C
Tempo spurgo	0,7 min
Flusso di spurgo	80 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min
Risparmio gas	Off

Tabella 14 Condizioni per il test del rivelatore SCD

Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura base	280 °C
Temperatura bruciatore	800 °C
Flusso H ₂ superiore	38 mL/min
Flusso H ₂ inferiore	8 mL/min
Flusso ossidante	50 mL/min, aria
Generatore O3	On
Flusso generatore O3	On
Pompa a vuoto	On
Impostazioni rivelatore FID-SCD tandem	
Temp FID	350 °C
Flusso idrogeno FID	35 mL/min
Flusso aria FID	500 mL/min
Flusso di makeup N ₂ FID	20 mL/min
Flusso ossidante SCD	0
Flusso H ₂ SCD superiore	40 mL/min
Flusso H ₂ inferiore	Non applicabile per FID-SCD
Forno	
Temp. iniziale	50 °C
Tempo iniziale	3,0 min
Velocità 1	25 °C/min
Temp rampa 1	160 °C
Tempo di mantenimento rampa 1	2 min
Temp post analisi	50 °C
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 µL (max)
Volume di iniezione	1 µL

Tabella 14 Condizioni per il test del rivelatore SCD

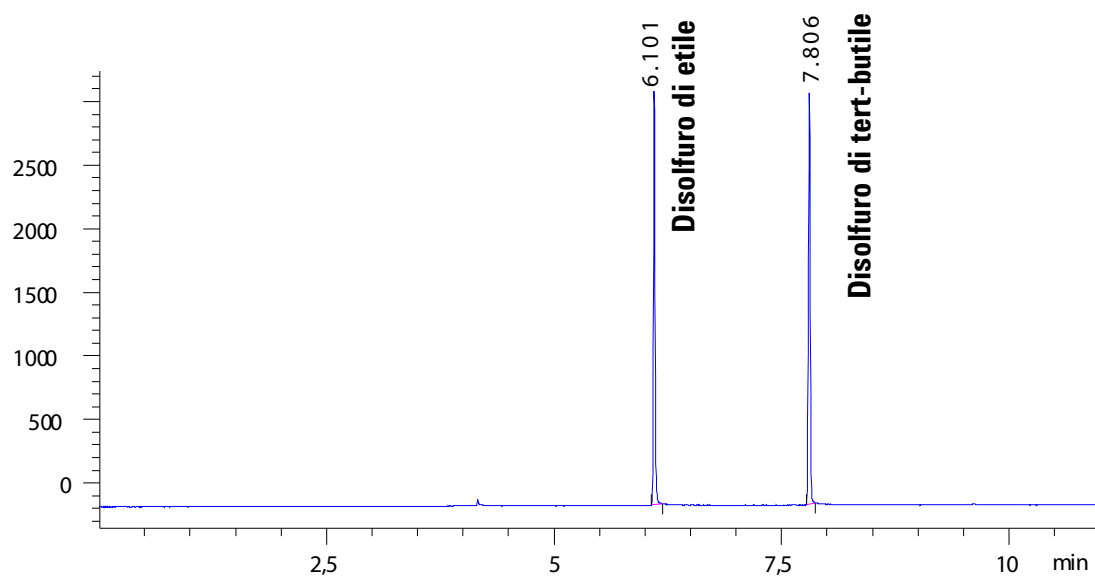
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	0
Post-lavaggi solvente A	3
Volume lavaggio solvente A	8µL (max)
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	3
Volume lavaggio solvente B	8µL (max)
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0
Ritardo viscosità	0
Velocità di aspirazione lavaggio solvente (7693A)	150
Velocità di dispensa lavaggio solvente (7693A)	1500
Velocità di aspirazione lavaggio campione (7693A)	150
Velocità di dispensa lavaggio campione (7693A)	1500
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	3000
Velocità stantuffo (7683)	Rapida, per tutti gli iniettori ad eccezione di COC.
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz (rilevatore anteriore, SCD)

- 7 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma. Se non si utilizza un sistema dati, creare una sequenza di campionamento utilizzando la tastiera del GC.

- 8 Avviare l'analisi. Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** Avvio sul GC. Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):
- Premere **[Prep Run]** Preparazione analisi per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
 - Quando il GC è pronto, iniettare 1 μL di campione di prova e premere **[Start]** Avvio sul GC.

Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati. Nota: la risposta di un rivelatore FID-SCD tandem sarà all'incirca 1/10 della risposta di questo esempio, in quanto la quantità di campione che raggiunge il rivelatore SCD è ridotta.

SCD1 A, Front Signal (C:\CHEM32\2\DATA\XCD-DATA-FEB2015\SCD\EXAMPLE.D)



Verifica delle prestazioni del rivelatore NCD

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (codice prodotto 19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del rivelatore NCD (5190-7002): 3-metilindolo 10,0 ± 0.1 mg/L, 9-metilcarbazolo 14,1 ± 0.1 mg/L e nitrobenzene 9,51 ± 0,05 mg/L in isottano.
 - Isottano di grado cromatografico
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica
 - Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione
 - Minuteria per ingresso e iniettore (consultare [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 107.)
- 2 Verificare quanto segue:
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio come gas di trasporto, ossigeno come gas ossidante e come gas per l'erogazione di ozono.
 - Lo stato della trappola per il gas di erogazione di ozono e di altre trappole in uso.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala di solvente da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
 - La fiala di solvente da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente B dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Consultare [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 107.)
- 4 Installare la colonna di valutazione (seguire la procedura descritta nel manuale *Manutenzione del gascromatografo* del GC).
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 minuti a 270 °C (seguire la procedura descritta nel manuale *Manutenzione del gascromatografo* del GC).
 - Configurare la colonna.
- 5 Controllare l'uscita della linea di base del rivelatore. L'uscita deve essere inferiore a 150 pA e deve essere relativamente stabile. Si presuppone così che il sistema sia ben stabilizzato se il forno della colonna raggiunge i 50 °C. Un valore negativo per la linea di base è comunque accettabile.

Tuttavia, è possibile che, la linea di base di un bruciatore nuovo (oppure di un bruciatore con un nuovo tubo al quarzo) sia molto elevata alla prima accensione. In questo caso, la linea di base dovrebbe diminuire in maniera graduale a seconda del livello di pulizia del bruciatore. Anche il rumore dovrebbe ridursi nel corso del tempo. Il rumore misurato da Agilent OpenLAB CDS non dovrebbe superare le 4 unità visualizzate in un sistema con un giusto livello di stabilizzazione.

È possibile proseguire le operazioni di test anche se la linea di base non è ancora completamente stabile.

- 6 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 15](#).

Tabella 15 Condizioni per il test del rivelatore NCD

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Test NCD 5190-7002
Flusso colonna	2,2 mL/min
Modalità colonna	Flusso costante
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	80 mL/min
Tempo spurgo	0,8 min
Spurgo setto	3 mL/min
Risparmio gas	Off
Iniettore multimodale	
Mode	Splitless
Temperatura iniettore	250 °C
Tempo iniziale	0 min
Tempo spurgo	0,8 min
Flusso di spurgo	80 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min
Risparmio gas	Off

Tabella 15 Condizioni per il test del rivelatore NCD

Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura base	280 °C
Temperatura bruciatore	900 °C
Temperatura raffreddatore	On
Flusso H ₂	3 mL/min
Flusso ossidante	8 mL/min, ossigeno
Generatore O ₃	On
Flusso generatore O ₃	On
Pompa a vuoto	On
Forno	
Temp. iniziale	50 °C
Tempo iniziale	3,0 min
Velocità 1	25 °C/min
Temp rampa 1	250 °C
Tempo di mantenimento rampa 1	2 min
Temp post analisi	50 °C
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 µL (max)
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	0
Post-lavaggi solvente A	3
Volume lavaggio solvente A	8µL (max)
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	3
Volume lavaggio solvente B	8µL (max)
Modalità iniezione (7693A)	Normale

Tabella 15 Condizioni per il test del rivelatore NCD

Volume intercapedine d'aria (7693A)	0
Ritardo viscosità	0
Velocità di aspirazione lavaggio solvente (7693A)	150
Velocità di dispensa lavaggio solvente (7693A)	1500
Velocità di aspirazione lavaggio campione (7693A)	150
Velocità di dispensa lavaggio campione (7693A)	1500
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	3000
Velocità stantuffo (7683)	Rapida, per tutti gli iniettori ad eccezione di CQC.
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz (rilevatore anteriore, NCD)

- 7 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma. Se non si utilizza un sistema dati, creare una sequenza di campionamento utilizzando la tastiera del GC.
- 8 Avviare l'analisi. Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** Avvio sul GC. Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):
 - a Premere **[Prep Run]** Preparazione analisi per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
 - b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere **[Start]** Avvio sul GC.



Agilent Technologies

Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.

