



Gascromatografo Agilent 7820A

Risoluzione dei problemi



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

G4350-94015

Edizione

Quinta edizione, agosto 2016
Quarta edizione, giugno 2015
Terza edizione, luglio 2011
Seconda edizione, giugno 2010,
Prima edizione, Marzo 2007

Stampato in Cina

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd.
412 Ying Lun Road
Waigaoqiao Free Trade Zone
Shanghai 200131 P.R. Cina

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 "come sono" e sono soggette a modifica senza preavviso nelle future edizioni. 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 siano state 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 attenendosi scrupolosamente alle istruzioni, potrebbe causare gravi lesioni personali o la perdita della vita. In presenza della dicitura **AVVERTENZA** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

Sommario

1 Principi e attività generali

Principi	10
Risoluzione dei problemi sulla base di questo manuale	10
Tastiera virtuale del software	10
Il tasto [Status]	10
Condizioni di errore	11
Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati	12
Configurazione dell'iniettore e del rivelatore	12
Configurazione della colonna	12
Configurazione del campionatore automatico di liquidi	13
Configurazione del gas	13
Visualizzazione del log dell'analisi, del log di manutenzione e del log degli eventi	14
Log di analisi	14
Log degli eventi	14
Informazioni da reperire prima di chiamare Agilent per assistenza	15

2 Sintomi dell'ALS e del rivelatore

Errori dello stantuffo	18
Procedura	18
Luce di allineamento sulla torretta dell'iniettore 7693A/7650A accesa (On)	19
L'ago della siringa si piega durante l'iniezione nell'iniettore	20
Il test della corrente di dispersione del FID non riesce	21
Possibili cause	21
Procedura	21
Il test della corrente di dispersione dell'NPD non riesce	22
Il test della linea di base del FID non riesce	23
Risoluzione della bassa sensibilità con un FID	24
Il FID non si accende	25
L'accenditore del FID non diviene incandescente durante la sequenza di accensione	26
Corrosione del collettore del FID e della candela a incandescenza dell'accenditore	27
L'FDP non si accende	28
Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona	30

L'elemento attivo dell'NPD non si accende	31
Temperatura FPD ⁺ non pronta	32
Arresto di un dispositivo (difettoso)	33

3 Sintomi cromatografici

Tempi di ritenzione non ripetibili	36
Aree di picco non ripetibili	37
Contaminazione o carryover	38
Isolamento della sorgente	38
Verifica di possibili cause-tutte le combinazioni di iniettore e rivelatore	38
Picchi maggiori del previsto	41
Picchi non visualizzati/nessun picco	42
Aumento della linea di base durante il programma di temperatura del forno	44
Risoluzione di picco insufficiente	45
Picchi anomali	46
Picchi anomali dell'NPD	48
Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente	49
Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di split senza rivelatore	49
Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di splitless con qualsiasi rivelatore	49
Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti	50
Anticipo dei picchi	51
Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base	52
Linea di base rumorosa	52
Tremolio e deriva della linea di base	55
Picchi della linea di base	56
Rumore e sensibilità del micro-rivelatore a cattura di elettroni (μECD)	58
Valutazione del segnale del display	59
Sensibilità	60
Contaminazione (linea di base alta)	61
Area di picco o altezza ridotta (bassa sensibilità)	62
Risoluzione della bassa sensibilità con un FID	63

La fiamma del FID si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla 65

Emissione di riferimento del FID superiore a 20 pA 67

Emissione di riferimento del FID al massimo (~8 milioni) 68

La fiamma dell'FPD si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla 69

Spegnimento/ripetibilità dell'FPD 70

Emissione dell'FPD troppo alta o troppo bassa 71

Aree di picco basse sull'FPD 72

Ampiezza del picco grande sull'FPD a mezza altezza 73

Emissione di riferimento sul FPD alta, > 20 pA 74

Spegnimento del solvente dell'NPD 75

Risposta dell'NDP bassa 76

Emissione di riferimento del NPD > 8 milioni 77

Il processo di regolazione dello scarto dell'NPD non funziona correttamente 78

Selettività ridotta dell'NPD 79

Picchi negativi osservati con il TCD 80

La linea di base del TCD ha attutito i picchi di uscita del rumore sinusoidale (linea di base che risuona) 81

I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo 82

4 GC non pronto - Sintomi

GC costantemente non pronto 84

Flusso costantemente non pronto 85

La temperatura del forno non si raffredda/si raffredda molto lentamente 86

Il forno non si riscalda 87

Temperatura costantemente non pronta 88

Impossibile impostare un flusso o una pressione 89

Un gas non raggiunge il valore di regolazione di flusso o pressione 90

Un gas supera il valore di regolazione o di regolazione di pressione o di flusso 91

La pressione o il flusso dell'iniettore sono soggetti a fluttuazioni 92

Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split 93

Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato 94

Il FID non si accende 95

L'accenditore del FID non diventa incandescente durante la sequenza di accensione 96

L'idrogeno misurato con il FID o l'NPD e il gas di makeup fluisce molto meno del valore di regolazione 97

Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona 98

L'FDP non si accende 99

Valvola non pronta 101

Valvole di campionamento del gas 101

5 Sintomi di arresto

Arresti di colonna 104

Arresti dell'idrogeno 106

Idrogeno utilizzato in flussi dell'iniettore e del gas ausiliario 106

Arresti termici 108

6 Sintomi di accensione del GC e di comunicazione

Il GC non si accende 110

Il PC non riesce a comunicare con il GC 111

Il GC si accende, ma si spegne in fase di avvio (durante l'autotest) 112

7 Verifica dell'eventuale presenza di perdite

Consigli per il controllo di eventuali perdite 114

Verifica delle perdite esterne 115

Verifica delle perdite del GC 116

Controllo delle perdite nell'iniettore 117

Impostazione dei limiti di attenzione per un controllo delle perdite 119

Disattivazione di un limite di attenzione per il controllo della perdita nell'iniettore 120

Verifica dell'eventuale presenza di perdite nell'iniettore split/splitless 121

Impossibile raggiungere il valore di regolazione o di regolazione della pressione 121

Bassa sensibilità o scarsa ripetitività 122

Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione del SS 124

Esecuzione di un test a decadimento della pressione sull'iniettore SS dalla tastiera del software (controllo remoto) 124

Correzione delle perdite nell'iniettore split/splitless 128

Per eseguire un test perdite a decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate 129

Per eseguire un test di decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate 129

Correzione delle perdite nell'iniettore per impaccate/colonne impaccate 133

Verifica della presenza di perdite nell'iniettore per colonne impaccate 134

Correzione delle perdite nell'iniettore colonna per colonne impaccate 136

Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione del COC 137

Esecuzione del test a decadimento della pressione del COC 137

Correzione delle perdite nell'iniettore on-column a freddo 141

8 Operazioni di risoluzione dei problemi

Misurazione del flusso di una colonna 144

Misurazione del flusso della colonna di FID, TCD, μ ECD e FPD 144

Misurazione del flusso della colonna NPD 146

Misurazione del flusso di scarico di uno split o di spurgo di un setto 148

Misurazione del flusso di un rivelatore 149

Misurazione dei flussi di FID, TCD, μ ECD e FPD 149

Misurazione dei flussi NPD 152

Autotest del GC 154

Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di sfiato dello split 155

Impostazione di un limite di attenzione per il controllo del sifone dell'iniettore 156

Disattivazione di un limite di attenzione per il controllo del sifone dell'iniettore 157

Controllo del sifone dell'iniettore 158

Esecuzione di un test di strozzatura dello sfiato dello split del SS 160

Verifica dell'eventuale contaminazione di una linea di sfiato dello split 161

Regolazione dell'offset di accensione del FID 163

Verifica dell'accensione della fiamma del FID 164

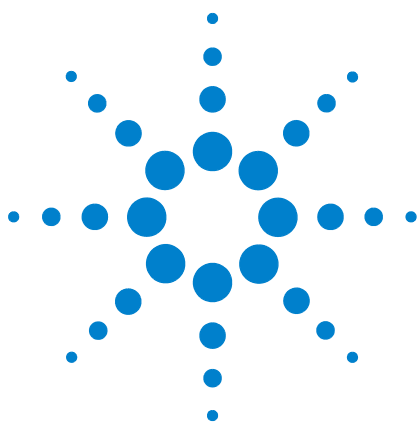
Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione 165

Misurazione della corrente di dispersione del FID 166

Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID 167

Isolamento della causa del rumore del FID 168

Misurazione della corrente di dispersione del NPD	169
Verifica di un ugello ostruito del FID	170
Verifica di un ugello ostruito del NPD	171
Verifica dell'accensione dell'elemento attivo del NPD	172
Verifica dell'accensione della fiamma dell'FPD	173
Regolazione dell'offset di accensione dell'FPD	174
Quando sostituire i purificatori di gas	175
Come ignorare lo stato di pronto del dispositivo	176
Utilizzo del cronometro	177



1

Principi e attività generali

Principi 10

Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati 12

Visualizzazione del log dell'analisi, del log di manutenzione e del log degli eventi 14

Informazioni da reperire prima di chiamare Agilent per assistenza 15



Principi

Questo manuale fornisce un elenco dei sintomi e delle attività che devono essere eseguite in caso dovessero manifestarsi errori associati al hardware del GC o all'emissione cromatografica, messaggi GC Not Ready e altri problemi comuni.

Ogni sezione descrive un problema e fornisce un elenco puntato di possibili cause che possono richiedere la risoluzione di problemi. Questi elenchi non sono concepiti per essere utilizzati nello sviluppo di nuovi metodi. Procedere con la risoluzione dei problemi partendo dal presupposto che i metodi funzionino correttamente.

Questo manuale include anche normali attività di risoluzione dei problemi nonché le informazioni da raccogliere prima di chiamare Agilent per ricevere assistenza.

Risoluzione dei problemi sulla base di questo manuale

Come approccio generale alla risoluzione dei problemi utilizzare la procedura seguente:

- 1 Osservare i sintomi del problema.
- 2 Ricercare i sintomi in questo manuale utilizzando il Sommario oppure lo strumento **Search** tool. Rivedere l'elenco delle possibili cause del sintomo.
- 3 Verificare ogni possibile causa oppure eseguire un test per restringere l'elenco delle possibili cause fino alla risoluzione del sintomo.

Tastiera virtuale del software

Durante la risoluzione dei problemi avviare la tastiera del software per accedere a tutte le informazioni disponibili sul GC. Se non indicato diversamente, tutte le procedure descritte nel manuale prevedono l'utilizzo della tastiera virtuale del software (telecomando) per accedere alle impostazioni o informazioni sul GC.

Il tasto [Status]

Assicurarsi di utilizzare i tasti **[Status]** e **[Info]** sulla tastiera virtuale del software durante l'uso di queste informazioni relative alla risoluzione dei problemi. Questi tasti visualizzeranno ulteriori informazioni utili correlate allo stato del GC e dei relativi componenti.

Condizioni di errore

In presenza di un problema viene visualizzato un messaggio sullo stato. Se il messaggio indica che un hardware è danneggiato, è necessario avere maggiori informazioni. Aprire la tastiera virtuale del software (telecomando), collegare il GC e premere il tasto relativo al componente (ad esempio **[Front Det]**, **[Oven]**, or **[Front Inlet]**).

Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati

Determinati elementi configurabili del GC devono essere mantenuti sempre aggiornati. In caso contrario si verificheranno perdita di sensibilità, errori cromatografici e possibili problemi di sicurezza.

Configurazione dell'iniettore e del rivelatore

Configurare il GC e tutti i componenti correlati in base a eventuali modifiche dell'iniettore o del rivelatore. Di seguito vengono riportati alcuni esempi dei componenti da aggiornare dopo avere apportato modifiche all'iniettore o rivelatore:

Liner: l'adeguatezza del tipo di liner varia in base alla modalità dell'iniezione del GC, ad esempio modalità split o splitless, e all'analisi.

Filtri FPD: i filtri FPD richiedono flussi di gas diversi per funzionare correttamente. Configurare il flusso in base al filtro FPD installato (fosforo rispetto a zolfo).

Ugelli di FID e NPD: utilizzare l'ugello appropriato per il tipo di colonna installato (colonna capillare rispetto a colonna per impaccata).

Configurazione della colonna

Riconfigurare il GC ogni volta che una colonna viene tagliata o sostituita. Inoltre, verificare che il sistema dati rifletta il tipo di colonna corretto, la lunghezza, l'id e lo spessore della pellicola. Il GC si basa su queste informazioni per calcolare i flussi. Il mancato aggiornamento del GC dopo l'alterazione di una colonna causa flussi incorretti, rapporti di splittaggio modificati o errati, variazioni del tempo di ritenzione e spostamenti dei picchi.

Configurazione del campionatore automatico di liquidi

Mantenere aggiornata la configurazione del campionatore automatico per liquidi per assicurare un funzionamento corretto. Tra gli elementi ALS che devono essere mantenuti aggiornati vi sono le dimensioni della siringa installata e l'utilizzo delle bottiglie di solvente e di scarico.

Configurazione del gas

AVVERTENZA

Configurare sempre il GC in maniera appropriata quando si lavora con l'idrogeno. L'idrogeno fuoriesce rapidamente e se ne viene rilasciata una quantità eccessiva nell'aria o nel forno GC possono insorgere problemi per la sicurezza.

Riconfigurare il GC ogni volta che viene modificato il tipo di gas. Se il GC è configurato su un gas diverso da quello effettivamente introdotto, risulteranno portate errate.

Per confermare la configurazione del gas:

- 1 Premere **[Config]**.
- 2 Scorrere fino alla voce del rivelatore o della colonna appropriata sul display e premere **[Enter]** per visualizzare il tipo di gas configurato.

Visualizzazione del log dell'analisi, del log di manutenzione e del log degli eventi

Il GC gestisce log di eventi interni, ciascuno dei quali ospita fino a 250 voci. Utilizzare questi log per risolvere i problemi, soprattutto quando sul display non compare più un messaggio.

Per accedere ai log, premere [**Logs**] in modo da accedere al log desiderato. Sul display verrà indicato il numero di voci contenute nel log. Scorrere l'elenco.

Log di analisi

Per ogni analisi, il log di analisi registra le deviazioni dal metodo pianificato. Questo log viene sovrascritto all'inizio di ogni analisi. Le informazioni del log dell'analisi possono essere usate per gli standard GLP (Good Laboratory Practice) e possono essere caricate su un sistema dati Agilent. Quando il log dell'analisi contiene voci, il LED sulla tastiera virtuale del software **Run Log** si accende.

Log degli eventi

Il log degli eventi registra gli eventi come gli arresti, gli avvertimenti, i guasti e i cambiamenti di stato del GC (inizio analisi, arresto analisi e così via) che si verificano durante il funzionamento del GC. Quando il log degli eventi è pieno, il GC sovrascrive gli inserimenti, a cominciare dal più vecchio.

Informazioni da reperire prima di chiamare Agilent per assistenza

Prima di contattare Agilent per assistenza, raccogliere le seguenti informazioni:

- Sintomi
- Descrizione del problema
- Hardware installato e parametri/configurazione quando si è verificato l'errore (campione, tipo di gas erogato, portata del gas, rivelatori/iniettori installati e così via)
- Qualsiasi messaggio che compaia sul display del GC
- Risultati di qualsiasi test di diagnostica eseguito
- Dettagli relativi allo strumento. Reperire le informazioni seguenti:
 - Il numero di serie del GC è reperibile anche su un'etichetta posta sotto l'angolo in basso a destra del GC.
 - Revisione del firmware del GC (premere **[Status]**, poi **[Clear]**)
 - Configurazione dell'alimentazione del GC (situata su un'etichetta posta sul retro del pannello del GC sulla sinistra del cavo di alimentazione del GC)



- Premere il tasto **[Status]** visualizzare i messaggi precedenti **Error**, **Not Ready**, e **Shutdown** messages.

Per ottenere i numeri di servizio/assistenza, vedere il sito web di Agilent all'indirizzo www.agilent.com/chem.



2 Sintomi dell'ALS e del rivelatore

Errori dello stantuffo 18

Luce di allineamento sulla torretta dell'iniettore 7693A/7650A accesa (On) 19

L'ago della siringa si piega durante l'iniezione nell'iniettore 20

Il test della corrente di dispersione del FID non riesce 21

Il test della corrente di dispersione dell'NPD non riesce 22

Il test della linea di base del FID non riesce 23

Risoluzione della bassa sensibilità con un FID 24

Il FID non si accende 25

L'accenditore del FID non diviene incandescente durante la sequenza di accensione 26

Corrosione del collettore del FID e della candela a incandescenza dell'accenditore 27

L'FDP non si accende 28

L'elemento attivo dell'NPD non si accende 31

Temperatura FPD⁺ non pronta 32

Arresto di un dispositivo (difettoso) 33



Errori dello stantuffo

Se il campionatore automatico per liquidi riferisce un errore dello stantuffo anteriore o posteriore, verificare le seguenti cause possibili:

- Lo stantuffo della siringa è bloccato o non è ben fissato al circuito di trasporto.
- Il solenoide dello stantuffo è bloccato.
- Il codificatore del circuito di trasporto dello stantuffo non può essere utilizzato.
- Il meccanismo di trasporto dello stantuffo dell'iniettore automatico non si muove.
- Lo stantuffo non si muove liberamente a causa di residui di campione o dell'usura. Installare una nuova siringa, accertandosi di riempirla con il solvente prima dell'installazione.

Procedura

- 1 Togliere la siringa e ispezionare lo stantuffo per vedere che non vi siano ostruzioni o blocchi.
- 2 Se necessario, sostituire la siringa. Consultare la documentazione di [7693A](#) o [7650A](#), nella misura applicabile.
- 3 Controllare la viscosità del campione rispetto al parametro di viscosità.
- 4 Se necessario, ripristinare il parametro di viscosità.
- 5 Avviare nuovamente la sequenza.
- 6 Se si verificano nuovamente gli errori, richiedere l'assistenza di Agilent.

Luce di allineamento sulla torretta dell'iniettore 7693A/7650A accesa (On)

Se la spia di Align Mode è accesa, verificare innanzitutto che la torretta sia stata installata in modo corretto. Quindi, eseguire la procedura di allineamento come descritto nel manuale [7693A Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance](#) o nel manuale [7650A Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance](#)

L'ago della siringa si piega durante l'iniezione nell'iniettore

AVVERTENZA

Mentre si esamina l'iniettore, tenere le mani lontane dall'ago della siringa. L'ago è tagliente e può contenere sostanze chimiche pericolose.

Per ulteriori informazioni consultare la documentazione sull'ALS:

[7693A Campionatore automatico per liquidi - Installazione, funzionamento e manutenzione](#)

[7650A Campionatore automatico per liquidi - Installazione, funzionamento e manutenzione](#)

- Verificare che il dado del setto del GC non sia troppo stretto.
- Verificare che la siringa sia installata correttamente nel telaio della siringa.
- Verificare che il supporto dell'ago e la guida siano puliti. Rimuovere eventuali residui o depositi del setto. Installare una nuova base di supporto dell'ago (7693A o 7650A) se necessario.
- Assicurarsi di utilizzare la siringa corretta. La lunghezza complessiva del cilindro della siringa e dell'ago dovrebbe essere approssimativamente pari a 126,5 mm.
- Controllare che le dimensioni della fiala del campione corrispondano alle specifiche.
- Controllare che il tappo ermetico sia installato correttamente. Consultare la documentazione del campionatore.

Il test della corrente di dispersione del FID non riesce

Possibili cause

Un test della corrente di dispersione non riuscito indica in genere la presenza di un assemblaggio errato, di una contaminazione o di un pezzo danneggiato.

Procedura

- 1 Se sono appena stati eseguiti degli interventi di manutenzione sul FID, verificare che il rivelatore sia stato assemblato correttamente prima di procedere con la risoluzione del problemi.
- 2 [Sostituire](#) il PTFE (FID) in caso di contaminazione.
- 3 Assicurarsi che la molla di interconnessione non sia danneggiata, piegata o sporca. La molla di interconnessione deve toccare il fondo del collettore. Se la molla di interconnessione è danneggiata, piegata o sporca, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Molla di
interconnessione
FID



Il test della corrente di dispersione dell'NPD non riesce

Un test della corrente di dispersione non riuscito indica in genere la presenza di un assemblaggio errato, di una contaminazione o di un pezzo danneggiato.

Se sono appena stati eseguiti degli interventi di manutenzione sul sistema NPD, verificare che il rivelatore sia stato assemblato correttamente prima di procedere con la risoluzione del problemi.

- 1 Sostituire gli **isolanti in ceramica**. Ripetere il test.
- 2 Impostare la tensione dell'elemento attivo su 0.0 V. Disattivare la regolazione dello scarto. Visualizzare l'emissione (corrente di dispersione).
- 3 Rimuovere l'elemento attivo e riporlo in un luogo sicuro.
- 4 Togliere le tre viti che fissano il coperchio in posizione e rimuoverlo.
- 5 Esaminare la molla di interconnessione. Assicurarsi che la molla di interconnessione non sia danneggiata, piegata o sporca. La molla di interconnessione deve toccare il fondo del collettore. Se la molla di interconnessione è danneggiata, piegata o sporca, contattare Agilent per richiedere assistenza.
- 6 Se la molla di interconnessione non è danneggiata o sporca e il segnale di emissione del rivelatore è troppo alto, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Il test della linea di base del FID non riesce

Se sono appena stati eseguiti degli interventi di manutenzione sul FID, verificare che il rivelatore sia stato assemblato correttamente prima di procedere con la risoluzione dei problemi.

Se il test della linea di base non riesce:

- Verificare purezza e qualità del gas.
- Sostituire i sifoni chimici sporchi/esauriti.
- [Degassare](#) il rivelatore.

Risoluzione della bassa sensibilità con un FID

Vedere [“Risoluzione della bassa sensibilità con un FID”](#).

Il FID non si accende

- Verificare che il valore Lit offset sia $\leq 2,0$ pA.
- Accertarsi che la temperatura del FID sia sufficientemente alta per l'accensione (>150 °C). Si consiglia >300 °C.
- Controllare che durante la sequenza di accensione, l'accenditore FID diventi incandescente (Vedere [Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione](#)).
- Assicurarsi che le pressioni di aria e idrogeno siano conformi a quanto consigliato da Agilent (idrogeno > 35 psi [210 kPa] e aria > 55 psi [380 kPa]).
- Tentare di incrementare le pressioni di erogazione al modulo di flusso del FID. In questo modo la fiamma si accende con più facilità senza dover modificare i valori di regolazione.
- Aumentare la velocità del flusso di idrogeno o disattivare o diminuire il flusso del gas di makeup fino all'accensione, quindi ridurla riportandola sui valori del metodo. Testare i valori più adatti.
- Verificare se l'ugello è collegato o parzialmente collegato. (Vedere [Verificare il collegamento dell'ugello del FID](#).)
- Misurare le portate del FID. La velocità di flusso reale dovrebbe essere $\pm 10\%$ del valore di regolazione. Il rapporto idrogeno:aria esercita un forte impatto sull'accensione. Impostazioni di flusso non ottimali possono impedire l'accensione della fiamma (Vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#).)
- Se la fiamma ancora non si accende, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le fuoriuscite importanti causano flussi misurati diversi dai flussi reali e quindi determinano condizioni di accensione non ideali. Verificare attentamente che il sistema non presenti perdite, soprattutto il raccordo della colonna sul FID. (Vedere [Verifica dell'eventuale presenza di perdite](#).)
- Verificare la velocità di flusso della colonna. (Vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#).) Il flusso di idrogeno deve superare la somma del flusso della colonna e di makeup.
- Se l'analisi lo consente, sostituire l'azoto con l'elio come gas di makeup.

L'accenditore del FID non diviene incandescente durante la sequenza di accensione

AVVERTENZA

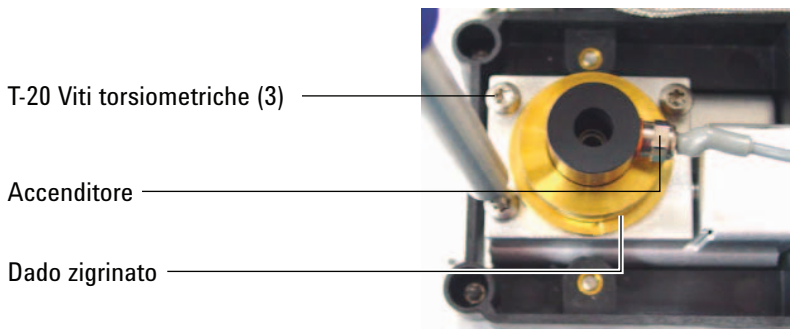
Durante questa operazione, tenere tutte le parti del corpo a distanza di sicurezza dal camino del FID. Se si utilizza l'idrogeno, la fiamma del FID non sarà visibile.

- 1 Togliere il pannello superiore del rivelatore.
- 2 Accendere la fiamma del FID su **On**.
- 3 Osservare la candela dell'accenditore attraverso il camino del FID. Durante la sequenza di accensione, il foro dovrebbe diventare incandescente.

Se il test non riesce, verificare le seguenti cause possibili:

- L'accenditore può essere guasto; sostituire l'accenditore.
- La temperatura del rivelatore è impostata su $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Agilent consiglia di utilizzare il FID a $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- L'accenditore non crea una buona connessione con la terra:
 - L'accenditore deve essere ben fissato all'involucro del FID.
 - Le tre viti T-20 Torx che tengono insieme il gruppo del collettore devono essere ben serrate.
 - Il dado zigrinato in bronzo che mantiene il gruppo dell'involucro del FID deve essere serrato.

Eseguire la manutenzione del FID nel caso queste parti risultino corrose o ossidate.



Corrosione del collettore del FID e della candela a incandescenza dell'accenditore

Agilent raccomanda di ispezionare il collettore e la candela a incandescenza dell'accenditore per verificare l'eventuale corrosione durante la manutenzione del FID.

Il processo di combustione del FID genera condensa. Questa condensa, combinata con solventi o campioni clorinati, causa corrosione e perdita di sensibilità.

Per evitare la corrosione, mantenere la temperatura del rivelatore sopra ai 300 °C.

L'FDP non si accende

- Assicurarsi che la temperatura dell'FPD sia sufficientemente alta per l'accensione ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Verificare i flussi del FDP e assicurarsi che corrispondano al tipo di filtro installato nel FPD. Il rapporto idrogeno:aria esercita un forte impatto sull'accensione. Impostazioni di flusso non ottimali possono impedire l'accensione della fiamma.

Tabella 1 Flussi consigliati FDP

	Flussi modalità zolfo, ml/min	Flussi modalità fosforo, ml/min
Trasporto (idrogeno, elio, azoto, argon)		
Colonne impaccate	da 10 a 60	da 10 a 60
Colonne capillari	Da 1 a 5	Da 1 a 5
Gas del rivelatore		
Idrogeno	50	75
Aria	60	100
Trasporto + makeup	60	60

- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (Vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#).)
- Verificare il funzionamento dell'accenditore del FPD. (Vedere [Verifica dell'accensione della fiamma del FPD](#).)
- Verificare il valore **Lit offset**. Il valore tipico di **Lit offset** è 2,0. Se è zero, l'autoaccensione è spenta. Se il valore è troppo alto, il software non riconosce che la fiamma è accesa e spegne il rivelatore.
- Se la fiamma ancora non si accende, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le fuoriuscite importanti causano flussi misurati diversi dai flussi reali e quindi determinano condizioni di accensione non ideali. Verificare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema (Vedere [Controllo di eventuali perdite](#).)
- Tentare di incrementare le pressioni di erogazione al modulo di flusso del FDP. In questo modo la fiamma si accende con più facilità senza dover modificare i valori di regolazione.

- In alcune condizioni operative, può essere più semplice accendere la fiamma una volta rimosso il tubo di sfiato. Una volta accesa la fiamma, reinstallare il tubo di sfiato.
- Modificare i flussi della modalità al fosforo, accendere la fiamma e gradatamente modificare i flussi portandoli sui valori previsti per lo zolfo.
- Controllare le connessioni dei cavi al giunto, la connessione dei giunti alla candela a incandescenza, quindi stringere la candela a incandescenza.

Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona

- Verificare se l'ugello è intasato (Vedere [Verifica di un ugello ostruito del NPD.](#))
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (Vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore.](#)) Se i flussi di idrogeno e makeup sono pari a zero o molto inferiori al flusso visualizzato, considerare la possibilità che l'ugello sia collegato.
- Verificare lo stato dell'elemento attivo. Se necessario, [sostituirlo.](#)
- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette Vedere [Informazioni su flussi, temperature ed elemento attivo.](#)
- Se il processo non funziona, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le portate misurate potrebbero quindi allontanarsi dalle portate reali. Controllare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema, soprattutto sul raccordo della colonna. (Vedere [Controllo di eventuali perdite.](#))
- Impostare il tempo di equilibratura su 0,0.

L'elemento attivo dell'NPD non si accende

- Impostare il tempo di equilibratura su 0,0.
- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette e appropriate. Vedere [Informazioni su flussi, temperature ed elemento attivo](#).
- Se il processo non funziona, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le portate misurate potrebbero quindi allontanarsi dalle portate reali. Controllare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema, soprattutto sul raccordo della colonna/dell'adattatore. (Vedere [Controllo di eventuali perdite](#).)
- Controllare i messaggi d'errore. Premere [**Service Mode**], poi passare a **Diagnostics > Front detector** o **Back detector > Detector signal**. È inoltre possibile leggere il voltaggio dell'elemento attivo.
- Verificare lo stato dell'elemento attivo. [Se necessario](#) sostituirlo
- Verificare se l'ugello è intasato. (Vedere [Verifica di un ugello ostruito del NPD](#).)
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (Vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#).) Se i flussi di idrogeno e makeup sono pari a zero o molto inferiori al flusso visualizzato, considerare la possibilità che l'ugello sia collegato.

Temperatura FPD⁺ non pronta

Se la temperatura di blocco emissioni FPD⁺ non è mai pronta:

- Controllare la temperatura del forno. Se la temperatura del forno è troppo alta (più di 325 °C) per un lungo periodo di tempo, impostare la temperatura di blocco emissioni al valore più alto possibile (165 °C).
- Controllare la temperatura della linea di trasferimento. Se la linea di trasferimento è impostata a una temperatura troppo alta (quasi 400 °C), impostare la temperatura del blocco si emissione ad almeno 150 °C.

Arresto di un dispositivo (difettoso)

Per impostazione predefinita, il GC controlla lo stato di tutti i dispositivi configurati (iniettori, rivelatori, riscaldatori per il comparto delle valvole, valvole, riscaldatore del forno, moduli EPC o EPR, ecc.) e assume la condizione di pronto quando ciascun dispositivo raggiunge il valore di regolazione. Se il GC rileva un problema in uno dei dispositivi, il GC non assume la condizione di pronto oppure si spegne automaticamente in maniera preventiva, per non costituire un pericolo. Tuttavia in alcune circostanze può essere utile che si passi comunque allo stato di pronto senza impedire l'avvio del dispositivo, ad esempio quando il riscaldatore di un iniettore o di un rivelatore è difettoso. Solitamente, questo tipo di problema non consente al GC di assumere la condizione di pronto e di avviare l'analisi. Tuttavia, è possibile impostare il GC in modo tale che ignori il problema così da poter utilizzare l'altro iniettore o rivelatore fino ad avvenuta riparazione.

Non è possibile però ignorare lo stato di tutti i dispositivi. Si può ignorare lo stato di pronto di iniettori, rivelatori, moduli EPC o EPR o del forno. Lo stato di pronto di altri dispositivi e componenti non può essere ignorato. È il caso dei dispositivi di iniezione quali valvole di commutazione o campionatore automatico per liquidi.

Per ignorare lo stato di un dispositivo:

- 1 Disattivare il riscaldatore e i flussi del gas del dispositivo ove applicabile (assicurarsi che non tale operazione non sia motivo di pericolo per la sicurezza).
- 2 Premere [**Config**], quindi selezionare l'elemento.
- 3 Scorrere fino a **Ignore Ready** e premere [**On/Yes**] per impostare il valore **True**.

Il GC può così essere utilizzato fino ad avvenuta riparazione del dispositivo.

ATTENZIONE

Non ignorare lo stato di pronto di un dispositivo in uso se il valore di regolazione deve essere necessariamente raggiunto.

Dopo aver riparato il dispositivo, ripristinare il valore su **Ignore Ready = False**. Altrimenti, lo stato di temperatura, flusso, pressione continuerà ad essere ignorato anche se si utilizza il dispositivo nel corso dell'analisi.

2 Sintomi dell'ALS e del rivelatore

Per considerare lo stato di pronto di un dispositivo, impostare il valore **Ignore Ready** su **False**.



3 Sintomi cromatografici

Tempi di ritenzione non ripetibili	36
Aree di picco non ripetibili	37
Contaminazione o carryover	38
Picchi maggiori del previsto	41
Picchi non visualizzati/nessun picco	42
Aumento della linea di base durante il programma di temperatura del forno	44
Risoluzione di picco insufficiente	45
Picchi anomali	46
Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente	49
Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti	50
Anticipo dei picchi	51
Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base	52
Rumore e sensibilità del micro-rivelatore a cattura di elettroni (μ ECD)	58
Area di picco o altezza ridotta (bassa sensibilità)	62
La fiamma del FID si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla	65
Emissione di riferimento del FID superiore a 20 pA	67
Emissione di riferimento del FID al massimo (~8 milioni)	68
La fiamma dell'FPD si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla	69
Spegnimento/ripetibilità dell'FPD	70
Emissione dell'FPD troppo alta o troppo bassa	71
Aree di picco basse sull'FPD	72
Ampiezza del picco grande sull'FPD a mezza altezza	73
Emissione di riferimento sul FPD alta, > 20 pA	74
Spegnimento del solvente dell'NPD	75
Risposta dell'NDP bassa	76
Emissione di riferimento del NPD > 8 milioni	77
Il processo di regolazione dello scarto dell'NPD non funziona correttamente	78
Selettività ridotta dell'NPD	79
Picchi negativi osservati con il TCD	80
La linea di base del TCD ha attutito i picchi di uscita del rumore sinusoidale (linea di base che risuona)	81
I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo	82



Tempi di ritenzione non ripetibili

- Sostituire il setto.
- Verificare la presenza di perdite nell'iniettore, nel liner (se applicabile) e nella connessione della colonna. (vedere [“Verifica dell’eventuale presenza di perdite”](#)).
 - [Verifica dell’eventuale presenza di perdite nell’iniettore split/splitless](#)
 - [Per eseguire un test perdite a decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate](#)
- Verificare che vi sia una pressione sufficiente per l'erogazione del gas di trasporto. La pressione erogata al GC deve essere almeno 40 kPa (10 psi) superiore alla pressione massima dell'iniettore richiesta alla temperatura finale del forno.
- Eseguire repliche di standard noti per verificare il problema.
- Assicurarsi di utilizzare il tipo di liner corretto per il campione che si sta iniettando
- Considerare se si tratta della prima analisi. (Il GC è stato stabilizzato?)
- Se si sta utilizzando un FID o un NPD e i tempi di ritenzione aumentano (deriva), controllare che l'ugello non sia contaminato o sostituirlo.
 - [Sostituire l'ugello di un FID](#)
 - [Verifica di un ugello ostruito del FID](#)
 - [Verifica di un ugello ostruito del NPD](#)

Aree di picco non ripetibili

Verificare il funzionamento della siringa ALS (Vedere la sezione relativa alla risoluzione dei problemi del manuale del campionatore: [7693A](#), [7650A](#),.)

- Sostituire la siringa.
- Verificare la presenza di perdite nell'iniettore, nel liner (se applicabile) e nella connessione della colonna. (vedere [“Verifica dell'eventuale presenza di perdite”](#)).
- Controllare il livello di campione nelle fiale.
- Eseguire repliche di standard noti per verificare il problema.
- Considerare se si tratta della prima analisi. (Il GC è stato stabilizzato?)

Contaminazione o carryover

Se l'emissione presenta contaminazione o picchi inattesi, comportarsi come segue:

Isolamento della sorgente

- 1 Eseguire un'analisi di controllo con solvente utilizzando una sorgente di solvente nuova e pura. Se la contaminazione sparisce, il problema può essere nel campione oppure può essere correlato al solvente.
- 2 Eseguire un'analisi di controllo (rimuovere la siringa dall'iniettore e avviare un'analisi). Se la contaminazione sparisce, il problema è nella siringa.
- 3 Rimuovere la colonna dal rivelatore e il tappare il raccordo del rivelatore. Eseguire un'altra analisi di controllo. Se la contaminazione sparisce, il problema è nell'iniettore o nella colonna. Se la contaminazione permane, il problema è nel rivelatore.

Verifica di possibili cause-tutte le combinazioni di iniettore e rivelatore

Iniettore, campionatore, campione, erogazione gas

- Verificare il tipo di setto e l'installazione. Il setto della fiala potrebbe essere in fase di scioglimento nel campione. Accertarsi che il setto della fiala sia abbastanza resistente per il solvente in uso. Controllare che il setto della fiala sia piatto. Se il setto della fiala non è piatto, l'ago tende a forare il setto e a far cadere dei pezzi nel campione, causando contaminazione e picchi fantasma.
- Eseguire la [manutenzione](#) completa dell'iniettore: Sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Verificare il carry over del campione dalle analisi precedenti. Eseguire numerose analisi di controllo senza iniezione e verificare se i picchi fantasma spariscono o diventano più piccoli.
- Verificare il flusso di scarico del setto. Se è insufficiente, il setto può aver raccolto contaminazione oppure è possibile che vi sia condensa nella linea di spurgo.
- Verificare tutti gli indicatori e le date dei sifoni del gas.

- Verificare la purezza del gas. Effettuare diverse analisi replicate, con un breve intervallo tra ogni analisi, quindi diverse analisi con un ampio intervallo. Se i picchi di contaminazione sono maggiori per le analisi effettuate con l'intervallo più lungo, sopporre la contaminazione del gas: la contaminazione ha più tempo per depositarsi sulla colonna e sul liner.
- Verificare la contaminazione dei tubi di erogazione e dei raccordi.
- Se si pensa che l'iniettore sia contaminato, eseguire la procedura di degassamento (SS, PP, PCI).
- Verificare il funzionamento degli iniettori. Pulire l'iniettore e sostituire i componenti contaminati dell'iniettore.
 - [Pulire l'iniettore split/splitless](#)
 - [Pulire l'iniettore per impaccate](#)
 - [Pulire l'iniettore per colonne impaccate](#)
 - [Pulizia dell'iniettore on-column a freddo](#)
- Controllare il livello del solvente nelle bottiglie di lavaggio dell'ALS.
- Sostituire la siringa dell'ALS se necessario.
- Verificare il volume di iniezione del campione. Verificare che l'ALS stia iniettando campione sufficiente nell'iniettore. Utilizzare il solvente calcolatore del volume di vapore del solvente per determinare la quantità di campione da iniettare.
- A volte i picchi fantasma sono prodotti da fiale di campione contaminate. Provare a utilizzare fiale nuove o pulite per vedere se i picchi fantasma spariscono.
- Alcuni campioni cambiano con il calore o con la luce ultravioletta. Controllare la stabilità del campione.

Colonna, metodo

- Eseguire la manutenzione della colonna: [Lasciar degassare](#) i contaminanti, [rimuovere](#) la lunghezza contaminata della colonna vicino all'iniettore e [capovolgere e degassare](#) la colonna in base alle necessità.
- Se si pensa che la colonna sia contaminata, eseguire la procedura di [degassamento](#).

- Verificare che la temperatura del programma del forno e il tempo siano sufficienti per i campioni che si stanno iniettando. I picchi fantasma che sono più ampi dei picchi del campione adiacenti potrebbero derivare da una precedente esecuzione.
- Verificare se la colonna presenta contaminazione. Campioni con peso molecolare elevato contenenti residui possono contaminare la siringa, il liner dell'iniettore o i primi centimetri della colonna.

Rivelatore, erogazione gas del rivelatore

- Verificare tutti gli indicatori e le date dei sifoni del gas.
- Verificare la purezza del gas. Effettuare diverse analisi replicate, con un breve intervallo tra ogni analisi, quindi diverse analisi con un ampio intervallo. Se i picchi di contaminazione sono maggiori per le analisi effettuate con l'intervallo più lungo, supporre la contaminazione del gas: la contaminazione ha più tempo per depositarsi sulla colonna e sul liner.
- Verificare la contaminazione dei tubi di erogazione e dei raccordi.
- Se si pensa che il rivelatore sia contaminato, eseguire la procedura di degassamento (FID, TCD, μ ECD).
- Verificare il funzionamento dei rivelatori. Sostituire le parti usurate dei rivelatori.
 - [Manutenzione del collettore, degli isolatori di ceramica e dell'ugello del rivelatore NPD](#)
 - [Manutenzione del rivelatore](#)

Picchi maggiori del previsto

- Verificare le dimensioni di ogni colonna configurata rispetto alle dimensioni effettive della colonna (vedere [“Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati”](#)).
- Verificare il volume di iniezione del campionatore automatico. Nella modalità di iniezione normale, il campionatore utilizza l'iniezione rapida per erogare una quantità rappresentativa di campione. L'iniezione rapida riduce al minimo il frazionamento dell'ago. I cromatogrammi derivanti dall'iniezione manuale o i dispositivi ad iniezione automatica più lenta mostrano livelli più elevati di materiali a basso peso molecolare rispetto ai materiali a peso molecolare più alto perché i composti volatili raggiungono il punto di ebollizione dall'ago più velocemente dei materiali con peso più alto.
- Controllare i tappi delle fiale. Una chiusura non corretta dei tappi delle fiale può produrre perdite selettive di materiali leggeri da un campione. Il tappo non deve ruotare con facilità se è stato installato correttamente.
- Controllare le dimensioni della siringa configurata. Alcune siringhe hanno una capacità dimezzata. Se il volume massimo della siringa è indicato a metà altezza del cilindro e non in cima al cilindro, inserire **due volte** il volume indicato durante la configurazione delle dimensioni della siringa.

Picchi non visualizzati/nessun picco

- Se si utilizza un campionatore automatico:
 - Assicurarsi che ci sia campione nella fiala.
 - Verificare che il telaio dello stantuffo dell'ALS sia assicurato allo stantuffo della siringa.
 - Verificare che la siringa sia installata correttamente e che prelevi il campione.
 - Verificare che la torretta sia caricata correttamente e che le iniezioni non provengano da fiale fuori sequenza.
 - Controllare che il campione venga aspirato nella siringa.
- Verificare che il rivelatore in uso sia assegnato a un segnale.
- Controllare la corretta installazione della colonna.
- Controllare che la colonna non sia ostruita (vedere [“Misurazione del flusso di una colonna”](#)). Eseguire la manutenzione della [colonna](#).
- Verificare la presenza di fuoriuscite. (vedere [“Verifica dell'eventuale presenza di perdite”](#)).
- Controllare le impostazioni del flusso, quindi misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere [“Misurazione del flusso di un rivelatore”](#)).
- Alcuni campioni cambiano con il calore o con la luce ultravioletta. Controllare la stabilità del campione.
- Controllare il livello di campione nella fiala.
- Se il campione è viscoso, provare a:
 - Aumentare il ritardo di viscosità.
 - Diluire il campione in un solvente a bassa viscosità adeguato.
 - Disattivare la ventola della torretta.

Se il problema riguarda il rivelatore, vedere la [Tabella 2](#).

Tabella 2 Risoluzione dei problemi del rivelatore

Rivelatore	Soluzione
FID, FPD	• Verificare che l'elettrometro sia acceso. • Verificare che la fiamma sia ancora accesa.
TCD	• Verificare che il filamento sia acceso. • Assicurarsi che il gas di riferimento non sia impostato su zero. (Il filamento non si accende con flusso del gas di riferimento pari a zero.)

Aumento della linea di base durante il programma di temperatura del forno

- Verificare se la colonna presenta spurghi.
- Controllare la presenza di perdite/ossigeno nell'erogazione del gas di trasporto. L'ossigeno può danneggiare le colonne capillari della fase di legame.
- Controllare l'indicatore o la data del sifone dell'ossigeno dell'erogazione del gas.
- Eseguire analisi di controllo con il solvente per valutare la linea di base senza campione.
- Eseguire analisi di controllo "senza iniezione" (rimuovere la siringa dall'iniettore e avviare un'analisi) per valutare la linea di base senza solvente.
- Verificare la contaminazione (vedere [Contaminazione o carryover](#)).
- Considerare l'effetto dello spessore della pellicola della colonna sullo spurgo. Provare a utilizzare una colonna con una pellicola più sottile.
- Controllare la presenza di perdite sul raccordo della colonna (vedere [Verifica dell'eventuale presenza di perdite](#)).
- Preparare e utilizzare un profilo di compensazione della colonna.

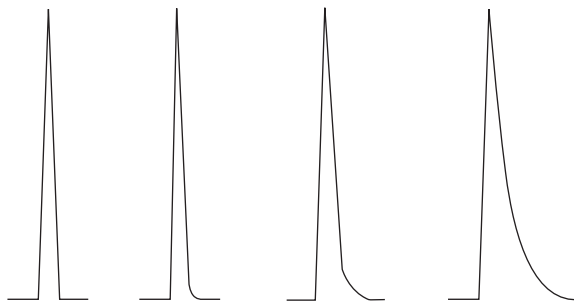
Risoluzione di picco insufficiente

- Impostare il flusso della colonna sulla velocità lineare ottimale.
- Installare e utilizzare parti di consumo disattivate nell'iniettore (ad esempio, un liner).
- Eseguire la manutenzione della colonna: [Lasciar degassare](#) i contaminanti, [rimuovere](#) la lunghezza contaminata della colonna vicino all'iniettore e [capovolgere e degassare](#) la colonna in base alle necessità.
- Verificare l'[installazione](#) della colonna su entrambe le estremità.
- Selezionare una colonna con una risoluzione superiore.

Picchi anomali

La figura che segue mostra un esempio di picchi anomali. Durante la risoluzione dei problemi relativi ai picchi anomali, considerare:

- Quali picchi sono anomali?
- I picchi anomali sono composti attivi, tutti i composti oppure vi sono andamenti (come eluenti precoci o tardivi)?



- Verificare se nella colonna è presente una contaminazione importante.
 - Se si utilizza una colonna capillare, [rimuovere](#) 1/2 - 1 metro dalla parte anteriore della colonna.
 - Per le fasi di legame e con reticolazione, sciacquare la colonna con solvente.
 - Verificare la contaminazione dell'iniettore. Le anomalie di picchi talvolta aumentano con la ritenzione dei composti. Pulire l'iniettore e sostituire i componenti contaminati dell'iniettore ([Vedere il manuale di Manutenzione del 7820A.](#))
- Considerare la fase stazionaria della colonna (colonna attiva). Questo riguarda solo i composti attivi. Una colonna attiva di solito produce picchi anomali che aumentano con il tempo di ritenzione.
 - Sostituire la colonna.
- Verificare che la colonna sia stata tagliata e installata correttamente.
 - Eseguire un taglio netto e quadrato utilizzando uno strumento affidabile.
 - Confermare che l'installazione sia priva di perdite. Se c'è una perdita sul raccordo della colonna, si vedranno più picchi anomali per i picchi di eluizione iniziali ([vedere "Verifica dell'eventuale presenza di perdite"](#)).

- Considerare il tipo di adattatore, liner e tenuta dell'iniettore utilizzati. È possibile che uno sia contaminato o attivo.
 - Utilizzare un nuovo liner disattivato. Questo riguarda solo i composti attivi.
 - Pulire o sostituire la tenuta dell'iniettore.
- Verificare se negli adattatori (se installati) e nel liner vi sono particelle solide. Se sono visibili particelle solide, pulire o sostituire.
- Per un'iniezione capillare splitless, considerare la compatibilità tra solvente e colonna.
 - Utilizzare un solvente diverso. Ciò risulta utile nei casi in cui non vi sono più picchi anomali per i picchi di eluizione iniziali o per quelli più vicini al fronte del solvente.
 - Utilizzare una colonna capillare da 3 a 5 metri.
- Verificare che la tecnica di iniezione sia adeguata. Questo fattore è di solito legato a una depressione irregolare dello stantuffo o alla presenza di campione nell'ago della siringa.
- Verificare la temperatura dell'iniettore.
 - Se la temperatura è troppo alta, i picchi anomali sono generalmente peggiori per gli eluenti precoci. Ridurre la temperatura dell'iniettore di 50 °C.
 - Se la temperatura è troppo bassa, i picchi anomali di solito aumentano con la ritenzione. Aumentare la temperatura dell'iniettore di 50 °C.
- Controllare la presenza di un volume morto nel sistema. Controllare la corretta [installazione](#) della colonna su entrambe le estremità.
 - Se i picchi anomali diminuiscono con il tempo di ritenzione, ridurre il volume morto nelle connessioni della linea di trasferimento, le unioni di silice fusa eccetera.
 - Una colonna installata troppo in alto in un rivelatore o in un iniettore può creare aree di volume morto.
- Ispezionare le linee di trasferimento per individuare punti freddi. I punti freddi causano picchi anomali che di solito aumentano con il tempo di ritenzione.

Picchi anomali dell’NPD

Per l’NPD, procedere come segue:

- Assicurarsi di utilizzare l’elemento attivo corretto per il campione che si sta analizzando. Se si sta analizzando fosforo, installare un elemento attivo nero. Gli elementi attivi bianchi possono causare picchi anomali quando si analizza il fosforo.
- Verificare che sia installato l’ugello corretto. Utilizzare un ugello esteso.
- Sostituire gli isolanti in ceramica.

Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente

Se vi sono problemi con il punto di ebollizione di picco o la discriminazione del peso molecolare (discriminazione iniettore), procedere come indicato di seguito.

- Verificare se l'iniettore è contaminato. Se necessario, pulire e sostituire il liner. Sostituire tutti gli elementi di consumo dell'iniettore. Consultare il [manuale di Manutenzione](#).
- Verificare la temperatura dell'iniettore.
- Eseguire le analisi standard a fronte di un metodo noto per determinare le prestazioni attese.

Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di split senza rivelatore

- Verificare il tipo di liner. Utilizzare un liner ottimizzato per analisi split, contenente lana di vetro o altro rivestimento dell'area di superficie per permettere la vaporizzazione completa del campione.
- Aumentare la temperatura dell'iniettore e verificare che la coppa di isolamento sia installata e contenga l'isolamento.
- Verificare la colonna tagliata e l'installazione nell'iniettore. Vedere l'argomento relativo all'iniettore [SS](#).

Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di splitless con qualsiasi rivelatore

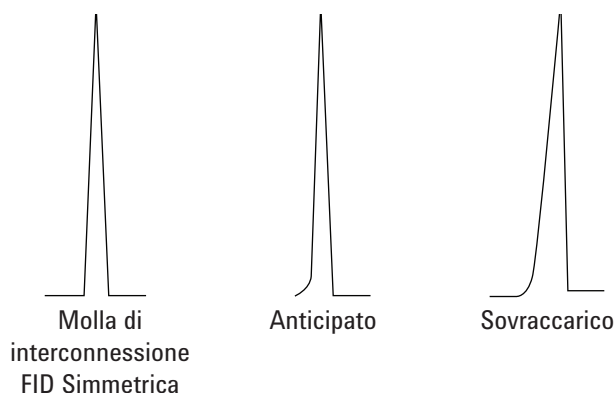
- Verificare se l'iniettore presenta perdite (vedere "[Verifica dell'eventuale presenza di perdite](#)").
- Verificare il tipo di liner. Utilizzare un liner ottimizzato per l'analisi splitless (disattivato, volume di grandi dimensioni).
- Verificare che la temperatura iniziale del forno sia inferiore al punto di ebollizione del solvente.
- Verificare la colonna tagliata e l'installazione nell'iniettore. Vedere l'argomento relativo all'iniettore [SS](#).
- Verificare che il volume di vapore del solvente non superi la capacità del liner.
- Controllare il corretto ritardo dello spurgo. (Volume liner / flusso colonna)

Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti

- Ridurre la temperatura dell'iniettore.
- Controllare se è presente aria o acqua nel gas di trasporto, verificare la purezza del gas e la funzionalità dei sifoni.
- Verificare che il liner sia appropriato per il campione analizzato.
- Eseguire [manutenzione](#) completa dell'iniettore: Sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Installare un liner disattivato (se è in uso il liner).
- Controllare la presenza di perdite sul setto, sul liner o sui raccordi della colonna (vedere [“Verifica dell'eventuale presenza di perdite”](#)).
- Installare un liner di connessione diretta Agilent.
- Utilizzare un metodo di pressione a impulsi per un trasferimento di campione più rapido alla colonna.
- Degassare l'iniettore. Vedere di seguito:
 - [Degassare i contaminanti dall'iniettore split/splitless](#)
 - [Degassare i contaminanti dall'iniettore per impaccate](#)
 - [Degassare i contaminanti dall'iniettore per colonne impaccate](#)
- Pulire l'iniettore. Vedere di seguito:
 - [Pulire l'iniettore split/splitless](#)
 - [Pulire l'iniettore per impaccate](#)
 - [Pulire l'iniettore per colonne impaccate](#)
 - [Pulizia dell'iniettore on-column a freddo](#)

Anticipo dei picchi

La figura seguente mostra esempi di tre tipi di picchi: simmetrico, anticipato e sovraccarico.



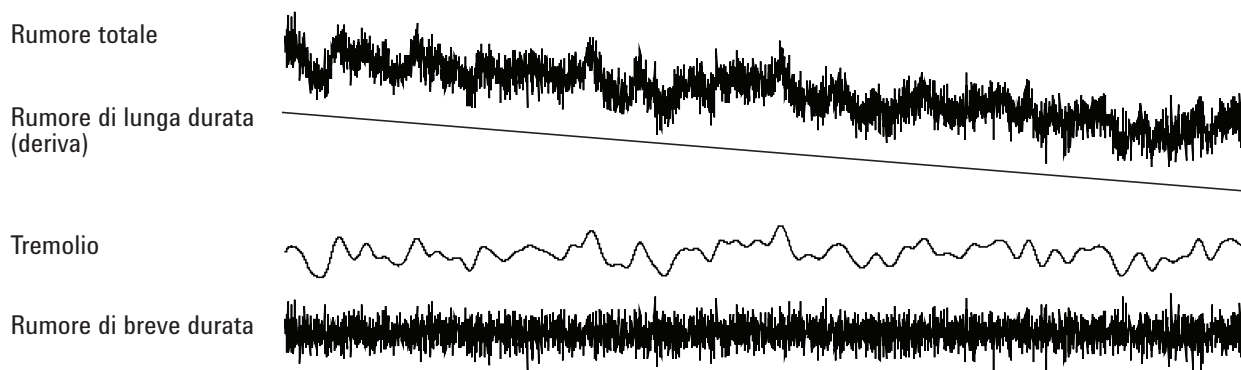
Se si verificano l'anticipo o il sovraccarico, provare quanto segue:

- Verificare che il volume di iniezione sia adeguato. Il sovraccarico della colonna è la causa più comune dell'anticipo dei picchi.
 - Diminuire il volume di iniezione, diluire il campione e/o aumentare il rapporto di splittaggio.
 - Modificare il tipo di colonna o lo spessore della pellicola.
- Accertarsi che la colonna sia correttamente **installata**. In caso contrario, reinstallare la colonna nell'iniettore.
- Verificare che sia in uso la tecnica di iniezione appropriata. Questo fattore è di solito legato a una depressione irregolare dello stantuffo o alla presenza di campione nell'ago della siringa.
- Se si utilizza l'iniezione splitless capillare, considerare la solubilità del composto nel solvente di iniezione.
 - Sostituire il solvente.
 - Utilizzare una colonna capillare.
- Verificare la purezza del solvente campione. Per i solventi con notevoli differenze di polarità o punti di ebollizione, un solvente campione miscelato può causare l'anticipo dei picchi. Sostituire il solvente campione.

Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base

Il rumore deve essere misurato in condizioni di funzionamento “normali”, con una colonna connessa e il gas di trasporto attivo. Il rumore elettrometro o la deriva (fiamma spenta) nell'elettrometro FID, per esempio, non fornirà un'indicazione precisa sulle prestazioni ottenibili dal rivelatore nella pratica, perché le principali sorgenti di rumore non sono incluse in questa misurazione. Il rumore tipicamente ha una componente ad alta frequenza (di origine elettronica) e componenti a bassa frequenza che vengono definiti tremolio e deriva.

Il tremolio ha una direzione casuale ma una frequenza inferiore al rumore elettronico di breve durata. Il rumore di lunga durata (deriva) è una variazione monotona del segnale su un periodo lungo rispetto al tremolio e al rumore elettronico (vedere oltre). Termini come “breve” e “lungo” sono relativi all'ampiezza dei picchi cromatografici. In generale, si deve misurare il rumore in un periodo di tempo che è circa 10 volte la larghezza del picco a mezza altezza (o 10 volte il rapporto area/altezza di un picco gaussiano). Tempi di misurazione più lunghi possono comportare una sovrastima del rumore; tempi più brevi possono causare una sottostima.



Linea di base rumorosa

Una linea di base rumorosa o un'emissione del rivelatore alta può indicare perdite, contaminazione o problemi elettrici. Un po' di rumore è inevitabile con qualsiasi rivelatore, benché le attenuazioni alte possano mascherarlo. Dato che limita la sensibilità utile del rivelatore, il rumore dovrebbe essere ridotto al minimo.

- Per tutti i rivelatori, controllare la presenza di perdite sui raccordi delle colonne (vedere [“Verifica dell’eventuale presenza di perdite”](#)).
- Per il FID, vedere [Isolamento della causa del rumore del FID](#).
- Per il TCD, verificare la raccolta di dati a ≤ 5 Hz.

Se il rumore appare all'improvviso su un linea di base precedentemente pulita, comportarsi come segue:

- Considerare le variazioni apportate di recente al sistema.
- Degassare l'iniettore. Vedere di seguito:
 - [Degassare i contaminanti dall'iniettore split/splitless](#)
 - [Degassare i contaminanti dall'iniettore per impaccate](#)
 - [Degassare i contaminanti dall'iniettore per colonne impaccate](#)

Il degassamento è in grado di ridurre lo spurgo del setto e altri contaminanti. Nuovi setti possono contribuire al rumore dello spurgo di materiale a basso peso molecolare. Se il rumore diminuisce al diminuire della temperatura dell'iniettore, questa è una causa probabile. Utilizzare solo setti di alta qualità e conservarli al riparo da possibili contaminazioni.

- Verificare [purezza](#) dei gas di trasporto e del rivelatore. Se un serbatoio è stato sostituito di recente e quello vecchio è ancora disponibile e contiene ancora del gas, provare a utilizzare il serbatoio vecchio per vedere se il rumore diminuisce.

Se il nuovo gas è talmente contaminato da saturare i sifoni, la sostituzione del serbatoio vecchio può consentire un lieve miglioramento fino alla sostituzione o rigenerazione dei sifoni. Questo problema si verifica più spesso con il gas di trasporto azoto. Rivolgersi a un fornitore di gas affidabile.

- Per il TCD, verificare la presenza di fluttuazioni della pressione dell'aria ambiente sul GC. Le correnti d'aria provenienti da un ventilatore da un condizionatore che soffiano sul GC possono interferire con il gas in uscita dal rivelatore. Questa è causa possibile, anche se non molto probabile, di rumore, in quanto i rivelatori sono ben protetti. È possibile localizzare il problema spegnendo la sorgente della corrente d'aria o schermando l'uscita del rivelatore. Installare il limitatore dell'uscita TCD (G1532-60070).
- Eventuali connessioni allentate sul rivelatore o sul relativo percorso segnale causano rumore.

- Verificare il corretto rimontaggio dopo l'ultimo intervento di manutenzione.
- Verificare se il rivelatore presenta contaminazione.

Se il rumore aumenta gradualmente fino a un livello inaccettabile, verificare le seguenti cause possibili:

- Degassare il rilevatore (FID, TCD, μ ECD).
- Verificare se il rivelatore presenta contaminazione. Sostituire i componenti secondo necessità
- Verificare se la colonna e l'iniettore presentano contaminazione.
- Verificare se l'ugello del FID o dell'NPD presenta contaminazione.
 - Verifica di un ugello ostruito del FID
 - Sostituire l'ugello di un FID
 - Verifica di un ugello ostruito del NPD
 - Manutenzione del collettore, degli isolatori di ceramica e dell'ugello del rivelatore NPD
- Verificare che il tubo fotomoltiplicatore (PMT) dell'FPD sia correttamente installato. In caso contrario, la luce fuoriesce e in un'ultima analisi ne deriva rumore.

I FID sono soggetti al graduale accumulo di depositi nel rivelatore. In casi estremi si verificano picchi uniti a un aumento del livello di rumore.

Possono formarsi depositi di carbonio (neri) da solventi che bruciano in modo non ottimale (soprattutto materiali clorurati e aromatici). Evitare, se possibile, tali solventi. Se è necessario utilizzarli, prepararsi a pulire regolarmente il rivelatore.

Quando lo spurgo di una colonna di silicone viene bruciato nella fiamma, si forma biossido di silicio (bianco). Per ridurre al minimo questo problema, utilizzare carichi bassi nella colonna, selezionare fasi con limiti di temperatura elevati, condizionare le colonne accuratamente prima dell'uso ed eseguire l'analisi utilizzando la temperatura del forno più bassa possibile.

Per rimuovere entrambi i tipi di deposito, smontare il rivelatore e strofinare con uno spazzolino. Un solvente (di quasi ogni tipo) aiuta a lavare via le particelle.

Altri fattori che possono contribuire al rumore:

- Colonna installata troppo in alto nel rivelatore.
- La temperatura del forno supera le temperature massime consigliate per la colonna.

Tremolio e deriva della linea di base

Possono verificarsi tremolio o deriva della linea di base quando viene modificata l'impostazione relativa al flusso o alla temperatura. Se il sistema non è stato stabilizzato alle nuove condizioni prima di avviare l'analisi, bisogna aspettarsi alcune alterazioni della linea di base. I casi che seguono presuppongono che sia trascorso un tempo di stabilizzazione sufficiente dall'ultima modifica delle condizioni di funzionamento.

Se si sperimenta tremolio della linea di base, verificare la presenza di perdite, soprattutto in corrispondenza del setto e sulla colonna (vedere [“Verifica dell'eventuale presenza di perdite”](#)). Se la perdita è situata nel lato rivelatore della colonna, i tempi di ritenzione sono stabili da una serie all'altra, ma la sensibilità risulta ridotta. Se è all'estremità dell'iniettore, viene ridotta la sensibilità e tempi di ritenzione risultano aumentati.

Valutare inoltre se il programma di temperatura del forno è sufficiente.

La deriva della linea di base viene riscontrata soprattutto durante la programmazione della temperatura. Per correggere la deriva della linea di base, procedere come indicato di seguito.

- Verificare che venga utilizzata la compensazione della colonna e che il profilo sia aggiornato (per compensare gli spurghi).
- Verificare che la colonna sia condizionata.
- Verificare lo spurgo della colonna alla temperatura di funzionamento.
- Verificare la modalità del segnale assegnata alla colonna nel sistema dati.
- Controllare il profilo di compensazione della colonna. Potrebbe essere insufficiente (deriva verso l'alto) o eccessivo (deriva verso il basso).

Questa causa di deriva può essere attenuata mediante un condizionamento completo della colonna. Il funzionamento a temperature inferiori riduce la deriva ma aumenta i tempi di analisi. È inoltre possibile utilizzare una colonna equivalente dal punto di vista cromatografico con un limite di temperatura superiore.

Picchi della linea di base

Esistono due tipi di picchi sull'emissione della linea di base: ciclici e casuali. I picchi non saranno normalmente visibili sul display, ma solo su un plottaggio o traccia online.

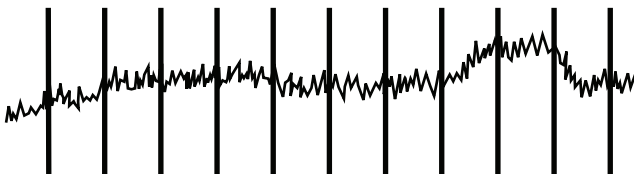


Figura 1 Picchi ciclici

I picchi ciclici possono essere causati da:

- Un motore elettrico
- Realizzazione del sistema di riscaldamento/raffreddamento
- Altre interferenze elettroniche nel laboratorio

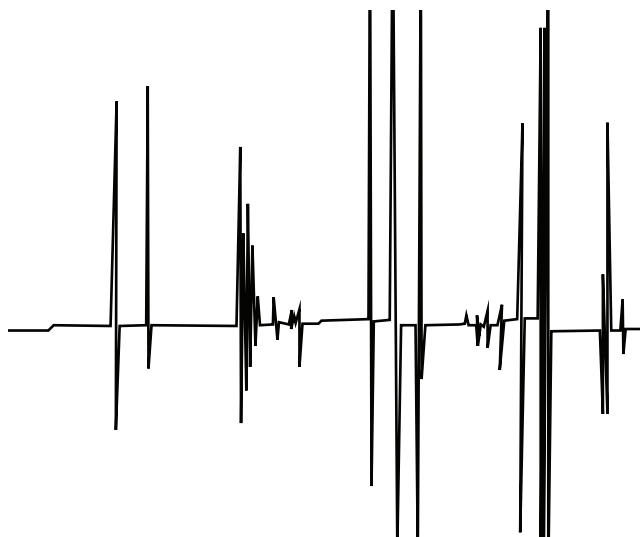


Figura 2 Picchi casuali

I picchi sono disturbi isolati della linea di base, che in genere si manifestano come movimenti verso l'alto improvvisi (e importanti). Se sono accompagnati da rumore, risolvere prima il problema del rumore dato che è possibile che in questo modo scompaiano anche i picchi.

- Verificare se il rivelatore è contaminato. In un FID estremamente sporco, le particelle di biossido di carbonio o di silicio possono staccarsi e cadere nella zona di rilevamento.

- Per una colonna impaccata, verificare che l'uscita della colonna impaccata sia correttamente sigillata con lana di vetro. Questo farà sì che le particelle di impacchettamento vengano soffiate nel rivelatore. Questa situazione può verificarsi in caso di tampone di lana di vetro difettoso o mancante all'uscita di una colonna impaccata. Questo può accadere con qualsiasi rivelatore, ma il rivelatore a fiamma è particolarmente suscettibile a causa del diametro ridotto del foro dell'ugello.
- Verificare l'installazione della colonna impaccata. Il fondo dell'ugello o l'estremità di un tubo di trasferimento si estende fino all'interno dell'estremità della colonna. Se essi toccano un tampone in lana di vetro, si producono dei picchi.
- Verificare che sia presente l'ugello corretto. Vedere di seguito:

Rumore e sensibilità del micro-rivelatore a cattura di elettroni (μ ECD)

ATTENZIONE

Le procedure di smontaggio e di pulizia del rivelatore diverse da quelle termiche devono essere eseguite unicamente da personale specializzato e autorizzato a manipolare materiali radioattivi. Durante le altre procedure possono essere eliminati residui di ^{63}Ni radioattivo, con una possibile esposizione nociva alle radiazioni.

AVVERTENZA

Per evitare una possibile contaminazione pericolosa dell'area mediante materiale radioattivo, lo sfiato di scarico del rivelatore deve essere sempre collegato a una cappa aspirante oppure munito di altra ventilazione, in conformità con le normative locali.

I problemi di prestazioni associati all'ECD includono (ma non sono limitati a): perdita di sensibilità (reale o percepita), fondo segnale alto, rumore nella linea di base e picchi o gobbe cromatografici che non sono caratteristici dei campioni iniettati.

Se i problemi non sono accompagnati da un aumento del segnale di uscita, come letto dalla tastiera anteriore del GC, si deve supporre il funzionamento non ottimale del rivelatore solo dopo un controllo delle altre parti del sistema cromatografico.

Prima di iniziare la risoluzione dei problemi approfondita, esaminare la natura del problema:

- 1 Se sono state apportate modifiche recenti al sistema, ad esempio la modifica dei gas di trasporto o del rivelatore, l'effettuazione di operazioni di manutenzione dell'iniettore della colonna, o il cambio della colonna, valutare la possibilità che siano state introdotte contaminazioni o perdite.
- 2 Se il problema è stato cronico ed è ora acuto a tal punto da interferire con l'analisi, si deve supporre la contaminazione, il degrado della colonna, o in ultima analisi una cellula ECD difettosa.

Vedere anche:

[“Valutazione del segnale del display”](#)

[“Sensibilità”](#)

Valutazione del segnale del display

La prima considerazione è il valore del segnale quando il GC è in stato di riposo. Il livello di segnale “idle” è in funzione del tipo e della qualità dei gas di trasporto e rivelatore, nonché dei flussi e dell'applicazione. Può variare in base alle diverse situazioni, ma come regola generale si applicano i seguenti valori (Tabella 3). Figura 3 mostra le normali fasi del ciclo vitale μ ECD.

Tabella 3 Valutazione del segnale μ ECD

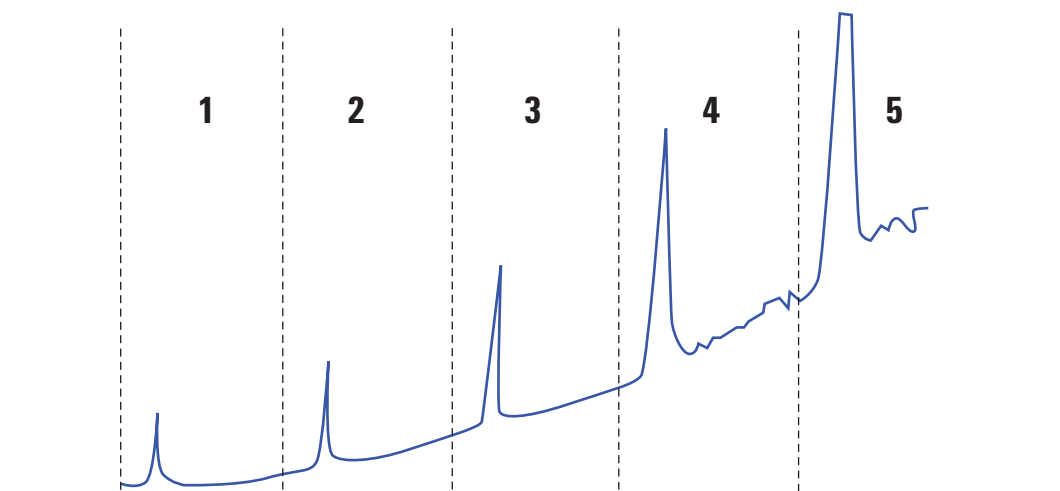
Segnale ECD	Commenti
<200	μ ECD “in ordine”.
da 200 a 400	Leggermente elevato, non costituisce un problema in questa fase. Segnale ancora nell'intervallo “valido”.
da 400 a 1000	Il sistema presenta segni di contaminazione da gas, colonna o campioni. Se il segnale aumenta in risposta ad un aumento della temperatura del forno, si deve supporre un'anomalia nella colonna.
da 1000 a 2000	Supporre una contaminazione più grave; seguire le linee guida per la risoluzione dei problemi.
>2000	Se le procedure riportate di seguito non funzionano, supporre il malfunzionamento della cella μ ECD.

NOTA

Possono essere necessarie 24 ore per la stabilizzazione completa della linea di base μ ECD, soprattutto se si inizia con un sistema a freddo e si desidera assicurare il funzionamento ad alta sensibilità. Per i risultati più precisi, azionare il rivelatore in condizioni operative normali il più a lungo possibile (almeno 2 ore e fino a 24 ore) prima di eseguire il test di frequenza.

Se si prevede di eseguire l'iniezione in un iniettore non utilizzato, è necessario utilizzare setti a basso spurgo. Prima dell'uso in un iniettore, accertarsi di condizionare i nuovi setti per diverse ore con un flusso di trasporto compreso tra 1 e 5 ml/min.

Fasi del ciclo di vita tipico dell'ECD:



Fase 1: Nuova cellula

Sfondo = 100 Hz. La cellula è conforme allo standard segnale-rumore (S/N) di Agilent.

Fase 2: 6 mesi - 1 anno

Sfondo = 180 Hz. Maggiore risposta.

Fase 3: 1-2 anni

Sfondo = 350 Hz. Maggiore risposta, rumore in aumento, S/N basso.

Fase 4: 2-4 anni

Sfondo > 500 Hz. Linea di base rumorosa, picchi negativi. È richiesta la pulitura termica.

Fase 5: 4-10 anni

Sfondo > 1000 Hz. Risposta elevatissima. Molto rumoroso, cellula contaminata. Richiede la sostituzione della cellula.

Figura 3 Ciclo di vita tipico dell'ECD

Sensibilità

Se l'ECD è nell'intervallo di segnale "valido" e il problema è dato dalla sensibilità, è probabile che i problemi risiedano nell'iniettore o nella colonna. Considerare quanto segue:

- 1 Se si utilizza un iniettore con modalità split e splitless, verificare che la modalità non sia cambiata e che la valvola split sia in funzione. A tale scopo è possibile verificare che vi sia un cambiamento corrispondente nella risposta eseguendo un'iniezione split e poi splitless, lasciando tutti gli altri parametri di metodo invariati. Se si utilizza la modalità split, verificare il flusso di splittaggio utilizzando un flussometro.
- 2 Verificare tutte le portate. Vedere ["Misurazione dei flussi di FID, TCD, \$\mu\$ ECD e FPD"](#).

- 3 Verificare che sia stata eseguita la manutenzione completa dell'iniettore. Ciò include il taglio e la reinstallazione della colonna.
- 4 Accertarsi che il dispositivo di iniezione funzioni correttamente. Se il metodo utilizza una valvola di campionamento, effettuare un'iniezione diretta mediante siringa di concentrazione simile a quella introdotta dalla valvola. Escludere un problema relativo alla valvola.
- 5 Ispezionare il liner di miscelazione nell'adattatore del gas di makeup. Un piccolo pezzo di grafite o la contaminazione del campione riduce la sensibilità. vedere [Sostituzione del liner di miscelazione con rientranza in silice fusa dell'μECD e installazione dell'adattatore del gas di makeup](#).

Contaminazione (linea di base alta)

Se l'ECD ha una linea di base superiore a quella prevista per la sua età, verificare quanto segue:

- Escludere tutte le altre possibili cause. Vedere [“Sensibilità”](#) sopra. Verificare inoltre le alimentazioni del gas di trasporto e del rivelatore, i sifoni del gas di erogazione e la colonna.
- Ispezionare il liner di miscelazione nell'adattatore del gas di makeup. Un piccolo pezzo di grafite potrebbe contaminare i risultati. vedere [Sostituzione del liner di miscelazione con rientranza in silice fusa dell'μECD e installazione dell'adattatore del gas di makeup](#).
- Se la linea di base del rivelatore è > 500 Hz, indipendentemente dall'età del rivelatore, eseguire il [degassamento](#) del rivelatore. Farlo funzionare per 1-2 giorni.

Area di picco o altezza ridotta (bassa sensibilità)

- Se si utilizza un iniettore in modalità split, verificare il rapporto di splittaggio.
- Verificare la presenza di fuoriuscite. (vedere [“Verifica dell’eventuale presenza di perdite”](#)). Per risolvere i problemi legati a piccole perdite in un iniettore split/splitless, vedere [Verifica dell’eventuale presenza di perdite nell’iniettore split/splitless](#).
- Verificare se l’iniettore è contaminato. (vedere [“Contaminazione o carryover”](#)).
- Verificare ogni colonna e verificare che sia stata tagliata e installata correttamente a ogni estremità.
- Verificare che la colonna sia del tipo corretto.
- Eseguire la manutenzione della colonna: [Lasciar degassare](#) i contaminanti, [rimuovere](#) la lunghezza contaminata della colonna vicino all’iniettore e [capovolgere e degassare](#) la colonna in base alle necessità.
- Verificare che il tipo di liner sia appropriato per il campione.
- Verificare che le impostazioni del flusso del rivelatore siano corrette.

Misurare i flussi effettivi del rivelatore Se un flusso effettivo non corrisponde alla visualizzazione del GC, controllare la contaminazione e le strozzature, ad esempio un ugello ostruito. Vedere di seguito:

- [Misurazione del flusso di un rivelatore](#)
- [Verifica di un ugello ostruito del FID](#)
- [Verifica di un ugello ostruito del NPD](#)
- Verificare la [purezza](#) del gas erogato.
- Verificare tutti gli indicatori e le date dei sifoni.
- Verificare che i parametri del metodo siano corretti.
- Alcuni campioni cambiano con il calore o con la luce ultravioletta. Controllare la stabilità del campione.
- Controllare le dimensioni della siringa configurata. Alcune siringhe hanno una capacità dimezzata. Se il volume massimo della siringa è indicato a metà altezza del cilindro e non in cima al cilindro, inserire **due volte** il volume indicato durante la configurazione delle dimensioni della siringa.

- Se il calo nell'area o nell'altezza di picco è stato graduale con l'aumento della linea di base e non improvviso, controllare se la presenza di contaminazione nel rivelatore. Degassare il rivelatore (FID, TCD, μ ECD).

Se si utilizza un FID:

- Verificare che sia installato l'ugello corretto.
- Controllare che l'ugello non sia sporco.
- Verificare l'eventuale contaminazione delle parti del rivelatore.
 - [Eseguire operazioni di manutenzione sul gruppo del collettore FID](#)
 - [Verifica di un ugello ostruito del FID](#)

Se si utilizza un μ ECD:

- Sostituire il liner di miscelazione con rientranza in silice fusa.
- Sostituire e reinstallare la colonna.

Se si utilizza un NPD:

- Verificare se il rivelatore è contaminato.
- Sostituire gli isolanti in ceramica.
- Sostituire l'elemento attivo.

Se si utilizza un FPD:

- Verificare la corretta [installazione della colonna](#).
- Verificare che il filtro corretto sia installato e pulito.
- Verificare le portate.
- Verificare il tipo di gas di makeup.

Risoluzione della bassa sensibilità con un FID

Nell'uso normale, il FID può sviluppare depositi sul collettore, sugli isolatori, sull'ugello ecc. Per ridurre l'accumulo di contaminazione, Agilent consiglia di utilizzare il rivelatore a temperature di 300 °C o superiori. Tuttavia, anche nell'uso normale si formano depositi nell'ugello (di solito silice bianca da spurgo della colonna o fuliggine nera carboniosa). Questi depositi riducono la sensibilità e causano rumore e picchi cromatografici. Gli ugelli richiedono la pulizia o la sostituzione periodica. La seguente procedura permette di verificare le cause di bassa sensibilità in base alla frequenza di occorrenza.

Per la perdita di sensibilità associata al rumore, al tremolio o alla deriva, vedere anche [“Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base”](#).

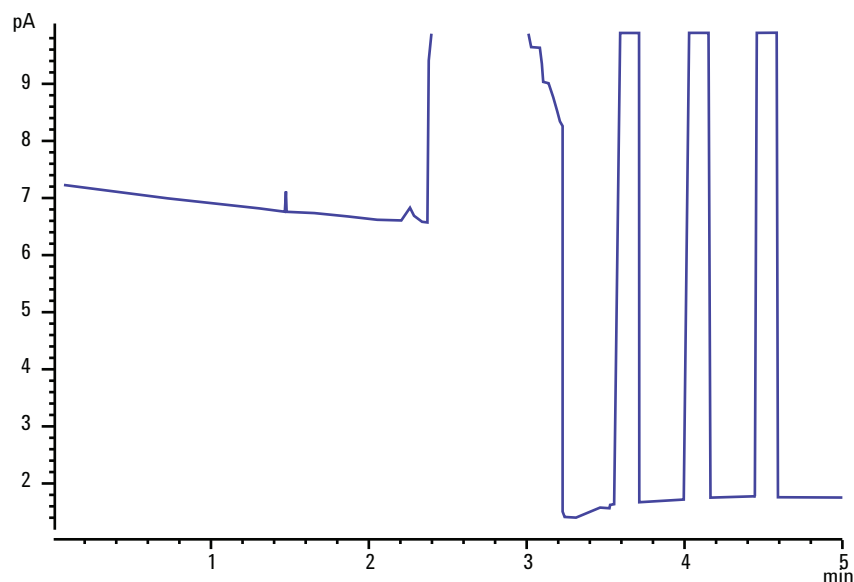
- 1 Verificare le impostazioni del flusso del rivelatore. Vedere [Condizioni di avvio consigliate per nuovi metodi FID](#).

La regola generale prevede un rapporto di flusso 1:1 tra idrogeno e (colonna + gas di makeup).

- 2 Misurare le portate effettive del rivelatore. Vedere [“Misurazione del flusso di un rivelatore”](#). Se i flussi effettivi di idrogeno, di makeup e della colonna capillare sono inferiori ai valori indicati, l’ugello si sta ostruendo. Vedere [“Verifica di un ugello ostruito del FID”](#).
- 3 Controllare che la colonna sia installata correttamente. Reinstallarla. Vedere [Installazione di una colonna capillare nel FID](#). Assicurarsi che la colonna sia installata completamente percorso fino alla punta e ritratta di 1-2 mm (id colonna > 100 micron).
- 4 Controllare i parametri dell’iniettore che regolano lo sfiato, ad esempio il rapporto di splittaggio e il tempo di ritardo dello spurgo splitless. Accertarsi il campione non venga sfiato accidentalmente.
- 5 Eseguire la manutenzione dell’iniettore (sostituire tutte le parti soggette a usura) e di eseguire il test di pressione dell’iniettore al termine. vedere il [manuale di manutenzione](#) e [“Verifica dell’eventuale presenza di perdite”](#).
- 6 Eseguire la manutenzione completa del FID. Smontare il FID e pulire o sostituire tutte le parti. Fare riferimento a quanto segue:
 - [Eseguire operazioni di manutenzione sul gruppo del collettore FID](#)

La fiamma del FID si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla

Quello che segue è un esempio di cromatogramma che mostra lo spegnimento della fiamma dovuto a un forte picco di solvente.



Dopo lo spegnimento della fiamma, il GC tenta di riaccendere la fiamma tre volte. La GC tenta di riaccendersi quando l'emissione del rivelatore scende sotto il punto impostato **Lit offset**, indipendentemente dallo spegnimento della fiamma. (In un sistema molto pulito, l'emissione di riferimento può essere inferiore a 2 pA.)

Se la fiamma del FID si spegne durante un'analisi, procedere come segue:

- Verificare se la fiamma sia stata estinta da un picco di solvente o da acqua.
- Verificare che l'ugello non sia ostruito.
- Verificare che le impostazioni del flusso di gas siano corrette. Verificare che **Lit offset** sia impostato in modo adeguato.

Se la fiamma del FID tenta di riaccendersi ma è già accesa, procedere come segue:

- Verificare che l'impostazione **Lit offset** del FID sia corretta per l'analisi (tipicamente < 2,0 pA).
- Verificare se la fiamma è stata estinta da un picco aromatico o da acqua.

- Verificare se l'ugello è parzialmente ostruito. Misurare i flussi effettivi di idrogeno, aria e di makeup sul rivelatore (vedere [“Misurazione del flusso di un rivelatore”](#)).
- Controllare la presenza di perdite sul raccordo della colonna del rivelatore. (vedere [“Verifica dell'eventuale presenza di perdite”](#)).

Emissione di riferimento del FID superiore a 20 pA

- Verificare la purezza dell'erogazione di gas al trasportatore e al rivelatore.
- Verificare se la colonna presenta spurghi. Abbassare la temperatura del forno fino a temperatura ambiente. Se l'emissione del rivelatore cala in modo significativo, supporre una colonna contaminata o in fasi di spurgo o gas di trasporto contaminato. Confermare lo spurgo della colonna disattivando il flusso della colonna (con forno freddo) e controllando l'emissione del rivelatore.
- Verificare gli indicatori/le date della trappola di erogazione del gas e assicurarsi che i sifoni non siano esauriti.
- Verificare che il rivelatore sia stato riassemblato correttamente dopo l'ultimo intervento di manutenzione.
- Verificare se il rivelatore presenta contaminazione.
[Degassare il rivelatore.](#)
- Controllare che la corrente di dispersione del FID sia < 2,0 pA. (vedere "[Misurazione della corrente di dispersione del FID](#)").

Emissione di riferimento del FID al massimo (~8 milioni)

Se l'emissione FID sembra essere bloccata su un valore molto alto (fino a 8 milioni di impulsi), verificare la presenza di un cortocircuito nel collettore.

- 1** Verificare se la molla di interconnessione è piegata.
[Rimuovere](#) il gruppo del collettore e controllare visivamente la molla.
- 2** [Smontare](#) il gruppo collettore e controllare visivamente la formazione di ruggine su tutte le parti. Sostituire i componenti secondo necessità. Per evitare questo problema, utilizzare il rivelatore a >300 °C.
- 3** Verificare la presenza di carbonizzazione nel rivelatore dovuta a iniezione o a solventi aromatici o clorati. Per evitare questo problema, utilizzare il rivelatore a >300 °C.
[Riassemblare](#) e installare il collettore e azionare il rivelatore utilizzando flussi d'aria e idrogeno più elevati (l'aria deve essere impostata su 450 ml/min, l'idrogeno su 35 ml/min).

La fiamma dell'FPD si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla

Se la fiamma dell'FPD si spegne durante un'analisi, procedere come segue:

- Verificare se il sistema GC presenta perdite, soprattutto sul raccordo della colonna del rivelatore (vedere [“Verifica dell'eventuale presenza di perdite”](#)).
- FPD: verificare che la temperatura del rivelatore sia impostata su ≥ 200 °C.
- Assicurarsi che la condensa nel tubo di scarico non refluisca nel rivelatore. Il tubo di scarico flessibile in plastica deve andare dal rivelatore a un contenitore, senza insellamenti, in modo da scaricare correttamente la condensa d'acqua. Tenere l'estremità del tubo aperta fuori dall'acqua nel contenitore.

Se la fiamma del FPD si spegne e quindi si riaccende, procedere come segue:

- Verificare che l'impostazione **Lit offset** sia inferiore alla normale linea di base.
- Verificare la presenza di fuoriuscite. (vedere [“Verifica dell'eventuale presenza di perdite”](#)).
- Controllare le impostazioni del flusso, quindi misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere [“Misurazione del flusso di un rivelatore”](#)).
- Determinate condizioni ambientali, quali:
 - Forti campi elettromagnetici
 - Ampie variazioni della temperatura ambiente
 - Ampie oscillazioni della pressione atmosferica

possono causare un segnale artificialmente basso nel GC, con l'indicazione erronea dello spegnimento della fiamma. Di conseguenza viene interrotta l'esecuzione e il GC tenta di riaccendere una fiamma già accesa.

È possibile verificare che la fiamma sia accesa tenendo una superficie fredda e lucida (come uno specchio o una chiave inglese) al di sopra del tubo di uscita. La presenza di condensa sulla superficie indica che la fiamma è accesa.

Reimpostare il valore di **Lit offset** su 2,0.

Spegnimento/ripetibilità dell'FPD

Lo spegnimento degli idrocarburi si verifica quando un'alta concentrazione di biossido di carbonio da un picco di idrocarburi si trova nella fiamma contemporaneamente alla specie dello zolfo. Parte della luce emessa dalla specie dello zolfo viene assorbita da alcune specie di CO₂.

L'auto-spegnimento avviene a concentrazioni elevate della specie dell'eteroatomo. Qualche altra specie di stato fondamentale (inattiva) riassorbe il fotone emesso, impedendogli di raggiungere il PMT.

Per risolvere lo spegnimento degli idrocarburi:

- La colonna deve fornire una buona separazione dei composti, sia di quelli che contengono zolfo o fosforo, che di quelli che non li contengono ma che possono assorbire la luce.
- Ottimizzare la separazione cromatografica in modo tale che i picchi di idrocarburi vengano risolti da picchi di zolfo o fosforo.
 - 1** Eseguire l'analisi prima su un FID per vedere tutti i picchi (la FPD ignora gli idrocarburi).
 - 2** Eseguire l'analisi sul FPD.
 - 3** Modificare il metodo in modo che il picco di interesse sia separato dagli altri picchi.

Emissione dell'FPD troppo alta o troppo bassa

- Verificare che venga usato il filtro corretto. Non utilizzare in filtro al fosforo con flussi ottimizzati per lo zolfo o un filtro allo zolfo con flussi ottimizzati per il fosforo.
- Verificare la posizione della colonna installata nel rivelatore.
- Verificare la [purezza](#) del gas.
- Verificare che i flussi siano ottimizzati per il filtro in uso. Monitorare l'emissione dell'FPD. La tabella seguente fornisce esempi di emissione del rivelatore quando il filtro installato nel rivelatore e i flussi di gas in uso non corrispondono.

Flussi di gas ottimizzati per	Emissioni	
	Con filtro allo zolfo	Con filtro al fosforo
Zolfo	da 30 a 50	da 10 a 12 (alte)
Fosforo	da 240 a 250 (alte)	da 30 a 50

Oltre alla possibile mancata corrispondenza tra il filtro installato e un particolare insieme di flussi di gas, controllare l'emissione del segnale FPD con la fiamma accesa:

- Se l'emissione è compresa tra 0,5 e 3,0, verificare che la fiamma sia accesa.
- Se l'emissione è 0, controllare se l'elettrometro è spento o il cavo di segnale è scollegato.
- Se l'emissione è < 30, la fiamma può essere nella posizione sbagliata. Controllare i flussi del rivelatore, il flusso della colonna e la posizione della colonna. Vedere di seguito:
 - [Misurazione del flusso di una colonna](#)
 - [Misurazione del flusso di un rivelatore](#)

Aree di picco basse sull'FPD

- Controllare le impostazioni del flusso, quindi misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere [“Misurazione del flusso di un rivelatore”](#)).
- Eseguire manutenzione completa dell'iniettore: Sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Eseguire la manutenzione della colonna: [Lasciar degassare](#) i contaminanti, [rimuovere](#) la lunghezza contaminata della colonna vicino all'iniettore e [capovolgere e degassare](#) la colonna in base alle necessità.
- Accertarsi che la colonna sia correttamente installata.
- Considerare il tipo di filtro (zolfo o fosforo).
- Verificare se il sistema presenta perdite (vedere [“Verifica dell'eventuale presenza di perdite”](#)).
- Verificare che le impostazioni del metodo siano corrette.
- Verificare le portate.
- Verificare il tipo di gas di makeup.

Ampiezza del picco grande sull'FPD a mezza altezza

Se l'FPD produce picchi eccezionalmente ampi a metà dell'altezza di picco, procedere come segue:

- Verificare il volume di iniezione effettivo; se necessario ridurlo.
- Verificare che il liner non stia reagendo con il campione.

Emissione di riferimento sul FPD alta, > 20 pA

- Verificare la [purezza](#) del gas erogato.
- Verificare tutti gli indicatori e le date dei sifoni.
- Verificare se il rivelatore è contaminato.
- Verificare la presenza di perdite di luce sul tubo del fotomoltiplicatore (PMT); se necessario stringere il PMT.
- Eseguire [manutenzione](#) completa dell'iniettore: Sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Eseguire la manutenzione della colonna: [Degassare](#) i contaminanti come necessario.

Spegnimento del solvente dell'NPD

Se la linea di base non si riprende dopo un picco di solvente, provare quanto segue:

- Attivare/disattivare l'idrogeno attorno al picco di solvente.
- Utilizzare l'azoto come gas di makeup.
- Impostare il flusso della colonna totale e il gas di makeup su un valore non inferiore a 10 ml/min.
- Aumentare il flusso di aria di 10 ml/min.
- Aumentare la temperatura del rivelatore a 325 °C.

Risposta dell'NDP bassa

- Eseguire [manutenzione](#) completa dell'iniettore: Sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Eseguire la manutenzione della colonna: [Degassare](#) i contaminanti come necessario. [Verificare](#) corretta installazione della colonna.
- Una forte concentrazione di solvente ha estinto il plasma idrogeno/aria. Aumentare la tensione dell'elemento attivo. Erogare gas di makeup ad una portata di 5 ml/min.
- Verificare vi sia idrogeno proveniente dalla fornitura esterna. Verificare che il flusso e la pressione siano attivati sulla tastiera. La portata dell'idrogeno deve essere compresa tra 1,0 e 5,5 ml/min. Misurare il flusso effettivo di gas sul rivelatore (vedere "[Misurazione del flusso di un rivelatore](#)").
- Verificare se l'ugello è parzialmente ostruito. Vedere [Verifica di un ugello ostruito del FID](#).
- Se l'isolante superiore in ceramica è contaminato, si verificherà un offset elevato (da 2 a 15 pA o più) quando l'elemento attivo è spento. Ciò influisce direttamente sulla sensibilità.
- Verificare che l'elemento attivo sia attivato. Osservare attraverso il foro di sfiato sul coperchio del rivelatore se l'elemento attivo è incandescente. Se l'elemento attivo non è incandescente, controllare il segnale di fondo del rivelatore. Ridurre la tensione dell'elemento attivo a zero per stabilire un livello di riferimento, quindi cercare un aumento repentino dell'emissione con l'aumentare della tensione dell'elemento attivo, il che indica che si è verificata l'accensione. Se all'elemento attivo vengono forniti 4 V ma esso non si accende, l'elemento attivo è probabilmente bruciato. Sostituire l'elemento attivo.
- [Sostituire](#) gli isolanti/il collettore.
- Verificare la presenza di contaminazione da fase liquida (fasi polari).

Emissione di riferimento del NPD > 8 milioni

- Il collettore viene accorciato in base all'alloggiamento del rivelatore. Disassemblare il collettore e gli isolanti e reinstallarli.

Il processo di regolazione dello scarto dell'NPD non funziona correttamente

- Verificare se l'ugello è intasato (Vedere [Verifica di un ugello ostruito del NPD.](#))
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (Vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore.](#)) Se i flussi di idrogeno e makeup sono pari a zero o molto inferiori al flusso visualizzato, considerare la possibilità che l'ugello sia collegato.
- Verificare lo stato dell'elemento attivo. Se necessario, [sostituirlo.](#)
- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette Vedere [Informazioni su flussi, temperature ed elemento attivo.](#)
- Se il processo non funziona, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le portate misurate potrebbero quindi allontanarsi dalle portate reali. Controllare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema, soprattutto sul raccordo della colonna. (Vedere [Controllo di eventuali perdite.](#))
- Impostare il tempo di equilibratura su 0,0.

Selettività ridotta dell'NPD

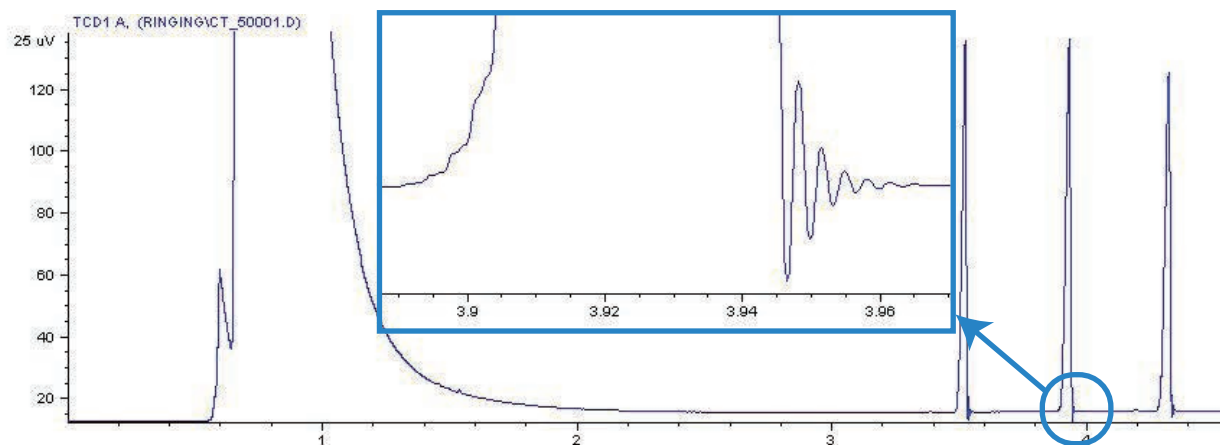
(Risposta degli idrocarburi elevata rispetto ad azoto o fosforo.)

- Verificare che il flusso di idrogeno sia corretto (< 3 ml/min).
- Ispezionare l'elemento attivo; potrebbe essere difettoso o esaurito.
- Verificare che la tensione dell'elemento attivo sia corretta.
- [Sostituire](#) il collettore e gli isolanti.

Picchi negativi osservati con il TCD

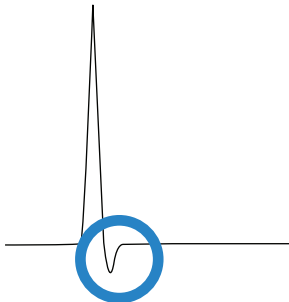
- Verificare che venga usato il tipo di gas corretto.
- Verificare se il sistema presenta perdite, soprattutto sul raccordo della colonna del rivelatore. (Vedere “[Verificare la presenza di eventuali perdite](#)”.)
- Considerare la conducibilità termica degli analiti rispetto al gas di trasporto.
- Controllare le impostazioni del flusso, quindi misurare i flussi del rivelatore effettivi. (Vedere “[Misurazione del flusso di un rivelatore](#)”.)

La linea di base del TCD ha attutito i picchi di uscita del rumore sinusoidale (linea di base che risuona)



Nel sistema dati è stata selezionata la frequenza di dati errata.
Per il TCD, la frequenza di dati dovrebbe essere ≤ 5 Hz.

I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo



- Controllare la presenza di perdite sul raccordo dell'adattatore della colonna del rivelatore. (Vedere [“Verificare la presenza di eventuali perdite”](#).)
- Aggiornare il rivelatore su un filamento passivato.



4 GC non pronto - Sintomi

- GC costantemente non pronto [84](#)
- Flusso costantemente non pronto [85](#)
- La temperatura del forno non si raffredda/si raffredda molto lentamente [86](#)
- Il forno non si riscalda [87](#)
- Temperatura costantemente non pronta [88](#)
- Impossibile impostare un flusso o una pressione [89](#)
- Un gas non raggiunge il valore di regolazione di flusso o pressione [90](#)
- Un gas supera il valore di regolazione o di regolazione di pressione o di flusso [91](#)
- La pressione o il flusso dell'iniettore sono soggetti a fluttuazioni [92](#)
- Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split [93](#)
- Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato [94](#)
- Il FID non si accende [95](#)
- L'accenditore del FID non diventa incandescente durante la sequenza di accensione [96](#)
- L'idrogeno misurato con il FID o l'NPD e il gas di makeup fluisce molto meno del valore di regolazione [97](#)
- Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona [98](#)
- L'FDP non si accende [99](#)
- Valvola non pronta [101](#)

In questa sezione sono descritti guasti e sintomi che si verificano quando il GC è acceso, ma non è in grado di effettuare l'analisi. Questa situazione è indicata da un messaggio d'avviso "Non pronto", da messaggi d'errore o da altri sintomi.



GC costantemente non pronto

Normalmente il GC è pronto quando i flussi e le temperature raggiungono il valore di regolazione. Se il GC continua a risultare non pronto dopo un periodo di tempo prolungato:

- Premere [**Status**] o un tasto del componente (ad esempio, [**Front inlet**]) per visualizzare le condizioni o i valori di regolazione non ancora pronti.
- Verificare eventuali problemi al campionatore.
- Verificare eventuali problemi al sistema dati.
- Quando si effettuano iniezioni manuali in modalità splitless o risparmio di gas, può essere necessario premere [**Prep Run**] al fine di preparare l'iniettore per l'iniezione. Ad esempio:
 - Per aprire o chiudere la valvola di spurgo dell'iniettore, prima di un'iniezione splitless
 - Per preparare un'iniezione pulsata
 - Per disattivare la modalità risparmio di gas.

Per maggiori informazioni relative a [**Prep Run**], consultare il manuale [Agilent 7820 GC Advanced User Guide](#).

Flusso costantemente non pronto

Se il flusso di gas rimane nello stato “non pronto”, verificare quanto segue:

- Controllare il flusso di gas per verificare che la pressione di erogazione sia sufficiente.
- Controllare i limitatori installati nel modulo EPC ausiliario.
- Verificare il tipo di gas configurato. Il tipo di gas configurato deve corrispondere al gas effettivamente introdotto nel GC.
- Controllare l'eventuale presenza di perdite dai tubi di erogazione del gas e dal GC (Vedere “[Verificare la presenza di eventuali perdite](#)”).)

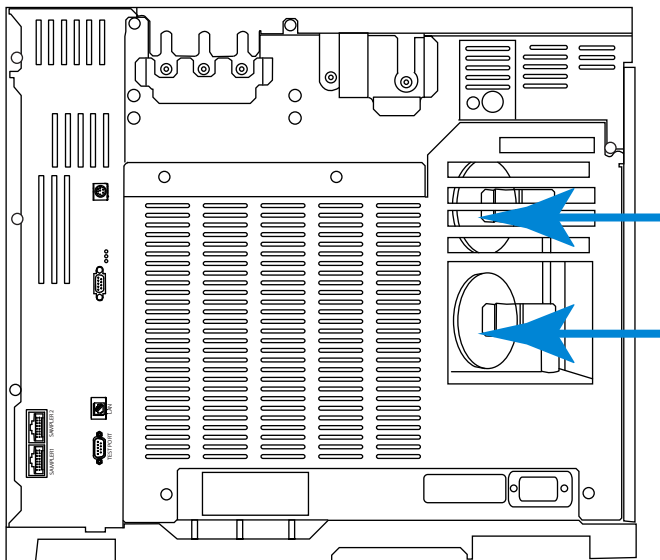
La temperatura del forno non si raffredda/si raffredda molto lentamente

Se il forno non si raffredda o si raffredda molto lentamente:

AVVERTENZA

Lo scarico sul retro del GC è molto caldo. Non avvicinare le mani e la faccia allo scarico.

- Controllare il funzionamento della valvola a flapper del forno.
 - 1 Abbassare la temperatura del forno di almeno 20 gradi.
 - 2 Verificare che i deflettori del forno sul retro del GC siano **aperti**. Verificare che la ventola sia in funzione. La figura riportata sotto illustra la posizione dei due deflettori del forno.



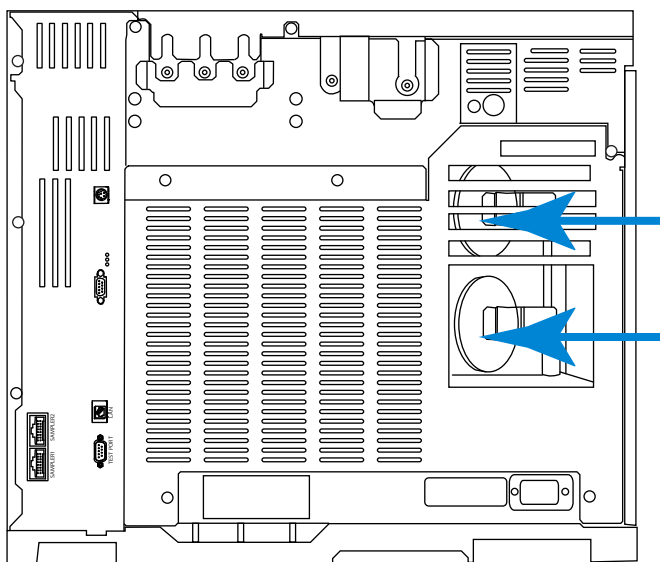
Il forno non si riscalda

- Premere **[Status]** per verificare eventuali errori da riferire ad Agilent.

AVVERTENZA

Lo scarico sul retro del GC è molto caldo. Non avvicinare le mani e la faccia allo scarico.

- Spegnere e riaccendere il GC.
- Controllare il funzionamento della valvola a flapper del forno.
 - 1 Aumentare la temperatura del forno di almeno 20 gradi.
 - 2 Verificare che i deflettori del forno sul retro del GC siano **chiusi**. La figura riportata sotto illustra la posizione dei due deflettori del forno.



Temperatura costantemente non pronta

Per essere considerata pronta, la temperatura deve raggiungere e mantenere il valore di regolazione ± 1 °C per 30 secondi. Se la temperatura non risulta mai “pronta”, procedere come segue:

- Verificare che non manchi una coppa di isolamento su un iniettore o rivelatore.
- Verificare l'eventuale marcata differenza di temperatura tra il forno e l'iniettore o rivelatore.
- Verificare l'eventuale mancanza del rivestimento isolante attorno all'iniettore o rivelatore.

Impossibile impostare un flusso o una pressione

Se non è possibile impostare un flusso o una pressione utilizzando l'iniettore split/splitless, procedere come segue:

- Controllare la modalità della colonna.
- Verificare che una colonna capillare sia configurata in base all'iniettore corretto.
- Verificare le dimensioni della colonna configurata.
- Verificare che il flusso sia attivato.

Un gas non raggiunge il valore di regolazione di flusso o pressione

Se non raggiunge il valore di regolazione di pressione prestabilito o regolato, l'iniettore si spegne in un intervallo di tempo determinato dal tipo di iniettore. (Gli iniettori con EPR indicano lo stato di mancanza o di pronto con un asterisco lampeggiante.) Procedere come segue:

- Controllare che la pressione di erogazione del gas sia sufficiente. La pressione di erogazione dovrebbe eccedere di almeno 10 psi quella del valore di regolazione desiderato.
- Verificare la presenza di fuoriuscite. (Vedere “[Verificare la presenza di eventuali perdite](#)”.) È possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Utilizzare il rivelatore elettronico di perdite per determinare eventuali fuoriuscite e correggerle. Non dimenticare di controllare la colonna; una colonna rotta costituisce una perdita molto grande.
- Se si utilizza la modalità risparmio di gas, accertarsi che la velocità di flusso sia sufficientemente elevata da mantenere la massima pressione di mandata della colonna utilizzata durante un ciclo.
- Verificare eventuali errori di installazione della colonna.
- Controllare che l'iniettore o il sensore di pressione del rivelatore non sia difettoso.

Se si utilizza un iniettore split/splitless:

- Verificare il rapporto di splittaggio. Aumentare la quantità del flusso di splittaggio.

Un gas supera il valore di regolazione o di regolazione di pressione o di flusso

Se un gas supera il suo valore di regolazione o il valore di regolazione di flusso o pressione, procedere come segue:

Se si utilizza un iniettore split/splitless:

- Ridurre il rapporto di splittaggio.
- Sostituire il filtro dello sfiato dello split.
- Controllare che sia selezionato il liner corretto (se è in uso il liner).
- Verificare che le impostazioni di pressione del metodo per l'iniettore SS siano superiori alle impostazioni minime valide disponibili nel gascromatografo.
- Controllare che il dispositivo di tenuta d'oro non presenti contaminazioni. Vedere [Sostituzione del dispositivo di tenuta d'oro dell'iniettore split/splitless](#).

Se si utilizza un FID o NPD:

- Verificare che l'ugello non sia ostruito. Vedere ["Verifica di un ugello ostruito del FID"](#) o ["Verifica di un ugello ostruito del NPD"](#).

Valvole:

- Controllare l'eventuale disallineamento di un rotore. [Allineare il rotore](#).

La pressione o il flusso dell'iniettore sono soggetti a fluttuazioni

Una fluttuazione nella pressione dell'iniettore causa variazioni della portata e dei tempi di ritenzione durante un ciclo.

Procedere come segue:

- Verificare che il depuratore o generatore di gas funzioni alla massima capacità, o quasi.
- Controllare il flusso di gas per verificare che la pressione di erogazione sia sufficiente.
- Verificare che il regolatore della pressione di erogazione funzioni correttamente. Per i sistemi dotati di tubi di erogazione particolarmente lunghi, potrebbe essere necessario un regolatore di riduzione vicino al gascromatografo. Utilizzare anche un regolatore aggiuntivo per attenuare le fluttuazioni causate dai generatori di gas.
- Verificare la presenza di fuoriuscite. (Vedere [“Verificare la presenza di eventuali perdite”](#).) È possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Utilizzare il rivelatore elettronico di perdite per determinare eventuali fuoriuscite e correggerle. Non dimenticare di controllare la colonna; una colonna rotta costituisce una perdita molto grande.
- Verificare l'eventuale presenza di strozzature nel liner dell'iniettore o nel sifone di sfiato dello split.
- Controllare che sia stato installato il liner corretto. Alcuni liner presentano cali notevoli di pressione dovuti alla loro struttura o alla confezione stretta.
- Controllare eventuali variazioni estreme nella temperatura ambiente durante l'analisi. Correggere eventuali problemi legati alla temperatura del laboratorio o spostare lo strumento in una sede più idonea.
- Verificare che la funzione Auto Flow Zero sia attiva. Vedere [AutoFlowZero](#).

Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split

Se il GC non è in grado di mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione, controllare quanto segue:

- Considerare la possibilità di utilizzare un liner progettato per analisi split.
- Il parametro di pressione del metodo (o la pressione risultante da un'impostazione del flusso) è troppo basso per il tipo di gas di trasporto.
- Controllare l'eventuale presenza di ostruzioni nel liner.
- Verificare l'eventuale presenza di contaminazione o strozzature nella linea di sfiato dello split. Vedere:
 - [Esecuzione di un test di strozzatura dello sfiato dello split del SS.](#)
 - [Verifica dell'eventuale contaminazione di una linea di sfiato dello split](#)
- Per l'iniettore split/splitless inlet, sostituire il dispositivo di tenuta d'oro.

Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato

Se il flusso effettivo della colonna non corrisponde al flusso calcolato visualizzato sul GC con un margine del 10%, procedere come segue:

- Verificare che i flussi misurati siano corretti su 25 °C e 1 atmosfera.
- Verificare che le dimensioni corrette della colonna siano configurate accuratamente, compresa la lunghezza della colonna effettiva (regolata).
- Viene utilizzata una colonna WCOT corta (<15 m) con id da 0,58 a 0,75 mm con un iniettore capillare split/splitless. Il controller del flusso totale è stato impostato per una frequenza di flusso elevata, che crea della pressione nell'iniettore e causa una portata di colonna anche con il valore di regolazione della pressione su zero. (In queste situazioni, è possibile che sul display venga visualizzata una pressione effettiva, anche con il valore di regolazione pari a zero.) Con colonne corte, da 530 a 750 mm, mantenere la portata totale quanto più bassa possibile (ad esempio, da 20 a 30 ml/min). Installare una colonna più lunga con una resistenza superiore (ad es. da 15 a 30 m).
- La linea o il sifone di sfiato dello split possono essere parzialmente ostruiti, producendo una pressione effettiva dell'iniettore superiore alla pressione del valore di regolazione. Verificare l'eventuale presenza di una strozzatura nella linea di sfiato dello split.
- Verificare che la funzione Auto Flow Zero sia attiva. Nella misura consentita, azzerare il sensore di flusso e pressione per il modulo di flusso. Se questa misura non risolve il problema, sostituire il modulo di flusso.

Il FID non si accende

- Verificare che il valore Lit offset sia $\leq 2,0$ pA.
- Accertarsi che la temperatura del FID sia sufficientemente alta per l'accensione (>150 °C). Si consiglia >300 °C.
- Controllare che durante la sequenza di accensione, l'accenditore FID diventi incandescente (Vedere [Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione](#)).
- Assicurarsi che le pressioni di aria e idrogeno siano conformi a quanto consigliato da Agilent (idrogeno > 35 psi [210 kPa] e aria > 55 psi [380 kPa]).
- Tentare di incrementare le pressioni di erogazione al modulo di flusso del FID. In questo modo la fiamma si accende con più facilità senza dover modificare i valori di regolazione.
- Aumentare la velocità del flusso di idrogeno o disattivare o diminuire il flusso del gas di makeup fino all'accensione, quindi ridurla riportandola sui valori del metodo. Testare i valori più adatti.
- Verificare se l'ugello è collegato o parzialmente collegato. (Vedere [Verificare il collegamento dell'ugello del FID](#).)
- Misurare le portate del FID. La velocità di flusso reale dovrebbe essere $\pm 10\%$ del valore di regolazione. Il rapporto idrogeno:aria esercita un forte impatto sull'accensione. Impostazioni di flusso non ottimali possono impedire l'accensione della fiamma (Vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#).)
- Se la fiamma ancora non si accende, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le fuoriuscite importanti causano flussi misurati diversi dai flussi reali e quindi determinano condizioni di accensione non ideali. Verificare attentamente che il sistema non presenti perdite, soprattutto il raccordo della colonna sul FID. (Vedere [Verifica dell'eventuale presenza di perdite](#).)
- Verificare la velocità di flusso della colonna. (Vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#).) Il flusso di idrogeno deve superare la somma del flusso della colonna e di makeup.
- Se l'analisi lo consente, sostituire l'azoto con l'elio come gas di makeup.

L'accenditore del FID non diventa incandescente durante la sequenza di accensione

AVVERTENZA

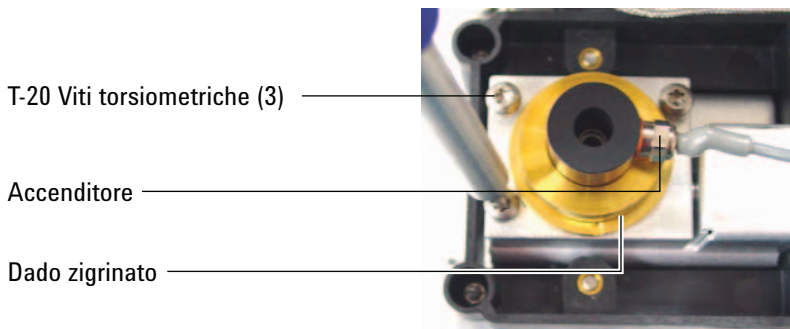
Durante questa operazione, tenere tutte le parti del corpo a distanza di sicurezza dal camino del FID. Se si utilizza l'idrogeno, la fiamma del FID non sarà visibile.

- 1 Togliere il pannello superiore del rivelatore.
- 2 Accendere la fiamma del FID su **On**.
- 3 Osservare la candela dell'accenditore attraverso il camino del FID. Durante la sequenza di accensione, il foro dovrebbe diventare incandescente.

Se il test non riesce, verificare le seguenti cause possibili:

- L'accenditore può essere guasto; sostituire l'accenditore.
- La temperatura del rivelatore è impostata su $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Agilent consiglia di utilizzare il FID a $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- L'accenditore non crea una buona connessione con la terra:
 - L'accenditore deve essere ben fissato all'involucro del FID.
 - Le tre viti T-20 Torx che tengono insieme il gruppo del collettore devono essere ben serrate.
 - Il dado zigrinato in bronzo che mantiene il gruppo dell'involucro del FID deve essere serrato.

Eseguire la manutenzione del FID nel caso queste parti risultino corrose o ossidate.



L'idrogeno misurato con il FID o l'NPD e il gas di makeup fluisce molto meno del valore di regolazione

- Verificare se l'ugello è ostruito o parzialmente ostruito. Se l'ugello è ostruito, si crea una contropressione. Poiché il modulo di flusso utilizza il controllo di pressione, l'incremento di contropressione simula il flusso corretto. La portata diminuisce ma il GC resta funzionante. Vedere:

[“Verifica di un ugello ostruito del FID”](#)

[“Verifica di un ugello ostruito del NPD”](#)

- Controllare la presenza di perdite sul raccordo della colonna alla base del rivelatore.
- Sostituire l'ugello del [FID](#) o del [NPD](#).

Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona

- Verificare se l'ugello è intasato (Vedere [Verifica di un ugello ostruito del NPD.](#))
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (Vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore.](#)) Se i flussi di idrogeno e makeup sono pari a zero o molto inferiori al flusso visualizzato, considerare la possibilità che l'ugello sia collegato.
- Verificare lo stato dell'elemento attivo. Se necessario, [sostituirlo.](#)
- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette Vedere [Informazioni su flussi, temperature ed elemento attivo.](#)
- Se il processo non funziona, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le portate misurate potrebbero quindi allontanarsi dalle portate reali. Controllare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema, soprattutto sul raccordo della colonna. (Vedere [Controllo di eventuali perdite.](#))
- Impostare il tempo di equilibratura su 0,0.

L'FDP non si accende

- Assicurarsi che la temperatura dell'FPD sia sufficientemente alta per l'accensione ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Verificare i flussi del FDP e assicurarsi che corrispondano al tipo di filtro installato nel FPD. Il rapporto idrogeno:aria esercita un forte impatto sull'accensione. Impostazioni di flusso non ottimali possono impedire l'accensione della fiamma.

Tabella 4 Flussi consigliati FDP

	Flussi modalità zolfo, ml/min	Flussi modalità fosforo, ml/min
Trasporto (idrogeno, elio, azoto, argon)		
Colonne impaccate	da 10 a 60	da 10 a 60
Colonne capillari	Da 1 a 5	Da 1 a 5
Gas del rivelatore		
Idrogeno	50	75
Aria	60	100
Trasporto + makeup	60	60

- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (Vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#).)
- Verificare il funzionamento dell'accenditore del FPD. (Vedere [Verifica dell'accensione della fiamma del FPD](#).)
- Verificare il valore **Lit offset**. Il valore tipico di **Lit offset** è 2,0. Se è zero, l'autoaccensione è spenta. Se il valore è troppo alto, il software non riconosce che la fiamma è accesa e spegne il rivelatore.
- Se la fiamma ancora non si accende, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le fuoriuscite importanti causano flussi misurati diversi dai flussi reali e quindi determinano condizioni di accensione non ideali. Verificare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema (Vedere [Controllo di eventuali perdite](#).)
- Tentare di incrementare le pressioni di erogazione al modulo di flusso del FDP. In questo modo la fiamma si accende con più facilità senza dover modificare i valori di regolazione.

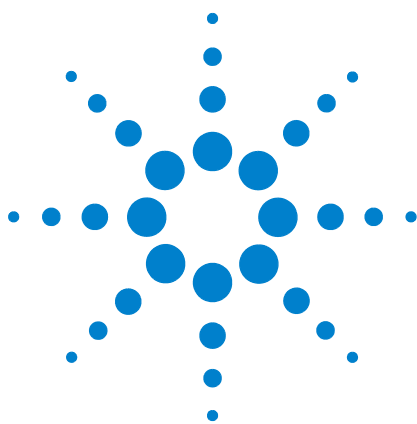
- In alcune condizioni operative, può essere più semplice accendere la fiamma una volta rimosso il tubo di sfiato. Una volta accesa la fiamma, reinstallare il tubo di sfiato.
- Modificare i flussi della modalità al fosforo, accendere la fiamma e gradatamente modificare i flussi portandoli sui valori previsti per lo zolfo.
- Controllare le connessioni dei cavi al giunto, la connessione dei giunti alla candela a incandescenza, quindi stringere la candela a incandescenza.

Valvola non pronta

La risoluzione dei problemi dipende dal tipo di valvola.

Valvole di campionamento del gas

Il GC è in genere non pronto ogni volta che non è terminato il tempo di iniezione o il tempo di caricamento. È invece pronto una volta completato il tempo di carico o di iniezione specificato.



5 Sintomi di arresto

Arresti di colonna [104](#)

Arresti dell'idrogeno [106](#)

Arresti termici [108](#)



Arresti di colonna

Il GC controlla i flussi dell'iniettore e del gas ausiliario. Se un gas di trasporto (che può comprendere un modulo di flusso ausiliario) non è in grado di raggiungere il rispettivo valore di regolazione del flusso o della pressione, il GC presuppone che si sia verificata una perdita. Quindi avvisa l'utente tramite un segnale acustico dopo 25 secondi e continua a emettere il segnale a intervalli regolari. Dopo circa 5 minuti, il GC spegne i componenti per creare uno stato sicuro. Il GC:

- Visualizza il messaggio **Front inlet pressure shutdown**.
- Si spegne per evitare danni alla colonna.
- Apre i deflettori sul retro del forno solo a metà.
- Fa lampeggiare la spia **Off** del valore di regolazione della temperatura del forno.
- Disattiva tutti i flussi della colonna. Quando vengono visualizzati, lampeggia il valore **Off**. Dei relativi parametri. For example, the septum purge and column flows for a split/splitless inlet would turn off.
- Disattiva tutti gli altri riscaldatori. Quando vengono visualizzati, l'impostazione **Off**. Dei relativi parametri della temperatura lampeggia.
- Tenta di attivare una zona disattivata creando un messaggio di errore.
- Disattiva il filamento TCD.
- Disattiva l'accenditore FID o FPD e interrompe i flussi di aria e di gas combustibile.
- Disattiva l'elemento attivo NPD, e interrompe i flussi di aria e di gas combustibile.

Per ripristinare la normalità.

- 1 Eliminare la causa dell'arresto. Verificare la fornitura del gas di trasporto. Per il GC è necessaria una pressione di gas erogato di 70 kPa (10 psi) superiore rispetto alla pressione più alta utilizzata nell'analisi.
 - Verificare la presenza di una colonna rotta vicino all'iniettore.
 - Verificare la presenza di fuoriuscite.
 - Sostituire il setto dell'iniettore.
 - Sostituire la guarnizione O-ring dell'iniettore.
 - Controllare la pressione di erogazione.

- 2 Premere il tasto corrispondente al dispositivo che ha avviato l'arresto. Scorrere fino al parametro pneumatico lampeggiante **Off**, poi premere [**On**] o [**Off**].

Per esempio, se l'iniettore anteriore ha esaurito il gas di trasporto, premere [**Front Inlet**], scorrere fino al parametro di pressione o flusso e premere [**On**].

Arresti dell'idrogeno

L'idrogeno può essere utilizzato come gas di trasporto o come gas combustibile per alcuni rivelatori. Se mischiato con l'aria, l'idrogeno può formare miscele esplosive.

Idrogeno utilizzato in flussi dell'iniettore e del gas ausiliario

Il GC controlla i flussi dell'iniettore e del gas ausiliario. Se un'erogazione non è in grado di raggiungere il rispettivo valore di regolazione di flusso o pressione e se la configurazione prevede l'utilizzo dell'idrogeno, il GC presuppone che si sia verificata una perdita. Quindi avvisa l'utente tramite un segnale acustico dopo 25 secondi e continua a emettere il segnale a intervalli regolari. Dopo circa 5 minuti, il GC spegne i componenti per creare uno stato sicuro. Il GC:

- Visualizza **Hydrogen Safety Shutdown**.
- Chiude la valvola di erogazione del gas di trasporto all'iniettore e chiude e spegne entrambi i controlli di flusso e di pressione. Quando questi parametri vengono visualizzati, l'impostazione **Off** lampeggia.
- Apre le valvole di scarico dello split negli iniettori split/splitless.
- Disattiva il riscaldatore del forno e apre i deflettori del forno.
- Disattiva tutti i riscaldatori (compresi eventuali dispositivi collegati ai controlli dei riscaldatori ausiliari, come i riscaldatori per il comparto delle valvole e i riscaldatori per linee di trasferimento). Quando questi parametri vengono visualizzati, l'impostazione **Off** lampeggia.
- Disattiva il filamento TCD.
- Disattiva l'accenditore FID o FPD e interrompe i flussi di aria e di gas combustibile.
- Disattiva l'elemento attivo NPD e interrompe i flussi di aria e di gas combustibile.
- Emette un allarme acustico.

AVVERTENZA

Il GC non è in grado di rilevare perdite nei flussi gassosi del rivelatore. Per questo motivo è di vitale importanza che i raccordi delle colonne FID, NPD e di qualsiasi altro rivelatore che utilizzi idrogeno, siano sempre collegati a una colonna o dotati di un cappuccio o di un tappo e che i flussi di idrogeno siano configurati in modo tale che il GC sia informato del loro uso.

Per riprendere dopo uno stato di arresto dell'idrogeno:

- 1 Eliminare la causa dell'arresto:
 - Sostituire il setto dell'iniettore. Vedere il manuale [di manutenzione](#).
 - Sostituire la guarnizione O-ring dell'iniettore. Vedere il manuale [di manutenzione](#).
 - Controllare l'eventuale presenza di una colonna rotta.
 - Controllare la pressione di erogazione.
 - Verificare se il sistema presenta perdite Vedere [Consigli per il controllo di eventuali perdite](#).
- 2 Spegner e riaccendere il GC.
- 3 Una volta riavviato il GC, premere il tasto relativo al dispositivo che ha avviato lo spegnimento. Scorrere fino al parametro pneumatico lampeggiante **Off**, poi premere [**On**] o [**Off**]. Per esempio, se l'iniettore anteriore ha esaurito il gas di trasporto, premere [**Front Inlet**], scorrere fino al parametro di pressione o flusso e premere [**On**].

Arresti termici

Quando si verifica un guasto termico, i valori delle temperature del forno o di altre zone riscaldate risultano esterni all'intervallo ammesso (minori della temperatura minima, superiori a quella massima). Sono molte le cause che possono provocare questo errore:

- Un problema con l'alimentazione elettrica dello strumento.
- Un malfunzionamento dell'elettronica di controllo zona.
- Un sensore della temperatura in cortocircuito.
- Un riscaldatore in cortocircuito.

Per ripristinare la normalità:

- 1** Eliminare la causa dell'arresto:
 - Verificare l'eventuale mancanza di materiale isolante.
- 2** La maggior parte degli arresti termici può essere risolta isolando la zona termica.



6 Sintomi di accensione del GC e di comunicazione

Il GC non si accende [110](#)

Il PC non riesce a comunicare con il GC [111](#)

Il GC si accende, ma si spegne in fase di avvio (durante l'autotest) [112](#)



Il GC non si accende

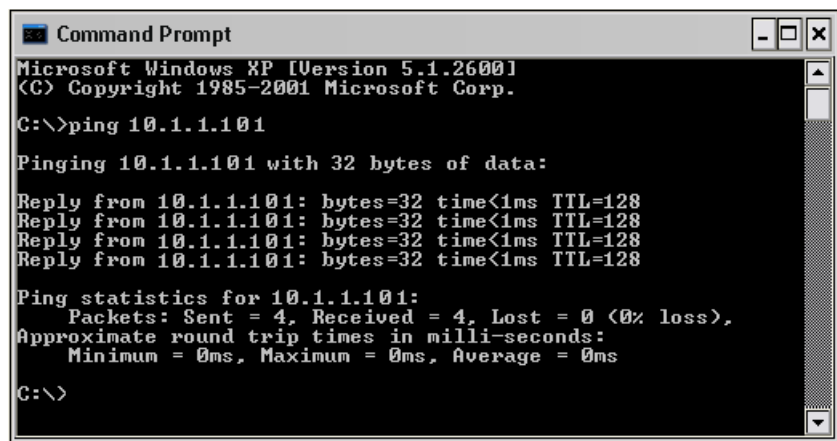
Se il GC non si accende:

- Controllare il cavo di alimentazione.
- Controllare l'alimentazione dell'edificio.
- Se il problema riguarda il GC, spegnerlo. Attendere 30 secondi, quindi riaccendere il GC.

Il PC non riesce a comunicare con il GC

- Eseguire un test **ping**

Il comando MS-DOS **ping** verifica le comunicazioni in una connessione TCP/IP. Per utilizzarlo, aprire la finestra del prompt dei comandi. Digitare **ping** seguito da un indirizzo IP. Ad esempio, se l'indirizzo IP è 10.1.1.101, inserire **ping 10.1.1.101**. Se le comunicazioni LAN funzionano correttamente, sarà visualizzato un messaggio che comunica il successo dell'operazione. Ad esempio:



```

Command Prompt
Microsoft Windows XP [Version 5.1.2600]
(C) Copyright 1985-2001 Microsoft Corp.

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128

Ping statistics for 10.1.1.101:
    Packets: Sent = 4, Received = 4, Lost = 0 (0% loss),
    Approximate round trip times in milli-seconds:
        Minimum = 0ms, Maximum = 0ms, Average = 0ms

C:\>
  
```

Se il test ping è stato concluso con successo, controllare la configurazione del software.

Se il test ping non è stato concluso con successo, procedere come segue:

- Controllare la connessione LAN.
- Verificare l'indirizzo IP, la maschera di sottorete e gli indirizzi gateway.
- Assicurarsi che tutti i dispositivi di rete (hub, switch ecc.) siano accesi, collegati correttamente e funzionanti.
- Controllare che nel PC non vi sia una scheda LAN difettosa.
- Controllare se altri software sono connessi al GC. Ad esempio, solo un tastierino software per volta può essere collegato al GC. I sistemi dati di Agilent non consentono la connessione di altri sistemi dati.

Il GC si accende, ma si spegne in fase di avvio (durante l'autotest)

Se il GC si accende, ma non viene visualizzato il normale display:

- 1 Posizionare l'interruttore del GC su **Off**. Attendere un minuto, quindi posizionare l'interruttore del GC su **On**.
- 2 Se il GC non torna alla normalità, registrare eventuali messaggi visualizzati sul display. Osservare il pannello posteriore del GC e osservare se i LED sopra il connettore REMOTE (verde, giallo o rosso) lampeggiano o sono fissi. Contattare Agilent per l'assistenza e comunicare i dati visualizzati ai tecnici Agilent. (Vedere anche ["Informazioni da reperire ottenere prima di chiamare Agilent per assistenza"](#).)

Versioni GC precedenti: LED sul pannello laterale.





7 Verifica dell'eventuale presenza di perdite

- Consigli per il controllo di eventuali perdite 114
- Verifica delle perdite esterne 115
- Verifica delle perdite del GC 116
- Controllo delle perdite nell'iniettore 117
- Verifica dell'eventuale presenza di perdite nell'iniettore split/splitless 121
- Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione del SS 124
- Correzione delle perdite nell'iniettore split/splitless 128
- Per eseguire un test perdite a decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate 129
- Correzione delle perdite nell'iniettore per impaccate/colonne impaccate 133
- Verifica della presenza di perdite nell'iniettore per colonne impaccate 134
- Correzione delle perdite nell'iniettore colonna per colonne impaccate 136
- Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione del COC 137
- Correzione delle perdite nell'iniettore on-column a freddo 141



Consigli per il controllo di eventuali perdite

Quando si controllano eventuali perdite, verificare il sistema in due parti: punti di perdita esterni e punti di perdita del GC.

- **I punti di perdita esterni** comprendono bombola di gas (o depuratore di gas), regolatore e relativi raccordi, valvole di arresto dell'erogazione e connessioni ai raccordi di erogazione del GC.
- **I punti di perdita del GC** comprendono iniettori, rivelatori, connessioni della colonna, connessioni delle valvole e connessioni tra moduli di flusso e iniettori/rivelatori.

AVVERTENZA

L'idrogeno (H₂) è infiammabile e rappresenta un rischio di esplosione se miscelato con aria in uno spazio chiuso (ad esempio un flussometro). Spurgare i flussometri con gas inerte a seconda delle proprie esigenze. Misurare sempre i gas individualmente. Spegnerne sempre i rivelatori per evitare l'autoaccensione di fiamma/elemento attivo.

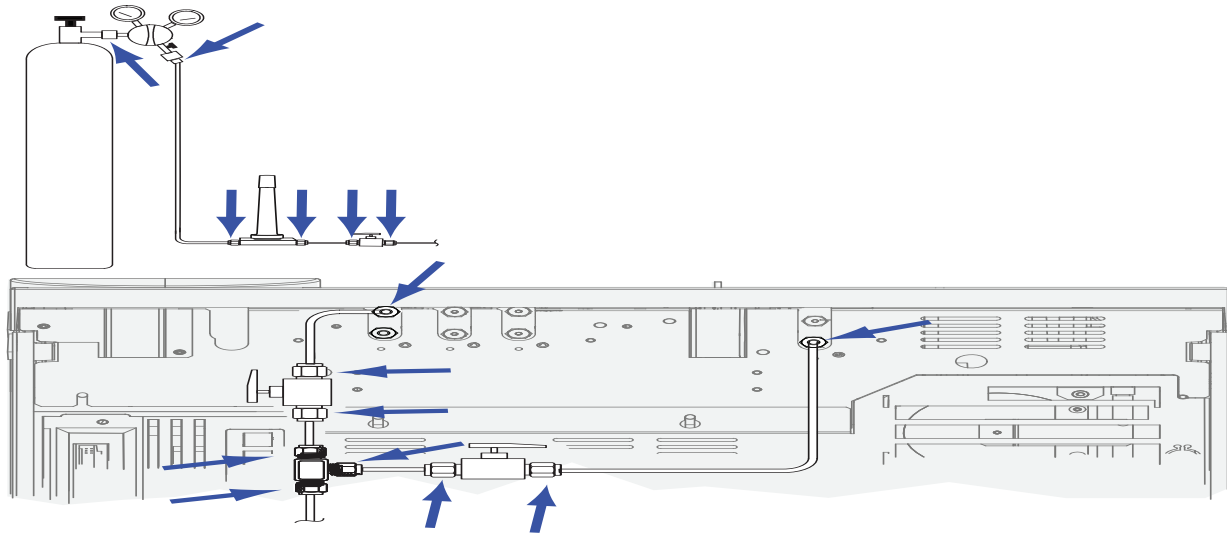
AVVERTENZA

Possono essere presenti gas campione nocivi.

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Rivelatore elettronico di perdite, in grado di rivelare il tipo di gas
 - Chiavi da 7/16", 9/16" e 1/4" per serrare raccordi Swagelok e raccordi delle colonne
- 2 Controllare punti di perdita potenziali associati a eventuali interventi di manutenzione recenti.
- 3 Controllare raccordi e connessioni del GC sottoposti a cicli termici, poiché i cicli termici tendono ad allentare alcuni tipi di raccordi. Utilizzare il rivelatore elettronico di perdite per determinare eventuali fuoriuscite da un raccordo.
 - Controllare innanzitutto le connessioni più recenti.
 - Ricordare di controllare le connessioni nei tubi di erogazione del gas dopo la sostituzione di sifoni o bombole.

Verifica delle perdite esterne

Verificare l'eventuale presenza di perdite in queste connessioni:



- Raccordi di erogazione del gas
- Raccordi delle bombole di gas
- Raccordi dei regolatori
- Sifoni
- Valvole di arresto
- Raccordi a T

Eseguire un test di calo pressione.

- 1 Spegner il GC.
- 2 Impostare la pressione del regolatore su 415 kPa (60 psi).
- 3 Girare completamente in senso antiorario la manopola che regola la pressione per chiudere la valvola.
- 4 Attendere 10 min. Se si verifica un calo misurabile della pressione superiore a 7 kPa (1 psi), è presente una perdita nelle connessioni esterne.

Verifica delle perdite del GC

Verificare l'eventuale presenza di perdite in queste connessioni:

- Setto dell'iniettore, testa con setto, liner, sifone di sfiato dello split, linea del sifone di sfiato dello split e raccordi di scarico dello spurgo
- Connessioni delle colonne a iniettori, rivelatori, valvole, separatori e raccordi di tubazioni
- Raccordi dai moduli di flusso a iniettori, rivelatori e valvole
- Adattatori per colonna

Utilizzare innanzitutto il sistema di controllo delle perdite integrato nel GC per verificare l'eventuale presenza di perdite nel raccordo della colonna dell'iniettore, nel setto, nel liner, nella linea del sifone di sfiato dello split ecc. Vedere [“Controllo delle perdite nell'iniettore”](#). Risolvere le eventuali perdite riscontrate. Se permangono i sintomi legati alle perdite, controllare altri punti con eventuale presenza di perdite.

Se si dispone di Agilent Instrument Utilities, è possibile utilizzare queste utility per eseguire in remoto un controllo delle perdite nell'iniettore (per tipi selezionati di iniettore).

Se l'iniettore supera il controllo delle perdite ma resta il dubbio che vi sia una perdita al suo interno, utilizzare il software Instrument Utilities per eseguire un test a decadimento della pressione per la maggior parte degli iniettori. È anche possibile eseguire un test a decadimento della pressione manuale su qualsiasi tipo di iniettore. Un iniettore che supera il test a decadimento della pressione può essere considerato privo di perdite.

- [Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione del SS](#)
- [Per eseguire un test perdite a decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate](#)

Utilizzare il rivelatore di perdite elettronico per controllare i collegamenti della colonna e dei tubi. Vedere anche:

- [Verifica dell'eventuale presenza di perdite nell'iniettore split/splitless](#)

Controllo delle perdite nell'iniettore

Il GC è in grado di verificare in tempo reale eventuali perdite in tutti gli iniettori. Si consiglia di eseguire questo controllo soprattutto durante e dopo aver eseguito la manutenzione dell'iniettore. Questo controllo viene eseguito con la colonna installata e configurata, e pur non essendo un controllo completo e sensibile quanto quello sulla pressione dell'iniettore, offre velocemente la garanzia che nell'iniettore non siano presenti perdite. Agilent consiglia di eseguire la verifica prima e durante la manutenzione dell'iniettore e di stringere i raccordi che possono causare la perdita dell'iniettore. Tale controllo è adatto a tutte le applicazioni. Alcune potrebbero tuttavia richiedere una verifica sulle perdite più approfondita.

Tale controllo rileva le perdite su:

- Raccordi della colonna dell'iniettore
- Tenuta d'oro (se in uso)
- Alloggiamento del sifone di sfiato dello split (se in uso)
- Dado del setto e setto stesso (se in uso)
- Dado di sigillatura dell'inserto/teste con setto (se in uso)

Per eseguire il controllo:

- 1 Sulla tastiera del GC premere [**Service Mode**], scorrere fino a **Front inlet leak check** o **Back inlet leak check**, poi premere [**Enter**].
- 2 Sarà visualizzato un testo simile al seguente [Figura 4](#):

```

      FRONT INLET LEAK CHECK
TotalFlow   1.74   Col   1.34<
Test Inlet           (ON to Start)
Test pressure           10.0 psi
Warning if check flow      OFF
Fault if check flow        OFF
      Last test results
      Tue Oct 20 16:07 2009
Test flow OK:                4.8
Reset the test results? (yes)
  
```

Figura 4 Esempio di controllo della perdite nell'iniettore anteriore. Si presume che sia già stato eseguito un test. (Scorrere per leggere tutte le righe del testo.)

- 3 Verificare che il valore in **Test pressure** sia accettabile. Il valore predefinito di 10 psi è generalmente quello ideale. Altrimenti, inserire un valore diverso per la pressione dell'iniettore.
 - Usare lo stesso valore per lo stesso hardware con risultati che si ripetono.
 - Inserire una pressione di verifica superiore se si utilizza una colonna che crea una contropressione alta.
- 4 Scorrere fino a **Test Inlet** e premere [**On/Yes**].
- 5 Dopo poco, il controllo si stabilizza.
 - Il valore in **TotalFlow** indica il numero totale di flussi del gas di trasporto all'interno dell'iniettore. Il valore di **Col** indica il flusso all'interno della colonna.
 - La velocità di perdita approssimativa è espressa in **TotalFlow – Col**, in mL/min.
 - L'iniettore non presenta perdite se il valore in **Colsi** *avvicina* al valore **TotalFlow**.
- 6 Nel frattempo, stringere i raccordi, sostituire il setto, cambiare la guarnizione O-ring del liner, ecc. in base alla necessità. Se la perdita viene risolta con la riparazione, il valore in **Col** diminuisce *avvicinandosi* al valore in **TotalFlow**.

NOTA

Se prima della manutenzione era stato eseguito un controllo su un iniettore senza perdite, il risultato della verifica post-manutenzione dovrebbe essere più o meno lo stesso.

- 7 Se il test continua a fallire:
 - [Sostituire il setto](#)
 - [Reinstallare la colonna nell'iniettore.](#)
 - [Sostituire il liner e la guarnizione O-ring del liner](#)
 - Aprire il sifone di sfiato dello split e controllare la posizione della guarnizione O-ring. [Sostituire](#) la trappola di sfiato dello split se necessario.

Se il test viene superato ma si hanno ancora dubbi sulla presenza di una perdita nell'iniettore, eseguire un test delle eventuali perdite a decadimento della pressione. Vedere:

- [Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione del SS](#)
- [Per eseguire un test perdite a decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate](#)

Impostazione dei limiti di attenzione per un controllo delle perdite

Il GC emette due avvisi legati al controllo delle perdite nell'iniettore:

- **Warning if pressure check:** se la pressione misurata supera il limite, l'indicatore di intervento (Service Due) si accende.
- **Fault if pressure check:** se la pressione supera il limite, è necessario forzare il GC nella condizione di non pronto.

È possibile definire dei risultati adeguati per il controllo delle perdite nell'iniettore, impostare poi il GC nella condizione di non pronto oppure configurare l'indicatore Service Due qualora il controllo non vada a buon fine. Impostare uno o entrambi i limiti:

- 1 Se si considera l'iniettore privo di perdite, eseguire la verifica. (Supporre che sia privo di perdite se i valori in **TotalFlow** e **Col** sono simili e i risultati cromatografici del GC sono soddisfacenti.)
- 2 Annotare il risultato in **TotalFlow**.
- 3 Scorrere fino a **Warning if pressure check** o **Fault if pressure check**.
- 4 Immettere un limite utilizzando la tastiera, quindi premere **[Enter]**.
 - Selezionare una portata superiore al valore in TotalFlow accettabile. Sarebbe bene inserire un valore corretto rispetto ai problemi cromatografici rilevati.
 - I limiti di attenzione e guasto possono essere diversi: attenzione per un valore limite più basso e guasto per un valore limite più alto.
- 5 Se necessario ripetere **Fault if pressure check**.
- 6 Il test è stato configurato.
- 7 Rieseguire il test periodicamente. Quando il test non riesce, riparare le perdite.

Per annullare la condizione di non pronto o spegnere l'indicatore Service Due:

- 1 Premere **[Service Mode]**, scorrere fino a **Front inlet leak check** o **Back inlet leak check**, poi premere **[Enter]**.
- 2 Scorrere fino a **Reset the test results?** e premere **[On/Yes]**.

Disattivazione di un limite di attenzione per il controllo della perdita nell'iniettore

- 1** Premere [**Service Mode**], scorrere fino a **Front inlet leak check** o **Back inlet leak check**, poi premere [**Enter**].
- 2** Scorrere fino al limite di attenzione e premere [**Off/No**].

Verifica dell'eventuale presenza di perdite nell'iniettore split/splitless

Questa procedura descrive come controllare la presenza di perdite nell'iniettore split/splitless e come risolvere il problema. Seguire le procedure descritte in base ai sintomi dell'iniettore.

Impossibile raggiungere il valore di regolazione o di regolazione della pressione

Se l'iniettore split/splitless non raggiunge il valore di regolazione o di regolazione della pressione, il GC entrerà nello stato "Non pronto". (Gli iniettori con EPR indicano lo stato di mancanza o di pronto con un asterisco lampeggiante.) Se si preme [**Status**], viene segnalato che la pressione dell'iniettore anteriore (o posteriore) non è pronta. Doppio clic su [**Status**] visualizza il valore effettivo. Se l'iniettore non raggiunge la pressione e il controllo previsti, il GC si spegne nell'arco di 5,5 minuti circa.

Se di recente sono stati eseguiti interventi di manutenzione, controllare la presenza di perdite nei raccordi/nei pezzi interessati.

- 1 Verificare che la pressione di erogazione del gas al GC sia sufficiente e controllare la presenza di perdite nella linea di erogazione del gas (vedere [Verifica delle perdite esterne](#)). Per l'iniettore è necessaria una pressione di 70 kPa (10 psi) superiore alla pressione massima utilizzata nel metodo.
- 2 Controllare l'impostazione del flusso totale. La portata totale deve essere sufficientemente alta da mantenere la pressione dell'iniettore durante tutta l'analisi. Le colonne con un diametro ampio richiedono portate maggiori. In genere è sufficiente una portata di 50 ml/min. Per incrementare la portata totale:
 - Incrementare il rapporto di splittaggio se in modalità split.
 - Incrementare il flusso di scarico se in modalità splitless.
- 3 Posizionare il pollice (o un setto) sopra lo sfiato dello split. Se la pressione dell'iniettore inizia a salire fino al valore di regolazione, contattare Agilent per richiedere assistenza. Se la pressione resta bassa, continuare con il passaggio successivo.
- 4 Eseguire il controllo delle perdite nell'iniettore. Vedere ["Controllo delle perdite nell'iniettore"](#). Il flusso totale fornisce un'indicazione dell'ampiezza della perdita.

Monitorare il flusso totale mentre si controllano/serrano i raccordi:

- Dado del setto
- Colonna
- Sifone di sfiato dello split/Guarnizioni O-ring
- Liner/Guarnizioni O-ring
- Tenuta d'oro
- Collegamento della linea di sfiato dello split al corpo dell'iniettore
- Raccordi di blocco del flusso sul collettore di flusso

In alternativa, utilizzare un rivelatore di perdite elettronico per controllare questi raccordi/collegamenti.

Se questi controlli non risolvono il problema, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Bassa sensibilità o scarsa ripetitività

Una piccola perdita nell'iniettore split/splitless può causare bassa sensibilità o scarsa ripetitività. Controllare e isolare l'eventuale piccola perdita come descritto di seguito.

Se di recente sono stati eseguiti interventi di manutenzione, controllare la presenza di perdite nei raccordi/nei pezzi interessati.

- 1 Eseguire il test a decadimento della pressione dell'iniettore. Vedere [“Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione del SS”](#). Se il test viene superato, l'iniettore non presenta perdite e controllare altre possibili cause per la bassa sensibilità o la scarsa ripetitività.
- 2 Se il test a decadimento della pressione non riesce, eseguire un controllo delle perdite sull'iniettore. Vedere [“Controllo delle perdite nell'iniettore”](#). Monitorare il flusso totale mentre si controllano/serrano i raccordi:
 - Dado del setto
 - Colonna
 - Sifone di sfiato dello split
 - Liner/Guarnizioni O-ring
 - Tenuta d'oro
 - Collegamento della linea di sfiato dello split al corpo dell'iniettore
 - Raccordi di blocco del flusso sul collettore di flusso

- 3 Se il controllo delle perdite (analisi preparatoria) eseguito sull'iniettore non risolve il problema, la perdita potrebbe essere troppo piccola per essere individuata con questo test. Utilizzare un rivelatore di perdite elettronico per controllare i raccordi/collegamenti.

Se questi controlli non risolvono il problema, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione del SS

Utilizzare il test a decadimento della pressione presente in Agilent Instrument Utilities per l'iniettore split/splitless per determinare se ci sono perdite nell'iniettore. Avviare il software, selezionare il GC ed eseguire il test per l'iniettore. Vedere [Controllo delle perdite nell'iniettore](#) e [Esecuzione di un test di strozzatura dello sfiato dello split del SS](#).

Se il software Instrument Utilities non è disponibile, consultare la seguente procedura.

Se il test non riesce:

- Vedere “[Verifica dell'eventuale presenza di perdite nell'iniettore split/splitless](#)”.
- Controllare il raccordo della colonna ostruito e il tappo di spurgo del setto.

Esecuzione di un test a decadimento della pressione sull'iniettore SS dalla tastiera del software (controllo remoto)

Il test a decadimento della pressione controlla la presenza di perdite dal modulo di flusso dell'iniettore fino al raccordo della colonna.

Dopo ogni intervento di manutenzione, controllare la presenza di perdite nelle aree accessibili dall'esterno. Vedere “[Verifica delle perdite esterne](#)”.

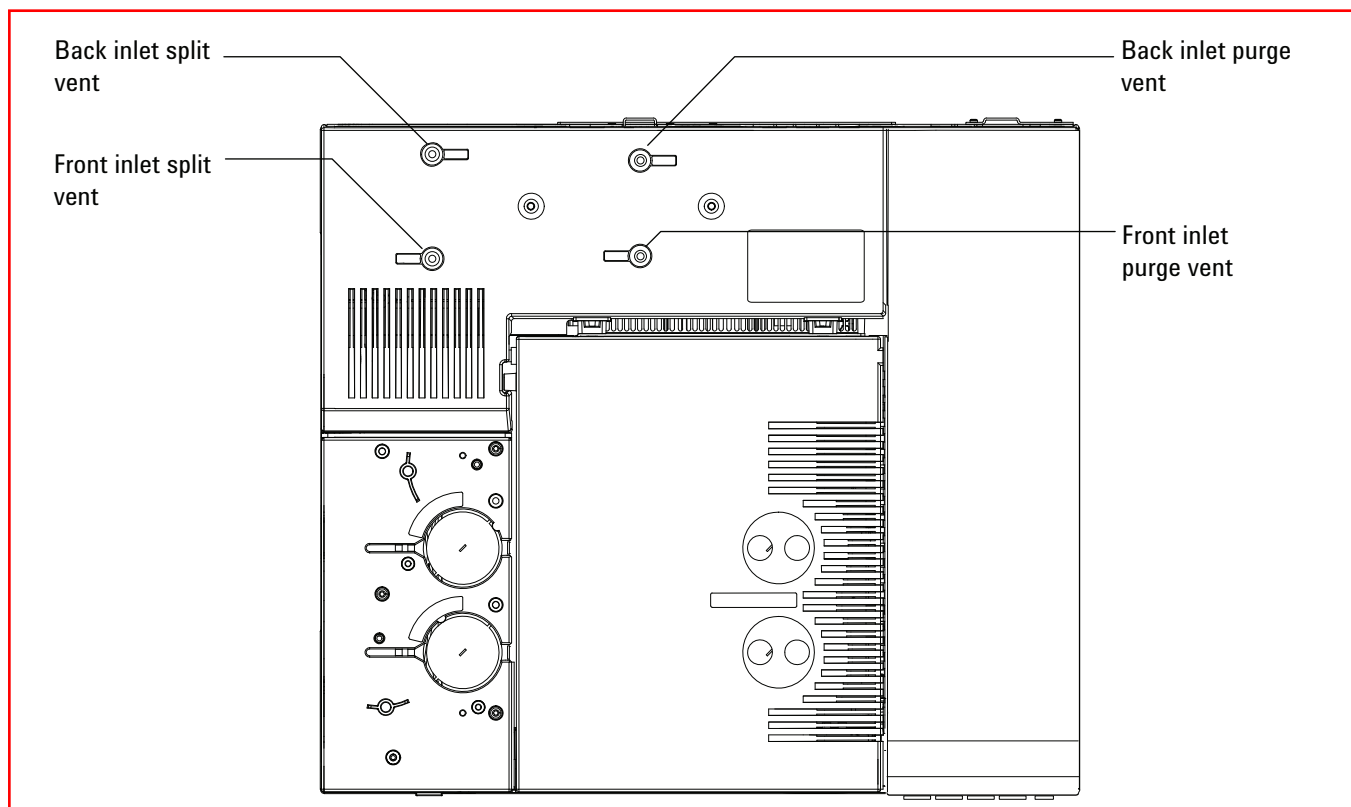
Se si è certi della presenza di una perdita, controllare prima i raccordi dell'iniettore accessibili dall'esterno, soprattutto i collegamenti sottoposti a recente manutenzione, come dado del setto, adattatore della colonna, collegamento della colonna ecc.

Per eseguire il controllo delle perdite basato sul test a decadimento della pressione descritto di seguito, è necessario rimuovere la colonna e tappare il raccordo della colonna dell'iniettore. Con il seguente test è possibile/non è possibile individuare i seguenti tipi di perdite:

Il test individua le perdite su:	Il test non individua le perdite su:
setto	raccordo della colonna
dado del setto	raccordi di erogazione del gas al modulo di flusso
guarnizione O-ring del liner	tubi e collegamenti in una linea di trasferimento collegata all'iniettore
dispositivo di tenuta d'oro/rondella e dado riduttore	perdite interne in un modulo EPC o EPR
corpo iniettore	
valvola di sfiato dello split del collettore di flusso	
tubo e sifone di sfiato dello split	
tubo di spurgo del setto	
guarnizioni all'interno del tubo tra il modulo di flusso dell'iniettore e il corpo iniettore	

- 1 Predisporre i seguenti elementi (vedi [Materiali di consumo e parti di ricambio dell'iniettore split/splitless](#)):
 - Ferrula priva di foro
 - Chiave da 1/4"
 - Guanti resistenti al calore (se l'iniettore è caldo)
 - Dado della colonna
 - Setto nuovo
 - Guarnizione O-ring
 - Presa del rivelatore ECD/TCD (codice prodotto 5060-9055)
- 2 Caricare il [metodo di manutenzione dell'iniettore](#) e attendere che il GC sia pronto.
- 3 Rimuovere la colonna se installata.
- 4 Inserire il raccordo della colonna con un dado colonna e una ghiera senza foro.
- 5 Rimuovere il vecchio setto e sostituirlo con quello nuovo. Vedere [Sostituzione del setto dell'iniettore split/splitless](#).
- 6 Ispezionare la guarnizione O-ring e sostituirla se è rigida, friabile o rotta. Vedere [Sostituzione di liner e guarnizione O-ring nell'iniettore split/splitless](#).

- 7 Impostare l'iniettore sulla modalità **Split Mode**.
- 8 Configurare la colonna come **Inlet: Unspecified**.
- 9 Impostare la temperatura dell'iniettore sui 70 °C.
- 10 Per i GC allestiti con EPC, immettere un valore di regolazione della pressione di 25 psi (172 kPa). (Per i GC allestiti con EPR, usare la tastiera del software per regolare la pressione a 25 psi (172 kPa).) Controllare che la pressione erogata al GC sia di almeno 10 psi (70 kPa) superiore alla pressione dell'iniettore.
- 11 Se non è possibile raggiungere la pressione significa che è presente una perdita importante o che la pressione di erogazione è troppo bassa.
- 12 Consentire alla pressione dell'iniettore di stabilizzarsi. Le variazioni di temperatura possono invalidare il test.
- 13 Chiudere il raccordo di spurgo del setto con la presa del rivelatore ECD/TCD.



- 14 Premere [**Front Inlet**] o [**Back Inlet**]. Scorrere fino **Pressure** e premere **Off/No**.
- 15 Spegner rapidamente la fornitura del gas di trasporto alla sorgente, se possibile. L'obiettivo è impedire che la pressione residua nei tubi di erogazione perda *nel* sistema chiuso, causando un aumento della pressione e perdite mascherate.

Questo tipo di perdita nel modulo EPC non compromette generalmente le analisi). Se la configurazione non riguarda le valvole di arresto del GC, o se il cambio della pressione della sorgente non è fattibile, saltare questo passo. Se il volume nel tubo che porta al GC è piuttosto consistente, considerare la possibilità di perdite *nel* sistema quando si prendono in esame i risultati del test.

- 16** Monitorare la pressione per 10 minuti. Utilizzare il timer premendo **[Time]** ed **[Enter]**.

Per i gascromatografi privi di dispositivo installato nel percorso del flusso di trasporto:

Un calo di pressione inferiore a 0,5 psig (0,05 psi/min o meno; 3,4 kPa o 0,34 kPa/min) è considerato accettabile.

Se la pressione scende più rapidamente di quanto ritenuto accettabile, vedere [“Correzione delle perdite nell'iniettore split/splitless”](#). Ripetere il test.

Per un GC con un campionatore per spazio di testa 7697A:

Un calo di pressione inferiore a 1,7 psig (0,17 psi/min o meno; 11,7 kPa o 1,17 kPa/min) è considerato accettabile. Se il 7697A supera tutti i test di perdita (strozzatura, calo di pressione e la porta di scambio) e se il test a decadimento della pressione dell'iniettore del GC riesce senza 7697A installato, controllare il percorso del flusso di trasporto del 7697A. Consultare la documentazione relativa al campionatore per spazio di testa.

Per un GC con un campionatore per spazio di testa G1888:

Un calo di pressione inferiore a 2 psig in 5 minuti (0,4 psi/min o meno; 13,8 kPa o 2,76 kPa/min) è considerato accettabile se si utilizza un loop campione da 1 ml.

Per tutti i GC:

Le dimensioni del liner incidono sul calo di pressione. Un iniettore dotato di liner con un volume piccolo non tollera un tasso di perdita paragonabile a quello di un iniettore dotato di liner con un volume maggiore.

- 17** Dopo che l'iniettore ha superato il test, ripristinare il GC alle sue normali condizioni di esercizio.
- Ripristinare la pressione della sorgente.
 - Rimuovere eventuali tappi.
 - Installare nuovamente la colonna.
 - Ripristinare la corretta configurazione della colonna.
 - Caricare il metodo di esercizio.

Correzione delle perdite nell'iniettore split/splitless

Se l'iniettore non supera il test a decadimento della pressione, controllare quanto segue:

- Controllare i tappi utilizzati nel test e verificare che siano installati correttamente e ben serrati.
- Se è stato eseguito un controllo delle perdite dopo un intervento di manutenzione, controllare che i pezzi interessati dalla manutenzione siano stati installati correttamente.
- Controllare la tenuta del dado del setto. Vedere [Sostituzione del setto dell'iniettore split/splitless](#).
- Controllare il setto. Sostituirlo se vecchio o danneggiato.
- Controllare la corretta installazione del gruppo inserto.
- Controllare il liner e la guarnizione O-ring del liner. vedere [Sostituzione di liner e guarnizione O-ring nell'iniettore split/splitless](#).
- Se è stato sostituito il dispositivo di tenuta d'oro, controllare che sia stato installato correttamente. Vedere [Sostituzione del dispositivo di tenuta d'oro dell'iniettore split/splitless](#).
- Controllare che la temperatura dell'iniettore si mantenga costante durante il test.

Se questi elementi non risolvono il problema, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Per eseguire un test perdite a decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate

Utilizzare il test a decadimento della pressione presente in Agilent Instrument Utilities per l'iniettore per impaccate/colonne impaccate per determinare se ci sono perdite nell'iniettore. Avviare il software, selezionare il GC ed eseguire il test per l'iniettore.

Se il software Instrument Utilities non è disponibile, consultare la seguente procedura.

Se il test non riesce:

- Serrare il dado del setto/il tappo Merlin.
- [Sostituire](#) il setto o il Merlin Microseal.
- Serrare la sigillatura dell'inserto superiore. [Sostituire](#) il liner.
- [Sostituire](#) la guarnizione O-ring e serrare il collegamento dell'adattatore colonna. [Installare nuovamente](#) se necessario.
- Controllare il raccordo della colonna ostruito e il tappo di spurgo del setto.

Per eseguire un test di decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate

Il test a decadimento della pressione controlla la presenza di perdite dal modulo di flusso dell'iniettore fino al raccordo della colonna.

Dopo ogni intervento di manutenzione, controllare la presenza di perdite nelle aree accessibili dall'esterno. Vedere "[Verifica delle perdite esterne](#)".

Se si è certi della presenza di una perdita, controllare prima i raccordi dell'iniettore accessibili dall'esterno, soprattutto i collegamenti sottoposti a recente manutenzione, come dado del setto, adattatore della colonna, collegamento della colonna ecc.

Per eseguire il controllo delle perdite basato sul test a decadimento della pressione descritto di seguito, è necessario rimuovere la colonna e tappare il raccordo della colonna dell'iniettore. Con il seguente test è possibile/non è possibile individuare i seguenti tipi di perdite:

Il test individua le perdite su:	Il test non individua le perdite su:
setto	raccordo della colonna

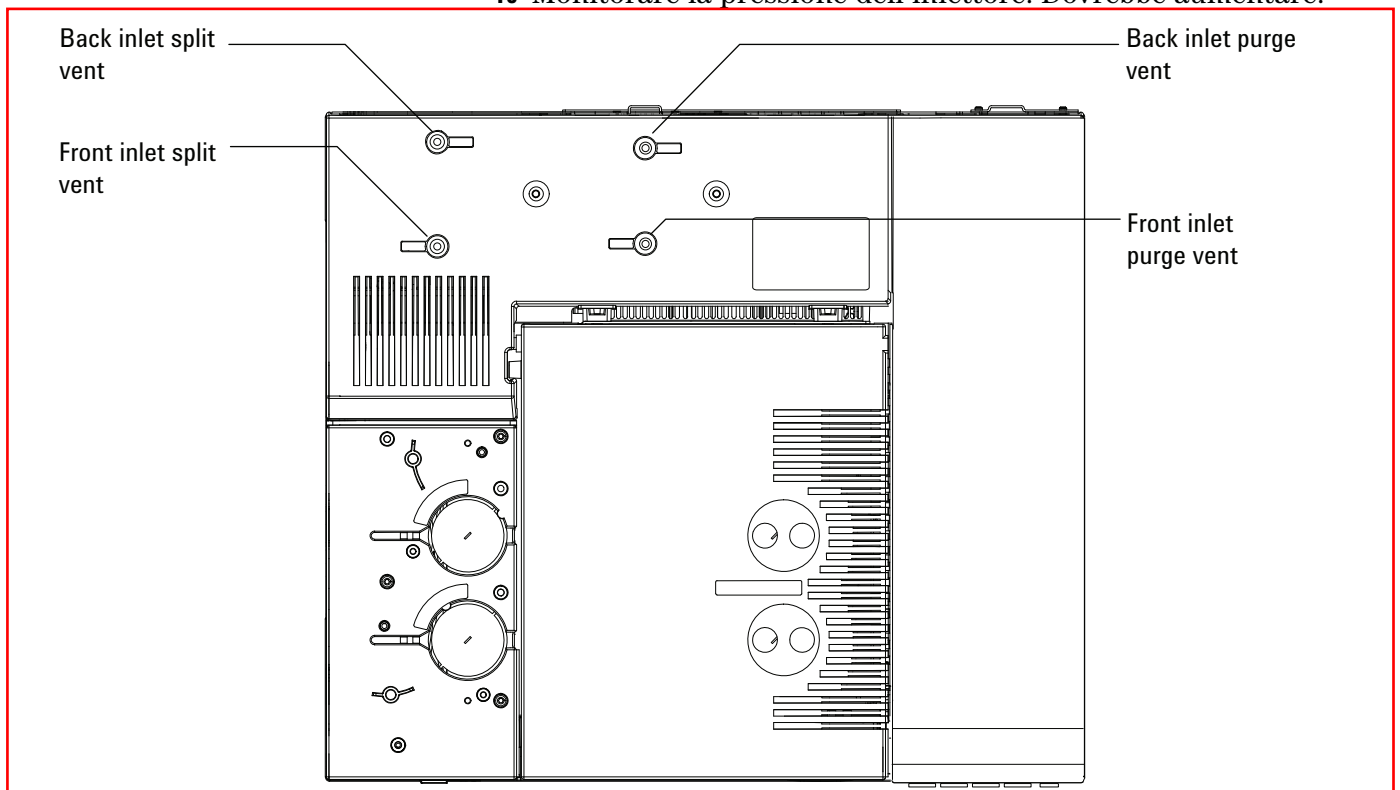
Il test individua le perdite su:	Il test non individua le perdite su:
dado del setto	raccordi di erogazione del gas al modulo di flusso
guarnizione O-ring dell'inserto in vetro	
adattatore e ghiera	
corpo iniettore	
sigillatura dell'inserto superiore	
guarnizioni all'interno del tubo tra il modulo di flusso dell'iniettore e il corpo iniettore	

AVVERTENZA

Questo controllo delle perdite non è adeguato per i gas di trasporto infiammabili come l'idrogeno.

- 1 Preparare i seguenti elementi (vedere [Materiali di consumo e parti di ricambio dell'iniettore per impaccate](#)):
 - Ferrula priva di foro
 - Chiave da 1/4"
 - Chiave da 7/16"
 - Guanti resistenti al calore (se l'iniettore è caldo)
 - Chiave da 9/16"
 - Tappi Swagelok da 1/8" e 1/4"
 - Presa del rivelatore ECD/TCD (codice prodotto 5060-9055)
- 2 Caricare il [metodo di manutenzione dell'iniettore](#) e attendere che il GC sia pronto.
- 3 Rimuovere la colonna se installata.
- 4 Chiudere il raccordo della colonna.
 - Se l'adattatore per colonna capillare è installato, utilizzare un dado colonna e una ghiera senza foro.
 - Se è stato installato un adattatore colonna per impaccate da 1/8", utilizzare un tappo Swagelok da 1/8" (5180-4121)
 - Se è stato installato un adattatore colonna per impaccate da 1/4", utilizzare un tappo Swagelok da 1/4" (5180-4120)
- 5 Rimuovere il vecchio setto e sostituirlo con quello nuovo. Vedere [Sostituzione del setto sull'iniettore per impaccate](#).

- 6 Ispezionare la guarnizione O-ring e sostituirla se è rigida, friabile o rotta. Vedere [Sostituzione della guarnizione O-ring dell'iniettore per impaccate](#).
- 7 Se non si è certi della qualità della ghiera dell'adattatore, sostituirla. vedere [Modifica dell'inserito in vetro su un iniettore PP](#).
- 8 Impostare la temperatura dell'iniettore sui 150 °C.
- 9 Consentire alla pressione dell'iniettore di stabilizzarsi. Le variazioni di temperatura possono invalidare il test.
- 10 Monitorare la pressione dell'iniettore. Dovrebbe aumentare.



Quando la pressione sale oltre i 25 psi (172 kPa), disattivare il flusso di trasporto. (Premere **[Front Inlet]** o **[Back Inlet]**. Scorrere fino a **Total flow** e premere **Off/No.**)

- 11 Se non è possibile raggiungere la pressione significa che è presente una perdita importante o che la pressione di erogazione è troppo bassa.
- 12 Lasciare che la pressione si stabilizzi per circa 10 secondi. La pressione deve essere compresa tra 25 e 28 psi (172 e 193 kPa). Monitorare la pressione per 5 minuti. Utilizzare il timer premendo **[Time]** e **[Enter]**.
- 13 Un calo di pressione inferiore a 0,25 psig (0,05 psi/min o meno; 1,72 kPa o 0,34 kPa/min) è considerato accettabile.

- 14** Se la pressione scende più rapidamente di quanto ritenuto accettabile, vedere [“Correzione delle perdite nell'iniettore per impaccate/colonne impaccate”](#). Ripetere il test.
- 15** Dopo che l'iniettore ha superato il test, ripristinare il GC alle sue normali condizioni di esercizio.
 - Rimuovere eventuali tappi.
 - Ripristinare la pressione della sorgente.
 - Installare nuovamente la colonna.
 - Ripristinare la corretta configurazione della colonna.
 - Caricare il metodo di esercizio.

Correzione delle perdite nell'iniettore per impaccate/colonne impaccate

Se l'iniettore non supera il test a decadimento della pressione, controllare quanto segue:

- Controllare i tappi utilizzati nel test e verificare che siano installati correttamente e ben serrati.
- Se è stato eseguito un controllo delle perdite dopo un intervento di manutenzione, controllare che i pezzi interessati dalla manutenzione siano stati installati correttamente.
- Controllare la tenuta del dado del setto. Vedere [Sostituzione del setto sull'iniettore per impaccate](#).
- Controllare il setto. Sostituirlo se vecchio o danneggiato.
- Controllare che la sigillatura dell'inserto superiore sia ben serrata.
- Sostituire la guarnizione O-ring. Vedere [Sostituire la guarnizione O-ring sull'iniettore per colonne impaccate](#). Verificare anche l'inserto in vetro. Vedere [Sostituire l'inserto in vetro in un iniettore PP](#).
- Sostituire la guarnizione della ghiera sull'adattatore.
- Controllare che la temperatura dell'iniettore si mantenga costante durante il test.

Se questi elementi non risolvono il problema, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Verifica della presenza di perdite nell'iniettore per colonne impaccate

NOTA

Gli iniettori per colonne impaccate non supportano i test a decadimento della pressione.

Questo metodo controlla la presenza di perdite dal modulo di flusso dell'iniettore fino al raccordo della colonna.

Dopo ogni intervento di manutenzione, controllare la presenza di perdite nelle aree accessibili dall'esterno. Vedere ["Verifica delle perdite esterne"](#).

Se si è certi della presenza di una perdita, controllare prima i raccordi dell'iniettore accessibili dall'esterno, soprattutto i collegamenti sottoposti a recente manutenzione, come dado del setto, adattatore della colonna, collegamento della colonna ecc.

Per eseguire il test a decadimento della pressione descritto di seguito, è necessario rimuovere la colonna e tappare il raccordo della colonna dell'iniettore. Con il seguente test è possibile/non è possibile individuare i seguenti tipi di perdite:

Il test individua le perdite su:	Il test non individua le perdite su:
setto	raccordo della colonna
dado del setto	
adattatore e ghiera	
corpo iniettore	
sigillatura dell'inserto superiore	
guarnizioni all'interno del tubo tra il modulo di flusso dell'iniettore e il corpo iniettore	

AVVERTENZA

Questo controllo delle perdite non è adeguato per i gas di trasporto infiammabili come l'idrogeno.

- 1 Preparare i seguenti elementi (vedere [Materiali di consumo e parti di ricambio dell'iniettore per colonne impaccate](#)):
 - Chiave da 9/16"
 - Chiave da 7/16"
 - Guanti resistenti al calore (se l'iniettore è caldo)

- Tappi Swagelok da 1/8" e 1/4"
- 2 Impostare la temperatura dell'iniettore e del forno a 35 °C.
 - 3 Rimuovere la colonna se installata.
 - 4 Rimuovere il vecchio setto e sostituirlo con quello nuovo. Vedere [Sostituzione del setto sull'iniettore per colonne impaccate](#).
 - 5 Ispezionare la guarnizione O-ring e sostituirla se è rigida, friabile o rotta. Vedere [Sostituzione della guarnizione O-ring dell'iniettore per colonne impaccate](#).
 - 6 Se non si è certi della qualità della ghiera dell'adattatore, sostituirla. Vedere [Modifica dell'inserito in vetro su un iniettore PP](#).
 - 7 Usare i tasti **2/+** e **8/-** della tastiera software per regolare il flusso della colonna su 5 mL/min.
 - 8 Chiudere il raccordo della colonna.
 - Se è stato installato un adattatore colonna per impaccate da 1/8", utilizzare un tappo Swagelok da 1/8" (5180-4121)
 - Se è stato installato un adattatore colonna per impaccate da 1/4", utilizzare un tappo Swagelok da 1/4" (5180-4120)
 - 9 Il gas non può uscire quando il raccordo della colonna è chiuso, pertanto il flusso della colonna visualizzato deve scendere a 0,0 mL/min o < 0,1 mL/min.
 - 10 Doppio clic su **Status** per visualizzare il flusso effettivo dell'iniettore.
 - 11 Se il flusso della colonna visualizzato è superiore a 0,1 mL/min o se raggiunge il valore regolato, è presente una perdita. In caso contrario il sistema non ha perdite.
 - 12 Dopo che l'iniettore ha superato il test, ripristinare il GC alle sue normali condizioni di esercizio.
 - Rimuovere eventuali tappi.
 - Installare nuovamente la colonna.
 - Ripristinare la corretta configurazione della colonna.
 - Caricare il metodo di esercizio.

Correzione delle perdite nell'iniettore colonna per colonne impaccate

Se l'iniettore non supera il test di perdita, controllare quanto segue:

- Controllare i tappi utilizzati nel test e verificare che siano installati correttamente e ben serrati.
- Se è stato eseguito un controllo delle perdite dopo un intervento di manutenzione, controllare che i pezzi interessati dalla manutenzione siano stati installati correttamente.
- Controllare la tenuta del dado del setto. Vedere [Sostituzione del setto sull'iniettore per colonne impaccate](#).
- Controllare il setto. Sostituirlo se vecchio o danneggiato.
- Controllare che la sigillatura dell'inserto superiore sia ben serrata.
- Sostituire la guarnizione O-ring. Vedere [Sostituire l'O-ring sull'iniettore della colonna impaccata](#). Controllare anche l'inserto in vetro. Vedere [Modifica dell'inserto in vetro su un iniettore PP](#).
- Sostituire la guarnizione della ghiera sull'adattatore.
- Controllare che la temperatura dell'iniettore si mantenga costante durante il test.

Se questi elementi non risolvono il problema, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione del COC

Utilizzare il test a decadimento della pressione presente in Agilent Instrument Utilities per l'iniettore on-column a freddo per determinare se ci sono perdite nell'iniettore. Avviare il software, selezionare il GC ed eseguire il test per l'iniettore.

Se il software Instrument Utilities non è disponibile, consultare la seguente procedura.

Se il test non riesce:

- Utilizzare un rivelatore di perdite elettronico per controllare i collegamenti al modulo di flusso. Se necessario, serrare i collegamenti o sostituire le guarnizioni O-ring.
- Verificare la presenza nel modulo di flusso.
- Utilizzare un rivelatore di perdite elettronico per controllare la presenza di perdite nei tubi tra il corpo iniettore e il modulo di flusso.
- Controllare il raccordo della colonna ostruito e il tappo di spurgo del setto.
- Serrare il dado del setto.
- Se necessario, [sostituire](#) il setto

Esecuzione del test a decadimento della pressione del COC

Il test a decadimento della pressione controlla la presenza di perdite dal modulo di flusso dell'iniettore fino al raccordo della colonna.

Dopo ogni intervento di manutenzione, controllare la presenza di perdite nelle aree accessibili dall'esterno. Vedere "[Verifica delle perdite esterne](#)".

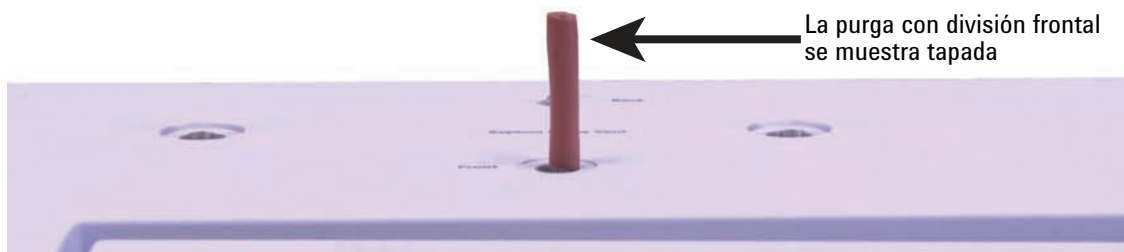
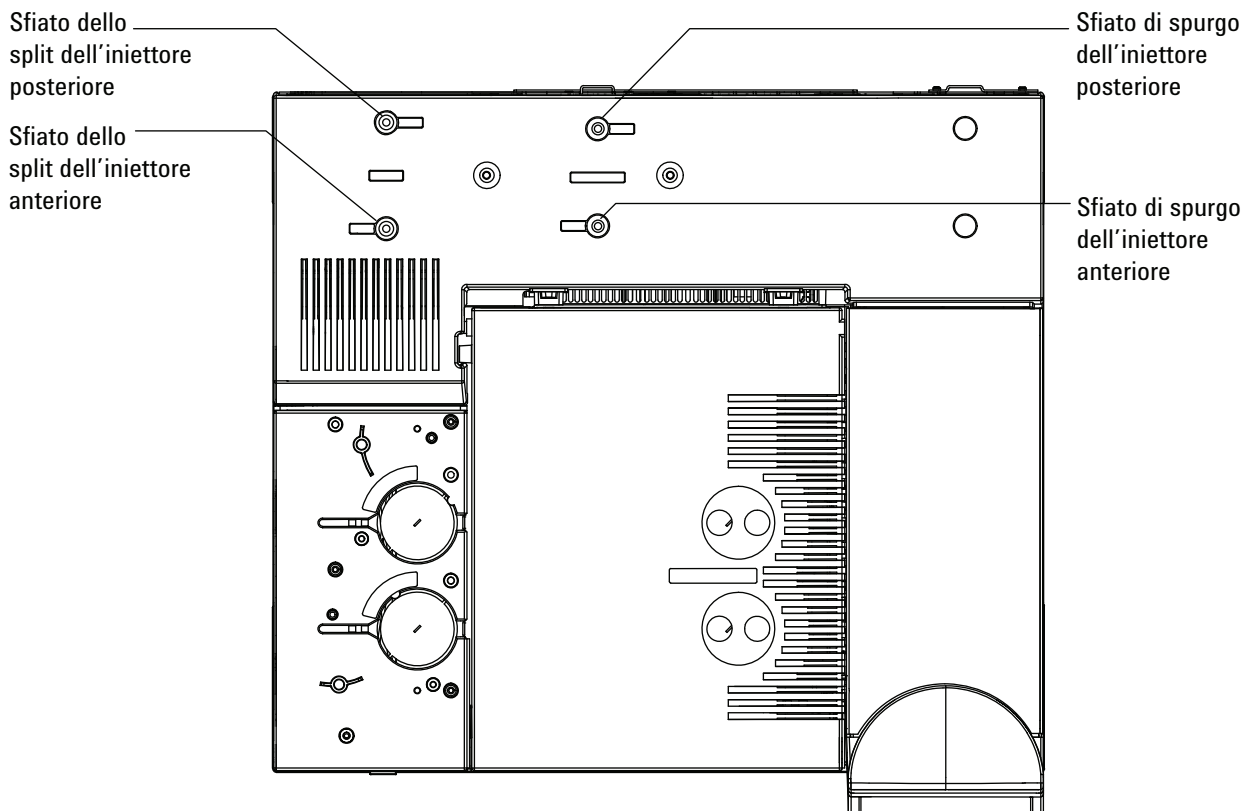
Se si è certi della presenza di una perdita, controllare prima i raccordi dell'iniettore accessibili dall'esterno, soprattutto i collegamenti sottoposti a recente manutenzione, come dado del setto, adattatore della colonna, collegamento della colonna ecc. Vedere "[Verifica delle perdite esterne](#)".

Per eseguire il controllo delle perdite basato sul test a decadimento della pressione descritto di seguito, è necessario rimuovere la colonna e tappare il raccordo della colonna dell'iniettore. Con il seguente test è possibile/non è possibile individuare i seguenti tipi di perdite:

Il test individua le perdite su:	Il test non individua le perdite su:
setto	raccordo della colonna
dado del setto o torretta di raffreddamento	raccordi di erogazione del gas al modulo di flusso
guarnizioni all'interno del tubo tra il modulo di flusso dell'iniettore e il corpo iniettore	
corpo iniettore	

- 1 Predisporre i seguenti elementi (vedere [Materiali di consumo e parti di ricambio dell'iniettore COC](#)):
 - Ferrula priva di foro
 - Chiave da 1/4"
 - Guanti resistenti al calore (se l'iniettore è caldo)
 - Dado della colonna
 - Setto nuovo
 - Presa del rivelatore ECD/TCD (codice prodotto 5060-9055)
- 2 Caricare il [metodo di manutenzione dell'iniettore](#) e attendere che il GC sia pronto.
- 3 Rimuovere la colonna se installata.
- 4 Inserire il raccordo della colonna con un dado colonna e una ghiera senza foro.
- 5 Rimuovere il vecchio setto e sostituirlo con quello nuovo. Vedere [Cambio di un setto sull'iniettore COC](#).
- 6 Impostare un valore di regolazione della pressione su 25 psi (172 kPa). Controllare che la pressione erogata al GC sia di almeno 10 psi (70 kPa) superiore alla pressione dell'iniettore.
- 7 Attendere 5 minuti affinché la pressione di stabilizzi. Se non è possibile raggiungere la pressione significa che è presente una perdita importante o che la pressione di erogazione è troppo bassa.
- 8 Impostare il flusso **Septum purge** su 3,0 mL/min.
- 9 Consentire alla pressione dell'iniettore di stabilizzarsi. Le variazioni di temperatura possono invalidare il test.

- 10 Chiudere il raccordo di spurgo del setto con la presa del rivelatore ECD/TCD.



- 11 Dalla tastiera, premere **[Service Mode]**. Selezionare **Diagnostics > Front or Back Inlet > Pneumatics Control > Septum Purge control**.
- 12 Scorrere fino a **Constant duty cycle** e immettere **50**. Attendere 10 secondi.
- 13 Premere **[Front or Back Inlet]**. Scorrere fino a **Pressure** e premere **Off/No**.
- 14 Spegner rapidamente la fornitura del gas di trasporto alla sorgente, se possibile. L'obiettivo è impedire che la pressione residua nei tubi di erogazione perda *nel* sistema chiuso, causando un aumento della pressione e perdite mascherate.

(questo tipo di perdita nel modulo EPC non compromette generalmente le analisi). Se la configurazione non riguarda le valvole di arresto del GC, o se il cambio della pressione della sorgente non è fattibile, saltare questo passo. Se il volume nel tubo che porta al GC è piuttosto consistente, considerare la possibilità di perdite *nel* sistema quando si prendono in esame i risultati del test.

- 15** Monitorare la pressione per 10 minuti. Utilizzare il timer premendo **[Time]** ed **[Enter]**.

Un calo di pressione inferiore a 1,0 psig (0,1 psi/min o meno; 6,9 kPa o 0,69 kPa/min) è considerato accettabile.

Se la pressione scende più rapidamente di quanto ritenuto accettabile, vedere [“Correzione delle perdite nell'iniettore on-column a freddo”](#). Ripetere il test.

- 16** Dopo che l'iniettore ha superato il test, ripristinare il GC alle sue normali condizioni di esercizio.
- Ripristinare la pressione della sorgente.
 - Rimuovere eventuali tappi.
 - Installare nuovamente la colonna.
 - Ripristinare la corretta configurazione della colonna.
 - Caricare il metodo di esercizio.

Correzione delle perdite nell'iniettore on-column a freddo

Se l'iniettore non supera il test a decadimento della pressione, controllare quanto segue:

- Controllare i tappi utilizzati nel test e verificare che siano installati correttamente e ben serrati.
- Se è stato eseguito un controllo delle perdite dopo un intervento di manutenzione, controllare che i pezzi interessati dalla manutenzione siano stati installati correttamente.
- Controllare la tenuta del dado del setto o del gruppo torretta di raffreddamento. Vedere [Cambio di un dado del setto o una torretta di raffreddamento in un iniettore COC](#).
- Controllare il setto. Sostituirlo se vecchio o danneggiato.
- Controllare che la temperatura dell'iniettore si mantenga costante durante il test.

Se questi elementi non risolvono il problema, contattare Agilent per richiedere assistenza.

7 Verifica dell'eventuale presenza di perdite



8

Operazioni di risoluzione dei problemi

Misurazione del flusso di una colonna	144
Misurazione del flusso di scarico di uno split o di spurgo di un setto	148
Misurazione del flusso di un rivelatore	149
Autotest del GC	154
Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di sfiato dello split	155
Controllo del sifone dell'iniettore	158
Esecuzione di un test di strozzatura dello sfiato dello split del SS	160
Verifica dell'eventuale contaminazione di una linea di sfiato dello split	161
Regolazione dell'offset di accensione del FID	163
Verifica dell'accensione della fiamma del FID	164
Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione	165
Misurazione della corrente di dispersione del FID	166
Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID	167
Isolamento della causa del rumore del FID	168
Misurazione della corrente di dispersione del NPD	169
Verifica di un ugello ostruito del FID	170
Verifica di un ugello ostruito del NPD	171
Verifica dell'accensione dell'elemento attivo del NPD	172
Verifica dell'accensione della fiamma dell'FPD	173
Regolazione dell'offset di accensione dell'FPD	174
Quando sostituire i purificatori di gas	175
Come ignorare lo stato di pronto del dispositivo	176
Utilizzo del cronometro	177



Misurazione del flusso di una colonna

Misurazione del flusso della colonna di FID, TCD, μ ECD e FPD

La procedura seguente può essere utilizzata per misurare il flusso di colonne con FID, TCD, μ ECD e FPD.

AVVERTENZA

L'idrogeno (H_2) è infiammabile e rappresenta un rischio di esplosione se miscelato con aria in uno spazio chiuso (ad esempio un flussometro). Spurgare i flussometri con gas inerte a seconda delle proprie esigenze. Misurare sempre i gas individualmente. Spegnerne sempre i rivelatori per evitare l'autoaccensione di fiamma/elemento attivo.

AVVERTENZA

Attenzione! Il rivelatore può essere caldo e produrre ustioni. Se il rivelatore è caldo, indossare guanti resistenti al calore per proteggere le mani.

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Tubo adattatore del flussometro appropriato (contenuto nel kit GC in dotazione)
 - Flussometro elettronico tarato per le velocità di gas e flusso desiderate
- 2 Disattivare il rivelatore.
- 3 Disattivare i flussi del rivelatore.
- 4 Collegare l'adattatore appropriato allo scarico del rivelatore.

NOTA

I diametri del tubo del flussometro variano a seconda del modello; modificare l'adattatore in base ai tubi del flussometro a seconda delle necessità.

Un tubo in gomma per adattatore 1/8" viene collegato direttamente allo scarico di un rivelatore μ ECD o TCD.



Per il FID viene fornito un adattatore a parte (19301-60660). Inserire l'adattatore nello scarico del rivelatore, il più a fondo possibile. Quando la guarnizione O-ring dell'adattatore viene spinta nello scarico del rivelatore, si incontra resistenza. Ruotare e spingere l'adattatore durante l'inserimento per garantire una buona tenuta.



Per l'FPD, rimuovere il tubo di plastica dallo scarico dell'FPD e collegare il flussometro direttamente al tubo di scarico dell'FPD. Se necessario, utilizzare un adattatore per tubo da 1/4" tra lo scarico del rivelatore e il tubo del flussometro.



- 5 Collegare il flussometro all'adattatore per flussometro per misurare le portate.

Misurazione del flusso della colonna NPD

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Adattatore per flussometro NPD (G1534-60640)



- Inserto di misurazione del flusso (19301-60660)
 - Flussometro elettronico tarato per le velocità di gas e flusso desiderate
- 2 Impostare la tensione dell'elemento attivo su 0,0 V.
 - 3 Raffreddare il rivelatore NPD fino a 100 °C.

AVVERTENZA

Attenzione! Il rivelatore può essere caldo e produrre ustioni. Se il rivelatore è caldo, indossare guanti resistenti al calore per proteggere le mani.

- 4 [Rimuovere l'elemento attivo](#) e riporlo in un luogo sicuro fino alla reinstallazione.
- 5 Inserire l'adattatore per flussometro NPD nel collettore NPD.

- 6 Collegare l'inserto di misurazione del flusso all'adattatore per flussometro NPD.



- 7 Posizionare il tubo del flussometro sopra l'inserto di misurazione del flusso per iniziare la misurazione dei flussi.

Misurazione del flusso di scarico di uno split o di spurgo di un setto

Tenere presente che il gascromatografo riporta che i flussi sono calibrati a 25 °C e 1 atmosfera. Correggere i risultati del flussometro di conseguenza.

AVVERTENZA

L'idrogeno (H₂) è infiammabile e rappresenta un rischio di esplosione se miscelato con aria in uno spazio chiuso (ad esempio un flussometro). Spurgare i flussometri con gas inerte a seconda delle proprie esigenze. Misurare sempre i gas individualmente. Spegnerne sempre i rivelatori per evitare l'autoaccensione di fiamma/elemento attivo.

I flussi di spurgo del setto e di sfiato dello split fuoriescono attraverso il modulo pneumatico nella parte superiore del retro del GC. Vedere la figura riportata di seguito.

Per misurare i flussi di scarico dello split o di spurgo del setto, collegare il flussometro al tubo appropriato. Rimuovere il coperchio pneumatico del GC per accedere agli scarichi dell'iniettore posteriore.

- Lo sfiato dello split è provvisto di un raccordo filettato Swagelok da 1/8". Creare e utilizzare un adattatore per tubo 1/8 (come mostrato sotto) per convertire il raccordo filettato 1/8 in un tubo 1/8". Questo previene eventuali perdite lungo la filettatura del tubo in gomma del flussometro, che potrebbero causare una fuoriuscita e una lettura non corretta del flusso.



- Il tubo dello spurgo del setto misura 1/8". Utilizzare l'adattatore in gomma rosso mostrato in figura per misurare i flussi.

Misurazione del flusso di un rivelatore

I rivelatori, e in particolare i rivelatori a fiamma, possono richiedere misurazioni del flusso precise per funzionare correttamente. Flussi errati sono causati da:

- Strozzature nella linea di erogazione, che causano un messaggio **Not Ready** sul display del gascromatografo (tutti i rivelatori)
- Perdite nella colonna o nel raccordo dell'adattatore della colonna (tutti i rivelatori)
- Un ugello ostruito ([FID](#), [NPD](#)).
- Perdita nella camera di combustione, nella tenuta della finestra o nella tenuta dell'accenditore (FPD)
- Un sensore di pressione che deve essere azzerato (Vedere [Azzeramento del sensore di pressione del modulo EPC o EPR.](#))
- Una valvola EPC or EPR che non funziona correttamente.

Per isolare il problema, confrontare il flusso di **un canale del gas** con la portata effettiva.

Misurazione dei flussi di FID, TCD, μ ECD e FPD

AVVERTENZA

L'idrogeno (H_2) è infiammabile e rappresenta un rischio di esplosione se miscelato con aria in uno spazio chiuso (ad esempio un flussometro). Spurgare i flussometri con gas inerte a seconda delle proprie esigenze. Misurare sempre i gas individualmente. Spegnerne sempre i rivelatori per evitare l'autoaccensione di fiamma/elemento attivo.

1 Predisporre i seguenti elementi:

- Tubo adattatore del flussometro appropriato (contenuto nel kit GC in dotazione)
- Flussometro elettronico tarato per le velocità di gas e flusso desiderate

ATTENZIONE

Per evitare di danneggiare la colonna, raffreddare il forno prima di disattivare il flusso della colonna.

- 2 Impostare la temperatura del forno a temperatura ambiente (35 °C).
- 3 Disattivare il flusso e la pressione della colonna.
- 4 Disattivare tutti i gas del rivelatore.
- 5 Spegnere (se applicabile) la fiamma del rivelatore FID, la fiamma del rivelatore FPD e il filamento del rivelatore TCD.
- 6 Raffreddare il rivelatore.
- 7 Collegare l'adattatore appropriato allo scarico del rivelatore.

NOTA

I diametri del tubo del flussometro variano a seconda del modello; modificare l'adattatore in base ai tubi del flussometro a seconda delle necessità.

Un tubo in gomma per adattatore viene collegato direttamente allo scarico di un rivelatore μ ECD o TCD.



Per il FID viene fornito un adattatore a parte (19301-60660). Inserire l'adattatore nello scarico del rivelatore, il più a fondo possibile. Quando la guarnizione O-ring dell'adattatore viene spinta nello scarico del rivelatore, si incontra resistenza. Ruotare e spingere l'adattatore durante l'inserimento per garantire una buona tenuta.



Per l'FPD, rimuovere il tubo di plastica dallo scarico dell'FPD e collegare il flussometro direttamente al tubo di scarico dell'FPD. Se necessario, utilizzare un adattatore per tubo da 1/4" tra lo scarico del rivelatore e il tubo del flussometro.



- 8 Collegare il flussometro all'adattatore del flussometro.
- 9 Misurare la portata reale di ciascun gas, uno alla volta.

Misurazione dei flussi NPD

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Adattatore per flussometro NPD (G1534-60640)



- Inserto di misurazione del flusso (19301-60660)
 - Flussometro elettronico tarato per le velocità di gas e flusso desiderate
- 2 Impostare la tensione dell'elemento attivo su 0,0 V.
 - 3 Raffreddare il rivelatore NPD fino a 100 °C.

AVVERTENZA

Attenzione! Il rivelatore può essere caldo e produrre ustioni. Se il rivelatore è caldo, indossare guanti resistenti al calore per proteggere le mani.

- 4 [Rimuovere l'elemento attivo](#) e riporlo in un luogo sicuro fino alla reinstallazione.
- 5 Inserire l'adattatore per flussometro NPD nel collettore NPD.

- 6 Collegare l'inserto di misurazione del flusso all'adattatore per flussometro NPD.



- 7 Posizionare il tubo del flussometro sopra l'inserto di misurazione del flusso per iniziare la misurazione dei flussi.

Autotest del GC

- 1** Spegnere il GC.
- 2** Attendere un minuto, quindi riaccendere il GC. Se viene visualizzata la schermata principale relativa allo stato del GC, l'autotest del GC è stato superato.

Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di sfiato dello split

Agilent fornisce un test integrato che consente di misurare la contropressione della trappola e della linea di scarico dello split per iniettori split/splitless. Il test misura la pressione che si sviluppa lungo il percorso del flusso di sfiato dello split ad una data portata selezionata dall'utente. La portata può basarsi sul valore di regolazione **Split flow** oppure sui 400 ml/min predefiniti che Agilent utilizza per mettere a confronto valori "tipici".

Se il test viene eseguito su un sistema pulito, è possibile definire una linea di base per la contropressione prevista nella linea di sfiato dello split. Il test può inoltre essere eseguito periodicamente per determinare se sostituire o meno il sifone ed evitare che il cromatografo venga danneggiato.

La pressione misurata dal test varia in base ai seguenti fattori:

- Liner installato
- Portata utilizzata

Il valore misurato può quindi variare a seconda dei valori impostati e del GC in uso.

Il test controlla:

- Strozzatura nel liner
- Contaminazioni sul dispositivo di tenuta d'oro (solo sull'iniettore split/splitless)
- Strozture nella linea di sfiato dello split, ad esempio contaminazione di condensa del campione nella linea e nel sifone dello sfiato dello split

Il test può essere utilizzato anche per verificare l'utilizzo del hardware installato. Per avviare il test, utilizzare i valori di regolazione del metodo e l'hardware. Se la pressione misurata si avvicina a quella richiesta per la mandata di colonna significa che anche la minima strozzatura nella linea dello sfiato dello split potrebbe interrompere il funzionamento del GC. Si può quindi scegliere se installare un liner differente oppure regolare il metodo. (Con i liner splitless, provare innanzitutto a reinstallare il liner. I liner splitless creano una contropressione superiore rispetto a quelli split. Pertanto un semplice cambio di orientamento può fare la differenza con le basse pressioni.)

Impostazione di un limite di attenzione per il controllo del sifone dell'iniettore

Utilizzare il controllo del sifone dell'iniettore per monitorare il sifone dello scarico dello split:

- 1 Se il sifone di sfiato dello split esistente è stato utilizzato per molte iniezioni di campioni, sostituirlo. Assicurarsi che il GC sia pulito:
 - Se necessario, sostituire l'hardware dell'iniettore.
 - Controllare che la linea di sfiato dello split non sia contaminata o presenti strozzature.
- 2 Eseguire il controllo del sifone dell'iniettore. Vedere ["Controllo del sifone dell'iniettore"](#).
- 3 Prendere nota della pressione. Questo valore si riferisce alla contropressione prevista per un sistema privo di errori con il liner installato.
- 4 Determinare un limite reale per la contropressione dello sfiato dello split.

Utilizzare il GC come d'abitudine. Rieseguire periodicamente il controllo del sifone dell'iniettore. Potrebbe essere necessario modificare il sifone di sfiato dello split se:

- Il cromatografo presenta errori dovuti a ostruzioni nello scarico dello split, di solito una scarsa ripetibilità dell'aria in modalità split, oppure
- La pressione emersa dal test si avvicina o supera il valore di regolazione della pressione di mandata di colonna del metodo.

Controllare il sifone dell'iniettore e prendere nota della pressione. Sostituire il sifone di sfiato dello split.

- 5 È inoltre possibile impostare un limite e un comportamento di allerta.

Ora che si conosce il momento in cui sostituire il sifone, è possibile stabilire uno o due limiti nel test. Utilizzare i due limiti per configurare l'indicatore di intervento (Service Due) oppure per impostare il GC nella condizione di non pronto. I due limiti sono i seguenti:

- **Warning if pressure check:** se la pressione misurata supera il limite, l'indicatore di intervento (Service Due) si accende.
- **Fault if pressure check:** se la pressione supera il limite, è necessario forzare il GC nella condizione di non pronto.

Per impostare il limite di attenzione:

- a Premere [**Service Mode**], scorrere a **Front inlet trap check** o a **Back inlet trap check**, poi premere [**Enter**].
- b Scorrere fino al limite che si intende impostare.
- c Immettere un limite utilizzando il tastierino, quindi premere [**Enter**].

(Per disattivare un limite di attenzione, selezionarlo e poi premere [**Off/No**].)

Il test è stato configurato.

- 6 Rieseguire il test periodicamente. Se non si riesce ad eseguire il test, sostituire il sifone di sfiato dello split.

Per annullare la condizione di non pronto o spegnere l'indicatore Service Due:

- 1 Premere [**Service Mode**], scorrere a **Front inlet trap check** o a **Back inlet trap check**, poi premere [**Enter**].
- 2 Scorrere fino a **Reset the test results?** e premere [**On/Yes**].

Disattivazione di un limite di attenzione per il controllo del sifone dell'iniettore

- 1 Premere [**Service Mode**], scorrere fino a **Front inlet trap check** o **Back inlet trap check**, poi premere [**Enter**].
- 2 Scorrere fino al limite di attenzione e premere [**Off/No**].

Controllo del sifone dell'iniettore

Dal tastierino software (telecomando):

- 1 Premere [**Service Mode**], scorrere fino a **Front inlet trap check** o **Back inlet trap check**, poi premere [**Enter**]. Sarà visualizzato un testo simile al seguente [Figura 5](#):

```

      FRONT INLET TRAP CHECK
Inlet Pressure      5.471 psi<
Test Inlet          (ON to Start)
Test flow rate      400mL/min
Warning if pressure check OFF
Fault if pressure check  OFF
      Last test results
      Tue Oct 20 16:07 2009
Test pressure OK:      4.8
Reset the test results? (yes)

```

Figura 5 Esempio di controllo del sifone dell'iniettore anteriore. Si presume che sia già stato eseguito un test. Scorrere per leggere tutte le righe del testo.

- 2 Scorrere fino a **Test flow rate** e immettere una portata. Per questo test si utilizza generalmente una portata di 400 mL/min per gas di trasporto elio o idrogeno, oppure 150 mL/min per gas di trasporto azoto. Si possono tuttavia scegliere altri valori più appropriati al caso.
- 3 Scorrere fino a **Test Inlet** e premere [**On/Yes**] per avviare il test.
- 4 Attendere che la pressione si stabilizzi. Quando è stabile, la linea del display **Test Inlet** cambia in **Test pressure OK x.xx**, dove x.xx è la pressione attuale.

Se l'iniettore non raggiunge il valore di regolazione del test, controllare che non vi siano perdite (su iniettore, sifone di sfiato dello split o linea dello scarico dello split) o che la pressione del gas non sia bassa.

- 5 Annotare il valore **Inlet Pressure**. Se la pressione misurata supera i limiti stabiliti, il GC risponderà di conseguenza. Vedere ["Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di sfiato dello split"](#).

Se la pressione di un liner splitless sembra eccessivamente alta per uno sistema esente da errori, provare a reinstallare il liner.

Se la pressione su un sistema esente da errori rientra negli intervalli, ma è prossima alla pressione operativa del metodo, valutare l'ipotesi di apportare modifica al hardware o al metodo. Vedere anche [Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split.](#)

- 6 Premere **[Off/No]** per interrompere il test.

NOTA

I risultati dei test più recenti vengono visualizzati in basso. Scorrere per leggerli.

Per annullare una condizione di non pronto o disattivare l'indicatore di intervento necessario, scorrere fino a **Reset the test results?** e premere **[On/Yes]**.

Esecuzione di un test di strozzatura dello sfiato dello split del SS

Utilizzare il test di strozzatura dello scarico dello split in Agilent Instrument Utilities per determinare se vi sia una strozzatura anomala nel percorso del flusso di sfiato dello split. Avviare il software, selezionare il GC ed eseguire il test per l'iniettore

Se il test non riesce:

- Tenere conto del liner utilizzato. Agilent [consiglia](#) un liner a bassa caduta di pressione per le analisi split, codice 5183-4647.
- [Sostituire](#) il filtro della trappola di scarico dello split.
- Verificare e [sostituire](#) la tenuta d'oro. Se non si utilizza il liner a bassa caduta di pressione, valutare l'installazione di una tenuta d'oro per alta portata, codice 5182-9652.

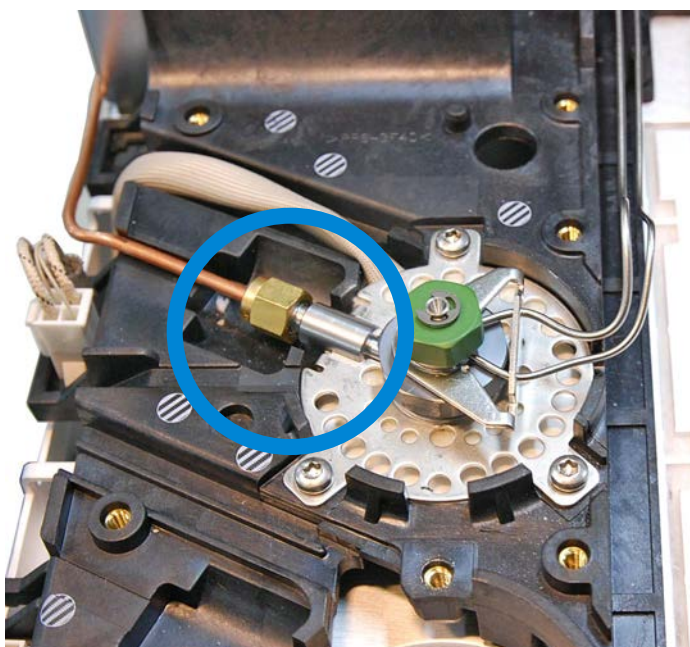
Se il problema persiste, richiedere l'assistenza di Agilent.

Verifica dell'eventuale contaminazione di una linea di sfiato dello split

AVVERTENZA

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

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Chiave da 7/16"
 - Guanti resistenti al calore se l'iniettore è caldo
 - Spazzole di pulizia
- 2 Allentare il dado Swagelok da 1/8" che sigilla la linea di sfiato dello split in rame alla porta di iniezione.



- 3 Controllare la presenza di condensa del campione nella linea split in rame da 1/8 di pollice. Lavare o sostituire la linea di sfiato dello split in rame.
- 4 Rimuovere la testa con setto.
- 5 Controllare la presenza di ostruzioni nel raccordo del tubo split nella saldatura dell'involucro. Pulire il tubo split utilizzando una spazzola e solvente adatto.

- 6 Rimontare l'iniettore split/splitless ed eseguire i test di strozzatura dello sfiato dello split per verificare le strozzature nel percorso del flusso di sfiato dello split. Se l'iniettore ancora non funziona correttamente, presumere la contaminazione o difetti del modulo di flusso.

Regolazione dell'offset di accensione del FID

Per regolare il valore **Lit offset del FID**:

- 1 Premere **[Config]**.
- 2 Scorrere fino a **Front detector** o **Back detector** (seconda di dove è installato il rivelatore) e premere **[Enter]**.
- 3 Scorrere fino a **Lit offset**. on la **Lit offset** evidenziata, inserire il nuovo parametro per il rivelatore e premere **[Enter]**.
- 4 Il valore dell'offset di accensione dovrebbe essere $< 2,0$ pA o inferiore alla normale uscita del FID acceso.

Verifica dell'accensione della fiamma del FID

Per verificare che la fiamma del FID sia accesa, posizionare uno specchio o una superficie riflettente sopra lo scarico del collettore. Una condensa stabile indica che la fiamma è accesa.

L'uscita normale del FID è compresa tra 5,0 e 20,0 pA quando il rivelatore è acceso ed è < 2,0 pA quando il rivelatore è spento.

Se la fiamma non si accende, procedere come segue:

- Verificare che la temperatura del rivelatore sia maggiore di 150 °C. Agilent consiglia di utilizzare il FID ≥ 300 °C.
- Verificare il corretto funzionamento dei flussi del rivelatore.
- Verificare se l'ugello presenta contaminazione.
- Accertarsi che l'ugello sia installato correttamente.
- Cercare eventuali perdite nelle connessioni della colonna.

Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione

AVVERTENZA

Durante questa operazione, tenere tutte le parti del corpo a distanza di sicurezza dal camino del FID. Se si utilizza l'idrogeno, la fiamma del FID non sarà visibile.

- 1 Togliere il pannello superiore del rivelatore.
- 2 Accendere la fiamma del FID su **On**.
- 3 Osservare la candela dell'accenditore attraverso il camino del FID. Durante la sequenza di accensione, il foro dovrebbe diventare incandescente.

Misurazione della corrente di dispersione del FID

- 1 Caricare il metodo analitico.
 - Controllare che i flussi siano adatti all'accensione.
 - Riscaldare il rivelatore fino alla temperatura di funzionamento oppure a 300 °C.
- 2 Spegnerne la fiamma del FID.
- 3 Premere **[Front Det]** o **[Back Det]**, quindi scorrere a **Output**.
- 4 Controllare che l'uscita sia stabile e < 1.0 pA.

Se l'uscita è instabile o > 1.0 pA, spegnere il GC e controllare che le parti superiori del FID siano state montate correttamente e non siano state contaminate. Se la contaminazione è limitata al rivelatore, degassare il [FID](#).

- 5 Accendere la fiamma.

Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID

- 1 Con la colonna installata, caricare il metodo di prova.
- 2 Impostare la temperatura del forno a 35 °C.
- 3 Premere [**Front Det**] o [**Back Det**], quindi scorrere a **Output**.
- 4 Quando la fiamma è accesa e il GC è pronto, controllare che l'uscita sia stabile e < 20 pA (l'operazione può richiedere tempo).
- 5 Se l'uscita non è stabile o > 20 pA, il sistema o il gas può essere contaminato. If this contamination is isolated to the detector, [bakeout the FID](#).

Isolamento della causa del rumore del FID

Il rumore del FID dipende da fattori meccanici, elettrici e chimici. Il rumore FID può essere un parametro soggettivo. Il rumore nella linea di base del FID spesso è percepito in base allo storico di un dato rivelatore o al confronto con un altro rivelatore presente in laboratorio. Per una corretta diagnosi del rumore è importante valutare il rumore del rivelatore in condizioni documentate rispetto a uno standard noto. Per informazioni più dettagliate sul rumore, vedere [Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base](#).

Prima di risolvere i problemi nel rivelatore, eseguire un test del rumore utilizzando il sistema dati Agilent. Se il rivelatore non supera il test del rumore, risolvere la causa come descritto di seguito.

Isolamento della causa del rumore del FID:

- 1 Se il test del rumore ha esito negativo, rimuovere la colonna e rivalutare il rumore del rivelatore con il FID tappato e ri-acceso, utilizzando solo gas rivelatori H₂/aria e di makeup. Se il test ha esito positivo, presumere la contaminazione della colonna / gas di trasporto.
- 2 Se il test del rumore ha esito negativo senza colonna installata, ripetere il test del rumore con solo H₂ e aria, impostando la portata di makeup su "Off". Se il test ha esito positivo, presumere la contaminazione del gas di makeup.
- 3 Se il test della corrente di dispersione viene superato, presumere la contaminazione di un ugello o delle mandate di H₂ o del gas rivelatore di aria (gas, tubazioni, sifoni) soprattutto se lo sfondo del rivelatore quando acceso è > 20 pA.

Misurazione della corrente di dispersione del NPD

- 1 Caricare il metodo analitico.
- 2 Impostare **NPD Adjust Offset** su **Off** e **Bead Voltage** su **0,00 V**.
 - Lasciare NPD alla temperatura operativa.
 - Lasciare i flussi attivi o inattivi.
- 3 Premere [**Front Det**] o [**Back Det**], quindi scorrere a **Output**.
- 4 Controllare che l'uscita (corrente di dispersione) sia stabile e $< 1.0 \text{ pA}$.
- 5 L'uscita dovrebbe scendere lentamente verso 0.0 pA e dovrebbe stabilizzarsi nell'ordine dei decimi di picoampere. Una corrente $> 2,0 \text{ pA}$ indica la presenza di un problema.

Verifica di un ugello ostruito del FID

La causa più comune dei problemi di accensione del FID è un ugello ostruito o parzialmente ostruito. Se l'ugello non è completamente ostruito e la fiamma si accende ancora, un sintomo secondario è l'allungamento dei tempi di ritenzione del picco. L'ostruzione degli ugelli è più comune con colonne a pellicola spessa / a spurgo elevato o colonne per impaccata e applicazioni ad alte temperature. Si consiglia di far funzionare il forno della colonna entro i limiti di temperatura della colonna e di far funzionare il FID a una temperatura di almeno 20 °C maggiore della temperatura massima del forno nel metodo GC. Se l'ugello FID si sta ostruendo, i flussi di trasporto effettivo H₂, di makeup e capillare saranno inferiori ai valori indicati dal GC.

Verifica di un ugello ostruito del FID:

- 1 Lasciare la colonna installata nel FID. Se già rimosso, chiudere il raccordo della colonna del rivelatore nel forno. (Lasciando la colonna installata si può determinare se la colonna è installata troppo in alto nell'ugello, con conseguente ostruzione dell'orifizio.)
- 2 Impostare il flusso di makeup su "Off". Confermare una lettura sul display del GC di 0,0 ml/min per il flusso di makeup effettivo.
- 3 Impostare il flusso di idrogeno su 75 ml/minuto (aumentare la pressione di erogazione H₂ secondo necessità per raggiungere questa impostazione di portata.)
- 4 Monitorare la lettura "Actual" del flusso di makeup

Se il flusso di makeup indica un valore superiore a 1,0 ml/min, ciò indica che l'ugello è ostruito o parzialmente ostruito; la pressione arretra dal canale H₂ al canale di makeup del sistema EPC o EPR, causando una falsa indicazione di flusso sul canale di makeup.

In alternativa, rimuovere l'ugello dall'alloggiamento e osservarlo bene illuminato. Verificare se i fori dell'ugello presentano contaminazione. Se ostruito, [sostituire](#) l'ugello.

Verifica di un ugello ostruito del NPD

Il modulo EPC del rivelatore controlla il flusso mantenendo una pressione gas calibrata rispetto a uno strozzatura fissa. Un ugello ostruito causerà letture errare del flusso.

Per verificare la presenza di un ugello ostruito del NPD, misurare i flussi effettivi di idrogeno e di makeup. (vedere [Misurazione dei flussi NPD](#)). Se i flussi sono inferiori ai valori indicati [sostituire l'ugello](#).

Verifica dell'accensione dell'elemento attivo del NPD

AVVERTENZA

Emissioni calde! Lo scarico del rivelatore è molto caldo e può causare ustioni.

Per verificare che l'elemento attivo sia acceso, controllare che l'elemento attivo sia di colore arancio incandescente attraverso l'apertura dello sfiato sul coperchio del rivelatore.

L'uscita di NPD è selezionata dall'operatore come parte del processo di regolazione dello scarto ed è generalmente compresa tra 5,0 e 50,0 pA.

Verifica dell'accensione della fiamma dell'FPD

Per verificare che la fiamma dell'FPD sia accesa:

- 1 Togliere il tubo in gomma per lo spurgo della condensa dallo sfiato del rivelatore.
- 2 Posizionare uno specchio o una superficie riflettente accanto al tubo di scarico in alluminio. Una condensa stabile indica che la fiamma è accesa.

Regolazione dell'offset di accensione dell'FPD

Per regolare il valore **Lit offset** del FPD:

- 1 Premere [**Config**].
- 2 Scorrere fino a **Front detector** o **Back detector** seconda di dove è installato il rivelatore) e premere [**Enter**].
- 3 Scorrere fino a **Lit offset**. on la riga **Lit offset** evidenziata, inserire il nuovo parametro per FPD (valore normale 2,0 pA) e premere [**Enter**].

Quando sostituire i purificatori di gas

Agilent consiglia vivamente di utilizzare sifoni di purificazione nei tubi del gas per evitare che le impurità entrino nel sistema GC contaminandolo o danneggiando la colonna. Alcuni sifoni sono specifici per la rimozione di ossigeno, umidità, o idrocarburi, mentre i sifoni combinati permettono di rimuovere tutti questi contaminanti.

Il modo migliore per sapere quando è il momento di sostituire un sifone consiste nell'utilizzare un sifone indicatore, che deve essere posizionato dopo un sifone ad alta capacità. Agilent consiglia di utilizzare sifoni indicatori di vetro, come il sistema Gas Clean Filter, i cui tubi trasparenti mostrano un netto cambiamento di colore in risposta alla contaminazione. Questo cambiamento di colore indica all'analista che è il momento di sostituire i sifoni.

Se non si utilizzano sifoni indicatori sono utilizzati, si consiglia di seguire le raccomandazioni del produttore riguardanti la frequenza di sostituzione. In genere il produttore indica il numero di bombole di gas che è possibile purificare con un determinato sifone. Se desiderato, è possibile stimare quando sostituire il sifone eseguendo un calcolo approssimativo. Ad esempio: si dispone di un cilindro standard di dimensioni "K" con He al 99,995% di purezza, contenente 7.800 l di He. Supponendo l'ipotesi peggiore in cui il restante 0,005% sia tutto composto da ossigeno, si dovrebbero avere 39 ml, o circa 56 mg di O₂ nel serbatoio. Il sifone per ossigeno Agilent OT3, per esempio, ha una capacità di 600 mg di O₂. Di conseguenza, è necessario sostituire il sifone OT3 ogni 10 cilindri. Questa è solo una stima approssimativa; è consigliabile sostituire i sifoni prematuramente piuttosto che tardivamente.

Come ignorare lo stato di pronto del dispositivo

Per impostazione predefinita, il GC controlla lo stato di tutti i dispositivi configurati (iniettori, rivelatori, riscaldatori per il comparto delle valvole, valvole, riscaldatore del forno, moduli EPC o EPR, ecc.) e assume la condizione di pronto quando ciascun dispositivo raggiunge il valore di regolazione. Se il GC rileva un problema in uno dei dispositivi, il GC non assume la condizione di pronto oppure si spegne automaticamente in maniera preventiva, per non costituire un pericolo. Tuttavia in alcune circostanze può essere utile che si passi comunque allo stato di pronto senza impedire l'avvio del dispositivo, ad esempio quando il riscaldatore di un iniettore o di un rivelatore è difettoso. Solitamente, questo tipo di problema non consente al GC di assumere la condizione di pronto e di avviare l'analisi. Tuttavia, è possibile impostare il GC in modo tale che ignori il problema così da poter utilizzare l'altro iniettore o rivelatore fino ad avvenuta riparazione.

Non è possibile però ignorare lo stato di tutti i dispositivi. Si può ignorare lo stato di pronto di iniettori, rivelatori, moduli EPC o EPR o del forno. Lo stato di pronto di altri dispositivi e componenti non può essere ignorato. È il caso dei dispositivi di iniezione quali valvole di commutazione o campionatore automatico per liquidi.

Per ignorare lo stato di un dispositivo:

- 1 Disattivare il riscaldatore e i flussi del gas del dispositivo ove applicabile (assicurarsi che non tale operazione non sia motivo di pericolo per la sicurezza).
- 2 Premere [**Config**], quindi selezionare l'elemento.
- 3 Scorrere fino a **Ignore Ready** e premere [**On/Yes**] per impostare il valore **True**.

Il GC può così essere utilizzato fino ad avvenuta riparazione del dispositivo.

ATTENZIONE

Non ignorare lo stato di pronto di un dispositivo in uso se il valore di regolazione deve essere necessariamente raggiunto.

Dopo aver riparato il dispositivo, ripristinare il valore su **Ignore Ready = False**. Altrimenti, lo stato di temperatura, flusso, pressione continuerà ad essere ignorato anche se si utilizza il dispositivo nel corso dell'analisi.

Per considerare lo stato di pronto di un dispositivo, impostare il valore **Ignore Ready** su **False**.

Utilizzo del cronometro

Nella modalità cronometro, vengono visualizzati sia il tempo (fino a 0,1 secondi) che il tempo reciproco (fino 0,01 min⁻¹). Utilizzare il cronometro per misurare i flussi con un flussometro a bolle.

- 1 Premere [**Time**] e scorrere fino alla riga time.
- 2 Premere [**Enter**] per avviare il cronometro.
- 3 Premere ancora [**Enter**] per fermarlo.
- 4 Premere [**Clear**] per azzerare.

È possibile accedere ad altre funzioni mentre il cronometro è in funzione. Premere ancora [**Time**] per visualizzare il cronometro.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Stampato negli USA, agosto 2016



G4350-94015