

Gaschromatografo Agilent serie 8890

Risoluzione dei problemi



Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2019

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

Codice del manuale

G3450-94016

Edizione

Prima edizione, gennaio 2019

Stampato negli Stati Uniti

Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE 19808-1610 USA
Wilmington, DE 19808-1610 USA

安捷伦科技（上海）有限公司
上海市浦东新区外高桥保税区
英伦路 412 号
联系电话：(800) 820 3278

Garanzia

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

Informazioni sulla sicurezza

ATTENZIONE

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

AVVERTENZA

L'indicazione **AVVERTENZA** segnala un rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguita correttamente o attenendosi scrupolosamente alle istruzioni, potrebbe causare gravi lesioni personali o la perdita della vita. In presenza della dicitura **AVVERTENZA** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

Sommario

1 Principi e attività generali

Principi	10
Risoluzione dei problemi sulla base di questo manuale	10
Utilizzare le funzioni diagnostiche del GC	10
Sistemi che comprendono altri strumenti	11
Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati	12
Configurazione dell'iniettore e del rivelatore	12
Configurazione della colonna	12
Configurazione del campionatore automatico di liquidi	13
Configurazione del gas	13
Per visualizzare Run Log, Maintenance Log ed System Log	14
Log di analisi	14
Log di manutenzione	14
Log di sistema	14
Informazioni utili in caso si contatti il servizio assistenza Agilent	15

2 Sintomi dell'ALS e del rivelatore

Errori dello stantuffo	18
Procedura	18
Fiala non gestita correttamente dall'ALS (7693A)	19
Luce di allineamento sulla torretta dell'iniettore 7693A/7650A è accesa	21
L'ago della siringa si piega durante l'iniezione nell'iniettore	22
Il test della corrente di dispersione dell'NPD non riesce	23
Il test della linea di base del FID non riesce	24
Il FID non si accende	25
L'accenditore del FID non diviene incandescente durante la sequenza di accensione	26
Corrosione del collettore del FID e della candela a incandescenza dell'accenditore	28
L'FPD+ non si accende	29
Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona	31
L'elemento attivo dell'NPD non si accende	32
Temperatura FPD+ non pronta	33
Arresto di un dispositivo (difettoso)	34

3 Sintomi cromatografici

Tempi di ritenzione non ripetibili	37
Aree di picco non ripetibili	38
Contaminazione o carryover	39
Isolamento della sorgente	39
Verifica di possibili cause-tutte le combinazioni di iniettore e rivelatore	39
Picchi maggiori del previsto	41
Picchi non visualizzati/nessun picco	42
Aumento del valore di riferimento durante il programma di temperatura del forno	43
Risoluzione di picco insufficiente	44
Picchi anomali	45
Picchi anomali del NPD	46
Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente	47
Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di split senza rivelatore	47
Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di splitless con qualsiasi rivelatore	47
Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti	48
Anticipo dei picchi	49
Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base	50
Linea di base rumorosa	50
Tremolio e deriva della linea di base	52
Picchi della linea di base	53
Rumore e sensibilità del rivelatore a cattura di elettroni (ECD)	55
Valutazione del segnale del display	55
Sensibilità	57
Contaminazione (linea di base alta)	58
Area di picco o altezza ridotta (bassa sensibilità)	59
Risoluzione della bassa sensibilità con un FID	60
La fiamma del FID si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla	61
Emissione di riferimento del FID superiore a 20 pA	62
Emissione di riferimento del FID al massimo (~8 milioni)	63
La fiamma dell'FPD si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla	64
Spegnimento/ripetibilità dell'FPD	65
Emissione dell'FPD+ troppo alta o troppo bassa	66
Aree di picco basse sul FPD+	67

Ampiezza del picco grande sull'FPD+ a mezza altezza	68
Emissione di riferimento sul FPD+ alta, > 20 pA	69
Emissione cromatografica dell'FPD+ che presenta picchi spuntati	70
Spegnimento del solvente del NPD	71
Risposta dell'NDP bassa	72
Emissione di riferimento del NPD > 8 milioni	73
Il processo di regolazione dello scarto del NPD non funziona correttamente	74
Selettività ridotta dell'NPD	75
Picchi negativi osservati con il TCD	76
La linea di base del TCD ha attutito i picchi di uscita del rumore sinusoidale (linea di base che risuona)	77
I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo	78

4 GC non pronto - Sintomi

GC costantemente non pronto	80
Flusso costantemente non pronto	81
La temperatura del forno non si raffredda/si raffredda molto lentamente	82
Il forno non si riscalda	83
Temperatura costantemente non pronta	84
Impossibile impostare un flusso o una pressione	85
Un gas non raggiunge il valore di impostato o la pressione o il flusso di riferimento	86
Un gas supera il valore impostato o il valore di regolazione di flusso o pressione	87
La pressione o il flusso dell'iniettore sono soggetti a fluttuazioni	88
Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split	89
Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato	90
Il FID non si accende	91
L'accenditore del FID non diventa incandescente durante la sequenza di accensione	92
L'idrogeno misurato con il FID o l'NPD e il gas di makeup fluisce molto meno del valore di regolazione	94
Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona	95
L'FPD+ non si accende	96

Valvola non pronta	98
Valvole esterne	98
Valvole di campionamento del gas	98
Valvola multiposizione	98

5 Sintomi di arresto

Arresti di colonna	100
Arresti dell'idrogeno	101
Idrogeno utilizzato in flussi dell'iniettore e del gas ausiliario	101
Sensore dell'idrogeno	102
Arresti del rivelatore di aria	103
Arresti del MS	104
Cancellazione di uno spegnimento MS	105
Dopo aver risolto lo spegnimento MS	105
Arresti termici	106

6 Risoluzione dei problemi Sintomi di accensione e di comunicazione del GC

Il GC non si accende	108
Il PC non riesce a comunicare con il GC	109
Impossibilità di comunicazione tra GC e MS o HS configurato	110
Il GC si accende, ma si spegne in fase di avvio (durante l'autotest)	111

7 Verifica dell'eventuale presenza di perdite

Consigli per il controllo di eventuali perdite	116
Verifica delle perdite esterne	117
Verifica delle perdite del GC	119
Perdite in raccordi capillari per flusso	120
Controllo delle perdite nell'iniettore	121
Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione	122
Per eseguire un test a decadimento della pressione dell'iniettore dal LUI	122
Verifica manuale dell'eventuale presenza di perdite nell'iniettore split/splitless	124
Correzione delle perdite nell'iniettore split/splitless	126
Verifica manuale della presenza di perdite nell'iniettore multimodale	127
Impossibile raggiungere il valore di regolazione della pressione	127
Bassa sensibilità o scarsa ripetitività	129
Correzione delle perdite nell'iniettore multimodale	130

Durante l'esecuzione di un test perdite a decadimento della pressione di un iniettore per
impaccate/colonne impaccate **131**

Correzione delle perdite nell'iniettore per impaccate **132**

Correzione delle perdite nell'iniettore on-column a freddo **133**

Correzione delle perdite nell'iniettore PTV **134**

Correzione delle perdite nell'interfaccia volatili **135**

8 Operazioni di risoluzione dei problemi

Misurazione del flusso di una colonna **138**

Misurazione del flusso della colonna di FID, TCD, ECD e FPD **138**

Misurazione del flusso della colonna NPD **140**

Misurazione del flusso di scarico di uno split o di spurgo di un setto **141**

Misurazione del flusso di un rivelatore **143**

Misurazione dei flussi di FID, TCD, ECD e FPD+ **143**

Misurazione dei flussi NPD **145**

Autotest del GC **147**

Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di sfiato dello split **148**

Avviare il test di limitazione dello sfiato dello split **149**

Regolazione dell'offset di accensione del FID **150**

Verifica dell'accensione della fiamma del FID **151**

Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di
accensione **152**

Misurazione della corrente di dispersione del FID **153**

Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID **154**

Isolamento della causa del rumore del FID **155**

Misurazione della corrente di dispersione del NPD **156**

Verifica di un ugello ostruito del FID **157**

Verifica di un ugello ostruito del NPD **158**

Verifica dell'accensione dell'elemento attivo del NPD **159**

Verifica dell'accensione della fiamma dell'FPD+ **160**

Regolazione dell'offset di accensione dell'FPD+ **161**

Quando sostituire i purificatori di gas **162**

Come ignorare lo stato di pronto del dispositivo **163**

Principi e attività generali

Principi 10

Sistemi che comprendono altri strumenti 11

Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati 12

Per visualizzare Run Log, Maintenance Log ed System Log 14

Informazioni utili in caso si contatti il servizio assistenza Agilent 15

Principi

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

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

Il presente manuale include anche comuni azioni di risoluzione dei problemi e le informazioni necessarie prima di contattare Agilent per l'assistenza.

Risoluzione dei problemi sulla base di questo manuale

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

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

Utilizzare le funzioni diagnostiche del GC

Il touchscreen e l'interfaccia utente del browser comprendono le schermate Home  in cui vengono visualizzati i dati riguardanti temperature, flussi e altre informazioni simili, compresi i plottaggi dei segnali in uscita o altri segnali utili per la risoluzione dei problemi.

Inoltre:

- Andare su Diagnostics [Diagnostica] per visualizzare eventuali problemi rilevati dal GC. Per alcuni problemi, il GC potrebbe procedere alla risoluzione automatica. Il GC fornisce inoltre diversi test diagnostici automatizzati, disponibili su Diagnostics [Diagnostica] > Diagnostic Tests [Test diagnostici].
- Il System Health Report [Rapporto di stato del sistema], disponibile alla sezione Diagnostics [Diagnostica], riporta lo stato attuale di tutti i componenti del GC e comprende le informazioni necessarie nel caso in cui si contatti Agilent per l'assistenza (versione firmware dello strumento, numero di serie ecc.) Il rapporto mostra anche i risultati dei test di autodiagnostica più recenti.
- Visualizzare i log e consultare il Run Log [Log di funzionamento] e il System Log [Log di sistema].

Sistemi che comprendono altri strumenti

Quando configurato con altri strumenti che supportano le comunicazioni migliorate come il 5977 MSD, 7000C Triple Quadrupole MS e 7697 Headspace Sampler, il 8890 GC e gli strumenti configurati interagiscono a stretto contatto l'uno con l'altro. Oltre a inviare semplici comandi di inizio analisi e informazioni generali sullo stato (pronto o non pronto), gli strumenti modificano le loro impostazioni in base allo stato l'uno dell'altro. Ad esempio:

- Uno spegnimento del GC può provocare lo spegnimento del sistema MS o qualsiasi altra misura protettiva.
- Ventilare il sistema MS provoca modifiche nel GC che deve sostenere il processo di ventilazione.
- Lo spegnimento del sistema MS può causare modifiche nelle impostazioni del GC che deve proteggere se stesso e l'MS.
- Una perdita delle comunicazioni tra gli strumenti può provocare cambiamenti in uno dei due o in entrambi.
- Il ciclo spento/acceso del GC mette in funzione il ciclo spento/acceso dell'MS e dell'HS (se disponibile).
- Un campionatore per spazio di testa configurato determina i tempi sulla base del metodo GC caricato.

A causa di questa interazione, è necessario controllare sempre i display su tutti gli strumenti e il sistema dati per informazioni sullo stato di tutto il sistema. In genere, sul display del GC vengono visualizzati i messaggi sullo stato degli strumenti configurati e quelli relativi al suo stato.

Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati

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

Se si dispone del lettore di codici a barre opzionale G3494A o G3494B, è possibile scansionare direttamente i dati sulle parti (informazioni su colonna, liner e siringa ALS) nel GC senza doverli digitare attraverso la tastiera del GC.

Configurazione dell'iniettore e del rivelatore

Quando si passa da un metodo a un altro, assicurarsi di verificare se sia necessario procedere alla sostituzione delle parti consumabili dell'ugello e del rivelatore. L'errata installazione delle parti consumabili necessarie può portare a ottenere risultati inferiori alle aspettative.

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

Filtri FPD+: i filtri FPD+ richiedono flussi di gas diversi per funzionare correttamente. Impostare il flusso in base al filtro FPD+ installato (fosforo o zolfo) e verificare che sia stato installato il filtro corretto.

Configurazione della colonna

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

Configurazione del campionatore automatico di liquidi

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

Configurazione del gas

AVVERTENZA

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

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

Per verificare il tipo di gas configurato per un componente andare a **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione]**, quindi selezionare il componente desiderato (ad es., ugello o rivelatore).

Per visualizzare Run Log, Maintenance Log ed System Log

Il GC conserva i log degli eventi interni. Utilizzare questi log per risolvere i problemi, soprattutto quando sul display non compare più un messaggio.

Per accedere ai log, andare su **Logs [Log]** e selezionare l'opzione **Run Log [Log di analisi]**, **System Log [Log di sistema]**, o **Maintenance Log [Log di manutenzione]**.

Log di analisi

Per ogni analisi, il log di analisi registra le deviazioni dal metodo pianificato. Questo log viene sovrascritto all'inizio di ogni analisi. Le informazioni del log dell'analisi possono essere usate per gli standard GLP (Good Laboratory Practice) e possono essere caricate su un sistema dati Agilent.

Log di manutenzione

Il log di manutenzione contiene una voce per ogni volta che viene raggiunto, ripristinato o modificato il limite Early Maintenance Feedback. Il log registra dettagli come l'elemento del contatore, il valore del contatore, il nuovo valore del contatore e se il contatore è stato ripristinato (il che indica una sostituzione di un pezzo). Il log di manutenzione comprende anche i valori relativi a tutte le operazioni di manutenzione automatica eseguite e di tutte le condizioni riscontrate dallo strumento di auto-diagnostica.

Log di sistema

Il log di sistema registra gli eventi come gli arresti, gli avvertimenti, i guasti e i cambiamenti di stato del GC (inizio analisi, arresto analisi e così via) che si verificano durante il funzionamento del GC. Il log di sistema comprende i valori relativi a impostazioni di sistema, aggiornamenti del firmware e sequenze.

Informazioni utili in caso si contatti il servizio assistenza Agilent

Se possibile, generare un Rapporto di stato del sistema utilizzando l'interfaccia utente del browser. Questo rapporto contiene la maggior parte delle informazioni riportate di seguito.

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

- Sintomi
- Descrizione del problema
- Hardware installato e parametri/configurazione quando si è verificato l'errore (campione, tipo di gas erogato, portata del gas, rivelatori/iniettori installati e così via)
- Qualsiasi messaggio visualizzato
- Risultati di qualsiasi test di diagnostica eseguito
- Dettagli relativi allo strumento. Reperire le informazioni seguenti:
 - numero di serie del GC. reperibile anche sull'angolo in basso a destra del GC.
 - Revisione del firmware del GC consultabile su **Settings [Impostazioni] > About [A proposito di]**
 - Configurazione dell'alimentazione del GC (reperibile su un'etichetta posta sul retro del pannello del GC)



- Configurazione del forno (riscaldamento rapido o lento)

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

Errori dello stantuffo	18
Luce di allineamento sulla torretta dell'iniettore 7693A/7650A è accesa	21
L'ago della siringa si piega durante l'iniezione nell'iniettore	22
Il test della corrente di dispersione dell'NPD non riesce	23
Il test della linea di base del FID non riesce	24
Il FID non si accende	25
L'accenditore del FID non diviene incandescente durante la sequenza di accensione	26
Corrosione del collettore del FID e della candela a incandescenza dell'accenditore	28
L'FPD+ non si accende	29
Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona	31
L'elemento attivo dell'NPD non si accende	32
Temperatura FPD+ non pronta	33
Arresto di un dispositivo (difettoso)	34

Errori dello stantuffo

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

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

Procedura

- 1 Togliere la siringa e ispezionare lo stantuffo per vedere che non vi siano ostruzioni o blocchi.
- 2 Se necessario, sostituire la siringa. Fare riferimento alla documentazione relativa a **7693A** o **7650A** se possibile.
- 3 Controllare la viscosità del campione rispetto al parametro di viscosità.
- 4 Se necessario, ripristinare il parametro di viscosità.
- 5 Avviare nuovamente la sequenza.

Fiala non gestita correttamente dall'ALS (7693A)

Per ulteriori informazioni, consultare la **documentazione sul funzionamento del campionatore**.

Quando si rileva una fiala di campione gestita erroneamente, comportarsi come segue:

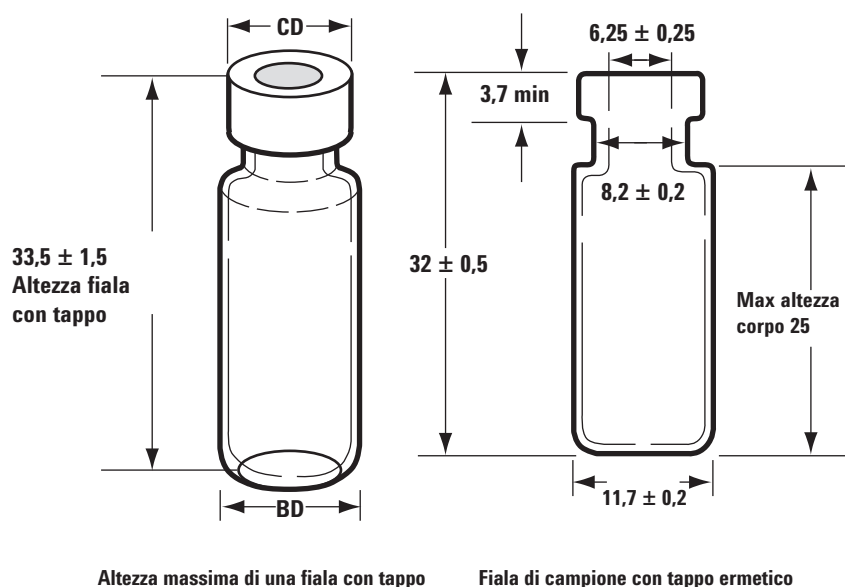
- Verificare la presenza di pieghe o increspature nel tappo ermetico, soprattutto vicino al collo della fiala del campione.
- Utilizzare fiale per campioni consigliate da Agilent.

La figura sottostante mostra le dimensioni adeguate per le fiale di campione e per gli inserti di microfiale da utilizzare con il sistema ALS 7693A. Queste dimensioni non costituiscono un insieme di specifiche complete.

Diametro corpo (BD) = $11,7 \pm 0,2$

Diametro tappo (CD) = $BD \times 1,03$ massimo

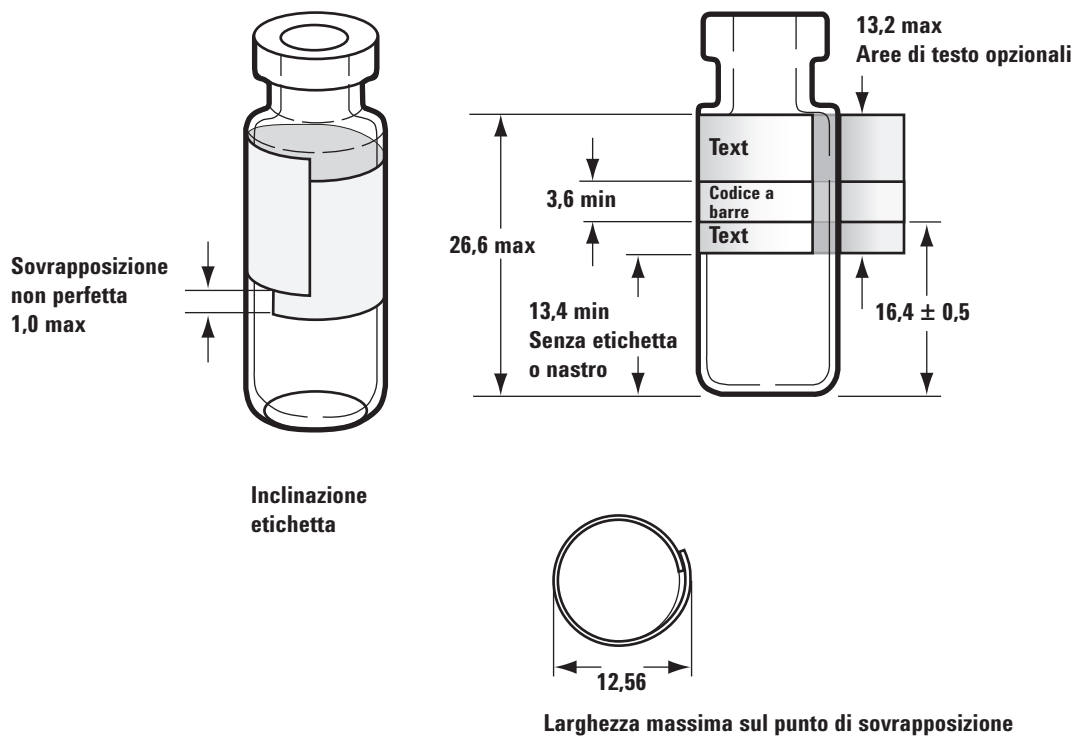
Tutte le dimensioni sono espresse in millimetri



- Se si utilizza un vassoio G4514A, verificare che la torretta di trasferimento sia installata.
- Verificare le etichette dei campioni (se applicabile).
 - Verificare che siano delle dimensioni corrette.
 - Verificare che le etichette non interferiscano con il sistema di presa.

Le fiale sono disponibili con un punto su cui è possibile scrivere, che consente di contrassegnarle più facilmente. Se si sceglie di preparare e applicare etichette personalizzate, Agilent Technologies raccomanda il posizionamento e lo spessore massimo dell'etichetta mostrati nella figura sottostante.

Tutte le dimensioni sono espresse in millimetri



- Controllare che i rack di fiale del vassoio siano puliti e fissati alla base del vassoio.
- Eseguire la calibrazione del sistema.

Luce di allineamento sulla torretta dell'iniettore 7693A/7650A è accesa

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

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

AVVERTENZA

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

Per ulteriori informazioni consultare la documentazione sull'ALS.

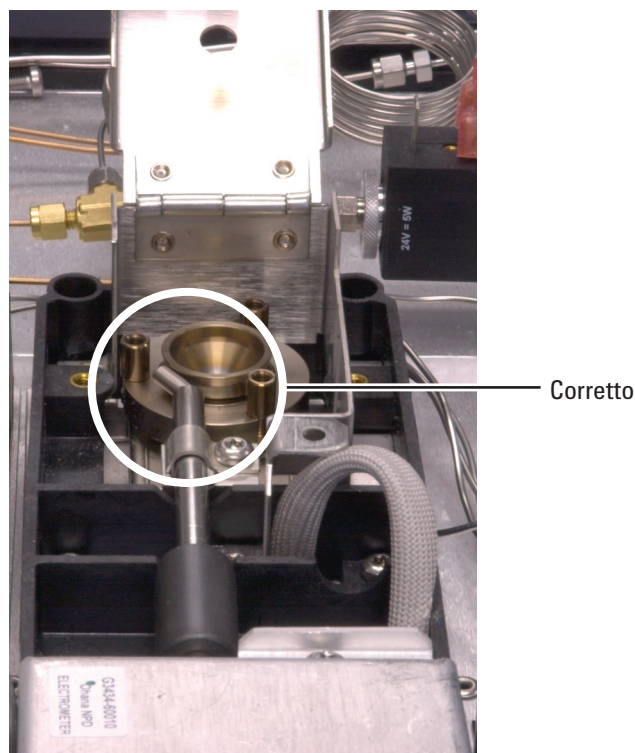
- Verificare che il dado del setto del GC non sia troppo stretto.
- Verificare che la siringa sia installata correttamente nel telaio della siringa.
- Verificare che il supporto dell'ago e la guida siano puliti. Rimuovere eventuali residui o depositi del setto. Installare una nuova base di supporto dell'ago se necessario.
- Se si utilizza un iniettore on-column a freddo, verificare che sia installato il pezzo corretto per la siringa.
- Assicurarsi di utilizzare la siringa corretta. La lunghezza complessiva del cilindro della siringa e dell'ago dovrebbe essere approssimativamente pari a 126,5 mm.
- Controllare che le dimensioni della fiala del campione corrispondano alle specifiche. Vedere **"Fiala non gestita correttamente dall'ALS (7693A)"**.
- Controllare che il tappo ermetico sia installato correttamente. Consultare la documentazione del campionatore.

Il test della corrente di dispersione dell'NPD non riesce

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

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

- 1 Sostituire gli isolanti in ceramica. Ripetere il test.
- 2 Spegnere l'elemento attivo e verificare l'uscita (corrente di dispersione).
- 3 Rimuovere l'elemento attivo e riporlo in un luogo sicuro.
- 4 Togliere le tre viti che fissano il coperchio in posizione e rimuoverlo.
- 5 Esaminare la molla di interconnessione. Assicurarsi che la molla di interconnessione non sia danneggiata, piegata o sporca. La molla di interconnessione deve toccare il fondo del collettore.



- 6 Se la molla di interconnessione non è danneggiata o sporca e il segnale di emissione del rivelatore è troppo alto, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Il test della linea di base del FID non riesce

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

Se il test della linea di base non riesce:

- Verificare purezza e qualità del gas.
- Sostituire le trappole chimiche sporche/esaurite.
- Degassare il rivelatore

Il FID non si accende

- Verificare che l'offset di accensione sia $\leq 2,0$ pA.
- Accertarsi che la temperatura del FID sia sufficientemente alta per l'accensione (>150 °C). Si consiglia >300 °C.
- Controllare che durante la sequenza di accensione, l'accenditore FID diventi incandescente (vedere **"Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione"** a pagina 152.)
- Tentare di incrementare le pressioni di erogazione al modulo di flusso del FID. In questo modo la fiamma si accende con più facilità senza dover modificare i valori di regolazione.
- Aumentare la velocità del flusso di idrogeno o disattivare o diminuire il flusso del gas di makeup fino all'accensione, quindi ridurli riportandoli sui valori del metodo. Testare i valori più adatti.

Incrementare il flusso di idrogeno e diminuire il flusso di makeup semplifica l'accensione del FID. Se si accende una volta modificate queste condizioni, la causa potrebbe essere dovuta a un ugello parzialmente ostruito, a un accenditore poco potente o a una fuoriuscita a livello del raccordo della colonna.

- Verificare se l'ugello è ostruito o parzialmente ostruito (vedere **"Verifica di un ugello ostruito del FID"** a pagina 157.)
- Misurare le portate del FID. La portata reale dovrebbe essere $\pm 10\%$ del valore di regolazione (Vedere Condizioni iniziali del FID nel manuale operativo del modello 8890.) Il rapporto idrogeno:aria esercita un forte impatto sull'accensione. Impostazioni di flusso non ottimali possono impedire l'accensione della fiamma (vedere **"Misurazione del flusso di un rivelatore"** a pagina 143.)
- Se la fiamma ancora non si accende, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le fuoriuscite importanti causano portate misurate diverse dalle portate reali e quindi determinano condizioni di accensione non ideali. Verificare attentamente che il sistema non presenti perdite, soprattutto il raccordo della colonna sul FID (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115).
- Verificare la portata della colonna (vedere **"Misurazione del flusso di una colonna"** a pagina 138.) Il flusso di idrogeno deve superare la somma del flusso della colonna e di makeup.
- Controllare la presenza di perdite in corrispondenza del raccordo della colonna sul FID.
- Accertarsi che la temperatura del FID sia sufficientemente alta per l'accensione (>150 °C).
- Se l'analisi lo consente, sostituire l'azoto con l'elio come gas di makeup.

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

AVVERTENZA

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

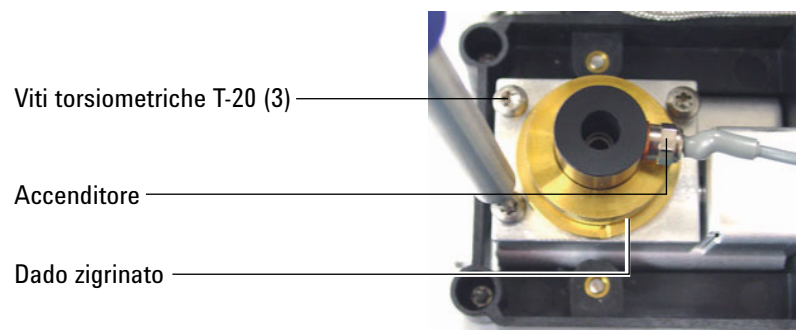
- 1 Togliere il pannello superiore del rivelatore.
- 2 Accendere la fiamma del **FID**.
- 3 Osservare la candela dell'accenditore attraverso il camino del FID. Durante la sequenza di accensione, il foro dovrebbe diventare incandescente.



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

- L'accenditore può essere guasto; sostituire l'accenditore (vedere **“Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione”** a pagina 152).
- La temperatura del rivelatore è impostata su $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Agilent consiglia di utilizzare il FID a $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- L'accenditore non crea una buona connessione con la terra:
 - L'accenditore deve essere ben fissato all'involucro del FID.
 - Le tre viti T-20 Torx che tengono insieme il gruppo del collettore devono essere ben serrate.
 - Il dado zigrinato in bronzo che mantiene il gruppo dell'involucro del FID deve essere serrato.

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



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

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

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

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

L'FPD+ non si accende

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

Tabella 1 Flussi consigliati FPD+

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

- Misurare i flussi effettivi del rivelatore
- È possibile che la colonna sia installata troppo in alto nel rivelatore.
- Verificare il funzionamento dell'accenditore dell'FPD+
- Durante la sequenza di accensione, visualizzare la portata dell'aria. Durante l'accensione della fiamma, la velocità del flusso d'aria dovrebbe essere di 400 mL/min. Diversamente, la pressione di erogazione dell'aria non è sufficiente.
- Verificare la portata della colonna e del makeup.
- Assicurarsi che la condensa nel tubo di scarico non refluisca nel rivelatore. Il tubo di scarico flessibile in plastica deve andare dal rivelatore a un contenitore, senza insellamenti, in modo da scaricare correttamente la condensa d'acqua. Tenere l'estremità del tubo aperta fuori dall'acqua nel contenitore.
- Verificare il valore **Lit offset**. Il valore tipico di **Lit offset** è 2,0. Se è zero, l'autoaccensione è disattiva. Se il valore è troppo alto, il software non riconosce che la fiamma è accesa e spegne il rivelatore.
- Se la fiamma ancora non si accende, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le fuoriuscite importanti causano portate misurate diverse dalle portate reali e quindi determinano condizioni di accensione non ideali. Verificare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115.)
- Tentare di incrementare le pressioni di erogazione al modulo di flusso del FPD+. In questo modo la fiamma si accende con più facilità senza dover modificare i valori di regolazione.

- Verificare il valore **Lit offset**. Se è zero, l'autoaccensione è disattiva. Se il valore è troppo alto, il software non riconosce che la fiamma è accesa e spegne il rivelatore.
- In alcune condizioni operative, può essere più semplice accendere la fiamma una volta rimosso il tubo di sfiato. Una volta accesa la fiamma, reinstallare il tubo di sfiato.
- Controllare le connessioni dei cavi al giunto, la connessione del giunti alla candela a incandescenza, quindi se la candela a incandescenza risulta correttamente avvitata.

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

- Verificare se l'ugello è intasato.
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore. Se i flussi di idrogeno e makeup sono pari a zero o molto inferiori al flusso visualizzato, considerare la possibilità che l'ugello sia ostruito.
- Verificare lo stato dell'elemento attivo. Se necessario, sostituirlo.
- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette.
- Se il processo non funziona, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Questo fa sì che le velocità di flusso siano diverse dalle velocità di flusso reali. Controllare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema, soprattutto sul raccordo della colonna. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115.)

L'elemento attivo dell'NPD non si accende

- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette e appropriate.
- Se il processo non funziona, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Questo fa sì che le velocità di flusso siano diverse dalle velocità di flusso reali. Controllare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema, soprattutto sul raccordo della colonna/adattatore. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115.)
- Controllare i messaggi d'errore. Premere **Diagnostics [Diagnostica]**, e verificare i log del GC. È inoltre possibile leggere la corrente dell'elemento attivo.
- Verificare lo stato dell'elemento attivo.
- Verificare se l'ugello è intasato. (vedere **"Verifica di un ugello ostruito del NPD"** a pagina 158.)
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere **"Misurazione del flusso di un rivelatore"** a pagina 143.) Se i flussi di idrogeno e makeup sono pari a zero o molto inferiori al flusso visualizzato, considerare la possibilità che l'ugello sia ostruito.

Temperatura FPD+ non pronta

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

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

Arresto di un dispositivo (difettoso)

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

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

Per ignorare lo stato di un dispositivo:

- 1 Disattivare il riscaldatore e i flussi del gas del dispositivo ove applicabile. (Assicurarsi che tale operazione non sia motivo di pericolo per la sicurezza.)
- 2 Andare a **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione]**, quindi selezionare il componente e disattivare l'opzione **Readiness [Stato di pronto]**. La stessa procedura può essere eseguita da un editor del metodo del sistema dati.

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

ATTENZIONE

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

Assicurarsi di riattivare l'opzione Readiness [Stato di pronto] dopo la riparazione del dispositivo. Altrimenti, lo stato di temperatura, flusso, pressione continuerà ad essere ignorato anche se si utilizza il dispositivo nel corso dell'analisi.

Tempi di ritenzione non ripetibili	37
Aree di picco non ripetibili	38
Contaminazione o carryover	39
Picchi maggiori del previsto	41
Picchi non visualizzati/nessun picco	42
Aumento del valore di riferimento durante il programma di temperatura del forno	43
Risoluzione di picco insufficiente	44
Picchi anomali	45
Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente	47
Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti	48
Anticipo dei picchi	49
Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base	50
Rumore e sensibilità del rivelatore a cattura di elettroni (ECD)	55
Area di picco o altezza ridotta (bassa sensibilità)	59
La fiamma del FID si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla	61
Emissione di riferimento del FID superiore a 20 pA	62
Emissione di riferimento del FID al massimo (~8 milioni)	63
La fiamma dell'FPD si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla	64
Spegnimento/ripetibilità dell'FPD	65
Emissione dell'FPD+ troppo alta o troppo bassa	66
Aree di picco basse sul FPD+	67
Ampiezza del picco grande sull'FPD+ a mezza altezza	68
Emissione di riferimento sul FPD+ alta, > 20 pA	69
Emissione cromatografica dell'FPD+ che presenta picchi spuntati	70
Spegnimento del solvente del NPD	71
Risposta dell'NDP bassa	72
Emissione di riferimento del NPD > 8 milioni	73
Il processo di regolazione dello scarto del NPD non funziona correttamente	74
Selettività ridotta dell'NPD	75
Picchi negativi osservati con il TCD	76

3 Sintomi cromatografici

La linea di base del TCD ha attutito i picchi di uscita del rumore sinusoidale (linea di base che risuona) 77

I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo 78

Tempi di ritenzione non ripetibili

- Sostituire il setto.
- Verificare la presenza di perdite nell'iniettore, nel liner (se applicabile) e nella connessione della colonna. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"**.)
 - **"Controllo delle perdite nell'iniettore"** a pagina 121
 - **"Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione"** a pagina 122
- Verificare che vi sia una pressione sufficiente per l'erogazione del gas di trasporto. La pressione erogata al GC deve essere almeno 40 kPa (10 psi) superiore alla pressione massima dell'iniettore richiesta alla temperatura finale del forno.
- Eseguire repliche di standard noti per verificare il problema.
- Assicurarsi di utilizzare il tipo di liner corretto per il campione che si sta iniettando.
- Considerare se si tratta della prima analisi. (Il GC è stato stabilizzato?)
- Se si sta utilizzando un FID o un NPD e i tempi di ritenzione aumentano (deriva), controllare che l'ugello non sia contaminato o sostituirlo.

Aree di picco non ripetibili

Verificare il funzionamento della siringa ALS (Vedere la sezione relativa alla risoluzione dei problemi del manuale del campionatore)

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

Per un iniettore multimodale o split/splitless in modalità split, controllare inoltre quanto segue:

- Una strozzatura anomala dello sfiato dello split. Vedere **Avviare il test di limitazione dello sfiato dello split**
- Per risolvere i problemi legati a piccole perdite in un iniettore multimodale o split/splitless, vedere **Verifica manuale dell'eventuale presenza di perdite nell'iniettore split/splitless** o **Verifica manuale della presenza di perdite nell'iniettore multimodale**.

Contaminazione o carryover

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

Isolamento della sorgente

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

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

Iniettore, campionatore, campione, erogazione gas

- Verificare il tipo di setto e l'installazione. Il setto della fiala potrebbe essere in fase di scioglimento nel campione. Accertarsi che il setto della fiala sia abbastanza resistente per il solvente in uso. Controllare che il setto della fiala sia piatto. Se il setto della fiala non è piatto, l'ago tende a forare il setto e a far cadere dei pezzi nel campione, causando contaminazione e picchi fantasma.
- Eseguire la manutenzione completa dell'iniettore: Sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Verificare il carryover del campione dalle analisi precedenti. Eseguire numerose analisi di controllo senza iniezione e verificare se i picchi fantasma spariscono o diventano più piccoli.
- Verificare il flusso di spurgo del setto. Se è insufficiente, il setto può aver raccolto contaminazioni oppure è possibile che vi sia condensa nella linea di spurgo. Per iniettori SS, MMI, PTV e PP: Impostare il flusso di scarico su almeno 3 ml/min per mantenere pulito il setto. Per gli iniettori COC, impostare il flusso di scarico del setto su almeno 15 ml/min. Misurare il flusso. Vedere **"Misurazione del flusso di una colonna"**.
- Verificare tutti gli indicatori e le date delle trappole del gas.
- Verificare la purezza del gas. Effettuare diverse analisi replicate, con un breve intervallo tra ogni analisi, quindi diverse analisi con un ampio intervallo. Se i picchi di contaminazione sono maggiori per le analisi effettuate con intervalli più lunghi, sospettare la contaminazione del gas; la contaminazione ha maggiore tempo di depositarsi sulla colonna e liner
- Verificare la contaminazione dei tubi di erogazione e dei raccordi.
- Se si sospetta che l'iniettore sia contaminato, eseguire la procedura di degassamento.
- Verificare il funzionamento degli iniettori. Pulire l'iniettore e sostituire i componenti contaminati dell'iniettore.

- Controllare il livello del solvente nelle bottiglie di lavaggio dell'ALS.
- Sostituire la siringa dell'ALS se necessario.
- Verificare il volume di iniezione del campione. Verificare che l'ALS stia iniettando campione sufficiente nell'iniettore. Utilizzare il solvente calcolatore del volume di vapore del solvente per determinare la quantità di campione da iniettare.
- A volte i picchi fantasma sono prodotti da fiale di campione contaminate. Provare a utilizzare fiale nuove o pulite per vedere se i picchi fantasma spariscono.
- Alcuni campioni cambiano con il calore o con la luce ultravioletta. Controllare la stabilità del campione.

Colonna, metodo

- Eseguire la manutenzione della colonna: Lasciar degassare i contaminanti, rimuovere la lunghezza contaminata della colonna vicino all'iniettore e capovolgere e degassare la colonna in base alla necessità.
- Se si sospetta che la colonna sia contaminata, eseguire la procedura di degassamento.
- Verificare che la temperatura del programma del forno e il tempo siano sufficienti per i campioni che si stanno iniettando. I picchi fantasma che sono più ampi dei picchi del campione adiacenti potrebbero derivare da una precedente esecuzione.
- Verificare se la colonna presenta contaminazione. Campioni con peso molecolare elevato contenenti residui possono contaminare la siringa, il liner dell'iniettore o i primi centimetri della colonna.
- Installare un sistema di inversione del flusso della colonna Agilent.

Rivelatore, erogazione gas del rivelatore

- Verificare tutti gli indicatori e le date delle trappole del gas.
- Verificare la purezza del gas. Effettuare diverse analisi replicate, con un breve intervallo tra ogni analisi, quindi diverse analisi con un ampio intervallo. Se i picchi di contaminazione sono maggiori per le analisi effettuate con intervalli più lunghi, sospettare la contaminazione del gas; la contaminazione ha maggiore tempo di depositarsi sulla colonna e liner
- Verificare la contaminazione dei tubi di erogazione e dei raccordi.
- Se si pensa che il rivelatore sia contaminato, eseguire la procedura di degassamento .
- Verificare il funzionamento dei rivelatori. Sostituire le parti usurate dei rivelatori.

Picchi maggiori del previsto

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

Picchi non visualizzati/nessun picco

- Se si utilizza un campionatore automatico:
 - Assicurarsi che ci sia campione nella fiala.
 - Verificare che il telaio dello stantuffo dell'ALS sia assicurato allo stantuffo della siringa.
 - Verificare che la siringa sia installata correttamente e che prelevi il campione.
 - Verificare che la siringa sia installata correttamente e che prelevi il campione.
 - Verificare che la torretta/il vassoio siano caricati correttamente e che le iniezioni non provengano da fiale fuori sequenza.
 - Controllare che il campione venga aspirato nella siringa.
- Verificare che il rivelatore in uso sia assegnato a un segnale.
- Controllare la corretta installazione della colonna.
- Controllare che la colonna non sia ostruita (vedere **"Misurazione del flusso di una colonna"**). Eseguire la manutenzione della colonna.
- Verificare la presenza di perdite. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"**.)
- Controllare le impostazioni del flusso, quindi misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere **"Misurazione del flusso di un rivelatore"**.)
- Alcuni campioni cambiano con il calore o con la luce ultravioletta. Controllare la stabilità del campione.
- Controllare il livello di campione nella fiala.
- Se il campione è viscoso, provare a:
 - Aumentare il ritardo di viscosità.
 - Diluire il campione in un solvente a bassa viscosità adeguato.
 - Disattivare la ventola della torretta.
 - Per 7693A ALS, utilizzare il riscaldatore di fiale (accessorio G4514A - lettore di codici a barre/miscelatore/riscaldatore) per riscaldare la fiala del campione.

Se il problema riguarda il rivelatore, vedere la **Tabella 2**.

Tabella 2 Risoluzione dei problemi del rivelatore

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

Aumento del valore di riferimento durante il programma di temperatura del forno

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

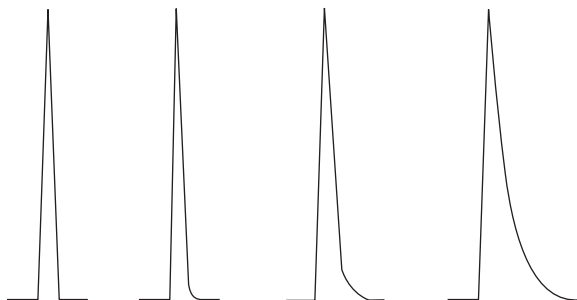
Risoluzione di picco insufficiente

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

Picchi anomali

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

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



- Verificare se nella colonna è presente una contaminazione importante.
 - Se si utilizza una colonna capillare, rimuovere da 1/2 a 1 metro dalla parte anteriore della colonna.
 - Per le fasi di legame e con reticolazione, sciacquare la colonna con solvente.
 - Verificare la contaminazione dell'iniettore. Le anomalie di picchi talvolta aumentano con la ritenzione dei composti. Pulire l'iniettore e sostituire i componenti contaminati dell'iniettore (vedere il manuale di manutenzione.)
- Considerare la fase stazionaria della colonna (colonna attiva). Questo riguarda solo i composti attivi. Una colonna attiva di solito produce picchi anomali che aumentano con il tempo di ritenzione.
- Rimuovere
 - 1 metro dalla parte anteriore della colonna.
 - Sostituire la colonna.
- Verificare che la colonna sia stata tagliata e installata correttamente.
 - Tagliare nuovamente e reinstallare la colonna nell'iniettore, quindi sostituire le ghiera. Eseguire un taglio netto e quadrato utilizzando uno strumento affidabile.
 - Confermare che l'installazione sia priva di perdite. Se c'è una perdita sul raccordo della colonna, si vedranno più picchi anomali per i picchi di eluizione iniziali (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"**.)
- Considerare il tipo di adattatore, liner e tenuta dell'iniettore utilizzati. È possibile che uno sia contaminato o attivo.
 - Utilizzare un nuovo liner disattivato. Questo riguarda solo i composti attivi.
 - Pulire o sostituire la tenuta dell'iniettore.
- Verificare se negli adattatori (se installati) e nel liner vi sono particelle solide. Se sono visibili particelle solide, pulire o sostituire.

- Per un'iniezione capillare splitless, considerare la compatibilità tra solvente e colonna.
 - Utilizzare un solvente diverso. Ciò risulta utile nei casi in cui non vi sono più picchi anomali per i picchi di eluizione iniziali o per quelli più vicini al fronte del solvente.
 - Utilizzare una colonna capillare da 3 a 5 metri.
- Verificare che la tecnica di iniezione sia adeguata. Questo fattore è di solito legato a una depressione irregolare dello stantuffo o alla presenza di campione nell'ago della siringa.
- Verificare la temperatura dell'iniettore.
 - Se la temperatura è troppo alta, i picchi anomali sono generalmente peggiori per gli eluenti precoci. Ridurre la temperatura dell'iniettore di 50 °C.
 - Se la temperatura è troppo bassa, i picchi anomali di solito aumentano con la ritenzione. Aumentare la temperatura dell'iniettore di 50 °C.
- Controllare la presenza di un volume morto nel sistema. Controllare la corretta installazione della colonna su entrambe le estremità.
 - Se i picchi anomali diminuiscono con il tempo di ritenzione, ridurre il volume morto nelle connessioni della linea di trasferimento, le unioni di silice fusa eccetera.
 - Una colonna installata troppo in alto in un rivelatore o in un iniettore può creare aree di volume morto.
- Ispezionare le linee di trasferimento per individuare punti freddi. I punti freddi causano picchi anomali che di solito aumentano con il tempo di ritenzione.

Picchi anomali del NPD

Per l'NPD, procedere come segue:

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

Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente

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

- Verificare se l'iniettore è contaminato. Se necessario, pulire e sostituire il liner. Sostituire tutti le parti di consumo dell'iniettore. Vedere il manuale di manutenzione.
- Verificare la temperatura dell'iniettore.
- Eseguire le analisi standard a fronte di un metodo noto per determinare le prestazioni attese.

Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di split senza rivelatore

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

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

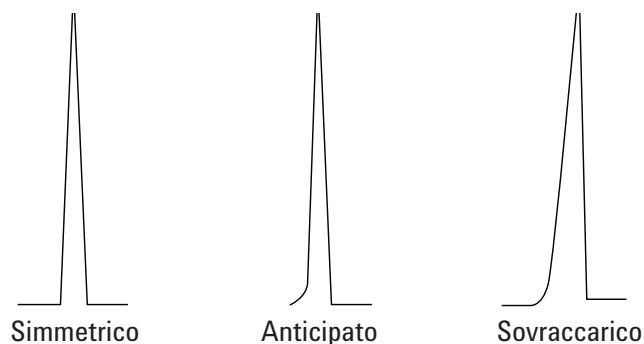
- Verificare se l'iniettore presenta perdite (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"**.)
- Verificare il tipo di liner. Utilizzare un liner ottimizzato per l'analisi splitless (disattivato, volume di grandi dimensioni).
- Verificare che la temperatura iniziale del forno sia inferiore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

Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti

- Ridurre la temperatura dell'iniettore.
- Controllare se è presente aria o acqua nel gas di trasporto, verificare la purezza del gas e la funzionalità delle trappole.
- Verificare che il liner sia appropriato per il campione analizzato.
- Eseguire la manutenzione completa dell'iniettore: Sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Installare un liner disattivato (se è in uso il liner).
- Controllare la presenza di perdite sul setto, sul liner o sui raccordi della colonna (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"**.)
- Installare un liner di connessione diretta Agilent.
- Utilizzare un metodo di pressione a impulsi per un trasferimento di campione più rapido alla colonna.
- Degassare l'iniettore.
- Pulire l'iniettore.

Anticipo dei picchi

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



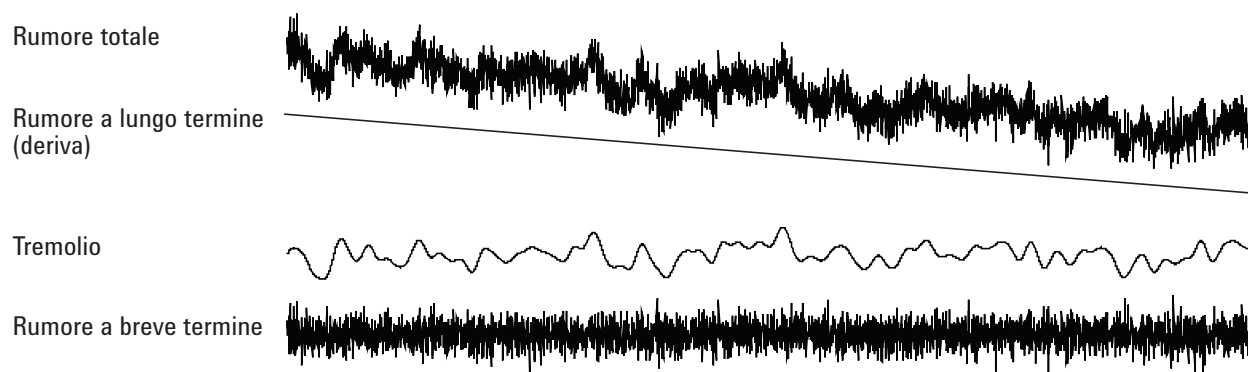
Se si verificano l'anticipo o il sovraccarico, provare quanto segue:

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

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

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

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



Linea di base rumorosa

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

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

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

- Considerare le variazioni apportate di recente al sistema.
- Degassare l'iniettore.

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

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

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

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

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

- Degassare il rivelatore
- Verificare se il rivelatore presenta contaminazione. Sostituire i componenti secondo necessità (Vedere il manuale di manutenzione)
- Verificare se la colonna e l'iniettore presentano contaminazione.
- Verificare se l'ugello del FID o del NPD presenta contaminazione.
 - **Verifica di un ugello ostruito del FID**
 - **Verifica di un ugello ostruito del NPD**
- Verificare che il tubo fotomoltiplicatore (PMT) dell'FPD+ sia correttamente installato. In caso contrario, la luce fuoriesce e in un'ultima analisi ne deriva rumore.

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

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

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

Per rimuovere entrambi i tipi di deposito, smontare il rivelatore e strofinare con uno spazzolino. Un solvente (di quasi ogni tipo) aiuta a lavare via le particelle. Agilent consiglia di sostituire le parti sporche del collettore e dell'isolante.

Altri fattori che possono contribuire al rumore:

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

Tremolio e deriva della linea di base

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

Se si sperimenta tremolio della linea di base, verificare la presenza di perdite, soprattutto in corrispondenza del setto e sulla colonna (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115.) Se la perdita è situata nel lato rivelatore della colonna, i tempi di ritenzione sono stabili da una serie all'altra, ma la sensibilità risulta ridotta. Se è all'estremità dell'iniettore, viene ridotta la sensibilità e tempi di ritenzione risultano aumentati.

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

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

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

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

Picchi della linea di base

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

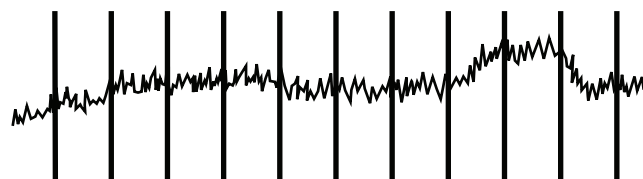


Figura 1. Picchi ciclici

I picchi ciclici possono essere causati da:

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

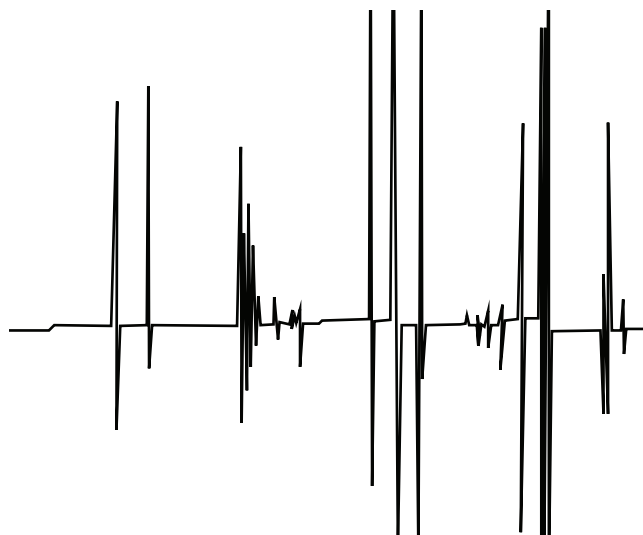


Figura 2. Picchi casuali

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

- Verificare se il rivelatore è contaminato. In un FID estremamente sporco, le particelle di biossido di carbonio o di silicio possono staccarsi e cadere nella zona di rilevamento.
- Per una colonna impaccata, verificare che l'uscita della colonna impaccata sia correttamente sigillata con lana di vetro. Questo farà sì che le particelle di impaccamento vengano soffiate nel rivelatore. Questa situazione può verificarsi in caso di tampone di lana di vetro difettoso o mancante all'uscita di una colonna impaccata. Questo può accadere con qualsiasi rivelatore, ma il rivelatore a fiamma è particolarmente suscettibile a causa del diametro ridotto del foro dell'ugello.

3 Sintomi cromatografici

- Verificare l'installazione della colonna impaccata. Il fondo dell'ugello o l'estremità di un tubo di trasferimento si estende fino all'interno dell'estremità della colonna. Se essi toccano un tampone in lana di vetro, si producono dei picchi.
- Verificare che sia presente l'ugello corretto.
- Verificare che la temperatura del rivelatore non sia troppo bassa.

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

ATTENZIONE

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

AVVERTENZA

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

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

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

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

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

Vedere anche:

"Valutazione del segnale del display"

"Sensibilità"

Valutazione del segnale del display

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

Tabella 3 Valutazione del segnale ECD

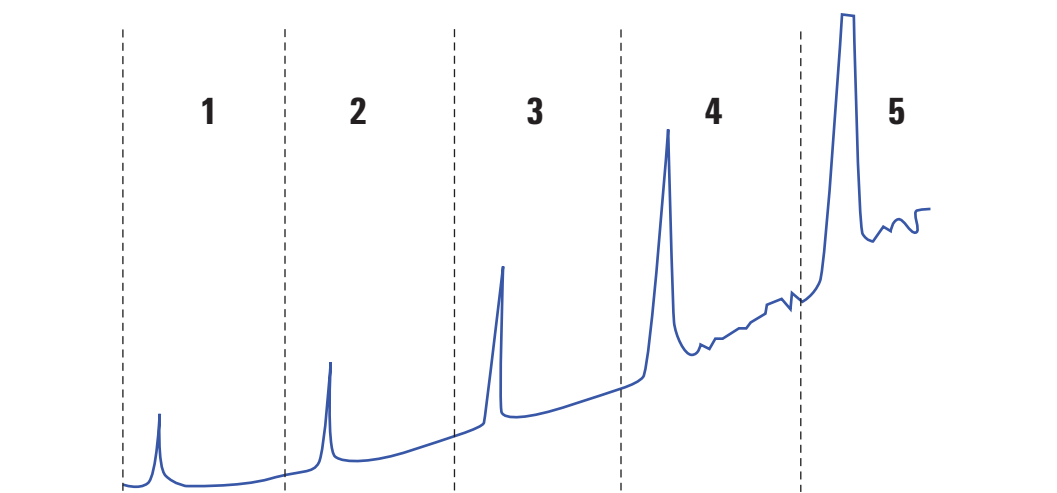
Segnale ECD	Commenti
<200	Il segnale ECD funziona correttamente.
da 200 a 400	Leggermente elevato, non costituisce un problema in questa fase. Segnale ancora nell'intervallo "valido".
da 400 a 1000	Il sistema presenta segni di contaminazione da gas, colonna o campioni. Se il segnale aumenta in risposta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

NOTA

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

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

Fasi del ciclo di vita tipico dell'ECD:



Fase 1: Nuova cellula

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

Fase 2: 6 mesi - 1 anno

Sfondo = 180 Hz. Maggiore risposta.

Fase 3: 1-2 anni

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

Fase 4: 2-4 anni

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

Fase 5: 4-10 anni

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

Figura 3. Ciclo di vita tipico dell'ECD

Sensibilità

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

- 1 Se si utilizza un iniettore con modalità split e splitless, verificare che la modalità non sia cambiata e che la valvola split sia in funzione. A tale scopo è possibile verificare che vi sia un cambiamento corrispondente nella risposta eseguendo un'iniezione split e poi splitless,

lasciando tutti gli altri parametri di metodo invariati. Se si utilizza la modalità split, verificare il flusso di splittaggio utilizzando un flussometro.

- 2 Verificare tutte le portate. Vedere **“Misurazione dei flussi di FID, TCD, ECD e FPD+”**.
- 3 Verificare che sia stata eseguita la manutenzione completa dell'iniettore. Ciò include il taglio e la reinstallazione della colonna.
- 4 Accertarsi che il dispositivo di iniezione funzioni correttamente. Se il metodo utilizza una valvola di campionamento, effettuare un'iniezione diretta mediante siringa di concentrazione simile a quella introdotta dalla valvola. Escludere un problema relativo alla valvola.
- 5 Ispezionare il liner di miscelazione nell'adattatore del gas di makeup. Un piccolo pezzo di grafite o la contaminazione del campione riduce la sensibilità.

Contaminazione (linea di base alta)

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

- Escludere tutte le altre possibili cause. Vedere **“Sensibilità”** sopra. Verificare inoltre le alimentazioni del gas di trasporto e del rivelatore, i sifoni del gas di erogazione e la colonna.
- Ispezionare il liner di miscelazione nell'adattatore del gas di makeup. Un piccolo pezzo di grafite potrebbe contaminare i risultati.
- Se la linea di base del rivelatore è >500 Hz, indipendentemente dall'età del rivelatore, eseguire il degassamento del rivelatore. Farlo funzionare per 1-2 giorni.

Area di picco o altezza ridotta (bassa sensibilità)

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

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

- **Misurazione del flusso di un rivelatore**
- **Verifica di un ugello ostruito del FID**
- **Verifica di un ugello ostruito del NPD**

- Verificare la purezza del gas erogato.
- Verificare tutti gli indicatori e le date delle trappole.
- Verificare che i parametri del metodo siano corretti.
- Alcuni campioni cambiano con il calore o con la luce ultravioletta. Controllare la stabilità del campione.
- Controllare le dimensioni della siringa configurata. Alcune siringhe hanno una capacità dimezzata. Se il volume massimo della siringa è indicato a metà altezza del cilindro e non in cima al cilindro, inserire **due volte** il volume indicato durante la configurazione delle dimensioni della siringa.
- Se il calo nell’area o nell’altezza di picco è stato graduale con l’aumento della linea di base e non improvviso, controllare se la presenza di contaminazione nel rivelatore. Degassare il rivelatore

Se si utilizza un FID:

- Verificare che sia installato l’ugello corretto.
- Controllare che l’ugello non sia sporco.
- Verificare l’eventuale contaminazione delle parti del rivelatore.
 - **Verifica di un ugello ostruito del FID**

Se si utilizza un EDC:

- Sostituire il liner di miscelazione con rientranza in silice fusa.

- Sostituire e reinstallare la colonna.
- Pulire l'adattatore del gas di makeup.

Se si utilizza un NPD:

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

Se si utilizza un FPD+:

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

Risoluzione della bassa sensibilità con un FID

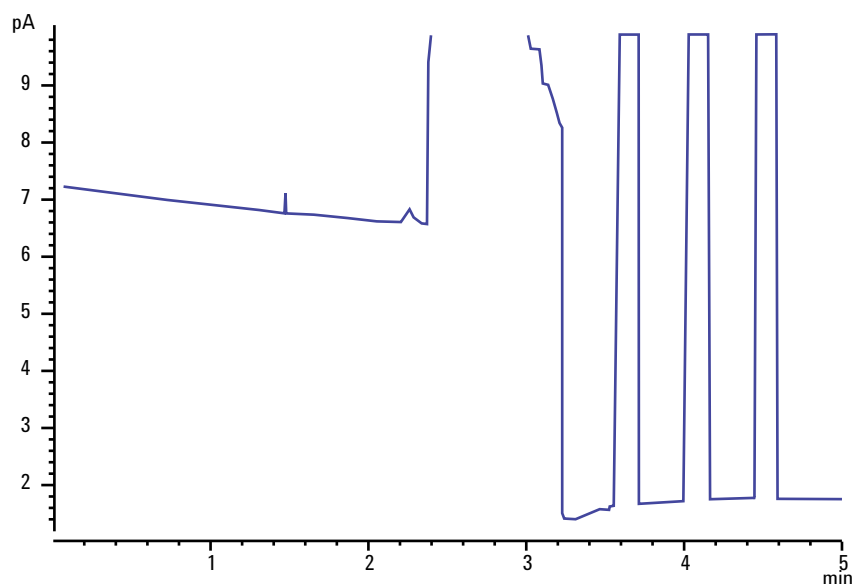
Nell'uso normale, il FID può sviluppare depositi sul collettore, sugli isolatori, sull'ugello ecc. Per ridurre l'accumulo di contaminazione, Agilent consiglia di utilizzare il rivelatore a temperature di 300 °C o superiori. Tuttavia, anche nell'uso normale si formano depositi nell'ugello (di solito silice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

Per la perdita di sensibilità associata al rumore, al tremolio o alla deriva, vedere anche **"Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base"**.

- 1 Verificare le impostazioni del flusso del rivelatore.
La regola generale prevede un rapporto di flusso 1:1 tra idrogeno e (colonna + gas di makeup).
- 2 Misurare le portate effettive del rivelatore. Vedere **"Misurazione del flusso di un rivelatore"**. Se i flussi effettivi di idrogeno, di makeup e della colonna capillare sono inferiori ai valori indicati, l'ugello si sta ostruendo. Vedere **"Verifica di un ugello ostruito del FID"**. Sostituire l'ugello.
- 3 Controllare che la colonna sia installata correttamente. Reinstallarla. Assicurarsi che la colonna sia installata completamente percorso fino alla punta e ritratta di 1-2 mm (id colonna > 100 micron).
- 4 Controllare i parametri dell'iniettore che regolano lo sfiato, ad esempio il rapporto di splittaggio e il tempo di ritardo dello spurgo splitless. Accertarsi il campione non venga sfiato accidentalmente.
- 5 Eseguire la manutenzione dell'iniettore (sostituire tutte le parti soggette a usura) e d eseguire il test di pressione dell'iniettore al termine. Vedere il manuale di Manutenzione e la sezione **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"**.
- 6 Eseguire la manutenzione completa del FID. Smontare il FID e pulire o sostituire tutte le parti.

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

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



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

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

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

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

- Verificare che l'impostazione **Lit offset** del FID sia corretta per l'analisi (tipicamente < 2.0 pA).
- Verificare se la fiamma è stata estinta da un picco aromatico o da acqua.
- Verificare se l'ugello è parzialmente ostruito. Misurare i flussi effettivi di idrogeno, aria e di makeup sul rivelatore (vedere **"Misurazione del flusso di un rivelatore"**). Sostituire l'ugello se necessario.
- Controllare che la colonna sia installata correttamente. Reinstallarla. Assicurarsi che la colonna sia installata completamente percorso fino alla punta e ritratta di 1-2 mm (id colonna > 100 micron).
- Controllare la presenza di perdite sul raccordo della colonna del rivelatore. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"**.)

Emissione di riferimento del FID superiore a 20 pA

- Verificare la purezza dell'erogazione di gas al trasportatore e al rivelatore. Vedere Guida alla preparazione del laboratorio per GC, GC/MS e ALS Agilent.
- Verificare se la colonna presenta spurghi. Abbassare la temperatura del forno fino a temperatura ambiente. Se l'emissione del rivelatore cala in modo significativo, supporre una colonna contaminata o in fasi di spurgo o gas di trasporto contaminato. Confermare lo spurgo della colonna disattivando il flusso della colonna (con forno freddo) e controllando l'emissione del rivelatore.
- Verificare gli indicatori/le date della trappola di erogazione del gas e assicurarsi che le trappole non siano esaurite.
- Verificare che il rivelatore sia stato riassemblato correttamente dopo l'ultimo intervento di manutenzione.
- Verificare se il rivelatore presenta contaminazione. Degassare il rivelatore.
- Controllare che la corrente di dispersione del FID sia < 2.0 pA. (vedere **"Misurazione della corrente di dispersione del FID"**.)

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

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

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

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

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

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

Se la fiamma dell'FPD+ si spegne e quindi si riaccende, procedere come segue:

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

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

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

Reimpostare il valore di **Lit offset** su 2.0.

Spegnimento/ripetibilità dell'FPD

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

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

Per risolvere lo spegnimento degli idrocarburi:

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

Emissione dell'FPD+ troppo alta o troppo bassa

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

Tabella 4

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

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

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

Aree di picco basse sul FPD+

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

Ampiezza del picco grande sull'FPD+ a mezza altezza

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

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

Emissione di riferimento sul FPD+ alta, > 20 pA

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

Emissione cromatografica dell'FPD+ che presenta picchi spuntati

Se si ha un'applicazione al limite superiore dell'intervallo dinamico (in particolare con lo zolfo), potrebbe essere necessario desensibilizzare lo strumento. Sostituire il filtro al fosforo 1000-1437 con un filtro modello 19256-80000. Impostare i flussi del rivelatore di gas ai valori utilizzati per il metodo di verifica del fosforo. Ciò permette di aumentare i valori di riferimento, ma con una certa perdita del rapporto segnale-rumore.

Non si dovrebbero riscontrare problemi con nessuna delle due soluzioni e l'uso di idrogeno. Tuttavia, considerare la seguente avvertenza.

AVVERTENZA

L'idrogeno è un gas infiammabile e potenzialmente esplosivo. Assicurarsi di chiudere l'erogazione il gas idrogeno alla sorgente fino a quando i collegamenti sono stati effettuati. Inoltre, verificare l'assenza di fughe in ogni connessione, tubazione e valvola prima di mettere in funzione o di intervenire sullo strumento.

Spegnimento del solvente del NPD

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

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

Risposta dell'NDP bassa

- Eseguire la manutenzione completa dell'iniettore: Sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Eseguire la manutenzione della colonna: Degassare i contaminanti secondo necessità. Verificare la corretta installazione della colonna.
- Una forte concentrazione di solvente ha estinto il plasma idrogeno/aria. Erogare gas di makeup ad una portata di 5 ml/min.
- Verificare vi sia idrogeno proveniente dalla fornitura esterna. Verificare che il flusso e la pressione siano attivati sulla tastiera. La portata dell'idrogeno deve essere compresa tra 1.0 e 5.5 mL/min. Misurare il flusso effettivo di gas sul rivelatore. (vedere **"Misurazione del flusso di un rivelatore"**.)
- Verificare se l'ugello è parzialmente ostruito. Vedere **Verifica di un ugello ostruito del FID**.
- Verificare che l'elemento attivo sia attivato. Utilizzare uno specchietto per guardare attraverso il foro di sfiato sul coperchio del rivelatore se l'elemento attivo è incandescente. Se l'elemento attivo non è incandescente, controllare il segnale di fondo del rivelatore. Spegner l'elemento attivo per stabilire un livello di riferimento, quindi cercare un aumento repentino dell'output che indica che si è verificata l'accensione. Se all'elemento attivo vengono forniti 4 V ma l'accensione non avviene (verificabile seguendo il percorso **Settings [Impostazioni] > Service Mode [Modalità operativa] > Detectors [Rivelatori] > Signal [Segnale]**) l'elemento attivo è probabilmente bruciato. Sostituire l'elemento attivo.

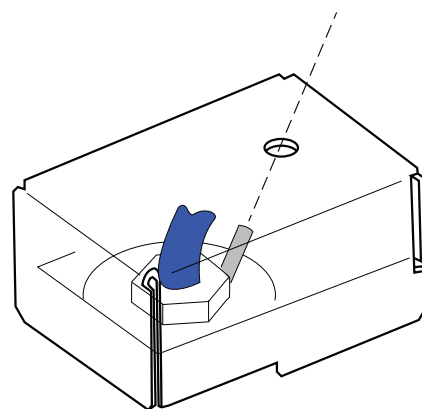
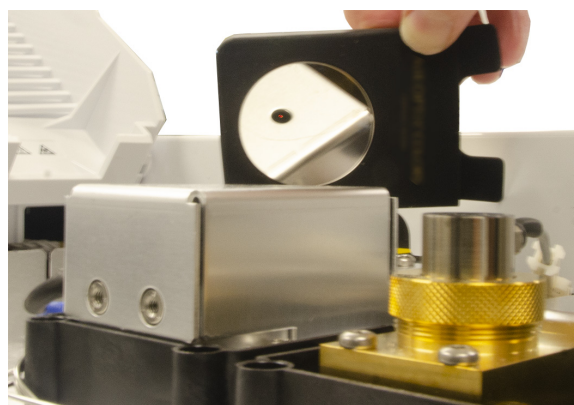


Figura 4. Elemento attivo Lit blos

AVVERTENZA

Le emissioni provenienti dal rivelatore possono essere molto caldi e provocare ustioni. Utilizzare dispositivi di protezione adeguati, come occhiali di sicurezza o uno specchietto per verificare il bagliore proveniente dall'elemento attivo.

- Sostituire gli isolanti/il collettore.
- Verificare la presenza di contaminazione da fase liquida (fasi polari).

Emissione di riferimento del NPD > 8 milioni

- Il collettore è cortocircuitato con l'alloggiamento del rivelatore. Disassemblare il collettore e gli isolanti e reinstallarli.

Il processo di regolazione dello scarto del NPD non funziona correttamente

- Verificare se l'ugello è intasato. (vedere **"Verifica di un ugello ostruito del NPD"** a pagina 158)
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere **"Misurazione del flusso di un rivelatore"** a pagina 143.) Se i flussi di idrogeno e makeup sono pari a zero o molto inferiori al flusso visualizzato, considerare la possibilità che l'ugello sia ostruito.
- Verificare lo stato dell'elemento attivo. Se necessario, sostituirlo.
- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette
- Se il processo non funziona, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Questo fa sì che le velocità di flusso siano diverse dalle velocità di flusso reali. Controllare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema, soprattutto sul raccordo della colonna. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115).

Selettività ridotta dell'NPD

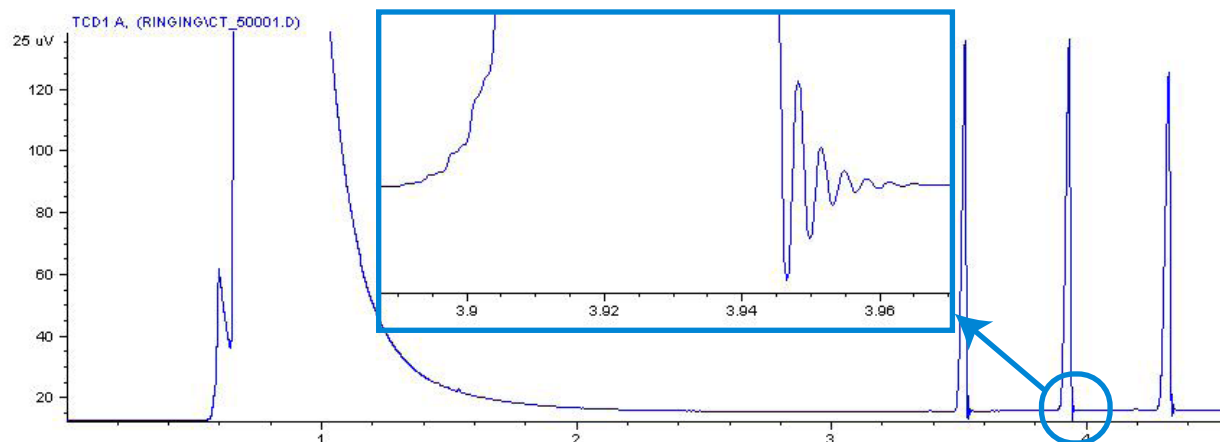
(Risposta degli idrocarburi elevata rispetto ad azoto o fosforo.)

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

Picchi negativi osservati con il TCD

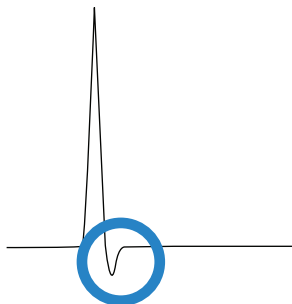
- Verificare che venga usato il tipo di gas corretto.
- Verificare se il sistema presenta perdite, soprattutto sul raccordo della colonna del rivelatore. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115.)
- Considerare la conducibilità termica degli analiti rispetto al gas di trasporto.
- Considerare la sensibilità agli analiti.
- Controllare le impostazioni del flusso, quindi misurare i flussi effettivi del rivelatore (Consultare la sezione **"Misurazione del flusso di un rivelatore"** a pagina 143".)

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



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

I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo



- Controllare la presenza di perdite sul raccordo dell'adattatore della colonna del rivelatore. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115.)
- Aggiornare il rivelatore su un filamento passivato.

- GC costantemente non pronto 80
 - Flusso costantemente non pronto 81
 - La temperatura del forno non si raffredda/si raffredda molto lentamente 82
 - Il forno non si riscalda 83
 - Temperatura costantemente non pronta 84
 - Impossibile impostare un flusso o una pressione 85
 - Un gas non raggiunge il valore di impostato o la pressione o il flusso di riferimento 86
 - Un gas supera il valore impostato o il valore di regolazione di flusso o pressione 87
 - La pressione o il flusso dell'iniettore sono soggetti a fluttuazioni 88
 - Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split 89
 - Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato 90
 - Il FID non si accende 91
 - L'accenditore del FID non diventa incandescente durante la sequenza di accensione 92
 - L'idrogeno misurato con il FID o l'NPD e il gas di makeup fluisce molto meno del valore di regolazione 94
 - Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona 95
 - L'FPD+ non si accende 96
 - Valvola non pronta 98
- In questa sezione sono descritti guasti e sintomi che si verificano quando il GC è acceso, ma non è in grado di effettuare l'analisi. Questa situazione è indicata da un messaggio d'avviso "Non pronto", da messaggi d'errore o da altri sintomi.

GC costantemente non pronto

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

- Selezionare il vassoio di stato/controllo oppure la componente in **Method** per visualizzare quali valori di regolazione o condizioni non sono pronti.
- Verificare eventuali problemi al campionatore.
- Verificare eventuali problemi al sistema dati.
- Quando si effettuano iniezioni manuali in modalità splitless o risparmio di gas, può essere necessario scegliere di  preparare l'iniettore per l'iniezione. Ad esempio:
 - Per aprire o chiudere la valvola di spurgo dell'iniettore, prima di un'iniezione splitless
 - Per preparare un'iniezione pulsata
 - Per disattivare la modalità risparmio di gas.

Per ulteriori informazioni in merito a , consultare il manuale operativi del GC Agilent 8890 .

Flusso costantemente non pronto

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

- Controllare il flusso di gas per verificare che la pressione di erogazione sia sufficiente.
- Controllare i limitatori installati nel modulo EPC ausiliario (se possibile).
- Verificare il tipo di gas configurato. Il tipo di gas configurato deve corrispondere al gas effettivamente introdotto nel GC.
- Controllare l'eventuale presenza di perdite dai tubi di erogazione del gas e dal GC (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115).

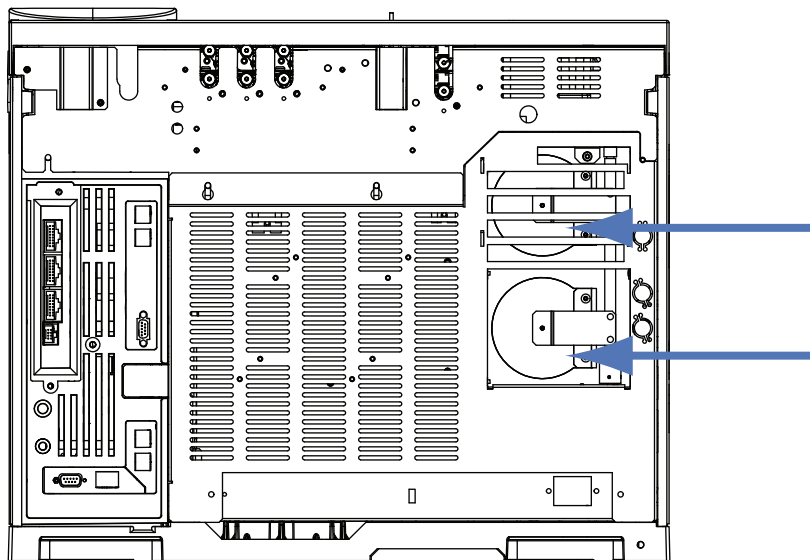
La temperatura del forno non si raffredda/si raffredda molto lentamente

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

AVVERTENZA

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

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



Se si utilizza un sistema criogenico:

- Verificare che la quantità di refrigerante criogenico sia sufficiente.
- Verificare che i limiti operativi non siano stati superati.

Il forno non si riscalda

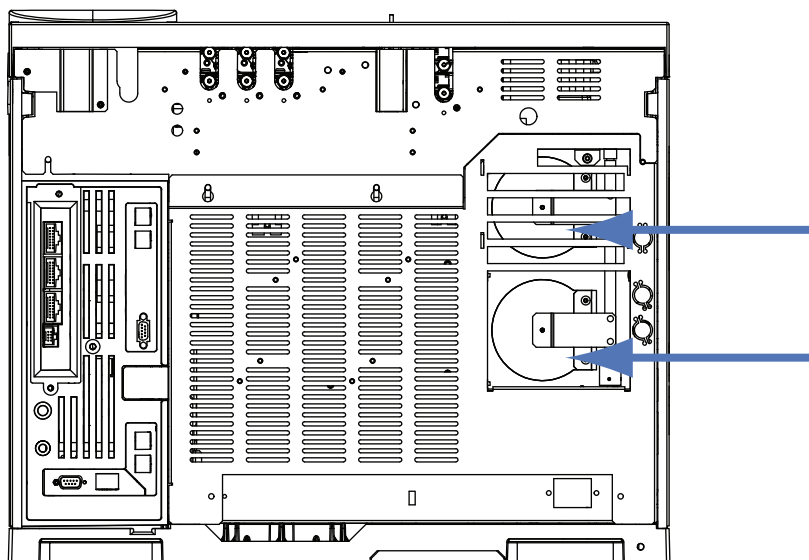
- Selezionare **Diagnostics [Diagnostica]** per verificare eventuali errori da riferire ad Agilent.

AVVERTENZA

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

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

Se il deflettore è bloccato in posizione aperta o se i deflettori sono chiusi ma il forno non si riscalda, contattare Agilent.



Temperatura costantemente non pronta

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

- Verificare che non manchi una coppa di isolamento su un iniettore o rivelatore.
- Verificare l'eventuale marcata differenza di temperatura tra il forno e l'iniettore o rivelatore.
- Verificare l'eventuale mancanza del rivestimento isolante attorno all'iniettore o rivelatore.
- Se si utilizza un sistema criogenico a iniettore (COV, PTV o MMI):
 - Controllare il livello del refrigerante criogenico.
 - Verificare che i limiti operativi non siano stati superati. Se, ad esempio, si sta utilizzando il gascromatografo in una stanza molto calda con il forno impostato a una temperatura elevata e l'iniettore a una temperatura bassa, l'iniettore potrebbe non raggiungere la temperatura desiderata.

Impossibile impostare un flusso o una pressione

Se non è possibile impostare un flusso o una pressione utilizzando gli iniettori split/splitless, MMI, PTV, VI oppure on-column a freddo, procedere come segue:

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

Se non è possibile impostare un flusso o una pressione utilizzando l'iniettore per impaccate, procedere come segue:

- Controllare la modalità della colonna.
- Verificare che il flusso sia attivato.
- Controllare la modalità dell'iniettore. Se si utilizza il controllo del flusso dell'iniettore, è possibile impostare solo le modalità di controllo per colonne. Se si utilizza il controllo della pressione dell'iniettore, è possibile impostare la colonna per le modalità di flusso e di pressione.

Un gas non raggiunge il valore di impostato o la pressione o il flusso di riferimento

Se non raggiunge il valore di regolazione di pressione prestabilito, l'iniettore si spegne in un intervallo di tempo determinato dal tipo di iniettore. Procedere come segue:

- Controllare che la pressione di erogazione del gas sia sufficiente. La pressione di erogazione dovrebbe eccedere di almeno 10 psi quella del valore di regolazione desiderato.
- Verificare la presenza di perdite. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115.) È possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Utilizzare il rivelatore elettronico di perdite per determinare eventuali fuoriuscite e correggerle. Non dimenticare di controllare la colonna; una colonna rotta costituisce una perdita molto grande.
- Per risolvere i problemi legati a piccole perdite in un iniettore multimodale o split/splitless, vedere **"Verifica manuale della presenza di perdite nell'iniettore multimodale"** a pagina 127 o **"Verifica manuale dell'eventuale presenza di perdite nell'iniettore split/splitless"** a pagina 124.
- Se si utilizza la modalità risparmio di gas, accertarsi che la portata sia sufficientemente elevata da mantenere la massima pressione di mandata della colonna utilizzata durante un ciclo.
- Verificare eventuali errori di installazione della colonna.
- Controllare che l'iniettore o il sensore di pressione del rivelatore non sia difettoso.

Se si utilizza un iniettore split/splitless, MMI, PTV, o interfaccia volatili:

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

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

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

Se si utilizza un iniettore split/splitless, MMI, PTV o interfaccia volatili:

- Ridurre il rapporto di splittaggio.
- Sostituire il filtro dello sfiato dello split. Vedere la procedura per SS, MMI, PTV o VI.
- Verificare l'eventuale presenza di contaminazione o strozzatura anomale nella linea della trappola di sfiato dello split. Eseguire il test di strozzatura dello sfiato dello split in Agilent Instrument Utilities, se disponibile, o dal pannello anteriore del gascromatografo. Vedere:
 - **Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di sfiato dello split**
 - **Avviare il test di limitazione dello sfiato dello split**
- Sostituire il tubo e il sifone di sfiato dello split Consultare il Manuale di servizio.
- Controllare che sia selezionato il liner corretto (se è in uso il liner).
- Verificare che le impostazioni di pressione del metodo per l'iniettore SS siano superiori alle impostazioni minime valide disponibili nel gascromatografo. Vedere **Tabella 5** a pagina 89.
- Controllare che il dispositivo di tenuta d'oro non presenti contaminazioni.
- Per un iniettore split/splitless, se si utilizza un liner che causa una strozzatura, installare un dispositivo di tenuta d'oro per flusso elevato.

Se si utilizza un FID o NPD:

- Verificare che l'ugello non sia ostruito. Vedere **"Verifica di un ugello ostruito del FID"** a pagina 157 o **"Verifica di un ugello ostruito del NPD"** a pagina 158.

Valvole:

- Verificare la presenza di un rotore non allineato, se necessario, allineare il rotore.

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

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

- Verificare che il depuratore o generatore di gas funzioni alla massima capacità, o quasi.
- Controllare il flusso di gas per verificare che la pressione di erogazione sia sufficiente.
- Verificare che il regolatore della pressione di erogazione funzioni correttamente. Per i sistemi dotati di tubi di erogazione particolarmente lunghi, potrebbe essere necessario un regolatore di riduzione vicino al gascromatografo. Utilizzare anche un regolatore aggiuntivo per attenuare le fluttuazioni causate dai generatori di gas.
- Verificare la presenza di perdite. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115.) È possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Utilizzare il rivelatore elettronico di perdite per determinare eventuali fuoriuscite e correggerle. Non dimenticare di controllare la colonna; una colonna rotta costituisce una perdita molto grande.
- Verificare l'eventuale presenza di strozzature nel liner dell'iniettore o nella trappola di sfiato dello split.
- Controllare che sia stato installato il liner corretto. Alcuni liner presentano cali notevoli di pressione dovuti alla loro struttura o alla confezione stretta.
- Controllare eventuali variazioni estreme nella temperatura ambiente durante l'analisi. Correggere eventuali problemi legati alla temperatura del laboratorio o spostare lo strumento in una sede più idonea.
- Controllare l'eventuale presenza di una strozzatura nello sfiato, nello spurgo e nel sifone e in eventuali altri dispositivi esterni per il campionamento.
- Verificare che la funzione Auto Flow Zero sia attiva.

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

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

- Considerare la possibilità di utilizzare un liner progettato per analisi split.
- Il parametro di pressione del metodo (o la pressione risultante da un'impostazione del flusso) è troppo basso per il tipo di gas di trasporto. Vedere **Tabella 5**.

Tabella 5 Pressioni approssimative minime valide per l'iniettore in modalità split, espresse in psi (split/splitless, multimodale)

	Flusso dello sfiato dello split (ml/min)			
	50-100	100-200	200-400	400-600
Elio e idrogeno come gas di trasporto				
Liner split - 5183-4647, 19251-60540	2,5	3,5	4,5	6,0
Liner splitless - 5062-3587, 5181-8818	4,0	5,5	8,0	11,0
Azoto come gas di trasporto				
Liner split - 19251-60540, 5183-4647	3,0	4,0	—	—
Liner splitless - 5062-3587, 5181-8818	4,0	6,0	—	—

- Controllare l'eventuale presenza di ostruzioni nel liner.
- Verificare l'eventuale presenza di contaminazione nella linea di sfiato dello split. Se necessario, contattare l'assistenza Agilent per la sostituzione.
- **"Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di sfiato dello split"** a pagina 148
 - **"Avviare il test di limitazione dello sfiato dello split"** a pagina 149
- Per l'iniettore split/splitless inlet, sostituire il dispositivo di tenuta d'oro.

Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato

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

- Verificare che i flussi misurati siano corretti su 25 °C e 1 atmosfera.
- Verificare che le dimensioni corrette della colonna siano configurate accuratamente, compresa la lunghezza della colonna effettiva (regolata).
- Viene utilizzata una colonna WCOT corta (<15 m) con id da 0,58 a 0,75 mm con un iniettore capillare split/splitless. Il controller del flusso totale è stato impostato per una frequenza di flusso elevata, che crea della pressione nell'iniettore e causa una portata di colonna anche con il valore di regolazione della pressione su zero. (In queste situazioni, è possibile che sul display venga visualizzata una pressione effettiva, anche con il valore di regolazione pari a zero.) Con colonne corte, da 530 a 750 mm, mantenere la portata totale quanto più bassa possibile (ad esempio, da 20 a 30 ml/min). Installare una colonna più lunga con una resistenza superiore (ad es. da 15 a 30 m).
- La linea o la trappola di sfiato dello split possono essere parzialmente ostruiti, producendo una pressione effettiva dell'iniettore superiore alla pressione del valore di regolazione. Verificare l'eventuale presenza di una strozzatura nella linea di sfiato dello split. Vedere **"Avviare il test di limitazione dello sfiato dello split"** a pagina 149.
- Se si utilizza un rivelatore a selezione di massa, verificare che l'uscita della colonna per la linea di trasferimento sia impostata su **MSD**.
- Verificare che la funzione Auto Flow Zero sia attiva. Nella misura consentita, azzerare il sensore di flusso e pressione per il modulo di flusso. Se questa misura non risolve il problema, sostituire il modulo di flusso.

Il FID non si accende

- Verificare che l'offset di accensione sia $\leq 2,0$ pA.
- Accertarsi che la temperatura del FID sia sufficientemente alta per l'accensione (>150 °C). Si consiglia >300 °C.
- Controllare che durante la sequenza di accensione, l'accenditore FID diventi incandescente (vedere **"Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione"** a pagina 152.)
- Tentare di incrementare le pressioni di erogazione al modulo di flusso del FID. In questo modo la fiamma si accende con più facilità senza dover modificare i valori di regolazione.
- Aumentare la velocità del flusso di idrogeno o disattivare o diminuire il flusso del gas di makeup fino all'accensione, quindi ridurli riportandoli sui valori del metodo. Testare i valori più adatti.

Incrementare il flusso di idrogeno e diminuire il flusso di makeup semplifica l'accensione del FID. Se si accende una volta modificate queste condizioni, la causa potrebbe essere dovuta a un ugello parzialmente ostruito, a un accenditore poco potente o a una fuoriuscita a livello del raccordo della colonna.

- Verificare se l'ugello è ostruito o parzialmente ostruito (vedere **"Verifica di un ugello ostruito del FID"** a pagina 157.)
- Misurare le portate del FID. La portata reale dovrebbe essere $\pm 10\%$ del valore di regolazione (Vedere Condizioni iniziali del FID.) Il rapporto idrogeno:aria esercita un forte impatto sull'accensione. Impostazioni di flusso non ottimali possono impedire l'accensione della fiamma (vedere **"Misurazione del flusso di un rivelatore"** a pagina 143.)
- Se la fiamma ancora non si accende, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le fuoriuscite importanti causano portate misurate diverse dalle portate reali e quindi determinano condizioni di accensione non ideali. Verificare attentamente che il sistema non presenti perdite, soprattutto il raccordo della colonna sul FID (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115).
- Verificare la portata della colonna (vedere **"Misurazione del flusso di una colonna"** a pagina 138.) Il flusso di idrogeno deve superare la somma del flusso della colonna e di makeup.
- Controllare la presenza di perdite in corrispondenza del raccordo della colonna sul FID.
- Accertarsi che la temperatura del FID sia sufficientemente alta per l'accensione (>150 °C).
- Se l'analisi lo consente, sostituire l'azoto con l'elio come gas di makeup.

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

AVVERTENZA

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

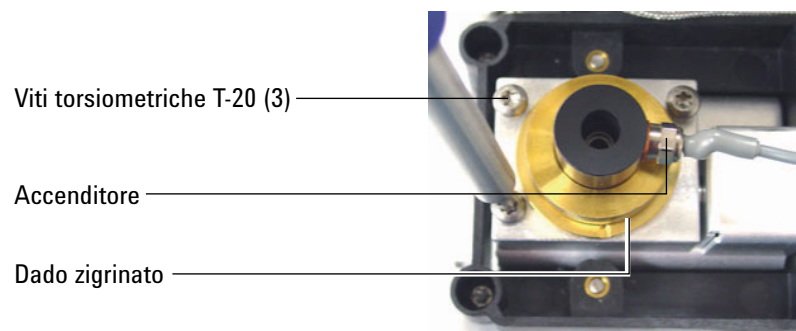
- 1 Togliere il pannello superiore del rivelatore.
- 2 Accendere la fiamma del **FID**.
- 3 Osservare la candela dell'accenditore attraverso il camino del FID. Durante la sequenza di accensione, il foro dovrebbe diventare incandescente.



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

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

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



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

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

"Verifica di un ugello ostruito del FID" a pagina 157

"Verifica di un ugello ostruito del NPD" a pagina 158

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

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

- Verificare se l'ugello è intasato. (Vedere Verifica di un ugello ostruito del NPD.)
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (Vedere Misurazione del flusso di un rivelatore.) Se i flussi di idrogeno e makeup sono pari a zero o molto inferiori al flusso visualizzato, considerare la possibilità che l'ugello sia ostruito.
- Verificare lo stato dell'elemento attivo. Se necessario, sostituirlo.
- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette
- Se il processo non funziona, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Questo fa sì che le velocità di flusso siano diverse dalle velocità di flusso reali. Controllare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema, soprattutto sul raccordo della colonna. (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115.)

L'FPD+ non si accende

- Assicurarsi che la temperatura dell'FPD+ sia sufficientemente alta per l'accensione (> 150 °C).
- Verificare le portate dell'FPD+ e assicurarsi che corrispondano al tipo di filtro installato nell'FPD+. Il rapporto idrogeno:aria esercita un forte impatto sull'accensione. Impostazioni di flusso non ottimali possono impedire l'accensione della fiamma

Tabella 6 Flussi consigliati FPD+

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

- Misurare i flussi effettivi del rivelatore
- È possibile che la colonna sia installata troppo in alto nel rivelatore.
- Verificare il funzionamento dell'accenditore dell'FPD+
- Durante la sequenza di accensione, visualizzare la portata dell'aria. Durante l'accensione della fiamma, la velocità del flusso d'aria dovrebbe essere di 400 mL/min. Diversamente, la pressione di erogazione dell'aria non è sufficiente.
- Verificare la portata della colonna e del makeup.
- Assicurarsi che la condensa nel tubo di scarico non refluisca nel rivelatore. Il tubo di scarico flessibile in plastica deve andare dal rivelatore a un contenitore, senza insellamenti, in modo da scaricare correttamente la condensa d'acqua. Tenere l'estremità del tubo aperta fuori dall'acqua nel contenitore.
- Verificare il valore **Lit offset**. Il valore tipico di **Lit offset** è 2,0. Se è zero, l'autoaccensione è disattiva. Se il valore è troppo alto, il software non riconosce che la fiamma è accesa e spegne il rivelatore.
- Se la fiamma ancora non si accende, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le fuoriuscite importanti causano portate misurate diverse dalle portate reali e quindi determinano condizioni di accensione non ideali. Verificare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema (vedere **"Verifica dell'eventuale presenza di perdite"** a pagina 115.)
- Tentare di incrementare le pressioni di erogazione al modulo di flusso del FPD+. In questo modo la fiamma si accende con più facilità senza dover modificare i valori di regolazione.

- Verificare il valore **Lit offset**. Se è zero, l'autoaccensione è disattiva. Se il valore è troppo alto, il software non riconosce che la fiamma è accesa e spegne il rivelatore.
- In alcune condizioni operative, può essere più semplice accendere la fiamma una volta rimosso il tubo di sfiato. Una volta accesa la fiamma, reinstallare il tubo di sfiato.
- Controllare le connessioni dei cavi al giunto, la connessione del giunti alla candela a incandescenza, quindi se la candela a incandescenza risulta correttamente avvitata.

Valvola non pronta

La risoluzione dei problemi dipende dal tipo di valvola.

Valvole esterne

Le valvole esterne sono valvole collegate al GC attraverso eventi esterni o connettori BCD sul pannello posteriore.

Lo stato Non pronto significa che la tensione di +24 V applicate alle valvole dei pneumatici è inferiore a +16,5 V. Tutte le valvole vengono disattivate per prevenire il malfunzionamento.

Quando si ripristina la tensione normale, il GC è pronto.

Lo stato Non pronto potrebbe indicare un problema hardware nella valvola esterna o nella scheda analogica o di alimentazione del GC.

Valvole di campionamento del gas

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

Valvola multiposizione

Una valvola multiposizione è in grado di provocare lo stato Non pronto del GC per uno dei seguenti motivi:

- La valvola multiposizione non si trova nella posizione del valore di regolazione. Il GC resta non pronto fino a che la valvola raggiunge il valore di regolazione.
- Il cavo BCD è mancante o non è inserito nella presa. Se il cavo è mancante, la valvola non sarà mai pronta.
- Il valore di regolazione del BCD è errato per la polarità di emissione del BCD. È probabile che la valvola si spenga se si verificano gli errori di posizione non consentita o di mancato passaggio.
- Se la valvola è ostruita o il campione è viscoso, il tempo di passaggio potrebbe essere troppo breve per consentire alla valvola di effettuare il passaggio. Aumentare il tempo di passaggio.

Arresti di colonna 100

Arresti dell'idrogeno 101

Arresti del rivelatore di aria 103

Arresti del MS 104

Arresti termici 106

Arresti di colonna

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

- Mostra il messaggio **Front inlet pressure shutdown**.
- Si spegne per evitare danni alla colonna.
- Apre i deflettori sul retro del forno solo a metà.
- Disattiva tutti i flussi della colonna. Quando vengono visualizzati, lampeggia il valore **Off** dei relativi parametri. Ad esempio, si disattivano lo spurgo del setto e i flussi della colonna per gli iniettori split/splitless.
- Disattiva tutti gli altri riscaldatori. Quando vengono visualizzati, l'impostazione **Off** dei relativi parametri della temperatura lampeggia.
- Tenta di attivare una zona disattivata creando un messaggio di errore.
- Disattiva il filamento TCD.
- Disattiva l'accenditore FID o FPD+ e interrompe i flussi d'aria e di gas.
- Disattiva l'elemento attivo NPD e interrompe i flussi di aria e di gas combustibile.
- 8890: Comunica con l'MS, se presente, in modo che l'MS possa reagire allo spegnimento.

Per ripristinare la normalità.

- 1 Eliminare la causa dell'arresto. Verificare la fornitura del gas di trasporto. Per il GC è necessaria una pressione di gas erogato di 70 kPa (10 psi) superiore rispetto alla pressione più alta utilizzata nell'analisi. Vedere Guida alla preparazione del laboratorio per GC, GC/MS e ALS Agilent.
 - Verificare la presenza di una colonna rotta vicino all'iniettore.
 - Verificare la presenza di perdite.
 - Sostituire il setto dell'iniettore.
 - Sostituire la guarnizione O-ring dell'iniettore.
 - Controllare la pressione di erogazione.
- 2 Selezionare **Diagnostics [Diagnostica]**. Selezionare il messaggio di errore. Selezionare **Clear Shutdown - On [Cancella arresto - On]** per cancellare il messaggio di errore e riavviare tutte le zone. Selezionare **Clear Shutdown - Off [Cancella arresto - Off]** per cancellare il messaggio di errore e riavviare tutte le zone eccetto quella arrestata.

Arresti dell'idrogeno

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

Idrogeno utilizzato in flussi dell'iniettore e del gas ausiliario

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

- Visualizza **Hydrogen Safety Shutdown**.
- Chiude la valvola di erogazione del gas di trasporto all'iniettore e chiude e spegne entrambi i controlli di flusso e di pressione.
- Apre le valvole di sfiato dello split negli iniettori split/splitless e PTV.
- Disattiva il riscaldatore del forno e apre i deflettori del forno.
- Disattiva tutti i riscaldatori (compresi eventuali dispositivi collegati ai controlli dei riscaldatori ausiliari, come i riscaldatori per il comparto delle valvole e i riscaldatori per linee di trasferimento).
- Disattiva il filamento TCD.
- Disattiva l'accenditore FID o FPD+ e interrompe i flussi d'aria e di gas.
- Disattiva l'elemento attivo NPD e interrompe i flussi di aria e di gas combustibile.
- Emette un allarme acustico.
- 8890: Comunica con un MS, se presente, in modo che l'MS possa reagire allo spegnimento.

AVVERTENZA

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

Per riprendere dopo uno stato di arresto dell'idrogeno:

- 1 Eliminare la causa dell'arresto:
 - Sostituire il setto dell'iniettore. Vedere il manuale di manutenzione.
 - Sostituire la guarnizione O-ring dell'iniettore. Vedere il manuale di manutenzione.
 - Controllare l'eventuale presenza di una colonna rotta.
 - Controllare la pressione di erogazione. Accertarsi che l'erogazione del gas sia conforme alle raccomandazioni sulla pressione riportate nella Guida alla preparazione del laboratorio per GC, GC/MS, e ALS Agilent.
 - Verificare se il sistema presenta perdite Vedere **Consigli per il controllo di eventuali perdite**.

- 2 Spegnere e riaccendere il GC.
- 3 Selezionare **Diagnostics [Diagnostica]**. Selezionare il messaggio di errore. Selezionare **Clear Shutdown - On [Cancella arresto - On]** per cancellare il messaggio di errore e riavviare tutte le zone. Selezionare **Clear Shutdown - Off [Cancella arresto - Off]** per cancellare il messaggio di errore e riavviare tutte le zone eccetto quella arrestata.

Sensore dell'idrogeno

Se dispone di un sensore dell'idrogeno integrato, il GC metterà in atto un arresto di sicurezza dell'idrogeno nel caso in cui il sensore rilevi una concentrazione di idrogeno incombusto pari a circa l'1% nel forno (inferiore al limite minimo per l'esplosione dell'idrogeno di circa il 25%).

Arresti del rivelatore di aria

Se per bruciare un gas combustibile (idrogeno) in un rivelatore viene utilizzata l'aria, il canale dell'aria si arresterà se l'aria erogata non è sufficiente. Inoltre, i flussi di **Aria** e **Idrogeno** associati al rivelatore saranno portati su **Off**.

Per ripristinare la normalità.

- 1 Eliminare la causa dell'arresto. Verificare l'erogazione di aria. FID e NPD necessitano di una pressione di gas erogato pari a 380-690kPa (55–100 psi). L'FPD+ necessita di una pressione di gas erogato pari a 690-827kPa (100-120 psi). Vedere Guida alla preparazione del laboratorio per GC, GC/MS e ALS Agilent.
- 2 Selezionare **Diagnostics [Diagnostica]**. Selezionare il messaggio di errore. Selezionare **Clear Shutdown - On [Cancella arresto - On]** per cancellare il messaggio di errore e riavviare tutte le zone. Selezionare **Clear Shutdown - Off [Cancella arresto - Off]** per cancellare il messaggio di errore e riavviare tutte le zone eccetto quella arrestata.

Arresti del MS

Se il GC riceve un evento di spegnimento da, o perde la comunicazione con un MS configurato, il GC reagisce con i seguenti cambiamenti:

- Spegnimento del forno della colonna.
- Impostazione di pressioni/flussi bassi per il percorso di flusso MS.
- Spegnimento del flusso dell'idrogeno come gas di trasporto, se utilizzato.
- Interruzione dell'analisi in corso.
- Disattivazione del riscaldatore del tubo di trasferimento MS.
- Blocco di tutte le modifiche ai valori di regolazione.

I cambiamenti esatti dipendono dal tipo di evento che ha attivato lo spegnimento. Ad esempio, il GC potrebbe reagire in modo diverso in presenza di una perdita di comunicazione piuttosto che a un guasto nella pompa a vuoto spinto dell'MS.

Quando si risolve un problema legato allo spegnimento dell'MSD:

- 1 Controllare tutti gli eventi e i log di GC, MSD e del sistema dati. Il GC attiva lo spegnimento MS se:
 - Il GC non è in grado di mantenere il flusso di trasporto nel sistema MS.
 - Il sistema MS segnala uno spegnimento o un guasto.
 - Viene interrotta la comunicazione tra GC ed MS.
- 2 Verificare lo stato della comunicazione attuale.

5977A, 7000C, 7010:

- a Selezionare **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione] > Detectors [Rivelatore]**.
- b La casella **Enable Communication [Abilita comunicazione]** dovrebbe essere selezionata. In caso contrario, controllare gli indirizzi IP di GC e MS immessi nel GC, nel sistema MS e nel PC. Tutti gli indirizzi IP del GC e del sistema MSD devono corrispondere in tutti e tre i punti.
- c Controllare le connessioni LAN di GC ed MS. La LAN funziona su switch o hub?

5977B:

- a Selezionare **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione] > Detectors [Rivelatore]**.
- b La casella **Enable Communication [Abilita comunicazione]** dovrebbe essere selezionata.
- c Controllare le connessioni LAN di GC ed MS. La LAN funziona su switch o hub?

Cancellazione di uno spegnimento MS

A differenza di altri tipi di spegnimento, questo stato non può essere cancellato disattivando un valore di regolazione (perché il valore di regolazione è bloccato). È possibile invece cancellare lo stato disattivando le comunicazioni tra GC ed MS.

- 1 Selezionare **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione] > Detectors [Rivelatore]**.
- 2 Selezionare la casella **Enable Communication [Abilita comunicazione]** per deseleggerla.

Se lo spegnimento è stato avviato dal GC, è possibile risolvere il problema e correggere il guasto del GC.

Dopo aver risolto lo spegnimento MS

Dopo aver risolto il problema del GC o MS, ripristinare sempre la comunicazione tra i due sistemi.

- 1 Selezionare **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione] > Detectors [Rivelatore]**.
- 2 Selezionare la casella **Enable Communication [Abilita comunicazione]** per selezionarla.

Arresti termici

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

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

Per ripristinare la normalità:

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

Risoluzione dei problemi Sintomi di accensione e di comunicazione del GC

Il GC non si accende 108

Il PC non riesce a comunicare con il GC 109

Impossibilità di comunicazione tra GC e MS o HS configurato 110

Il GC si accende, ma si spegne in fase di avvio (durante l'autotest) 111

Il GC non si accende

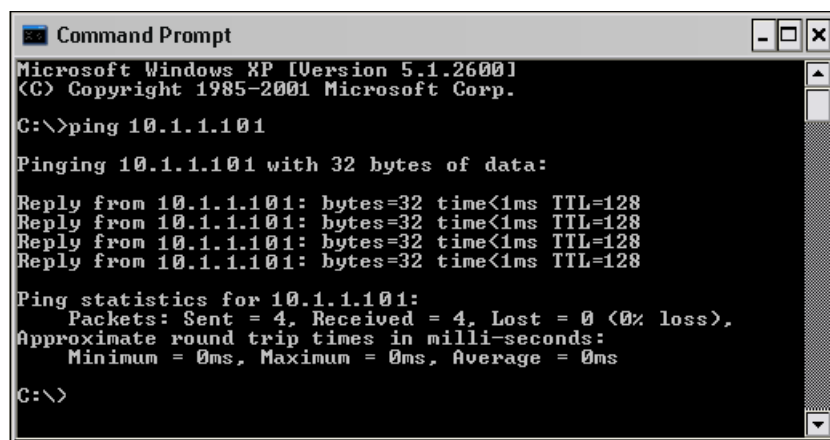
Se il GC non si accende:

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

Il PC non riesce a comunicare con il GC

- Eseguire un test **ping**

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



```

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

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

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

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

C:\>

```

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

Se il problema è dovuto all'impossibilità del sistema dati di connettersi al GC, verificare che il GC non sia controllato da un altro PC. Sul tastierino numerico del GC, selezionare **Impostazioni > Impostazioni di sistema > Rete**. Se al GC è collegato un computer, il nome della rete compare in fondo nella riga **Enable DHCP**.

Se il test ping non dà esito positivo, procedere come segue:

- Controllare la connessione LAN.
- Verificare l'indirizzo IP, la maschera di sottorete e gli indirizzi gateway.
- Assicurarsi che tutti i dispositivi di rete (hub, switch ecc.) siano accesi, collegati correttamente e funzionanti.
- Controllare che nel PC non vi sia una scheda LAN difettosa.
- Se si utilizza una configurazione diretta tra PC e GC, assicurarsi che si stia utilizzando un cavo di raccordo. Se sono invece in uso hub o switch (ossia ci si collega a una LAN di un edificio o di un sito), è importante NON utilizzare un cavo di raccordo.

Impossibilità di comunicazione tra GC e MS o HS configurato

- 1 In primo luogo, verificare che siano abilitate le comunicazioni da GC a MS (o da GC a HS).

Per MS or MSD:

- a Selezionare **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione] > Detectors [Rivelatore]**.

- b Scorrere la casella **Abilita comunicazione**.

Per un HS:

- a Selezionare **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione] > Headspace [Spazio di testa]**.

- b Scorrere la casella **Abilita comunicazione**.

Se la casella **Abilita comunicazione** non è selezionata, selezionarla.

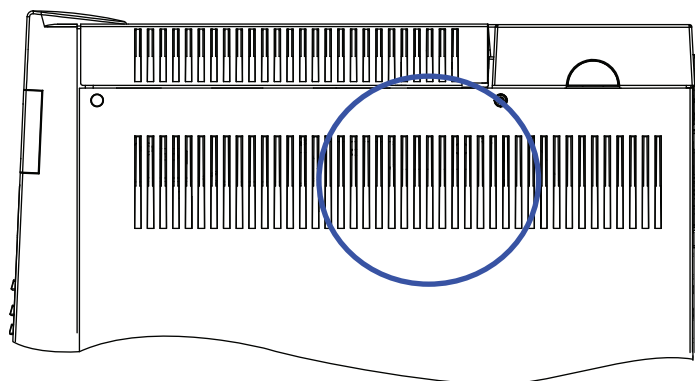
Se la casella è selezionata, ma il GC continua a non comunicare, proseguire con la procedura di risoluzione dei problemi.

- 2 Verificare che l'indirizzo IP del GC sia stato inserito correttamente ove necessario. L'indirizzo IP del GC è reperibile in **Impostazioni > Impostazioni del sistema > Rete**.
- 3 **5977A, 7000C, 7010**: Verificare che l'indirizzo IP dell'MS o dell'HS sia stato inserito correttamente nel GC. Confrontare questo dato con l'indirizzo IP visualizzato sul display dell'MS o dell'HS.
5977B: Verificare che l'indirizzo IP dell'MS sia stato inserito ove richiesto.
- 4 **5977A, 7000C, 7010**: Se si utilizza un MS, utilizzare il tastierino numerico del dispositivo per verificare gli indirizzi IP del MS e del GC inseriti nell'MS. Devono corrispondere esattamente a quelli inseriti nel GC.
- 5 Se si utilizza un HS, utilizzare il tastierino numerico dell'HS per verificare gli indirizzi IP dell'HS e del GC inseriti nell'HS. Devono corrispondere esattamente a quelli inseriti nel GC.
- 6 Se gli indirizzi sono corretti sia nel GC che nell'MS o nell'HS, effettuare il **ping** in ognuno degli strumenti da un computer situato nella stessa LAN locale. (Vedere **"Il PC non riesce a comunicare con il GC"** per ulteriori informazioni sul comando **ping**.)
- 7 Se si utilizza un sistema dati Agilent, controllare gli indirizzi IP di GC, HS e MS immessi nel software del sistema dati. Ricordare che questi devono corrispondere esattamente ai valori immessi in ogni strumento.

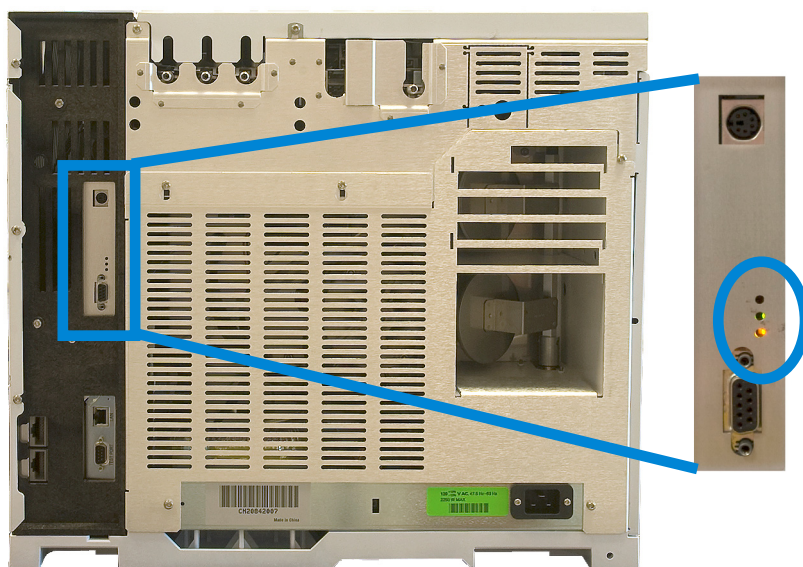
Il GC si accende, ma si spegne in fase di avvio (durante l'autotest)

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

- 1 Posizionare l'interruttore del GC su **Off**. Attendere un minuto, quindi posizionare l'interruttore del GC su **On**.
- 2 Se il GC non torna alla normalità, registrare eventuali messaggi visualizzati sul display. Osservare il pannello posteriore del GC e osservare se i LED sopra il connettore REMOTE (verde, giallo o rosso) lampeggiano o sono fissi. (Nel caso versioni di GC precedenti, controllare gli slot nel pannello destro laterale del GC come mostra la figura sotto). Contattare Agilent per l'assistenza e comunicare i dati visualizzati ai tecnici Agilent (Vedere anche **"Informazioni utili in caso si contatti il servizio assistenza Agilent"** a pagina 15".)



Versioni GC precedenti: LED sul pannello laterale.



Verifica dell'eventuale presenza di perdite

- Consigli per il controllo di eventuali perdite 116
- Verifica delle perdite esterne 117
- Verifica delle perdite del GC 119
- Perdite in raccordi capillari per flusso 120
- Controllo delle perdite nell'iniettore 121
- Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione 122
- Verifica manuale dell'eventuale presenza di perdite nell'iniettore split/splitless 124
- Verifica manuale della presenza di perdite nell'iniettore multimodale 127
- Correzione delle perdite nell'iniettore multimodale 130
- Durante l'esecuzione di un test perdite a decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate 131
- Correzione delle perdite nell'iniettore per impaccate 132
- Correzione delle perdite nell'iniettore on-column a freddo 133
- Correzione delle perdite nell'iniettore PTV 134
- Correzione delle perdite nell'interfaccia volatili 135

Consigli per il controllo di eventuali perdite

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

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

AVVERTENZA

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

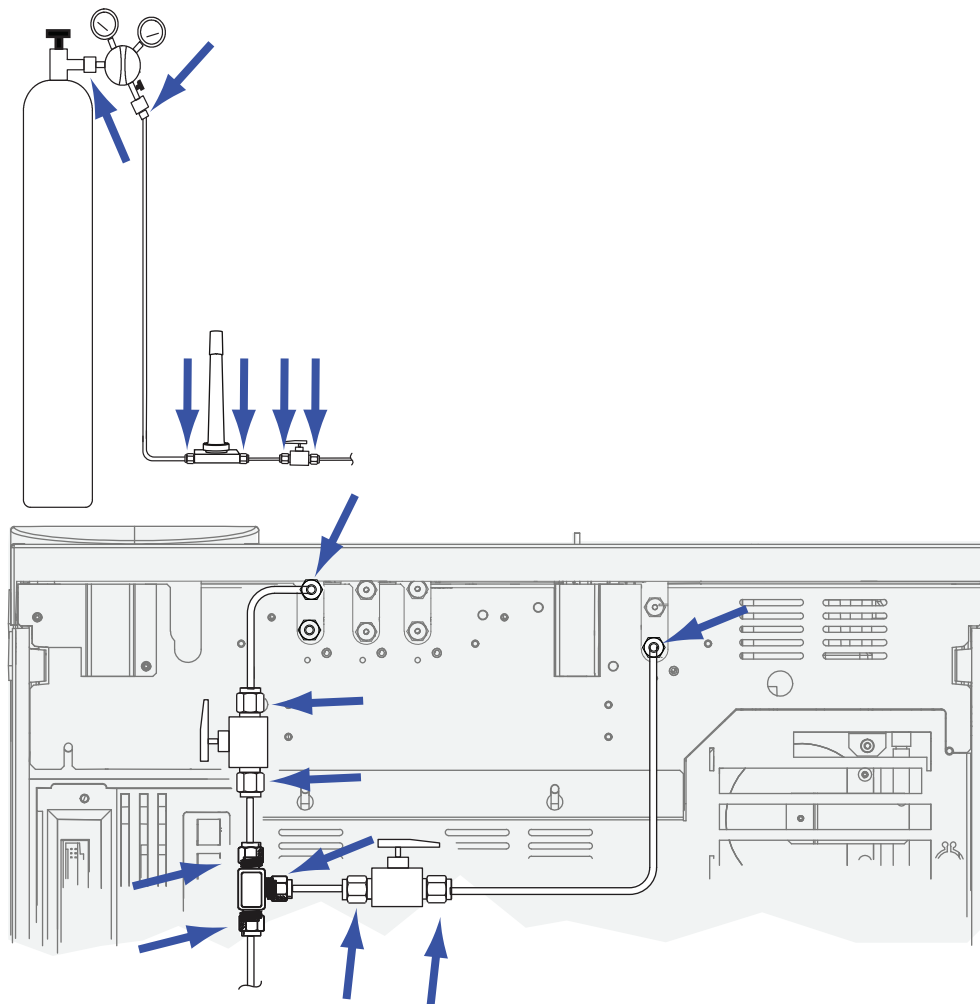
AVVERTENZA

Possano essere presenti gas campione nocivi.

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

Verifica delle perdite esterne

Verificare l'eventuale presenza di perdite in queste connessioni:



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

Eseguire un test di calo pressione.

- 1 Spegnere il GC.
- 2 Impostare la pressione del regolatore su 415 kPa (60 psi).

7 Verifica dell'eventuale presenza di perdite

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

Verifica delle perdite del GC

Verificare l'eventuale presenza di perdite in queste connessioni:

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

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

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

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

- **Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione**

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

- **Verifica manuale dell'eventuale presenza di perdite nell'iniettore split/splitless**
- **Verifica manuale della presenza di perdite nell'iniettore multimodale**
- **Perdite in raccordi capillari per flusso**

Perdite in raccordi capillari per flusso

Nei raccordi capillari per flusso, una perdita indica in genere che il raccordo è stato stretto eccessivamente. A meno che il raccordo sia evidentemente allentato, non stringere ulteriormente. Rimuovere, invece, la connessione, regolare l'estremità della colonna e ripetere l'installazione.

Controllare anche la piastra e la connessione per verificare che la punta della colonna non sia rotta.

Controllo delle perdite nell'iniettore

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

Tale controllo rileva le perdite su:

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

Per eseguire il controllo:

- 1 Selezionare **Diagnostica > Test diagnostici > Iniettori**, selezionare l'iniettore desiderato e selezionare l'opzione **Test per perdite e strozzature**.
- 2 Selezionare **Avviare test**.

NOTA

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

- 3 Se il test continua a fallire:
- 4 Sostituire
 - il setto
 - Reinstallare la colonna nell'iniettore.
 - Sostituire il liner e la guarnizione O-ring del liner
 - Aprire il sifone di sfiato dello split e controllare la posizione della guarnizione O-ring. Sostituire il sifone di sfiato dello split se necessario

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

- **Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione**
- **Durante l'esecuzione di un test perdite a decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate**

Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione

Utilizzare il Test per il controllo di perdite e strozzature per verificare la presenza di perdite dall'iniettore. Avviare il software, selezionare il GC ed eseguire il test per l'iniettore. Vedere **"Controllo delle perdite nell'iniettore"** a pagina 121 e **"Avviare il test di limitazione dello sfiato dello split"** a pagina 149.

Se il test non riesce:

- Controllare il raccordo della colonna ostruito e il tappo di spurgo del setto.
- Verificare la testa con setto. Se necessario, serrarla.
- Se necessario, sostituire il setto.
- Ispezionare e reinstallare il liner se perde.
- Se necessario, serrare il sifone di sfiato dello split o installare una cartuccia e guarnizioni O-ring nuove.
- Serrare il collegamento all'iniettore della linea di sfiato dello split.

Per eseguire un test a decadimento della pressione dell'iniettore dal LUI

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

Dopo ogni intervento di manutenzione, controllare la presenza di perdite nelle aree accessibili dall'esterno. Vedere **"Verifica delle perdite esterne"**.

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

Con il seguente test è possibile/non è possibile individuare i seguenti tipi di perdite:

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

Il test individua le perdite su:	Il test non individua le perdite su:
valvola di spurgo del setto del collettore di flusso	
tubo e sifone di sfiato dello split	
tubo di spurgo del setto	
guarnizioni all'interno del tubo tra il modulo di flusso dell'iniettore e il corpo iniettore	

Le informazioni riportate di seguito saranno utili per l'esecuzione di questo test:

- Ferrula priva di foro
- Chiave da 1/4"
- Guanti resistenti al calore (se l'iniettore è caldo)
- Dado della colonna
- Setto nuovo
- Guarnizione O-ring
- Presa del rivelatore ECD/TCD (codice prodotto 5060-9055)

5 Selezionare **Diagnostics [Diagnostica] > Diagnostic Tests [Test Diagnostici] > Inlets [Iniettori]**.

6 Selezionare **Test a decadimento della pressione dell'iniettore**.

7 Selezionare **Start Test [Avviare test]**.

8 Seguire le istruzioni sul LUI.

9 Dopo che l'iniettore ha superato il test, ripristinare il GC alle sue normali condizioni di esercizio.

- Ripristinare la pressione della sorgente.
- Rimuovere eventuali tappi.
- Installare nuovamente la colonna.
- Ripristinare la corretta configurazione della colonna.
- Caricare il metodo di esercizio.

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

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

Impossibile raggiungere il valore di regolazione della pressione

Se l'iniettore split/splitless non raggiunge il valore di regolazione della pressione previsto, il GC entrerà nello stato "Non pronto". L'indicatore di stato al di sotto del touch screen e lo stato del vassoio sul touch screen appariranno in color Ambra. Se l'iniettore non raggiunge la pressione e il controllo previsti, il GC si spegne nell'arco di 5,5 minuti circa.

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

- 1 Verificare che la pressione di erogazione del gas al GC sia sufficiente e controllare la presenza di perdite nella linea di erogazione del gas (vedere **Verifica delle perdite esterne**). Per l'iniettore è necessaria una pressione di 70 kPa (10 psi) superiore alla pressione massima utilizzata nel metodo.
 - 120 psi massimo per iniettore da 0-100 psi
 - 170 psi massimo per iniettore da 0-150 psi
- 2 Controllare l'impostazione del flusso totale. La portata totale deve essere sufficientemente alta da mantenere la pressione dell'iniettore durante tutta l'analisi. Le colonne con un diametro ampio richiedono portate maggiori. In genere è sufficiente una portata di 50 ml/min. Per incrementare la portata totale:
 - Incrementare il rapporto di splittaggio se in modalità split.
 - Incrementare il flusso di scarico se in modalità splitless.
- 3 Se la pressione resta bassa, continuare con il passaggio successivo.
- 4 Eseguire il controllo delle perdite nell'iniettore. Vedere **"Controllo delle perdite nell'iniettore"**. Il flusso totale fornisce un'indicazione dell'ampiezza della perdita. Monitorare il flusso totale mentre si controllano/serrano i raccordi:
 - Dado del setto
 - Colonna
 - Sifone di sfiato dello split/Guarnizioni O-ring
 - Liner/Guarnizioni O-ring
 - Tenuta d'oro
 - Collegamento della linea di sfiato dello split al corpo dell'iniettore
 - Raccordi di blocco del flusso sul collettore di flusso

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

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

AVVERTENZA

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

Bassa sensibilità o scarsa ripetitività

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

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

- 1 Eseguire il test a decadimento della pressione dell'iniettore. Vedere **"Controllo delle perdite con test a decadimento della pressione"**. Se il test viene superato, l'iniettore non presenta perdite e controllare altre possibili cause per la bassa sensibilità o la scarsa ripetitività.
- 2 Se il test a decadimento della pressione non riesce, eseguire un controllo delle perdite sull'iniettore. Vedere **"Controllo delle perdite nell'iniettore"**. Monitorare il flusso totale mentre si controllano/serrano i raccordi:
 - Dado del setto
 - Colonna
 - Sifone di sfiato dello split
 - Liner/Guarnizioni O-ring
 - Tenuta d'oro
 - Collegamento della linea di sfiato dello split al corpo dell'iniettore
 - Raccordi di blocco del flusso sul collettore di flusso
- 3 Se il controllo delle perdite (analisi preparatoria) eseguito sull'iniettore non risolve il problema, la perdita potrebbe essere troppo piccola per essere individuata con questo test. Utilizzare un rivelatore di perdite elettronico per controllare i raccordi/collegamenti.

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

Correzione delle perdite nell'iniettore split/splitless

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

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

Verifica manuale della presenza di perdite nell'iniettore multimodale

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

Impossibile raggiungere il valore di regolazione della pressione

Se l'iniettore EPC multimodale non raggiunge il valore di regolazione della pressione previsto, il GC entrerà nello stato "Non pronto". Se l'iniettore non raggiunge la pressione e il controllo previsti, il GC si spegne nell'arco di 5,5 minuti circa.

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

- 1 Verificare che la pressione di erogazione del gas al GC sia sufficiente (consultare la Guida alla preparazione del laboratorio per GC, GC/MS e ALS) e controllare la presenza di perdite nella linea di erogazione del gas (vedere **"Verifica delle perdite esterne"** a pagina 117). Per l'iniettore è necessaria una pressione di 70 kPa (10 psi) superiore alla pressione massima utilizzata nel metodo.
 - 120 psi massimo per iniettore da 0-100 psi
 - 170 psi massimo per iniettore da 0-150 psi
- 2 Controllare l'impostazione del flusso totale. La portata totale deve essere sufficientemente alta da mantenere la pressione dell'iniettore durante tutta l'analisi. Le colonne con un diametro ampio richiedono portate maggiori. In genere è sufficiente una portata di 50 ml/min. Per incrementare la portata totale:
 - Incrementare il rapporto di splittaggio se in modalità split.
 - Incrementare il flusso di scarico se in modalità splitless.
- 3 Posizionare il pollice (o un setto) sopra lo sfiato dello split. Se la pressione dell'iniettore inizia a salire fino al valore di regolazione, contattare Agilent per richiedere assistenza. Se la pressione dell'iniettore inizia a salire fino al valore di regolazione, **sostituire** la valvola proporzionale di sfiato dello split presente nel modulo di flusso dell'iniettore. Se la pressione resta bassa, continuare con il passaggio successivo.
- 4 Eseguire il controllo delle perdite nell'iniettore. Vedere **"Controllo delle perdite nell'iniettore"**. Il flusso totale fornisce un'indicazione dell'ampiezza della perdita. Monitorare il flusso totale mentre si controllano/serrano i raccordi:
 - Dado del setto
 - Colonna
 - Sifone di sfiato dello split/Guarnizioni O-ring
 - Liner/Guarnizioni O-ring
 - Collegamento della linea di sfiato dello split al corpo dell'iniettore
 - Raccordi di blocco del flusso sul collettore di flusso

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

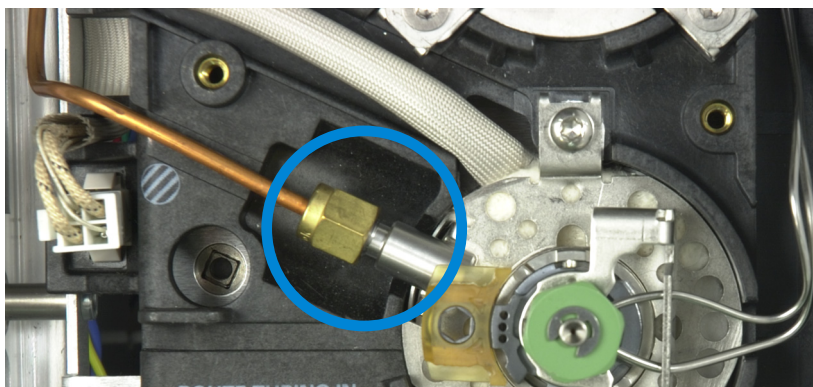
Se questi controlli non risolvono il problema, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Se questi controlli non risolvono il problema, continuare con i passaggi successivi.

AVVERTENZA

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

- 5 Impostare la temperatura dell'iniettore su **Off** e consentire all'iniettore di raffreddarsi.
- 6 Impostare l'iniettore in modalità **Split**.
- 7 Impostare la pressione dell'iniettore su 25 psi e il flusso totale su 400 ml/min.
- 8 Rimuovere la sigillatura dell'inserto e tenere il settore esattamente sopra l'apertura del lato inferiore.
 - Se il flusso totale scende fino a raggiungere quasi 0 ml/min e la pressione sale fino al valore di regolazione, la sigillatura dell'inserto, la relativa tubazione e i collegamenti al modulo di flusso non presentano perdite. La perdita risiede in qualche punto nel corpo dell'iniettore o nello sfiato dello split. Continuare con **fase 9**.
 - Se la pressione resta bassa e il flusso totale è molto alto, utilizzare un rivelatore di perdite elettronico per controllare la presenza di perdite dentro e attorno al setto, di fratture nel tubo di saldatura dell'iniettore (linea del gas di trasporto e linea di spurgo del setto) e di perdite nei collegamenti dei tubi al modulo di flusso. Continuare con **fase 9**.
- 9 Controllare l'eventuale presenza di perdite dalla saldatura dell'inserto e dai tubi associati.
 - a Controllare il setto.
 - b Controllare la presenza di fratture nei tubi della saldatura dell'inserto. Sostituire la saldatura dell'inserto se presenta delle perdite.
 - c Verificare la presenza di perdite nei collegamenti ai moduli di flusso. In caso di perdite, serrarli nuovamente. Se le perdite persistono, sostituire le guarnizioni O-ring. Pulire bene la superficie dei sigilli prima di inserire una nuova guarnizione O-ring.



- d Controllare il sifone di sfiato dello split. Controllare che le guarnizioni O-ring presenti sulla cartuccia del filtro siano ben posizionati e che il dado zigrinato sia fisso.

- 10** Dopo avere risolto il problema, eseguire un test a decadimento della pressione sull'iniettore.

Bassa sensibilità o scarsa ripetitività

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

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

- 1** Eseguire il test a decadimento della pressione dell'iniettore. Se il test viene superato, l'iniettore non presenta perdite e controllare altre possibili cause per la bassa sensibilità o la scarsa ripetitività.
- 2** Se il test a decadimento della pressione non riesce, impostare l'iniettore sulla modalità split. Impostare un flusso della colonna di 3 ml/min, un flusso di scarico del setto di 3 ml/min e un flusso di scarico di 50 ml/min. Premere . Monitorare il flusso totale dell'iniettore. Se il flusso totale è decisamente superiore a 6 ml/min, controllare/serrare i seguenti raccordi:
 - Dado del setto
 - Colonna
 - Sifone di sfiato dello split
 - Liner/Guarnizioni O-ring
 - Collegamento della linea di sfiato dello split al corpo dell'iniettore
 - Raccordi di blocco del flusso sul collettore di flusso

Se il problema persiste, la perdita potrebbe essere piccola.

- 3** Utilizzare un rivelatore di perdite elettronico per controllare i raccordi/collegamenti.
Se questi controlli non risolvono il problema, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Correzione delle perdite nell'iniettore multimodale

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

- Controllare i tappi utilizzati nel test e verificare che siano installati correttamente e ben serrati.
- Se è stato eseguito un controllo delle perdite dopo un intervento di manutenzione, controllare che i pezzi interessati dalla manutenzione siano stati installati correttamente.
- Controllare la tenuta del dado del setto.
- Controllare il setto. Sostituirlo se vecchio o danneggiato.
- Controllare la corretta installazione del gruppo inserto.
- Controllare il liner e la guarnizione O-ring del liner.
- Controllare che la temperatura dell'iniettore si mantenga costante durante il test.

Durante l'esecuzione di un test perdite a decadimento della pressione di un iniettore per impaccate/colonne impaccate

Utilizzare il test a decadimento della pressione per determinare se ci sono perdite nell'iniettore.

Se il test non riesce:

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

Correzione delle perdite nell'iniettore per impaccate

- 1 Se l'iniettore non supera il test di perdita, controllare quanto segue:
 - Controllare i tappi utilizzati nel test e verificare che siano installati correttamente e ben serrati.
 - Se è stato eseguito un controllo delle perdite dopo un intervento di manutenzione, controllare che i pezzi interessati dalla manutenzione siano stati installati correttamente.
 - Controllare la tenuta del dado del setto.
 - Controllare il setto. Sostituirlo se vecchio o danneggiato.
 - Controllare che la sigillatura dell'inserto superiore sia ben serrata.
 - Sostituire la guarnizione O-ring.
 - Controllare anche l'inserto in vetro.
 - Sostituire la guarnizione della ghiera sull'adattatore.
 - Controllare che la temperatura dell'iniettore si mantenga costante durante il test
- 2 Se questi elementi non risolvono il problema, contattare Agilent per richiedere assistenza.

Correzione delle perdite nell'iniettore on-column a freddo

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

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

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

Correzione delle perdite nell'iniettore PTV

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

- Controllare i tappi utilizzati nel test e verificare che siano installati correttamente e ben serrati.
- Se è stato eseguito un controllo delle perdite dopo un intervento di manutenzione, controllare che i pezzi interessati dalla manutenzione siano stati installati correttamente.
- Se si utilizza una testa con setto, controllare quanto è stretto il dado del setto.
- Se si utilizza una testa con setto, controllare il setto. Sostituirlo se vecchio o danneggiato.
- Controllare che il gruppo della testa con o senza setto sia ben serrato.
- Sostituire il liner e la ghiera Graphpak 3D.
- Controllare la guarnizione dell'adattatore Graphpak rispetto al corpo iniettore. Sostituire il dispositivo di tenuta in argento e reinstallare l'adattatore, se necessario.
- Se si utilizza un testa senza setto, controllare la presenza di perdite attorno al tappo della guida. Sostituire la ghiera PTFE nel tappo della guida.
- Controllare la presenza di perdite sul sifone di sfiato dello split. Serrare se necessario. Sostituire il filtro del sifone di sfiato dello split e le guarnizioni O-ring.
- Controllare che la temperatura dell'iniettore si mantenga costante durante il test.

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

Correzione delle perdite nell'interfaccia volatili

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

- Controllare di avere installato e serrato correttamente tutti i tappi utilizzati nel test.
- Se è stato eseguito un controllo delle perdite dopo un intervento di manutenzione, controllare che i pezzi interessati dalla manutenzione siano stati installati correttamente.
- I collegamenti dello sfiato dello split e del sensore di pressione all'interfaccia.
- Il collegamento al campionatore all'interfaccia.
- Il campionatore.

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

Misurazione del flusso di una colonna	138
Misurazione del flusso di scarico di uno split o di spurgo di un setto	141
Misurazione del flusso di un rivelatore	143
Autotest del GC	147
Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di sfiato dello split	148
Avviare il test di limitazione dello sfiato dello split	149
Regolazione dell'offset di accensione del FID	150
Verifica dell'accensione della fiamma del FID	151
Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione	152
Misurazione della corrente di dispersione del FID	153
Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID	154
Isolamento della causa del rumore del FID	155
Misurazione della corrente di dispersione del NPD	156
Verifica di un ugello ostruito del FID	157
Verifica di un ugello ostruito del NPD	158
Verifica dell'accensione dell'elemento attivo del NPD	159
Verifica dell'accensione della fiamma dell'FPD+	160
Regolazione dell'offset di accensione dell'FPD+	161
Quando sostituire i purificatori di gas	162
Come ignorare lo stato di pronto del dispositivo	163

Misurazione del flusso di una colonna

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

La procedura seguente deve essere utilizzata per misurare il flusso di colonne con FID, TCD, ECD o FPD.

AVVERTENZA

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

AVVERTENZA

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

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

NOTA

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

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



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



8 Operazioni di risoluzione dei problemi

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



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

Misurazione del flusso della colonna NPD

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



- Inserto di misurazione del flusso (19301-60660)
- Flussometro elettronico tarato per le velocità di gas e flusso desiderate

- 2 Spegnerne l'elemento attivo.
- 3 Raffreddare il rivelatore NPD fino a 100 °C.

AVVERTENZA

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

- 4 Rimuovere l'elemento attivo e riporlo in un luogo sicuro fino alla reinstallazione.
- 5 Inserire l'adattatore per flussometro NPD nel collettore NPD.
- 6 Collegare l'inserto di misurazione del flusso all'adattatore per flussometro NPD.



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

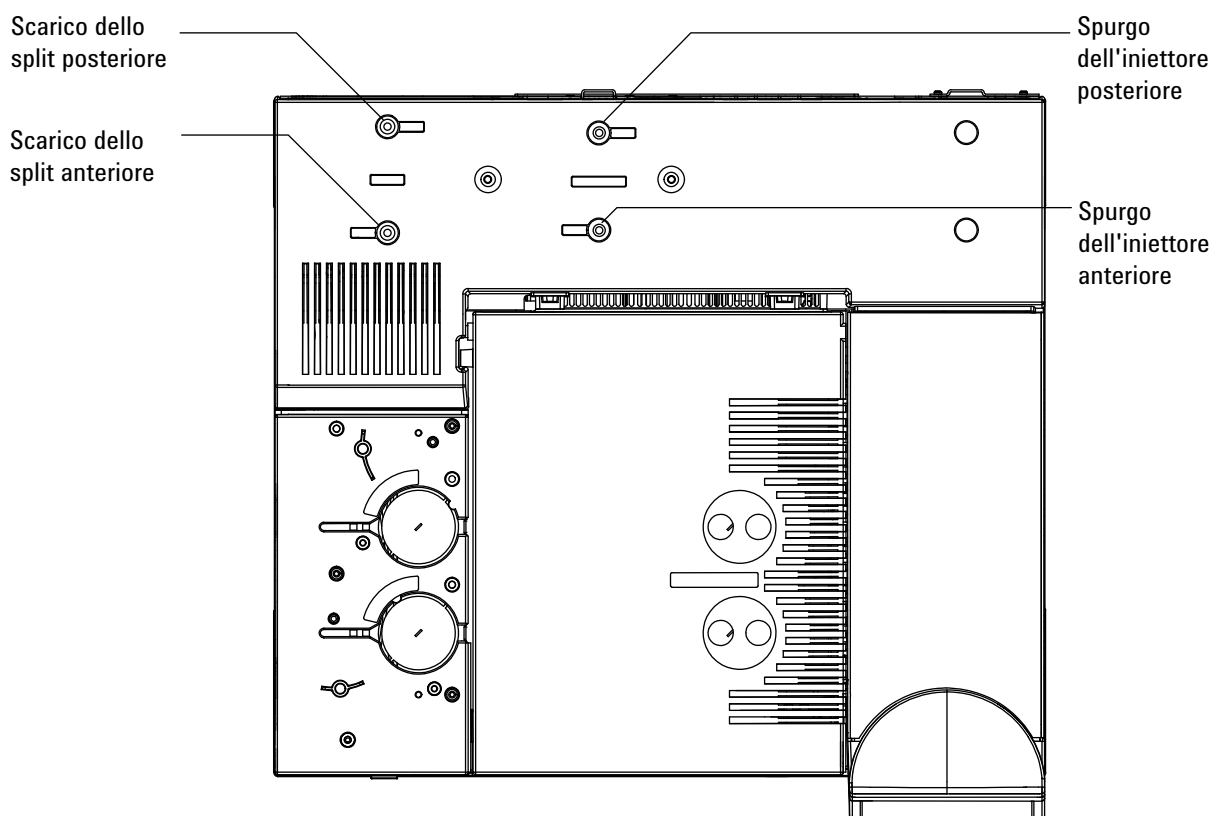
Misurazione del flusso di scarico di uno split o di spurgo di un setto

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

AVVERTENZA

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

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



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

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



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

Misurazione del flusso di un rivelatore

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

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

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

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

AVVERTENZA

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

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

ATTENZIONE

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

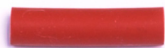
- 2 Impostare la temperatura del forno a temperatura ambiente (35 °C).
- 3 Disattivare il flusso e la pressione della colonna.
- 4 Disattivare tutti i gas del rivelatore.
- 5 Spegnerne la fiamma del rivelatore FID, la fiamma del rivelatore FPD+ o il filamento del rivelatore TCD (ove possibile).
- 6 Raffreddare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

NOTA

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

8 Operazioni di risoluzione dei problemi

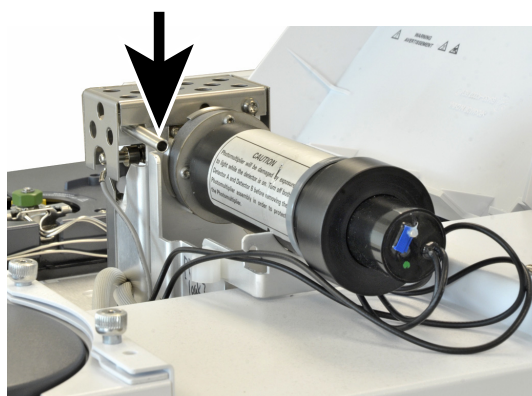
Un tubo in gomma per adattatore viene collegato direttamente allo scarico di un rivelatore ECD o TCD.



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



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



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

Misurazione dei flussi NPD

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



- Inserto di misurazione del flusso (19301-60660)
 - Flussometro elettronico tarato per le velocità di gas e flusso desiderate
- 2 Spegnerne l'elemento attivo.
 - 3 Raffreddare il rivelatore NPD fino a 100 °C.

AVVERTENZA

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

- 4 Rimuovere l'elemento attivo e riporlo in un luogo sicuro fino alla reinstallazione.
- 5 Inserire l'adattatore per flussometro NPD nel collettore NPD.
- 6 Collegare l'inserto di misurazione del flusso all'adattatore per flussometro NPD.



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

Autotest del GC

- 1 Disattivare il GC.
- 2 Attendere un minuto, quindi posizionare l'interruttore del GC su On. Se viene visualizzata la schermata principale relativa allo stato del GC, l'autotest del GC è stato superato.

Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di sfiato dello split

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

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

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

- Liner installato
- Portata utilizzata

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

Il test controlla:

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

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

Avviare il test di limitazione dello sfiato dello split

Per l'esecuzione di questo test potrebbero essere necessari questi materiali:

- Ferrula priva di foro (5020-8294) e dado per colonna (5181-8130), o dado di fermo per colonna capillare (5020-8294)
- Chiave da 1/4"

Guanti resistenti al calore (se l'iniettore è caldo)

Dal LUI:

- 1 Selezionare **Diagnostics [Diagnostica] > Diagnostic Tests [Test Diagnostici] > Inlets [Iniettori]**.
- 2 Selezionare **Split Vent Restriction Test [Test di Strozzamento sfiato dello split]**.
- 3 Seguire le istruzioni sul LUI.

Regolazione dell'offset di accensione del FID

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

- 1 Selezionare **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione] > Detector [Rilevatore]**.
- 2 Selezionare il valore di **Lit offset** per visualizzare il tastierino numerico. Utilizzare il tastierino numerico per inserire il valore desiderato .
- 3 Il valore dell'offset di accensione dovrebbe essere $< 2,0$ pA o inferiore alla normale uscita del FID acceso.
- 4 Selezionare **Apply [Applica]** per salvare le modifiche.

Verifica dell'accensione della fiamma del FID

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

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

Se la fiamma non si accende, procedere come segue:

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

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

AVVERTENZA

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

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

Misurazione della corrente di dispersione del FID

- 1 Caricare il metodo analitico.
 - Controllare che i flussi siano adatti all'accensione.
 - Riscaldare il rivelatore fino alla temperatura di funzionamento oppure a 300 °C.
- 2 Spegnerne la fiamma del FID.
- 3 Controllare che l'elettrometro del FID sia acceso.
- 4 Selezionare **Method [Metodo] > Detectors [Rilevatori]** , quindi scorrere fino a visualizzare l'opzione **Detector Specifics [Specifiche rilevatori]**.
- 5 Controllare che l'uscita sia stabile e < 1.0 pA.

Se l'uscita è instabile o > 1.0 pA, spegnere il GC e controllare che le parti superiori del FID siano state montate correttamente e non siano state contaminate. Se la contaminazione è limitata al rivelatore, degassare il FID.
- 6 Accendere la fiamma.

Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID

- 1 Con la colonna installata, caricare il metodo di prova.
- 2 Impostare la temperatura del forno a 35 °C.
- 3 Selezionare **Method [Metodo] > Detectors [Rilevatori]** , quindi scorrere fino a visualizzare l'opzione **Detector Specifics [Specifiche rilevatori]**.
- 4 Quando la fiamma è accesa e il GC è pronto, controllare che l'uscita sia stabile e < 20 pA (l'operazione può richiedere tempo).
- 5 Se l'uscita non è stabile o > 20 pA, il sistema o il gas può essere contaminato. Se la contaminazione è limitata al rivelatore, degassare il FID.

Isolamento della causa del rumore del FID

Il rumore del FID dipende da fattori meccanici, elettrici e chimici. Il rumore FID può essere un parametro soggettivo. Il rumore nella linea di base del FID spesso è percepito in base allo storico di un dato rivelatore o al confronto con un altro rivelatore presente in laboratorio. Per una corretta diagnosi del rumore è importante valutare il rumore del rivelatore in condizioni documentate rispetto a uno standard noto. Per informazioni più dettagliate sul rumore, consultare la sezione **"Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base"** a pagina 50.

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

Isolamento della causa del rumore del FID:

- 1 Se il test del rumore ha esito negativo, rimuovere la colonna e rivalutare il rumore del rivelatore con il FID tappato e ri-acceso, utilizzando solo gas rivelatori H₂/aria e di makeup. Se il test ha esito positivo, presumere la contaminazione della colonna / gas di trasporto.
- 2 Se il test del rumore ha esito negativo senza colonna installata, ripetere il test del rumore con solo H₂ e aria, impostando la portata di makeup su "Off". Se il test ha esito positivo, presumere la contaminazione del gas di makeup.
- 3 Se il test del rumore continua a fallire, vedere **Misurazione della corrente di dispersione del FID**.
- 4 Se il test di tenuta non riesce, sostituire o pulire il collettore e gli isolanti PTFE, l'interconnessione con molla e/o l'intero gruppo FID dell'elettrometro.
- 5 Se il test della corrente di dispersione viene superato, presumere la contaminazione di un ugello o delle mandate di H₂ o del gas rivelatore di aria (gas, tubazioni, trappole) soprattutto se lo sfondo del rivelatore quando acceso è > 20 pA.

Misurazione della corrente di dispersione del NPD

- 1 Caricare il metodo analitico.
- 2 Impostare il valore di **Regolazione offset NPD** su **Off** e spegnere l'elemento attivo.
 - Lasciare NPD alla temperatura operativa.
 - Lasciare i flussi attivi o inattivi.
- 3 Selezionare **Method [Metodo] > Detectors [Rilevatori]** , quindi scorrere fino a visualizzare l'opzione **Detector Specifics [Specifiche rilevatori]**.
- 4 Controllare che l'uscita (corrente di dispersione) sia stabile e $< 1.0 \text{ pA}$.
- 5 L'uscita dovrebbe scendere lentamente verso 0.0 pA e dovrebbe stabilizzarsi nell'ordine dei decimi di picoampere. Una corrente $> 2.0 \text{ pA}$ indica la presenza di un problema.

Verifica di un ugello ostruito del FID

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

Verifica di un ugello ostruito del FID:

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

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

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

Verifica di un ugello ostruito del NPD

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

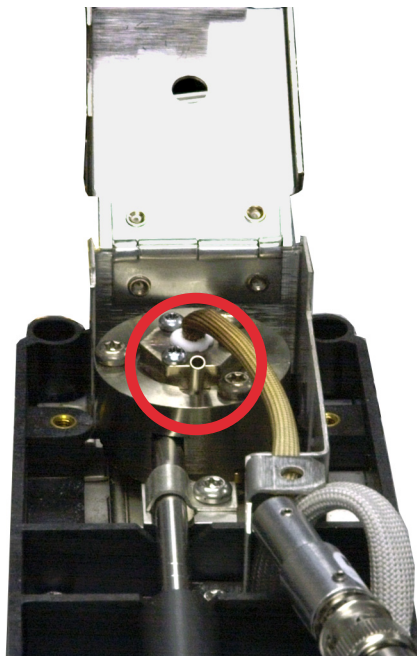
Per verificare la presenza di un ugello ostruito del NPD, misurare i flussi effettivi di idrogeno e di makeup. (vedere **Misurazione dei flussi NPD**.) Se i flussi sono inferiori ai valori indicati, sostituire l'ugello.

Verifica dell'accensione dell'elemento attivo del NPD

AVVERTENZA

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

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



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

Verifica dell'accensione della fiamma dell'FPD+

Per verificare che la fiamma dell'FPD+ sia accesa:

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

Regolazione dell'offset di accensione dell'FPD+

Per regolare **Lit offset** di FPD+:

- 1 Selezionare **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione] > Detector [Rilevatore]**.
- 2 Selezionare il valore di **Lit offset** per visualizzare il tastierino numerico. Utilizzare il tastierino numerico per inserire il valore desiderato .
- 3 Il valore dell'offset di accensione dovrebbe essere $< 2,0$ pA o inferiore alla normale uscita del FPD+ acceso.
- 4 Selezionare **Apply [Applica]** per salvare le modifiche.

Quando sostituire i purificatori di gas

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

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

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

Come ignorare lo stato di pronto del dispositivo

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

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

Per ignorare lo stato di un dispositivo:

- 1 Disattivare il riscaldatore e i flussi del gas del dispositivo ove applicabile. (Assicurarsi che tale operazione non sia motivo di pericolo per la sicurezza.)
- 2 Selezionare **Settings [Impostazioni] > Configuration [Configurazione]**, quindi selezionare l'elemento.
- 3 Deselezionare la casella **Enable [Abilita]** nel campo **Readiness [Stato di Pronto]**.

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

ATTENZIONE

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

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

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

