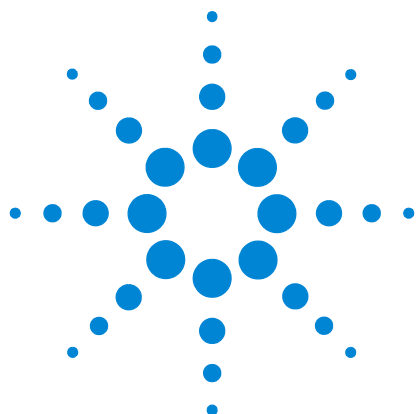




Rivelatori a chemiluminescenza di zolfo 8355 S e di azoto 8255 S Agilent

Manuale utente



Agilent Technologies

Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2016

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

G3492-94001

Edizione

Prima edizione, maggio 2016

Stampato in USA o 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.

Sommario

1 Guida introduttiva

Manuali, informazioni, strumenti e dove trovarli	8
Informazioni sulla sicurezza	8
Manuali, strumenti e guida online del gascromatografo	8
Applicazioni utente	10
Opportunità di formazione	13
Panoramica del Rivelatori SCD 8355 S e NCD 8255 S	14
Panoramica su installazione e primo avvio	18

2 Descrizione del sistema

Specifiche	20
8355 S SCD	20
8255 S NCD	20
Calcoli MDL	21
Teoria di funzionamento	22
SCD	22
NCD	22
Descrizione dei principali componenti	24
Gruppo del bruciatore	24
Generatore di ozono	26
Cella di reazione e tubo fotomoltiplicatore (PMT)	27
Moduli EPC	27
Pompa a vuoto	27
Trappola di eliminazione dell'ozono	27
Filtro a coalescenza per l'olio	27
Adattatore FID (opzionale)	28
Raffreddatore NCD	28

3 Funzionamento della tastiera

Tasto Detector	30
Tasto Status	31
Tasto Info	32
Tasti di immissione di dati generali	33
Tasti di memorizzazione dei metodi	34
Caricamento di un metodo	34

Caricamento di un metodo:	34
Tasto Service Mode	36
Tasti di supporto	37
Configurazione	37
Log di manutenzione e log di eventi di sistema	38

4 Funzionamento

Introduzione	40
Versione senza sistema di dati	40
Impostazione dei parametri	41
Parametri e intervalli	41
Stabilità e risposta del rivelatore	42
Condizioni operative normali	43
Regolazione delle condizioni operative	44
Avvio	45
Arresto	46
Sensori di flusso e pressione	47
Sensori di flusso	47
Sensori di pressione	47
Configurazione dell' azzeramento automatico dei flussi	47
Condizioni per l'azzeramento di un sensore	48
Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione	48
Configurazione automatica del rivelatore	49
Uscita segnale	50
Tipi di segnale	50
Valore	51
Segnali analogici	51
Metodi	53
Caricamento di un metodo	53
Caricamento di un metodo:	53
Risparmio delle risorse	54
Programmazione	54
Metodi Sleep	54
Impostazione del rivelatore per il risparmio delle risorse	55

5 Manutenzione

Piano di manutenzione	60
Registrazione della sensibilità del rivelatore	61
Consumabili e pezzi di ricambio	62
Sezione esplosa del rivelatore SCD	65
Sezione esplosa del rivelatore NCD	66
Metodo per la manutenzione del rivelatore	67
Collegamento di una colonna al rivelatore	68
Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)	71
Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)	74
Controllo dell'olio nella pompa a vuoto	78
Aggiunta dell'olio nella pompa a vuoto	79
Sostituzione dell'olio nella pompa a vuoto	81
Sostituzione della trappola per l'ozono	83
Sostituzione del filtro antinebbia	84
Pulizia delle parti esterne del rivelatore	85
Calibrazione dei sensori di flusso e pressione	86

6 Risoluzione dei problemi

Risoluzione dei problemi del rivelatore	88
Tabella per la risoluzione dei problemi	89
LED indicatore di stato	93
Messaggi del rivelatore	94
Perdite	95
Perdite di ozono	95
Perdite di idrogeno	95
Perdita di ossidante	95
Controllo di eventuali perdite di idrogeno e ossidante	96
Problemi di alimentazione	97
Assenza di alimentazione	97
Problemi di generazione dell'ozono	98
Residui di coke	99
Contaminazione da idrogeno	100

Gas contaminati 101

7 Verifica delle prestazioni

Test cromatografico 104

Preparazione del test cromatografico 105

Preparazione delle fiale di campione 106

Verifica delle prestazioni del rivelatore SCD 107

Verifica delle prestazioni del rivelatore NCD 113



1

Guida introduttiva

Manuali, informazioni, strumenti e dove trovarli 8

Panoramica del Rivelatori SCD 8355 S e NCD 8255 S 14

Panoramica su installazione e primo avvio 18

In questo capitolo vengono presentati il rivelatore a chemiluminescenza di zolfo 8355 S (SCD) e il rivelatore a chemiluminescenza di azoto 8255 S (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 S (SCD) e di azoto 8255 S (NCD) di Agilent. In questo manuale sono inoltre contenuti consigli, procedure di manutenzione e istruzioni per la risoluzione dei problemi. Per istruzioni di installazione, vedere “Panoramica su installazione e primo avvio” a pagina 18. Prima di alloggiare un nuovo rivelatore SCD o NCD, preparare il laboratorio seguendo il manuale *Preparazione del laboratorio di Agilent*.

Inoltre, Agilent mette a disposizione dell'utente altri manuali, esercitazioni e sistemi guida per imparare a conoscere l'attuale linea di GC. 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.

Informazioni sulla sicurezza

Prima di procedere, leggere le importanti informazioni sulla sicurezza e le normative riportate nel *manuale con le informazioni sulla sicurezza e le normative di Agilent per i rivelatori a chemiluminescenza 8355, 8355 S e 8255, 8255 S*.

Manuali, strumenti e guida online del gascromatografo

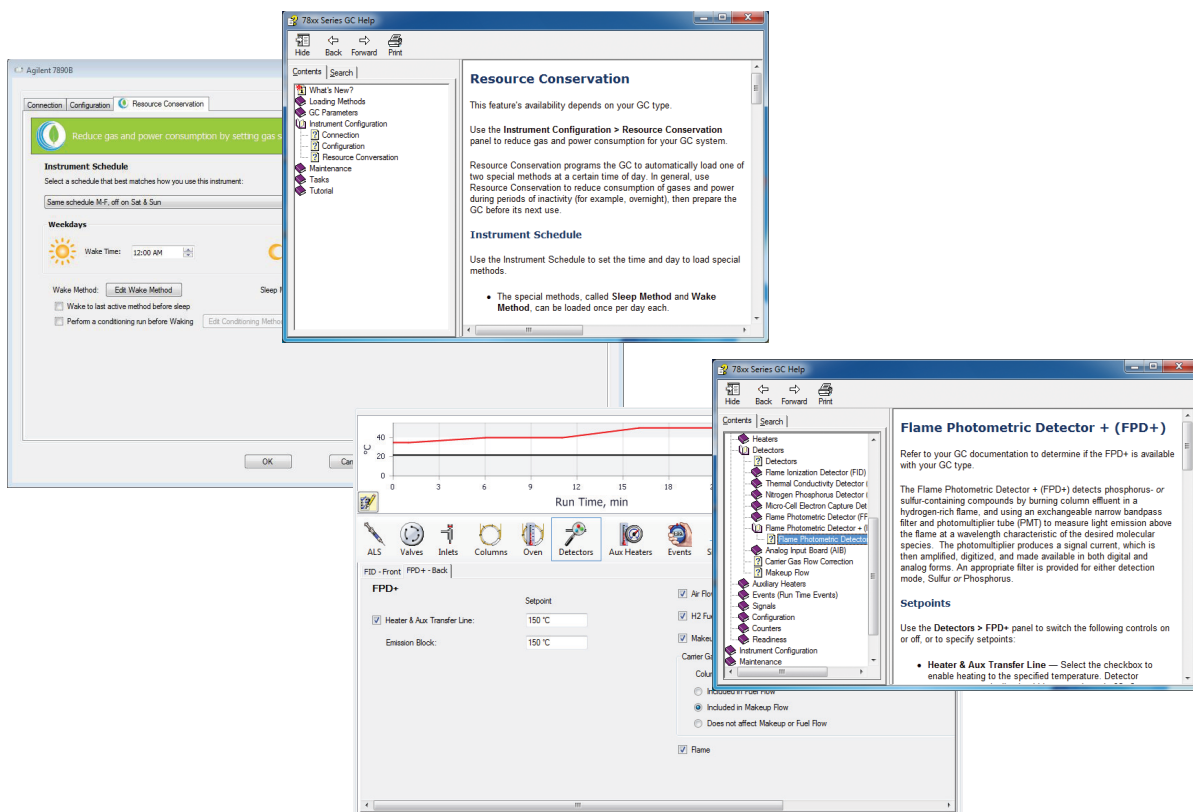
Agilent mette a disposizione del materiale didattico che illustra l'installazione, il funzionamento, la manutenzione e la risoluzione dei problemi dell'attuale linea di gascromatografi. Questi manuali sono disponibili sui DVD Agilent *GC e GC/MS User Manuals & Tools* forniti insieme al gascromatografo.

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.



Guida online

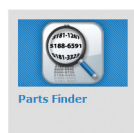
Oltre ai manuali fisici, il sistema dati del gascromatografo comprende anche un'approfondita guida online con informazioni dettagliate, operazioni comuni ed esercitazioni video sull'uso del software.



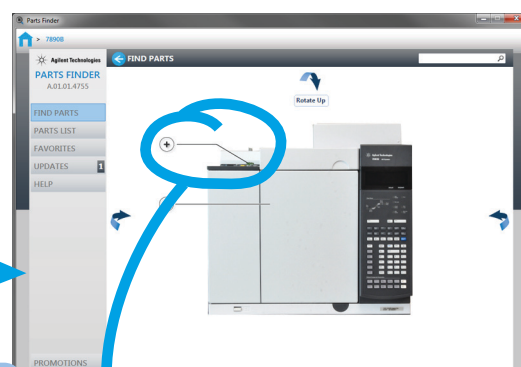
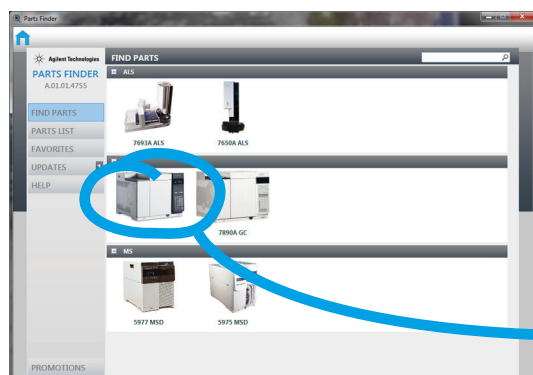
Applicazioni utente

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.

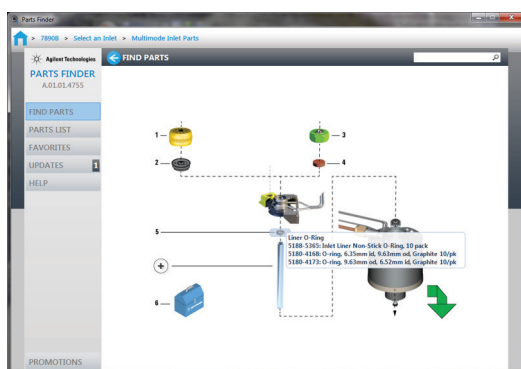
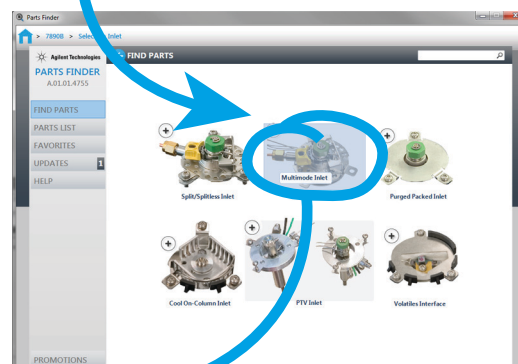




Installare Parts Finder per individuare rapidamente parti di ricambio e materiali di consumo facendo clic sulle immagini dello strumento.



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.



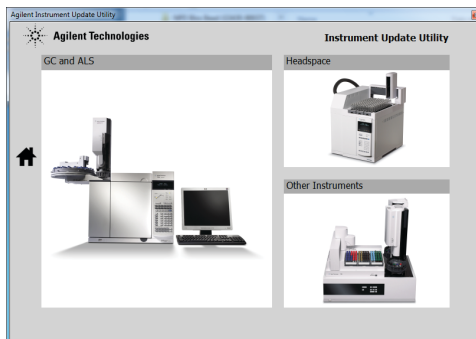
Parts Finder non solo consente di risparmiare tempo quando si ordinano parti di ricambio, ma si aggiorna anche automaticamente da Internet e in questo modo permette di accedere sempre all'elenco di parti di ricambio più aggiornato per tutti gli strumenti.

1 Guida introduttiva



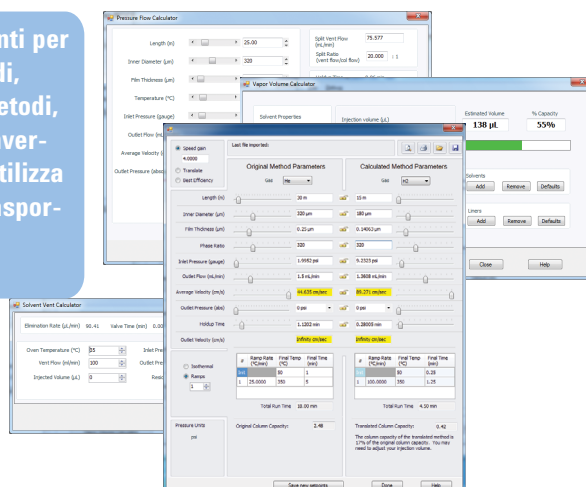
GC Firmware Update Tool

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



Method Developer Tools

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:

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 del Rivelatori SCD 8355 S e NCD 8255 S

Da [Figura 1](#) a [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.

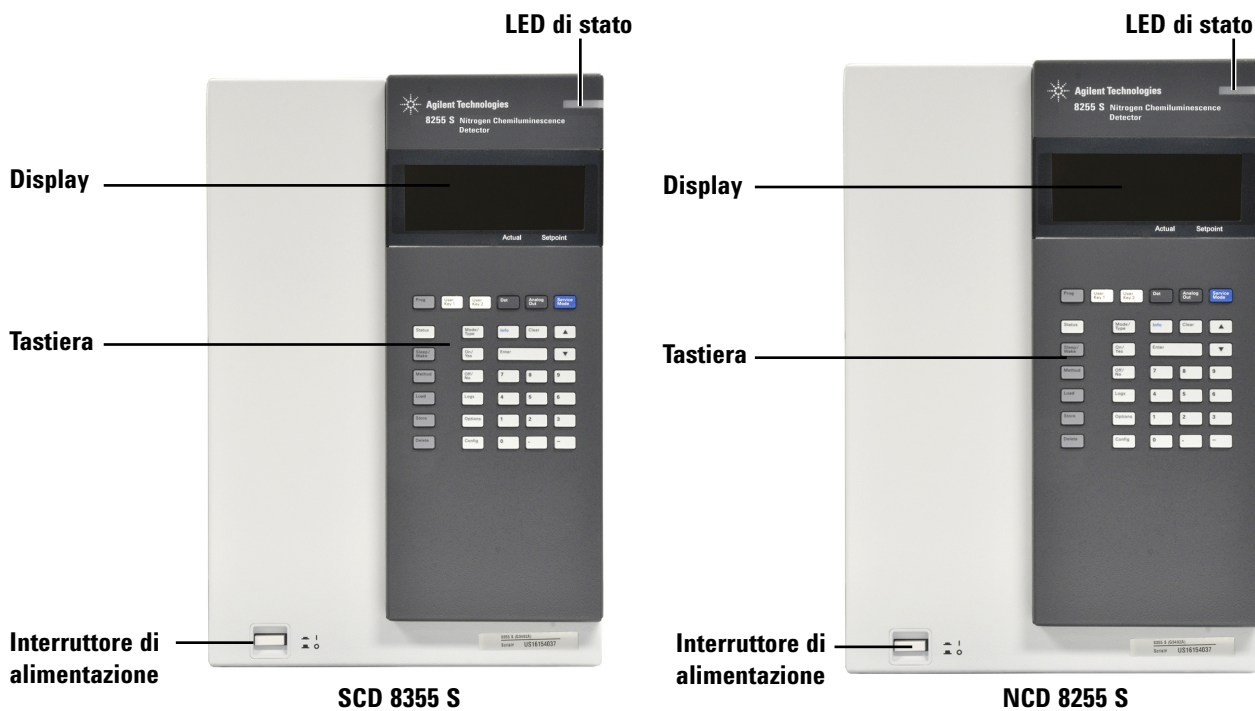


Figura 1 Vista frontale, rivelatore senza sistema di dati (SCD e NCD)

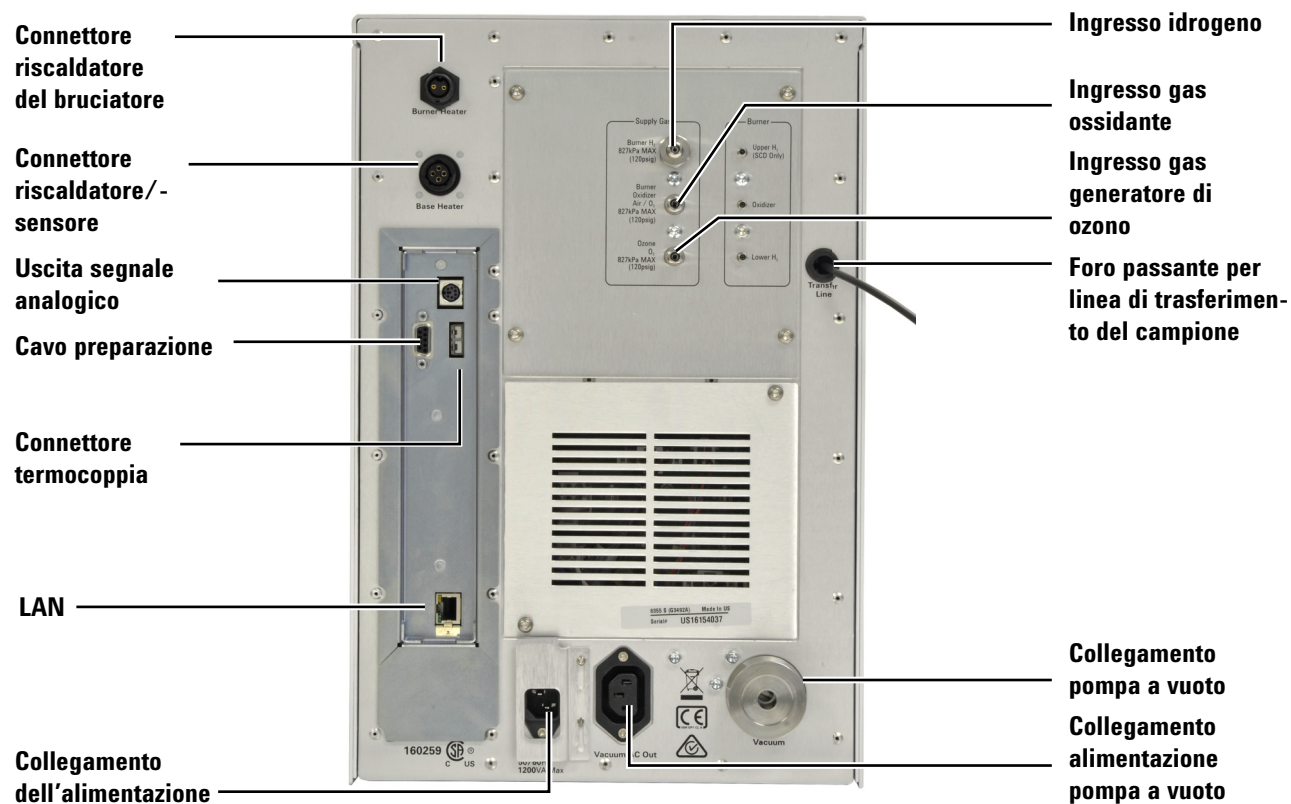


Figura 2 Vista posteriore rivelatore senza sistema di dati

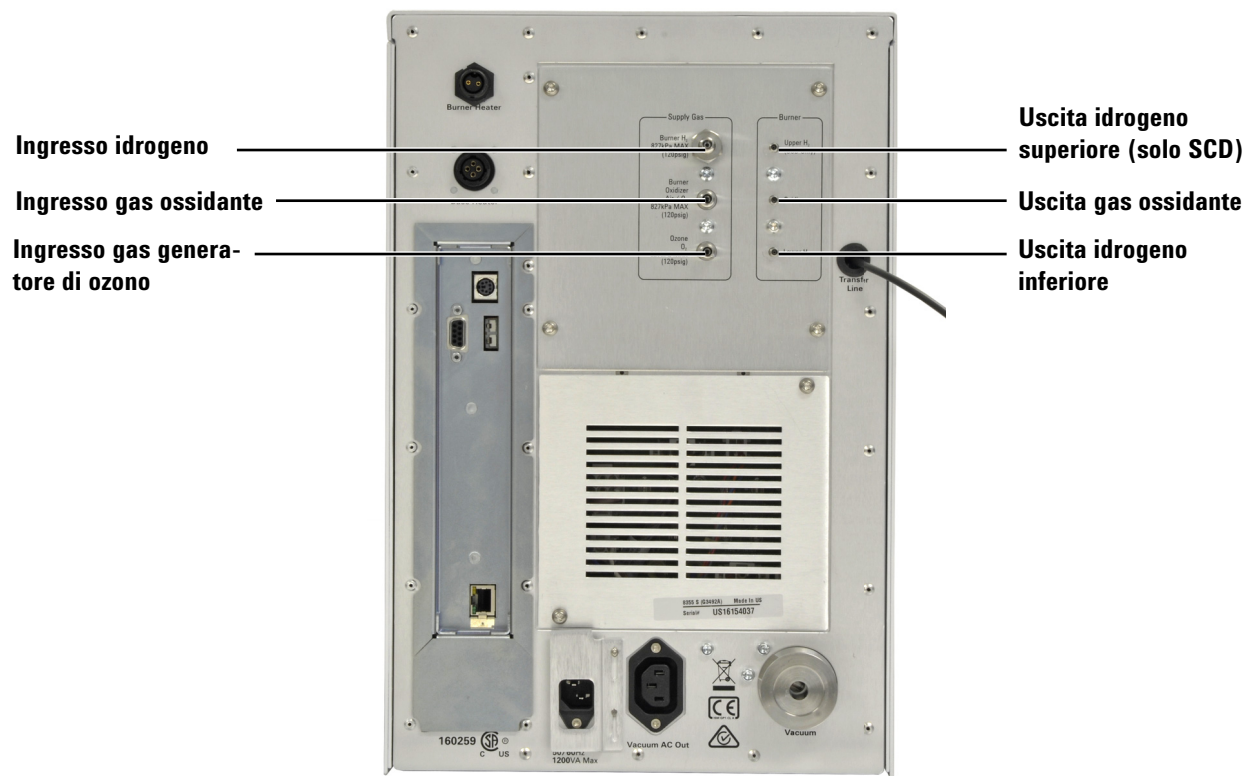


Figura 3 Collegamenti dei gas del rivelatore senza sistema di dati

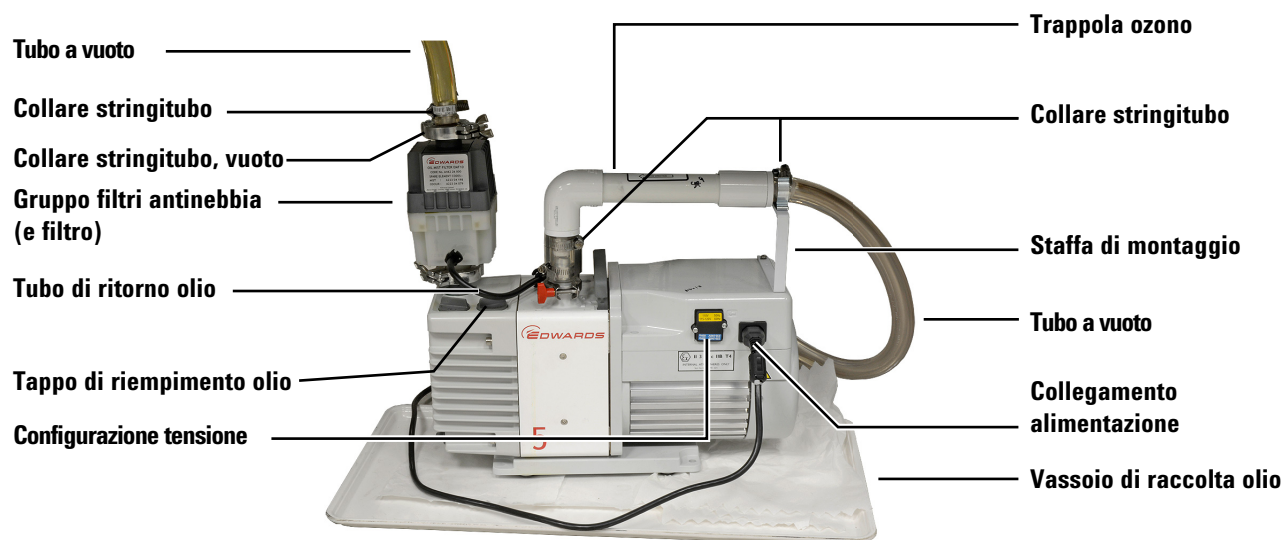


Figura 4 Pompa a vuoto RV5

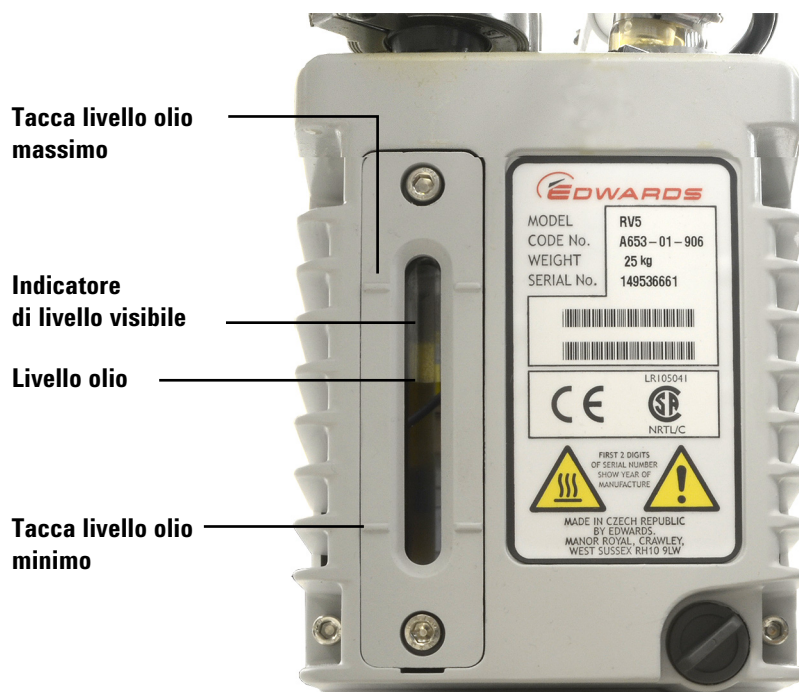


Figura 5 Indicatore di livello visibile della pompa a vuoto RV5

Panoramica su installazione e primo avvio

Di seguito sono riepilogati i passi per l'installazione. Le operazioni di installazione e manutenzione del rivelatore devono essere eseguite esclusivamente dal personale del servizio di assistenza qualificato di Agilent.

- 1** Disporre il rivelatore sul banco. Rimuovere le protezioni.
- 2** Preparare il punto in cui sarà montato il rivelatore.
- 3** Togliere la pompa a vuoto dal suo imballo. Rimuovere i tappi. Installare i filtri a coalescenza per l'olio e lo zavorratore.
- 4** Installare la pompa a vuoto.
- 5** Preparare il rivelatore.
- 6** Raffreddare il forno del GC e le altre zone riscaldate a una temperatura adatta alla manipolazione (< 40 °C). Spegnerne il GC.
- 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** Accendere il rivelatore.
- 16** Configurare il rivelatore.
- 17** Definire un metodo di prova e verificare le prestazioni.



2 Descrizione del sistema

Specifiche	20
Teoria di funzionamento	22
Descrizione dei principali componenti	24

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



Specifiche

In questa sezione vengono elencate le specifiche pubblicate di un nuovo rivelatore, installato su un nuovo gascromatografo Agilent, in un tipico ambiente da laboratorio. Le specifiche si applicano al campione di test di Agilent.

8355 S SCD

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 risposta ²
Precisione * e stabilità	< 2 % RSD su 2 ore < 5 % RSD su 24 ore
Tempo normale di raggiungimento di 800 °C dalla 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.

8255 S NCD

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 900 °C dalla temperatura ambiente	10 min

Calcoli MDL

Le specifiche MDL sono definite tramite lo standard di test per SCD o NCD.

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.

Teoria di funzionamento

I rivelatori a chemiluminescenza SCD e NCD 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. The 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 sfiato.

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

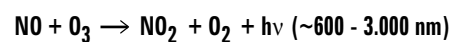
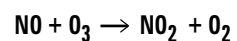
SO + O₃ → SO₂ + O₂ + hν (< 300-400 nm)

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 SOO_2 viene trasformato in SO .

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

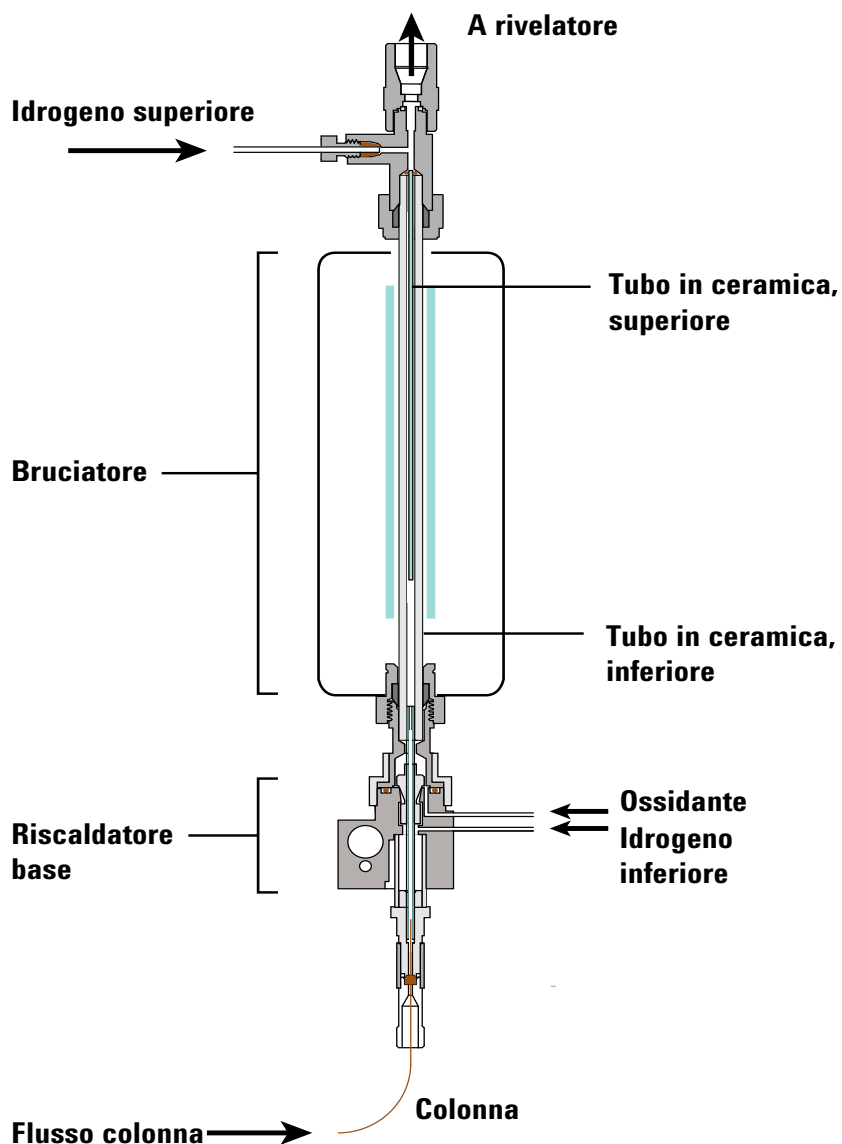


Figura 6 Flussi nel rivelatore SCD

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 NOO_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 NOO_2 in NO .

La [Figura 7](#) illustra i percorsi del flusso nel bruciatore del rivelatore NCD.

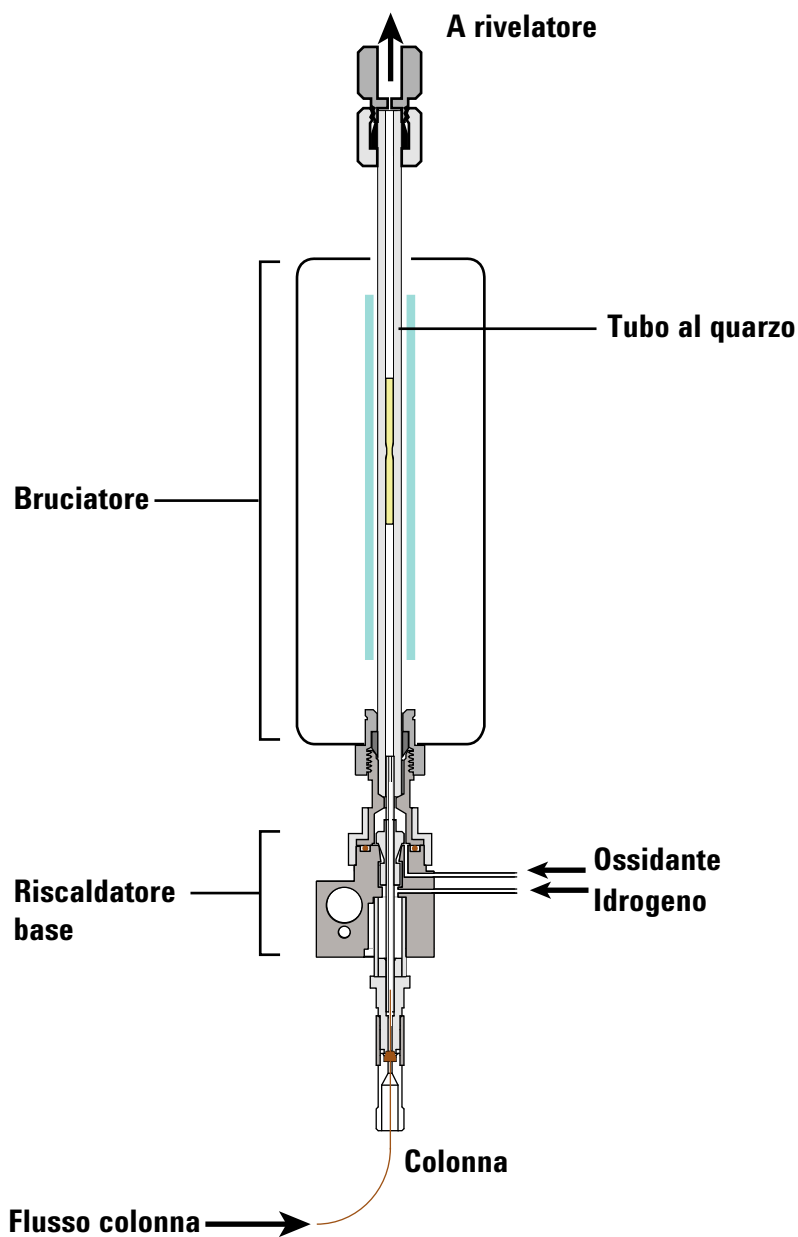


Figura 7 Flussi nel rivelatore NCD

Generatore di ozono

Il generatore di ozono fornisce ozono per reagire con SO o NO nella cella di reazione e formare rispettivamente SOO_2^* e NOO_2^* . Queste specie ad energia elevata ritornano allo stato fondamentale per effetto della chemiluminescenza.

Il rivelatore regola la pressione di erogazione dei gas di ozono per garantire un flusso fisso dal generatore di ozono.

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 SOO_2^* e NOO_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)

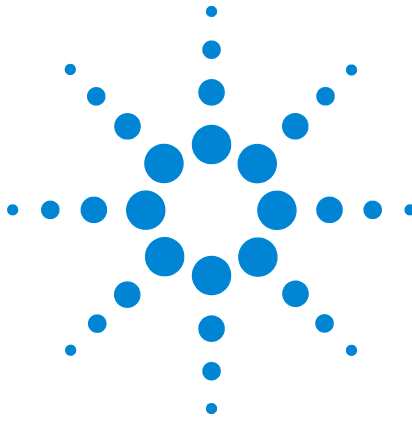
Solitamente il bruciatore SCD viene montato sul forno del gascromatografo come rivelatore indipendente. Tuttavia, in talune applicazioni è necessario rilevare simultaneamente componenti di idrocarburi utilizzando un'unica colonna senza splitting. Per questo motivo, Agilent offre un adattatore FID opzionale 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 (SCD o NCD).

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.



3 Funzionamento della tastiera

Tasto Detector	30
Tasto Status	31
Tasto Info	32
Tasti di immissione di dati generali	33
Tasti di memorizzazione dei metodi	34
Tasto Service Mode	36
Tasti di supporto	37

In questa sezione vengono descritte le funzioni di base della tastiera di Rivelatori SCD 8355 S e NCD 8255 S .



Tasto Detector

Questi tasti consentono di impostare temperature, pressioni, flussi e altri parametri di funzionamento del rivelatore.

Per visualizzare le impostazioni correnti, premere [**Det**] o [**Analog Out**]. È possibile che siano disponibili più di tre righe di dati. Se necessario, usare i tasti di scorrimento per visualizzare più righe.

Per modificare le impostazioni scorrere fino alla riga interessata, inserire la modifica e premere [**Enter**].

Per visualizzare la guida di scelta rapida, premere [**Info**]. Ad esempio, se si preme il tasto [**Info**] in corrispondenza di un valore di regolazione, verrà visualizzato un messaggio di questo tipo: Inserire un valore tra 0 e 350.

[**Det**] Controlla le condizioni di funzionamento del rivelatore.

[**Analog Out**] Controlla l'attenuazione degli intervalli e lo zero offset.



Tasto Status

Visualizza informazioni sullo stato di **pronto**, **non pronto** ed eventuali **guasti**.

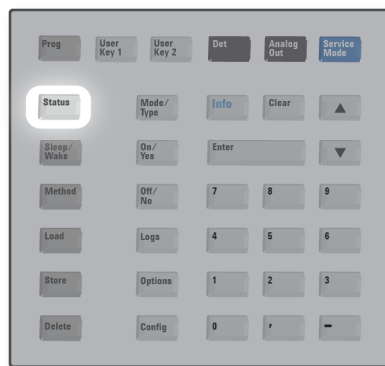
È possibile modificare l'ordine di visualizzazione degli elementi nella finestra di scorrimento di [**Status**]. Per esempio, si può decidere di visualizzare nelle prime tre righe gli elementi controllati più spesso, per non doverli cercare ogni volta. Per modificare l'ordine nella finestra **Status**:

Premere [**Config**]. Scorrere fino a **Status** e premere [**Enter**].

Individuare il valore di regolazione che si desidera visualizzare per primo e premere [**Enter**]. Il valore di regolazione verrà visualizzato all'inizio dell'elenco.

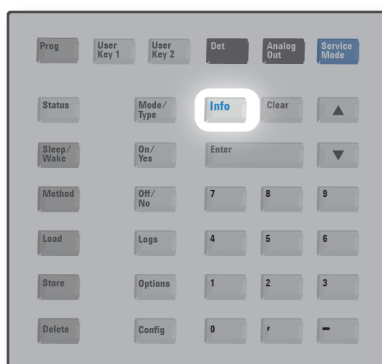
Individuare il valore di regolazione che si desidera visualizzare per secondo e premere [**Enter**]. Il valore diventerà il secondo nell'elenco.

Continuare fino ad aver impostato l'ordine desiderato.



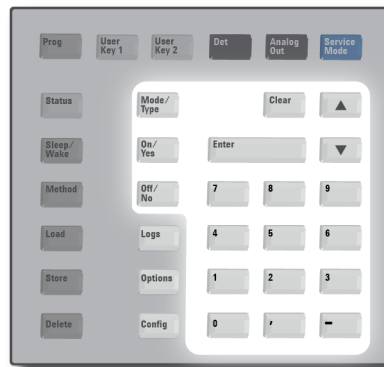
Tasto Info

Fornisce informazioni relative al parametro visualizzato. In altri casi, [Info] visualizza le definizioni o le azioni da eseguire.



Tasti di immissione di dati generali

[Mode/Type]	Accede a un elenco di possibili parametri associati alle impostazioni non numeriche di un componente.
[Clear]	Rimuove un valore di regolazione errato prima che venga premuto il tasto [Enter] . Permette inoltre di tornare alla prima riga di un display multiriga o al display precedente, di annullare una funzione durante un metodo oppure di annullare il caricamento o il salvataggio di metodi.
[Enter]	Accetta le modifiche inserite oppure seleziona una modalità alternativa.
▲ ▼	Scorre sul display verso l'alto o verso il basso, una riga per volta. Il simbolo < sul display indica la riga attiva.
Tasti numerici	Vengono usati per digitare le impostazioni i parametri del metodo. (Premere [Enter] dopo aver accettato le modifiche.)
[On/Yes] [Off/No]	Questi tasti sono utilizzati per impostare parametri quali accensione della pompa o attivazione di alta tensione.



Tasti di memorizzazione dei metodi

Questi tasti consentono di caricare e salvare in locale i metodi e sul rivelatore. Non consentono di accedere a metodi salvati dal sistema dati Agilent.

[Load]	Questi tasti consentono insieme di caricare e salvare metodi sul rivelatore. Ad esempio, per caricare un metodo, premere [Load] [Method] e selezionare un metodo dall'elenco memorizzato nel GC.
[Method]	
[Store]	
[Delete]	Elimina i metodi.
[Sleep/Wake]	Il rivelatore memorizza una programmazione in base all'orologio integrato, oltre a due metodi speciali definiti SLEEP e WAKE. Per ulteriori informazioni, vedere "Risparmio delle risorse" a pagina 54.



Caricamento di un metodo

- 1 Premere **[Load]**.
- 2 Premere **[Method]**.
- 3 Inserire il numero del metodo da caricare.
- 4 Premere **[On/Yes]** per caricare il metodo e sostituire il metodo attivo. In alternativa, premere **[Off/No]** per tornare all'elenco dei metodi salvati senza caricare il metodo.

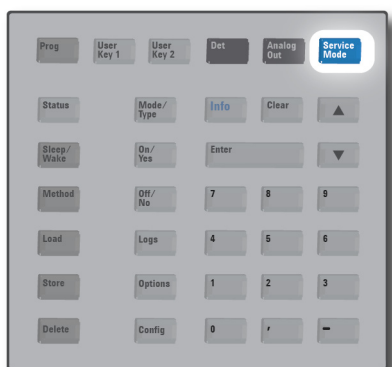
Caricamento di un metodo:

- 1 Verificare che siano impostati i parametri corretti.
- 2 Premere **[Method]**.

- 3 Scorrere fino al metodo da memorizzare e premere [**Enter**].
- 4 Premere [**On/Yes**] per memorizzare il metodo e sostituire il metodo attivo. In alternativa, premere [**Off/No**] per tornare all'elenco dei metodi salvati senza salvare il metodo.

Tasto Service Mode

Serve per impostare l'EMF e accedere alla verifica delle perdite dei tipi di iniettore selezionati. Questo tasto consente di accedere alle impostazioni riservate ai tecnici di assistenza. Se usate impropriamente, queste impostazioni avanzate possono causare problemi. Ignorarle se non esplicitamente autorizzati. Consente di accedere a funzioni di manutenzione, impostazioni, contatori e strumenti di diagnostica del GC.



Per visualizzare la portata del flusso di ozono, premere **[Service Mode]**. Scorrere fino a **Diagnostics**, premere **[Enter]**, quindi selezionare **Diag 03 Generator**.

Tasti di supporto

Dalla tastiera è possibile accedere a tre log: il log dell'analisi, il log di manutenzione e il log di eventi di sistema.

- [Logs]** Accede al log dell'analisi e al log degli eventi di sistema. Le informazioni contenute nei log permettono di supportare gli standard GLP (Good Laboratory Practices).
- [Options]** Consente di accedere ai parametri dello strumento per la calibrazione, la comunicazione e il display. Passare alla riga desiderata e premere **[Enter]** per accedere alle voci associate.
- [Config]** Accede alla configurazione del rivelatore e alle impostazioni di ora.
- [Grog]** Consentono di programmare una serie di tasti usati di frequente per operazioni specifiche. Premere **[Prog]** **[User Key 1]** o **[Prog]** **[User Key 2]** per registrare un massimo di 21 tasti come macro.



Configurazione

Ignore Ready=

Per ignorare la preparazione di un elemento, premere **[Config]** e scorrere fino a **Detector**, quindi premere **[Enter]**. Scorrere fino a **Ignore Ready** e premere **[On/Yes]** per impostare il valore su **True**.

Impostazione di ora e data

- 1 Premere **[Config]**, scorrere fino a **[Communications]** e premere **[Enter]**.

- 2 Selezionare **Time zone (hhmm)** e inserire l'ora locale calcolata in base all'orario GMT, utilizzando un formato a 24 ore.
- 3 Selezionare **Time (hhmm)** e inserire l'ora locale.
- 4 Selezionare **Date (ddmmyy)** e inserire la data.

Log di manutenzione e log di eventi di sistema

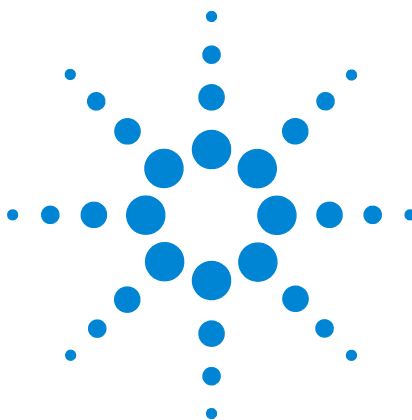
Dalla tastiera è possibile accedere a due log: il log dell'analisi e il log di eventi di sistema. Per accedere ai log, premere [**Logs**] quindi scorrere fino al log desiderato e premere [**Enter**]. Sul display verrà indicato il numero di voci contenute nel log. Scorrere l'elenco.

Log di manutenzione

Il log di manutenzione contiene le immissioni effettuate dal sistema quando i contatori del componente definiti dall'utente raggiungono un limite controllato. Il log contiene una descrizione del contatore, il valore corrente, i limiti controllati e i limiti raggiunti. Inoltre, nel log viene registrata ogni attività dell'utente relativa al contatore, tra cui il ripristino, l'attivazione o la disattivazione del controllo e la modifica dei limiti o delle unità (cicli o durata).

Log di eventi di sistema

Nel log degli eventi di sistema vengono registrati gli eventi significativi che si sono verificati quando il rivelatore era in funzione. Alcuni eventi vengono visualizzati anche nel log dell'analisi, se si verificano durante un'analisi.



4 Funzionamento

Introduzione	40
Impostazione dei parametri	41
Stabilità e risposta del rivelatore	42
Condizioni operative normali	43
Regolazione delle condizioni operative	44
Avvio	45
Arresto	46
Sensori di flusso e pressione	47
Configurazione automatica del rivelatore	49
Uscita segnale	50
Metodi	53
Risparmio delle risorse	54

In questo capitolo si descrivono le modalità di utilizzo dei rivelatori SCD 8355 S e NCD 8255 S. Il presente capitolo presuppone dimestichezza con la tastiera e il display del rivelatore. 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 senza sistema di dati

Utilizzare la tastiera frontale sul rivelatore SCD 8355 S o NCD 8255 S per accedere ai parametri di funzionamento. Le impostazioni e le informazioni fornite sulla tastiera del rivelatore includono:

- Impostazioni di temperatura, flussi e tipi di gas
- Integrazione della sequenza
- Archiviazione del metodo

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. Vedere [“Regolazione delle condizioni operative”](#) a pagina 44 per dettagli importanti sulle relazioni tra i punti di regolazione.

Parametri e intervalli

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

Tabella 1 Parametri e intervalli dei rivelatori SCD 8355 S e NCD 8255 S

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
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
Alimentazione generatore O3	On/Off	On/Off	On/Off
Pompa a vuoto	On/Off	On/Off	On/Off

* 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. Vedere [“Raffreddatore NCD”](#) a pagina 28.

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 2](#) 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 2 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
Alimentazione 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

In [Tabella 1](#) a pagina 41 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. Vedere [“Contaminazione da idrogeno”](#) a pagina 100.

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 rivelatore avvierà la pompa a vuoto e i flussi di ossidante. Attiverà inoltre tutti gli altri parametri ad esclusione del flusso di idrogeno. Il rivelatore 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 frontale del rivelatore, premere **[Det]**.
- 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 del generatore di ozono e attivarlo.
- 10 Accendere il generatore di ozono.

Il rivelatore 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.

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.
 - Sulla tastiera del rivelatore, premere [Det].
- 2 Spegnerne il generatore di ozono.
- 3 Disattivare il flusso del gas di erogazione del generatore di ozono.
- 4 Disattivare tutti i flussi 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 rivelatore 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 rivelatore possono essere pericolosamente calde. Durante la manutenzione del rivelatore, disattivare tutte le aree riscaldate e attendere che raggiungano una temperatura non pericolosa prima di spegnere il GC e il rivelatore.

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

Sensori di flusso e pressione

I moduli EPC per il controllo del gas dispongono di sensori per la regolazione del flusso e/o della pressione. In genere vengono calibrati in fabbrica. Il valore della sensibilità (la pendenza della curva) è abbastanza stabile, la correzione di zero (zero offset) richiede invece un aggiornamento periodico.

Sensori di flusso

Il rivelatore utilizza sensori di flusso per monitorare il flusso di idrogeno. Se la funzionalità **Azzeramento automatico dei flussi** è attiva, vengono azzerati automaticamente. Questa procedura è consigliata. È possibile effettuare l'azzeramento anche manualmente (vedere x).

Sensori di pressione

Tutti i moduli di controllo EPC utilizzano dei sensori di pressione. Devono essere azzerati individualmente. Non esiste un azzeramento automatico per i sensori di pressione. I sensori di pressione devono essere azzerati una volta ogni dodici mesi.

Configurazione dell' azzeramento automatico dei flussi

Un'opzione di calibrazione utile è **Azzeramento automatico dei flussi**. Se impostata su **On**, al termine di ogni analisi, il GC arresta il flusso dei gas all'iniettore, attende che il flusso sia azzerato, misura e memorizza l'uscita del sensore di flusso e riattiva il gas. Tale operazione dura due secondi. L'opzione Zero offset invece viene utilizzata per correggere le misurazioni di flussi successive. Per ridurre la deriva, Agilent consiglia di impostare il rivelatore sull'azzeramento automatico dei sensori di flusso.

Per attivare:

- 1 Sulla tastiera del rivelatore, premere **[Options]**.
- 2 Scorrere fino a **Calibration** e premere **[Enter]**.
- 3 Scorrere fino a **Azzeramento automatico dei flussi (H2 inferiore)** e premere **[On/Yes]**. (Per disattivare l'azzeramento automatico, premere **[Off/No]**).
- 4 Per il rivelatore SCD, selezionare **Azzeramento automatico dei flussi (H2 superiore)**.

Condizioni per l'azzeramento di un sensore

I sensori di flusso vengono azzerati lasciando il gas di trasporto collegato e con flusso.

I sensori di pressione vengono azzerati scollegando il tubo del gas dal modulo di controllo del gas.

Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione

- 1 Premere [**Options**], scorrere fino a **Calibration**, quindi premere [**Enter**].
- 2 Selezionare il modulo da azzerare e premere [**Enter**].
- 3 Impostare il flusso o la pressione:
 - **Sensori di flusso.** Controllare che il gas sia collegato e stia scorrendo (attivato).
 - **Sensori di pressione.** Scollegare la linea di alimentazione del gas sul retro del GC. Non è corretto disattivarla, perché la valvola potrebbe perdere.
- 4 Scorrere fino alla riga da azzerare.
- 5 Premere [**On/Yes**] per azzerare o [**Clear**] per annullare.
- 6 Ricollegare i tubi del gas scollegati in [fase 3](#) e ripristinare i flussi operativi.

Configurazione automatica del rivelatore

Il rivelatore non richiede configurazione. Il rivelatore SCD viene impostato automaticamente per utilizzare:

- Aria per il gas ossidante
- Ossigeno per il gas del generatore O3

Nel caso del modello NCD, il rivelatore è impostato per utilizzare l'ossigeno sia per l'ossidante che per i gas del generatore O3.

Uscita segnale

I dati in uscita dei rivelatori 8355 S e 8255 S vengono forniti come segnale analogico. Gli intervalli di uscita analogica sono da 0 a 1 V, da 0 a 10 V e da 0 a 1 mV. Per utilizzare il rivelatore con i GC Agilent (6850, 6890, 7820 e 7890), è necessario un convertitore da analogico a digitale, ad esempio il convertitore Agilent 35900E A/D o AIB (Analog Input Board).

GC serie 6850

- Un singolo rivelatore di canali può essere collegato a un AIB (accessorio G3375A oppure opzione 206) o convertitore A/D esterno.
- Per un tandem FID/XCD, utilizzare un convertitore A/D (ad esempio 35900E).

GC serie 6890

- Un singolo rivelatore di canali può essere collegato a un AIB (numero di parte G1556A oppure opzione 206) o un convertitore A/D esterno.
- In una configurazione tandem, è possibile utilizzare un AIB per rilevare il segnale XCD, ma il modello 6890 supporta solo due rivelatori in totale. Una configurazione come FID-XCD doppia o un tandem FID-XCD associato a qualsiasi altro rivelatore richiede un convertitore A/D esterno per il segnale XCD.

GC serie 7820

- Poiché un AIB non è supportato dal modello 7820, è necessario utilizzare un convertitore A/D per rilevare il segnale XCD.

GC serie 7890

- Un singolo rivelatore di canali può essere collegato a un AIB (accessorio G3456A oppure opzione 206) o convertitore A/D esterno.

Tipi di segnale

Quando si assegnano i segnali del rivelatore, selezionare [**Mode/Type**] e scegliere dall'elenco di parametri Signal Type oppure premere un tasto o una combinazione di tasti.

Il segnale non derivante dal rivelatore è un tracciato di prova. Accedere al tracciato di prova premendo [**Mode/Type**]. I segnali di diagnostica devono essere utilizzati esclusivamente dal rappresentante del servizio di assistenza e non sono descritti nel dettaglio in questa sede.

Valore

Il parametro **Value** nell'elenco di parametri del segnale è lo stesso del parametro **Detector** nell'elenco di parametri del rivelatore.

Segnali analogici

Se si utilizza un registratore analogico, è possibile che sia necessario regolare il segnale per renderlo più utilizzabile. A tale scopo, selezionare **Zero** e **Range** nell'elenco dei parametri del segnale.

Zero analogico

Zero sottrae il valore immesso nella linea di base. Premere [**On/Yes**] per impostare il valore corrente o [**Off/No**] per annullare.

Tale selezione deve essere effettuata per correggere l'elevazione o gli offset della linea di base. Un rimedio comune consiste nel correggere uno spostamento di linea di base che si verifica in seguito a un'operazione sulle valvole. Dopo aver azzerato, il segnale di uscita analogico corrisponde al linea Valore dell'elenco dei parametri meno il punto di regolazione Zero.

- 1 Verificare che il rivelatore sia acceso e pronto.
- 2 Premere [**Analog Out**].
- 3 Scorrere fino a **Zero**.
- 4 Premere [**On/Yes**] per impostare **Zero** sul valore di segnale corrente oppure immettere un numero compreso tra -500000 e +500000. Un valore inferiore allo **Zero** corrente sposta la linea di base verso l'alto.

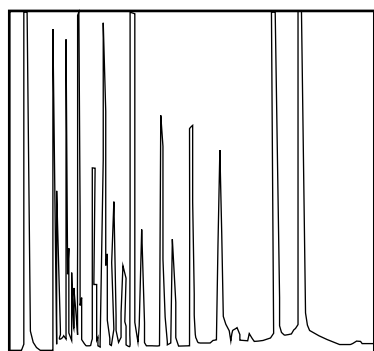
Portata analogica

Il parametro **Range** scala i dati provenienti dal rivelatore.

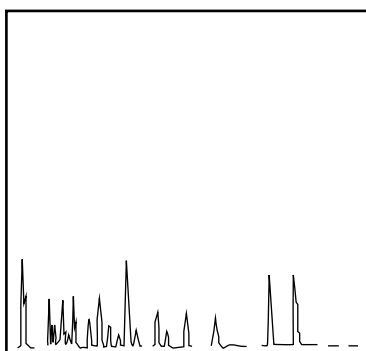
Tale valore viene definito anche guadagno, scala o di dimensionamento. Dimensiona i dati provenienti dal rivelatore

nei circuiti di segnale analogico per evitare il sovraccarico dei circuiti (blocco). La portata dimensiona tutti i segnali analogici.

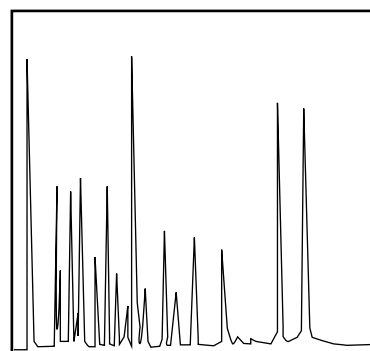
I punti di regolazione validi sono compresi tra 0 e 13 e rappresentano valori da $2^0 (=1)$ a $2^{13} (=8192)$. La modifica di un punto di regolazione di 1 comporta la modifica dell'altezza del cromatogramma di un fattore di 2. Nei seguenti cromatogrammi viene illustrato quanto detto. Utilizzare il valore più piccolo possibile per ridurre al minimo gli errori di integrazione.



A: Portata = 0



B: Portata = 3



C: Portata = 1

Quando si sviluppa un metodo, impostare prima la portata analogica su 9, se si utilizza un AIB, oppure su 10 se si utilizza un Agilent 35900E da A a D. Per visualizzare i dati, regolare secondo necessità.

Metodi

Caricamento di un metodo

- 1 Premere [**Load**].
- 2 Premere [**Method**].
- 3 Inserire il numero del metodo da caricare.
- 4 Premere [**On/Yes**] per caricare il metodo e sostituire il metodo attivo. In alternativa, premere [**Off/No**] per tornare all'elenco dei metodi salvati senza caricare il metodo.

Caricamento di un metodo:

- 1 Verificare che siano impostati i parametri corretti.
- 2 Premere [**Method**].
- 3 Scorrere fino al metodo da memorizzare e premere [**Enter**].
- 4 Premere [**On/Yes**] per memorizzare il metodo e sostituire il metodo attivo. In alternativa, premere [**Off/No**] per tornare all'elenco dei metodi salvati senza salvare il metodo.

Risparmio delle risorse

Per prestazioni e precisione ottimali, lasciare il rivelatore alle condizioni di funzionamento. Il rivelatore SCD raggiunge la massima precisione quando mantenuto a condizioni di funzionamento per un lungo periodo di tempo. Se è richiesta la massima precisione, è possibile evitare di utilizzare le funzioni di conservazione delle risorse con un rivelatore SCD. Il rivelatore NCD è in grado di raggiungere una maggiore precisione in tempi più brevi. Nel caso di entrambi i rivelatori, considerare il risparmio in termini di costi delle risorse rispetto al tempo di ripristino per ottenere una maggiore precisione.

AVVERTENZA

Fare sempre in modo di evitare che il rivelatore passi alla modalità di sospensione quando il GC funziona normalmente.

Programmazione

Il rivelatore utilizza una programmazione basata sull'orologio integrato, oltre a due metodi speciali denominati **SLEEP** e **WAKE**. Il metodo **SLEEP** imposta flussi e temperature bassi per conservare le risorse. Il metodo **WAKE** imposta flussi e temperature nuovi, in genere per ripristinare le condizioni operative.

Si consiglia di caricare il metodo Sleep ad una determinata ora del giorno per ridurre i flussi e le temperature. Caricare invece il metodo Wake o analitico per ripristinare le impostazioni prima di utilizzare nuovamente il rivelatore. Può essere quindi utile caricare ad esempio il metodo Sleep a fine giornata o alla fine della settimana lavorativa, e caricare il metodo Wake prima di arrivare al lavoro il giorno successivo. Sperimentare per trovare il miglior tempo di caricamento del metodo Wake.

Metodi Sleep

Considerare quanto segue:

- Non disattivare la pompa a vuoto. La pompa deve essere attivata per evitare condizioni di arresto.
- Non disattivare il flusso di ossidante.
- Per risparmiare ossigeno, disattivare il generatore di ozono. Questa impostazione comporta anche la disattivazione del flusso di ossigeno.

Per SCD:

Il principale problema è evitare il riscaldamento del tubo in ceramica senza fuoriuscite di gas. La disattivazione del generatore di ozono permette di risparmiare ossigeno senza modificare i flussi nel tubo in ceramica. Se è necessario ridurre ulteriormente la temperatura o il flusso di gas, è possibile ridurre il flusso di ossidante, disattivare i flussi di idrogeno e, ancora più importante, ridurre la temperatura del bruciatore a circa 250 °C. È inoltre possibile ridurre la temperatura di base.

Per NCD:

Spegnere il generatore di ozono. Se è necessario risparmiare ulteriore energia e gas, ridurre (ma non disattivare) l'ossigeno e disattivare il flusso di idrogeno. Ridurre la temperatura del bruciatore a circa 250 °C e disattivare il raffreddatore.

Impostazione del rivelatore per il risparmio delle risorse

Impostare il rivelatore sul risparmio delle risorse selezionando e utilizzando **Instrument Schedule**.

- 1 Decidere la modalità di ripristino dei flussi. Le opzioni disponibili in **Schedule Function** sono le seguenti:
 - **Go to Sleep with SLEEP method.** Questo metodo riduce i flussi e le temperature. È buona norma creare questi metodi. Tuttavia non sono necessari se si ripristina il rivelatore all'ultimo metodo attivo.
 - **Wake with the current method.** In un momento specifico, il rivelatore ripristinerà l'ultimo metodo attivo utilizzato prima della sospensione.
 - **Wake with WAKE method.** In un momento specifico, il rivelatore caricherà il metodo Wake mantenendone le impostazioni.
- 2 Creare un metodo **SLEEP**. Questo metodo riduce i flussi e le temperature.
- 3 Programmare il metodo **WAKE** in base alle proprie necessità. È buona norma creare questi metodi. Tuttavia non sono necessari se si ripristina il rivelatore all'ultimo metodo attivo.

4 Creare la programmazione **Sleep/Wake**.

- a Premere [**Sleep/Wake**].
- b Scorrere fino a **Edit the Instrument Schedule?** e premere [**Enter**].
- c Premere [**Mode/Type**] per creare una nuova voce nella pianificazione.
- d Alla richiesta del sistema, scegliere il giorno della settimana e premere [**Enter**].
- e Alla richiesta del sistema, selezionare **Go to Sleep with SLEEP method** e premere [**Enter**], quindi inserire l'ora dell'evento. Premere [**Enter**].
- f Se desiderato, impostare la funzione Wake mentre si visualizza la programmazione. Premere [**Mode/Type**] per creare una nuova voce nella pianificazione.
- g Alla richiesta del sistema, scegliere il giorno della settimana e premere [**Enter**].
- h Alla richiesta del sistema, scorrere fino a **Wake with the current method** o **Wake to Wake method** e premere [**Enter**], quindi inserire l'ora dell'evento. Premere [**Enter**].
- i Ripetere i passaggi da b a g per tutti gli altri giorni della settimana.

Non è necessario programmare gli eventi ogni giorno. È infatti possibile programmare il rivelatore in modo che vada in sospensione il venerdì sera e che si riattivi il lunedì mattina, mantenendo continuamente le condizioni operative nel fine settimana.

Creazione o modifica di una programmazione dello strumento

Per creare una nuova programmazione o modificarne una esistente, eliminare le voci non desiderate e aggiungerne delle nuove.

1 Creare la programmazione **Sleep/Wake**.

- a Premere [**Sleep/Wake**].
- b Scorrere fino a **Edit the Instrument Schedule?** e premere [**Enter**].
- c Premere [**Mode/Type**] per creare una nuova voce nella pianificazione.
- d Alla richiesta del sistema, scegliere il giorno della settimana e premere [**Enter**].

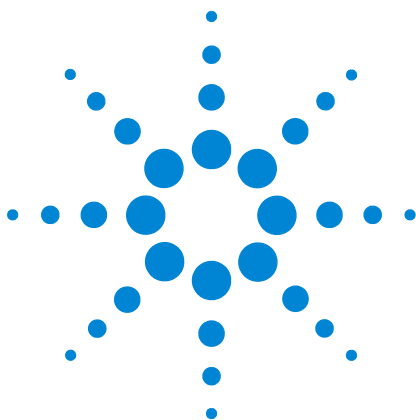
- e Alla richiesta del sistema, selezionare **Go to Sleep with SLEEP method** e premere [**Enter**], quindi inserire l'ora dell'evento. Premere [**Enter**].
 - f Se desiderato, impostare la funzione Wake mentre si visualizza la programmazione. Premere [**Mode/Type**] per creare una nuova voce nella pianificazione.
 - g Alla richiesta del sistema, scegliere il giorno della settimana e premere [**Enter**].
 - h Alla richiesta del sistema, scorrere fino a **Wake with the current method** o **Wake to Wake method** e premere [**Enter**], quindi inserire l'ora dell'evento. Premere [**Enter**].
 - i Ripetere i passaggi da b a g per tutti gli altri giorni della settimana.
- 2 Modificare la programmazione **Sleep/Wake**.
- a Caricare un metodo con valori di regolazione simili.
 - b Modificare i valori del metodo. Il rivelatore consente di impostare soltanto i parametri pertinenti.
 - Per un metodo **SLEEP**, il rivelatore imposta la temperatura e le portate dei flussi del rivelatore iniziale.
 - Per un metodo **WAKE**, il rivelatore imposta gli stessi parametri del metodo Sleep.
 - c Premere [**Method**], scorrere fino al metodo di memorizzazione (**SLEEP** o **WAKE**), premere [**Store**], infine premere [**Enter**].
 - d Se il sistema richiede di sovrascrivere, premere [**On/Yes**] per sovrascrivere il metodo esistente [**Off/No**] per annullare.

Sospensione immediata del rivelatore

- 1 Premere [Sleep/Wake].
- 2 Selezionare **Go to sleep now**, quindi premere [**Enter**].

Riattivazione immediata del rivelatore

- 1 Premere [Sleep/Wake].
- 2 Selezionare l'opzione di riattivazione desiderata e premere [**Enter**].
 - Alla richiesta del sistema, scorrere fino a **Wake with the current method** e premere [**Enter**]. Uscire dalla modalità di sospensione caricando l'ultimo metodo attivo utilizzato prima della sospensione.
 - **Wake to Wake method** e premere [**Enter**]. Uscire dalla modalità di sospensione caricando il metodo **WAKE**.



5 Manutenzione

Piano di manutenzione	60
Registrazione della sensibilità del rivelatore	61
Consumabili e pezzi di ricambio	62
Sezione esplosa del rivelatore SCD	65
Sezione esplosa del rivelatore NCD	66
Metodo per la manutenzione del rivelatore	67
Collegamento di una colonna al rivelatore	68
Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)	71
Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)	74
Controllo dell'olio nella pompa a vuoto	78
Aggiunta dell'olio nella pompa a vuoto	79
Sostituzione dell'olio nella pompa a vuoto	81
Sostituzione della trappola per l'ozono	83
Sostituzione del filtro antinebbia	84
Pulizia delle parti esterne del rivelatore	85
Calibrazione dei sensori di flusso e pressione	86

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



Piano di manutenzione

Perché le prestazioni dei rivelatori SCD 8355 S e NCD 8255 S 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 3](#) per la durata prevista di ciascun componente.

Tabella 3 Piano di manutenzione consigliato per la pompa a vuoto Edwards RV5

Componente	Durata di funzionamento *
Trappola di eliminazione dell'ozono (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

La sensibilità riflette le prestazioni di un dato sistema. Se livello di sensibilità diminuisce, è necessario prestare manutenzione ordinaria.

Le specifiche MDL sono definite tramite lo standard di test per SCD o NCD.

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 4 Consumabili e parti di ricambio per i rivelatori SCD e NCD

Descrizione/quantità	Codice
Parti rivelatore	
Tubo in ceramica, interno, piccolo (SCD) (pacchetto di 3) (Vedere la sezione Sezione esplosa del rivelatore SCD)	G3488-60008
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 di installazione della colonna (vedere la sezione Sezione esplosa del rivelatore SCD).	G3488-81302
Campione di prova per chemiluminescenza di zolfo	5190-7003
Campione di prova per chemiluminescenza di azoto	5190-7002
Parti per pompa a vuoto	
Pompa RV5 – 110 V/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

Tabella 4 Consumabili e parti di ricambio per i rivelatori SCD e NCD (segue)

Descrizione/quantità	Codice
Chiave, Allen, 5-mm	8710-1838
Cacciavite, punta piatta	8710-1020
Guanti, resistenti a prodotti chimici che non si sfilacciano	9300-1751

Tabella 5 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 6 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

Tabella 6 Dadi, ferrule e minuteria per colonne capillari (segue)

ID colonna (mm)	Descrizione	Utilizzo tipico	Codice/quantità
	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

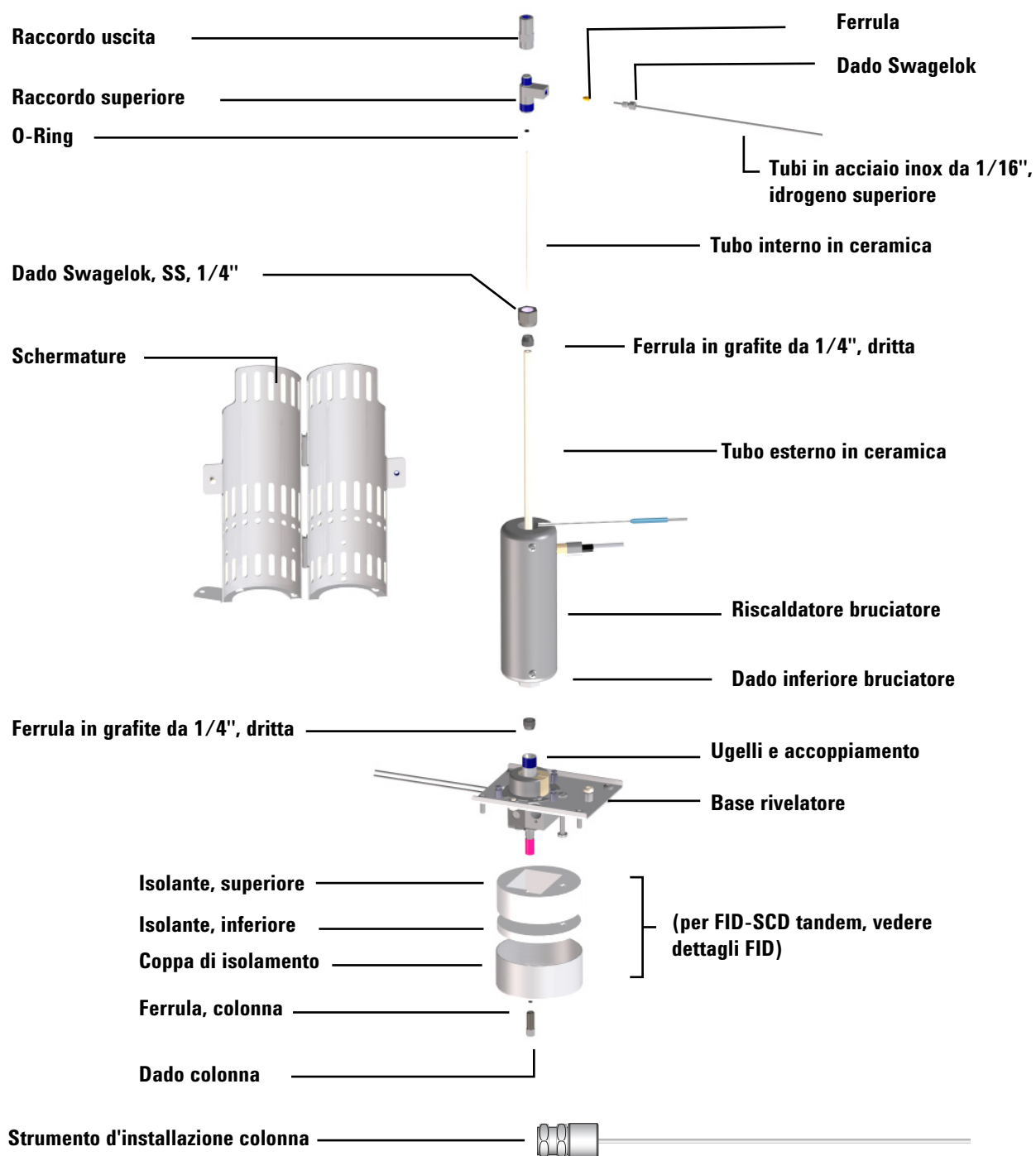


Figura 8 Sezione esplosa del rivelatore SCD

Sezione esplosa del rivelatore NCD

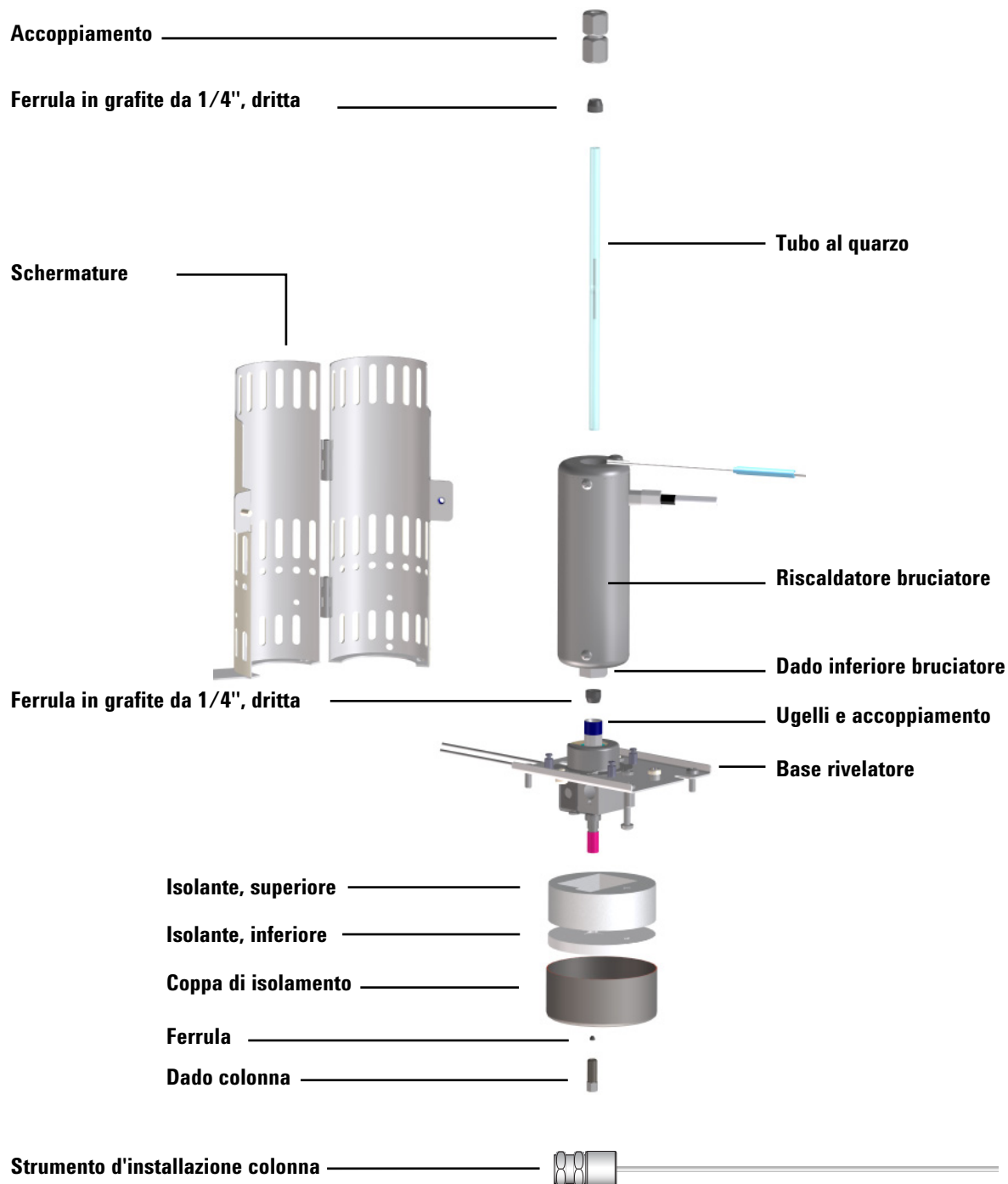


Figura 9 Sezione esplosa del rivelatore NCD

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 o NCD 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.

Inoltre, raffreddare eventuali altre parti del rivelatore secondo necessità. 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 (vedere la sezione “Consumabili e parti di ricambio per i rivelatori SCD e NCD” a pagina 62):

- 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 Raffreddare il forno del GC e le altre zone riscaldate a una temperatura adatta alla manipolazione ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- 3 Preparare il rivelatore per la manutenzione.
 - a Caricare il metodo di manutenzione e attendere che il GC sia pronto. (vedere “[Metodo per la manutenzione del rivelatore](#)” a pagina 67). Attendere che i rivelatori, il gruppo del bruciatore e la base del rivelatore si siano raffreddati e abbiano raggiunto una temperatura di sicurezza ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
 - 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.

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

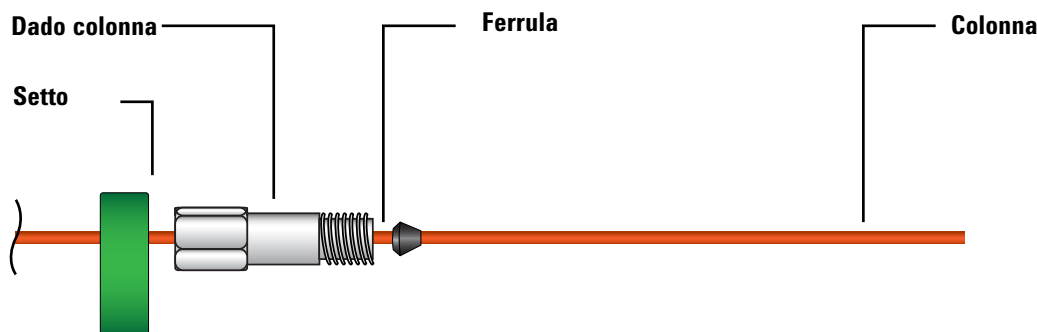


Figura 10 Posizionare setto, dado per colonna e ferrula sulla colonna.

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

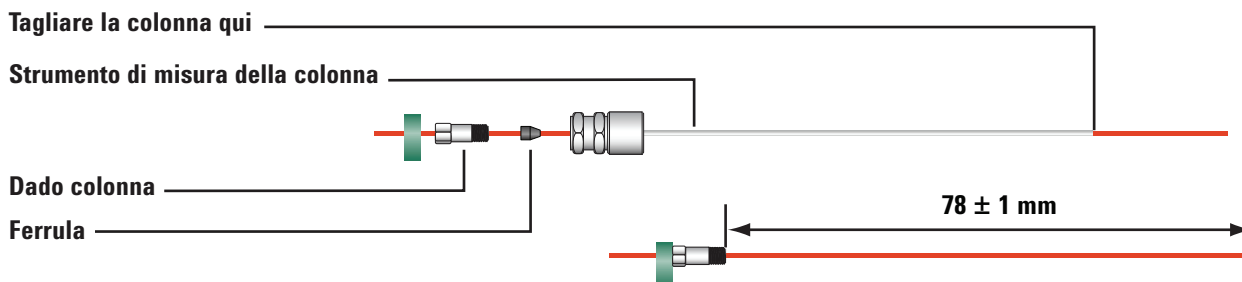
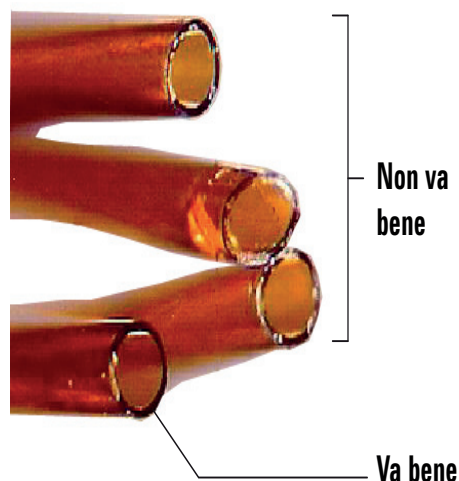


Figura 11 Impostare la lunghezza della colonna e rastremare la ferrula utilizzando uno strumento di misura della colonna

- 6 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.
- 7 Con un wafer tagliacolonne, tagliare la colonna con un'inclinazione di 45°.
- 8 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.



- 9 Togliere la colonna, il dado e la ferrula rastremata dallo strumento.
- 10 Pulire le pareti della colonna con un tessuto impregnato di isopropanolo per eliminare polvere e impronte.
- 11 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 torsiometrico T20
- 2 Raffreddare il forno del GC e le altre zone riscaldate a una temperatura adatta alla manipolazione (< 40 °C).
- 3 Preparare il rivelatore per la manutenzione.
 - a Caricare il metodo di manutenzione e attendere che il GC sia pronto. (vedere [“Metodo per la manutenzione del rivelatore”](#) a pagina 67). Attendere che i rivelatori, 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.

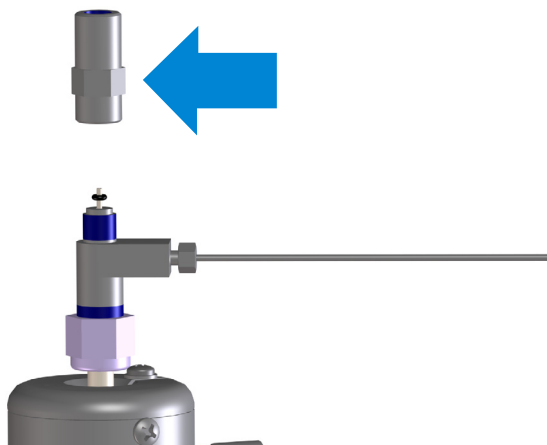
AVVERTENZA

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.

- 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 raccordo superiore.
- 6 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.
- 7 Rimuovere il vecchio tubo interno in ceramica.
- 8 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).



- 9 Inserire delicatamente il tubo e l'o-ring nel bruciatore fino a posizione corretta.
- 10 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.



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

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 similare per rimuovere la ferrula in grafite
- 2 ferrule in grafite nuove

2 Raffreddare il forno del GC e le altre zone riscaldate a una temperatura adatta alla manipolazione (< 40 °C).

3 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 67). Attendere che i rivelatori, il gruppo del bruciatore e la base del rivelatore

si siano raffreddati e abbiano raggiunto una temperatura di sicurezza ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).

- 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.

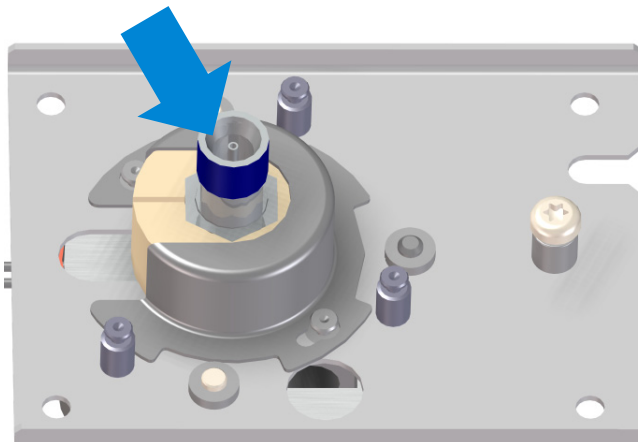
- 4 Rimuovere la schermatura. Rimuovere le due viti torsionometriche T20, ruotare la schermatura in senso orario per rimuoverla dalle staffe quindi sollevarla. Mettere da parte la schermatura e le viti che saranno riutilizzate poi.
- 5 Scollegare la linea di trasferimento e coprire velocemente l'estremità 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.
- 6 Con le due chiavi da 7/16", rimuovere il raccordo di uscita dal dado posizionato nella parte alta del tubo al quarzo.
- 7 Far scorrere delicatamente il dado e la ferrula verso l'alto, estraendoli dal tubo al quarzo.

ATTENZIONE

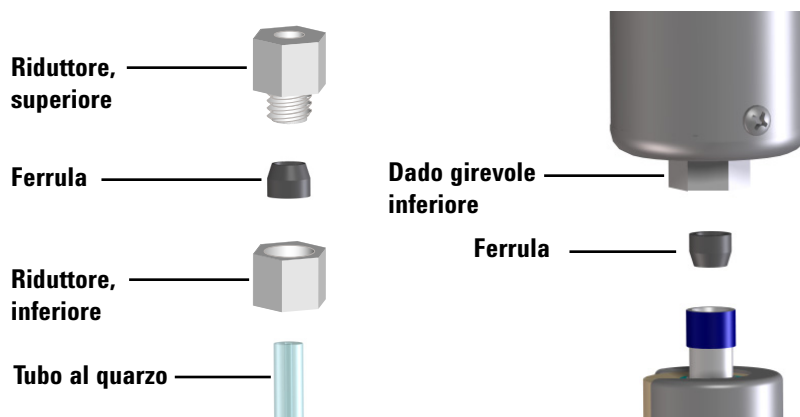
Il tubo al quarzo è fragile, quindi può essere facilmente scheggiato o rotto. Maneggiare con cura i tubi al quarzo, per evitare di danneggiarli.

- 8 Utilizzando le chiavi da 5/8" e 9/16", rimuovere il gruppo del bruciatore e il tubo dall'accoppiamento nella base del rivelatore.

- 9 Ispezionare la zona che circonda l'ugello nell'accoppiamento. In presenza di frantumi di tubo, rimuoverli utilizzando una pinzetta o uno strumento simile.



- 10 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.
- 11 Utilizzare uno strumento odontoiatrico o simile per rimuovere la ferrula in grafite usurata dal dado girevole all'interno della base del bruciatore.
- 12 Utilizzare due chiavi per smontare il riduttore, quindi rimuovere la ferrula da sostituire.
- 13 Fissare le nuove ferrule in grafite. In entrambi i casi, l'estremità rastremata della ferrula è rivolta verso l'esterno, lontana dal bruciatore.



- 14 Rimontare il riduttore. Utilizzare due chiavi per stringere fino in fondo.
- 15 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. Se si stringe troppo forte, le ferrule stesse o i tubi di quarzo potrebbero danneggiarsi.

- 16 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.
- 17 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.
- 18 Fissare il dado sul raccordo di uscita e utilizzare due chiavi per stringere fino in fondo.
- 19 Rimontare la linea di trasferimento sul raccordo di uscita. Stringere a mano fino in fondo senza sforzare.
- 20 Rimontare la schermatura.
- 21 Ripristinare tutte le condizioni operative del rivelatore.

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.

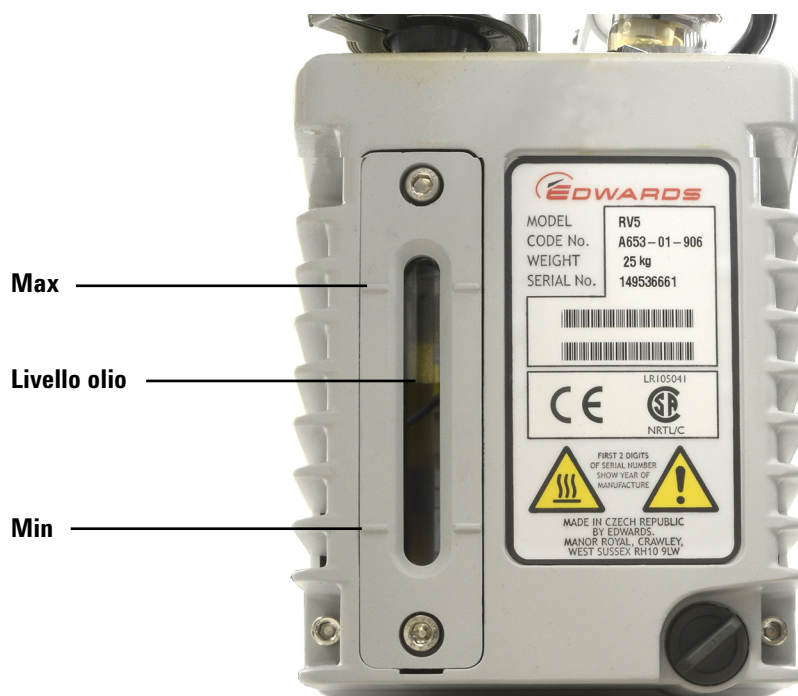


Figura 12 Controllo del livello dell'olio

- 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.

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. Vedere “Arresto” a pagina 46.
- 2 Spegnerne 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 [Figura 12](#) a pagina 78.
- 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. Vedere "[Avvio](#)" a pagina 45.
- 9** Registrare il tipo di manutenzione nel logbook.

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. Vedere “Arresto” a pagina 46.
- 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.

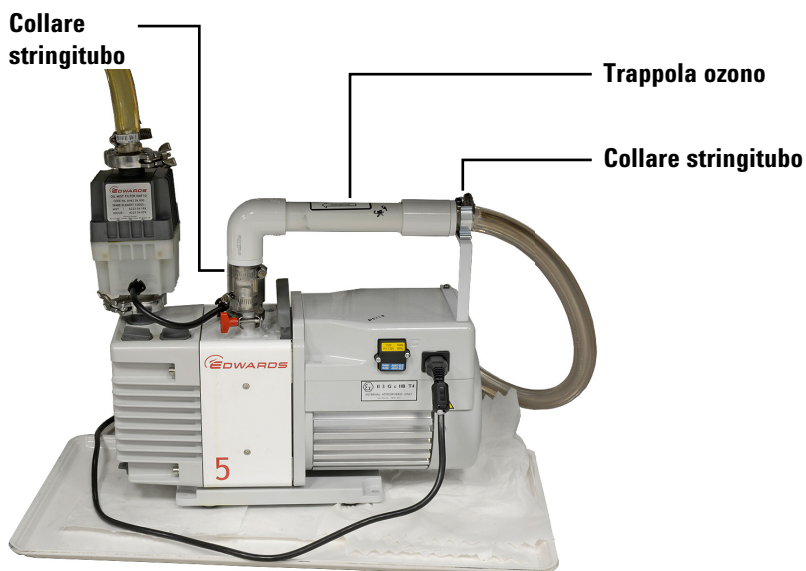


- 4** Rimuovere il tappo di riempimento, quindi aprire lo scarico. Scolare completamente l'olio sollevando l'estremità del motore della pompa.
- 5** Rimontare il tappo di scarico.
- 6** Aggiungere nuovo olio alla pompa fino a raggiungere, ma non superare, la marcatura Max a fianco della finestrella d'ispezione. Vedere [Figura 12](#) a pagina 78.
- 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. Vedere ["Avvio"](#) a pagina 45.
- 11** Registrare il tipo di manutenzione nel logbook.
- 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.

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 ($< 40^{\circ}\text{C}$).

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 S e NCD 8255 S utilizzano dei moduli elettronici per controllare la pressione. In genere si consiglia di impostare il rivelatore sull'azzeramento automatico del flusso. Vedere [“Configurazione dell' azzeramento automatico dei flussi”](#) a pagina 47. Pertanto la calibrazione non è generalmente necessaria. Tuttavia, se richiesto, i sensori di flusso e pressione possono essere azzerati manualmente. Per maggiori dettagli consultare [“Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione”](#) a pagina 48.



6 Risoluzione dei problemi

Risoluzione dei problemi del rivelatore	88
Tabella per la risoluzione dei problemi	89
LED indicatore di stato	93
Messaggi del rivelatore	94
Perdite	95
Problemi di alimentazione	97
Problemi di generazione dell'ozono	98
Residui di coke	99
Contaminazione da idrogeno	100
Gas contaminati	101

Questo capitolo descrive le procedure di risoluzione di problemi che si verificano comunemente durante l'utilizzo degli strumenti SCD 8355 S o NCD 8255 Agilent.



Risoluzione dei problemi del rivelatore

Una conoscenza base del rivelatore consente di diagnosticare e risolvere eventuali problemi del rivelatore. Rivedere la teoria di base del rivelatore disponibile in [“Teoria di funzionamento”](#) a pagina 22. 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 44. 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.

La [Tabella 7](#) nella prossima sezione elenca le problematiche più comuni, le probabili cause principali e le misure da adottare.

Tabella per la risoluzione dei problemi

Tabella 7 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" .
	Impostazione della portata non valida per l'uscita analogica (solo rivelatore senza sistema di dati)		Modificare la portata per dimensionare meglio i dati. Vedere "Uscita segnale" a pagina 50.
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. Vedere "Tasto Service Mode" a pagina 36.
	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. Vedere "Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)" a pagina 71 o "Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)" a pagina 74.
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. Vedere "Perdite" a pagina 95.
	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. Vedere "Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)" a pagina 71 o "Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)" a pagina 74.

Tabella 7 Risoluzione dei problemi del rivelatore (segue)

Problema	Causa possibile	Diagnosi	Misura
	La tensione in ingresso non corrisponde alla spina di configurazione.		Contattare Agilent per richiedere assistenza.
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.
Risposta eccessiva	Impostazione della portata non valida per l'uscita analogica (solo rivelatore senza sistema di dati)		Modificare la portata per dimensionare meglio i dati. Vedere "Uscita segnale" a pagina 50.
	Perdite nei condotti dell'ossidante.		Controllare la presenza di eventuali perdite nel rivelatore e ripararle. Vedere "Perdite" a pagina 95.
	Perdita nei condotti di erogazione dell'idrogeno.		Controllare la presenza di eventuali perdite nel rivelatore e ripararle. Vedere "Perdite" a pagina 95.
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. Vedere "Collegamento di una colonna al rivelatore" a pagina 68.
	Tubi rotti.	Confermare i valori di pressione e vuoto. Controllare colonne e ferrule.	Sostituire il tubo in ceramica. Vedere "Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)" a pagina 71 o "Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)" a pagina 74.
Arresto termico del rivelatore	Termocoppia aperta.		Contattare Agilent per richiedere assistenza.

Tabella 7 Risoluzione dei problemi del rivelatore (segue)

Problema	Causa possibile	Diagnosi	Misura
La pressione del bruciatore supera 760 Torr.	Limitazione causata dal diametro interno del tubo in ceramica superiore.	Se si stanno eseguendo operazioni di manutenzione, portarle a termine. Verificare di nuovo durante il normale funzionamento.	
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. Vedere "Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)" a pagina 71 o "Sostituzione del tubo al quarzo (NCD)" a pagina 74. 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. Vedere "Perdite" a pagina 95.
Pressione del bruciatore più bassa del previsto e risposta bassa	Tubo interno in ceramica rotto o disallineato.	Verificare che il tubo in ceramica interno sia posizionato correttamente e non si sia riversato nel tubo esterno.	Vedere "Sostituzione del tubo interno in ceramica (SCD)" a pagina 71.

Tabella 8 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.
- **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.
- **Rosso:** Indica la presenza di un errore o di altre condizioni gravi. Potrebbe essere un messaggio di guasto o di altro genere. 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. Sulla tastiera del rivelatore 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 rivelatore.

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 96. 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 96. 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 10](#) a pagina 108 per il rivelatore SCD o la [tabella Tabella 11](#) a pagina 114 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 la tastiera del rivelatore.
- 5** Controllare sul display del GC i valori della pressione (Premere [**Det**].) 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

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 la presenza di eventuali perdite nelle connessioni esterne 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, 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:

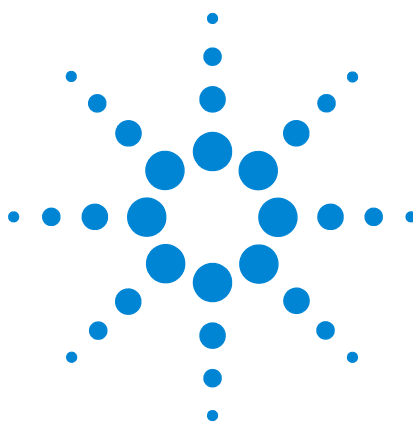
- Verificare ed eventualmente risolvere arresti di flusso.
- Controllare l'eventuale presenza di occlusioni nel tubo di erogazione dell'ossidante collegato al gruppo del bruciatore.
- Caricare un metodo di prova o un altro metodo che utilizza velocità di flussi relative e bilanciate.

In assenza 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. Vedere “Consumabili e pezzi di ricambio” a pagina 62.



7 Verifica delle prestazioni

Test cromatografico	104
Preparazione del test cromatografico	105
Verifica delle prestazioni del rivelatore SCD	107
Verifica delle prestazioni del rivelatore NCD	113

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 rivelatore siano paragonabili a quelle di fabbrica. 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 µL nella maggior parte delle situazioni. In alternativa è possibile utilizzare una siringa da 5 µL.

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.

NOTA

Le parti elencate qui si applicano ai GC Agilent. Per altri tipi di GC, abbinare le proprietà delle parti secondo necessità.

- 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 9 Parti consigliate per il test in base al tipo di iniettore

Parte consigliata per il test	Codice
Iniettore split/splitless	
Siringa, 10 µL	5181-1267
Guarnizione O-ring liner	5188-5365
Setto, spurgo e temperatura ottimizzati (BTO), senza adesione	5183-4757
Liner, Ultra Inert, splitless, cono singolo, lana di vetro	5190-2293
Tenuta iniettore placcata oro, con rondella	5188-5367
Iniettore multimodale	
Siringa, 10 µL	5181-1267
Guarnizione O-ring liner	5188-5365
Setto	5183-4757
Liner, Ultra Inert, splitless, cono singolo, lana di vetro	5190-2293
Iniettore COC (Cool on-column)	
Setto	5183-4758
Dado setto	19245-80521
Siringa, 5 µL on-column	5182-0836
Ago da 0,32 mm per siringa da 5 µL	5182-0831

Tabella 9 Parti consigliate per il test in base al tipo di iniettore (segue)

Parte consigliata per il test	Codice
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.

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 (numero di parte 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 tert-butile in isotano.
 - Isotano 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
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 105).
- 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 isotano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
 - La fiala di solvente da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isotano e inserita in posizione Solvente B dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 105.
- 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 non deve superare le 150 pA e deve essere sufficientemente

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 Se si utilizza un AIB, impostare la portata analogica su 9. Se si utilizza un Agilent 35900E da A a D impostato su 10 o impostato su 12 se si esegue il test della linearità. Il punto di inizio potrebbe richiedere regolazioni.
- 7 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 10](#).

Tabella 10 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	2 mL/min di elio
Modalità colonna	Flusso costante
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	40 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

Tabella 10 Condizioni per il test del rivelatore SCD (segue)

Flusso di spurgo	80 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min
Risparmio gas	Off
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
Flusso generatore O ₃	On
Alimentazione generatore O ₃	On
Pompa a vuoto	On
Impostazioni rivelatore FID-SCD tandem	
Temp FID	350 °C
Flusso idrogeno FID	35 mL/min
Flusso aria FID	300 mL/min
Flusso di makeup N ₂ FID	20 mL/min
Flusso ossidante SCD	5 mL/min
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)	

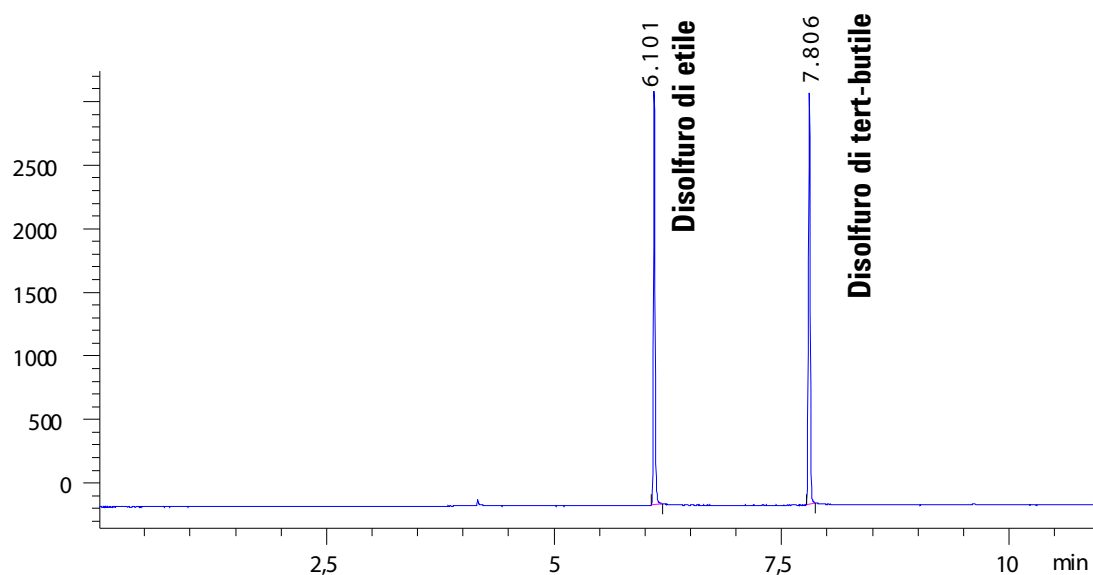
Tabella 10 Condizioni per il test del rivelatore SCD (segue)

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	8 µL (max)
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	3
Volume lavaggio solvente B	8 µL (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 (rivelatore frontale, SCD)

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



Per una nuova installazione, calcolare l'MDL di zolfo per il rivelatore. Calcolare l'MDL come:

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

in cui

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

La **sensibilità** viene calcolata come:

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

Basandosi sull'iniezione di 1 µL dello standard di test, i risultati tipici dei calcoli MDL sono mostrati nella tabella riportata di seguito.

Composto	Quantità iniettata (mg/L)	Contenuto di zolfo	S quantità iniettata (pg/µL)	Rumore ASTM tipico	Sensibilità tipica (Area/pg*s)	MDL tipico (pg S/µL)
Disolfuro di dietile	0,700	52,50%	367,500	2,453	9,504	0,469
tert-butile	1,000	36,00%	360,000	2,453	10,993	0,446

Verifica delle prestazioni del rivelatore NCD

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0.32 mm × 0.25 µm (numero di parte 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
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 105).
- 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.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 105.
- 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 non deve superare le 150 pA e deve essere sufficientemente

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 Se si utilizza un AIB, impostare la portata analogica su 9. Se si utilizza un Agilent 35900E da A a D impostato su 10 o impostato su 12 se si esegue il test della linearità. Il punto di inizio potrebbe richiedere regolazioni.
- 7 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 11](#).

Tabella 11 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

Tabella 11 Condizioni per il test del rivelatore NCD (segue)

Tempo iniziale	0 min
Tempo spurgo	0,8 min
Flusso di spurgo	80 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min
Risparmio gas	Off
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
Flusso generatore O ₃	On
Alimentazione 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

Tabella 11 Condizioni per il test del rivelatore NCD (segue)

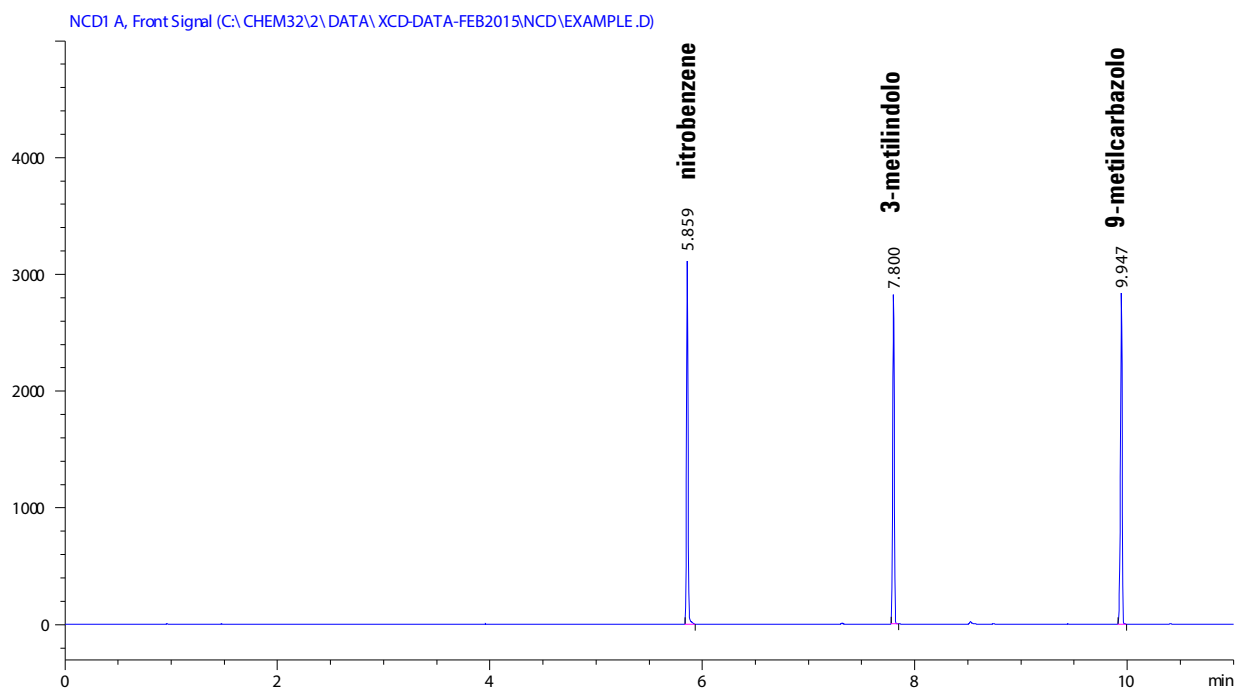
Volume lavaggio solvente A	8 µL (max)
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	3
Volume lavaggio solvente B	8 µL (max)
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0
Ritardo viscosità	0
Velocità di aspirazione lavaggio solvente (7693A)	150
Velocità di dispensa lavaggio 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 (rivelatore frontale, NCD)

- 8 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.
- 9 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**] per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere [**Start**] sul GC.

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



Per una nuova installazione, calcolare l'MDL di azoto per il rivelatore. Calcolare l'MDL come:

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

in cui

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

La **sensibilità** viene calcolata come:

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

Basandosi sull'iniezione di 1 µL dello standard di test, i risultati tipici dei calcoli MDL sono mostrati nella tabella riportata di seguito.

Composto	Quantità iniettata (mg/L)	Contenuto di azoto	N quantità iniettata (pg/µL)	Rumore ASTM tipico	Sensibilità tipica (Area/pg*s)	MDL tipico (pg N/µL)
Nitrobenzene	9,510	11,37 %	1081,29	1,080	2,813	0,7679
3-metilindolo	10,000	10,67%	1067,00	1,080	2,668	0,810
9-metilcarbazolo	14,100	7,72%	1088,52	1,080	2,795	0,773