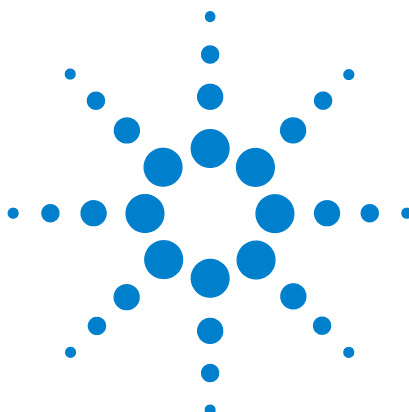




Cromatógrafo a Gás Agilent 7820A

Solução de problemas



Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2015

Nenhuma parte deste manual pode ser reproduzida de qualquer forma ou por qualquer meio (incluindo armazenamento eletrônico e recuperação ou tradução para um outro idioma) sem o consentimento prévio, por escrito, da Agilent Technologies, Inc. como regido pelas leis de direitos autorais dos EUA e de outros países.

Código do manual

G4350-99015

Edição

Quinta edição, agosto de 2016
Quarta edição, junho de 2015
Terceira edição, julho de 2011
Segunda edição, junho de 2010
Primeira edição, Março de 2007

Impresso na China

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

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

Garantia

O material deste documento é fornecido “como está” e está sujeito a alterações sem aviso prévio em edições futuras. Além disso, até onde permitido pelas leis vigentes, a Agilent se isenta de qualquer garantia, seja expressa ou implícita, relacionada a este manual e às informações aqui contidas, incluindo as garantias implícitas de comercialização e adequação a um propósito em particular, mas não se limitando a estas. A Agilent não deve ser responsabilizada por erros ou por danos incidentais ou consequentes relacionados ao suprimento, uso ou desempenho deste documento ou das informações aqui contidas. Caso a Agilent e o usuário tenham um outro acordo por escrito com termos de garantia que cubram o material deste documento e sejam conflitantes com estes termos, devem prevalecer os termos de garantia do acordo em separado.

Avisos de segurança

CUIDADO

CUIDADO indica perigo. Ele chama a atenção para um procedimento, prática ou algo semelhante que, se não forem corretamente realizados ou cumpridos, podem resultar em avarias no produto ou perda de dados importantes. Não prossiga após uma indicação de CUIDADO até que as condições indicadas sejam completamente compreendidas e atendidas.

AVISO

AVISO indica perigo. Ele chama a atenção para um procedimento, prática ou algo semelhante que, se não forem corretamente realizados ou cumpridos, podem resultar em ferimentos pessoais ou morte. Não prossiga após um AVISO até que as condições indicadas sejam completamente compreendidas e atendidas.

Índice

1 Conceitos e tarefas gerais

Conceitos	10
Como solucionar problemas usando esse manual	10
Teclado em software	10
Tecla [Status]	10
Condições de erro	11
Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados	12
Configuração do injetor e do detector	12
Configuração da coluna	12
Configuração do amostrador de líquidos automático	13
Configuração do gás	13
Para exibir o log de corridas e o log de eventos	14
Registro execução	14
Registro de eventos	14
Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent	15

2 Sintomas do ALS e do detector

Erros no êmbolo	18
Procedimento	18
Luz de alinhamento acesa na torre do amostrador do 7693A/7650A	19
A agulha da seringa entorta durante a injeção na entrada	20
O FID não passa no teste de corrente de fuga	21
Causas possíveis	21
Procedimento	21
O NPD falha no teste de vazamento de corrente	22
O FID falha no teste de linha de base	23
Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID	24
O FID não acende	25
O ignitor do FID não acende durante a sequência de ignição	27
Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do ignitor	28
O FPD não acende	29
Falha no processo de ajuste do offset do NPD	31
A Pérola do NPD não acende	32
A temperatura do FPD ⁺ não fica pronta	33

Desligamento do dispositivo (causado por falha) 34

3 Sintomas cromatográficos

Não é possível reproduzir os tempos de retenção 37

Não é possível reproduzir as áreas dos picos 38

Contaminação ou Carryover 39

Isole a origem 39

Verifique as causas possíveis – todas as combinações da entrada e do detector. 39

Picos maiores do que o esperado 42

Picos não exibidos/Sem picos 43

Aumento da Linha de Base Durante uma Programação de Temperatura do Forno 45

Baixa resolução de pico 46

Pico com Calda 47

Pico com cauda do NPD 49

Ponto de Ebulição do Pico ou Baixa Discriminação de Peso Molecular 50

Para todas as entradas operando no modo com divisor com qualquer detector 50

Para todas as entradas operando no modo sem divisor com qualquer detector 50

Decomposição de amostra no injetor/Picos ausentes 51

Pico frontal 52

Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base 53

Linha de base com ruído 53

Erraticidade e desvio da linha de base 56

Spikes na linha de base 57

Ruído e sensibilidade no detector de captura de elétron de microcélula (uECD) 59

Avaliação do sinal exibido 60

Sensibilidade 61

Contaminação (linha de base alta) 62

Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade) 63

Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID 64

A chama do FID se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente 66

Saída de linha de base do FID acima de 20 pA 68

Saída de linha de base do FID no máximo (~8 milhões) 69

A chama do FPD se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente	70
Quenching/Repetibilidade de FPD	71
A saída do FPD é muito alta ou muito baixa	72
Áreas de pico pequenas do FPD	73
Largura de pico grande do FPD em meia altura	74
Saída alta de linha de base do FPD, > 20 pA	75
Dissipação de solvente do NPD	76
Resposta baixa do NPD	77
Saída de linha de base do NPD > 8 milhões	78
O processo de ajuste do offset do NPD não funciona corretamente	79
Seletividade baixa do NPD	80
Picos negativos vistos com o TCD	81
A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal amortecido (linha de base oscilante)	82
Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda	83

4 Sintomas quando o GC não está pronto

O GC nunca fica pronto	86
O fluxo nunca está pronto	87
A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente	88
O forno nunca aquece	89
A temperatura nunca está pronta	90
Não é possível definir um fluxo ou pressão	91
Um gás não atinge o valor ajustado ou o fluxo ou a pressão do ponto de ajuste	92
Um gás excede o valor ajustado ou o ponto de ajuste de pressão ou o fluxo	93
O fluxo ou a pressão do injetor flutuam	94
Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em um injetor com divisor	95
O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido	96
O FID não acende	97
O ignitor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição	99

Os fluxos de gás auxiliar (Makeup) e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do ponto de ajuste 100

Falha no processo de ajuste do offset do NPD 101

O FPD não acende 102

A válvula não está pronta 104

Válvulas de amostragem de gás 104

5 Sintomas de desligamento

Desligamento de coluna 106

Desligamentos de hidrogênio 108

Hidrogênio utilizado em injetores e fluxos de gases auxiliares 108

Desligamentos térmicos 110

6 Sintomas de alimentação e de comunicação do GC

O GC não liga 112

O PC não consegue se comunicar com o GC 113

O GC liga, mas para durante a inicialização (autoteste) 114

7 Verificação de vazamento

Dicas para a verificação Leak Check 116

Para verificar se há vazamentos externos 117

Para verificar se há vazamentos no GC 118

Para realizar uma verificação de vazamento na entrada 119

Para definir limites de aviso para o Leak Check 121

Para desativar um limite de aviso para o Leak Check do injetor 122

Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor 123

Não é possível atingir o Valor ajustado ou o ponto de ajuste de pressão 123

Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim 124

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS 126

Para realizar um teste de queda de pressão do injetor SS no teclado de software (controladora remota) 126

Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor 130

Para executar um teste de vazamento de queda de pressão em um Injetor com purga/empacotado 131

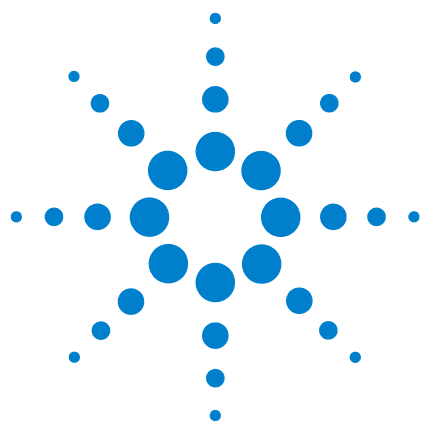
Para executar um teste de vazamento de queda de pressão em um injetor com purga/empacotado 131

Para corrigir vazamentos em um injetor para colunas com purga/empacotadas	135
Para verificar se há vazamentos em um injetor multimodo	136
Para corrigir vazamentos em um injetor para coluna empacotada	138
Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC	139
Para realizar um teste de queda de pressão COC	139
Para corrigir vazamentos em injetores On-Column	143

8 Tarefas de solução de problemas

Para medir um fluxo na coluna	146
Medição de fluxo na coluna para FID, TCD, uECD e FPD	146
Medição do fluxo na coluna NPD	148
Para medir o fluxo de purga do divisor ou de purga do septo	150
Para medir um fluxo do detector	151
Medição de fluxo de FID, TCD, uECD e FPD	151
Medição dos fluxos de NPD	154
Para realizar o autoteste do GC	156
Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de purga do divisor	157
Para definir um limite de aviso para a verificação do filtro do injetor.	158
Para desativar um limite de aviso para a verificação do filtro do injetor	159
Para executar a verificação do filtro do injetor	160
Para realizar um teste de restrição de purga do divisor de SS	162
Para verificar se há contaminação na tubulação de purga do divisor	163
Para ajustar o Lit Offset do FID	165
Para verificar se a chama do FID está acesa	166
Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição	167
Para medir o vazamento de corrente do FID	168
Para medir a saída de linha de base do FID	169
Para isolar a causa do ruído do FID	170
Para medir o vazamento de corrente no NPD	171
Para verificar se um jet de NPD está obstruído	173
Para verificar se a pérola do NPD está acesa	174
Para verificar se a chama do FPD está acesa	175

Para ajustar o Lit Offset do FPD	176
Quando é hora de trocar os purificadores (filtros) de gás	177
Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo	178
Para usar o cronômetro	179



1

Conceitos e tarefas gerais

Conceitos 10

Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados 12

Para exibir o log de corridas e o log de eventos 14

Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent 15



Conceitos

Esse manual fornece listas de sintomas e as tarefas correspondentes a serem executadas se houver erros associados ao hardware ou saída cromatográfica do GC, mensagens de Não pronto do GC e outros problemas comuns.

Cada seção descreve um problema e fornece uma lista de causas possíveis para que você as solucione. Essas listas não foram criadas para uso no desenvolvimento de novos métodos. Prossiga com a solução de problemas na hipótese de que os métodos estejam funcionando corretamente.

Esse manual também inclui tarefas para a solução de problemas comuns, bem como informações necessárias antes de entrar em contato com a Agilent para obtenção de assistência técnica.

Como solucionar problemas usando esse manual

Siga estas etapas como modo geral para a solução de problemas:

- 1 Observe os sintomas do problema.
- 2 Procure pelos sintomas no índice deste manual ou use a ferramenta de **Pesquisa**. Verifique a lista de causas possíveis do sintoma.
- 3 Verifique cada causa possível ou execute um teste que reduza a lista de causas possíveis até que o sintoma esteja resolvido.

Teclado em software

Ao solucionar problemas, inicie o teclado em software para acessar todas as informações disponíveis no GC. Exceto se informado em contrário, todos os procedimentos nesse manual pressupõem o uso do teclado em software (controlador remoto) ao descrever como acessar configurações ou informações do GC.

Tecla [Status]

Certifique-se de também usar as teclas [Status] e [Info] do teclado de software ao usar estas informações de solução de problemas. Essas teclas exibirão informações úteis relacionadas ao GC e seus componentes.

Condições de erro

Se ocorrer um problema, uma mensagem de status é exibida. Se a mensagem indicar hardware defeituoso, podem estar disponíveis mais informações. Abra o teclado de software (controlador remoto), conecte ao GC e pressione a tecla de componente adequada (por exemplo, **[Front Det] Det frontal**, **[Oven] Forno** ou **[Front Inlet] Entrada frontal**).

Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados

Alguns itens configuráveis no GC devem sempre estar atualizados. Não fazer isso resultará em sensibilidade reduzida, erros cromatográficos e possíveis riscos de segurança.

Configuração do injetor e do detector

Certifique-se de configurar o GC e todos os componentes relacionados, de forma que reflitam alterações no injetor ou no detector. Abaixo, há alguns exemplos de componentes que devem ser mantidos atualizados após alterações no injetor ou no detector:

Liners: A conduta apropriada do tipo de liner varia dependendo do tipo de injetor do GC, por exemplo, modo com divisor versus modo sem divisor, e da análise.

Filtros FPD: Para funcionarem adequadamente, os filtros FPD requerem fluxos de gás diferentes. Configure o fluxo de acordo com o filtro FPD instalado (fósforo versus enxofre).

Jets do FID e NPD: Use o jet apropriado para o tipo de coluna instalado (coluna capilar versus coluna empacotada).

Configuração da coluna

Reconfigure o GC todas as vezes em que uma coluna for cortada ou alterada. Verifique também se o sistema de dados reflete o tipo de coluna, tamanho, id e espessura do filme corretos. O GC depende dessas informações para calcular fluxos. A não atualização do GC após a alteração de uma coluna causa fluxos incorretos, taxas de divisão alteradas ou incorretas, alterações no tempo de retenção e nos picos.

Configuração do amostrador de líquidos automático

Mantenha atualizada a configuração do Amostrador Automático de Líquidos (ALS) para garantir a operação correta. Os itens do ALS que devem ser mantidos atualizados incluem o tamanho da seringa instalada e a utilização de solvente e o frasco de refugo.

Configuração do gás

AVISO

Sempre configure o GC corretamente quando trabalhar com hidrogênio. O hidrogênio vaza rapidamente e torna-se uma ameaça à segurança se grande quantidade for liberada no ar ou no forno do GC.

Reconfigure o GC todas as vezes em que o tipo do gás for alterado. Se o GC estiver configurado para um gás que não seja realmente aquele que está chumbado, taxas de fluxo incorretas ocorrerão.

Para confirmar a configuração do gás:

- 1 Pressione **[Config]**.
- 2 Navegue até o item do detector ou da coluna apropriado na tela e pressione **[Enter]**, para ver o tipo de gás configurado.

Para exibir o log de corridas e o log de eventos

O GC mantém registros de eventos internos. Cada um armazena até 250 entradas. Use esses registros para solucionar problemas, especialmente quando uma mensagem não for exibida no visor.

Para acessar os logs, pressione [**Logs**] para alternar para o log desejado. O visor indicará o número de entradas que o log contém. Role a lista.

Registro execução

Em cada execução são registrados os desvios do método planejado. Esse registro será substituído no início de cada execução. As informações do registro de execução podem ser usadas para os padrões Good Laboratory Practice (GLP) e podem ser carregadas em um sistema de dados Agilent. Quando o log de corridas contiver entradas, o indicador **Log de corridas** irá se acender.

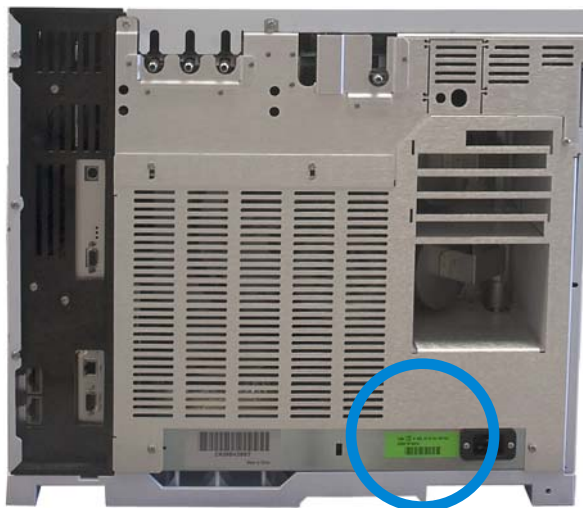
Registro de eventos

São registrados eventos como desligamentos, avisos, falhas e mudanças no estado do GC (início e interrupção de execuções, etc.) ocorridos durante a operação do GC. Quando o registro de eventos estiver cheio, o GC sobrescreverá entradas, começando pela mais velha.

Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent

Colete estas informações antes de entrar em contato com a Agilent para obter assistência técnica:

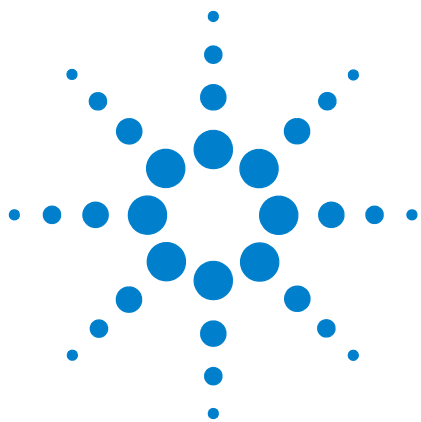
- Sintomas
- Descrição do problema
- Hardware instalado e parâmetros/configuração quando o erro ocorreu (amostra, tipo de gás de suprimento, taxas de fluxo de gás, detectores/entradas instalados, etc.).
- Mensagens exibidas no visor do GC
- Resultados de todos os testes executados para a solução de problemas
- Detalhes do instrumento. Obtenha estas informações:
 - Número de série do GC, que pode ser encontrado em uma etiqueta localizada no canto direito inferior do GC.
 - Revisão do firmware do GC (pressione **[Status]**, depois **[Clear]** **Limpar**)
 - Configuração de alimentação do GC (localizada em uma etiqueta no painel posterior do GC à esquerda do cabo de alimentação do GC)



- Pressione a tecla **[Status]** para mostrar mensagens de **Erro**, **Não pronto** e **Desligamento** anteriores.

Para ver telefones de contato de serviço/suporte, consulte o site da Agilent em www.agilent.com/chem.

1 **Conceitos e tarefas gerais**



2 Sintomas do ALS e do detector

Erros no êmbolo	18
Luz de alinhamento acesa na torre do amostrador do 7693A/7650A	19
A agulha da seringa entorta durante a injeção na entrada	20
O FID não passa no teste de corrente de fuga	21
O NPD falha no teste de vazamento de corrente	22
O FID falha no teste de linha de base	23
Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID	24
O FID não acende	25
O ignitor do FID não acende durante a sequência de ignição	27
Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do ignitor	28
O FPD não acende	29
A Pérola do NPD não acende	32
A temperatura do FPD ⁺ não fica pronta	33
Desligamento do dispositivo (causado por falha)	34



Erros no êmbolo

Se o ALS relatar um erro de êmbolo frontal ou posterior, confira estas possíveis causas:

- O êmbolo da seringa está aderindo ou não está conectado firmemente ao portador do êmbolo.
- O solenoide do êmbolo está emperrando.
- O Encoder do motor do êmbolo está inoperante.
- O mecanismo de movimentação do êmbolo do amostrador automático não está se movendo.
- O êmbolo não está se movendo livremente em razão de resíduos de amostras ou desgaste. Instale uma nova seringa, certificando-se de preparar a seringa com solvente antes da instalação.

Procedimento

- 1 Remova a seringa e verifique se há emperramento ou resistência na movimentação do êmbolo.
- 2 Substitua a seringa, se necessário. Consulte a documentação do [7693A](#) ou [7650A](#), conforme aplicável.
- 3 Verifique a viscosidade da amostra em relação ao parâmetro de viscosidade.
- 4 Redefina o parâmetro de viscosidade, se necessário.
- 5 Reinicie a sequência.
- 6 Se o erro ocorrer novamente, peça o serviço Agilent.

Luz de alinhamento acesa na torre do amostrador do 7693A/7650A

Se a luz do modo de alinhamento estiver acesa, primeiro verifique se a torre está adequadamente instalada. Depois, siga o procedimento de alinhamento conforme descrito no manual [Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático 7693A](#) ou no manual [Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático 7650A](#).

A agulha da seringa entorta durante a injeção na entrada

AVISO

Durante a solução de problemas do amostrador, mantenha as mãos longe da agulha da seringa. A agulha é afiada e pode conter materiais químicos perigosos.

Consulte a documentação do ALS para obter informações adicionais:

[Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático 7693A](#)

[Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático 7650A](#)

- Verifique se a porca do septo do GC não está apertada demais.
- Verifique se a seringa está instalada corretamente no carro.
- Verifique se o suporte e a guia da agulha estão limpos. Remova eventuais resíduos ou depósitos no septo. Instale um novo pé do suporte da agulha (7693A ou 7650A), se necessário.
- Confira se a seringa correta está sendo usada. O tamanho combinado do corpo e da agulha da seringa deve ser de aproximadamente 126,5 mm.
- Confira se as dimensões do frasco de amostra atendem às especificações.
- Verifique se o bloqueio do frasco está instalado corretamente. Consulte a documentação do amostrador.

O FID não passa no teste de corrente de fuga

Causas possíveis

Falhas no teste de vazamento de corrente costumam indicar montagem defeituosa, contaminação ou peça danificada.

Procedimento

- 1 Se você acabou de realizar procedimentos de manutenção no FID, verifique primeiro se o detector foi remontado adequadamente antes de solucionar problemas no detector.
- 2 [Substitua](#) o PTFE (FID) por motivo de contaminação.
- 3 Certifique-se de que a mola de interconexão não esteja danificada, dobrada ou suja. A mola de interconexão deve tocar a parte inferior do coletor. Se a mola de interconexão estiver danificada, dobrada ou suja, ligue para a Agilent, pedindo manutenção.

Mola de inter-
conexão FID



O NPD falha no teste de vazamento de corrente

Falhas no teste de vazamento de corrente costumam indicar montagem defeituosa, contaminação ou peça danificada.

Se você acabou de realizar procedimentos de manutenção no NPD, verifique primeiro se o detector foi remontado adequadamente antes de solucionar problemas no detector.

- 1 Substitua os [isoladores de cerâmica](#). Faça o teste novamente.
- 2 Defina a tensão da pérola como 0,0 V. Desligue o desvio de ajuste. Observe a saída (Vazamento de corrente).
- 3 Remova a pérola e armazene-a em um local seguro.
- 4 Remova os três parafusos que fixam a tampa em seu lugar, depois remova a tampa.
- 5 Examine a mola de interconexão. Certifique-se de que a mola de interconexão não esteja danificada, dobrada ou suja. A mola de interconexão deve tocar a parte inferior do coletor. Se a mola de interconexão estiver danificada, dobrada ou suja, ligue para a Agilent, pedindo manutenção.
- 6 Se a mola de interconexão não estiver danificada ou suja, e o sinal de saída do detector ainda estiver alto, entre em contato com a Agilent, pedindo manutenção.

O FID falha no teste de linha de base

Se você acabou de realizar procedimentos de manutenção no FID, verifique primeiro se o detector foi remontado adequadamente antes de solucionar problemas no detector.

Se o FID falhar no teste de linha de base:

- Verifique a pureza e a qualidade do gás.
- Substitua filtros químicos que estejam sujos/gastos.
- [Faça o bakeout](#) do detector.

Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID

Consulte "[Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID](#)".

O FID não acende

- Verifique se o Lit Offset é $\leq 2,0$ pA.
- Certifique-se de que a temperatura do FID seja alta o bastante para a ignição (>150 °C). A Agilent recomenda >300 °C.
- Verifique se o ignitor do FID incandesce durante a sequência de ignição. (Consulte [Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição.](#))
- Confira se as pressões do ar e do hidrogênio atendem às recomendações da Agilent (hidrogênio > 35 psi [210 kPa] e ar > 55 psi [380 kPa]).
- Tente aumentar as pressões de suprimento ao módulo de fluxo do FID. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.
- Aumente a vazão de hidrogênio e diminua ou desligue a vazão de gás auxiliar (make-up) até que a ignição ocorra, depois reduza-as conforme os valores do método. Experimente até encontrar os melhores valores.

O aumento da vazão de hidrogênio e a diminuição da vazão do gás auxiliar facilitam a ignição do FID. Se ele se acender sob essas condições modificadas, então a causa pode ter sido um jet parcialmente obstruído, um ignitor fraco, ou algum vazamento na conexão da coluna.

- Verifique se o jet está obstruído ou parcialmente obstruído. (Consulte [Para verificar se o jet FID está obstruído.](#))
- Meça as taxas de fluxo do FID. As taxas de fluxo reais devem estar entre $\pm 10\%$ do ponto de ajuste. A taxa de hidrogênio:ar causa grande impacto na ignição. Configurações de fluxo inadequadas podem impedir a ignição da chama. (Consulte [Para medir um fluxo do detector.](#))
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Grandes vazamentos resultam em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente a conexão da coluna no FID (Consulte [Verificar vazamentos](#)).
- Verifique a taxa de fluxo da coluna. (Consulte [Para medir um fluxo de coluna.](#)) O fluxo de hidrogênio deve ser maior do que a soma do fluxo da coluna e do fluxo auxiliar (make-up).

2 Sintomas do ALS e do detector

- Se a análise permitir, substitua o nitrogênio por hélio como auxiliar (make-up).

O ignitor do FID não acende durante a sequência de ignição

AVISO

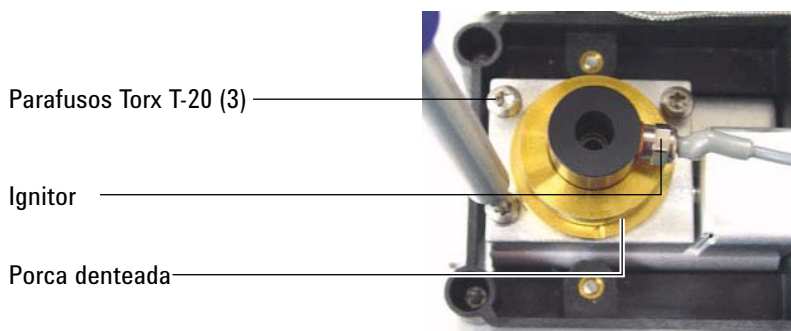
Mantenha-se em distância segura da chaminé do FID durante a execução dessa tarefa. Se estiver usando hidrogênio, a chama do FID não será visível.

- 1 Remova a tampa superior do detector.
- 2 **Acenda a chama do FID.**
- 3 Observe o conector do ignitor através da chaminé do FID. O orifício pequeno deve incandescer durante a sequência de ignição.

Se o teste falhar, verifique estes possíveis motivos:

- O ignitor pode estar com defeito; substitua-o.
- A temperatura do detector está definida como $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. A Agilent recomenda trabalhar com o FID a $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- O ignitor não tem uma boa conexão ao aterramento:
 - O ignitor deve estar firmemente parafusado no conjunto do FID.
 - Os três parafusos Torx T-20 que fixam o coletor montado precisam ser apertados.
 - A porca denteada de latão que prende o conjunto do FID deve estar apertada.

Faça a manutenção do FID se essas partes estiverem corroídas ou oxidadas.



Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do ignitor

A Agilent recomenda inspecionar o coletor e a vela de incandescência do ignitor para verificar se há corrosão durante a manutenção no FID.

O processo de combustão do FID resulta em condensação. Essa condensação, combinada com solventes ou amostras cloradas, causa corrosão e perda de sensibilidade.

Para evitar corrosão, mantenha a temperatura do detector acima de 300 °C.

O FPD não acende

- Certifique-se de que a temperatura do FPD seja alta o bastante para a ignição ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Confira se as taxas de fluxo do FPD correspondem ao tipo de filtro instalado no FPD. A taxa de hidrogênio:ar causa grande impacto na ignição. As configurações não ideais de fluxo podem impedir a ignição da chama

Tabela 1 Fluxos do FPD recomendados

	Fluxos do modo de enxofre, mL/min	Fluxos do modo de fósforo, mL/min
Arraste (hidrogênio, hélio, nitrogênio, argônio)		
Colunas empacotadas	10 a 60	10 a 60
Colunas capilares	1 a 5	1 a 5
Gases do detector		
Hidrogênio	50	75
Ar	60	100
Arraste + auxiliar (make-up)	60	60

- Meça os fluxos reais do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector.](#))
- Verifique se o ignitor do FPD funciona. (Consulte [Para verificar se a chama do FPD está acesa.](#))
- Verifique o valor do **Lit Offset**. O valor típico de **Lit Offset** é 2,0. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acesa e desligará o detector.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Isso resulta em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos. (Consulte [Verificar vazamentos.](#))
- Tente aumentar as pressões de suprimento ao módulo de fluxo do FPD. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.

- Sob determinadas condições de operação, a chama se acende com mais facilidade quando o tubo de ventilação está removido. Depois de acender a chama, reinstale o tubo de ventilação.
- Tente mudar para os fluxos do modo de fósforo, acendendo a chama e alterando gradualmente os fluxos para os valores do modo de enxofre.
- Confira as conexões de cabo ao acoplamento e a conexão do acoplamento ao plugue incandescente.

Falha no processo de ajuste do offset do NPD

- Inspecione o jet, para ver se ele está obstruído. (Consulte [ara verificar se o jet do NPD está obstruído.](#))
- Meça os fluxos reais do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector.](#)) Se os fluxos de hidrogênio ou auxiliar (make-up) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.
- Verifique a condição da pérola. [Substitua-o](#), se necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações da pérola.](#)
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. Verifique profundamente se há vazamentos em todo o sistema, especialmente no adaptador da coluna do detector. (Consulte [Verificar vazamentos.](#))
- Ajuste o tempo de equilíbrio em 0,0.

A Pérola do NPD não acende

- Ajuste o tempo de equilíbrio em 0,0.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas e apropriadas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações da pérola](#).
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. Verifique profundamente se há vazamentos em todo o sistema, especialmente no encaixe do adaptador/coluna do detector. (Consulte [Verificar vazamentos](#).)
- Verifique se há mensagens de falhas. Pressione [**Service Mode**] Modo de serviço, acesse **Diagnóstico > Detector frontal** ou **Detector traseiro > Sinal do detector**. Também é possível ler a tensão da pérola.
- Verifique a condição da pérola. [Substitua-o](#), se necessário.
- Inspeccione o jet, para ver se ele está obstruído. (Consulte [ara verificar se o jet do NPD está obstruído](#).)
- Meça os fluxos reais do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#).) Se os fluxos de hidrogênio ou auxiliar (make-up) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.

A temperatura do FPD⁺ não fica pronta

Se a temperatura do bloco de emissão do FPD⁺ não ficar pronta:

- Confira a temperatura do forno. Se a temperatura do forno ficar alta (acima de 325 °C) por um longo período, defina a temperatura do bloco de emissão no valor mais alto (165 °C).
- Verifique a temperatura da linha de transferência. Se a linha de transferência estiver definida com uma temperatura muito alta (quase 400 °C), defina a temperatura do bloco de emissão em pelo menos 150 °C.

Desligamento do dispositivo (causado por falha)

Por padrão, o GC monitora o status de todos os dispositivos configurados (entradas, detectores, aquecedores de caixa de válvulas, válvulas, aquecedor de forno, módulos de EPC ou EPR etc.) e está pronto quando todos eles atingem o ponto de ajuste. Se o GC sentir problemas em um desses dispositivos, ele nunca ficará pronto, ou talvez desligue para se proteger ou impedir um risco de segurança. No entanto, por vezes você pode não querer que o estado de prontidão de um dispositivo impeça o início de uma corrida. Um exemplo importante é quando um aquecedor de detector ou injetor está com defeito. Normalmente, essa falha impede o GC de estar pronto e iniciar uma corrida. Entretanto, você pode configurar o GC para ignorar o problema, de modo que você possa usar outro injetor ou detector até que o dispositivo seja consertado.

Nem todos os dispositivos podem ser ignorados. Você pode ignorar o estado de prontidão de injetores, detectores, módulos EPC ou EPR ou forno. O estado de prontidão de outros dispositivos e componentes nunca pode ser ignorado. Por exemplo, dispositivos de injeção como uma válvula de alternância ou um amostrador automático de líquidos.

Para ignorar o status de um dispositivo:

- 1 Desligue os fluxos de gás e o aquecedor do dispositivo, conforme o caso (certifique-se de que isso não possa criar um risco de segurança).
- 2 Pressione **[Config]** e, depois, selecione o elemento.
- 3 Role até **Ignorar pronto** e pressione **[On/Yes] Ligar/Sim** para definir como **Verdadeiro**.

Agora o GC pode ser usado até que o dispositivo seja consertado.

CUIDADO

Não ignore o status de prontidão de um dispositivo em uso a não ser que você não se importe se ele alcançar o ponto de ajuste.

Lembre-se de retornar o dispositivo quebrado para **Ignorar pronto = Falso**, após ele ser reparado. Do contrário, seu estado (temperatura, fluxo, pressão etc.) continuará sendo ignorado, mesmo se o dispositivo for usado na análise.

Para levar em consideração a prontidão de um dispositivo, defina **Ignorar pronto** para **Falso**.

3 Sintomas cromatográficos

- Não é possível reproduzir os tempos de retenção 37
- Não é possível reproduzir as áreas dos picos 38
- Contaminação ou Carryover 39
- Picos maiores do que o esperado 42
- Picos não exibidos/Sem picos 43
- Aumento da Linha de Base Durante uma Programação de Temperatura do Forno 45
- Baixa resolução de pico 46
- Pico com Calda 47
- Ponto de Ebulição do Pico ou Baixa Discriminação de Peso Molecular 50
- Decomposição de amostra no injetor/Picos ausentes 51
- Pico frontal 52
- Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base 53
- Ruído e sensibilidade no detector de captura de elétron de microcélula (uECD) 59
- Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade) 63
- A chama do FID se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente 66
- Saída de linha de base do FID acima de 20 pA 68
- Saída de linha de base do FID no máximo (~8 milhões) 69
- A chama do FPD se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente 70
- Quenching/Repetibilidade de FPD 71
- A saída do FPD é muito alta ou muito baixa 72
- Áreas de pico pequenas do FPD 73
- Largura de pico grande do FPD em meia altura 74
- Saída alta de linha de base do FPD, > 20 pA 75
- Dissipação de solvente do NPD 76
- Resposta baixa do NPD 77
- Saída de linha de base do NPD > 8 milhões 78
- O processo de ajuste do offset do NPD não funciona corretamente 79
- Seletividade baixa do NPD 80
- Picos negativos vistos com o TCD 81



3 Sintomas cromatográficos

A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal amortecido (linha de base oscilante) [82](#)

Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda [83](#)

Não é possível reproduzir os tempos de retenção

- Substitua o septo.
- Verifique se há vazamentos na entrada, revestimento (se aplicável) e na conexão da coluna. (Consulte [“Para verificar se há vazamentos no GC”](#).)
 - [Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor](#)
 - [Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor](#)
- Verifique se a pressão do gás de arraste é suficiente. A pressão fornecida ao GC deve ser pelo menos 40 kPa (10 psi) maior do que a pressão máxima de entrada exigida na temperatura final do forno.
- Execute réplicas de padrões conhecidos para verificar o problema.
- Verifique se o tipo correto de liner está sendo usado para a amostra injetada
- Veja se essa é a primeira execução. (O GC se estabilizou?)
- Se estiver usando FID ou NPD e os tempos de retenção aumentarem (drift), confira se há contaminação do jet ou troque o jet.
 - [Para substituir um jet do FID](#)
 - [Para medir o vazamento de corrente do FID](#)
 - [Para verificar se a pérola do NPD está acesa](#)

Não é possível reproduzir as áreas dos picos

Verifique o funcionamento da seringa do ALS. (Consulte a seção Solução de problemas do manual do usuário do amostrador: [7693A, 7650A](#).)

- Substitua a seringa.
- Verifique se há vazamentos na entrada, revestimento (se aplicável) e na conexão da coluna. (Consulte [“Para verificar se há vazamentos no GC”](#).)
- Verifique o nível das amostras nos frascos.
- Execute réplicas de padrões conhecidos para verificar o problema.
- Veja se essa é a primeira execução. (O GC se estabilizou?)

Contaminação ou Carryover

Se a saída tiver contaminação ou picos inesperados:

Isole a origem

- 1 Faça uma execução em branco com solvente usando uma fonte de solvente nova e pura. Se a contaminação desaparecer, o problema poderá estar na amostra ou no solvente.
- 2 Faça uma execução em branco (remova a seringa do amostrador e inicie a execução). Se a contaminação desaparecer, o problema estará na seringa.
- 3 Remova a coluna do detector e tampe o adaptador do detector. Faça outra execução em branco. Se a contaminação desaparecer, o problema estará na entrada ou na coluna. Se a contaminação permanecer, o problema estará no detector.

Verifique as causas possíveis – todas as combinações da entrada e do detector.

Injetor, amostrador, amostra, suprimento de gás

- Verifique o tipo e a instalação do septo. O septo do frasco pode estar se dissolvendo na amostra. Certifique-se de que o septo do frasco seja resistente o suficiente para o solvente que você está usando. Também assegure-se de que o septo do frasco seja plano. Se ele não for plano, a agulha tenderá a arrancar o septo e derrubar pedaços na amostra, causando contaminação e picos fantasmas.
- Executar a [manutenção completa do injetor](#): Substitua todas as partes consumíveis e aqueça a entrada.
- Verifique se há resquícios de amostras de corridas anteriores. Faça várias execuções em branco sem injeção e veja se o pico fantasma desaparece ou fica menor.
- Verifique o fluxo de limpeza do septo. Se ele estiver muito baixo, o septo pode ter coletado contaminação ou o condensado pode estar obstruído na linha de purga.
- Verifique todos os indicadores e datas do filtro de gás.

- Verifique a pureza do gás. Faça replicadas de corridas: várias com um intervalo curto entre elas, depois, várias com um intervalo grande. Se os picos de contaminação forem maiores do que as corridas feitas com o intervalo mais longo, verifique se o gás não está contaminado: a contaminação tem mais tempo para se depositar na coluna e no liner.
- Verifique se há contaminação na sonda e no adaptador de suprimento.
- Se suspeitar de contaminação no injetor, realize o procedimento de bakeout (SS, PP, PCI).
- Verifique o funcionamento das entradas. Limpe o injetor e troque as peças contaminadas do injetor.
 - Para limpar o injetor com divisor/sem divisor
 - Para limpar o injetor empacotado.
 - Para limpar o injetor de coluna empacotada
 - Para limpar o injetor da coluna de resfriamento
- Verifique o nível do solvente nos frascos de lavagem do ALS.
- Substitua a seringa do ALS, se for necessário.
- Verifique o volume de injeção da amostra. Verifique se o ALS está injetando amostra suficiente no injetor. Use a Calculadora de Volume de Vapor de Solvente, para determinar quanto de amostra deve ser injetado.
- Picos fantasmas são, às vezes, causados por frascos de amostra contaminados. Tente usar frascos novos ou limpos, para ver se os picos fantasmas desaparecem.
- Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra.

Coluna, método

- Faça a manutenção da coluna: Faça o bakeout os contaminantes, remova o trecho da coluna contaminada perto do injetor e reverta e faça o bakeout da coluna, conforme o necessário.
- Se você suspeitar de contaminação na coluna, realize o procedimento de bakeout.
- Verifique se a temperatura do programa do forno e o tempo são suficientes para as amostras que estão sendo injetadas. Os picos fantasmas que são mais amplos do que os picos de amostra adjacentes podem ser de uma corrida anterior.

- Verifique se há contaminação na coluna. Amostras de alta densidade molecular que contenham resíduos podem fazer com que a seringa, o liner do injetor ou os primeiros poucos centímetros da coluna sejam contaminados.

Detector, suprimento de gás detector

- Verifique todos os indicadores e datas do filtro de gás.
- Verifique a pureza do gás. Faça replicadas de corridas: várias com um intervalo curto entre elas, depois, várias com um intervalo grande. Se os picos de contaminação forem maiores do que as corridas feitas com o intervalo mais longo, verifique se o gás não está contaminado: a contaminação tem mais tempo para se depositar na coluna e no liner.
- Verifique se há contaminação na sonda e no adaptador de suprimento.
- Se você suspeitar de contaminação no detector, realize o procedimento de bakeout ([FID](#), [TCD](#), [uECD](#)).
- Verifique o funcionamento dos detectores. Troque as peças contaminadas do detector.
 - [Para manutenção do coletor do NPD, dos isoladores de cerâmica e do jet](#)
 - [Manutenção do FID](#)

Picos maiores do que o esperado

- Verifique as dimensões configuradas da coluna em relação às dimensões reais da coluna. (Consulte [“Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados”](#)).
- Verifique o volume de injeção do amostrador automático. No modo de injeção normal, o amostrador usa injeção rápida, para oferecer uma quantidade representativa da amostra. A injeção rápida minimiza o fracionamento da agulha. Os cromatogramas a partir de injeção manual ou injeção automática mais lenta mostram níveis maiores de materiais de menor peso molecular quando comparados a materiais com maior peso molecular, pois os voláteis vaporizam para fora da agulha mais rápido do que materiais mais densos.
- Verifique as tampas dos frascos. Tampas mal apertadas podem causar perda seletiva de materiais mais leves de uma amostra. A tampa do frasco não deve girar facilmente, se instalada adequadamente.
- Verifique o tamanho configurado da seringa. Alguns tamanhos de seringa são especificados em meia capacidade. Se o volume máximo da seringa for marcado em meia capacidade no corpo da seringa, e não no topo da mesma, digite **o dobro** do volume que consta no rótulo ao configurar o tamanho da seringa.

Picos não exibidos/Sem picos

- Se estiver usando amostrador automático:
 - Certifique-se de que haja amostra no frasco.
 - Verifique se o carro do êmbolo do ALS está preso ao êmbolo da seringa.
 - Confira se a seringa está instalada corretamente e se aspira a amostra.
 - Verifique se a torre está carregada corretamente e se as injeções não estão em frascos fora de sequência.
 - Observe se a amostra foi colocada na seringa.
- Verifique se o detector em uso está atribuído a um sinal.
- Verifique se a coluna está instalada corretamente.
- Confirme se a coluna não está conectada. (Consulte [“Para medir um fluxo na coluna”](#).) Faça a [manutenção](#) da coluna.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte [“Para verificar se há vazamentos no GC”](#).)
- Verifique as configurações de fluxo e meça os fluxos reais do detector. (Consulte [“Para medir um fluxo do detector”](#).)
- Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra.
- Verifique o nível da amostra no frasco.
- Se amostra estiver viscosa, tente o seguinte:
 - Aumente o tempo de retardo de viscosidade.
 - Dilua a amostra em um solvente de baixa viscosidade apropriado.
 - Desligue a ventoinha da torre.

Se o problema estiver no detector, consulte a [Tabela 2](#).

Tabela 2 Solução de problemas dos detectores

Detector	Solução
FID, FPD	• Verifique se o eletrômetro está ligado. • Verifique se a chama ainda está acesa.
TCD	• Verifique se o filamento está ligado. • Verifique se o gás de referência não está ajustado em zero. (O filamento não irá se ativar com um fluxo zero de gás de referência.)

Aumento da Linha de Base Durante uma Programação de Temperatura do Forno

- Inspecione vazamentos na coluna.
- Verifique se há vazamentos/oxigênio no suprimento de gás de arraste. O oxigênio pode danificar as colunas capilares de fase vedada (bonded).
- Verifique o indicador ou data do filtro de oxigênio do suprimento de gás.
- Faça execuções em branco com solvente para avaliar a linha de base sem amostra.
- Faça uma execução em branco “sem injeção” (remova a seringa do amostrador e inicie a execução) para avaliar a linha de base sem solvente.
- Verifique se há contaminação. (Consulte [Contaminação ou Carryover](#).)
- Considere o efeito da espessura do filme da coluna no vazamento. Tente usar uma coluna com um filme mais fino.
- Verifique se há vazamentos nos adaptadores da coluna. (Consulte [“Para verificar se há vazamentos no GC”](#).)
- Prepare e use um perfil de compensação da coluna.

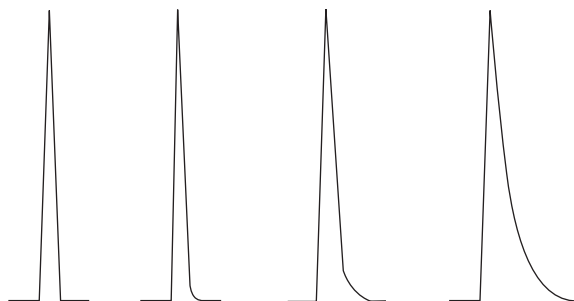
Baixa resolução de pico

- Ajuste o fluxo da coluna em uma velocidade linear ideal.
- Instale e use componentes consumíveis desativados na entrada (por exemplo, um revestimento).
- Faça a manutenção da coluna: [Faça o bakeout](#) dos contaminantes, [remova](#) o trecho da coluna contaminada perto do injetor e [reverta e faça o bakeout](#) da coluna, conforme o necessário.
- Verifique a [instalação](#) da coluna nas extremidades.
- Escolha uma coluna de resolução maior.

Pico com Cauda

A figura abaixo mostra exemplos de caudas de pico. Ao solucionar problemas de picos de cauda, considere:

- Quais picos estão formando cauda?
- Os picos de cauda são compostos ativos, todos compostos ou há tendências (como eluídos e eluídos posteriores)?



- Verifique se há contaminação grave na coluna.
 - Se estiver usando uma coluna capilar, [remova de 1/2 a 1 metro da frente da coluna](#).
 - Para fases seladas e de vínculo cruzado, lave a coluna com solvente.
 - Verifique se há contaminação no injetor. A cauda, às vezes, aumenta com a retenção de compostos. Limpe o injetor e troque as peças contaminadas do injetor. ([Consulte o manual de manutenção do 7820A.](#))
- Considere a fase estacionária da coluna (coluna ativa). Isso afeta somente componentes ativos. Uma coluna ativa produz, geralmente, uma cauda que aumenta com o tempo de retenção.
 - Substitua a coluna.
- Verifique se a coluna foi cortada e instalada corretamente.
 - Faça um corte limpo, reto, usando uma ferramenta confiável.
 - Confirme se a instalação está livre de vazamentos. Se houver um vazamento no encaixe da coluna, haverá mais cauda para os primeiros picos eluídos. ([Consulte “Para verificar se há vazamentos no GC”.](#))

- Considere o tipo do adaptador, revestimento e selo da entrada em uso. Um ou todos desses pode estar contaminado ou ativo.
 - Use um liner novo, desativado. Isso afeta somente componentes ativos.
 - Limpe ou troque o selo do injetor.
- Verifique os adaptadores (se instalados) e o isolador das partículas sólidas. Se houver partículas sólidas visíveis, limpe ou troque.
- Na injeção capilar sem divisor, considere a compatibilidade entre o solvente e a coluna.
 - Use um solvente diferente. Isso irá ajudar nos casos em que houver mais cauda para os primeiros picos eluídos ou aqueles mais próximos da frente do solvente.
 - Use um gap (coluna sem fase) de retenção de 3 a 5 metros.
- Verifique se a técnica da injeção é apropriada. Isso geralmente está relacionado à depressão errática do êmbolo ou à presença de amostras na agulha da seringa.
- Verifique a temperatura da entrada.
 - Se a temperatura estiver muito alta, a cauda é geralmente pior para os primeiros eluentes. Diminua em 50 °C a temperatura da entrada.
 - Se a temperatura estiver muito baixa, a cauda geralmente aumenta com a retenção. Aumente em 50 °C a temperatura da entrada.
- Verifique se há volume morto no sistema. Verifique se a [instalação](#) da coluna está correta em ambas as extremidades.
 - Se o pico com cauda diminuir com o tempo de retenção, reduza o volume morto nas conexões de linha de transferência, junções de sílica fundida e assim por diante.
 - Uma coluna instalada muito alta em um detector ou injetor pode criar áreas de volume morto.
- Verifique se há pontos frios nas linhas de transferência. Pontos frios causam cauda que geralmente aumenta com o tempo de retenção.

Pico com cauda do NPD

Para o NPD, faça o seguinte:

- Verifique se está usando a pérola correta para a amostra sendo executada. Se estiver analisando fósforo, instale uma pérola preta. As pérolas brancas podem causar cauda de pico quando o fósforo estiver sendo analisado.
- Verifique se o [jet](#) está instalado. Use um jet estendido.
- [Substitua](#) os isoladores de cerâmica.

Ponto de Ebulição do Pico ou Baixa Discriminação de Peso Molecular

Se você tiver problemas com o ponto de ebulição de pico ou discriminação de peso molecular (discriminação da entrada):

- Verifique se há contaminação na entrada. Limpe e troque o revestimento se necessário. Substitua todas as partes consumíveis da entrada. Consulte o [manual de manutenção](#).
- Ajuste a temperatura da entrada.
- Execute os padrões em comparação a um método conhecido para determinar o desempenho esperado.

Para todas as entradas operando no modo com divisor com qualquer detector

- Verifique o tipo do revestimento. Use um revestimento otimizado para análise dividida—um que contenha lã de vidro ou outro pacote de área de superfície para permitir a vaporização completa da amostra.
- Aumente a temperatura da entrada e verifique se o copo de isolamento está instalado e se contém isolamento.
- Verifique o corte da coluna e a instalação no injetor. Consulte o tópico do injetor [SS](#).

Para todas as entradas operando no modo sem divisor com qualquer detector

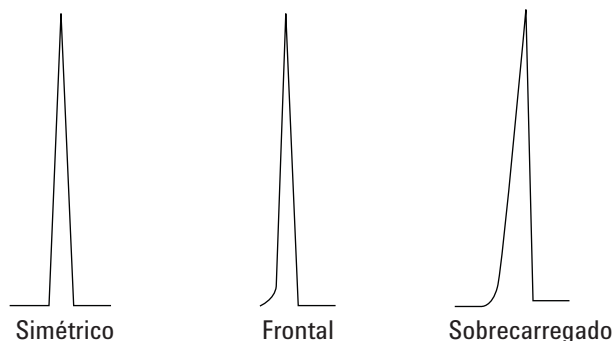
- Verifique se há vazamentos na entrada. (Consulte “[Para verificar se há vazamentos externos](#)”.)
- Verifique o tipo do revestimento. Use um revestimento otimizado para análise sem divisor (desativado, volume grande).
- Verifique se a temperatura inicial do forno é menor que o ponto de ebulição do solvente.
- Verifique o corte da coluna e a instalação no injetor. Consulte o tópico do injetor [SS](#).
- Verifique se o volume de vapor do solvente não supera a capacidade do revestimento.
- Verifique se o tempo de retardo da purga está adequado. (Volume do liner/fluxo da coluna)

Decomposição de amostra no injetor/Picos ausentes

- Reduza a temperatura da entrada.
- Verifique se há ar ou água no gás de arraste; verifique a pureza do gás e a funcionalidade dos filtros.
- Verifique se o revestimento é correto para a amostra sendo executada.
- Executar a [manutenção completa do injetor](#): Substitua todas as partes consumíveis e aqueça a entrada.
- Instale um liner desativado (se for usar um liner).
- Verifique se há vazamentos no septo, revestimento e adaptadores da coluna. (Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#).)
- Instale um revestimento de conexão direta Agilent.
- Use um método de pressão em pulsos para obter transferência mais rápida da amostra para a coluna.
- Aqueça a entrada. Consulte:
 - [Para aquecer contaminantes do injetor com/sem divisão](#)
 - [Para aquecer de contaminantes do injetor empacotado com purga](#)
 - [Para aquecer contaminantes do injetor da coluna empacotada](#)
- Limpe o injetor. Consulte:
 - [Para limpar o injetor com divisor/sem divisor](#)
 - [Para limpar o injetor empacotado com purga](#)
 - [Para limpar o injetor de coluna empacotada](#)
 - [Para limpar o injetor da coluna de resfriamento](#)

Pico frontal

A figura abaixo mostra exemplos dos três tipos de picos: simétrico, frontal e sobrecarregado.



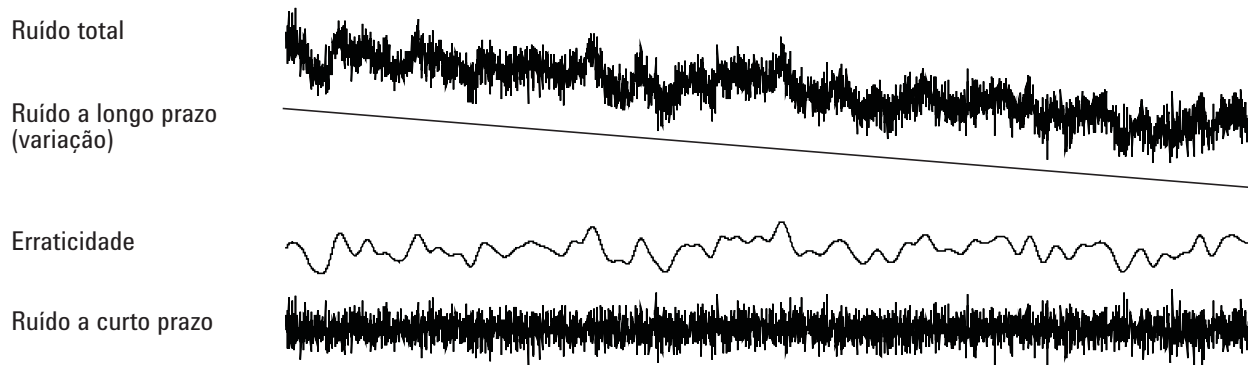
Se pico frontal ou sobrecarga ocorrerem:

- Verifique se o volume da injeção é apropriado. A sobrecarga da coluna é a causa mais comum para picos frontais.
 - Diminua o volume da injeção, dilua a amostra e/ou aumente a taxa de divisão.
 - Troque o tipo de coluna ou a espessura do filme.
- Certifique-se de que a coluna esteja **instalada** adequadamente. Se não estiver, reinstale a coluna no injetor.
- Verifique se a técnica de injeção apropriada está sendo usada. Isso geralmente está relacionado à depressão errática do êmbolo ou à presença de amostras na agulha da seringa.
- Se estiver usando injeção capilar com divisor, analise a solubilidade do composto no solvente da injeção.
 - Mude o solvente.
 - Use um intervalo de retenção.
- Verifique a pureza do solvente da amostra. Para solventes com grandes diferenças de polaridade ou pontos de ebulição, uma mistura de solventes pode causar picos frontais. Mude o solvente da amostra.

Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base

O ruído deve ser medido sob condições “normais” de funcionamento, com uma coluna conectada e o gás de arraste ligado. Ruído ou Drift no eletrômetro do FID (chama desligada), por exemplo, não irá fornecer muitas indicações de como o detector irá funcionar na prática, porque as principais fontes de ruído não estão incluídas nessa medição. O ruído geralmente tem um componente de frequência alta (eletrônico na origem) e componentes de frequência menor que são conhecidos como erraticidade e deriva.

A erraticidade é aleatória em direção, mas em frequência menor que o ruído eletrônico de curto prazo. O ruído a longo prazo (variação) é uma alteração uniforme no sinal durante um período longo se comparado à erraticidade e ruído eletrônico (veja abaixo). Termos como “curto” e “longo” são relativos ao tamanho dos picos cromatográficos. No geral, deve-se medir o ruído por um período de tempo cerca de 10 vezes a largura de pico à meia altura (ou 10 vezes a proporção área/altura para um pico gaussiano). Medir por mais tempo pode superestimar o ruído; por menos tempo, subestimar.



Linha de base com ruído

Uma linha de base com ruído ou saída alta no detector pode indicar vazamentos, contaminação ou problemas elétricos. Um pouco de ruído é inevitável com qualquer detector, embora altas atenuações possam disfarçá-lo. Como o ruído limita a sensibilidade útil do detector, ele deve ser minimizado.

- Em todos os detectores, verifique se há vazamentos nos adaptadores da coluna. (Consulte [“Dicas para a verificação Leak Check”](#).)
- Para o FID, consulte [Para isolar a causa do ruído do FID](#).

- Para o TCD, verifique a coleta de dados em ≤ 5 Hz.

Se o ruído surgir repentinamente em uma linha de base previamente limpa:

- Verifique as alterações recentes feitas ao sistema.
- Aqueça a entrada. Consulte:
 - Para aquecer contaminantes do injetor com/sem divisão
 - Para aquecer de contaminantes do injetor empacotado com purga
 - Para aquecer contaminantes do injetor da coluna empacotada

O bakeout pode reduzir o sangramento do septo e outros contaminantes. Novos septos podem contribuir com ruído através de sangramento de material de peso molecular menor. Se o ruído diminuir quando a temperatura do injetor for reduzida, essa é uma causa provável. Use somente septos de alta qualidade e armazene-os onde não podem ser contaminados.

- Verifique a pureza dos gases de arraste e dos detectores. Se um tanque tiver sido trocado recentemente e o velho ainda estiver disponível e tiver algum gás, experimente usar o antigo, para ver se o ruído diminui.

Se o novo gás estiver tão contaminado que sature os filtros, passar para o cilindro antigo pode apresentar poucas melhoras, até que os filtros sejam trocados ou regenerados. Esse problema é mais comum com o nitrogênio como gás de arraste. Trabalhe apenas com fornecedores de gás confiáveis.

- No caso do TCD, verifique as flutuações da pressão do ar ambiente no GC. As correntes de ar e um ventilador ou condicionador de ar soprando através do GC podem interferir com o gás saindo do detector. Essa é uma causa possível de ruído, apesar de não muito provável, pois os detectores estão bem protegidos. Desligar a fonte de ar atual ou proteger a saída do detector identifica esse problema. Instale o restritor de saída TCD (G1532-60070).
- Conexões frouxas no detector ou em seu caminho de sinal geram ruído.
- Verifique se a nova montagem está correta após a manutenção recente.
- Verifique se há contaminação no detector.

Se o ruído aumentar gradualmente a um nível inaceitável, verifique estas possíveis causas:

- Faça o bakeout do detector (FID, TCD, uECD).
- Inspecione o detector, para ver se há contaminação. Substitua as peças, conforme necessário.
- Verifique se há contaminação na coluna e na entrada.
- Verifique se há contaminação no jato do FID ou NPD.
 - Para medir o vazamento de corrente do FID
 - Para substituir um jet do FID
 - Para medir o vazamento de corrente no NPD
 - Para manutenção do coletor do NPD, dos isoladores de cerâmica e do jet
- Verifique se o tubo fotomultiplicador (PMT) FPD está instalado corretamente. Se não estiver, ocorrerão pequenos vazamentos e finalmente ruídos.

FIDs são suscetíveis ao acúmulo gradual de depósitos no detector. Em casos extremos, os spikes ocorrem juntamente com um nível de ruído maior.

Depósitos de carbono (preto) podem se formar a partir de solventes com queima pobre (principalmente materiais com clorados e aromáticos). Evite tais solventes, se possível. Se você precisar usá-los, esteja preparado para limpar o detector regularmente.

O dióxido de silício (branco) é formado quando o sangramento de uma coluna de sílica é queimado na chama. Para minimizar isso, use colunas de cargas baixa, selecione fases com limites de temperatura altos, condicione totalmente as colunas antes do uso e use a temperatura do forno o mais baixo possível, para a análise.

Para remover esses tipos de depósitos, desmonte o detector e esfregue com uma pequena escova. Um solvente (praticamente qualquer um serve) ajuda a limpar as partículas.

Outros fatores que podem contribuir para o ruído:

- A coluna está instalada muito alta no detector.
- A temperatura do forno supera a temperatura máxima recomendada da coluna.

Erraticidade e desvio da linha de base

Erraticidade ou deriva da linha de base pode ocorrer quando uma configuração de fluxo ou temperatura for alterada. Se o sistema não tiver se estabilizado nas novas condições antes de iniciar uma execução, algumas alterações da linha de base serão esperadas. Para os casos a seguir, assume-se que um tempo de estabilização suficiente passou desde a última alteração nas condições operacionais.

Se houver erraticidade da linha de base, verifique se há vazamentos, especialmente no septo e na coluna. (Consulte [“Dicas para a verificação Leak Check”](#).) Se o vazamento for na extremidade do detector da coluna, os tempos de retenção ficam estáveis de corrida para corrida, mas a sensibilidade é reduzida. Se for na extremidade do injetor, a sensibilidade será reduzida e os tempos de retenção aumentam.

Também verifique se o programa de temperatura do forno é suficiente.

A deriva da linha de base é vista com maior frequência durante a programação da temperatura. Para corrigir a erraticidade da linha de base:

- Verifique se a compensação da coluna é usada e se o perfil está atualizado. (Para compensar vazamentos.)
- Verifique se a coluna está condicionada.
- Verifique se há vazamento na coluna na temperatura operacional.
- Verifique o modo de sinal atribuído à coluna no sistema de dados.
- Verifique o perfil de compensação da coluna. Pode ser muito pequeno (drift para cima) ou muito grande (drift para baixo).

Essa causa de DRIFT é minimizada através do condicionamento da coluna. Operar em uma temperatura menor reduz o drift, mas prolonga a análise. Usar uma coluna cromatograficamente equivalente, com um limite de temperatura maior, também é possível.

Spikes na linha de base

Há dois tipos de spikes na saída da linha de base: cíclicos e aleatórios. Os spikes não são percebidos normalmente no visor; eles serão percebidos somente em um gráfico ou acompanhamento online.

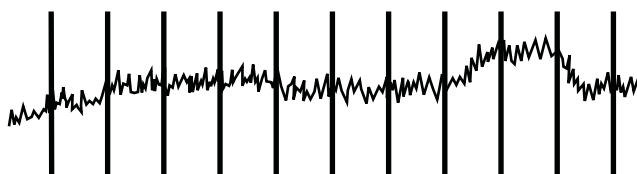


Figura 1 Spikes cíclicos

A variação cíclica pode ser causada por:

- Um motor elétrico
- Criação do sistema de aquecimento/resfriamento
- Outras interferências eletrônicas no laboratório

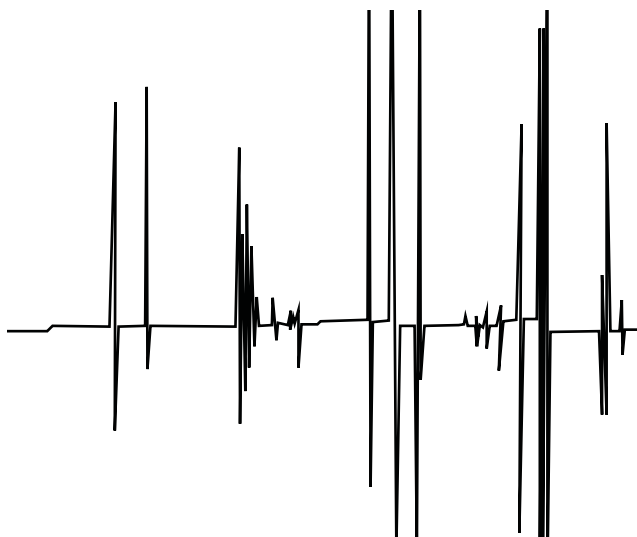


Figura 2 Spikes aleatórios

Variações são distúrbios isolados na linha de base, geralmente surgindo como movimentos repentinos (e grandes) na escala ascendente. Se houver ruído, resolva primeiro esse problema, já que a variação pode desaparecer ao mesmo tempo.

- Verifique se há detectores contaminados. Em um FID extremamente sujo, partículas de carbono ou dióxido de silício podem se separar e cair na zona de detecção.

- Em uma coluna empacotada, verifique se a saída da coluna está devidamente selada com lã de vidro. Isso fará com que as partículas sejam sopradas para o detector. Um plugue de lã de vidro defeituoso ou faltando, no final de uma coluna empacotada, fará isso. Isso pode acontecer com qualquer detector, mas o detector de chama é particularmente suscetível a isso, por causa do diâmetro estreito do jet.
- Verifique a instalação da coluna empacotada. A base do jet ou a extremidade de um tubo de transferência avança para a extremidade da coluna. Se ela tocar um plugue de lã de vidro, serão produzidos picos.
- Verifique se o jato está correto. Consulte:

Ruído e sensibilidade no detector de captura de elétron de microcélula (uECD)

CUIDADO

A desmontagem do detector e/ou os procedimentos de limpeza que não sejam térmicos devem ser realizados por pessoal treinado e com a licença apropriada para a manipulação de materiais radioativos. Traços de ^{63}Ni radioativo podem ser removidos durante outros procedimentos, causando exposição possivelmente perigosas à radiação.

AVISO

Para evitar contaminação prejudicial da área com material radioativo, a tubulação de exaustão do detector deve estar sempre conectada a uma coifa ou ventilada de outra forma que esteja em conformidade com as regulamentações locais.

Problemas de desempenho associados ao ECD incluem, mas não se limitam a, perda de sensibilidade (real ou percebida), ruído de fundo alto, linha de base com ruído e picos ou "lombadas" que não são características das amostras sendo injetadas.

Se os problemas não forem acompanhados por um aumento na saída do sinal, conforme lido na tela frontal do GC, suspeite do detector somente após as outras peças do sistema cromatográfico terem sido verificadas.

Antes de começar uma solução de problemas mais ampla, considere a natureza do problema:

- 1 Se tiverem sido feitas alterações recentes no sistema, como alterações nos gases de arraste e detectores, manutenção de injetores e colunas ou troca de coluna, investigue a possibilidade de contaminações ou vazamentos.
- 2 Se o problema for crônico e estiver forte o suficiente para interferir com a análise, verifique se há contaminação, degradação da coluna ou por último uma célula ECD com defeito.

Consulte também:

[“Avaliação do sinal exibido”](#)

[“Sensibilidade”](#)

Avaliação do sinal exibido

A primeira consideração é o valor do sinal quando o GC estiver ocioso. O nível de sinal "ocioso" é uma função do tipo e da qualidade dos gases de arraste e detector, assim como os fluxos e a aplicação. Isso pode variar conforme a situação, mas, como regra geral, os valores a seguir se aplicam ([Tabela 3](#)). [Figura 3](#) mostra os estágios do ciclo de vida típicos do uECD.

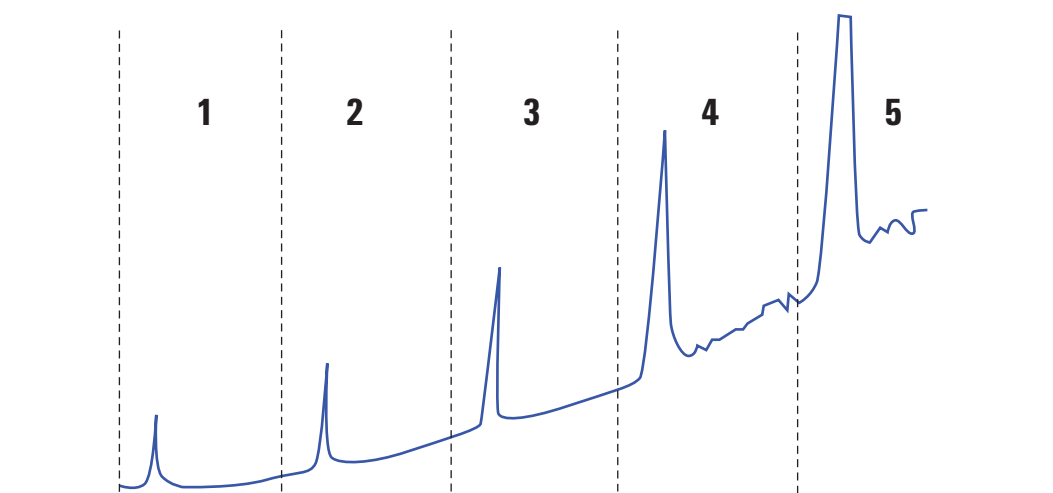
Tabela 3 Avaliação do sinal uECD

Sinal ECD	Comentários
<200	uECD está "íntegro".
200 a 400	Levemente elevado, não é causa de preocupação, nesse momento. O sinal ainda está numa faixa "boa".
400 a 1000	Sistema mostrando sinais de contaminação de gases, colunas ou amostras. Se o sinal subir, por causa da maior temperatura do forno, verifique a coluna.
1000 a 2000	Verifique se há uma contaminação mais grave e siga as recomendações para solução de problemas.
>2000	Se os procedimentos a seguir não funcionarem, verifique a célula uECD.

NOTA

Pode demorar até 24 horas para a linha de base uECD se estabilizar completamente, especialmente se você estiver com o sistema frio e quiser garantir um funcionamento com alta sensibilidade. Para resultados mais precisos, execute o detector em condições operacionais normais, pelo maior tempo possível (pelo menos 2 horas e até 24 horas), antes de executar o teste de frequência.

Se você for fazer a injeção em um injetor nunca utilizado, use um septo de sangramento baixo. Certifique-se de condicionar o novo septo antes de usá-lo em uma entrada, por várias horas, com um fluxo portador de 1 a 5 mL/min.

Estágios do ciclo de vida ECD típico:**Estágio 1: Célula Nova**

Fundo = 100 Hz. Célula atende ao padrão sinal-para-ruído (S/N) Agilent.

Estágio 2: 6 meses – 1 ano

Fundo = 180 Hz. Maior resposta.

Estágio 3: 1-2 anos

Fundo = 350 Hz. Maior resposta, ruído aumentando, S/N menor.

Estágio 4: 2-4 anos

Fundo > 500 Hz. Linha de base com ruído, picos negativos. Limpeza térmica necessária.

Estágio 5: 4-10 anos

Fundo > 1,000 Hz. Resposta grande. Muito ruído, célula contaminada. Requer troca da célula.

Figura 3 Ciclo de vida ECD típico

Sensibilidade

Se o ECD estiver em uma faixa de sinal "boa" e o problema for a sensibilidade, provavelmente algo está errado com o injetor ou a coluna. Considere o seguinte:

- 1 Se você usar um injetor com modos com e sem divisão, verifique se o modo não foi alterado e se a válvula de divisão está funcionando. Isso pode ser feito, verificando-se se há uma alteração correspondente na resposta, fazendo-se uma injeção dividida e, depois, uma não-dividida, todos os outros parâmetros do método permanecem os mesmos. Se você

estiver usando o modo dividido, verifique o fluxo dividido usando um medidor de fluxo.

- 2 Verifique todas as taxas de fluxo. Consulte [“Medição de fluxo de FID, TCD, uECD e FPD”](#).
- 3 Verifique se foi feita a manutenção completa do injetor. Isso inclui cortar e reinstalar a coluna.
- 4 Verifique se o dispositivo de injeção está funcionando adequadamente. Se o método usar uma válvula de amostragem, faça uma injeção de seringa direta de concentração similar à introduzida pela válvula. Evite um problema com a válvula.
- 5 Inspecione o liner de mistura no adaptador do gás auxiliar (Makeup). Basta um pouco de contaminação de grafite ou amostra para reduzir a sensibilidade. Consulte [Para substituir liner de mistura de sílica fundida do uECD e instalar o adaptador de gás auxiliar \(Makeup\)](#).

Contaminação (linha de base alta)

Se o ECD tiver uma linha de base maior do que a esperada para sua idade, verifique o seguinte:

- Descarte todas as outras causas possíveis. Consulte [“Sensibilidade”](#), acima. Também verifique as fontes de gases de arraste e detectores, filtros de gás e a coluna.
- Inspecione o liner de mistura no adaptador do gás auxiliar (Makeup). Basta um pouco de grafite para contaminar os resultados. Consulte [Para substituir liner de mistura de sílica fundida do uECD e instalar o adaptador de gás auxiliar \(Makeup\)](#).
- Se a linha de base do detector for > 500 Hz, independente da idade do detector, [faça o bakeout](#) do detector. Deixe-o funcionando por 1–2 dias.

Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade)

- Se estiver usando uma entrada no modo com divisor, verifique a taxa de divisão.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte [“Dicas para a verificação Leak Check”](#).) Para solucionar pequenos vazamentos em uma entrada com/sem divisor, consulte [Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor](#).
- Verifique se há contaminação na entrada. (Consulte [“Contaminação ou Carryover”](#).)
- Verifique se cada coluna foi cortada e instalada corretamente nas extremidades.
- Verifique se o tipo da coluna é o correto.
- Faça a manutenção da coluna: [Faça o bakeout](#) dos contaminantes, [remova](#) o trecho da coluna contaminada perto do injetor e [reverta e faça o bakeout](#) da coluna, conforme o necessário.
- Verifique se o tipo de liner é apropriado para a amostra.
- Verifique se as configurações de fluxo do detector estão corretas.

Meça os fluxos reais do detector. Se um fluxo real não corresponder ao exibido pelo GC, verifique se há contaminação e restrições, como um jet obstruído. Consulte:

- [Para medir um fluxo do detector](#)
- [Para medir o vazamento de corrente do FID](#)
- [Para verificar se a pérola do NPD está acesa](#)
- Verifique a [pureza](#) do gás de fornecimento.
- Verifique todos os indicadores e datas do filtro.
- Verifique se os parâmetros do método estão corretos.
- Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra.
- Verifique o tamanho configurado da seringa. Alguns tamanhos de seringa são especificados em meia capacidade. Se o volume máximo da seringa for marcado em meia capacidade no corpo da seringa, e não no topo da mesma, digite **o dobro** do volume que consta no rótulo ao configurar o tamanho da seringa.

- Se a queda na área de pico ou altura ocorreu gradualmente devido ao aumento da linha de base, e não de forma súbita, verifique se há contaminação no detector. Faça o bakeout do detector ([FID](#), [TCD](#), [uECD](#)).

Se estiver usando um FID:

- Verifique se o [jet](#) está instalado.
- Verifique se o jet está sujo.
- Verifique se há peças do detector contaminadas.
 - [Para realizar a manutenção do conjunto do coletor do FID](#)
 - [Para medir a saída de linha de base do FID](#)

Se estiver usando um a uECD:

- Substitua o revestimento com a mistura de sílica fundida.
- Substitua e reinstale a coluna.

Ao utilizar um NPD:

- Verifique se há contaminação no detector.
- Substitua os isolantes cerâmicos.
- Substitua a pérola.

Ao usar um FPD:

- Verifique se a [instalação](#) da coluna está correta.
- Verifique se o filtro correto está instalado e limpo.
- Verifique as taxas de fluxo.
- Verifique o tipo de gás auxiliar (Makeup)

Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID

Em uso normal, o FID pode desenvolver depósitos no coletor, isoladores, jet, etc. Para reduzir o acúmulo de contaminação, a Agilent recomenda usar o detector a 300 °C ou mais.

Entretanto, mesmo com o uso normal, aparecem depósitos no jet (geralmente, sílica branca do sangramento da coluna ou fuligem de carbono preta). Esses depósitos reduzem a sensibilidade e causam ruídos e spikes. Os jets precisam de limpeza ou troca periódica. O procedimento a seguir verifica as causas de baixa sensibilidade de acordo com a frequência em que ocorrem.

Para perda de sensibilidade associada a ruídos, Wander e Drift, consulte também [“Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base”](#).

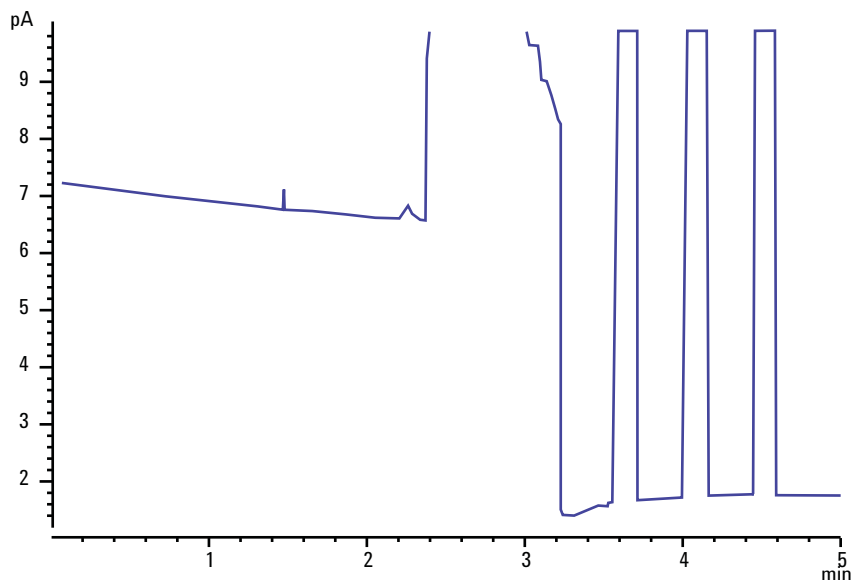
- 1 Verifique as configurações de fluxo do detector. Consulte [Condições iniciais recomendadas para novos métodos FID](#).

A regra geral é uma proporção de 1:1 de hidrogênio para (coluna + gás auxiliar (Makeup)).

- 2 Faça a medição das taxas de fluxo reais do detector. Consulte [“Para medir um fluxo do detector”](#). Se os fluxos reais de hidrogênio, gás auxiliar e das colunas capilares forem menores do que o mostrado, o jet está sendo obstruído. Consulte [“Para medir o vazamento de corrente do FID”](#).
- 3 Verifique se a coluna está instalada corretamente. Reinstale-a. Consulte [Para instalar uma coluna capilar no FID](#). Certifique-se de que a coluna esteja instalada totalmente dentro da ponta e retirada 1–2 mm (id de coluna 100 µm).
- 4 Verifique os parâmetros do injetor que controlam a ventilação, como taxa de divisão e tempo de atraso da purga sem divisão. Certifique-se de que amostra não esteja sendo ventilada inadvertidamente.
- 5 Faça a manutenção da entrada (troque todas as partes consumíveis) e faça o teste de pressão na entrada, quando terminar. Consulte o [manual de manutenção](#) e [“Dicas para a verificação Leak Check”](#).
- 6 Faça a manutenção completa do FID. Desmonte o FID e limpe ou troque todas as peças. Consulte o seguinte:
 - [Para realizar a manutenção do conjunto do coletor do FID](#)

A chama do FID se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente

Este é um exemplo de cromatograma ilustrando a ausência de chama resultante de um grande pico de solvente.



Se a chama apagar, o GC tentará acendê-la três vezes. O GC tenta a ignição sempre que a saída do detector ficar abaixo do ponto de ajuste do **Lit Offset**, independente de a chama estar apagada ou não. (Em um sistema muito limpo, a saída da linha de base pode ser menor que 2 pA.)

Se a chama do FID apagar durante uma execução:

- Verifique se a chama não foi extinta por um pico de água ou solvente aromático.
- Verifique se há jato conectado.
- Verifique se as configurações de fluxo do gás estão corretas. Verifique se o **Lit Offset** está configurado corretamente.

Se a chama do FID tentar se reacender, mas já estiver acesa:

- Verifique se a configuração **Lit Offset** do FID é apropriada para a corrida (geralmente < 2,0 pA).
- Verifique se um pico aromático ou água extinguiram a chama.
- Verifique se o jato está parcialmente conectado. Meça o hidrogênio, ar fluxos complementares reais no detector. (Consulte “[Para medir um fluxo do detector](#)”.)

- Verifique se há vazamentos na conexão da coluna do detector. (Consulte [“Dicas para a verificação Leak Check”](#).)

Saída de linha de base do FID acima de 20 pA

- Verifique a pureza do suprimento de gás de arraste e detector.
- Inspecione vazamentos na coluna. Defina a temperatura do forno como a temperatura ambiente. Se a saída do detector cair significativamente, verifique se há uma coluna contaminada ou sangrando ou gás de arraste contaminado. Confirme o sangramento da coluna, desligando o fluxo da coluna (com o forno frio) e verificando a saída do detector.
- Verifique os indicadores/datas dos filtros de suprimento do gás e certifique-se de que não estejam gastos.
- Verifique se o detector foi remontado corretamente após a manutenção recente.
- Verifique se há contaminação no detector. [Faça o bakeout](#) do detector.
- Verifique se a corrente de fuga do FID é $< 2,0$ pA. (Consulte [“Para medir o vazamento de corrente do FID”](#).)

Saída de linha de base do FID no máximo (~8 milhões)

Se a saída FID parecer estar presa em um valor muito alto (até 8 milhões de contagens), verifique se há um coletor em curto.

- 1 Verifique se a mola da interconexão foi dobrada. **Remova** o conjunto do coletor e inspecione visualmente a mola.
- 2 **Desmonte** o conjunto do coletor e verifique visualmente se há acúmulo de ferrugem nas peças. Substitua as peças, conforme necessário. Para evitar esse problema, opere o detector a $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 3 Verifique se há carbonização no detector, devido à injeção de solventes aromáticos ou com cloro. Para evitar esse problema, opere o detector a $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$. **Remonte** e instale o coletor e opere o detector usando fluxos de ar e hidrogênio mais altos (o ar deve estar a 450 mL/min, o hidrogênio a 35 mL/min).

A chama do FPD se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente

Se a chama se apaga durante uma corrida, faça o seguinte:

- Verifique se há vazamentos no sistema do GC, especialmente na conexão da coluna do detector (Consulte [“Dicas para a verificação Leak Check”](#).)
- FPD: Confira se a temperatura do detector está definida em ≥ 200 °C.
- Certifique-se de que a condensação no tubo de ventilação não esteja pingando de volta no detector. O tubo de ventilação plástico flexível deve ir do detector até um contêiner, sem ceder, para drenar adequadamente a água condensada. Mantenha a ponta aberta do tubo fora da água do contêiner.

Se a chama do FPD se apaga e em seguida torna a acender, faça o seguinte:

- Verifique se a configuração **Lit Offset** está menor do que a linha de base normal.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte [“Dicas para a verificação Leak Check”](#).)
- Verifique as configurações de fluxo e meça os fluxos reais do detector. (Consulte [“Para medir um fluxo do detector”](#).)
- Algumas condições ambientais, como:
 - Campos magnéticos altos
 - Variações grandes de temperatura ambiente
 - Variações grandes de pressão atmosférica

podem causar um sinal artificialmente baixo no GC, indicando incorretamente que a chama se apagou. Como resultado, a corrida é abortada e o GC tenta reacender uma chama já acesa.

Você pode verificar se a chama está acesa segurando uma superfície fria e brilhante (como um espelho ou uma chave inglesa) sobre o tubo de saída. Uma condensação na superfície indica que a chama está acesa.

Redefina o **Lit Offset** para 2,0.

Quenching/Repetibilidade de FPD

O quenching de hidrocarbonetos ocorre quando uma concentração alta de dióxido de carbono de um pico de hidrocarboneto está na chama, ao mesmo tempo que o espécime de enxofre. Parte da luz emitida pelo espécime de enxofre é absorvida por alguns espécimes de CO₂.

A auto-quenching ocorre em altas concentrações da espécie heteroatômica. Algumas outras espécies (inativas) sem carga reabsorvem o fóton emitido, evitando que ele alcance o PMT.

Para resolver o quenching de hidrocarbonetos:

- A coluna deve oferecer uma boa separação dos componentes, aqueles que contém enxofre ou fósforo, assim como aqueles que não contém, mas absorvem a luz.
- Otimize a separação cromatográfica de forma que os picos de hidrocarboneto sejam resolvidos a partir de picos de enxofre ou fósforo.
 - 1 Execute primeiro a análise em um FID, para poder ver todos os picos (o FPD ignora hidrocarbonetos).
 - 2 Execute a análise no FPD.
 - 3 Modifique o método, de forma que o pico de interesse esteja separado do resto dos picos.

A saída do FPD é muito alta ou muito baixa

- Verifique se o filtro correto está sendo usado. Não use filtro de fósforo com fluxos otimizados para enxofre ou um filtro de enxofre com fluxos otimizados para fósforo.
- Verifique a posição da coluna, conforme a instalação no detector.
- Verifique a [pureza](#) do gás.
- Verifique se os fluxos estão otimizados para o filtro em uso. Monitore a saída do FPD. A tabela abaixo oferece exemplos de saída do detector quando o filtro instalado no detector e os fluxos de gás em uso não correspondem.

Fluxos de gás otimizados para	Saídas	
	Com filtro de enxofre	Com filtro de fósforo
Enxofre	30 a 50	10 a 12 (baixo)
Fósforo	240 a 250 (alto)	30 a 50

Além de haver uma divergência entre o filtro instalado e um conjunto específico de fluxos de gás, verifique a saída do sinal do FPD com a chama acesa:

- Se a saída for de 0,5 a 3,0, verifique se a chama está ACESA.
- Se a saída for 0, verifique se o eletrômetro está DESLIGADO ou se o cabo do sinal está desconectado.
- Se a saída for < 30, a chama pode estar na posição errada. Verifique os fluxos do detector, fluxo de coluna e posição de coluna. Consulte:
 - [Para medir um fluxo na coluna](#)
 - [Para medir um fluxo do detector](#)

Áreas de pico pequenas do FPD

- Verifique as configurações de fluxo e meça os fluxos reais do detector. (Consulte [“Para medir um fluxo do detector”](#).)
- Executar a [manutenção completa do injetor](#): Substitua todas as partes consumíveis e aqueça a entrada.
- Realize a manutenção da coluna: [Faça o bakeout](#) dos contaminantes, [remova](#) o trecho da coluna contaminada perto do injetor e [reverta e faça o bakeout](#) da coluna, conforme o necessário.
- Verifique se a coluna está instalada corretamente.
- Considere o tipo de filtro (enxofre ou fósforo).
- Verifique se há vazamentos no sistema. (Consulte [“Dicas para a verificação Leak Check”](#).)
- Verifique se as configurações do método são apropriadas.
- Verifique as taxas de fluxo.
- Verifique o tipo de gás auxiliar (Makeup)

Largura de pico grande do FPD em meia altura

Se o FPD produzir picos anormalmente largos em meia altura do pico, faça o seguinte:

- Verifique o volume da injeção; reduza se for necessário.
- Verifique se o Liner não está reagindo à amostra.

Saída alta de linha de base do FPD, > 20 pA

- Verifique a [pureza](#) do gás de fornecimento.
- Verifique todos os indicadores e datas do filtro.
- Verifique se há contaminação no detector.
- Verifique se há vazamentos leves no tubo fotomultiplicador (PMT); aperte o PMT se ele estiver solto.
- Executar a [manutenção completa do injetor](#): Substitua todas as partes consumíveis e aqueça a entrada.
- Realize a manutenção da coluna: [Faça o bakeout](#) dos contaminantes, conforme o necessário.

Dissipação de solvente do NPD

Se a linha de base não se recuperar após um pico do solvente:

- Ative ou desative o hidrogênio em torno do pico do solvente.
- Use nitrogênio como gás de complementação.
- Defina o total para o fluxo de coluna e o gás de complementação em menos de 10mL/min.
- Aumente o fluxo de ar em 10 mL/min.
- Aumente a temperatura do detector para 325 °C.

Resposta baixa do NPD

- Execute a [manutenção](#) completa do injetor: Substitua todas as partes consumíveis e aqueça a entrada.
- Realize a manutenção da coluna: [Faça o bakeout](#) dos contaminantes, conforme o necessário. [Verifique](#) se a instalação da coluna está correta.
- Uma grande concentração de solvente extinguiu o plasma de hidrogênio/ar. Aumente a tensão da pérola. Corra com o gás auxiliar (Makeup) a uma taxa de fluxo de 5 mL/min.
- Verifique se há hidrogênio vindo da fonte externa (cilindro). Verifique se o fluxo e a pressão estão acionados no teclado. A taxa do fluxo de hidrogênio deve estar entre 1,0 e 5,5 mL/min. Meça os fluxos de gás reais no detector. (Consulte [“Para medir um fluxo do detector”](#).)
- Verifique se o jato está parcialmente conectado. Consulte [Para verificar se a chama do FID está acesa](#).
- Se o isolador de cerâmica superior estiver contaminado, um deslocamento maior (2 a 15 pA ou mais) irá acontecer quando a pérola estiver desligada. Isso afeta diretamente a sensibilidade.
- Verifique se a pérola está ativada. Olhe através do orifício de escape na tampa do detector para ver se a pérola está alaranjada. Se a pérola não estiver brilhando, verifique o sinal do plano de fundo do detector. Reduza a tensão da pérola para zero, para estabelecer um nível de referência. Depois, procure um aumento brusco agudo na saída, conforme a tensão da pérola aumenta, o que indica que a ignição ocorreu. Se 4 V estiverem sendo fornecidos para a pérola, mas ela não estiver acendendo, a pérola estará provavelmente queimada. Substitua a pérola.
- [Substituir](#) os isoladores/coletor.
- Verifique se há contaminação da fase líquida (fases polares).

Saída de linha de base do NPD > 8 milhões

- O coletor fica em curto com a caixa do detector. Desmonte o coletor e os isoladores e reinstale-os.

O processo de ajuste do offset do NPD não funciona corretamente

- Inspecione o jet, para ver se ele está obstruído. (Consulte [ara verificar se o jet do NPD está obstruído.](#))
- Meça os fluxos reais do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector.](#)) Se os fluxos de hidrogênio ou auxiliar (make-up) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.
- Verifique a condição da pérola. [Substitua-o](#), se necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações da pérola.](#)
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. Verifique profundamente se há vazamentos em todo o sistema, especialmente no adaptador da coluna do detector. (Consulte [Verificar vazamentos.](#))
- Ajuste o tempo de equilíbrio em 0,0.

Seletividade baixa do NPD

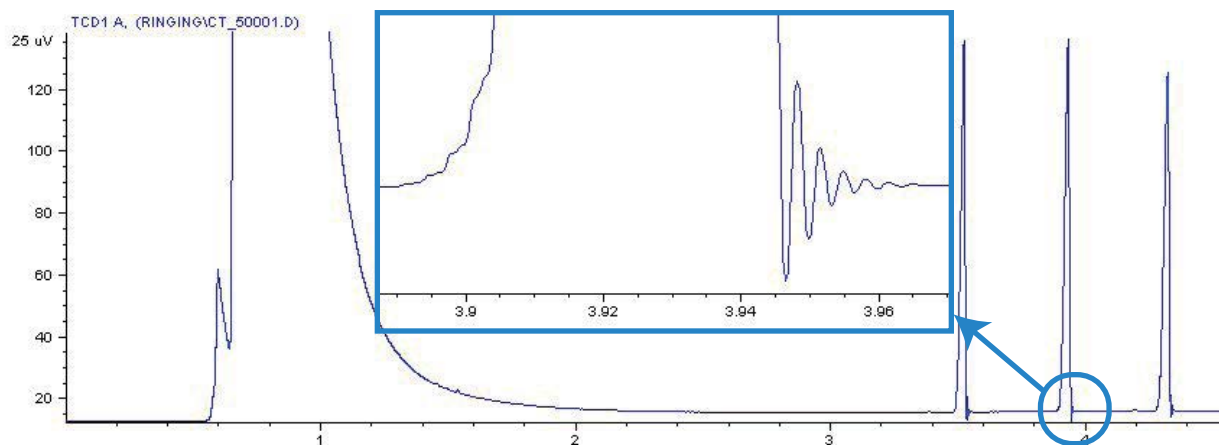
(Resposta alta do hidrocarboneto em relação ao nitrogênio ou fósforo.)

- Verifique se o fluxo de hidrogênio está correto ($< 3\text{mL/min}$).
- Inspeção a pérola; ela pode estar defeituosa ou gasta.
- Verifique se a tensão da pérola está correta.
- [Substitua](#) o coletor e os isoladores.

Picos negativos vistos com o TCD

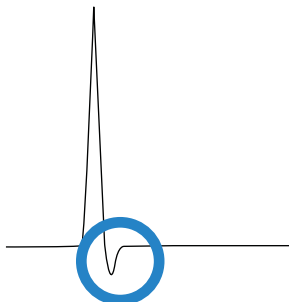
- Verifique se o tipo de gás correto está sendo usado.
- Verifique se há vazamentos no sistema, especialmente no adaptador da coluna do detector. (Consulte “[Verificar vazamentos](#)”.)
- Considere a condutividade térmica dos analitos relativos ao arraste.
- Verifique as configurações de fluxo e faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte “[Para medir um fluxo do detector](#)”.)

A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal amortecido (linha de base oscilante)



A taxa de dados errada está selecionada no sistema de dados.
Para o TCD, a taxa de dados deve ser ≤ 5 Hz.

Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda



- Verifique se há vazamentos no adaptador da coluna do detector. (Consulte “[Verificar vazamentos](#)”.)
- Atualize o detector para um filamento passivo.

3 Sintomas cromatográficos

4

Sintomas quando o GC não está pronto

- O GC nunca fica pronto 86
- O fluxo nunca está pronto 87
- A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente 88
- O forno nunca aquece 89
- A temperatura nunca está pronta 90
- Não é possível definir um fluxo ou pressão 91
- Um gás não atinge o valor ajustado ou o fluxo ou a pressão do ponto de ajuste 92
- Um gás excede o valor ajustado ou o ponto de ajuste de pressão ou o fluxo 93
- O fluxo ou a pressão do injetor flutuam 94
- Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em um injetor com divisor 95
- O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido 96
- O FID não acende 97
- O ignitor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição 99
- Os fluxos de gás auxiliar (Makeup) e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do ponto de ajuste 100
- Falha no processo de ajuste do offset do NPD 101
- O FPD não acende 102
- A válvula não está pronta 104

Esta seção inclui falhas e sintomas que ocorrerão quando o GC estiver ligado, mas não conseguir realizar análises. Isso é indicado por um aviso “Not Ready”, por mensagens de falha ou por outros sintomas.



O GC nunca fica pronto

Normalmente o GC torna-se pronto após os fluxos e temperaturas atingirem o ponto de ajuste. Se o GC não tornar-se pronto após um longo período:

- Pressione **[Status]** ou uma tecla de componente (por exemplo, **[Front inlet]** Entrada frontal) para ver quais pontos de ajuste ou condições não estão prontos.
- Verifique se há problemas no amostrador.
- Verifique se há algum problema no sistema de dados.
- Se estiver realizando injeções manuais em modo sem divisor ou de economia de gás, pode ser necessário pressionar **[Prep Run Prep corrida]** para preparar o injetor para a injeção. Faça isto, por exemplo:
 - Para alternar o valor de purga da entrada antes de uma injeção com divisor
 - Para preparar uma injeção com pulsos
 - Para desativar a economia de gás.

Para mais informações sobre **[Prep Run]** Prep corrida, consulte o [Guia do usuário avançado do GC Agilent série 7820](#).

O fluxo nunca está pronto

Se o fluxo de gás nunca tornar-se pronto, verifique:

- Verifique se o gás de suprimento [entrega pressão suficiente](#).
- Verifique os restritores instalados no módulo EPC auxiliar (se aplicável).
- Verifique o tipo de gás configurado. O tipo de gás configurado deve corresponder ao gás chumbado no GC.
- Verifique se há vazamentos na sonda de fornecimento de gás e no GC. (Consulte “[Verificar vazamentos](#)”.)

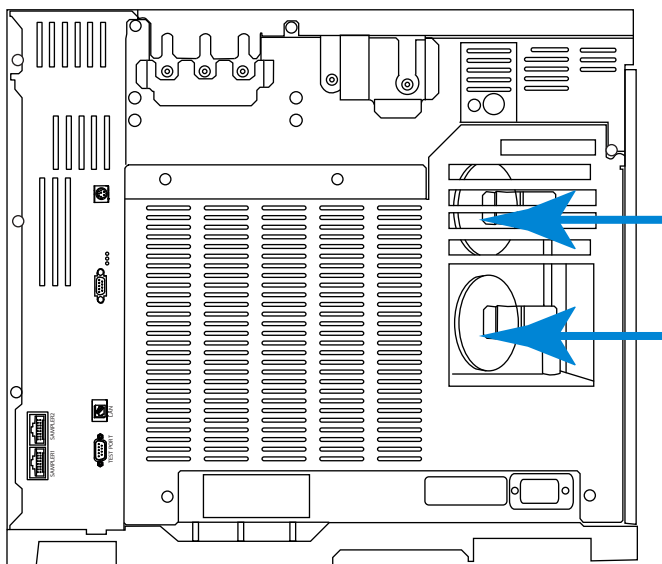
A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente

Se o forno não esfriar ou esfriar muito lentamente:

AVISO

A exaustão na parte posterior do GC é muito quente. Não aproxime as mãos ou o rosto da ventilação de exaustão.

- Verifique o funcionamento das abas do forno.
 - 1 Reduza a temperatura do forno em pelo menos 20 graus.
 - 2 Verifique se os flaps do forno na parte de trás do GC estão **abertos**. Ouça para verificar se o ventilador está funcionando. A figura abaixo ilustra a localização das duas abas do forno.



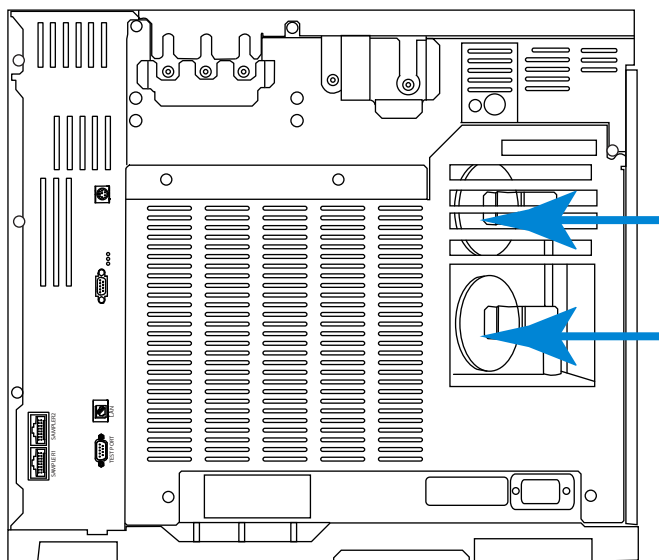
O forno nunca aquece

- Pressione **[Status]** para verificar erros a serem relatados à Agilent.

AVISO

A exaustão na parte posterior do GC é muito quente. Não aproxime as mãos ou o rosto da ventilação de exaustão.

- Desligue e ligue o GC.
- Verifique o funcionamento das abas do forno.
 - 1 Aumente a temperatura do forno em pelo menos 20 graus.
 - 2 Verifique se os flaps do forno na parte de trás do GC estão **fechados**. A figura abaixo ilustra a localização das duas abas do forno.



A temperatura nunca está pronta

Para ser considerada pronta, a temperatura deve estar no ponto de ajuste ± 1 °C por 30s. Se uma temperatura nunca fica pronta, faça o seguinte:

- Verifique a ausência do copo de isolamento em uma entrada ou detector.
- Verifique se há uma diferença muito grande entre o forno e a entrada ou o detector.
- Verifique a ausência de isolamento em torno da entrada ou do detector.

Não é possível definir um fluxo ou pressão

Caso não consiga definir um fluxo ou pressão usando a entrada com/sem divisor, faça o seguinte:

- Verifique o modo da coluna.
- Verifique se uma coluna capilar está configurada para a entrada correta.
- Verifique as dimensões da coluna configurada.
- Verifique se o fluxo está ligado.

Um gás não atinge o valor ajustado ou o fluxo ou a pressão do ponto de ajuste

Se uma entrada não atingir seu ponto de ajuste de pressão ou valor ajustado, essa entrada se fechará no prazo determinado pelo tipo de entrada. (Os injetores com EPR irão indicar a prontidão ou falta de por meio de um asterisco piscante.)

Faça o seguinte:

- Verifique se a pressão de fornecimento de gás é suficiente. A pressão no suprimento deve ser no mínimo 10 psi maior que o ponto de ajuste desejado.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte “[Verificar vazamentos](#)”.) Pode estar ocorrendo um grande vazamento em algum lugar do sistema. Use um detector de vazamentos eletrônico para encontrar esse vazamento e então corrija-os. Não se esqueça de verificar a coluna—uma coluna quebrada é um vazamento muito grande.
- Ao usar o modo de economia de gás, certifique-se de que a taxa de fluxo dele seja alta o suficiente para manter a mais alta pressão de topo de coluna usada durante uma corrida.
- Verifique se há uma coluna incorretamente instalada.
- Verifique se há algum defeito no sensor de pressão do injetor ou do detector.

Se você estiver usando uma entrada com/sem divisor:

- Verifique a taxa de divisão. Aumente a quantidade de fluxo com divisor.

Um gás excede o valor ajustado ou o ponto de ajuste de pressão ou o fluxo

Se um gás exceder seu valor ajustado ou ponto de ajuste de pressão ou fluxo, faça isto:

Se você estiver usando entrada com/sem divisor:

- Reduza a taxa de divisão.
- Substitua o filtro de purga do divisor.
- Verifique se o liner correto foi selecionado (caso use liner).
- Verifique se as configurações de pressão do método para os injetores SS estão acima das configurações mínimas viáveis disponíveis no GC.
- Verifique se há contaminação no lacre dourado. Consulte [Para substituir o selo dourado do injetor com/sem divisor](#).

Se estiver usando FID ou NPD:

- Verifique se há jato conectado. Consulte “[Para verificar se o jet do FID está obstruído](#)” ou “[Para verificar se o jet do NPD está obstruído](#)”.

Válvulas:

- Verifique se há um desalinhado. [Alinhe o rotor](#).

O fluxo ou a pressão do injetor flutuam

A flutuação na pressão da entrada causa variações na taxa de fluxo e tempos de retenção durante a execução. Faça o seguinte:

- Verifique se o purificador ou o gerador a gás está operando em ou próximo da capacidade.
- Verifique se o gás de suprimento [entrega pressão suficiente](#).
- Verifique se o regulador de pressão do fornecimento está funcionando corretamente. Sistemas com grande extensão de tubos de fornecimento podem requerer um regulador para redução de pressão próximo ao GC. Além disso, use um regulador adicional para suavizar flutuações causadas pelos geradores de gás.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte [“Verificar vazamentos”](#).) Pode estar ocorrendo um grande vazamento em algum lugar do sistema. Use um detector de vazamentos eletrônico para encontrar esse vazamento e então corrija-os. Não se esqueça de verificar a coluna—uma coluna quebrada é um vazamento muito grande.
- Verifique se há grandes restrições no revestimento da entrada ou no filtro de purga do divisor.
- Verifique se o revestimento correto está instalado. Alguns liners têm grandes quedas de pressão causadas pelo projeto ou empacotamento comprimido (lã de vidro).
- Verifique se houve alterações extremas na temperatura ambiente durante as corridas. Corrija o problema de temperatura do laboratório ou coloque o instrumento em um local mais adequado.
- Verifique se o recurso Fluxo Zero Automático está ativado. Consulte [Fluxo zero automático](#).

Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em um injetor com divisor

Se o GC não puder manter a pressão baixa como no ponto de ajuste, verifique:

- Considere o uso de um revestimento desenvolvido para análises com divisor.
- O parâmetro de pressão do método (ou a pressão resultante de uma configuração de fluxo) é muito baixo para o tipo de gás de arraste.
- Verifique se há revestimento conectado.
- Verifique se há contaminação ou restrição na tubulação de purga do divisor. Consulte:
 - [Para realizar um teste de restrição de purga do divisor SS.](#)
 - [Para verificar se há contaminação na linha de purga do divisor](#)
- Para a entrada com/sem divisor, substitua o selo dourado.

O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido

Se o fluxo da coluna não corresponder ao fluxo calculado exibido no GC dentro de 10%, faça o seguinte:

- Verifique se os fluxos medidos estão corrigidos para 25 °C e 1 atmosfera.
- Verifique se as dimensões corretas da coluna estão configuradas com precisão, incluindo o tamanho real (adaptado) da coluna.
- Uma coluna WCOT pequena (<15 m) de 0,58 a 0,75 mm id está sendo utilizada com uma entrada capilar com/sem divisor. O controlador de fluxo total está definido para uma taxa de fluxo alta, que cria certa pressão no injetor e causa fluxo na coluna até mesmo com uma pressão zero no ponto de ajuste. (Nessas situações, pode ser exibida uma pressão real na tela, mesmo com um ponto de ajuste zero.) Com colunas pequenas, de 530 a 750 mm, mantenha a taxa de fluxo total o mais baixa possível (por exemplo, 20 a 30 mL/min). Instale um coluna maior com resistência superior (por exemplo, 15 a 30 m).
- A linha ou filtro de purga do divisor pode estar parcialmente conectada, criando pressão real de entrada superior à pressão do ponto de ajuste. Verifique se há restrições na linha de purga do divisor.
- Verifique se o fluxo zero automático está ativado. Conforme aplicável, zere o sensor de fluxo e pressão para o módulo de fluxo. Se isso não resolver o problema, substitua o módulo de fluxo.

O FID não acende

- Certifique-se de que a temperatura do FPD seja alta o bastante para a ignição ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Confira se as taxas de fluxo do FPD correspondem ao tipo de filtro instalado no FPD. A taxa de hidrogênio:ar causa grande impacto na ignição. As configurações não ideais de fluxo podem impedir a ignição da chama

Tabela 4 Fluxos do FPD recomendados

	Fluxos do modo de enxofre, mL/min	Fluxos do modo de fósforo, mL/min
Arraste (hidrogênio, hélio, nitrogênio, argônio)		
Colunas empacotadas	10 a 60	10 a 60
Colunas capilares	1 a 5	1 a 5
Gases do detector		
Hidrogênio	50	75
Ar	60	100
Arraste + auxiliar (make-up)	60	60

- Meça os fluxos reais do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector.](#))
- Verifique se o ignitor do FPD funciona. (Consulte [Para verificar se a chama do FPD está acesa.](#))
- Verifique o valor do **Lit Offset**. O valor típico de **Lit Offset** é 2,0. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acesa e desligará o detector.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Isso resulta em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos. (Consulte [Verificar vazamentos.](#))
- Tente aumentar as pressões de suprimento ao módulo de fluxo do FPD. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.

4 Sintomas quando o GC não está pronto

- Sob determinadas condições de operação, a chama se acende com mais facilidade quando o tubo de ventilação está removido. Depois de acender a chama, reinstale o tubo de ventilação.
- Tente mudar para os fluxos do modo de fósforo, acendendo a chama e alterando gradualmente os fluxos para os valores do modo de enxofre.
- Confira as conexões de cabo ao acoplamento e a conexão do acoplamento ao plugue incandescente.

O ignitor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição

AVISO

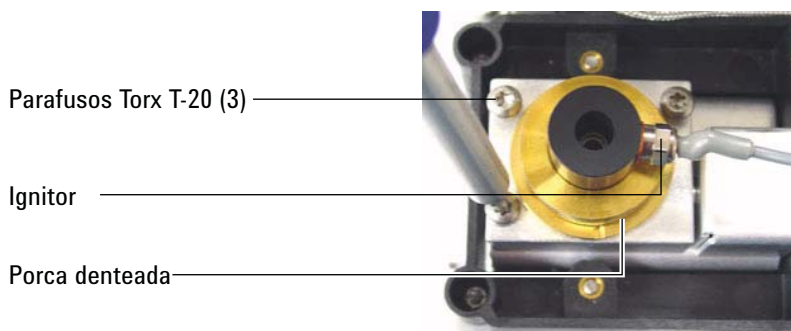
Mantenha-se em distância segura da chaminé do FID durante a execução dessa tarefa. Se estiver usando hidrogênio, a chama do FID não será visível.

- 1 Remova a tampa superior do detector.
- 2 **Acenda a chama do FID.**
- 3 Observe o conector do ignitor através da chaminé do FID. O orifício pequeno deve incandescer durante a sequência de ignição.

Se o teste falhar, verifique estes possíveis motivos:

- O ignitor pode estar com defeito; substitua-o.
- A temperatura do detector está definida como $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. A Agilent recomenda trabalhar com o FID a $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- O ignitor não tem uma boa conexão ao aterramento:
 - O ignitor deve estar firmemente parafusado no conjunto do FID.
 - Os três parafusos Torx T-20 que fixam o coletor montado precisam ser apertados.
 - A porca denteada de latão que prende o conjunto do FID deve estar apertada.

Faça a manutenção do FID se essas partes estiverem corroídas ou oxidadas.



Os fluxos de gás auxiliar (Makeup) e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do ponto de ajuste

- Verifique se há um jet obstruído ou parcialmente obstruído. Jets obstruídos criam backpressure. Como o módulo de fluxo usa controle de pressão, o aumento da contrapressão simula um fluxo adequado. A taxa de fluxo real cairá, porém o GC permanecerá funcional. Consulte:

“[Para verificar se um jet do FID está obstruído](#)”

“[Para verificar se um jet do NPD está obstruído](#)”

- Verifique se há vazamentos na conexão da coluna, na base do detector.
- Substitua o jet do [FID](#) ou [NPD](#).

Falha no processo de ajuste do offset do NPD

- Inspecione o jet, para ver se ele está obstruído. (Consulte [ara verificar se o jet do NPD está obstruído.](#))
- Meça os fluxos reais do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector.](#)) Se os fluxos de hidrogênio ou auxiliar (make-up) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.
- Verifique a condição da pérola. [Substitua-o](#), se necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações da pérola.](#)
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. Verifique profundamente se há vazamentos em todo o sistema, especialmente no adaptador da coluna do detector. (Consulte [Verificar vazamentos.](#))
- Ajuste o tempo de equilíbrio em 0,0.

O FPD não acende

- Certifique-se de que a temperatura do FPD seja alta o bastante para a ignição (> 150 °C).
- Confira se as taxas de fluxo do FPD correspondem ao tipo de filtro instalado no FPD. A taxa de hidrogênio:ar causa grande impacto na ignição. As configurações não ideais de fluxo podem impedir a ignição da chama

Tabela 5 Fluxos do FPD recomendados

	Fluxos do modo de enxofre, mL/min	Fluxos do modo de fósforo, mL/min
Arraste (hidrogênio, hélio, nitrogênio, argônio)		
Colunas empacotadas	10 a 60	10 a 60
Colunas capilares	1 a 5	1 a 5
Gases do detector		
Hidrogênio	50	75
Ar	60	100
Arraste + auxiliar (make-up)	60	60

- Meça os fluxos reais do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector.](#))
- Verifique se o ignitor do FPD funciona. (Consulte [Para verificar se a chama do FPD está acesa.](#))
- Verifique o valor do **Lit Offset**. O valor típico de **Lit Offset** é 2,0. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acesa e desligará o detector.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Isso resulta em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos. (Consulte [Verificar vazamentos.](#))
- Tente aumentar as pressões de suprimento ao módulo de fluxo do FPD. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.

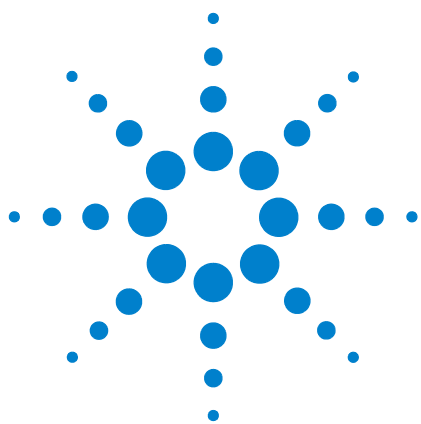
- Sob determinadas condições de operação, a chama se acende com mais facilidade quando o tubo de ventilação está removido. Depois de acender a chama, reinstale o tubo de ventilação.
- Tente mudar para os fluxos do modo de fósforo, acendendo a chama e alterando gradualmente os fluxos para os valores do modo de enxofre.
- Confira as conexões de cabo ao acoplamento e a conexão do acoplamento ao plugue incandescente.

A válvula não está pronta

A solução do problema depende do tipo de válvula.

Válvulas de amostragem de gás

O GC normalmente não fica pronto até que o tempo de injeção ou de carregamento decorra. Ele fica pronto após esse tempo de carregamento ou injeção especificado ter passado.



5 Sintomas de desligamento

Desligamento de coluna 106

Desligamentos de hidrogênio 108

Desligamentos térmicos 110



Desligamento de coluna

O GC monitora os fluxos de gás da entrada de alimentação e auxiliares. Se um gás de arraste (que pode incluir um fluxo auxiliar) não puder atingir seu fluxo ou ponto de ajuste de pressão, o GC irá pressupor que há um vazamento. Ele o avisará com um bipe após 25 segundos e continuará a emitir bipes em intervalos. Após aproximadamente 5 minutos, o GC desligará os componentes para criar um estado seguro. O GC:

- Mostra **Desligamento pressão entrada frontal**.
- Se desligará para evitar dano à coluna.
- Abrirá pela metade as abas do forno na parte posterior.
- Piscará indicando que o ponto de ajuste da temperatura do forno está **Desligado**.
- Desativará todos os fluxos da coluna. Quando exibidos, seus parâmetros piscam com o texto **Desligado**. Por exemplo, o fluxo da coluna de uma entrada com/sem divisor se desligaria.
- Desativará todos os outros aquecedores. Quando exibidos, seus parâmetros de temperatura piscam com o texto **Desligado**.
- Tentará ativar uma falha de zona de desligamento com uma mensagem de erro.
- Desliga o filamento do TCD.
- Desliga o ignitor do FID ou FPD, e os fluxos de ar e gás combustível.
- Desliga a pérola do NPD e os fluxos de ar e gás combustível.

Para recuperar-se desse estado.

- 1 Corrija a causa do desligamento. Verifique o fornecimento de gás de arraste. O GC requer um fornecimento de pressão de gás de 70 kPa (10 psi) maior do que a maior pressão usada na corrida.
 - Verifique se há uma coluna quebrada próxima à entrada.
 - Verifique se há vazamentos.
 - Substitua o septo da entrada.
 - Substitua o anel em O da entrada.
 - Verifique a pressão do fornecimento.
- 2 Pressione a tecla do dispositivo que iniciou o desligamento. Role até o parâmetro pneumático que está piscando como **Desligado**, depois pressione [**On**] **Ligar** ou [**Off**] **Desligar**.

Por exemplo, se a entrada frontal tiver ficado sem gás de arraste, pressione [**Front Inlet**] Entrada frontal, role até o parâmetro de pressão ou fluxo e pressione [**On**] Ligar.

Desligamentos de hidrogênio

O gás hidrogênio pode ser usado como portador ou como combustível para alguns detectores. Quando misturado com o ar, o hidrogênio pode formar misturas explosivas.

Hidrogênio utilizado em injetores e fluxos de gases auxiliares

O GC monitora os fluxos de gás da entrada de alimentação e auxiliares. Se um fluxo não conseguir alcançar seu ponto de ajuste de fluxo ou pressão e se esse fluxo estiver configurado para usar hidrogênio, o GC pressuporá que ocorreu um vazamento. Ele o avisará com um bipe após 25 segundos e continuará a emitir bipes em intervalos. Após aproximadamente 5 minutos, o GC desligará os componentes para criar um estado seguro. O GC:

- Mostra **Segurança relativa ao hidrogênio desligada**.
- Fechará a válvula de suprimento do gás de arraste da entrada e fechará e desligará os controles de pressão e fluxo. Quando exibidos, esses parâmetros irão piscar como **Desligado**.
- Abrirá as válvulas de purga com divisão na entrada com divisor/sem divisor.
- Desligará o aquecedor e o ventilador do forno e abrirá as abas do forno.
- Desliga todos os aquecedores (incluindo dispositivos conectados aos controles de aquecimento auxiliares, como aquecedores de caixa de válvulas e aquecedores de linha de transferência). Quando exibidos, esses parâmetros irão piscar como **Desligado**.
- Desliga o filamento do TCD.
- Desliga o ignitor do FID ou FPD, e os fluxos de ar e gás combustível.
- Desliga a pérola do NPD e os fluxos de ar e gás combustível.
- Emite um alarme.

AVISO

O GC não consegue detectar vazamentos nos fluxos de gás do detector. Por esse motivo, é vital que os adaptadores da coluna do FID, NPD e de outros detectores que usem hidrogênio sempre estejam conectados a uma coluna ou tenham tampa ou conector instalado e que os fluxos de hidrogênio estejam configurados para que o GC esteja ciente destes.

Para recuperar-se de um estado de desligamento do hidrogênio:

- 1 Corrija a causa do desligamento:
 - Substitua o septo da entrada. Consulte o [Manual de manutenção](#).
 - Substitua o anel em O da entrada. Consulte o [Manual de manutenção](#).
 - Verifique se há uma coluna quebrada.
 - Verifique a pressão do suprimento.
 - Verifique se há vazamentos no sistema. Consulte [Dicas para a verificação Leak Check](#).
- 2 Desligue e ligue o GC.
- 3 Quando o GC tiver reiniciado, pressione a tecla do dispositivo que iniciou o desligamento. Role até o parâmetro pneumático que está piscando como **Desligado**, depois pressione [**On**] **Ligar** or [**Off**] **Desligar**. Por exemplo, se a entrada frontal tiver ficado sem gás de arraste, pressione [**Front Inlet**] Entrada frontal, role até o parâmetro de pressão ou fluxo e pressione [**On**] Ligar.

Desligamentos térmicos

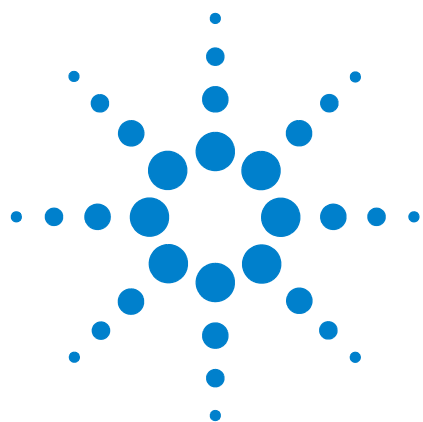
Uma falha térmica significa que o forno ou outra zona aquecida não está no intervalo de temperatura permitido (abaixo da temperatura mínima ou acima da temperatura máxima).

Diversos fatores poderiam causar esse erro:

- Um problema com o fornecimento elétrico do instrumento.
- Um defeito na zona de controle eletrônica.
- Um sensor de temperatura em curto.
- Um aquecedor em curto.

Para recuperar-se desse estado:

- 1** Corrija a causa do desligamento:
 - Verifique se falta isolamento.
- 2** A maioria dos desligamentos térmicos pode ser resolvida por meio do desligamento da zona térmica.



6 Sintomas de alimentação e de comunicação do GC

O GC não liga 112

O PC não consegue se comunicar com o GC 113

O GC liga, mas para durante a inicialização (autoteste) 114



O GC não liga

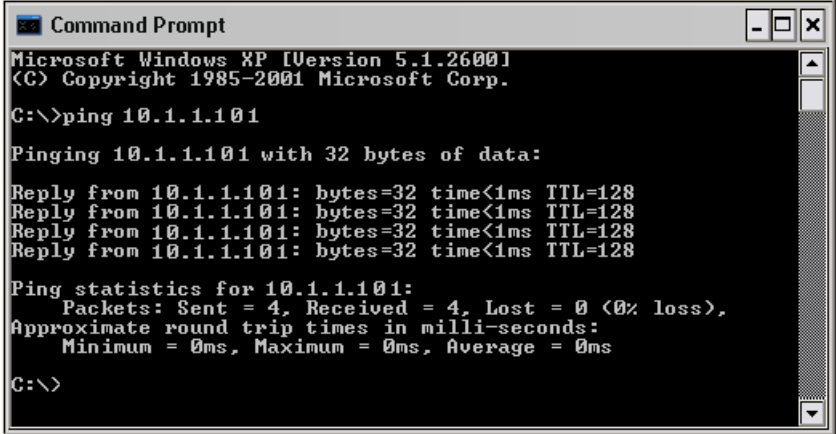
Se o GC não ligar:

- Verifique o cabo de eletricidade.
- Verifique se há energia no recinto.
- Se o problema for no GC, desligue-o. Aguarde 30 segundos e torne a ligá-lo.

O PC não consegue se comunicar com o GC

- Realize um teste de **ping**

O comando **ping** do MS-DOS verifica as comunicações em uma conexão TCP/IP. Para usá-lo, abra a janela do prompt de comando. Digite **ping** seguido por um endereço IP. Por exemplo, se o endereço IP for 10.1.1.101, digite **ping 10.1.1.101**. Se as comunicações na rede estiverem funcionando corretamente, será exibida uma resposta informando o êxito. Por exemplo:



```
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 o teste com o ping tiver êxito, verifique a configuração do software.

Se o teste de ping fracassar, faça o seguinte:

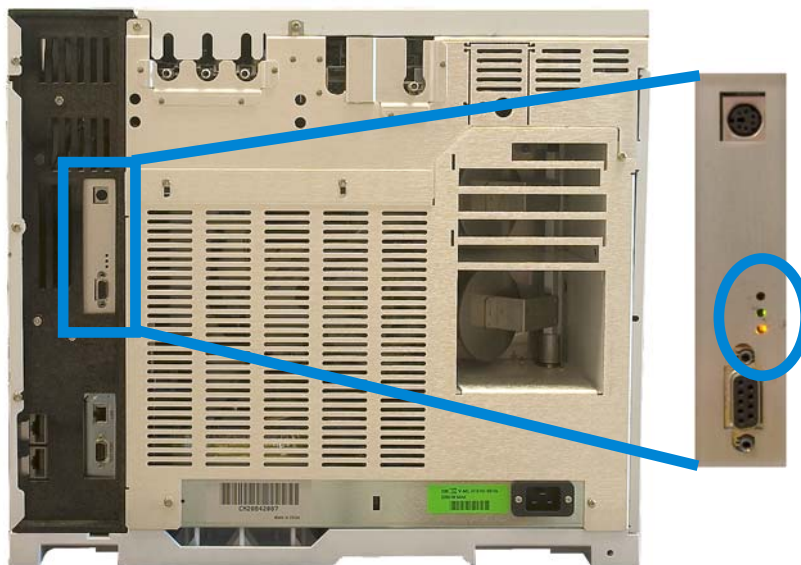
- Verifique o cabo da rede.
- Verifique os endereços IP, da máscara de sub-rede e do gateway.
- Certifique-se de que todos os dispositivos de rede (hubs, switches, etc.) estejam ligados, adequadamente conectados e funcionando.
- Verifique se placa de rede local (LAN) do PC está com defeito.
- Verifique se há algum outro software conectado ao GC. Por exemplo, somente um teclado em software pode conectar-se a um GC por vez. Os sistemas de dados Agilent também bloqueiam a conexão de outros sistemas de dados.

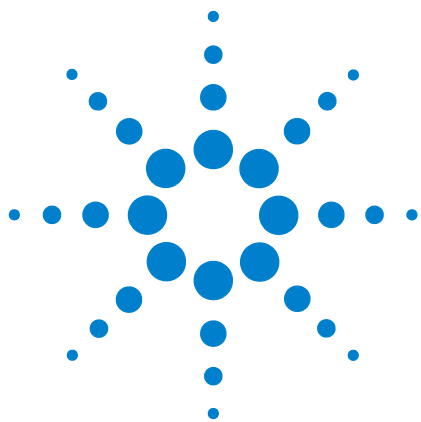
O GC liga, mas para durante a inicialização (autoteste)

Se o GC ligar, mas o visor normal não aparecer:

- 1 Desligue o botão liga/desliga do GC (**Desl**). Aguarde um minuto e ligue o GC (**Lig**).
- 2 Se o GC não voltar ao normal, grave eventuais mensagens exibidas no visor. Observe o painel posterior do GC; procure as luzes indicadoras (LEDs verde, amarelo ou vermelho) acima do conector REMOTE. Verifique se elas piscam ou se permanecem constantes. Entre em contato com o serviço da Agilent e forneça as informações do visor aos funcionários do suporte. (Consulte também [“Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent”](#).)

GC mais antigo: LEDs visíveis pelo painel lateral.





7 Verificação de vazamento

- Dicas para a verificação Leak Check 116
- Para verificar se há vazamentos externos 117
- Para verificar se há vazamentos no GC 118
- Para realizar uma verificação de vazamento na entrada 119
- Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor 123
- Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS 126
- Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor 130
- Para executar um teste de vazamento de queda de pressão em um Injetor com purga/empacotado 131
- Para corrigir vazamentos em um injetor para colunas com purga/empacotadas 135
- Para verificar se há vazamentos em um injetor multimodo 136
- Para corrigir vazamentos em um injetor para coluna empacotada 138
- Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC 139
- Para corrigir vazamentos em injetores On-Column 143



Dicas para a verificação Leak Check

Ao verificar se há vazamentos, pense no sistema em duas partes: pontos de vazamento externos e pontos de vazamento no GC.

- **Pontos de vazamento externos** incluem o cilindro de gás (ou purificador de gás), o regulador e suas conexões, as válvulas de interrupção de suprimento e as conexões ao suprimento do GC.
- **Pontos de vazamento no GC** incluem injetores, detectores, conexões de coluna, conexões de válvulas e conexões entre módulos de fluxo e injetores/detectores.

AVISO

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Faça a purga dos fluxímetros com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

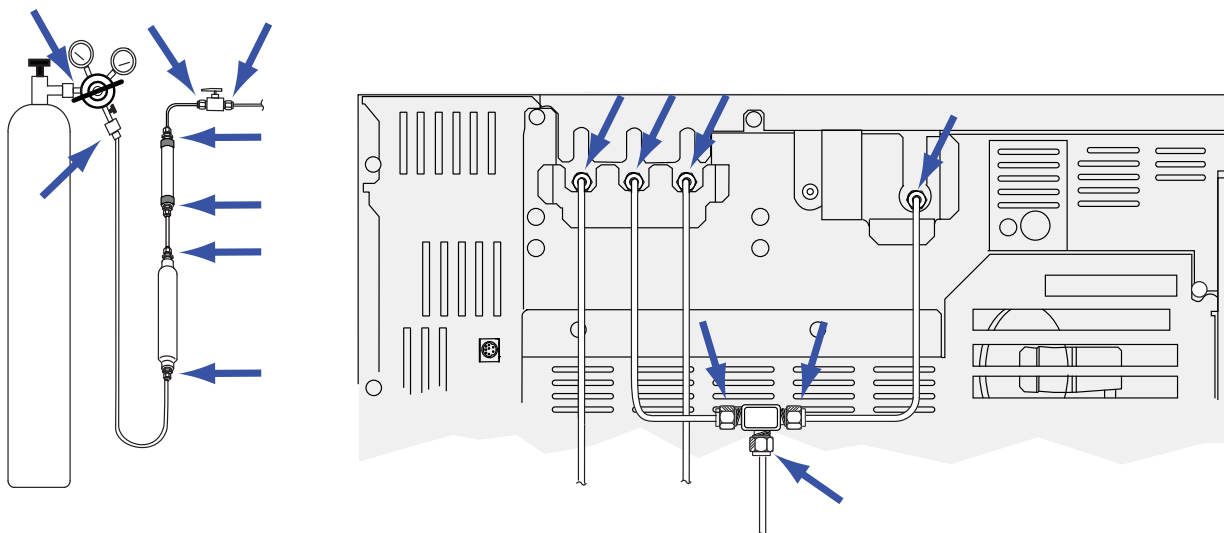
AVISO

Pode haver presença de gases de amostra perigosos.

- 1 Reúna o seguinte:
 - Detector de vazamentos eletrônico capaz de detectar o tipo do gás
 - Chaves de 7/16 polegada, 9/16 polegada e 1/4 polegada para apertar as conexões de coluna e Swagelok
- 2 Verifique se há pontos de vazamento potenciais associados a alguma manutenção executada recentemente.
- 3 Verifique os adaptadores e conexões ao GC que passam por ciclos térmicos, pois os mesmos tendem a afrouxar alguns tipos de adaptadores. Use o detector eletrônico de vazamentos para determinar se um adaptador está vazando.
 - Comece verificando primeiro as conexões mais recentes.
 - Lembre-se de verificar as conexões nas linhas de suprimento de gás após alterar os filtros ou cilindros de suprimento.

Para verificar se há vazamentos externos

Verifique se há vazamentos nestas conexões:



- Adaptadores de anteparas de suprimento de gás
- Adaptador do cilindro de gás
- Adaptadores do regulador
- Filtros
- Fechar válvulas
- Conexões em T

Faça um teste de queda de pressão.

- 1 Desligue o GC.
- 2 Ajuste a pressão do regulador para 415 kPa (60 psi).
- 3 Gire completamente o botão de ajuste de pressão do regulador no sentido anti-horário para fechar a válvula.
- 4 Aguarde 10 minutos. Se houver uma queda de pressão maior que 7 kPa (1 psi), há um vazamento nas conexões externas.

Para verificar se há vazamentos no GC

Verifique se há vazamentos nestas conexões:

- Septo da entrada, cabeçote do septo, revestimento, filtro de purga do divisor, linha do filtro de ventilação com divisor e adaptadores de ventilação de purga
- Conexões da coluna às entradas, detectores, válvulas, divisores e uniões
- Adaptadores dos módulos de fluxo às entradas, detectores e válvulas
- Adaptadores da coluna

Primeiro, use o teste de vazamento integrado do GC para verificar se há vazamentos na conexão da coluna de entrada, no septo, no revestimento, na linha do filtro de purga do divisor etc. Consulte "[Dicas para a verificação Leak Check](#)". Corrija eventuais vazamentos encontrados usando este teste. Se o GC ainda mostrar os sintomas de um vazamento, verifique outros pontos possíveis de vazamento.

Se estiver usando o Agilent Instrument Utilities, também é possível usá-lo para executar remotamente uma verificação de vazamento de entrada (para determinados tipos de entrada).

Se o injetor passar na verificação Leak Check, mas você suspeitar que ainda há vazamento no injetor, é possível usar o Instrument Utilities para executar um teste de queda de pressão para a maioria dos injetores. (Também é possível executar um teste de queda de pressão manual em qualquer injetor.) Qualquer injetor que passar no teste de queda de pressão pode ser considerado livre de vazamentos.

- [Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS](#)
- [Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor](#)

Use um detector de vazamentos eletrônico para verificar as conexões da coluna e das tubulações. Consulte também:

- [Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor](#)

Para realizar uma verificação de vazamento na entrada

O GC oferece Leak Check em tempo real e integrado para todos os injetores. Essa verificação é mais útil para localizar vazamentos no injetor durante e após a manutenção do injetor. Embora não seja tão meticuloso ou sensível quanto um teste de pressão completo do injetor, ele é realizado normalmente com a coluna instalada e configurada e oferece uma rápida garantia de que o injetor esteja razoavelmente livre de vazamentos. A Agilent recomenda que a verificação seja executada antes e durante a manutenção do injetor, para que seja possível notar se o vazamento no injetor é interrompido enquanto você aperta as conexões. O teste é apropriado para todas as aplicações, embora algumas possam exigir um teste de vazamentos mais robusto.

O Leak Check do injetor encontra vazamentos nestes locais:

- Conexão entre o injetor e a coluna
- Selo dourado (se for o caso)
- Câmara do filtro da purga do divisor (se for o caso)
- Porca do septo e septo (se for o caso)
- Tubulação soldada da porca do septo (se for o caso)

Para realizar o teste:

- 1 No teclado do GC, pressione **[Service Mode] Modo de serviço**, role até **Verificação de vazamento no injetor frontal** ou **Verificação de vazamento no injetor posterior**, depois pressione **[Enter]**.
- 2 O visor exibirá algo semelhante à [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 Exemplo do que é exibido no visor durante o Leak Check no injetor frontal. O exemplo presume que um teste foi realizado anteriormente. (Role a tela para ver todas as linhas).

- 3 Verifique se o valor de **Pressão de teste** é aceitável. Geralmente, a pressão padrão de 10 psi funciona bem. Se desejar, digite uma pressão diferente no injetor.
 - Para resultados que possam ser repetidos, use o mesmo valor para o mesmo equipamento.
 - Digite uma pressão de teste mais alta se estiver usando uma coluna que produz uma backpressure alta.
- 4 Role até **Injetor de teste** e pressione [**On/Yes**] **Ligar/Sim**.
- 5 Após alguns momentos, o teste se estabiliza.
 - A leitura de **TotalFlow** mostra o fluxo total de gás de arraste através do injetor. A leitura de **Col** mostra o fluxo através da coluna.
 - A taxa de vazamento aproximada é **TotalFlow – Col**, em mL/min.
 - Considere o injetor livre de vazamentos, se a leitura de **Col** *for quase igual* à leitura de **TotalFlow**.
- 6 Enquanto monitora as leituras, aperte as conexões, substitua o septo, troque o O-ring do liner, etc, conforme o necessário. Se o reparo interromper o vazamento, você verá a leitura de **Col** diminuir até ficar *quase igual* à leitura de **TotalFlow**.

NOTA

Se você executar um teste em um injetor sem vazamentos antes de realizar a manutenção, o resultado do teste de vazamentos deve ser o mesmo de antes da manutenção.

- 7 Se o teste ainda assim não for aprovado:
 - [Substitua o septo](#)
 - [Reinstale a coluna na entrada](#)
 - [Substitua o liner e o O-ring do liner](#)
 - Abra o filtro da purga do divisor e verifique a instalação do O-ring. [Substitua](#) o filtro de purga do divisor, se necessário.

Se teste for aprovado, mas você ainda suspeitar de que haja vazamento no injetor, realize um teste de vazamento de queda de pressão. Consulte:

- [Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS](#)
- [Para executar um teste de vazamento de queda de pressão em um Injetor com purga/empacotado](#)

Para definir limites de aviso para o Leak Check

O GC fornece dois alertas relacionados ao Leak Check do injetor:

- **Aviso na verificação de pressão:** Se a pressão medida exceder o limite, ative o indicador Service Due.
- **Falha na verificação de pressão:** Se a pressão medida exceder o limite, deixa-se o GC como Not Ready.

Você pode determinar resultados razoáveis para a verificação de vazamentos no injetor, e depois configurar o GC para entrar em status Not Ready ou para definir o indicador Service Due caso a verificação Leak Check falhe. Para definir um ou ambos os limites:

- 1 Quando o injetor for considerado livre de vazamento, execute a verificação Leak Check do injetor (Presuma que o injetor não apresenta vazamentos se as leituras de **TotalFlow** e **Col** estiverem bem próximas e se você estiver satisfeito com os resultados cromatográficos do GC).
- 2 Observe o resultado de **TotalFlow**.
- 3 Role até **Aviso na verificação de pressão** ou **Aviso na verificação de pressão**.
- 4 Digite um limite, usando o teclado e pressione **[Enter]**.
 - Escolha uma taxa de fluxo mais alta do que a leitura aceitável de TotalFlow. O ideal é digitar um valor que corresponda a problemas cromatográficos conhecidos.
 - Os limites de falhas e avisos podem ser diferentes. Por exemplo, um aviso em um limite mais baixo e uma falha em um limite mais alto.
- 5 Se preferir, repita para **Falha na verificação de pressão**.
- 6 Isso conclui a configuração do teste.
- 7 Execute-o periodicamente. Quando o teste falhar, conserte eventuais vazamentos.

Para eliminar a condição Not Ready ou desligar o indicador Service Due:

- 1 Pressione **[Service Mode] Modo de serviço**, role até **Verificação de vazamento no injetor frontal** ou **Verificação de vazamento no injetor posterior**, depois pressione **[Enter]**.
- 2 Role até **Redefinir os resultados do teste?** e pressione **[On/Yes] Ligar/Sim**.

Para desativar um limite de aviso para o Leak Check do injetor

- 1 Pressione [**Service Mode**] **Modo de serviço**, role até **Verificação de vazamento no injetor frontal** ou **Verificação de vazamento no injetor posterior**, depois pressione [**Enter**].
- 2 Role até o limite de aviso e pressione [**Off/No**] **Desligar/Não**.

Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor

Esse procedimento descreve como verificar a presença de vazamentos e corrigi-los no injetor com/sem divisor. Siga os procedimentos abaixo com base nos sintomas do injetor.

Não é possível atingir o Valor ajustado ou ponto de ajuste de pressão

Se o injetor com/sem divisor não atingir seu valor ajustado ou ponto de ajuste de pressão, o GC estará “Não pronto”. (Os injetores com EPR irão indicar a prontidão ou falta de por meio de um asterisco piscante.) Pressionar [**Status**] indicará que a pressão do injetor frontal (ou traseiro) não está pronta. Um duplo-clique em [**Status**] irá mostrar o valor real. O GC se desligará em aproximadamente 5,5 minutos, caso o injetor não consiga pressurizar ou controlar.

Se você realizou procedimentos de manutenção recentemente, verifique primeiro se há vazamentos nas conexões/peças que você manipulou.

- 1 Verifique se a pressão de fornecimento de gás para o GC é suficiente e verifique também se há vazamentos no fornecimento de gás (consulte [Para verificar se há vazamentos externos](#)). O injetor requer 70 kPa (10 psi) acima da pressão mais alta usada no método.
- 2 Verifique a configuração de fluxo total. O fluxo total deve ser alto o suficiente para manter a pressão no injetor durante toda a corrida. As colunas capilares Wide Bore requerem taxas de fluxo maiores. Normalmente, 50 mL/min é suficiente. Para aumentar o fluxo total:
 - Aumente a taxa de divisão se estiver no modo com divisão
 - Aumente o fluxo de purga se estiver no modo sem divisão
- 3 Coloque seu polegar (ou um septo) sobre a exaustão da purga do divisor. Se a pressão no injetor começar a subir para o ponto de ajuste, ligue para a Agilent para manutenção. Se a pressão permanecer baixa, siga para a próxima etapa.
- 4 Realize a verificação de vazamento na corrida do injetor. Consulte "[Dicas para a verificação Leak Check](#)". O fluxo total oferece uma indicação da extensão do vazamento. Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:
 - Porca do septo
 - Coluna
 - Filtro da purga do divisor/O-rings

- Liner/O-rings
- Selo dourado
- Conexão entre a tubulação de purga do divisor com o corpo do injetor
- Conexões de bloqueio de fluxo no controlador de fluxo.

Como alternativa, use um detector de vazamentos eletrônico para verificar essas conexões.

Se essas verificações não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim

Um pequeno vazamento no injetor com/sem divisor pode causar baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim. Verifique se há algum pequeno vazamento e isole-o, como descrito abaixo.

Se você realizou procedimentos de manutenção recentemente, verifique primeiro se há vazamentos nas conexões/peças que você manipulou.

- 1 Realize o teste de queda de pressão do injetor. Consulte "[Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS](#)". Se o teste for aprovado, considere que o injetor está livre de vazamentos e verifique outras causas possíveis de baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim.
- 2 Se o teste de queda de pressão não for aprovado, faça a verificação de vazamento da entrada. Consulte "[Dicas para a verificação Leak Check](#)". Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:
 - Porca do septo
 - Coluna
 - Filtro da purga do divisor
 - Liner/O-ring
 - Selo dourado
 - Conexão entre a tubulação de purga do divisor com o corpo do injetor
 - Conexões de bloqueio de fluxo no controlador de fluxo.
- 3 Se a verificação de vazamento do injetor (prep corrida) não tiver resolvido o problema, o vazamento pode ser muito pequeno para ser detectado por meio desse teste. Use um detector de vazamentos eletrônico para verificar as conexões.

Se essas verificações não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS

Use o teste de queda de pressão do injetor com/sem divisor nos Utilitários do instrumento Agilent, para determinar se o injetor está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para o injetor. Consulte [Dicas para a verificação Leak Check](#) e [Para realizar um teste de restrição de purga do divisor de SS](#).

Se o software Instrument Utilities não estiver disponível, consulte o procedimento abaixo.

Se o teste falhar:

- Consulte “[Para verificar se há vazamentos em um injetor com/sem divisor](#)”.
- Verifique a porca "cega" da coluna e a conexão de bloqueio da purga do septo.

Para realizar um teste de queda de pressão do injetor SS no teclado de software (controladora remota)

O teste de queda de pressão verifica se há vazamento desde o módulo do fluxo do injetor até a conexão da coluna.

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente. Consulte “[Para verificar se há vazamentos externos](#)”.

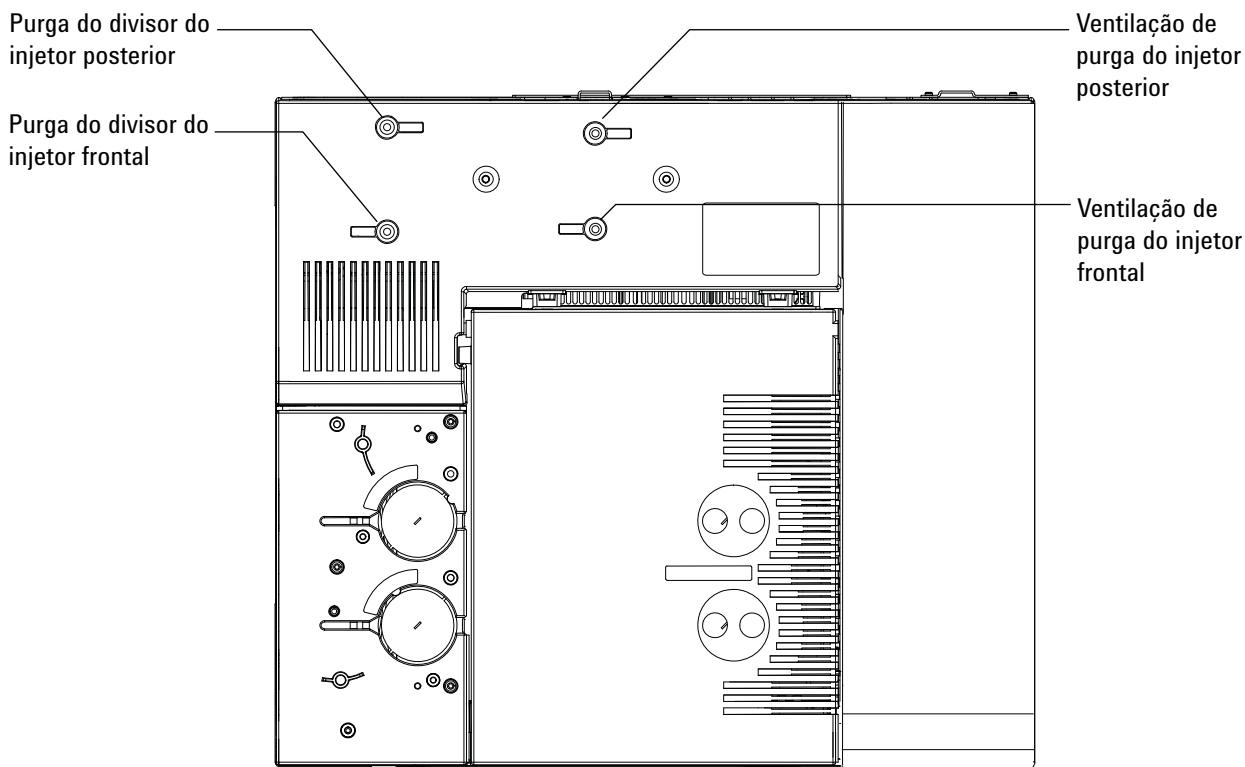
Se você sabe que existe vazamento, verifique primeiro as conexões do injetor acessíveis externamente, em especial conexões que tenham passado recentemente por manutenção, como a porca do septo, o adaptador de coluna, a conexão de coluna etc.

O teste de vazamento de queda de pressão descrito abaixo requer que a coluna seja removida e que a conexão entre a coluna e o injetor seja bloqueada. Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
septo	conexão da coluna
porca do septo	conexões entre o cilindro de gás e o módulo de controle de pressão.
selo do O-ring do liner	tubos e conexões em uma linha de transferência conectada ao injetor
Washer do selo dourado e conexões de redução.	vazamentos internos em um módulo EPC ou EPR
corpo do injetor	
válvula da purga do divisor no módulo de controle	
filtro e tubulação de purga do divisor	
tubulação da purga do septo	
selos da tubulação entre o módulo do injetor de fluxo e o corpo do injetor	

- 1 Reúna o seguinte material (consulte [Consumíveis e peças do injetor com divisor/sem divisor](#)):
 - Anilha "cega"
 - Chave de boca de 1/4 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
 - Porca da coluna
 - Septo novo
 - O-ring
 - Plugue do detector ECD/TCD (no. peça 5060-9055)
- 2 Carregue o [método de manutenção do injetor](#) e espere até que o GC esteja pronto.
- 3 Remova a coluna, se estiver instalada.
- 4 Encaixe a conexão da coluna com uma porca de coluna e uma anilha "cega".
- 5 Remova o septo antigo e substitua-o por um novo. Consulte [Para substituir o septo do injetor com divisor/sem divisor](#).
- 6 Inspeção o O-ring e substitua-o se estiver rígido, quebradiço ou rachado. Consulte [Para substituir o liner e O-ring do injetor com divisor/sem divisor](#).
- 7 Defina o injetor como **Modo com divisão**.

- 8 Configure a coluna como **Injetor: Não especificado**.
- 9 Defina a temperatura do injetor como 70 ?.
- 10 Para GCs equipados com EPC, insira um ponto de ajuste de pressão de 25 psi (172 kPa). (Para GCs equipados com EPR, use o teclado do software para ajustar a pressão para 25 psi (172 kPa).) Certifique-se de que a pressão fornecida para o GC seja de pelo menos 10 psi (70 kPa) mais alta que a pressão de entrada.
- 11 Se não for possível atingir a pressão, significa que há um vazamento grande ou a pressão de fornecimento de gás está baixa demais.
- 12 Aguarde até que a temperatura do injetor se estabilize. Alterações de temperatura podem invalidar o teste.
- 13 Vede a conexão da purga do septo com o mesmo plugue usado no detector ECD/TCD.



- 14 Pressione **[Front Inlet] Injetor frontal** ou **[Back Inlet] Injetor traseiro**. Role até **Pressão** e pressione **Desligar/Não**.
- 15 Desligue rapidamente o fornecimento de gás de arraste no regulador, se possível. O objetivo é evitar que qualquer pressão residual das linhas de fornecimento vaze *para dentro* do sistema fechado e faça a pressão aumentar e

mascarar vazamentos. (Esses vazamentos através do módulo de fluxo geralmente não afetam as corridas.) Se a configuração não incluir válvulas de interrupção da linha de gás até o GC ou se a alteração da pressão de fornecimento não for prática, ignore esta etapa. Se houver um volume relativamente grande nos tubos de alimentação que vão até o GC, considere se pode haver ou não um vazamento *dentro* do sistema ao avaliar os resultados dos testes.

- 16** Monitore a pressão por 10 minutos. Use o temporizador, pressionando [Time] Tempo e [Enter].

Em GCs sem nenhum dispositivo instalado no caminho do fluxo de arraste:

Uma queda de pressão de menos de 0.5 psig (0.05 psi/min ou menos; 3.4 kPa ou 0.34 kPa/min) é aceitável.

Se a pressão cair bem mais rápido do que a taxa aceitável, consulte "[Para corrigir vazamentos em injetores On-Column](#)". Teste novamente.

Em GCs com Amostrador Headspace 7697A:

Uma queda de pressão de menos de 1.7 psig (0.17 psi/min ou menos; 11.7 kPa ou 1.17 kPa/min) é aceitável. Se o 7697A for aprovado em todos os testes de vazamento (restrição, queda de pressão e cross port), e se o teste de queda de pressão do injetor do GC for aprovado sem o 7697A instalado, verifique o caminho do fluxo do gás de arraste do 7697A. Consulte a documentação do Amostrador Headspace.

Em GCs com Amostrador Headspace G1888:

Uma queda de pressão de menos de 2 psig em cinco minutos (0,4 psi/min ou menos; 13,8 kPa ou 2,76 kPa/min) é aceitável quando se usa um frasco de amostra de 1 cc.

Em todos os GCs:

Observe que o tamanho do liner tem impacto sobre a queda de pressão. Um injetor com um liner de volume menor não tolera uma taxa de vazamento tão grande quanto um injetor com um liner de volume maior.

- 17** Depois que o injetor for aprovado no teste, restaure o GC à condição de operação.
- Restaure as pressões de fonte.
 - Remova as porcas "cegas"/plugues.
 - Recoloque a coluna.
 - Restaure a configuração correta de coluna.
 - Carregue o método de operação.

Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor

Se um injetor não for aprovado no teste de queda de pressão, verifique o seguinte:

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Confira se a porca do septo está apertada. Consulte [Para substituir o septo do injetor com divisor/sem divisor](#).
- Verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Confira a instalação do insert.
- Confira o liner e o O-ring do liner. Consulte [Para substituir o liner e O-ring do injetor com divisor/sem divisor](#).
- Se você tiver alterado o selo de ouro, verifique a instalação correta. Consulte [Para substituir o selo dourado no injetor com/sem divisor](#).
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para executar um teste de vazamento de queda de pressão em um Injetor com purga/empacotado

Use o teste de queda de pressão para injetores de Colunas Empacotadas nos Utilitários do instrumento Agilent, para verificar se o injetor está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para o injetor.

Se o software Instrument Utilities não estiver disponível, consulte o procedimento abaixo.

Se o teste falhar:

- Aperte a porca do septo/tampa Merlin.
- [Substitua](#) o septo ou microsselo Merlin.
- Aperte a tubulação soldada superior. [Substitua](#) o liner.
- [Substitua](#) o O-ring e aperte a conexão do adaptador de coluna. [Reinstale-o](#), se necessário.
- Verifique o encaixe da coluna conectada e a vedação da purga do septo.

Para executar um teste de vazamento de queda de pressão em um injetor com purga/empacotado

O teste de queda de pressão verifica se há vazamento desde o módulo do fluxo do injetor até a conexão da coluna.

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente. Consulte "[Para verificar se há vazamentos externos](#)".

Se você sabe que existe vazamento, verifique primeiro as conexões do injetor acessíveis externamente, em especial conexões que tenham passado recentemente por manutenção, como a porca do septo, o adaptador de coluna, a conexão de coluna etc.

O teste de vazamento de queda de pressão descrito abaixo requer que a coluna seja removida e que a conexão entre a coluna e o injetor seja bloqueada. Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
septo	conexão da coluna

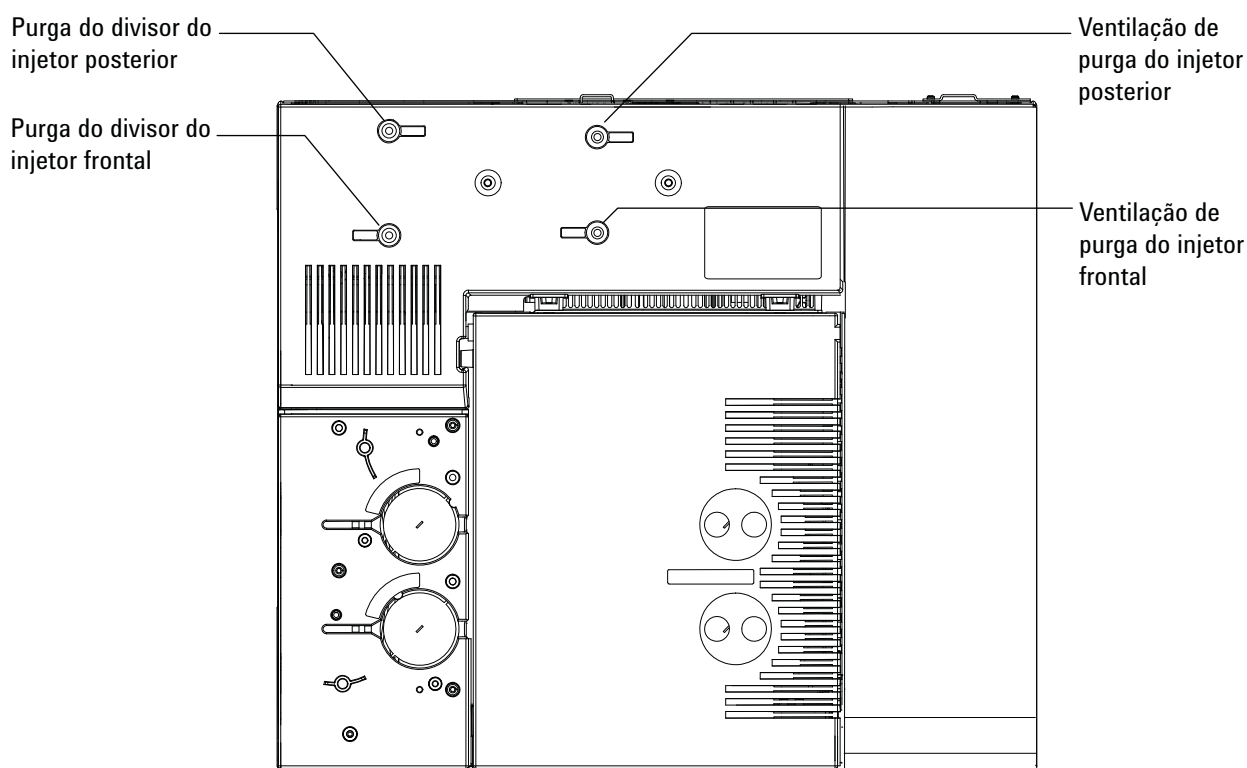
O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
porca do septo	conexões entre o cilindro de gás e o módulo de controle de pressão.
selo do O-ring da inserção de vidro	
adaptador e anilha	
corpo do injetor	
tubulação superior soldada	
selos da tubulação entre o módulo do injetor de fluxo e o corpo do injetor	

AVISO

Esse teste de vazamento não é apropriado para gases de arraste inflamáveis, tais como o hidrogênio.

- 1 Reúna o seguinte material (consulte [Consumíveis e peças do injetor empacotado com purga](#)):
 - Anilha "cega"
 - Chave de boca de 1/4 de polegada
 - Chave de boca de 7/16 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
 - Chave de boca de 9/16 de polegada
 - Porcas "cegas" Swagelok de 1/8 e 1/4 de polegada
 - Plugue do detector ECD/TCD (no. peça 5060-9055)
- 2 Carregue o [método de manutenção do injetor](#) e espere até que o GC esteja pronto.
- 3 Remova a coluna, se estiver instalada.
- 4 Encaixe a conexão da coluna.
 - Se o adaptador da coluna capilar estiver instalado, use uma porca de coluna e uma anilha "cega"
 - Se um adaptador de coluna empacotada de 1/8 polegada estiver instalado, use uma tampa Swagelok de 1/8 polegada (5180-4121).
 - Se um adaptador de coluna empacotada de 1/4 polegada estiver instalado, use uma tampa Swagelok de 1/4 polegada (5180-4120)
- 5 Remova o septo antigo e substitua-o por um novo. Consulte [Para substituir o septo no injetor para colunas empacotadas](#).

- 6 Inspeção o O-ring e substitua-o se estiver rígido, quebradiço ou rachado. Consulte [Para substituir o O-ring no injetor para colunas empacotadas com purga](#).
- 7 Se não estiver certo sobre a qualidade da virola do adaptador, substitua-a. Consulte [Para substituir a inserção de vidro em um injetor PP](#).
- 8 Defina a temperatura do injetor como 150 °C.
- 9 Aguarde até que a temperatura do injetor se estabilize. Alterações de temperatura podem invalidar o teste.
- 10 Monitore a pressão do injetor. Ela deve se elevar. Quando a



pressão passar de 25 psi (172 kPa), desligue o fluxo do gás de arraste. (Pressione **[Front Inlet] Injetor frontal** ou **[Back Inlet] Injetor traseiro**. Role até **Fluxo total** e pressione **[Off/No]** Desligar/Não.

- 11 Se não for possível atingir a pressão, significa que há um vazamento grande ou a pressão de fornecimento de gás está baixa demais.
- 12 Deixe a pressão se estabilizar por cerca de 10 segundos. A pressão deve ficar entre 25 e 28 psi (172 e 193 kPa). Monitore a pressão por 5 minutos. Use o temporizador, pressionando **[Time] Tempo** e **[Enter]**.

- 13 Uma queda de pressão de menos de 0.25 psig (0.05 psi/min ou menos; 1.72 kPa ou 0.34 kPa/min) é aceitável.
- 14 Se a pressão cair bem mais rápido do que a taxa aceitável, consulte "[Para corrigir vazamentos em um injetor para colunas com purga/empacotadas](#)". Teste novamente.
- 15 Depois que o injetor for aprovado no teste, restaure o GC à condição de operação.
 - Remova as porcas "cegas"/plugues.
 - Restaure as pressões de fonte.
 - Recoloque a coluna.
 - Restaure a configuração correta de coluna.
 - Carregue o método de operação.

Para corrigir vazamentos em um injetor para colunas com purga/empacotadas

Se um injetor não for aprovado no teste de queda de pressão, verifique o seguinte:

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Confira se a porca do septo está apertada. Consulte [Para substituir o septo no injetor para colunas empacotadas](#).
- Verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Verifique se a tubulação superior soldada está instalada com firmeza.
- Substitua o anel em “o”. Consulte [Para substituir o O-ring no injetor para colunas empacotadas com purga](#). Verifique também a inserção de vidro. Consulte [Para substituir uma inserção de vidro em um injetor](#).
- Substitua a anilha de vedação do adaptador.
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para verificar se há vazamentos em um injetor multimodo

NOTA

Os injetores de coluna empacotada não suportam o teste de queda de pressão.

O teste de queda de pressão verifica se há vazamento desde o módulo do fluxo do injetor até a conexão da coluna.

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente. Consulte "[Para verificar se há vazamentos externos](#)".

Se você sabe que existe vazamento, verifique primeiro as conexões do injetor acessíveis externamente, em especial conexões que tenham passado recentemente por manutenção, como a porca do septo, o adaptador de coluna, a conexão de coluna etc.

O teste de vazamento de queda de pressão descrito abaixo requer que a coluna seja removida e que a conexão entre a coluna e o injetor seja bloqueada. Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
septo	conexão da coluna
porca do septo	
adaptador e anilha	
corpo do injetor	
tubulação superior soldada	
selos da tubulação entre o módulo do injetor de fluxo e o corpo do injetor	

AVISO

Esse teste de vazamento não é apropriado para gases de arraste inflamáveis, tais como o hidrogênio.

- 1 Reúna o seguinte material (consulte [Consumíveis e peças do injetor empacotado com purga](#)):
 - Chave de boca de 9/16 de polegada
 - Chave de boca de 7/16 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)

- Porcas "cegas" Swagelok de 1/8 e 1/4 de polegada
- 2 Defina a temperatura do injetor e do forno para 35 °C.
 - 3 Remova a coluna, se estiver instalada.
 - 4 Remova o septo antigo e substitua-o por um novo. Consulte [Para substituir o septo no injetor para colunas empacotadas com purga](#).
 - 5 Inspeccione o O-ring e substitua-o se estiver rígido, quebradiço ou rachado. Consulte [Para substituir o O-ring no injetor para colunas empacotadas com purga](#).
 - 6 Se não estiver certo sobre a qualidade da virola do adaptador, substitua-a. Consulte [Para substituir a inserção de vidro em um injetor PP](#).
 - 7 Use as teclas **2/+** e **8/-** no teclado do software, para ajustar o fluxo da coluna para 5 mL/min.
 - 8 Encaixe a conexão da coluna.
 - Se um adaptador de coluna empacotada de 1/8 polegada estiver instalado, use uma tampa Swagelok de 1/8 polegada (5180-4121).
 - Se um adaptador de coluna empacotada de 1/4 polegada estiver instalado, use uma tampa Swagelok de 1/4 polegada (5180-4120)
 - 9 Como não há jeito de o gás escapar quando o encaixe da coluna está tampado, o fluxo da coluna mostrado deve cair para 0,0 mL/min ou < 0,1 mL/min.
 - 10 Dê um duplo-clique em **Status** para ver o fluxo real do injetor.
 - 11 Se o fluxo da coluna mostrado for maior do que 0,1 mL/min ou se ele alcançar o valor ajustado, será sinal de vazamento. Senão, o sistema não tem vazamento.
 - 12 Depois que o injetor for aprovado no teste, restaure o GC à condição de operação.
 - Remova as porcas "cegas"/plugues.
 - Recoloque a coluna.
 - Restaure a configuração correta de coluna.
 - Carregue o método de operação.

Para corrigir vazamentos em um injetor para coluna empacotada

Se um injetor não for aprovado no teste de vazamento, verifique o seguinte:

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Confira se a porca do septo está apertada. Consulte [Para substituir o septo no injetor para coluna empacotada](#).
- Verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Verifique se a tubulação superior soldada está instalada com firmeza.
- Substitua o anel em “o”. Consulte [Para alterar o O-ring no injetor da coluna empacotada](#). Verifique também a inserção de vidro. Consulte [Para substituir a inserção de vidro em um injetor PP](#).
- Substitua a anilha de vedação do adaptador.
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC

Use o teste de queda de pressão do Agilent Instrument Utilities para injetores On-Column para determinar se o injetor está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para o injetor.

Se o software Instrument Utilities não estiver disponível, consulte o procedimento abaixo.

Se o teste falhar:

- Use um detector de vazamentos eletrônico para verificar as conexões ao módulo de fluxo. Aperte as conexões ou substitua os anéis em "o", conforme necessário.
- Verifique se há vazamento no módulo de fluxo.
- Use um detector de vazamento eletrônico para verificar se há vazamento na tubulação entre o corpo da entrada e o módulo de fluxo.
- Verifique a conexão da coluna obstruída e a tampa de purga do septo.
- Aperte a porca do septo.
- [Substitua](#) o septo, se necessário.

Para realizar um teste de queda de pressão COC

O teste de queda de pressão verifica se há vazamento desde o módulo do fluxo do injetor até a conexão da coluna.

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente. Consulte "[Para verificar se há vazamentos externos](#)".

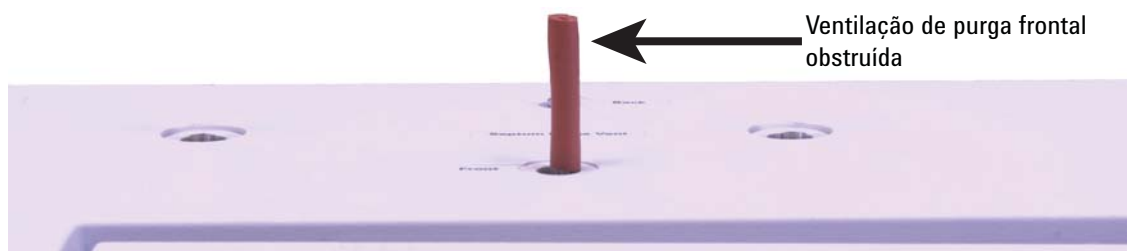
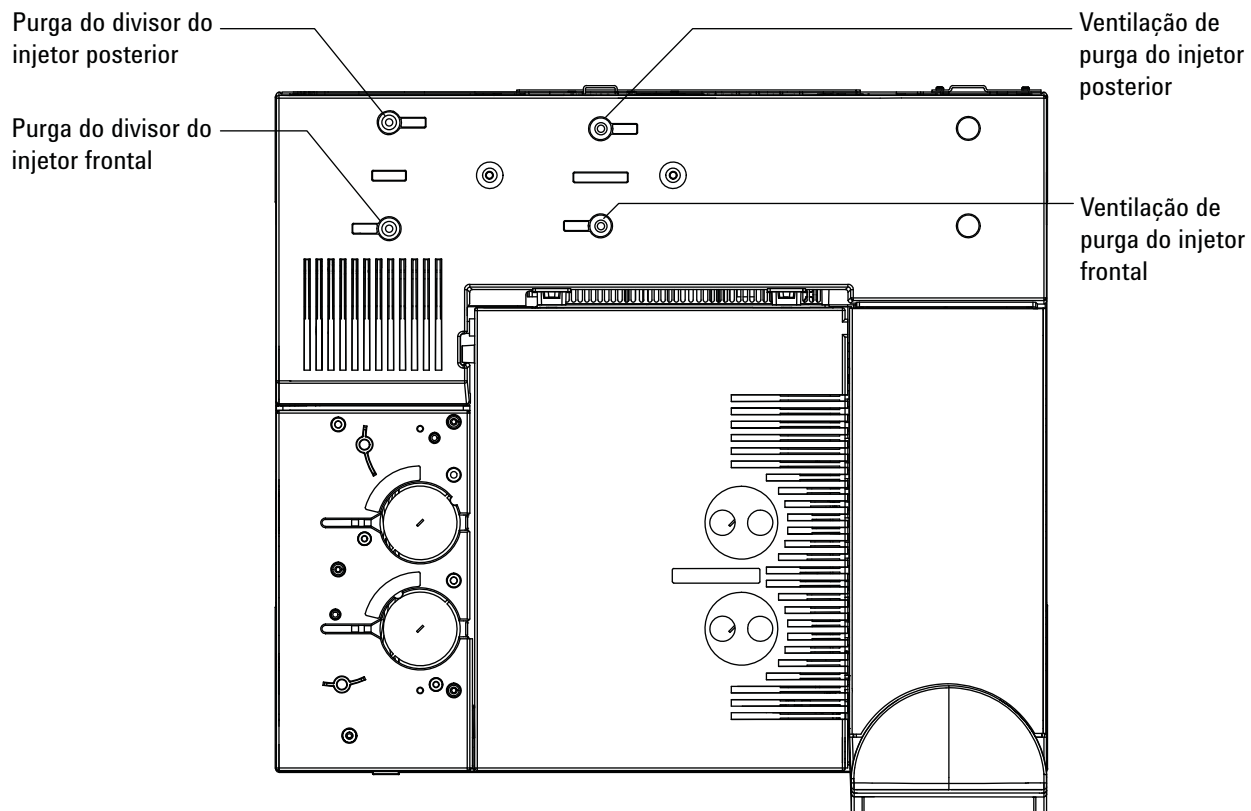
Se você sabe que existe vazamento, verifique primeiro as conexões do injetor acessíveis externamente, em especial conexões que tenham passado recentemente por manutenção, como a porca do septo, o adaptador de coluna, a conexão de coluna etc. Consulte "[Para verificar se há vazamentos externos](#)".

O teste de vazamento de queda de pressão descrito abaixo requer que a coluna seja removida e que a conexão entre a coluna e o injetor seja bloqueada. Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
septo	conexão da coluna
porca do septo ou torre de resfriamento	conexões entre o cilindro de gás e o módulo de controle de pressão.
selos da tubulação entre o módulo do injetor de fluxo e o corpo do injetor	
corpo do injetor	

- 1 Reúna o seguinte (consulte [Consumíveis e peças do injetor COC](#)):
 - Anilha "cega"
 - Chave de boca de 1/4 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
 - Porca da coluna
 - Septo novo
 - Plugue do detector ECD/TCD (no. peça 5060-9055)
- 2 Carregue o [método de manutenção do injetor](#) e espere até que o GC esteja pronto.
- 3 Remova a coluna, se estiver instalada.
- 4 Encaixe a conexão da coluna com uma porca de coluna e uma anilha "cega".
- 5 Remova o septo antigo e substitua-o por um novo. Consulte [Para substituir um septo no injetor COC](#).
- 6 Insira um ponto de ajuste de pressão de 25 psi (172 kPa). Certifique-se de que a pressão fornecida para o GC seja de pelo menos 10 psi (70 kPa) mais alta que a pressão de entrada.
- 7 Aguarde cinco minutos para a pressão se equilibrar. Se não for possível atingir a pressão, significa que há um vazamento grande ou a pressão de fornecimento de gás está baixa demais.
- 8 Defina o fluxo de **Purga de septo** para 3,0 mL/min.
- 9 Aguarde até que a temperatura do injetor se estabilize. Alterações de temperatura podem invalidar o teste.

- 10 Vede a conexão da purga do septo com o mesmo plugue usado no detector ECD/TCD.



- 11 No teclado, pressione **[Service Mode] Modo de serviço**. Selecione **Diagnóstico > Injetor frontal ou traseiro > Controle pneumático > Controle de purga do septo**.
- 12 Role até **Ciclo de serviço constante** e insira **50**. Aguarde 10 segundos.
- 13 Pressione **[Front or Back Inlet] Injetor frontal ou traseiro**. Role até **Pressão** e pressione **Desligar/Não**.
- 14 Desligue rapidamente o fornecimento de gás de arraste no regulador, se possível. O objetivo é evitar que qualquer pressão residual das linhas de fornecimento vaze *para*

dentro do sistema fechado e faça a pressão aumentar e mascarar vazamentos. (Esses vazamentos através do módulo EPC geralmente não causam impacto nas corridas.) Se a configuração não incluir válvulas de interrupção da linha de gás até o GC ou se a alteração da pressão de fornecimento não for prática, ignore esta etapa. Se houver um volume relativamente grande nos tubos de alimentação que vão até o GC, considere se pode haver ou não um vazamento *dentro* do sistema ao avaliar os resultados dos testes.

- 15** Monitore a pressão por 10 minutos. Use o temporizador, pressionando **[Time]** **Tempo** e **[Enter]**.

Uma queda de pressão de menos de 1.0 psig (0.1 psi/min ou menos; 6.9 kPa ou 0.69 kPa/min) é aceitável.

Se a pressão cair bem mais rápido do que a taxa aceitável, consulte "[Para corrigir vazamentos em injetores On-Column](#)". Teste novamente.

- 16** Depois que o injetor for aprovado no teste, restaure o GC à condição de operação.
- Restaure as pressões de fonte.
 - Remova as porcas "cegas"/plugues.
 - Recoloque a coluna.
 - Restaure a configuração correta de coluna.
 - Carregue o método de operação.

Para corrigir vazamentos em injetores On-Column

Se um injetor não for aprovado no teste de queda de pressão, verifique o seguinte:

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Verifique se a porca do septo e a unidade da torre de resfriamento são apertadas. Consulte [Para substituir a porca do septo ou a torre de resfriamento e o septo no injetor COC](#).
- Verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

8

Tarefas de solução de problemas

- Para medir um fluxo na coluna 146
- Para medir o fluxo de purga do divisor ou de purga do septo 150
- Para medir um fluxo do detector 151
- Para realizar o autoteste do GC 156
- Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de purga do divisor 157
- Para executar a verificação do filtro do injetor 160
- Para realizar um teste de restrição de purga do divisor de SS 162
- Para verificar se há contaminação na tubulação de purga do divisor 163
- Para ajustar o Lit Offset do FID 165
- Para verificar se a chama do FID está acesa 166
- Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição 167
- Para medir o vazamento de corrente do FID 168
- Para medir a saída de linha de base do FID 169
- Para isolar a causa do ruído do FID 170
- Para medir o vazamento de corrente no NPD 171
- A saída deve cair lentamente rumo a 0,0 pA, e deve se estabilizar nos décimos de um picoampère. Uma corrente > 2,0 pA indica um problema. Para verificar se um jet do FID está obstruído 171
- Para verificar se um jet de NPD está obstruído 173
- Para verificar se a pérola do NPD está acesa 174
- Para verificar se a chama do FPD está acesa 175
- Para ajustar o Lit Offset do FPD 176
- Quando é hora de trocar os purificadores (filtros) de gás 177
- Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo 178
- Para usar o cronômetro 179



Para medir um fluxo na coluna

Medição de fluxo na coluna para FID, TCD, uECD e FPD

O procedimento a seguir pode ser usado para medir o fluxo na coluna do FID, TCD, uECD e FPD.

AVISO

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Faça a purga dos fluxímetros com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

AVISO

Cuidado! O detector pode estar muito quente e causar queimaduras. Se o detector estiver quente, use luvas resistentes ao calor para proteger as mãos.

- 1 Reúna o seguinte:
 - Tubo correto do adaptador do fluxímetro (pode ser encontrado no kit que acompanha o GC)
 - Fluxímetro eletrônico calibrado para o gás e taxas de fluxo desejados
- 2 Desligue o detector.
- 3 Desligue os fluxos do detector.
- 4 Conecte o adaptador apropriado ao respiradouro do detector.

NOTA

O diâmetro do tubo do fluxímetro varia por modelo; modifique o adaptador da sonda do fluxímetro conforme necessário.

Um tubo adaptador vermelho de 1/8 de polegada se conecta diretamente a um uECD ou saída de escape do TCD.



Um adaptador separado (19301-60660) é fornecido para o FID. Insira o adaptador na saída de escape do detector o máximo possível. Você sentirá resistência conforme o anel em O do adaptador for forçado na saída de escape do detector. Gire e empurre o adaptador durante a inserção para assegurar que trave.



Para o FPD, remova a tubulação de plástico do exaustor do FPD e conecte o fluxímetro diretamente ao tubo de ventilação do FPD. Caso necessário, use um adaptador de tubo de 1/4 de polegada entre o exaustor do detector e a tubulação do fluxímetro.



- 5 Conecte o fluxímetro ao adaptador para medir as taxas de fluxo.

Medição do fluxo na coluna NPD

- 1 Reúna o seguinte:
 - Ferramenta adaptadora do fluxímetro do NPD (G1534-60640)



- Inserção de medição de fluxo (19301-60660)
 - Fluxímetro eletrônico calibrado para o gás e taxas de fluxo desejados
- 2 Defina a tensão da pérola em 0,0 V.
 - 3 Esfrie o NPD até 100 ?.

AVISO

Cuidado! O detector pode estar quente o suficiente para causar queimaduras. Se o detector estiver quente, use luvas resistentes ao calor para proteger as mãos.

- 4 [Remova a pérola](#) e armazene-a com cuidado até a reinstalação.
- 5 Insira a ferramenta adaptadora do fluxímetro do NPD no coletor NPD.

- 6 Conecte a inserção para medição de fluxo na ferramenta do adaptador do fluxímetro do NPD.



- 7 Posicione a tubulação do fluxímetro sobre a inserção de medição de fluxo para começar a medir fluxos.

Para medir o fluxo de purga do divisor ou de purga do septo

Observe que o GC reporta fluxos calibrados em 25 °C e 1 atmosfera. Corrija os resultados do fluxímetro adequadamente.

AVISO

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Faça a purga dos fluxímetros com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

A purga do septo e os fluxos de purga do divisor saem através do módulo pneumático na parte traseira superior do GC. Veja a figura abaixo.

Para medir o fluxo de purga do divisor ou de purga do septo, ligue o fluxímetro ao tubo apropriado. Remova a tampa pneumática do GC para acessar os respiradouros da entrada posterior.

- A purga do divisor tem um adaptador aparafusado Swagelok de 1/8 polegada. Crie e use um adaptador de tubos de 1/8 pol. (exibido abaixo) para converter o adaptador aparafusado de 1/8 pol. em um tubo de 1/8 pol. Isso impede que a sonda do fluxímetro de borracha vaze em torno dos segmentos, que resulta em leitura incorreta do fluxo.



- A purga do septo é um tubo de 1/8 polegada. Use o adaptador de borracha vermelho exibido para medir fluxos.

Para medir um fluxo do detector

Os detectores, principalmente detectores com chama, requerem medições de fluxo precisas para funcionarem adequadamente. Os fluxos incorretos são causados por:

- Restrições na linha de suprimento, que farão a mensagem **Não pronto** aparecer na tela do GC (todos os detectores)
- Coluna ou conexão do adaptador da coluna com vazamento (todos os detectores)
- Um jet obstruído (FID, NPD).
- Vazamento na câmara do queimador, na vedação da janela ou na vedação do ignitor (FPD)
- Sensor de pressão que precisa ser zerado. (Consulte [Para zerar o sensor do módulo de pressão do EPC ou EPR.](#))
- Uma válvula de EPC ou EPR que não está operando corretamente.

Para isolar o problema, compare o fluxo de **um canal de gás** com a taxa de fluxo real.

Medição de fluxo de FID, TCD, uECD e FPD

AVISO

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Faça a purga dos fluxímetros com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

1 Reúna o seguinte:

- Tubo correto do adaptador do fluxímetro (pode ser encontrado no kit que acompanha o GC)
- Fluxímetro eletrônico calibrado para o gás e taxas de fluxo desejados

CUIDADO

Para evitar danos à coluna, resfrie o forno antes de desligar o fluxo da coluna.

- 2 Ajuste a temperatura do forno para ambiente (35 °C).
- 3 Desligue o fluxo e a pressão da coluna.

- 4 Feche todos os gases dos detectores.
- 5 Desligue (onde aplicável): a chama do FID, a chama do FPD e o filamento do TCD.
- 6 Resfrie o detector.
- 7 Conecte o adaptador apropriado ao respiradouro do detector.

NOTA

O diâmetro do tubo do fluxímetro varia por modelo; modifique o adaptador da sonda do fluxímetro conforme necessário.

Um tubo adaptador vermelho se conecta diretamente a um uECD ou saída de escape do TCD.



Um adaptador separado (19301-60660) é fornecido para o FID. Insira o adaptador na saída de escape do detector o máximo possível. Você sentirá resistência conforme o anel em O do adaptador for forçado na saída de escape do detector. Gire e empurre o adaptador durante a inserção para assegurar que trave.



Para o FPD, remova a tubulação de plástico do exaustor do FPD e conecte o fluxímetro diretamente ao tubo de ventilação do FPD. Caso necessário, use um adaptador de tubo de 1/4 de polegada entre o exaustor do detector e a tubulação do fluxímetro.



- 8 Conecte o adaptador ao fluxímetro.
- 9 Meça a taxa de fluxo real de cada gás um por vez.

Medição dos fluxos de NPD

- 1 Reúna o seguinte:
 - Ferramenta adaptadora do fluxímetro do NPD (G1534-60640)



- Inserção de medição de fluxo (19301-60660)
 - Fluxímetro eletrônico calibrado para o gás e taxas de fluxo desejados
- 2 Defina a tensão da pérola em 0,0 V.
 - 3 Esfrie o NPD até 100 ?.

AVISO

Cuidado! O detector pode estar quente o suficiente para causar queimaduras. Se o detector estiver quente, use luvas resistentes ao calor para proteger as mãos.

- 4 [Remova a pérola](#) e armazene-a com cuidado até a reinstalação.
- 5 Insira a ferramenta adaptadora do fluxímetro do NPD no coletor NPD.

- 6 Conecte a inserção para medição de fluxo na ferramenta do adaptador do fluxímetro do NPD.



- 7 Posicione a tubulação do fluxímetro sobre a inserção de medição de fluxo para começar a medir fluxos.

Para realizar o autoteste do GC

- 1** Desligue o GC.
- 2** Aguarde 1 minuto e ligue o GC novamente. Se a tela de status principal do GC for exibida, o GC terá passado no autoteste.

Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de purga do divisor

A Agilent oferece um teste integrado que mede a contrapressão do filtro de purga do divisor e a linha dos injetores com/sem divisor. O teste mede a pressão desenvolvida no caminho do fluxo de purga do divisor a uma taxa de fluxo específica, selecionada pelo usuário. Essa taxa de fluxo pode ser o ponto de ajuste de **fluxo com divisor** do seu método ou o padrão 400 mL/min usado pela Agilent para comparar valores “típicos”.

Ao executar esse teste em um sistema limpo, você pode estabelecer uma linha de base para a backpressure esperada na tubulação de purga do divisor. Depois você pode tornar a executar o teste periodicamente para determinar se o filtro precisa ou não ser substituído antes que tenha impacto sobre sua cromatografia.

A pressão medida pelo teste depende:

- Do liner instalado
- Da taxa de fluxo usada

Sendo assim, o valor medido vai variar entre diferentes configurações e de GC para GC.

O teste verifica:

- Restrições no liner
- Contaminação no selo dourado (apenas para injetores com/sem divisor)
- Restrições na linha da tubulação de purga do divisor, como contaminação com amostra condensada no filtro e na linha de tubulação de saída do divisor.

O teste pode medir o grau de adequação do hardware instalado. Execute o teste usando o hardware e os pontos de ajuste do seu método. Se a pressão de teste medida estiver próxima à pressão da cabeça da coluna desejada, isso significa que até mesmo uma pequena quantidade de restrição na tubulação de purga do divisor pode fazer o GC não ficar em estado de prontidão (Ready). Você pode querer instalar um liner diferente, ou ajustar o método (para liner sem divisor, tente reinstalar o liner primeiro. Os liners sem divisor criam mais backpressure do que liners com divisor, e com isso pequenas variações na orientação podem fazer diferença em pressões baixas na cabeça da coluna).

Para definir um limite de aviso para a verificação do filtro do injetor.

Para usar a verificação do filtro do injetor para monitorar o filtro da purga do divisor:

- 1 Substitua o filtro da purga do divisor se ele tiver sido usado para muitas injeções de amostras. Certifique-se de que o GC esteja limpo:
 - Substitua o hardware da entrada caso necessário.
 - Verifique se a tubulação de purga do divisor está livre de contaminação ou restrições.
- 2 Execute a verificação do filtro do injetor. Consulte ["Para executar a verificação do filtro do injetor"](#).
- 3 Observe a pressão. Essa leitura é a backpressure esperada de um sistema limpo com o liner instalado.
- 4 Determine um limite prático de contrapressão para a purga do divisor.

Use o GC normalmente. Torne a executar a verificação do filtro do injetor periodicamente. O filtro da purga do divisor precisa ser trocado quando:

- Há problemas cromatográficos relacionados a uma restrição na purga do divisor, geralmente uma baixa repetibilidade da área no modo dividido (Split), ou
- A pressão de teste relatada se aproxima do ou excede o ponto de ajuste de pressão da cabeça da coluna do método.

Execute a verificação do filtro do injetor e observe a pressão. Troque o filtro da purga do divisor.

- 5 Defina um limite de aviso e um comportamento, se desejar.

Agora que você sabe quando o filtro precisa ser trocado, é possível definir um ou dois limites no teste. Use esses limites para definir o indicador Service Due, ou para forçar o GC a entrar em status Not Ready. Os dois limites são:

- **Aviso na verificação de pressão:** Se a pressão medida exceder o limite, ative o indicador Service Due.
- **Falha na verificação de pressão:** Se a pressão medida exceder o limite, deixa-se o GC como Not Ready.

Para definir um limite de aviso:

- a Pressione [**Service Mode**] **Modo de serviço**, role até **Verificação de filtro da entrada frontal** ou **Verificação de filtro da entrada traseira**, depois pressione [**Enter**].
- b Role até o limite desejado.
- c Digite um limite usando o teclado e pressione [**Enter**].

(Para desativar um aviso, selecione-o e pressione [**Off/No**] **Desligar/Não**.)

Isso conclui a configuração do teste.

- 6 Execute-o periodicamente. Quando o teste falhar, substitua o filtro da purga do divisor.

Para eliminar a condição Not Ready ou desligar o indicador Service Due:

- 1 Pressione [**Service Mode**] **Modo de serviço**, role até **Verificação de filtro da entrada frontal** ou **Verificação de filtro da entrada traseira**, depois pressione [**Enter**].
- 2 Role até **Redefinir os resultados do teste?** e pressione [**On/Yes**] **Ligar/Sim**.

Para desativar um limite de aviso para a verificação do filtro do injetor

- 1 Pressione [**Service Mode**] **Modo de serviço**, role até **Verificação de filtro da entrada frontal** ou **Verificação de filtro da entrada traseira**, depois pressione [**Enter**].
- 2 Role até o aviso e pressione [**Off/No**] **Desligar/Não**.

Para executar a verificação do filtro do injetor

Pelo teclado de software (controlador remoto):

- 1 Pressione **[Service Mode] Modo de serviço**, role até **Verificação de filtro da entrada frontal** ou **Verificação de filtro da entrada traseira**, depois pressione **[Enter]**. O visor exibirá algo semelhante à [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 Exemplo do que é exibido no visor durante verificação do filtro do injetor frontal. O exemplo presume que um teste foi realizado anteriormente. Role o visor para ver todas as linhas.

- 2 Role até **Taxa de fluxo de teste** e digite uma taxa de fluxo. Uma taxa de fluxo típica para este teste é de 400 mL/min para hélio ou hidrogênio como gás de arraste ou 150 mL/min para nitrogênio como gás de arraste, porém é possível encontrar outros valores mais apropriados para sua configuração.
- 3 Role até **Testar entrada** e pressione **[On/Yes] Ligar/Sim** para iniciar o teste.
- 4 Espere até que a pressão estabilize. Quando ela se estabilizar, a linha **Testar entrada** do visor vai mudar para **Teste de pressão OK x,xx**, em que x,xx é a pressão atual.

Se o injetor não puder alcançar o ponto de ajuste de teste, verifique se há vazamento (no injetor, no filtro da purga do divisor ou na tubulação de purga do divisor), ou baixa pressão do gás de alimentação.

- 5 Observe o valor resultante de **Pressão entrada**. Se a pressão medida exceder qualquer limite que você configurar, o GC responderá de acordo. Consulte ["Para medir o fluxo de purga do divisor ou de purga do septo"](#).

Se a pressão de um liner sem divisor parecer anormalmente alta para um sistema limpo, tente reinstalar o liner.

Se a pressão em um sistema limpo estiver dentro desses intervalos, mas estiver próxima à pressão operacional do método, considere uma alteração no hardware ou no método. Consulte também [Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em um injetor com divisor](#).

- 6 Pressione **[Off/No] Desligar/Não** para interromper o teste.

NOTA

Os resultados de testes mais recentes são exibidos na parte inferior do visor. Role o visor para vê-los.

Para limpar uma condição Não pronto ou um indicador Serviço necessário, role até **Redefinir os resultados do teste?** e pressione **[On/Yes] Ligar/Sim**.

Para realizar um teste de restrição de purga do divisor de SS

Use o teste de restrição de purga do divisor no Agilent Instrument Utilities para determinar uma restrição anormal no caminho do fluxo de purga do divisor. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para o injetor.

Se o teste falhar:

- Considere o liner usado. A Agilent [recomenda](#) um liner de queda de pressão baixa para análises divididas, número da peça 5183-4647.
- [Substitua](#) o filtro da purga do divisor.
- Inspeção e [substitua](#) o selo dourado. Se não estiver usando em liner de queda de pressão baixa, considere instalar uma vedação dourada de alto fluxo, 5182-9652.

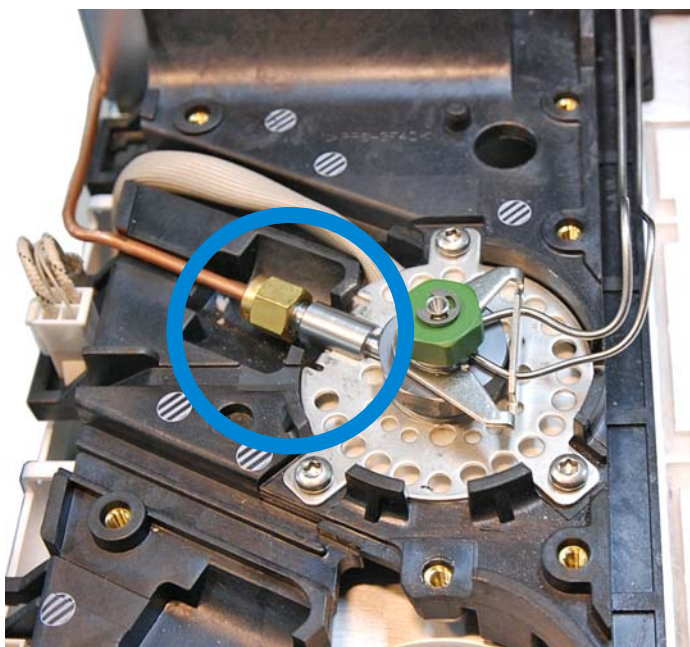
Se o problema continuar, entre em contato com a Agilent para assistência técnica.

Para verificar se há contaminação na tubulação de purga do divisor

AVISO

Cuidado! O forno, o injetor e/ou o detector podem estar muito quentes e causar queimaduras. Se o forno, o injetor ou o detector estiverem quentes, use luvas para proteger as mãos.

- 1 Reúna o seguinte:
 - Chave de boca de 7/16 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor, se o injetor estiver quente
 - Escovas de limpeza
- 2 Afrouxe a porca Swagelok de 1/8 pol. que veda a tubulação de cobre de purga do divisor à porta de injeção.



- 3 Inspeccione a linha divisora de cobre de 1/8 de polegada em busca de amostra condensada. Esvazie ou substitua a tubulação de cobre de purga do divisor.
- 4 Remova a cabeça do septo.
- 5 Verifique bloqueios na conexão do tubo divisor na tubulação soldada. Limpe o tubo divisor com uma escova e um solvente apropriado.
- 6 Remonte o injetor com/sem divisor e execute o teste de restrição de purga do divisor para verificar se há restrições no caminho do fluxo da purga do divisor. Se o injetor ainda

falhar, suspeite de que haja contaminação ou defeitos no módulo de fluxo.

Para ajustar o Lit Offset do FID

Para ajustar o **Lit Offset** do FID:

- 1 Pressione **[Config] Configurar**.
- 2 Role até **Detector frontal** ou **Detector traseiro** (onde quer que o detector esteja instalado) e pressione **[Enter]**.
- 3 Role até **Lit Offset**. Com a linha **Lit Offset** realçada, digite o novo parâmetro para o detector e pressione **[Enter]**.
- 4 O Lit Offset deve ser $< 2,0$ pA ou menor do que a saída normal do FID quando aceso.

Para verificar se a chama do FID está acesa

Para verificar se a chama do FID está acesa, segure um espelho ou outra superfície refletiva sobre o escape do coletor. A condensação constante indica que chama está acesa.

Geralmente a saída do FID vai estar entre 5,0 e 20,0 pA quando aceso, e < 2,0 pA quando apagado.

Se a chama não se acender, faça o seguinte:

- Verifique se a temperatura do detector está acima de 150 °C. A Agilent recomenda operar o FID a ≥ 300 °C.
- Verifique se os fluxos do detector estão corretos.
- Inspecione o jet para ver se há contaminação.
- Verifique se o jet está instalado corretamente.
- Verifique todas as conexões da coluna em busca de vazamentos.

Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição

AVISO

Mantenha-se em distância segura da chaminé do FID durante a execução dessa tarefa. Se estiver usando hidrogênio, a chama do FID não será visível.

- 1 Remova a tampa superior do detector.
- 2 **Acenda a chama do FID.**
- 3 Observe o conector do ignitor através da chaminé do FID. O orifício pequeno deve incandescer durante a sequência de ignição.

Para medir o vazamento de corrente do FID

- 1 Com a coluna instalada, carregue seu método de verificação.
- 2 Defina a temperatura do forno para 35 °C.
- 3 Pressione **[Front Det] Det Frontal** ou **[Back Det] Det Tras** e role até **Saída**.
- 4 Quando a chama estiver acesa e o GC estiver pronto, verifique se a saída é estável e < 20 pA (isso pode demorar algum tempo).
- 5 Se a saída não for estável ou > 20 pA, o sistema ou gás pode estar contaminado.

Para medir a saída de linha de base do FID

- 1 Carregue o método analítico.
- 2 Defina o **Desvio de ajuste do NPD** para **Desligado** e a **Tensão da pérola** para **0,00 V**.
 - Mantenha o NPD em temperatura operacional.
 - Deixe os fluxos ligados ou desligados.
- 3 Pressione **[Front Det] Det Frontal** ou **[Back Det] Det Tras** e role até **Saída**.
- 4 Verifique se a saída (corrente de fuga) é estável e $< 1,0 \text{ pA}$.
- 5 A saída deve cair lentamente rumo a $0,0 \text{ pA}$, e deve se estabilizar nos décimos de um picoampère. Uma corrente $> 2,0 \text{ pA}$ indica um problema.

Para isolar a causa do ruído do FID

O ruído do FID é o resultado de fatores mecânicos, elétricos e químicos. O ruído do FID pode ser um parâmetro subjetivo. O ruído na linha de base do FID costuma ser percebido com base no histórico de determinado detector ou fazendo a comparação com outro detector no laboratório. Para fazer um diagnóstico de ruído adequado, é importante avaliar o ruído do detector mediante condições documentadas, em comparação com um padrão conhecido. Veja informações mais detalhadas sobre ruídos em [Detector de ruídos, como erraticidade, deriva e spikes da linha de base](#).

Antes de solucionar o problema do detector, execute um teste de ruído usando seu sistema de dados Agilent. Se o detector falhar no teste de ruído, identifique a causa como descrito abaixo.

Para isolar a causa do ruído do FID:

- 1 Se o teste de ruído falhar, remova a coluna e reavalie o ruído do detector com o FID bloqueado (porca cega no lugar da coluna) e aceso, usando somente H₂/ar e gás auxiliar (Makeup) do detector. Se for aprovado, suspeite de que haja gás de arraste/coluna contaminados.
- 2 Se o ruído falhar sem nenhuma coluna instalada, repita o teste de ruído com H₂ e ar somente - defina o fluxo de gás auxiliar (Make up) para "Off". Se for aprovado, suspeite de que haja gás de contaminação no gás auxiliar / Make up.
- 3 Se o teste de corrente de vazamento estiver OK, suspeite de que haja um jet contaminado ou suprimentos de gás do detector de H₂ ou ar contaminados (gases, tubulações, filtros), principalmente se o fundo do detector quando aceso for > 20 pA.

Para medir o vazamento de corrente no NPD

- 1 Carregue o método analítico.
- 2 Defina o **Desvio de ajuste do NPD** para **Desligado** e a **Tensão da pérola** para **0,00 V**.
 - Mantenha o NPD em temperatura operacional.
 - Deixe os fluxos ligados ou desligados.
- 3 Pressione **[Front Det] Det Frontal** ou **[Back Det] Det Tras** e role até **Saída**.
- 4 Verifique se a saída (corrente de fuga) é estável e $< 1,0$ pA.
- 5 A saída deve cair lentamente rumo a 0,0 pA, e deve se estabilizar nos décimos de um picoampère. Uma corrente $> 2,0$ pA indica um problema. Para verificar se um jet do FID está obstruído

A causa mais comum de problemas de ignição de FID é um jet obstruído ou parcialmente obstruído. Se o jet não estiver totalmente obstruído e a chama ainda se acender, um sintoma secundário estenderá os tempos de retenção de pico. A obstrução do jet é mais comum em colunas empacotadas ou de espessura de filme alta ou com grande sangramento além de aplicações em altas temperaturas. É melhor operar o forno da coluna dentro dos limites de temperatura da coluna e também operar o FID em uma temperatura, no mínimo, 20°C maior do que a temperatura máxima do forno no método do GC. Se o jet do FID se tornar obstruído, os fluxos do gás de arraste, H₂, e auxiliar (Makeup) serão menores do que os valores indicados pelo GC.

Para verificar se o jet de FID está obstruído:

- 1 Deixe a coluna instalada no FID. Se já tiver sido removida, bloqueie (porca "cega") a conexão do FID dentro do forno. (Deixar a coluna instalada determinará se a coluna está instalada muito alta no jet, obstruindo o orifício.)
- 2 Defina o fluxo de auxiliar (Makeup) em "Off". Confirme a leitura na tela do GC de 0,0 mL/min para fluxo de complementação real.
- 3 Defina o fluxo de hidrogênio em 75 mL/minuto (aumente a pressão de suprimento de H₂, conforme necessário, para obter essa configuração de taxa de fluxo.)
- 4 Monitorar o fluxo de auxiliar (Makeup) "real"

Se o fluxo de complementação estiver indicando um valor que excede 1,0 mL/min, isso indica que o jet está obstruído ou parcialmente obstruído; a pressão está retornando do canal de H₂ para o canal auxiliar (make-up) do sistema de EPC ou EPR, resultando em uma indicação falsa de fluxo no canal auxiliar (make-up).

Como alternativa, remova o jet da estrutura e segure-o próximo de uma fonte de luz. Verifique se há contaminação nos orifícios do jet. Se ele estiver obstruído, [substitua](#) o jet.

Para verificar se um jet de NPD está obstruído

O módulo do detector EPC controla o fluxo, mantendo uma pressão de gás calibrada em relação à restrição fixa. Um jet obstruído causará leituras de fluxo imprecisas.

Para verificar um jato de NPD obstruído, meça os fluxos de complementação e hidrogênio reais. (Consulte [Para medir o vazamento de corrente no NPD](#).) Se os fluxos estiverem abaixo dos valores exibidos, [substitua](#) o jet.

Para verificar se a pérola do NPD está acesa

AVISO

O escape está quente! O escape do detector está quente e pode causar queimaduras.

Para verificar se a pérola está acesa, olhe através do orifício de escape na tampa do detector para ver se a pérola está alaranjada.

A saída do NPD é selecionada pelo operador como parte do processo de desvio de ajuste e geralmente fica entre 5,0 e 50,0 pA.

Para verificar se a chama do FPD está acesa

Para verificar se a chama do FPD está acesa:

- 1 Remova o tubo de gotejamento de borracha da ventilação do detector.
- 2 Segure um espelho ou uma superfície brilhante próximo ao tubo de exaustão de alumínio. Uma condensação constante significa que a chama está acesa.

Para ajustar o Lit Offset do FPD

Para ajustar o **Lit Offset** do FPD:

- 1 Pressione **[Config]**.
- 2 Role até **Detector frontal** ou **Detector traseiro** (onde quer que o detector esteja instalado) e pressione **[Enter]**.
- 3 Role até **Lit Offset**. Com a linha **Lit Offset** realçada, digite o novo parâmetro para o FPD (o valor típico é de 2,0 pA) e pressione **[Enter]**.

Quando é hora de trocar os purificadores (filtros) de gás

A Agilent recomenda enfaticamente o uso de filtros de purificação nas linhas de gás para impedir que impurezas entrem e contaminem o sistema GC ou danifiquem a coluna. Alguns filtros são de propósito único de remoção de oxigênio, umidade ou hidrocarbonetos, ao mesmo tempo em que filtros em combinação removem todos esses contaminantes.

A melhor maneira de saber quando é o momento certo de trocar um filtro é usar um filtro de indicação, que deve ser colocado após um filtro de alta capacidade. A Agilent recomenda o uso de filtros de indicação de vidro, como o sistema de filtro transparente de gás, com tubos transparentes que mostram uma nítida mudança de cor em resposta a contaminação. Essa mudança de cor diz ao analista que é o momento certo de trocar os filtros.

Se nenhum filtro de indicação for usado, é melhor seguir a recomendação do fabricante quanto à frequência de substituição. Normalmente, o fabricante especifica quantos cilindros de gás podem ser purificados com determinado filtro. Se desejar, é possível estimar quando se deve substituir o filtro efetuando um cálculo básico. Por exemplo: você possui um cilindro de tamanho "K" padrão com He a 99,995% de pureza que contém 7.800 L de He. Supondo-se que, no pior dos casos, 0,005% restante seja apenas oxigênio, será necessário ter 39 mL ou cerca de 56 mg de O₂ no tanque. O filtro de oxigênio OT3 da Agilent, por exemplo, tem capacidade para 600 mg de O₂. Portanto, é necessário substituir o filtro OT3 a cada 10 cilindros. Essa é só uma estimativa superficial, sendo preferível trocar os filtros com bastante antecedência do que tarde demais.

Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo

Por padrão, o GC monitora o status de todos os dispositivos configurados (entradas, detectores, aquecedores de caixa de válvulas, válvulas, aquecedor de forno, módulos de EPC ou EPR etc.) e está pronto quando todos eles atingem o ponto de ajuste. Se o GC sentir problemas em um desses dispositivos, ele nunca ficará pronto, ou talvez desligue para se proteger ou impedir um risco de segurança. No entanto, por vezes você pode não querer que o estado de prontidão de um dispositivo impeça o início de uma corrida. Um exemplo importante é quando um aquecedor de detector ou injetor está com defeito. Normalmente, essa falha impede o GC de estar pronto e iniciar uma corrida. Entretanto, você pode configurar o GC para ignorar o problema, de modo que você possa usar outro injetor ou detector até que o dispositivo seja consertado.

Nem todos os dispositivos podem ser ignorados. Você pode ignorar o estado de prontidão de injetores, detectores, módulos EPC ou EPR ou forno. O estado de prontidão de outros dispositivos e componentes nunca pode ser ignorado. Por exemplo, dispositivos de injeção como uma válvula de alternância ou um amostrador automático de líquidos.

Para ignorar o status de um dispositivo:

- 1 Desligue os fluxos de gás e o aquecedor do dispositivo, conforme o caso (certifique-se de que isso não possa criar um risco de segurança).
- 2 Pressione **[Config]** e, depois, selecione o elemento.
- 3 Role até **Ignorar pronto** e pressione **[On/Yes] Ligar/Sim** para definir como **Verdadeiro**.

Agora o GC pode ser usado até que o dispositivo seja consertado.

CUIDADO

Não ignore o status de prontidão de um dispositivo em uso a não ser que você não se importe se ele alcançar o ponto de ajuste.

Lembre-se de retornar o dispositivo quebrado para **Ignorar pronto = Falso**, após ele ser reparado. Do contrário, seu estado (temperatura, fluxo, pressão etc.) continuará sendo ignorado, mesmo se o dispositivo for usado na análise.

Para levar em consideração a prontidão de um dispositivo, defina **Ignorar pronto** para **Falso**.

Para usar o cronômetro

No modo de cronômetro, aparece o tempo (para 0,1 segundo) e o tempo recíproco (para 0,01 min –1). Use o cronômetro quando for medir fluxos com um fluxímetro de bolha.

- 1 Pressione [**Time**] Tempo e role até a linha tempo = .
- 2 Pressione [**Enter**] para iniciar o cronômetro.
- 3 Pressione [**Enter**] de novo para parar.
- 4 Pressione [**Clear**] Limpar para definir para zero.

Você pode acessar outras funções enquanto o cronômetro estiver rodando. Pressione [**Time**] Tempo de novo para exibir o cronômetro.

© Agilent Technologies, Inc.

Impresso nos EUA, Agosto 2016



G4350-99015