

Cromatógrafo a Gás Série 8890 Agilent

## Solução de problemas



## Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Nenhuma parte deste material pode ser reproduzida de qualquer forma ou por qualquer meio (incluindo armazenamento e recuperação eletrônica ou a tradução para outro idioma) sem autorização prévia por escrito da Agilent Technologies, Inc. de acordo com as leis de direitos autorais americanas e internacionais.

### Nº de peça do manual

G3540-99015

### Edição

Primeira edição, janeiro de 2019

Impresso nos EUA

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

### Garantia

O material contido neste documento é fornecido "no estado em que se encontra" e está sujeito a alterações, sem aviso prévio em edições futuras. Além disso, com o máximo rigor permitido pelas leis aplicáveis, a Agilent isenta-se de responsabilidade em relação a garantias, expressas ou implícitas, em relação a este manual e a qualquer informação contida nele, incluindo mas não limitado as garantias implícitas de adequação comercial e adequação a um propósito específico. A Agilent não será responsável por erros ou por danos incidentais ou consequenciais relacionados ao fornecimento, ao uso ou ao desempenho deste documento ou de qualquer informação nele contida. Se a Agilent e o usuário possuírem um acordo por escrito em separado com os termos de garantia cobrindo o material neste documento que entrem em conflito com esses termos, os termos de garantia do documento em separado prevalecerão.

### Avisos de segurança

#### CUIDADO

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

#### AVISO

Um AVISO representa um perigo. Ele chama a atenção para uma prática, um procedimento operacional ou similares que, se não forem seguidos corretamente poderão resultar em lesões pessoais ou fatais. Não prossiga após uma indicação de AVISO até que as condições indicadas tenham sido totalmente compreendidas e atendidas.

# Índice

## 1 Conceitos e Tarefas Gerais

|                                                                              |    |
|------------------------------------------------------------------------------|----|
| Conceitos                                                                    | 10 |
| Como solucionar problemas com este manual                                    | 10 |
| Usar os Recursos de Diagnóstico do GC                                        | 10 |
| Sistemas que Incluem Outros Instrumentos                                     | 11 |
| Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados                | 12 |
| Configuração do injetor e do detector                                        | 12 |
| Configuração da coluna                                                       | 12 |
| Configuração do Amostrador Automático de Líquidos                            | 13 |
| Configuração do gás                                                          | 13 |
| Ver o Log de Corridas, o Log de Manutenção e o Log de Sistema                | 14 |
| Registro de corridas                                                         | 14 |
| Registro de manutenção                                                       | 14 |
| Log do Sistema                                                               | 14 |
| Informações a serem Fornecidas ao Entrar em Contato com o Suporte da Agilent | 15 |

## 2 Sintomas do ALS e do detector

|                                                                 |    |
|-----------------------------------------------------------------|----|
| Erros no êmbolo                                                 | 18 |
| Procedimento                                                    | 18 |
| Vial manipulado incorretamente pelo ALS (7693A)                 | 19 |
| Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7693A/7650A     | 21 |
| A agulha da seringa entorta durante a injeção no injetor        | 22 |
| O NPD falha no teste de vazamento de corrente                   | 23 |
| O FID falha no teste de linha de base                           | 24 |
| O FID não acende                                                | 25 |
| O ignitor do FID não acende durante a sequência de ignição      | 26 |
| Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do ignitor | 28 |
| O FPD+ Não Acende                                               | 29 |
| Falha no processo de ajuste do offset do NPD                    | 31 |
| A Pérola do NPD não acende                                      | 32 |
| A Temperatura do FPD+ Não Fica Pronta                           | 33 |
| Desligamento do dispositivo (causado por falha)                 | 34 |

### 3 Sintomas cromatográficos

|                                                                             |    |
|-----------------------------------------------------------------------------|----|
| Não é possível reproduzir os tempos de retenção                             | 37 |
| Não é possível reproduzir as áreas dos picos                                | 38 |
| Contaminação ou Carryover                                                   | 39 |
| Isole a fonte                                                               | 39 |
| Verifique as causas possíveis — todas as combinações de injetor e detector. | 39 |
| Picos maiores do que o esperado                                             | 41 |
| Picos não exibidos/Sem picos                                                | 42 |
| Aumento da Linha de Base Durante uma Programação de Temperatura do Forno    | 44 |
| Baixa resolução de pico                                                     | 45 |
| Pico com Calda                                                              | 46 |
| Pico com cauda do NPD                                                       | 47 |
| Ponto de Ebulição do Pico ou Baixa Discriminação de Peso Molecular          | 48 |
| Para qualquer operação do injetor em modo com divisão com qualquer detector | 48 |
| Para qualquer operação de injetor em modo sem divisão com qualquer detector | 48 |
| Decomposição de amostra no injetor/Picos ausentes                           | 49 |
| Pico frontal                                                                | 50 |
| Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base       | 51 |
| Linha de base com ruído                                                     | 51 |
| Wander e Drift da linha de base                                             | 53 |
| Spikes na linha de base                                                     | 53 |
| Ruído e Sensibilidade no Detector de Captura de Elétron (ECD)               | 55 |
| Avaliação do sinal exibido                                                  | 55 |
| Sensibilidade                                                               | 57 |
| Contaminação (linha de base alta)                                           | 58 |
| Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade)                          | 59 |
| Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID                       | 60 |
| A chama do FID se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente       | 61 |
| Saída de linha de base do FID acima de 20 pA                                | 62 |
| Saída de linha de base do FID no máximo (~8 milhões)                        | 63 |
| A Chama do FPD+ se Apaga Durante uma Corrida e Tenta a Reignição            | 64 |
| Dissipação/repetibilidade de FPD+                                           | 65 |
| A Saída do FPD+ é Muito Alta ou Muito Baixa                                 | 66 |

|                                                                                                         |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Áreas de Pico Baixas do FPD+                                                                            | 67 |
| Largura de Pico do FPD+ a Meia Altura                                                                   | 68 |
| Saída de Linha de Base do FPD+, > 20 pA                                                                 | 69 |
| Saída Cromatográfica do FPD+ Exibindo Picos Cortados                                                    | 70 |
| Dissipação de solvente do NPD                                                                           | 71 |
| Resposta baixa do NPD                                                                                   | 72 |
| Saída de linha de base do NPD > 8 milhões                                                               | 73 |
| O processo de ajuste do offset do NPD não funciona corretamente                                         | 74 |
| Seletividade baixa do NPD                                                                               | 75 |
| Picos negativos vistos com o TCD                                                                        | 76 |
| A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal amortecido (linha de base oscilante) | 77 |
| Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda                                                      | 78 |

#### 4 Sintomas da Falta de Prontidão do GC

|                                                                                                         |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| O GC nunca fica pronto                                                                                  | 80 |
| O fluxo nunca está pronto                                                                               | 81 |
| A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente                                         | 82 |
| O forno nunca aquece                                                                                    | 83 |
| A temperatura nunca está pronta                                                                         | 84 |
| Não é possível definir um fluxo ou pressão                                                              | 85 |
| Um Gás Não Atinge o Valor Ajustado ou a Pressão do Setpoint ou o Fluxo                                  | 86 |
| Um Gás Excede o Setpoint de Pressão ou o Fluxo                                                          | 87 |
| O fluxo ou a pressão do injetor flutuam                                                                 | 88 |
| Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o setpoint em um injetor com divisor                   | 89 |
| O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido                                                   | 90 |
| O FID não acende                                                                                        | 91 |
| O ignitor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição                                  | 92 |
| Os fluxos de gás auxiliar (Makeup) e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do setpoint | 94 |
| Falha no processo de ajuste do offset do NPD                                                            | 95 |
| O FPD+ Não Acende                                                                                       | 96 |

|                               |    |
|-------------------------------|----|
| A válvula não está pronta     | 98 |
| Válvulas externas             | 98 |
| Válvulas de amostragem de gás | 98 |
| Válvula de multiposição       | 98 |

## 5 Sintomas de desligamento

|                                                                |     |
|----------------------------------------------------------------|-----|
| Desligamento de coluna                                         | 100 |
| Desligamentos de hidrogênio                                    | 101 |
| Hidrogênio utilizado em injetores e fluxos de gases auxiliares | 101 |
| Sensor de Hidrogênio                                           | 102 |
| Desligamentos de ar do detector                                | 103 |
| Desligamento do MS                                             | 104 |
| Limpar um desligamento do MS                                   | 105 |
| Depois de resolver o desligamento do MS                        | 105 |
| Desligamentos térmicos                                         | 106 |

## 6 Solução de Problemas do Sistema Eletrônico na Inicialização do GC e Sintomas de Comunicação

|                                                            |     |
|------------------------------------------------------------|-----|
| O GC não liga                                              | 108 |
| O PC não consegue se comunicar com o GC                    | 109 |
| O GC não consegue se comunicar com um MS ou HS configurado | 110 |
| O GC liga, mas para durante a inicialização (autoteste)    | 111 |

## 7 Verificação de Vazamento

|                                                                      |     |
|----------------------------------------------------------------------|-----|
| Dicas para a Verificação de Vazamento                                | 116 |
| Para verificar se há vazamentos externos                             | 117 |
| Para verificar se há vazamentos no GC                                | 119 |
| Vazamentos nas Conexões de Fluxo Capilar                             | 120 |
| Para realizar uma verificação de vazamento na entrada                | 121 |
| Realizar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão                   | 122 |
| Realizar um teste de queda de pressão do injetor na IUL              | 122 |
| Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Split/splitless | 124 |
| Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor               | 126 |
| Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Multimodo       | 127 |
| Não é possível atingir o ponto de ajuste da pressão                  | 127 |
| Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim                           | 129 |

|                                                                                          |     |
|------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Corrigir Vazamentos em um Injetor Multimodo                                              | 130 |
| Ao Executar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão em um Injetor com Purga/Empacotado | 131 |
| Corrigir Vazamentos no Injetor Empacotado com Purga                                      | 132 |
| Para corrigir vazamentos em Injetores On-Column                                          | 133 |
| Corrigir Vazamentos no Injetor do PTV                                                    | 134 |
| Corrigir Vazamentos na Interface Volátil                                                 | 135 |

## 8 Tarefas de solução de problemas

|                                                                                |     |
|--------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Para medir um fluxo na coluna                                                  | 138 |
| Medir o fluxo da coluna do FID, TCD, ECD e FPD+                                | 138 |
| Medição do fluxo de coluna no NPD                                              | 140 |
| Para medir o fluxo da tubulação de saída do divisor ou de purga do septo       | 142 |
| Para medir um fluxo do detector                                                | 144 |
| Medir os fluxos do FID, TCD, ECD e FPD+                                        | 144 |
| Medição dos fluxos de NPD                                                      | 146 |
| Para realizar o autoteste do GC                                                | 148 |
| Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação com divisor | 149 |
| Executar o Teste de Restrição do Split Vent                                    | 150 |
| Para ajustar o desvio de ignição do FID                                        | 151 |
| Para verificar se a chama do FID está acesa                                    | 152 |
| Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição       | 153 |
| Para medir o vazamento de corrente do FID                                      | 154 |
| Para medir a saída de linha de base do FID                                     | 155 |
| Para Isolar a Causa do Ruído do FID                                            | 156 |
| Medir a Corrente de Fuga no NPD                                                | 157 |
| Para verificar se um jet do FID está obstruído                                 | 158 |
| Para verificar se um jet de NPD está obstruído                                 | 159 |
| Para verificar se a pérola do NPD está acesa                                   | 160 |
| Verificar se a Chama do FPD+ está Acesa                                        | 161 |
| Ajustar o Lit Offset do FPD+                                                   | 162 |
| Quando é Hora de Trocar os Purificadores de Gás                                | 163 |
| Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo                           | 164 |





# Conceitos e Tarefas Gerais

Conceitos 10

Sistemas que Incluem Outros Instrumentos 11

Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados 12

Ver o Log de Corridas, o Log de Manutenção e o Log de Sistema 14

Informações a serem Fornecidas ao Entrar em Contato com o Suporte da Agilent 15

# Conceitos

Este manual fornece listas de sintomas e as tarefas correspondentes a serem realizadas em caso de erros associados ao hardware do GC ou à saída cromatográfica, a mensagens GC Não Pronto e a outros problemas.

Cada seção descreve um problema e oferece uma lista de causas possíveis a serem investigadas. Estas listas não foram criadas para uso no desenvolvimento de novos métodos. Prossiga com a solução de problemas na hipótese de que os métodos estejam funcionando corretamente.

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

## Como solucionar problemas com este manual

As etapas a seguir devem ser usadas como uma abordagem geral para a solução de problemas:

- 1 Observe os sintomas do problema.
- 2 Procure pelos sintomas neste manual usando o Índice ou utilize a ferramenta **Pesquisar**. Verifique a lista de causas possíveis do sintoma.
- 3 Verifique todas as causas possíveis ou execute um teste que restrinja a lista de causas possíveis, até que o sintoma seja resolvido.

## Usar os Recursos de Diagnóstico do GC

A tela de toque e a IU do navegador contêm telas iniciais  que exibem as temperaturas atuais, os fluxos e dados similares, dentre eles, gráficos de sinais de saída ou de outros sinais úteis na solução de problemas.

Além disso:

- Acesse Diagnósticos para ver os problemas detectados pelo GC. Para alguns problemas, o GC pode fornecer solução de problemas automática. O GC também fornece diversos testes de diagnóstico automatizados, disponíveis em Diagnósticos > Testes de Diagnóstico.
- O Relatório de Integridade do Sistema disponível na guia Diagnósticos relaciona o estado atual de todos os componentes do GC e também contém informações necessárias ao entrar em contato com a Agilent para receber suporte (versão de firmware do instrumento, número de série, etc.). O relatório também relaciona os resultados mais recentes do autodiagnóstico.
- Acesse Logs para visualizar o Log de Corridas e o Log do Sistema.

## Sistemas que Incluem Outros Instrumentos

Quando configurados com outros instrumentos que suportam comunicações aprimoradas, como o MSD 5977, o MS Triplo Quadrupolo 7000C e o Amostrador Headspace 7697, o GC 8890 e os instrumentos configurados interagem diretamente uns com os outros. Além de simplesmente enviarem comandos para iniciar corridas e informações gerais de status (pronto e não pronto), os instrumentos alteram suas configurações com base no status um do outro. Por exemplo:

- Um desligamento do GC pode fazer com que o MSD se desligue ou se proteja.
- Iniciar o Vent no MS provoca alterações no GC para que ele ofereça suporte ao processo de vent.
- Um desligamento do MS pode fazer com que o GC altere suas próprias configurações para se proteger e proteger o MS.
- A perda de comunicação entre os instrumentos pode provocar alterações em um ou em ambos os instrumentos.
- O ciclo de suspensão/despertar do GC dispara o ciclo de suspensão/despertar do MS e do HS (se disponível).
- Um amostrador headspace configurado determina seu tempo com base no método carregado do GC.

Por conta dessa interação, sempre confira as exibições de todos os instrumentos e do sistema de dados para conhecer o status completo do sistema. Em geral, a exibição do GC apresentará mensagens de status do instrumento configurado, bem como suas próprias mensagens.

## Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados

Alguns itens configuráveis do GC devem ser mantidos sempre atualizados. Do contrário, podem ocorrer redução na sensibilidade, erros cromatográficos e possíveis problemas de segurança.

Se o acessório opcional de Leitor de Código de Barras G3494A ou G3494B estiver presente, você pode digitalizar diretamente os dados das peças (informações sobre a coluna, o liner e a seringa do ALS) no GC sem ter de digitá-los no GC usando o teclado.

### Configuração do injetor e do detector

Ao trocar um método por outro, não se esqueça de considerar se as peças consumíveis do injetor e do detector precisam ser trocadas também. Não instalar peças consumíveis apropriadas pode levar a resultados inesperados.

**Liners:** A escolha apropriada do tipo de liner varia dependendo do tipo de injetor do GC, por exemplo, modosplit versus modo splitless, e da análise.

**Filtros FPD+:** Para funcionarem adequadamente, os filtros FPD+ requerem fluxos de gás diferentes. Defina o fluxo de acordo com o filtro FPD+ instalado (fósforo vs. enxofre) e certifique-se de que filtro correto esteja instalado.

### Configuração da coluna

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

## Configuração do Amostrador Automático de Líquidos

Mantenha atualizada a configuração do Amostrador Automático de Líquidos (ALS) para garantir a operação correta. Os itens do ALS que devem ser mantidos atualizados incluem a posição do injetor, o tamanho da seringa instalada e o uso de frascos de solvente e descarte.

## Configuração do gás

### AVISO

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

Reconfigure o GC todas as vezes em que o tipo do gás for alterado. Se o GC estiver configurado para outro gás diferente do usado no momento, taxas de fluxo incorretas serão obtidas.

Para verificar o tipo de gás configurado para determinado componentes, acesse **Parâmetros > Configuração** e, em seguida, selecione o componente desejado (o injetor ou detector, por exemplo).

# Ver o Log de Corridas, o Log de Manutenção e o Log de Sistema

O GC armazena os logs de eventos internos. Use esses logs para solucionar problemas, especialmente quando mensagens deixam de aparecer no visor.

Para acessar os logs, acesse **Logs** e selecione **Log de Corridas**, **Log de Sistema** ou **Log de Manutenção**.

## Registro de corridas

Para cada corrida, o log de operações registra desvios do método planejado. O log é sobrescrito no início de cada corrida. As informações do log de operações podem ser usadas para os padrões das práticas de laboratório recomendadas (GLP) e podem ser carregadas para um sistema de dados Agilent.

## Registro de manutenção

O registro de manutenção contém uma entrada para cada vez em que um feedback de manutenção antecipada é atingido, redefinido ou alterado. O log registra detalhes como o item do contador, o valor do contador, o novo valor do contador e se o contador foi ou não redefinido (indicando uma substituição de peça). O log de manutenção também contém entradas para todas as vezes que a manutenção automatizada for realizada e para qualquer condição encontrada pelo autodiagnóstico do instrumento.

## Log do Sistema

O log do sistema registra eventos como desligamentos, alertas, falhas e alterações de estado do GC (início de corrida, parada de corrida, etc.), que ocorrem durante a operação do GC. O Log do Sistema contém entradas para a inicialização do sistema, as atualizações de firmware e as sequências.

## Informações a serem Fornecidas ao Entrar em Contato com o Suporte da Agilent

Se possível, gere um Relatório de Integridade do Sistema usando a IU do Navegador. Esse relatório contém a maioria das informações listadas abaixo.

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

- Sintomas
- Descrição do problema
- Hardware instalado e parâmetros / configurações no momento em que o erro ocorreu (amostra, tipo de gás de suprimento, taxas de fluxo de gás, detectores / injetores instalados etc.)
- Quaisquer mensagens exibidas
- Os resultados de testes de solução de problemas que você tenha realizado
- Detalhes do instrumento. Obtenha as seguintes informações:
  - O número de série do GC, encontrado no canto inferior direito do GC.
  - A revisão do firmware do GC localizada em **Parâmetros > Sobre**
  - A configuração de energia do GC (localizada em uma etiqueta na parte inferior da parte posterior do GC)



- Configuração do forno (aquecimento rápido ou lento)

Para ver os telefones de contato de serviço/suporte, visite o site da Agilent em [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem).





|                                                                 |    |
|-----------------------------------------------------------------|----|
| Erros no êmbolo                                                 | 18 |
| Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7693A/7650A     | 21 |
| A agulha da seringa entorta durante a injeção no injetor        | 22 |
| O NPD falha no teste de vazamento de corrente                   | 23 |
| O FID falha no teste de linha de base                           | 24 |
| O FID não acende                                                | 25 |
| O ignitor do FID não acende durante a sequência de ignição      | 26 |
| Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do ignitor | 28 |
| O FPD+ Não Acende                                               | 29 |
| Falha no processo de ajuste do offset do NPD                    | 31 |
| 31                                                              |    |
| A Pérola do NPD não acende                                      | 32 |
| Desligamento do dispositivo (causado por falha)                 | 34 |

## Erros no êmbolo

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

- O êmbolo da seringa está preso ou não está conectado de maneira firme ao motor que movimenta o êmbolo.
- O solenoide do êmbolo está emperrando.
- O Encoder do motor do êmbolo está inoperante.
- O mecanismo de movimentação do êmbolo do injetor automático não está se movendo.
- O êmbolo não está se movendo livremente em razão de resíduos de amostras ou desgaste. Instale uma nova seringa, certificando-se de preparar a seringa com solvente antes da instalação.

## Procedimento

- 1 Remova a seringa e verifique se há emperramento ou resistência na movimentação do êmbolo.
- 2 Substitua a seringa, se necessário. Consulte a documento do **7693A** ou **7650A**, conforme aplicável.
- 3 Verifique a viscosidade da amostra em relação ao parâmetro de viscosidade.
- 4 Redefina o parâmetro de viscosidade, se necessário.
- 5 Reinicie a sequência.

## Vial manipulado incorretamente pelo ALS (7693A)

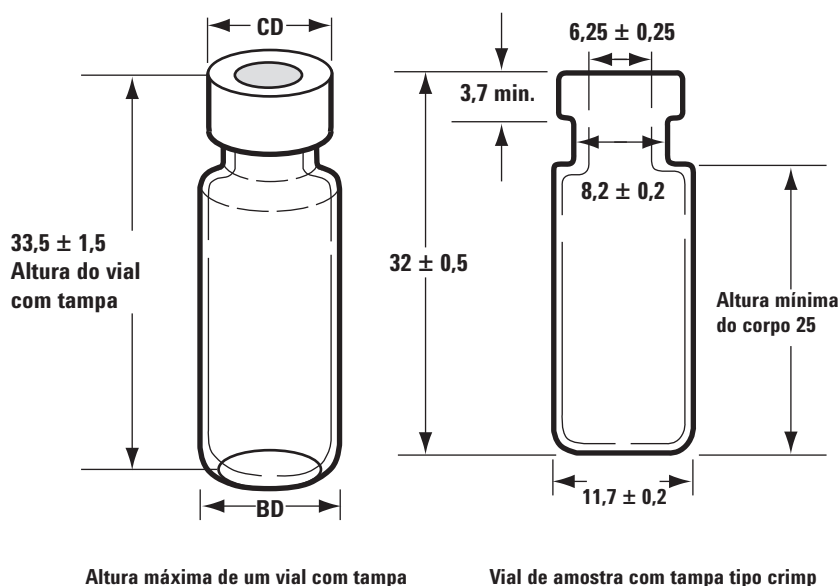
Consulte a **documentação de operação do amostrador** para obter mais informações.

Ao encontrar um vial de amostra manipulado incorretamente, faça o seguinte:

- Verifique se há dobras ou rugas no bloqueio, especialmente próximo ao pescoço do vial de amostra.
- Use vial de amostras recomendados pela Agilent.

A figura abaixo mostra as dimensões críticas para vial de amostras e inserts de microvial que serão utilizados com o sistema 7693A ALS. Essas dimensões não substituem um conjunto completo de especificações.

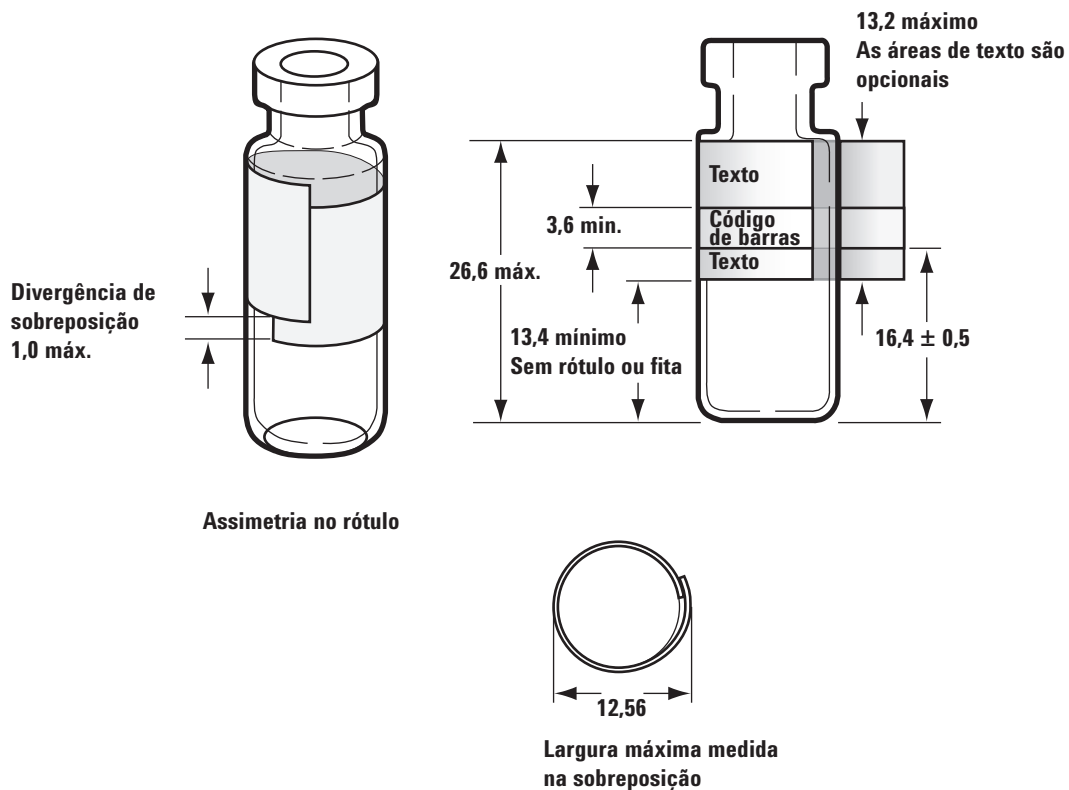
**Diâmetro do Corpo (BD) =  $11,7 \pm 0,2$**   
**Diâmetro da Tampa (CD) =  $BD \times 1,03$  máximo**  
**Todas as dimensões estão em milímetros**



- Verifique se o carrossel de amostragem está instalada se estiver usando uma bandeja G4514A.
- Confira as etiquetas das amostras (se for o caso).
  - Confira se o tamanho deles está correto.
  - Verifique se as etiquetas não interferem na garra.

Os vials estão disponíveis com um ponto para fácil marcação. Se você optar por fazer e aplicar suas próprias etiquetas, a Agilent Technologies recomenda o posicionamento e a espessura máxima da etiqueta mostrados na figura abaixo.

**Todas as dimensões estão em milímetros**



- Verifique se os suportes para vial da bandeja estão limpos e presos à base da bandeja.
- Calibre o sistema.

## Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7693A/7650A

Se a luz do modo de alinhamento estiver acesa, primeiro verifique se a torre está adequadamente instalada. Depois, faça o procedimento de alinhamento conforme descrito no manual Instalação, Operação e Manutenção do Amostrador Automático de Líquidos 7693A ou no manual Instalação, Operação e Manutenção do Amostrador Automático de Líquidos 7650A.

## A agulha da seringa entorta durante a injeção no injetor

### AVISO

**Ao solucionar problemas com o amostrador, não toque na agulha da seringa. A agulha é afiada e pode conter produtos químicos perigosos.**

Consulte a documentação do ALS para mais informações.

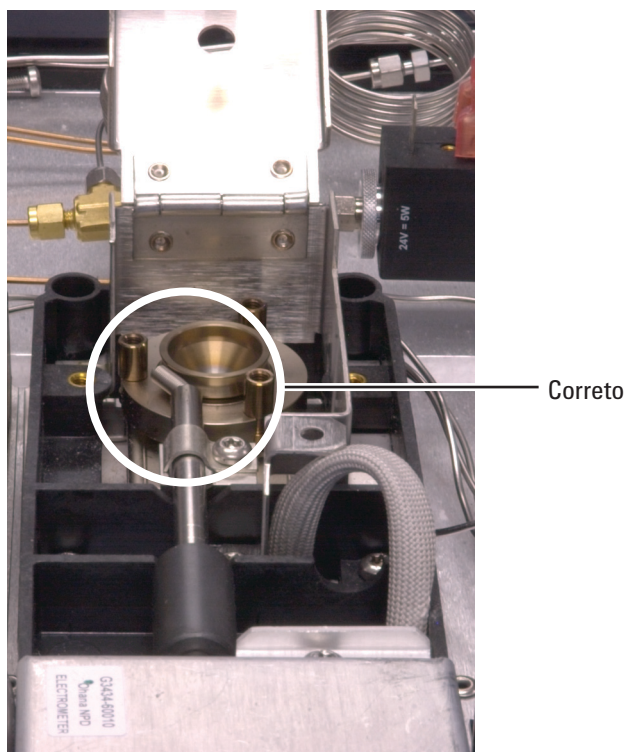
- Verifique se a porca do septo do GC não está apertada demais.
- Verifique se a seringa está instalada corretamente no carro.
- Verifique se o suporte e a guia da agulha estão limpos. Remova eventuais resíduos ou depósitos no septo. Instale um novo pé de suporte da agulha, se necessário.
- Ao usar injetores On-Column, verifique se o insert correto para a seringa foi instalado.
- Confira se a seringa correta está sendo usada. O comprimento combinado do corpo da seringa e da agulha deve ser de aproximadamente 126,5 mm.
- Confira se as dimensões do vial de amostra atendem às especificações. Consulte "**Vial manipulado incorretamente pelo ALS (7693A)**".
- Verifique se o bloqueio do vial está instalado corretamente. Consulte a documentação do amostrador.

## O NPD falha no teste de vazamento de corrente

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

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

- 1 Substitua os isoladores de cerâmica. Teste novamente.
- 2 Desative a pérola e verifique a saída (corrente de fuga).
- 3 Remova a pérola e armazene-a em um local seguro.
- 4 Remova os três parafusos que fixam a tampa em seu lugar, depois remova a tampa.
- 5 Examine a mola de interconexão. Certifique-se de que a mola de interconexão não esteja danificada, dobrada ou suja. A mola de interconexão deve tocar a parte inferior do coletor.



- 6 Se a mola de interconexão não estiver danificada ou suja, e o sinal de saída do detector ainda estiver alto, entre em contato com a Agilent para fins de manutenção.

## O FID falha no teste de linha de base

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

Se o FID falhar no teste de linha de base:

- Verifique a pureza e a qualidade do gás.
- Substitua armadilhas químicas que estejam sujas/gastas.
- Faça o bakeout do detector.



## O FID não acende

- Verifique se o Lit Offset está em  $\leq 2,0$  pA.
- Certifique-se de que a temperatura do FID seja alta o bastante para a ignição ( $>150$  °C). A Agilent recomenda  $>300$  °C.
- Confira se o ignitor do FID fica incandescente durante a sequência de ignição. (Consulte **“Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição”** na página 153.)
- Tente aumentar as pressões de suprimento ao módulo de fluxo do FID. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.
- Aumente a vazão de hidrogênio e diminua ou desligue a vazão de gás auxiliar (make-up) até que a ignição ocorra, depois reduza-as conforme os valores do método. Experimente até encontrar os melhores valores.

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

- Confira se há um jet obstruído ou parcialmente obstruído. (Consulte **“Para verificar se um jet do FID está obstruído”** na página 158.)
- Meça as taxas de fluxo do FID. As taxas de fluxo reais devem estar entre  $\pm 10\%$  do ponto de ajuste. (Consulte as condições de Inicialização do FID no manual de Operação do 8890.) A taxa de hidrogênio:ar causa grande impacto na ignição. As configurações não ideais de fluxo podem impedir a ignição da chama (Consulte **“Para medir um fluxo do detector”** na página 144.)
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Grandes vazamentos resultam em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente a conexão da coluna no FID (Consulte **“Verificação de Vazamento”** na página 115).
- Verifique a taxa de fluxo da coluna. (Consulte **“Para medir um fluxo na coluna”** na página 138.) O fluxo de hidrogênio deve ser maior do que a soma do fluxo da coluna e do fluxo de gás auxiliar.
- Verifique se há vazamentos no encaixe da coluna do FID.
- Certifique-se de que a temperatura do FID seja alta o bastante para a ignição ( $>150$  °C).
- Se a análise permitir, substitua o nitrogênio por hélio como auxiliar.
-

## O ignitor do FID não acende durante a sequência de ignição

### AVISO

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

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

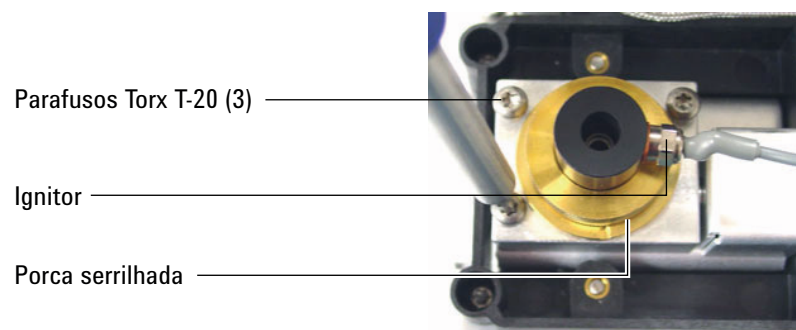


Se o teste falhar, confira estas causas possíveis:

- O ignitor pode estar com defeito; substitua o ignitor (Consulte **“Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição”** na página 153.)
- A temperatura do detector está definida como  $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ . A Agilent recomenda trabalhar com o FID a  $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- O ignitor não possui uma boa conexão ao aterramento:
  - o ignitor deve estar fortemente aparafusado no conjunto de castelo do FID.
  - Os três parafusos Torx T-20 que fixam o conjunto do coletor precisam ser apertados.
  - A porca de latão serrilhada que fixa o conjunto do castelo do FID precisa ser apertada.

## 2 Sintomas do ALS e do detector

Realize a manutenção do FID se essas peças apresentarem corrosão ou oxidação.



## Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do ignitor

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

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

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

## O FPD+ Não Acende

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

**Tabela 1 Fluxos recomendados para o FPD+**

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

- Faça a medição dos fluxos reais do detector.
- A coluna pode ter sido instalada muito alta no detector.
- Verifique se o ignitor do FPD+ funciona.
- Durante a sequência de ignição, exiba a taxa de fluxo de ar. A taxa de fluxo de ar deve chegar a 400 mL/min durante a tentativa de acendimento da chama. Do contrário, não há pressão de suprimento de ar suficiente.
- Verifique as taxas de fluxo da coluna e de gás auxiliar (Makeup).
- Certifique-se de que a condensação no tubo de ventilação não esteja pingando de volta no detector. O tubo de ventilação plástico flexível deve ir do detector até um contêiner, sem ceder, para drenar adequadamente a água condensada. Mantenha a ponta aberta do tubo fora da água do contêiner.
- Verifique o valor do **Lit offset**. O valor típico do **Lit offset** é 2,0. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acesa e desligará o detector.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Isso resulta em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos. (Consulte **"Verificação de Vazamento"** na página 115.)
- Tente aumentar as pressões de suprimento para o módulo de fluxo do FPD+. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.
- Verifique o valor do **Lit offset**. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acesa e desligará o detector.

## 2 Sintomas do ALS e do detector

- Sob determinadas condições de operação, a chama acende com mais facilidade quando o tubo de ventilação é removido. Depois de acender a chama, reinstale o tubo de ventilação.
- Confira as conexões entre cabo e acoplamento, entre acoplamento e plugue incandescente e o aperto do plugue incandescente.

## Falha no processo de ajuste do offset do NPD

- Inspeccione o jet para conferir se há obstrução.
- Faça a medição dos fluxos reais do detector. Se os fluxos de hidrogênio ou de gás auxiliar (make-up) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.
- Verifique a condição da pérola. Substitua-a, se necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. Faça uma verificação completa em todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente na conexão da coluna do detector. (Consulte **“Verificação de Vazamento”** na página 115.)

## A Pérola do NPD não acende

- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas e apropriadas.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. Verifique profundamente se há vazamentos em todo o sistema, especialmente no encaixe do adaptador/coluna do detector. (Consulte **“Verificar Vazamentos”** na página 101.)
- Verifique se há mensagens de falhas. Pressione **Diagnósticos** e verifique os logs do GC. Também é possível ler a corrente da pérola.
- Verifique a condição da pérola.
- Inspeção o jet para conferir se há obstrução. (Consulte **“Verificar se Algum Jet do FID está Obstruído”** na página 136.)
- Faça a medição dos fluxos reais do detector. (Consulte **“Medir o Fluxo do Detector”** na página 122.) Se os fluxos de hidrogênio ou de gás auxiliar (make-up) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.



## A Temperatura do FPD+ Não Fica Pronta

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

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

## Desligamento do dispositivo (causado por falha)

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

Nem todos os dispositivos podem ser ignorados. O estado de prontidão de injetores, detectores, módulos EPC ou do forno pode ser ignorado. O estado de prontidão de outros dispositivos e componentes nunca pode ser ignorado. Um exemplo são os dispositivos de injeção como uma válvula amostragem ou um amostrador automático de líquidos.

Para ignorar o status de um dispositivo:

- 1 Desligue os fluxos de gás e o aquecedor do dispositivo, conforme o caso (certifique-se de que isso não possa criar um risco de segurança).
- 2 Acesse **Parâmetros > Configuração** e, em seguida, selecione o componente e desative a **Prontidão**. A mesma tarefa pode ser realizada de um editor de método do sistema de dados.

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

### CUIDADO

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

**Não se esqueça de verificar novamente a Prontidão assim que o dispositivo for reparado. Do contrário, seu estado (temperatura, fluxo, pressão etc.) continuará sendo ignorado, mesmo se o dispositivo for usado na análise.**

|                                                                          |    |
|--------------------------------------------------------------------------|----|
| Não é possível reproduzir os tempos de retenção                          | 37 |
| Não é possível reproduzir as áreas dos picos                             | 38 |
| Contaminação ou Carryover                                                | 39 |
| Picos maiores do que o esperado                                          | 41 |
| Picos não exibidos/Sem picos                                             | 42 |
| Aumento da Linha de Base Durante uma Programação de Temperatura do Forno | 44 |
| Baixa resolução de pico                                                  | 45 |
| Pico com Calda                                                           | 46 |
| Ponto de Ebulição do Pico ou Baixa Discriminação de Peso Molecular       | 48 |
| Decomposição de amostra no injetor/Picos ausentes                        | 49 |
| Pico frontal                                                             | 50 |
| Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base    | 51 |
| Ruído e Sensibilidade no Detector de Captura de Elétron (ECD)            | 55 |
| Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade)                       | 59 |
| A chama do FID se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente    | 61 |
| Saída de linha de base do FID acima de 20 pA                             | 62 |
| Saída de linha de base do FID no máximo (~8 milhões)                     | 63 |
| A Chama do FPD+ se Apaga Durante uma Corrida e Tenta a Reignição         | 64 |
| Dissipação/repetibilidade de FPD+                                        | 65 |
| A Saída do FPD+ é Muito Alta ou Muito Baixa                              | 66 |
| Áreas de Pico Baixas do FPD+                                             | 67 |
| Largura de Pico do FPD+ a Meia Altura                                    | 68 |
| Saída de Linha de Base do FPD+, > 20 pA                                  | 69 |
| Saída Cromatográfica do FPD+ Exibindo Picos Cortados                     | 70 |
| Dissipação de solvente do NPD                                            | 71 |
| Resposta baixa do NPD                                                    | 72 |
| Saída de linha de base do NPD > 8 milhões                                | 73 |
| O processo de ajuste do offset do NPD não funciona corretamente          | 74 |
| Seletividade baixa do NPD                                                | 75 |
| Picos negativos vistos com o TCD                                         | 76 |

### 3 Sintomas cromatográficos

A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal amortecido (linha de base oscilante) 77

Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda 78

## Não é possível reproduzir os tempos de retenção

- Substitua o septo.
- Verifique se há vazamentos no injetor, no liner (se for o caso) e na conexão da coluna. (Consulte "**Verificação de Vazamento**".)
  - "**Para realizar uma verificação de vazamento na entrada**" na página 121
  - "**Realizar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão**" na página 122
- Verifique se há pressão suficiente no suprimento de gás de arraste. A pressão fornecida ao GC deve ser pelo menos 40 kPa (10 psi) maior do que a pressão máxima de entrada exigida na temperatura final do forno.
- Execute replicatas de padrões conhecidos para averiguar o problema.
- Verifique se o tipo correto de liner está sendo usado para a amostra injetada.
- Leve em consideração se esta é a primeira corrida. (O GC se estabilizou?)
- Se estiver usando FID ou NPD e os tempos de retenção aumentarem (drift), confira se há contaminação do jet ou troque o jet.

## Não é possível reproduzir as áreas dos picos

Verifique a operação da seringa do ALS. (Consulte a seção Solução de problemas do manual do usuário do amostrador)

- Substitua a seringa.
- Verifique se há vazamentos no injetor, no liner (se for o caso) e na conexão da coluna. (Consulte "**Verificação de Vazamento**".)
- Verifique o nível de amostra nos vial.
- Execute replicatas de padrões conhecidos para averiguar o problema.
- Leve em consideração se esta é a primeira corrida. (O GC se estabilizou?)

Para uma injetor multimodo ou com/sem divisor no modo com divisor, verifique também:

- uma restrição anormal na tubulação de saída do divisor Consulte **Executar o Teste de Restrição do Split Vent**
- Para solucionar pequenos vazamentos em um injetor multimodo ou split/splitless, consulte **Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Split/splitless** ou **Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Multimodo**.

## Contaminação ou Carryover

Se a saída (output) tiver contaminação ou picos inesperados:

### Isole a fonte

- 1 Faça uma execução em branco com solvente usando uma fonte de solvente nova e pura. Se a contaminação desaparecer, o problema poderá estar na amostra ou no solvente.
- 2 Realize uma corrida em branco (remova a seringa do injetor e inicie uma corrida). Se a contaminação desaparecer, o problema está na seringa.
- 3 Remova a coluna do detector e bloqueie as conexões do detector. Realize outra corrida em branco. Se a contaminação desaparecer, o problema está no injetor ou na coluna. Se a contaminação permanecer, o problema está no detector.

### Verifique as causas possíveis — todas as combinações de injetor e detector.

#### **Injetor, amostrador, amostra, suprimento de gás**

- Verifique o tipo e a instalação do septo. O septo do vial pode estar se dissolvendo na amostra. Certifique-se de que o septo do vial seja resistente o suficiente para o solvente que você está usando. Também assegure-se de que o septo do vial seja plano. Se ele não for plano, a agulha tenderá a arrancar o septo e derrubar pedaços na amostra, causando contaminação e picos fantasmas.
- Realize a manutenção completa do injetor: substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout do injetor.
- Verifique se há resquícios de amostras de corridas anteriores. Faça várias corridas em branco sem injeção e veja se os picos fantasma somem ou diminuem.
- Verifique o fluxo de purga do septo. Se ele estiver baixo demais, o septo pode estar contaminado ou pode haver condensação na linha de purga. Para injetores SS, MMI, PTV e PP: Defina o fluxo de purga para pelo menos 3 mL/m, para manter o septo limpo. Para injetores COC, defina o fluxo de purga do septo com pelo menos 15 mL/min. Meça o fluxo. Consulte **"Para medir um fluxo na coluna"**.
- Verifique todos os indicadores e datas dos filtros de gás.
- Verifique a pureza do gás. Faça replicatas de corridas: várias com um intervalo curto entre elas, e então várias com um intervalo grande. Se os picos de contaminação forem maiores do que as corridas feitas com o intervalo mais longo, verifique se o gás não está contaminado: a contaminação tem mais tempo para se depositar na coluna e no liner.
- Confira se há contaminação nas conexões e na tubulação do suprimento de gás.
- Se você suspeitar de contaminação no injetor, realize o procedimento de bakeout.
- Verifique o funcionamento dos injetores. Limpe o injetor e troque as peças contaminadas do injetor.
- Verifique o nível de solvente nos frascos de lavagem do ALS.
- Substitua a seringa do ALS, se necessário.

- Verifique o volume de injeção da amostra. Verifique se o ALS está injetando amostra suficiente no injetor. Use a Calculadora de Volume de Vapor de Solvente, para determinar quanto de amostra deve ser injetado.
- Picos fantasmas são, às vezes, causados por vial de amostra contaminados. Tente usar frascos novos ou limpos, para ver se os picos fantasmas desaparecem.
- Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra.

#### **Coluna, método**

- Realize a manutenção da coluna: Faça bakeout dos contaminantes, remova a extensão da coluna contaminada próximo ao injetor e faça a reversão e o bakeout da coluna, conforme a necessidade.
- Se suspeitar de contaminação na coluna, realize o procedimento de bakeout.
- Verifique se a temperatura do programa do forno e o tempo são suficientes para as amostras que estão sendo injetadas. Os picos fantasmas que são mais amplos do que os picos de amostra adjacentes podem ser de uma corrida anterior.
- Verifique se há contaminação na coluna. Amostras de alta densidade molecular que contenham resíduos podem fazer com que a seringa, o liner do injetor ou os primeiros poucos centímetros da coluna sejam contaminados.
- Instale um sistema de Backflush para colunas da Agilent.
- 

#### **Detector, suprimento de gás detector**

- Verifique todos os indicadores e datas dos filtros de gás.
- Verifique a pureza do gás. Faça replicatas de corridas: várias com um intervalo curto entre elas, e então várias com um intervalo grande. Se os picos de contaminação forem maiores do que as corridas feitas com o intervalo mais longo, verifique se o gás não está contaminado: a contaminação tem mais tempo para se depositar na coluna e no liner.
- Confira se há contaminação nas conexões e na tubulação do suprimento de gás.
- Se você suspeitar de contaminação no detector, realize o procedimento de bakeout.
- Verifique o funcionamento dos detectores. Troque as peças contaminadas do detector.



## Picos maiores do que o esperado

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

## Picos não exibidos/Sem picos

- Se estiver usando amostrador automático:
  - Certifique-se de que haja uma amostra no vial.
  - Verifique se o carro do êmbolo do ALS está preso ao êmbolo da seringa.
  - Confira se a seringa está instalada corretamente e se carrega a amostra.
  - Confira se a seringa está instalada corretamente e se carrega a amostra.
  - Verifique se o carrossel/bandeja está carregada corretamente e se as injeções não são de vial fora de ordem.
  - Observe se a seringa aspira a amostra.
- Verifique se o detector em uso foi associado a um sinal.
- Verifique se a coluna está instalada corretamente.
- Certifique-se de que a coluna não esteja obstruída. (Consulte "**Para medir um fluxo na coluna**".) Faça a manutenção da coluna.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte "**Verificação de Vazamento**".)
- Verifique as configurações de fluxo e meça os fluxos reais do detector. (Consulte "**Para medir um fluxo do detector**".)
- Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra.
- Verifique o nível da amostra no vial.
- Se amostra estiver viscosa, tente o seguinte:
  - Aumente o tempo de atraso de viscosidade.
  - Dilua a amostra em um solvente de baixa viscosidade apropriado.
  - Desligue a ventoinha da torre.
  - No caso do ALS 7693A, use o aquecedor de vial (acessório leitor de código de barras/misturador/aquecedor G4514A) para aquecer o vial de amostra.

Se o problema estiver no detector, consulte a **Tabela 2**.

**Tabela 2 Solução de problemas dos detectores**

| Detector  | Solução                                                                                                                                                                                                                               |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| FID, FPD+ | <ul style="list-style-type: none"><li>• Verifique se o eletrômetro está ligado.</li><li>• Verifique se a chama ainda está acesa.</li></ul>                                                                                            |
| TCD       | <ul style="list-style-type: none"><li>• Verifique se o filamento está ligado.</li><li>• Verifique se o gás de referência não está ajustado em zero. (O filamento não irá se ativar com um fluxo zero de gás de referência.)</li></ul> |
| NPD, ECD  | Verifique se o eletrômetro está ligado.                                                                                                                                                                                               |

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

- Verifique se há sangramento na coluna.
- Verifique se há vazamento ou oxigênio no suprimento de gás de arraste. O oxigênio pode danificar as colunas capilares de fase ligada.
- Verifique o indicador ou a data do filtro de oxigênio do suprimento de gás.
- Faça corridas em branco de solvente para avaliar a linha de base sem a amostra.
- Realize corridas em branco sem injeção (remova a seringa do injetor e inicie uma corrida) para avaliar a linha de base sem solvente.
- Verifique se há contaminação. (Consulte **Contaminação ou Carryover**.)
- Leve em consideração o efeito da espessura do filme da coluna no sangramento. Tente usar uma coluna com um filme mais fino.
- Verifique se há vazamentos nas conexões das colunas. (Consulte "**Verificação de Vazamento**".)
- Prepare e use um perfil de compensação de coluna.

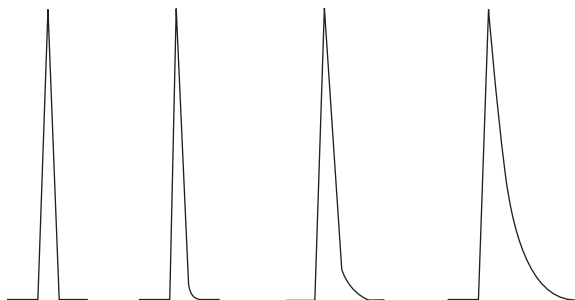
## Baixa resolução de pico

- Defina o fluxo da coluna como velocidade linear ideal.
- Instale e use peças consumíveis inertes no injetor (por exemplo, um liner).
- Realize a manutenção da coluna: Faça bakeout dos contaminantes, remova a extensão da coluna contaminada próximo ao injetor e faça a reversão e o bakeout da coluna, conforme a necessidade.
- Verifique a instalação da coluna nas duas extremidades.
- Escolha uma coluna de resolução maior.

## Pico com Cauda

A figura abaixo mostra um exemplo de pico com cauda. Ao solucionar problemas com caudas de pico, leve em conta:

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



- Verifique se há contaminação grave na coluna.
  - Se estiver usando uma coluna capilar, remova 1/2 a 1 metro da frente da coluna.
  - Para fases ligada e cruzada, lave a coluna com solvente.
  - Verifique se há contaminação no injetor. A cauda, às vezes, aumenta com a retenção de compostos. Limpe o injetor e troque as peças contaminadas do injetor. (Consulte o manual de Manutenção.)
- Considere a fase estacionária da coluna (coluna ativa). Isso afeta somente componentes ativos. Uma coluna ativa produz, geralmente, uma cauda que aumenta com o tempo de retenção.
- Corte
  - 1 metro do início da coluna.
  - Substitua a coluna.
- Verifique se a coluna foi cortada e instalada corretamente.
  - Corte novamente e reinstale a coluna no injetor e troque as anilhas. Faça um corte limpo e reto, usando uma ferramenta confiável.
  - Confirme se a instalação está livre de vazamentos. Se houver um vazamento no encaixe da coluna, haverá mais cauda para os primeiros picos eluídos. (Consulte "[Verificação de Vazamento](#)".)
- Considere o tipo do adaptador, revestimento e selo da entrada em uso. Um ou todos desses pode estar contaminado ou ativo.
  - Use um liner novo, desativado. Isso afeta somente componentes ativos.
  - Limpe ou troque o selo do injetor.
- Verifique se há partículas sólidas nos adaptadores (caso instalados) e no liner. Se houver partículas sólidas visíveis, limpe ou troque.
- Para injeção capilar sem divisão, considere a compatibilidade entre o solvente e a coluna.

- Use um solvente diferente. Isso irá ajudar nos casos em que houver mais cauda para os primeiros picos eluídos ou aqueles mais próximos da frente do solvente.
- Use um gap (coluna sem fase) de retenção de 3 a 5 metros.
- Verifique se a técnica de injeção é adequada. Isso geralmente está relacionado à depressão errática do êmbolo ou à presença de amostras na agulha da seringa.
- Verifique a temperatura do injetor.
  - Se a temperatura estiver muito alta, a cauda é geralmente pior para os primeiros eluentes. Diminua em 50 °C a temperatura da injetor.
  - Se a temperatura estiver muito baixa, a cauda geralmente aumenta com a retenção. Aumente em 50 °C a temperatura da injetor.
- Verifique se há volume morto no sistema. Verifique se a instalação da coluna está correta em ambas as extremidades.
  - Se o pico com cauda diminuir com o tempo de retenção, reduza o volume morto nas conexões de linha de transferência, junções de sílica fundida e assim por diante.
  - Uma coluna instalada muito alta em um detector ou injetor pode criar áreas de volume morto.
- Verifique se há pontos frios nas linhas de transferência. Pontos frios causam cauda que geralmente aumenta com o tempo de retenção.

## Pico com cauda do NPD

Para o NPD, faça o seguinte:

- Verifique se o tipo correto de pérola está sendo usado para a amostra sendo corrida. Se você estiver analisando fósforo, instale uma pérola preta. Pérolas brancas podem gerar picos com cauda quando fósforo estiver sendo analisado.
- Verifique se o jet correto está instalado. Use um jet maior.
- Substitua os isoladores de cerâmica.

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

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

- Verifique se há contaminação no injetor. Limpe e troque o liner caso necessário. Substitua todas as peças consumíveis do injetor. Consulte o manual de Manutenção.
- Ajuste a temperatura do injetor.
- Corra padrões com um método conhecido para determinar o desempenho esperado.

### Para qualquer operação do injetor em modo com divisão com qualquer detector

- Verifique o tipo de liner. Use um liner otimizado para análise dividida—um que contenha lã de vidro ou outro outro empacotamento da área de superfície para permitir a vaporização completa da amostra.
- Aumente a temperatura do injetor e verifique se o compartimento de isolamento está instalado e contém isolamento.
- Verifique o corte da coluna e a instalação no injetor.

### Para qualquer operação de injetor em modo sem divisão com qualquer detector

- Verifique se há vazamentos no injetor. (Consulte "**Verificação de Vazamento**".)
- Verifique o tipo de liner. Use um liner otimizado para análise sem divisor (desativado, volume grande).
- Verifique se a temperatura inicial do forno é menor do que o ponto de ebulição do solvente.
- Verifique o corte da coluna e a instalação no injetor.
- Verifique se o volume do vapor do solvente não ultrapassa a capacidade do liner.
- Verifique se o tempo de atraso da purga é apropriado. (Volume do liner/fluxo da coluna)

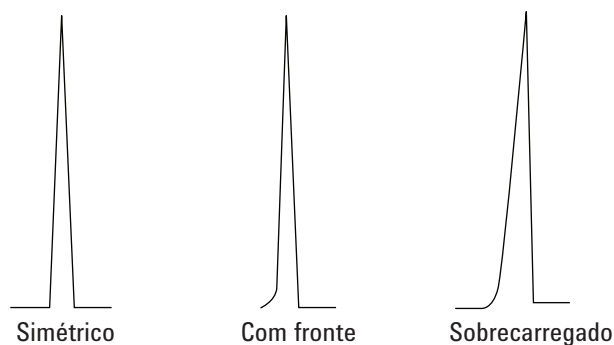


## Decomposição de amostra no injetor/Picos ausentes

- Reduza a temperatura do injetor.
- Verifique se há ar ou água no gás de arraste; verifique a pureza do gás e a funcionalidade dos filtros.
- Verifique se o liner é apropriado para a amostra em execução.
- Realize a manutenção completa do injetor: substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout do injetor.
- Instale um liner desativado (se for usar um liner).
- Verifique se há vazamentos no septo, revestimento e adaptadores da coluna. (Consulte "**Verificação de Vazamento**".)
- Instale um liner de conexão direta da Agilent.
- Use um método de pressão pulsada para uma transferência mais rápida de amostras para a coluna.
- Faça bakeout do injetor.
- Limpe o injetor.

## Pico frontal

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



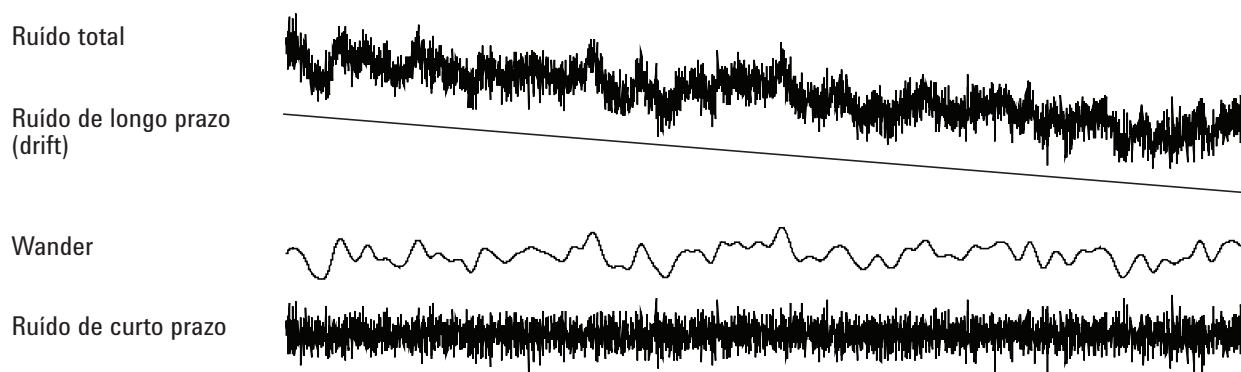
Se ocorrer pico frontal ou sobrecarregado, experimente estes procedimentos:

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

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

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

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



### Linha de base com ruído

Uma linha de base com ruído ou um sinal alto do detector podem indicar vazamentos, contaminação ou problemas elétricos. Um pouco de ruído é inevitável com qualquer detector, embora altas atenuações possam disfarçá-lo. Como o ruído limita a sensibilidade útil do detector, ele deve ser minimizado.

- Em todos os detectores, verifique se há vazamentos nos adaptadores da coluna. (Consulte "**Verificação de Vazamento**".)
- Para o FID, consulte **Para Isolar a Causa do Ruído do FID**.
- Para o TCD, verifique a coleta de dados em  $\leq 5$  Hz.

Se o ruído surgir subitamente em uma linha de base que antes não apresentava ruído, faça o seguinte:

- Verifique as alterações recentes feitas ao sistema.
- Faça bakeout no injetor.

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

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

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

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

Se o ruído aumentar gradativamente até atingir um nível inaceitável, verifique estas possíveis causas:

- Faça o bakeout do detector.
- Verifique se há contaminação no detector. Substitua as peças, conforme necessário. (Consulte o manual de Manutenção)
- Inspeccione a coluna e o injetor para ver se há contaminação.
- Inspeccione o jet do FID ou NPD para ver se há contaminação.
  - **Para verificar se um jet do FID está obstruído**
  - **Para verificar se um jet de NPD está obstruído**
- Verificar se o tubo fotomultiplicador (PMT) do FPD+ está instalado corretamente. Se não estiver, ocorrerão pequenos vazamentos e finalmente ruídos.

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

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

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

Para remover esses tipos de depósitos, desmonte o detector e esfregue com uma pequena escova. Um solvente (praticamente qualquer um serve) ajuda a limpar as partículas. A Agilent recomenda substituir as peças sujas do coletor e do isolador.

Outros fatores que podem contribuir para o ruído:

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

## Wander e Drift da linha de base

O wander e o drift da linha de base podem ocorrer quando uma configuração de fluxo ou temperatura é alterada. Se o sistema não estiver estabilizado com as novas condições antes de iniciar uma corrida, algumas alterações da linha de base são esperadas. Para os casos a seguir, assume-se que um tempo de estabilização suficiente passou desde a última alteração nas condições operacionais.

Se ocorrer wander da linha de base, verifique se há vazamentos, especialmente no septo e na coluna. (Consulte **"Verificação de Vazamento"** na página 115.) Se o vazamento for na extremidade do detector da coluna, os tempos de retenção ficam estáveis de corrida para corrida, mas a sensibilidade é reduzida. Se for na extremidade do injetor, a sensibilidade será reduzida e os tempos de retenção aumentam.

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

O drift da linha de base geralmente ocorre durante a programação da temperatura. Para corrigir o drift da linha de base, faça o seguinte:

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

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

## Spikes na linha de base

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

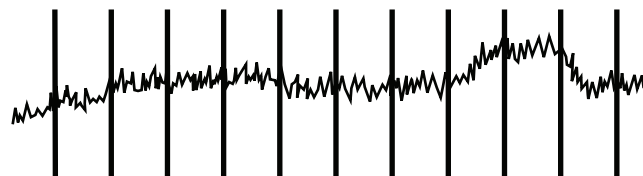


Figura 1. Spikes cíclicos

Os spikes cíclicos podem ser causados por:

- Um motor elétrico
- Sistema de aquecimento ou refrigeração do local
- Outras interferências eletrônicas no laboratório

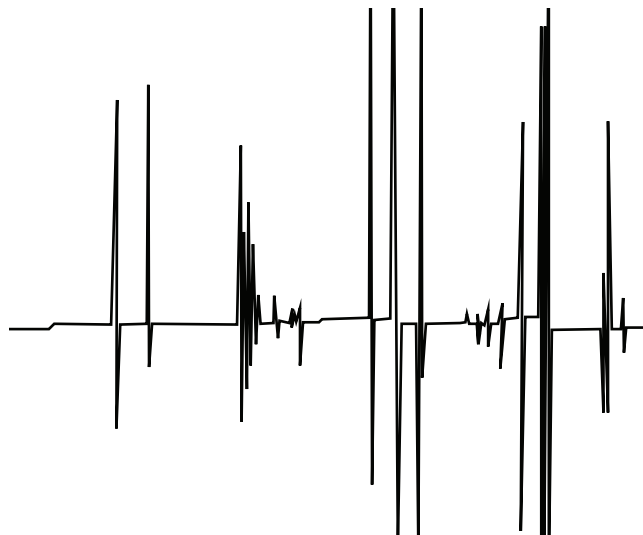


Figura 2. Spikes aleatórios

Os Spikes são distúrbios isolados na linha de base, que aparecem como súbitos (e grandes) movimentos para cima. Se houver ruído, resolva primeiro esse problema, já que o spiking pode desaparecer ao mesmo tempo.

- 
- Verifique se o detector está contaminado. Em um FID extremamente sujo, partículas de carbono ou dióxido de silício podem se separar e cair na zona de detecção.
- Em uma coluna empacotada, verifique se a saída da coluna está devidamente selada com lã de vidro. Isso fará com que as partículas sejam sopradas para o detector. Um plugue de lã de vidro defeituoso ou faltando, no final de uma coluna empacotada, fará isso. Isso pode acontecer com qualquer detector, mas o detector de chama é particularmente suscetível a isso, por causa do diâmetro estreito do jet.
- Verifique a instalação da coluna empacotada. A base do jet ou a extremidade de um tubo de transferência avança para a extremidade da coluna. Se ela tocar um plugue de lã de vidro, serão produzidos picos.
- Verifique se o jato está correto.
- Verifique se a temperatura do detector não está muito baixa.

## Ruído e Sensibilidade no Detector de Captura de Elétron (ECD)

### CUIDADO

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

### AVISO

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

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

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

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

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

### Consulte também:

"Avaliação do sinal exibido"

"Sensibilidade"

## Avaliação do sinal exibido

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

**Tabela 3** Avaliação do sinal ECD

| Sinal ECD | Comentários           |
|-----------|-----------------------|
| <200      | O ECD está "íntegro". |

Tabela 3 Avaliação do sinal ECD (cont.)

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

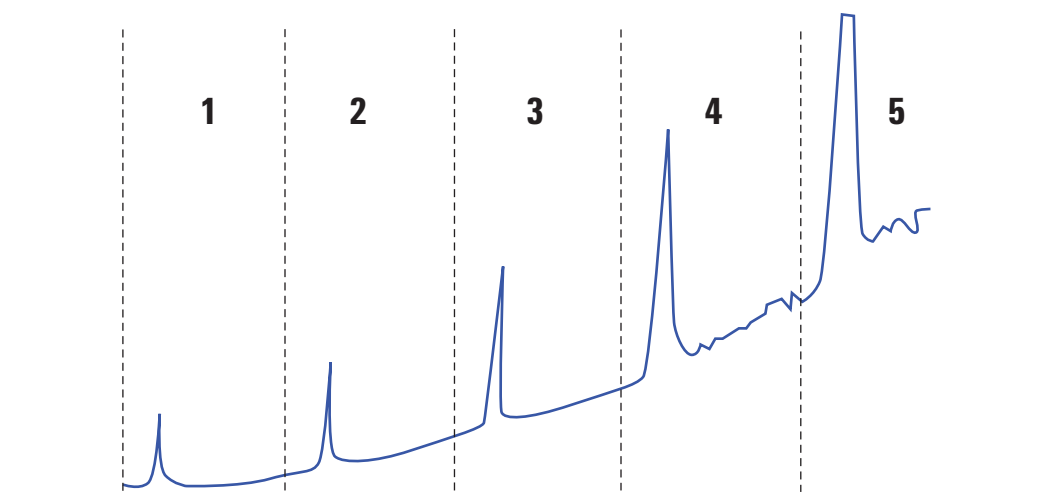
**NOTA**

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

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



Estágios do ciclo de vida ECD típico:



**Estágio 1: Célula Nova**

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

**Estágio 2: 6 meses – 1 ano**

Fundo = 180 Hz. Maior resposta.

**Estágio 3: 1-2 anos**

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

**Estágio 4: 2-4 anos**

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

**Estágio 5: 4-10 anos**

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

Figura 3. Ciclo de vida ECD típico

## Sensibilidade

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

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

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

- 2 Verifique todas as taxas de fluxo. Consulte "**Medir os fluxos do FID, TCD, ECD e FPD+**".
- 3 Verifique se foi feita a manutenção completa do injetor. Isso inclui cortar e reinstalar a coluna.
- 4 Verifique se o dispositivo de injeção está funcionando adequadamente. Se o método usar uma válvula de amostragem, faça uma injeção de seringa direta de concentração similar à introduzida pela válvula. Evite um problema com a válvula.
- 5 Inspeção o liner de mistura no adaptador do gás auxiliar (Makeup). Basta um pouco de contaminação de grafite ou amostra para reduzir a sensibilidade.

## Contaminação (linha de base alta)

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

- Descarte todas as outras causas possíveis. Consulte "**Sensibilidade**", acima. Também verifique as fontes de gases de arraste e detectores, filtros de gás e a coluna.
- Inspeção o liner de mistura no adaptador do gás auxiliar (Makeup). Basta um pouco de grafite para contaminar os resultados.
- Se a linha de base do detector for  $> 500$  Hz, independentemente da vida útil do detector, faça o bakeout do detector. Deixe-o funcionando por 1–2 dias.

## Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade)

- Ao usar um injetor em modo com divisão, verifique a taxa de divisão.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte "**Verificação de Vazamento**".) Para solucionar pequenos vazamentos em um injetor multimodo ou split/splitless, consulte **Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Split/splitless** ou **Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Multimodo**.
- Verifique se há contaminação no injetor. (Consulte "**Contaminação ou Carryover**".)
- Verifique se cada coluna foi cortada e instalada corretamente nas extremidades.
- Verifique se o tipo da coluna é o correto.
- Realize a manutenção da coluna: Faça bakeout dos contaminantes, remova a extensão da coluna contaminada próximo ao injetor e faça a reversão e o bakeout da coluna, conforme a necessidade.
- Verifique se o tipo de liner é apropriado para a amostra.
- Verifique se as configurações de fluxo do detector estão corretas.

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

- **Para medir um fluxo do detector**
- **Para verificar se um jet do FID está obstruído**
- **Para verificar se um jet de NPD está obstruído**
- Verifique a pureza do gás de suprimento.
- Verifique todos os indicadores e datas do trap.
- Verifique se os parâmetros do método estão corretos.
- Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra.
- Verifique o tamanho de seringa configurada. Alguns tamanhos de seringa são especificados em meia capacidade. Se o volume máximo da seringa for marcado em meia capacidade no corpo da seringa, e não no topo dela, digite **o dobro** do volume que consta no rótulo ao configurar o tamanho da seringa.
- Se a queda na área de pico ou altura ocorreu gradualmente devido ao aumento da linha de base, e não de forma súbita, verifique se há contaminação no detector. Faça o bakeout do detector.

Ao usar um FID:

- Verifique se o jet correto está instalado.
- Verifique se o jet está sujo.
- Verifique se há peças do detector contaminadas.
  - **Para verificar se um jet do FID está obstruído**

Ao usar um ECD:

- Substitua o revestimento com a mistura de sílica fundida.

- Substitua e reinstale a coluna.
- Limpe o adaptador do gás auxiliar (make-up).

Ao utilizar um NPD:

- Verifique se há contaminação no detector.
- Substitua os isoladores de cerâmica.
- Substitua a pérola.

Se estiver usando um FPD+:

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

## Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID

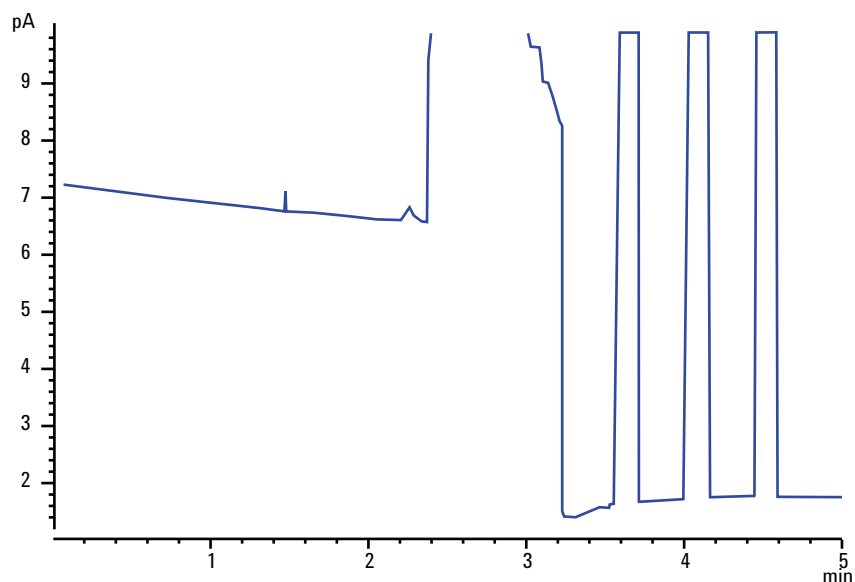
Em uso normal, o FID pode desenvolver depósitos no coletor, isoladores, jet, etc. Para reduzir o acúmulo de contaminação, a Agilent recomenda usar o detector a 300 °C ou mais. Entretanto, mesmo com o uso normal, aparecem depósitos no jet (geralmente, sílica branca do sangramento da coluna ou fuligem de carbono preta). Esses depósitos reduzem a sensibilidade e causam ruídos e spikes. Os jets precisam de limpeza ou troca periódica. O procedimento a seguir verifica as causas de baixa sensibilidade de acordo com a frequência em que ocorrem.

Para perda de sensibilidade associada a ruídos, Wander e Drift, consulte também **"Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base"**.

- 1 Verifique as configurações de fluxo do detector.  
A regra geral é uma proporção de 1:1 de hidrogênio para (coluna + gás auxiliar (Makeup)).
- 2 Faça a medição das taxas de fluxo reais do detector. Consulte **"Para medir um fluxo do detector"**. Se os fluxos reais de hidrogênio, gás auxiliar e das colunas capilares forem menores do que o mostrado, o jet está sendo obstruído. Consulte **"Para verificar se um jet do FID está obstruído"**. Substitua o jet.
- 3
- 4 Verifique se a coluna está instalada corretamente. Reinstale-a. Certifique-se de que a coluna esteja totalmente instalada até a ponta e retirada 1–2 mm (di da coluna > 100 µm).
- 5 Verifique os parâmetros do injetor que controlam a ventilação, como taxa de divisão e tempo de atraso da purga sem divisão. Certifique-se de que amostra não esteja sendo ventilada inadvertidamente.
- 6 Faça a manutenção do injetor (troque todas as partes consumíveis) e faça o teste de pressão no injetor, quando terminar. Consulte o manual de Manutenção e **"Verificação de Vazamento"**.
- 7 Realize a manutenção completa do FID. Desmonte o FID e limpe ou troque todas as peças.

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

O exemplo a seguir apresenta um cromatograma no qual a chama se apagou em um grande pico de solvente.



Depois que a chama se apaga, o GC tenta acendê-la três vezes. O GC tenta a reignição sempre que a saída do detector fica abaixo do setpoint do **Lit offset**, independentemente de a chama estar apagada ou não. (Em um sistema muito limpo, a saída da linha de base pode ser menor que 2 pA.)

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

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

Se a chama do FID tentar acender novamente mas já estiver acesa, faça o seguinte:

- Verifique se a configuração de **Lit offset** do FID é apropriada para a corrida (geralmente < 2,0 pA).
- Verifique se a chama não foi extinta por água ou um pico aromático.
- Confira se há um jet parcialmente obstruído. Meça os fluxos de hidrogênio, ar e auxiliar (makeup) no detector (Consulte "**Para medir um fluxo do detector**"). Substitua o jet, se necessário.
- Verifique se a coluna está instalada corretamente. Reinstale-a. Certifique-se de que a coluna esteja totalmente instalada até a ponta e retirada 1–2 mm (di da coluna > 100 µm).
- Verifique se há vazamentos na conexão da coluna do detector. (Consulte "**Verificação de Vazamento**".)

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

- Verifique a pureza do suprimento de gás de arraste e detector. Consulte o Guia de Preparação do Local do GC, GC/MS e ALS Agilent.
- Verifique se há sangramento na coluna. Defina a temperatura do forno como a temperatura ambiente. Se a saída do detector cair significativamente, verifique se há uma coluna contaminada ou sangrando ou gás de arraste contaminado. Confirme o sangramento da coluna, desligando o fluxo da coluna (com o forno frio) e verificando a saída do detector.
- Verifique os indicadores ou datas dos filtros do suprimento de gás e certifique-se de que os filtros ainda possam ser usados.
- Verifique se o detector foi montado corretamente após uma manutenção recente.
- Verifique se há contaminação no detector. Faça bakeout do detector.
- Verifique se a corrente de fuga do FID é  $< 2,0$  pA. (Consulte "**Para medir o vazamento de corrente do FID**".)
-

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

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

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

## A Chama do FPD+ se Apaga Durante uma Corrida e Tenta a Reignição

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

- Verifique se há vazamentos no sistema do GC, especialmente na conexão da coluna do detector (Consulte "**Verificação de Vazamento**").
- FPD+: Verifique se a temperatura da linha de transferência está definida em  $\geq 200$  °C.
- Certifique-se de que a condensação no tubo de ventilação não esteja pingando de volta no detector. O tubo de ventilação plástico flexível deve ir do detector até um contêiner, sem ceder, para drenar adequadamente a água condensada. Mantenha a ponta aberta do tubo fora da água do contêiner.

Se a chama do FPD+ se apagar e, em seguida, tornar a acender, faça o seguinte:

- Verifique se a configuração de **Lit offset** é menor do que a linha de base normal.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte "**Verificação de Vazamento**").
- Verifique as configurações de fluxo e meça os fluxos reais do detector. (Consulte "**Para medir um fluxo do detector**").
- Algumas condições ambientais, como:
  - Campos magnéticos altos
  - Variações grandes de temperatura ambiente
  - Variações grandes de pressão atmosférica

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

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

Redefina o **Lit offset** para 2.0.



## Dissipação/repetibilidade de FPD+

O quenching de hidrocarbonetos ocorre quando uma concentração alta de dióxido de carbono de um pico de hidrocarboneto está na chama, ao mesmo tempo que o espécime de enxofre. Parte da luz emitida pelo espécime de enxofre é absorvida por alguns espécimes de CO<sub>2</sub>.

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

Para resolver o quenching de hidrocarbonetos:

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

## A Saída do FPD+ é Muito Alta ou Muito Baixa

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

**Tabela 4**

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

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

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

## Áreas de Pico Baixas do FPD+

- Verifique as configurações de fluxo e meça os fluxos reais do detector. (Consulte "**Para medir um fluxo do detector**".)
- Realize a manutenção completa do injetor: substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout do injetor.
- Realize a manutenção da coluna: Faça bakeout dos contaminantes, remova a extensão da coluna contaminada próximo ao injetor e faça a reversão e o bakeout da coluna, conforme a necessidade.
- Verifique se a coluna está instalada corretamente.
- Considere o tipo de filtro (enxofre ou fósforo).
- Verifique se há vazamentos no sistema. (Consulte "**Verificação de Vazamento**".)
- Verifique se as configurações do método são apropriadas.
- Verifique as taxas de fluxo.
- Verifique o tipo de gás auxiliar (Makeup)

## Largura de Pico do FPD+ a Meia Altura

Se o FPD+ produzir picos anormalmente largos na metade da altura do pico, faça o seguinte:

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

## Saída de Linha de Base do FPD+, > 20 pA

- Verifique a pureza do gás de suprimento.
- Verifique todos os indicadores e datas do trap.
- Verifique se há contaminação no detector.
- Verifique se há vazamentos leves no tubo fotomultiplicador (PMT); aperte o PMT se ele estiver solto.
- Execute a manutenção completa do injetor: substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout do injetor.
- Realize a manutenção da coluna: Faça bakeout dos contaminantes conforme a necessidade.

## Saída Cromatográfica do FPD+ Exibindo Picos Cortados

Se você tiver uma aplicação no limite superior da faixa dinâmica (especialmente com enxofre), pode ser que você tenha que dessensibilizar o seu instrumento. Substitua o filtro de enxofre 1000-1437 com o número de peça do filtro 19256-80000. Em seguida, defina os fluxos de gás do detector de acordo com os valores usados no método de verificação de fósforo. Isso levanta a linha de base, mas com algumas perdas na proporção de sinal para ruído.

Não deve haver problemas com essas soluções e o uso de hidrogênio. Entretanto, observe o aviso a seguir.

### AVISO

**O hidrogênio é um gás inflamável e potencialmente explosivo. Certifique-se de desligar o gás hidrogênio na fonte, até que as conexões sejam feitas. Além disso, teste para ver se há vazamentos nas conexões, linhas e válvulas, antes de operar ou fazer manutenção no instrumento.**

## Dissipação de solvente do NPD

Se a linha de base não se recuperar após um pico de solvente, experimente o seguinte:

- Ative ou desative o hidrogênio em torno do pico do solvente.
- Use o nitrogênio como gás auxiliar (Makeup).
- Defina o total para o fluxo de coluna e o gás de complementação em menos de 10mL/min.
- Aumente o fluxo de ar em 10 mL/min.
- Aumente a temperatura do detector para 325 °C.
- Implemente uma solução de eliminação de solvente Agilent Dean's Switch.

## Resposta baixa do NPD

- Execute a manutenção completa do injetor: substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout do injetor.
- Realize a manutenção da coluna: Faça bakeout dos contaminantes conforme a necessidade. Verifique se a instalação da coluna está correta.
- Uma grande concentração de solvente extinguiu o plasma de hidrogênio / ar. Corra com o gás auxiliar (Makeup) a uma taxa de fluxo de 5 mL/min.
- Verifique se há hidrogênio vindo da fonte externa (cilindro). Verifique se o fluxo e a pressão estão acionados no teclado. A taxa do fluxo de hidrogênio deve estar entre 1,0 e 5,5 mL/min. Meça o fluxo de gás no detector. (Consulte "[Para medir um fluxo do detector](#)".)
- Confira se há um jet parcialmente obstruído. Consulte [Para verificar se um jet do FID está obstruído](#).
- Verifique se o isolador está ativado. Use um espelho para observar através do orifício do vent na tampa do detector se a pérola está incandescente em laranja. Se a Pérola não estiver brilhando, verifique o sinal do plano de fundo do detector. Desative a pérola para estabelecer um nível de referência e, então, ative a pérola e procure um aumento brusco agudo na saída, o que indica que a ignição ocorreu. Se 4 V estiver sendo fornecido para a pérola, mas ela não estiver acendendo (o que pode ser visto em **Parâmetros > Modo de Serviço > Detectores > Sinal**, a pérola provavelmente está queimada. Substitua a pérola.

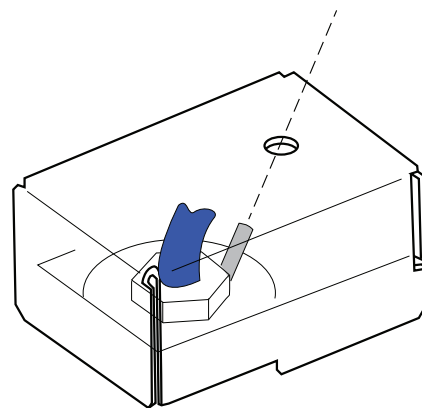
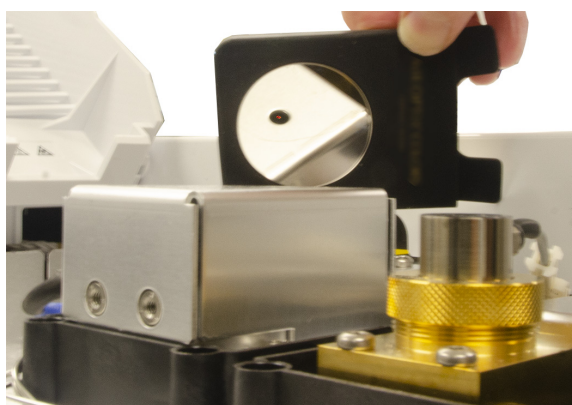


Figura 4. Pérola Blos acesa

### AVISO

As emissões do detector são quentes o suficiente para causar queimaduras. Use proteção adequada, óculos de proteção ou um espelho para ver se a pérola está incandescente.

- Substitua os isoladores/coletor.
- Verifique se há contaminação da fase líquida (fases polares).



## Saída de linha de base do NPD > 8 milhões

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

## O processo de ajuste do offset do NPD não funciona corretamente

- Inspecione o jet para conferir se há obstrução. (Consulte **“Para verificar se um jet de NPD está obstruído”** na página 159)
- Faça a medição dos fluxos reais do detector. (Consulte **“Para medir um fluxo do detector”** na página 144.) Se os fluxos de hidrogênio ou de gás auxiliar (make-up) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.
- Verifique a condição da pérola. Substitua-o se necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. Faça uma verificação completa em todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente na conexão da coluna do detector. (Consulte **“Verificação de Vazamento”** na página 115.)
-

## Seletividade baixa do NPD

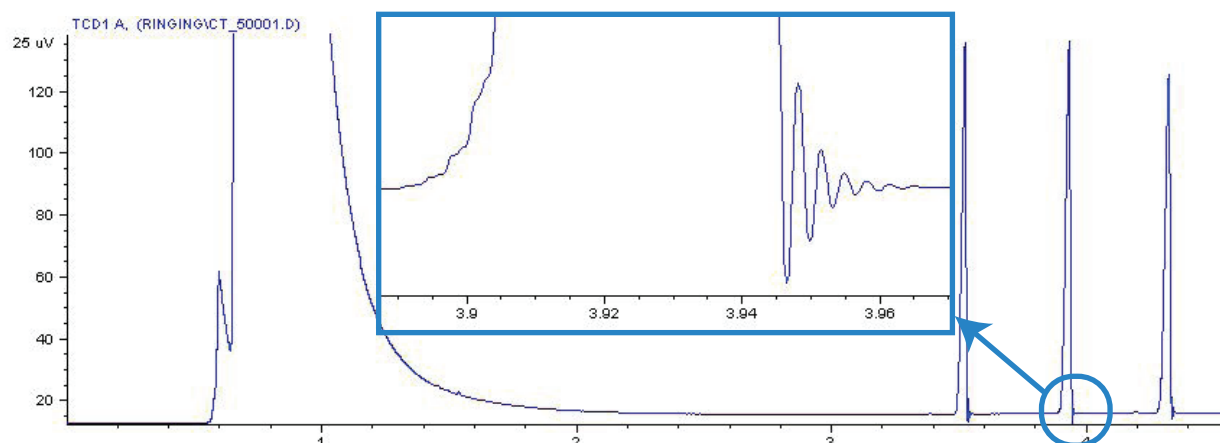
(Resposta alta do hidrocarboneto em relação ao nitrogênio ou fósforo.)

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

## Picos negativos vistos com o TCD

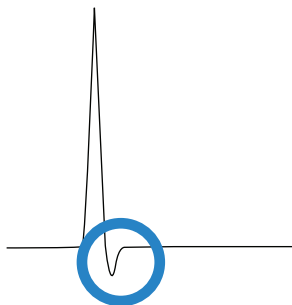
- Verifique se o tipo de gás correto está sendo usado.
- Verifique se há vazamentos no sistema, especialmente no adaptador da coluna do detector. (Consulte **“Verificação de Vazamento”** na página 115.)
- Considere a condutividade térmica dos analitos relativos ao arraste.
- Considere a sensibilidade dos analitos.
- Verifique as configurações de fluxo e meça os fluxos reais do detector. (Consulte **“Para medir um fluxo do detector”** na página 144.)

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



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

## Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda



- Verifique se há vazamentos no adaptador da coluna do detector. (Consulte **"Verificação de Vazamento"** na página 115.)
- Atualize o detector para um filamento passivado.

O GC nunca fica pronto 80

O fluxo nunca está pronto 81

A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente 82

O forno nunca aquece 83

A temperatura nunca está pronta 84

Não é possível definir um fluxo ou pressão 85

Um Gás Não Atinge o Valor Ajustado ou a Pressão do Setpoint ou o Fluxo 86

Um Gás Excede o Setpoint de Pressão ou o Fluxo 87

O fluxo ou a pressão do injetor flutuam 88

Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o setpoint em um injetor com divisor 89

O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido 90

O FID não acende 91

O ignitor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição 92

Os fluxos de gás auxiliar (Makeup) e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do setpoint 94

Falha no processo de ajuste do offset do NPD 95

O FPD+ Não Acende 96

A válvula não está pronta 98

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

## O GC nunca fica pronto

Normalmente, o GC fica pronto depois que fluxos e temperaturas chegam a um setpoint. Se o GC não tornar-se pronto após um longo período:

- Selecione a barra de status/controle, ou o componente em **Método** para ver quais setpoints ou condições não estão prontos.
- Verifique se há problemas no amostrador.
- Verifique se há algum problema com o sistema de dados.
- Se estiver realizando injeções manuais em modo splitless ou de economia de gás, poderá ser necessário selecionar  para preparar o injetor para a injeção. Faça isto, por exemplo:
  - Para ativar a válvula de purga do injetor antes de uma injeção sem divisor
  - Para preparar para uma injeção pulsada
  - Para desativar a economia de gás.

Para mais informações sobre , consulte o Manual de Operação do 8890 Agilent .



## O fluxo nunca está pronto

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

- Verifique se o gás de suprimento tem pressão de entrega suficiente.
- Verifique os restritores instalados no módulo EPC Aux (se aplicável).
- Verifique o tipo de gás configurado. O tipo de gás configurado deve corresponder ao gás instalado no GC.
- Verifique se há vazamentos na tubulação de gás e no GC. (Consulte **“Verificação de Vazamento”** na página 115.)

## A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente

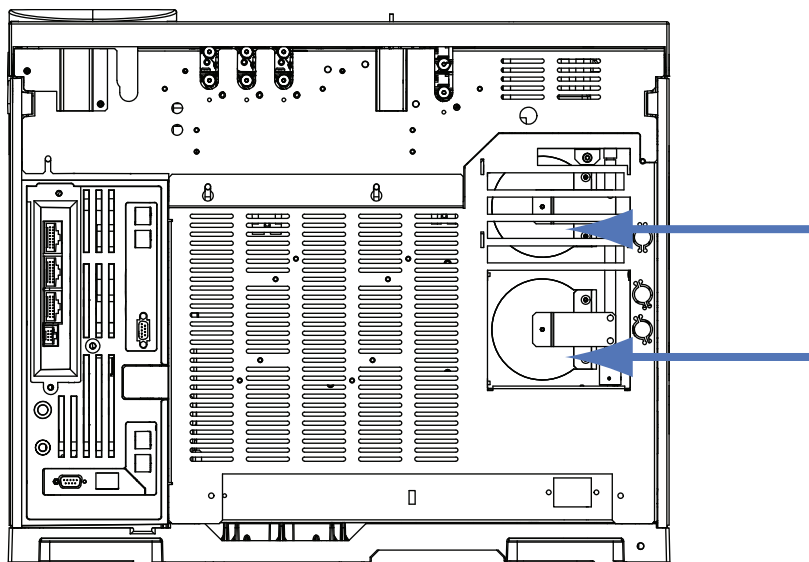
Se o forno não esfriar ou esfriar muito lentamente:

### AVISO

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

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

Se os Flaps não estiverem operando com perfeição, entre em contato com o serviço da Agilent.



Ao usar gás de resfriamento criogênico:

- Verifique se há gás de criogenia suficiente.
- Verifique se os limites de operação foram excedidos.
-

## O forno nunca aquece

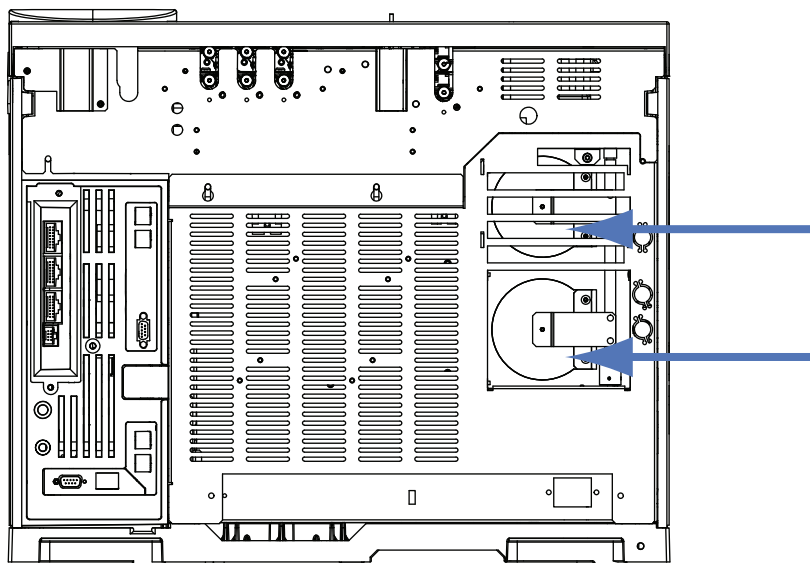
- Selecione **Diagnósticos** para verificar erros a serem relatados à Agilent.

### AVISO

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

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

Se os Flaps estiverem presos em posição aberta ou se os Flaps estiverem fechados mas o forno continuar não aquecendo, entre em contato com a Agilent.



3

## A temperatura nunca está pronta

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

- Verifique a ausência do copo de isolamento em uma entrada ou detector.
- Verifique se há uma diferença muito grande entre o forno e a entrada ou o detector.
- Verifique se falta isolamento em volta do injetor ou do detector.
- Ao usar gás de resfriamento criogênico do injetor (COC, PTV ou MMI):
  - Verifique o nível do gás de resfriamento criogênico.
  - Verifique se os limites de operação foram excedidos. Se, por exemplo, você estiver operando o GC em um ambiente quente, a uma temperatura de forno alta, e uma temperatura de injetor muito baixa, um injetor pode não alcançar a temperatura desejada.

## Não é possível definir um fluxo ou pressão

Caso não consiga definir um fluxo ou pressão usando injetores com/sem divisor, MMI, PTV, VI ou On-Column, faça o seguinte:

- Verifique o modo da coluna.
- Confira se uma coluna capilar está configurada para o injetor correto.
- Verifique as dimensões da coluna configurada.
- Verifique se o fluxo está ligado.

Caso não consiga definir um fluxo ou pressão usando um injetor para coluna empacotada, faça o seguinte:

- Verifique o modo de coluna.
- Verifique se o fluxo está ligado.
- Verifique o modo do injetor. Ao usar o controle de fluxo do injetor, é possível definir apenas modos de controle de fluxo para colunas. Ao usar o controle de pressão do injetor, é possível definir a coluna para ambos os modos.

## Um Gás Não Atinge o Valor Ajustado ou a Pressão do Setpoint ou o Fluxo

Se um injetor não atingir seu setpoint de pressão, ele é desligado em um período de tempo determinado pelo tipo de injetor. Faça o seguinte:

- Verifique se há pressão suficiente sendo entregue pelo suprimento de gás. A pressão no suprimento deve ser no mínimo 10 psi maior que o setpoint desejado.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte **“Verificação de Vazamento”** na página 115.) Pode estar ocorrendo um grande vazamento em algum lugar do sistema. Use um detector de vazamentos eletrônico para encontrar esse vazamento e então corrija-os. Não se esqueça de verificar a coluna—uma coluna quebrada é um vazamento muito grande.
- Para solucionar problemas de um injetor multimodo ou split/splitlessr, consulte **“Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Multimodo”** na página 127 ou **“Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Split/splitless”** na página 124.
- Ao usar o modo de economia de gás, certifique-se de que a taxa de fluxo dele seja alta o suficiente para manter a mais alta pressão de topo de coluna usada durante uma corrida.
- Verifique se há uma coluna incorretamente instalada.
- Verifique se há algum defeito no sensor de pressão do injetor ou do detector.

Se estiver usando um injetorsplit/splitless entrada de MMI, injetor PTV ou interface volátil:

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

## Um Gás Excede o Setpoint de Pressão ou o Fluxo

Se um gás excede seu setpoint de fluxo ou pressão, faça o seguinte:

Ao usar um injetor split/splitless, injetor MMI, injetor PTV ou interface volátil:

- Reduza a taxa de divisão.
- Substitua o filtro da tubulação de saída do divisor. Consulte o procedimento para SS, MMI, PTV ou VI.
- Verifique se há contaminação ou restrição anormal da armadilha de ventilação dividida. Execute o teste de restrição da tubulação de saída do divisor nos utilitários de instrumento Agilent, se disponível, ou pelo painel frontal do GC. Consulte:
  - **Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação com divisor**
  - **Executar o Teste de Restrição do Split Vent**
- Substitua o tubo e o trap do split vent. Consulte o manual de Manutenção.
- Verifique se o liner correto foi selecionado (caso use o liner).
- Verifique se as configurações de pressão do método para os injetores SS estão acima das configurações mínimas viáveis disponíveis no GC. Consulte **Tabela 5** na página 89.
- Verifique se há contaminação no selo dourado do injetor split/splitless.
- Para um injetor split/splitless, se estiver usando um liner que cause restrição, instale um selo dourado de alto fluxo.

Ao usar um FID ou NPD:

- Confira se há um jet obstruído. Consulte **“Para verificar se um jet do FID está obstruído”** na página 158 ou **“Para verificar se um jet de NPD está obstruído”** na página 159.

Válvulas:

- Confira se o rotor está desalinhado. Se necessário, alinhe o rotor.

## O fluxo ou a pressão do injetor flutuam

Uma flutuação na pressão do injetor causa variações na taxa de fluxo e nos tempos de retenção durante uma corrida. Faça o seguinte:

- Verifique se o purificador ou o gerador a gás está operando em ou próximo da capacidade.
- Verifique se o gás de suprimento tem pressão de entrega suficiente.
- Verifique se o regulador de pressão do fornecimento está funcionando corretamente. Sistemas com grande extensão de tubos de fornecimento podem requerer um regulador para redução de pressão próximo ao GC. Além disso, use um regulador adicional para suavizar flutuações causadas pelos geradores de gás.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte **“Verificação de Vazamento”** na página 115.) Pode estar ocorrendo um grande vazamento em algum lugar do sistema. Use um detector de vazamentos eletrônico para encontrar esse vazamento e então corrija-os. Não se esqueça de verificar a coluna—uma coluna quebrada é um vazamento muito grande.
- Verifique se há grandes restrições no liner do injetor ou no filtro da tubulação de saída do divisor.
- Verifique se o liner correto está instalado. Alguns liners têm grandes quedas de pressão causadas pelo projeto ou empacotamento comprimido (lã de vidro).
- Verifique se houve alterações extremas na temperatura ambiente durante as corridas. Corrija o problema de temperatura do laboratório ou coloque o instrumento em um local mais adequado.
- Verifique se há restrições no headspace, na purge and trap e, em qualquer outro dispositivo externo de amostragem.
- Verifique se o recurso Fluxo Zero Automático está ativado.



## Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o setpoint em um injetor com divisor

Se o GC não for capaz de manter a pressão tão baixa quanto o setpoint, verifique o seguinte:

- Considere o uso de um liner projetado para análise com divisão.
- O parâmetro de pressão do método (ou a pressão resultante de uma configuração de fluxo) é muito baixo para o tipo de gás de arraste. Consulte **Tabela 5**.

**Tabela 5 Pressões aproximadas mínimas viáveis do injetor para injetor em modo com divisor, em psi (com/sem divisor, multimodo)**

|                                            | Fluxo da tubulação de saída do divisor (mL/min) |         |         |         |
|--------------------------------------------|-------------------------------------------------|---------|---------|---------|
|                                            | 50-100                                          | 100-200 | 200-400 | 400-600 |
| <b>Gases de arraste hélio e hidrogênio</b> |                                                 |         |         |         |
| Liner com divisor - 5183-4647, 19251-60540 | 2,5                                             | 3,5     | 4,5     | 6,0     |
| Liner sem divisor - 5062-3587, 5181-8818   | 4,0                                             | 5,5     | 8,0     | 11,0    |
| <b>Gás de arraste nitrogênio</b>           |                                                 |         |         |         |
| Liner com divisor - 19251-60540, 5183-4647 | 3,0                                             | 4,0     | —       | —       |
| Liner sem divisor - 5062-3587, 5181-8818   | 4,0                                             | 6,0     | —       | —       |

- Verifique se há um liner conectado.
- Verifique se há contaminação na linha do split vent. Entre em contato com o serviço da Agilent, se for necessário.
- **“Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação com divisor”** na página 149
  - **“Executar o Teste de Restrição do Split Vent”** na página 150
  -
- Para o injetorsplit/splitless, substitua o selo dourado.

## O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido

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

- Verifique se os fluxos medidos estão corrigidos para 25 °C e 1 atmosfera.
- Verifique se as dimensões corretas da coluna estão configuradas com precisão, incluindo o tamanho real (adaptado) da coluna.
- Uma coluna WCOT pequena (<15 m) de 0,58 a 0,75 mm id está sendo utilizada com uma injetor capilar com/sem divisor. O controlador de fluxo total está definido para uma taxa de fluxo alta, que cria certa pressão no injetor e causa fluxo na coluna até mesmo com uma pressão zero no setpoint. (Nessas situações, pode ser exibida uma pressão real na tela, mesmo com um setpoint zero.) Com colunas pequenas, de 530 a 750 mm, mantenha a taxa de fluxo total o mais baixa possível (por exemplo, 20 a 30 mL/min). Instale um coluna maior com resistência superior (por exemplo, 15 a 30 m).
- A tubulação de saída do divisor ou o filtro podem estar parcialmente obstruídos, criando uma pressão no injetor maior do que a pressão do setpoint. Verifique se há restrições na linha de ventilação com divisor. Consulte **“Executar o Teste de Restrição do Split Vent”** na página 150.
- Se estiver usando um Detector Seletivo de Massa, verifique se a saída da coluna para a linha de transferência está definida como **MSD**.
- Verifique se o fluxo zero automático está ativado. Conforme aplicável, zere o sensor de fluxo e pressão para o módulo de fluxo. Se isso não resolver o problema, substitua o módulo de fluxo.

## O FID não acende

- Verifique se o Lit Offset está em  $\leq 2,0$  pA.
- Certifique-se de que a temperatura do FID seja alta o bastante para a ignição ( $>150$  °C). A Agilent recomenda  $>300$  °C.
- Confira se o ignitor do FID fica incandescente durante a sequência de ignição. (Consulte **“Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição”** na página 153.)
- Tente aumentar as pressões de suprimento ao módulo de fluxo do FID. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.
- Aumente a vazão de hidrogênio e diminua ou desligue a vazão de gás auxiliar (make-up) até que a ignição ocorra, depois reduza-as conforme os valores do método. Experimente até encontrar os melhores valores.

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

- Confira se há um jet obstruído ou parcialmente obstruído. (Consulte **“Para verificar se um jet do FID está obstruído”** na página 158.)
- Meça as taxas de fluxo do FID. As taxas de fluxo reais devem estar entre  $\pm 10\%$  do ponto de ajuste. (Consulte Condições de Inicialização do FID.) A taxa de hidrogênio:ar causa grande impacto na ignição. As configurações não ideais de fluxo podem impedir a ignição da chama (Consulte **“Para medir um fluxo do detector”** na página 144.)
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Grandes vazamentos resultam em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente a conexão da coluna no FID (Consulte **“Verificação de Vazamento”** na página 115).
- Verifique a taxa de fluxo da coluna. (Consulte **“Para medir um fluxo na coluna”** na página 138.) O fluxo de hidrogênio deve ser maior do que a soma do fluxo da coluna e do fluxo de gás auxiliar.
- Verifique se há vazamentos no encaixe da coluna do FID.
- Certifique-se de que a temperatura do FID seja alta o bastante para a ignição ( $>150$  °C).
- Se a análise permitir, substitua o nitrogênio por hélio como auxiliar.
-

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

### AVISO

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

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

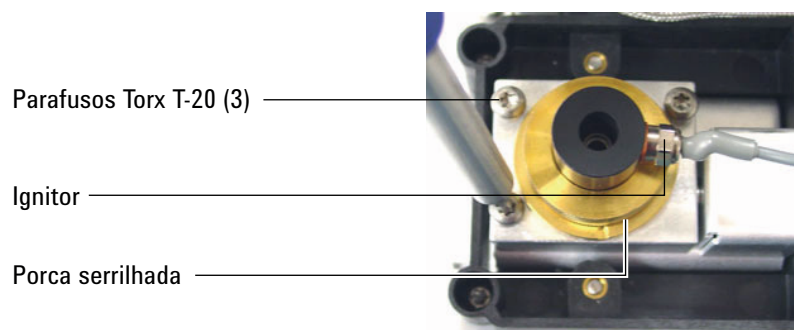


Se o teste falhar, confira estas causas possíveis:

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

#### 4 Sintomas da Falta de Prontidão do GC

Realize a manutenção do FID se essas peças apresentarem corrosão ou oxidação.



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

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

**“Para verificar se um jet do FID está obstruído”** na página 158

**“Para verificar se um jet de NPD está obstruído”** na página 159

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

## Falha no processo de ajuste do offset do NPD

- Inspeccione o jet para conferir se há obstrução. (Consulte Verificar se o Jet do NPD está Obstruído.)
- Faça a medição dos fluxos reais do detector. (Consulte Medir um Fluxo do Detector.) Se os fluxos de hidrogênio ou de gás auxiliar (make-up) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.
- Verifique a condição da pérola. Substitua-a, se necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. Faça uma verificação completa em todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente na conexão da coluna do detector. (Consulte **“Verificação de Vazamento”** na página 115.)
-

## O FPD+ Não Acende

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

**Tabela 6 Fluxos recomendados para o FPD+**

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

- Faça a medição dos fluxos reais do detector.
- A coluna pode ter sido instalada muito alta no detector.
- Verifique se o ignitor do FPD+ funciona.
- Durante a sequência de ignição, exiba a taxa de fluxo de ar. A taxa de fluxo de ar deve chegar a 400 mL/min durante a tentativa de acendimento da chama. Do contrário, não há pressão de suprimento de ar suficiente.
- Verifique as taxas de fluxo da coluna e de gás auxiliar (Makeup).
- Certifique-se de que a condensação no tubo de ventilação não esteja pingando de volta no detector. O tubo de ventilação plástico flexível deve ir do detector até um contêiner, sem ceder, para drenar adequadamente a água condensada. Mantenha a ponta aberta do tubo fora da água do contêiner.
- Verifique o valor do **Lit offset**. O valor típico do **Lit offset** é 2,0. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acesa e desligará o detector.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Isso resulta em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos. (Consulte **"Verificação de Vazamento"** na página 115.)
- Tente aumentar as pressões de suprimento para o módulo de fluxo do FPD+. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.



## 4 Sintomas da Falta de Prontidão do GC

- Verifique o valor do **Lit offset**. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acesa e desligará o detector.
- Sob determinadas condições de operação, a chama acende com mais facilidade quando o tubo de ventilação é removido. Depois de acender a chama, reinstale o tubo de ventilação.
- Confira as conexões entre cabo e acoplamento, entre acoplamento e plugue incandescente e o aperto do plugue incandescente.

## A válvula não está pronta

A solução do problema depende do tipo de válvula.

### Válvulas externas

As válvulas externas são aquelas conectadas ao GC por meio de eventos externos ou conectores BCD no painel traseiro

Esse estado Não pronto significa que a alimentação de +24 V para as válvulas pneumáticas é, na verdade, menor do que +16,5 V. Todas as válvulas ficam desabilitadas para impedir uma operação inadequada.

Quando a tensão total é restaurada, o GC fica pronto.

Esse estado Não pronto pode indicar problema de hardware na válvula externa ou no painel analógico e na placa de potência do GC.

### Válvulas de amostragem de gás

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

### Válvula de multiposição

Uma válvula de multiposição pode fazer o GC ficar em um estado não pronto por um dos seguintes motivos:

- A válvula de multiposição não está na posição do ponto de ajuste. O GC permanece não pronto até que a válvula atinja o ponto de ajuste.
- O cabo BCD está ausente ou não está conectado ao soquete. Se o cabo não estiver presente, a válvula nunca ficará pronta.
- O ponto de ajuste BCD está incorreto para a polaridade de saída BCD da válvula. A válvula provavelmente será desligada com erros de desligamento Posição ilegal ou Não há comutação.
- Se a válvula estiver conectada ou se a amostra for viscosa, o tempo de comutação pode ser muito curto para que a válvula seja comutada. Aumente o tempo de comutação.

Desligamento de coluna 100

Desligamentos de hidrogênio 101

Desligamentos de ar do detector 103

Desligamento do MS 104

Desligamentos térmicos 106

## Desligamento de coluna

O GC monitora os fluxos de gás da entrada de alimentação e auxiliares. Se um gás de arraste (que pode incluir um módulo de fluxo auxiliar ou um módulo de controle pneumático) não for capaz de atingir seu setpoint de pressão ou fluxo, o GC presume que haja um vazamento. Ele irá avisá-lo com um bipe após 25 segundos, e continuará bipando com intervalos. Após cinco minutos, o GC desligará os componentes para criar um estado seguro. O GC:

- Exibe **Desligamento da pressão do injetor frontal**.
- Se desligará para evitar dano à coluna.
- Abrirá pela metade as abas do forno na parte posterior.
- Desativará todos os fluxos da coluna. Quando exibidos, os parâmetros piscam com o texto **Desligado (Off)**. Por exemplo, os fluxos de coluna e purga do septo para um injetor com/sem divisor se desligariam.
- Desativará todos os outros aquecedores. Quando exibidos, os parâmetros de temperatura piscam com o texto **Desligado (Off)**.
- Tentará ativar uma falha de zona de desligamento com uma mensagem de erro.
- Desliga o filamento do TCD.
- Desliga o ignitor do FID ou FPD+ e os fluxos de ar e gás combustível.
- Desliga a pérola do NPD e os fluxos de ar e gás combustível.
- 8890: Comunica-se com o MS configurado, se estiver presente, para que o MS possa reagir ao evento de desligamento.

Para se recuperar desse estado.

- 1 Corrija a causa do desligamento. Verifique o fornecimento de gás de arraste. O GC requer um fornecimento de pressão de gás de 70 kPa (10 psi) maior do que a maior pressão usada na corrida. Consulte o Guia de Preparação do Local do GC, GC/MS e ALS Agilent.
  - Verifique se há uma coluna quebrada próxima à entrada.
  - Verifique se há vazamentos.
  - Substitua o septo da entrada.
  - Substitua o O-ring do injetor.
  - Verifique a pressão do fornecimento.
- 2 Selecione **Diagnósticos**. Selecione o alerta. Selecione **Limpar Desligamento - Ativado** para limpar o alerta e ligar todas as zonas. Selecione **Limpar Desligamento - Desativado** para limpar o alerta e ativar todas as zonas, exceto a zona de desligamento.

## Desligamentos de hidrogênio

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

### Hidrogênio utilizado em injetores e fluxos de gases auxiliares

O GC monitora os fluxos de gás da entrada de alimentação e auxiliares. Se um fluxo não conseguir alcançar seu setpoint de fluxo ou pressão e se esse fluxo estiver configurado para usar hidrogênio, o GC irá presumir que há um vazamento. Ele irá avisá-lo com um bipe após 25 segundos, e continuará bipando com intervalos. Após aproximadamente 5 minutos, o GC desligará os componentes para criar um estado seguro. O GC:

- Exibe **Desligamento de Hidrogênio por Precaução**.
- Fecha a válvula do suprimento do gás de arraste para o injetor, fecha e desliga os controles de fluxo e pressão.
- Abre as válvulas do split vent nos injetores split/splitless e PTV.
- Desligará o aquecedor e o ventilador do forno e abrirá as abas do forno.
- Desliga todos os aquecedores (incluindo dispositivos conectados aos controles de aquecimento auxiliares, como aquecedores de caixa de válvulas e aquecedores de linha de transferência).
- Desliga o filamento do TCD.
- Desliga o ignitor do FID ou FPD+ e os fluxos de ar e gás combustível.
- Desliga a pérola do NPD e os fluxos de ar e gás combustível.
- Soa um alarme.
- 8890: Comunica-se com um MS configurado, se estiver presente, para que o MS possa reagir ao evento de desligamento.

#### AVISO

**O GC não consegue detectar vazamentos nos fluxos de gás do detector. Por esse motivo, é de suma importância que as conexões da coluna do FID, do NPD e de qualquer detector que use hidrogênio sempre estejam ligadas a uma coluna ou que estejam com um bloqueio ou um plugue instalado, e que os fluxos de hidrogênio sejam configurados de forma que o GC esteja ciente deles.**

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

- 1 Corrija a causa do desligamento:
  - Substitua o septo da entrada. Consulte o manual de Manutenção.
  - Substitua o O-ring do injetor. Consulte o manual de Manutenção.
  - Verifique se a coluna está quebrada.
  - Verifique a pressão do fornecimento. Certifique-se de que o suprimento de gás atenda às recomendações de pressão listadas no Guia de Preparação do Local do GC, GC/MS e ALS Agilent.

- Verifique se há vazamentos no sistema. Consulte **Dicas para a Verificação de Vazamento**.

2 Desligue e ligue o GC.

3 Selecione **Diagnósticos**. Selecione o alerta. Selecione **Limpar Desligamento - Ativado** para limpar o alerta e ligar todas as zonas. Selecione **Limpar Desligamento - Desativado** para limpar o alerta e ativar todas as zonas, exceto a zona de desligamento.

## Sensor de Hidrogênio

Se equipado com o sensor de hidrogênio opcional, o GC realizará um desligamento de segurança do hidrogênio, caso o sensor detecte uma concentração de hidrogênio não queimado de cerca de 1% no forno (cerca de 25% do limite explosivo mais baixo para hidrogênio).

## Desligamentos de ar do detector

Quando ar é usado na combustão do gás combustível (hidrogênio) de um detector, um suprimento de ar insuficiente pode causar o desligamento do canal de ar. Além disso, os fluxos de **Ar e Hidrogênio** do detector associado serão **Desligados**.

Para se recuperar desse estado.

- 1 Corrija a causa do desligamento. Verifique o suprimento de ar. O FID e o NPD requerem um fornecimento de pressão de gás de 380–690 kPa (55–100 psi). O FPD+ requer um fornecimento de pressão de gás de 690–827 kPa (100–120 psi). Consulte o Guia de Preparação do Local do GC, GC/MS e ALS Agilent.
- 2 Selecione **Diagnósticos**. Selecione o alerta. Selecione **Limpar Desligamento - Ativado** para limpar o alerta e ligar todas as zonas. Selecione **Limpar Desligamento - Desativado** para limpar o alerta e ativar todas as zonas, exceto a zona de desligamento.

## Desligamento do MS

Se o GC receber um evento de desligamento ou perder a comunicação com um MS configurado, o GC reagirá com alterações como:

- Desligar o forno da coluna.
- Definir baixas pressões/fluxos para o caminho do fluxo do MS.
- Desligar o fluxo de hidrogênio como gás de arraste, se estiver sendo usado.
- Abortar uma corrida atual.
- Desligar o aquecedor da linha de transferência do MS.
- Bloquear todas as alterações em setpoints.

As mudanças exatas dependem do evento que provocou o desligamento. Por exemplo, o GC pode reagir à perda de comunicação de forma diferente da que reagiria a uma falha na bomba de alto vácuo do MS.

Quando for solucionar problema de desligamento do MSD:

- 1 Confira todos os registros e eventos do GC, MS e sistema de dados. O GC provocará o desligamento do MS se:
  - O GC não conseguir manter o fluxo do gás de arraste para o MS.
  - O MS relatar um desligamento ou falha.
  - O GC e o MS perderem a comunicação entre si.
- 2 Verifique o status atual da comunicação.

### 5977A, 7000C, 7010:

**a** Selecione **Parâmetros > Configuração > Detectores**.

**b** A caixa de seleção **Habilitar Comunicação** deve ser marcada. Caso contrário, verifique os endereços IP do GC e do MS inseridos no GC, no MS e no PC. Todos os endereços IP do GC e do MS devem ser exatamente iguais nos três locais.

**c** Verifique as conexões de rede local do GC e do MS. O switch ou hub de rede local (LAN) estão funcionando?

### 5977B:

**a** Selecione **Parâmetros > Configuração > Detectores**.

**b** A caixa de seleção **Habilitar Comunicação** deve ser marcada.

**c** Verifique as conexões de rede local do GC e do MS. O switch ou hub de rede local (LAN) estão funcionando?



## Limpar um desligamento do MS

Diferentemente dos outros desligamentos, esse estado não pode ser eliminado desativando um setpoint (porque as alterações nos setpoints ficam bloqueadas). Em vez disso, limpe esse estado desativando as comunicações do GC para o MS.

- 1 Selecione **Parâmetros > Configuração > Detectores**.
- 2 Selecione a caixa de seleção **Habilitar Comunicação** para desmarcá-la.

Se o GC tiver iniciado o desligamento, agora você poderá solucionar o problema e resolver a falha do GC.

## Depois de resolver o desligamento do MS

Depois de resolver o problema do GS ou do MS, sempre restaure a comunicação do GC com o MS.

- 1 Selecione **Parâmetros > Configuração > Detectores**.
- 2 Selecione a caixa de seleção **Habilitar Comunicação** para marcá-la.

## Desligamentos térmicos

Uma falha térmica significa que o forno ou outra zona aquecida não está no intervalo de temperatura permitido (abaixo da temperatura mínima ou acima da temperatura máxima). Diversos fatores poderiam causar esse erro:

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

Para se recuperar desse estado:

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

## Solução de Problemas do Sistema Eletrônico na Inicialização do GC e Sintomas de Comunicação

O GC não liga 108

O PC não consegue se comunicar com o GC 109

O GC não consegue se comunicar com um MS ou HS configurado 110

O GC liga, mas para durante a inicialização (autoteste) 111

## O GC não liga

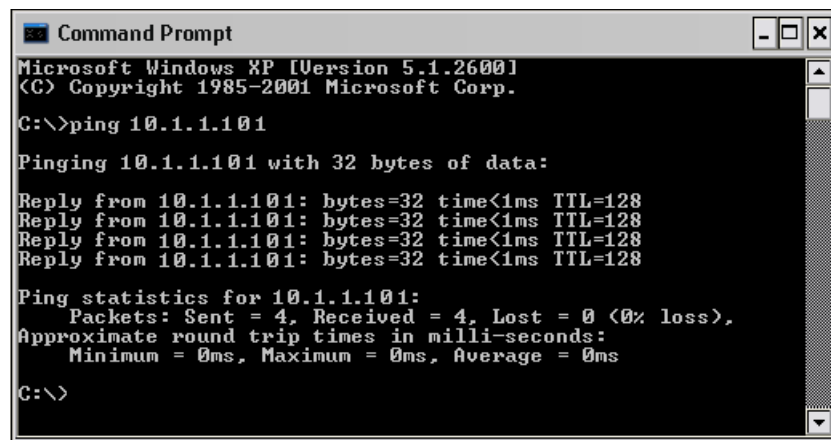
Se o GC não ligar:

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

## O PC não consegue se comunicar com o GC

- Realize um teste de **ping**

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



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

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

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

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

C:\>
```

Se o teste de ping for aprovado, verifique a configuração do software.

Se o sistema de dados não conseguir se conectar ao GC, verifique se outro PC está controlando o GC. No teclado do GC, selecione **Parâmetros > Configurações do Sistema > Rede**. Se um computador estiver conectado ao GC, seu nome de rede será exibido abaixo da linha **Habilitar DHCP**.

Se o teste de ping não for aprovado, faça o seguinte:

- Verifique o cabo da rede.
- Verifique os endereços IP, da máscara de sub-rede e do gateway.
- Certifique-se de que todos os dispositivos de rede (hubs, switches, etc.) estejam ligados, adequadamente conectados e funcionando.
- Verifique se placa de rede local (LAN) do PC está com defeito.
- Ao fazer uma conexão direta entre o PC e o GC, certifique-se de usar um cabo cruzado (crossover). Ao usar um hub ou switch (ou seja, ao conectar-se à LAN de um local), NÃO use um cabo cruzado (crossover).

## O GC não consegue se comunicar com um MS ou HS configurado

- 1 Primeiro, verifique se a comunicação do GC com o MS (ou do GC com o HS) está habilitada.

Para um MS ou MSD:

- a Selecione **Parâmetros > Configuração > Detectores**.
- b Role até a caixa de seleção **Habilitar Comunicação**.

No HS:

- a Selecione **Parâmetros > Configuração > Headspace**.
- b Role até a caixa de seleção **Habilitar Comunicação**.

Se a caixa de seleção **Habilitar comunicação** não estiver marcada, selecione-a.

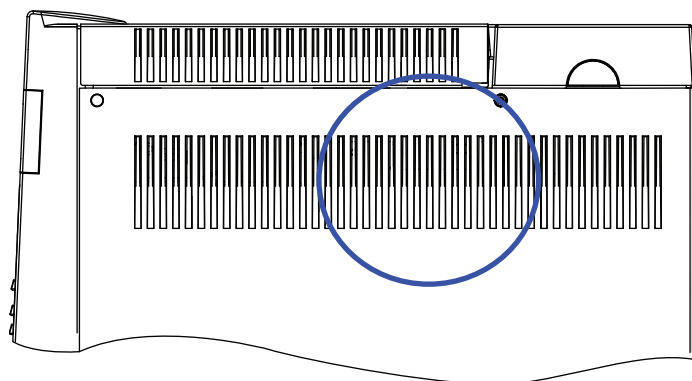
Se a caixa de seleção estiver marcada, mas o GC ainda não puder se comunicar, continue com a solução de problemas.

- 2 Verifique se o endereço IP do GC está inserido corretamente, sempre que necessário. O endereço IP do GC pode ser encontrado acessando-se **Parâmetros > Configurações do Sistema > Rede**.
- 3 **5977A, 7000C, 7010**: Verifique se o endereço IP do MS ou HS está inserido corretamente no GC. Compare essa entrada com o endereço IP mostrado no display do MS ou HS.  
**5977B**: Verifique se o endereço IP do MS está inserido corretamente, sempre que necessário.
- 4 **5977A, 7000C, 7010**: Se estiver usando um MS, use o teclado do MS para verificar os endereços IP do HS e do GC inseridos no MS. Eles devem ser exatamente iguais ao inserido no GC.
- 5 Se estiver usando um HS, use o teclado dele para verificar os endereços IP do HS e do GC inseridos no HS. Eles devem ser exatamente iguais ao inserido no GC.
- 6 Se os endereços estiverem corretos tanto no GC quanto no MS ou HS, **dê um ping** em cada instrumento usando um computador na mesma rede local. (Consulte "**O PC não consegue se comunicar com o GC**", para mais informações sobre o comando **ping** do computador.)
- 7 Se estiver usando um sistema de dados Agilent, confira os endereços IP do GC, do HS e do MS inseridos no software do sistema de dados. Mais uma vez, eles precisam ser exatamente iguais aos valores inseridos em cada instrumento.

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

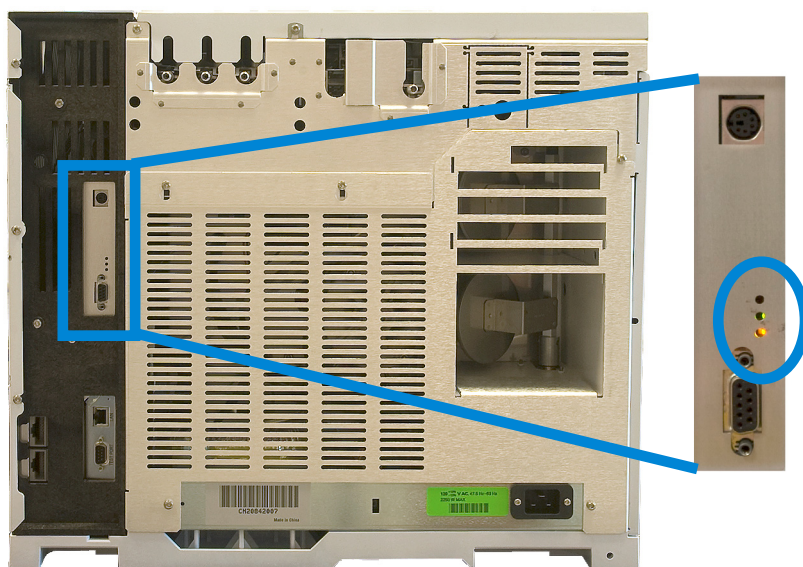
Se o GC ligar, mas a tela habitual não aparecer:

- 1 **Desligue** o botão liga/desliga do GC. Aguarde um minuto e **Ligue** o GC.
- 2 Se o GC não voltar ao normal, grave eventuais mensagens exibidas no visor. Observe o painel posterior do GC; procure as luzes indicadoras (LEDs verde, amarelo ou vermelho) acima do conector REMOTE. Verifique se elas piscam ou se permanecem constantes. (em GCs mais antigos, olhe nos slots no painel lateral direito do GC, onde mostrado abaixo). Entre em contato com o serviço da Agilent e forneça as informações do visor aos funcionários do suporte (Veja também **“Informações a serem Fornecidas ao Entrar em Contato com o Suporte da Agilent”** na página 15’.)



GC mais antigo: LEDs visíveis pelo painel lateral.







|                                                                                          |     |
|------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Dicas para a Verificação de Vazamento                                                    | 116 |
| Para verificar se há vazamentos externos                                                 | 117 |
| Para verificar se há vazamentos no GC                                                    | 119 |
| Vazamentos nas Conexões de Fluxo Capilar                                                 | 120 |
| Para realizar uma verificação de vazamento na entrada                                    | 121 |
| Realizar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão                                       | 122 |
| Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Split/splitless                     | 124 |
| Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Multimodo                           | 127 |
| Corrigir Vazamentos em um Injetor Multimodo                                              | 130 |
| Ao Executar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão em um Injetor com Purga/Empacotado | 131 |
| Corrigir Vazamentos no Injetor Empacotado com Purga                                      | 132 |
| Para corrigir vazamentos em Injetores On-Column                                          | 133 |
| Corrigir Vazamentos no Injetor do PTV                                                    | 134 |
| Corrigir Vazamentos na Interface Volátil                                                 | 135 |

## Dicas para a Verificação de Vazamento

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

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

### AVISO

O hidrogênio (H<sub>2</sub>) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Purgue os medidores de fluxo com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

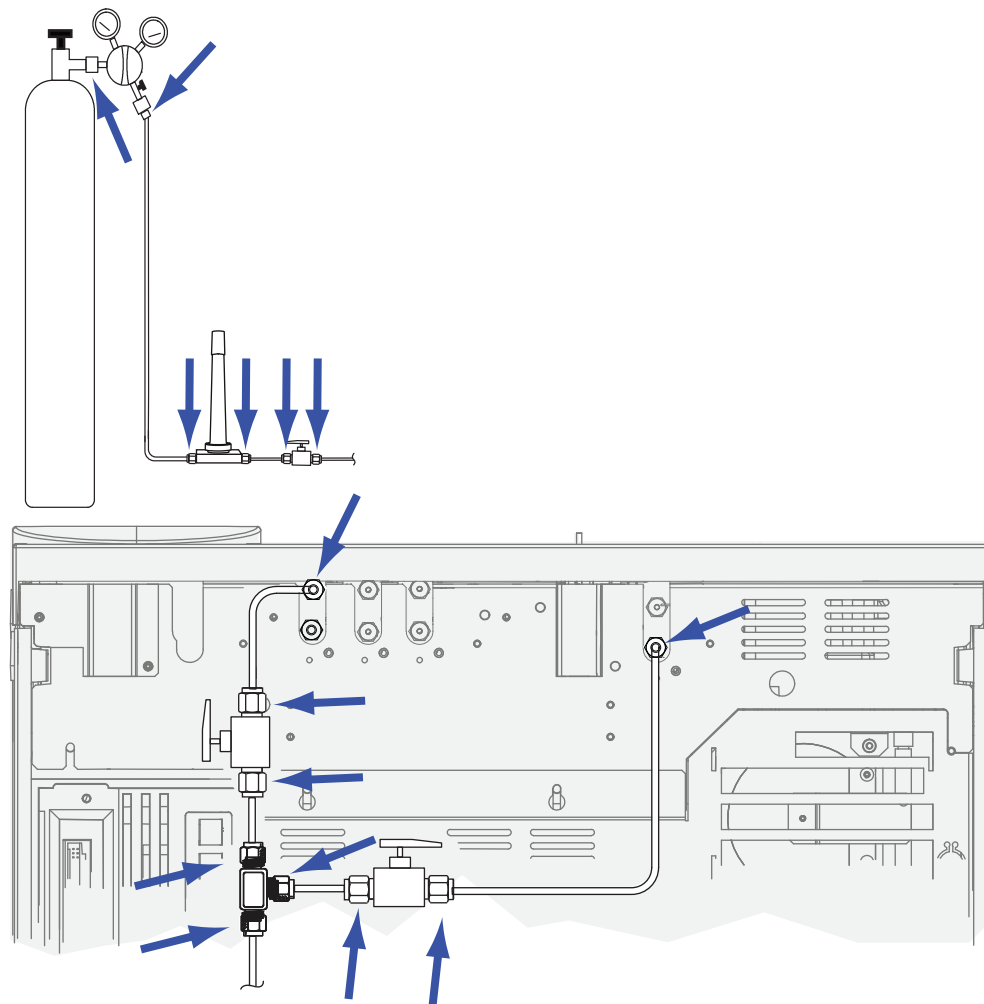
### AVISO

Pode haver presença de gases de amostra perigosos.

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

## Para verificar se há vazamentos externos

Verifique se há vazamentos nestas conexões:



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

Realize um teste de queda de pressão.

- 1 Desligue o GC.
- 2 Ajuste a pressão do regulador para 415 kPa (60 psi).

## 7 Verificação de Vazamento

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

## Para verificar se há vazamentos no GC

Verifique se há vazamentos nestas conexões:

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

Primeiro, use o teste de vazamento integrado do GC para verificar se há vazamentos na conexão da coluna de entrada, no septo, no revestimento, na linha de trap do split vent etc. Consulte **"Para realizar uma verificação de vazamento na entrada"**. Corrija eventuais vazamentos encontrados usando este teste. Se o GC ainda mostrar os sintomas de um vazamento, verifique outros pontos possíveis de vazamento.

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

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

- **Realizar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão**

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

- **Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Split/splitless**
- **Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Multimodo**
- **Vazamentos nas Conexões de Fluxo Capilar**
-

## Vazamentos nas Conexões de Fluxo Capilar

Nas conexões de fluxo capilar, um vazamento costuma indicar que a conexão foi apertada demais. A não ser que a conexão esteja obviamente solta, não a aperte mais. Em vez disso, remova a conexão, corte a ponta da coluna e instale-a novamente

Inspecione também a placa e a conexão para ver se a ponta da coluna está quebrada.



## Para realizar uma verificação de vazamento na entrada

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

O Leak Check do injetor encontra vazamentos nestes locais:

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

Para realizar o teste:

- 1 Selecione **Diagnósticos > Testes de Diagnóstico > Injetores**, selecione o injetor desejado e selecione **Teste de Vazamento e Restrição**.
- 2 Selecione **Iniciar Teste**.

### NOTA

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

- 3 Se o teste ainda assim não for aprovado:
- 4 Substitua
  - O septo
  - Reinstale a coluna no injetor
  - Substitua o liner e o o-ring do liner
  - Abra o filtro da tubulação de saída do divisor e verifique a instalação do O-ring. Substitua o trap do split vent, se necessário.

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

- **Realizar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão**
- **Ao Executar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão em um Injetor com Purga/Empacotado**

## Realizar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão

Use o Teste de Vazamento e Restrição do Injetor para determinar se o injetor está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para o injetor. Consulte **"Para realizar uma verificação de vazamento na entrada"** na página 121 e **"Executar o Teste de Restrição do Split Vent"** na página 150.

Se o teste falhar:

- Verifique a porca "cega" da coluna e a conexão de bloqueio da purga do septo.
- Verifique a cabeça do septo. Aperte-a, se necessário.
- Substitua o septo, se necessário.
- Inspeccione e reinstale o liner, caso esteja vazando.
- Ajuste o filtro da tubulação de saída do divisor, se necessário, ou instale um novo cartucho e O-rings.
- Aperte a conexão da linha do split vent no injetor.

## Realizar um teste de queda de pressão do injetor na IUL

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

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente. Consulte **"Para verificar se há vazamentos externos"**.

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

Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

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

| O teste consegue encontrar vazamentos em:                                  | O teste não consegue encontrar vazamentos em: |
|----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|
| válvula de purga do septo no módulo de controle                            |                                               |
| filtro e tubulação de saída do divisor                                     |                                               |
| tubulação da purga do septo                                                |                                               |
| selos da tubulação entre o módulo do injetor de fluxo e o corpo do injetor |                                               |

Os materiais abaixo serão necessários para realizar esse teste:

- Anilha "cega"
- Chave de boca de 1/4 de polegada
- Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
- Porca da coluna
- Septo novo
- O-ring
- Plugue do detector ECD/TCD (no. peça 5060-9055)

**5** Selecione **Diagnósticos > Testes de Diagnósticos > Injetores**.

**6** Selecione **Teste de Queda de Pressão**.

**7** Selecione **Iniciar Teste**.

**8** Siga as instruções apresentadas na IUL.

**9** Depois que o injetor for aprovado no teste, restaure o GC à condição de operação.

- Restaure as pressões de fonte.
- Remova as porcas "cegas"/plugues.
- Recoloque a coluna.
- Restaure a configuração correta de coluna.
- Carregue o método de operação.

## Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Split/splitless

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

### Não Consegue Atingir o Setpoint de Pressão

Se o injetor split/splitless não atingir seu setpoint de pressão, o GC mostrará "Não Pronto". O indicador de status abaixo da tela de toque e a barra de status na tela de toque ficarão laranja. O GC se desligará em aproximadamente 5,5 minutos, caso o injetor não consiga pressurizar ou controlar.

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

- 1 Verifique se está sendo fornecida pressão de suprimento de gás suficiente para o GC e verifique também se há vazamentos no suprimento de gás (consulte **Para verificar se há vazamentos externos**). O injetor requer 70 kPa (10 psi) acima da pressão mais alta usada no método.
  - 120 psi máximo para o injetor de 0–100 psi
  - 170 psi máximo para o injetor de 0-150 psi
- 2 Verifique a configuração de fluxo total. O fluxo total deve ser alto o suficiente para manter a pressão no injetor durante toda a corrida. As colunas capilares Wide Bore requerem taxas de fluxo maiores. Normalmente, 50 mL/min é suficiente. Para aumentar o fluxo total:
  - Aumente a taxa de divisão se estiver no modo split
  - Aumente o fluxo de purga se estiver no modo splitless
- 3 Se a pressão permanecer baixa, continue na próxima etapa.
- 4 Realize a verificação de vazamento na corrida do injetor. Consulte **"Para realizar uma verificação de vazamento na entrada"**. O fluxo total oferece uma indicação da dimensão do vazamento. Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:
  - Porca do septo
  - Coluna
  - Filtro da tubulação de saída do divisor/O-rings
  - Liner/O-rings
  - Selo dourado
  - Conexão da linha do split vent ao corpo do injetor
  - Conexões de bloqueio de fluxo no controlador de fluxo.

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

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

### AVISO

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

### Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim

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

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

- 1 Realize o teste de queda de pressão do injetor. Consulte **"Realizar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão"**. Se o teste for aprovado, considere que o injetor está livre de vazamentos e verifique outras causas possíveis de baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim.
- 2 Se o teste de queda de pressão não for aprovado, faça a verificação de vazamento da entrada. Consulte **"Para realizar uma verificação de vazamento na entrada"**. Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:
  - Porca do septo
  - Coluna
  - Trap de vent do divisor
  - Liner/O-ring
  - Selo dourado
  - Conexão da linha do split vent ao corpo do injetor
  - Conexões de bloqueio de fluxo no controlador de fluxo.
- 3 Se a verificação de vazamento do injetor (corrida de preparação) não tiver resolvido o problema, o vazamento pode ser muito pequeno para ser detectado por meio desse teste. Use um detector de vazamentos eletrônico para verificar as conexões.

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

## Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor

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

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

## Verificar Manualmente se há Vazamentos em um Injetor Multimodo

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

### Não é possível atingir o ponto de ajuste da pressão

Se o EPC multimodo não atingir seu ponto de ajuste de pressão, o GC mostrará "Not Ready". O GC se desligará em aproximadamente 5,5 minutos, caso o injetor não consiga pressurizar e controlar.

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

- 1 Verifique se a pressão de fornecimento de gás para o GC é suficiente (consulte o Guia de Preparação do Local do GC, GC/MSD e ALS), e se não há vazamentos no fornecimento de gás (consulte **"Para verificar se há vazamentos externos"** na página 117). O injetor requer 70 kPa (10 psi) acima da pressão mais alta usada no método.
  - 120 psi máximo para o injetor de 0–100 psi
  - 170 psi máximo para o injetor de 0-150 psi
- 2 Verifique a configuração de fluxo total. O fluxo total deve ser alto o suficiente para manter a pressão no injetor durante toda a corrida. As colunas capilares Wide Bore requerem taxas de fluxo maiores. Normalmente, 50 mL/min é suficiente. Para aumentar o fluxo total:
  - Aumente a taxa de divisão se estiver no modo split
  - Aumente o fluxo de purga se estiver no modo splitless
- 3 Coloque seu polegar (ou um septo) sobre a exaustão da tubulação de saída do divisor. Se a pressão no injetor começar a subir para o ponto de ajuste, ligue para a Agilent para manutenção. Se a pressão do injetor começar a subir até o setpoint, **substitua** a válvula proporcional do split vent no módulo de fluxo do injetor. Se a pressão permanecer baixa, continue na próxima etapa.
- 4 Realize o Leak Check do injetor. Consulte **"Para realizar uma verificação de vazamento na entrada"**. O fluxo total oferece uma indicação da dimensão do vazamento. Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:
  - Porca do septo
  - Coluna
  - Filtro da tubulação de saída do divisor/O-rings
  - Liner/O-rings
  - Conexão da linha do split vent ao corpo do injetor
  - Conexões de bloqueio de fluxo no controlador de fluxo.

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

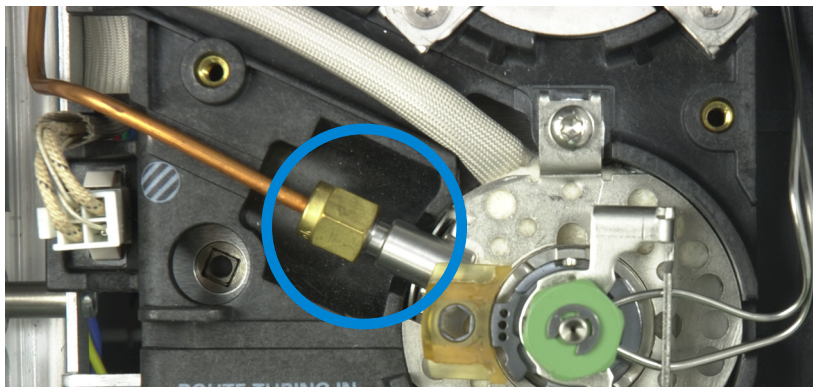
Se essas verificações não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Se essas verificações não resolverem o problema, siga para as próximas etapas.

### AVISO

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

- 5 **Desative** a temperatura do injetor e aguarde o resfriamento do injetor.
- 6 Coloque o injetor no modo **Split**.
- 7 Defina a pressão do injetor em 25 psi e o fluxo total em 400 mL/min.
- 8 Remova o encaixe soldado e segure um septo com firmeza acima da parte de baixo da abertura.
  - Se o fluxo total cair em direção a 0 mL/min, e a pressão subir em direção ao setpoint, significa que o encaixe soldado, a respectiva tubulação e as conexões ao módulo do fluxo não estão com vazamento. O vazamento está em algum ponto no corpo do injetor ou no split vent. Prossiga para a **etapa 9**.
  - Se a pressão continuar baixa e o fluxo total ficar muito alto, use um detector de vazamento eletrônico para procurar vazamentos dentro ou em volta do septo, rachaduras na tubulação do encaixe soldado (linha do gás de arraste e linha de purga do septo), e vazamento nas conexões de tubulação para o módulo de fluxo. Prossiga para a **etapa 9**.
- 9 Verificar vazamentos na solda de inserção e na tubulação associada.
  - a Verifique o septo.
  - b Verifique se há rachadura na tubulação do encaixe soldado. Substitua o encaixe soldado, se houver vazamento.
  - c Verifique se há vazamento nas conexões para o módulo de fluxo. Se houver vazamento, aperte. Se ainda assim houver vazamento, substitua os o-rings. Limpe a superfície de vedação antes de instalar um novo o-ring.



- d Verifique o trap do split vent. Confira se os o-rings do cartucho do filtro estão encaixados corretamente e se a porca serrilhada está presa.



**10** Após resolver o problema, faça o teste de queda de pressão do injetor.

### Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim

Um pequeno vazamento no injetor do EPC multimodo pode causar baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim. Verifique se há algum pequeno vazamento e isole-o, como descrito abaixo.

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

- 1** Realize o teste de queda de pressão do injetor. Se o teste for aprovado, considere que o injetor está livre de vazamentos e verifique outras causas possíveis de baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim.
- 2** Se o teste de queda de pressão falhar, coloque o injetor no modo com divisão (Split). Defina o fluxo de coluna em 3 mL/min, um fluxo de purga de septo de 3 mL/min e um fluxo de purga de 50 mL/min. Pressione . Monitore o fluxo total do injetor. Se o fluxo total for muito maior do que 6 mL/min, verifique/aperte as seguintes conexões:

- Porca do septo
- Coluna
- Trap de vent do divisor
- Liner/O-ring
- Conexão da linha do split vent ao corpo do injetor
- Conexões de bloqueio de fluxo no controlador de fluxo.

Se o problema persistir, o vazamento pode ser pequeno.

- 3** Use um detector de vazamentos eletrônico para verificar as conexões.

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

## Corrigir Vazamentos em um Injetor Multimodo

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

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Confira se a porca do septo está apertada.
- Verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Confira a instalação do insert.
- Confira o liner e o O-ring do liner.
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

## Ao Executar um Teste de Vazamento de Queda de Pressão em um Injetor com Purga/Empacotado

Use o Teste de Queda de Pressão do Injetor para determinar se um injetor com purga/empacotado está vazando.

Se o teste falhar:

- Aperte a porca do septo/tampa Merlin.
- Substitua o septo ou o microsselo Merlin.
- Aperte a tubulação soldada superior. Substitua o liner.
- Substitua o o-ring e aperte a conexão do adaptador de coluna. Reinstale, se necessário.
- Verifique a conexão da coluna obstruída e a tampa de purga do septo.

## Corrigir Vazamentos no Injetor Empacotado com Purga

- 1 Se o injetor não for aprovado no teste de vazamento, verifique o seguinte:
  - Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
  - Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
  - Confira se a porca do septo está apertada.
  - Verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
  - Verifique se a tubulação superior soldada está instalada com firmeza.
  - Substitua o anel em "O".
  - Verifique também a inserção de vidro.
  - Substitua o selo da anilha do adaptador.
  - Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste
- 2 Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

## Para corrigir vazamentos em Injetores On-Column

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

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

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

## Corrigir Vazamentos no Injetor do PTV

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

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Se estiver usando uma cabeça de septo, verifique se a porca do septo está apertada.
- Se estiver usando uma cabeça de septo, verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Verifique se o conjunto com (ou sem) septo está instalado com firmeza.
- Substitua o liner e a anilha Graphpak 3D.
- Verifique o selo do adaptador Graphpak em relação ao corpo do injetor. Substitua o selo de prata e reinstale o adaptador, se necessário.
- Se estiver usando conexão sem septo, veja se há vazamento em torno da tampa guia. Substitua a anilha PTFE na tampa guia.
- Verifique se há vazamento no filtro da tubulação de saída do divisor. Aperte conforme necessário. Substitua o filtro do trap do split vent e os o-rings.
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

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

## Corrigir Vazamentos na Interface Volátil

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

- As tampas e os plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- As conexões da tubulação de saída do divisor e do sensor de pressão na interface.
- A conexão do amostrador à interface.
- O amostrador.

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





|                                                                                |     |
|--------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Para medir um fluxo na coluna                                                  | 138 |
| Para medir o fluxo da tubulação de saída do divisor ou de purga do septo       | 142 |
| Para medir um fluxo do detector                                                | 144 |
| Para realizar o autoteste do GC                                                | 148 |
| Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação com divisor | 149 |
| Executar o Teste de Restrição do Split Vent                                    | 150 |
| Para ajustar o desvio de ignição do FID                                        | 151 |
| Para verificar se a chama do FID está acesa                                    | 152 |
| Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição       | 153 |
| Para medir o vazamento de corrente do FID                                      | 154 |
| Para medir a saída de linha de base do FID                                     | 155 |
| Para Isolar a Causa do Ruído do FID                                            | 156 |
| Medir a Corrente de Fuga no NPD                                                | 157 |
| Para verificar se um jet do FID está obstruído                                 | 158 |
| Para verificar se um jet de NPD está obstruído                                 | 159 |
| Para verificar se a pérola do NPD está acesa                                   | 160 |
| Verificar se a Chama do FPD+ está Acesa                                        | 161 |
| Ajustar o Lit Offset do FPD+                                                   | 162 |
| Quando é Hora de Trocar os Purificadores de Gás                                | 163 |
| Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo                           | 164 |

## Para medir um fluxo na coluna

### Medir o fluxo da coluna do FID, TCD, ECD e FPD+

O procedimento a seguir é usado para medir o fluxo da coluna do FID, TCD, ECD ou FPD +.

#### AVISO

O hidrogênio (H<sub>2</sub>) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Purgue os medidores de fluxo com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

#### AVISO

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

- 1 Reúna o seguinte:
  - Tubo adaptador apropriado para medidores de fluxo/fluxímetro (incluído no kit que acompanha o GC).
  - Fluxímetro eletrônico calibrado para as taxas de gás e fluxo de interesse.
- 2 Desligue o detector.
- 3 Desligue os fluxos do detector.
- 4 Conecte o adaptador apropriado ao exaustor do detector.

#### NOTA

**O diâmetro do tubo do fluxímetro varia de acordo com o modelo. Modifique o adaptador para a tubulação do fluxímetro conforme a necessidade.**

Um tubo adaptador de borracha de 1/8 de polegada se conecta diretamente a um vent de exaustão do ECD ou do TCD.



Um adaptador separado (19301-60660) é fornecido para o FID. Insira o adaptador na ventilação de exaustão do detector, o máximo possível. Você vai sentir alguma resistência enquanto o O-ring é pressionado para dentro da ventilação de exaustão do detector. Gire e empurre o adaptador durante a inserção para garantir uma boa vedação.



## 8 Tarefas de solução de problemas

No caso do FPD+, remova a tubulação de plástico do exaustor do FPD+ e conecte o medidor de fluxo diretamente ao tubo do vent do FPD+. Caso necessário, use um adaptador de tubo de 1/4 de polegada entre o exaustor do detector e a tubulação do fluxímetro.



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

## Medição do fluxo de coluna no NPD

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



- Insert de medição de fluxo (19301-60660)
- Fluxímetro eletrônico calibrado para as taxas de gás e fluxo de interesse.

- 2 Desative a pérola.
- 3 Resfrie o NPD até 100 °C.

### AVISO

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

- 4 Remova a pérola e guarde-a com cuidado até a reinstalação.
- 5 Insira a ferramenta adaptadora do fluxímetro do NPD no coletor do NPD.
- 6 Conecte a inserção para medição de fluxo na ferramenta do adaptador do fluxímetro do NPD.



## 8 Tarefas de solução de problemas

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

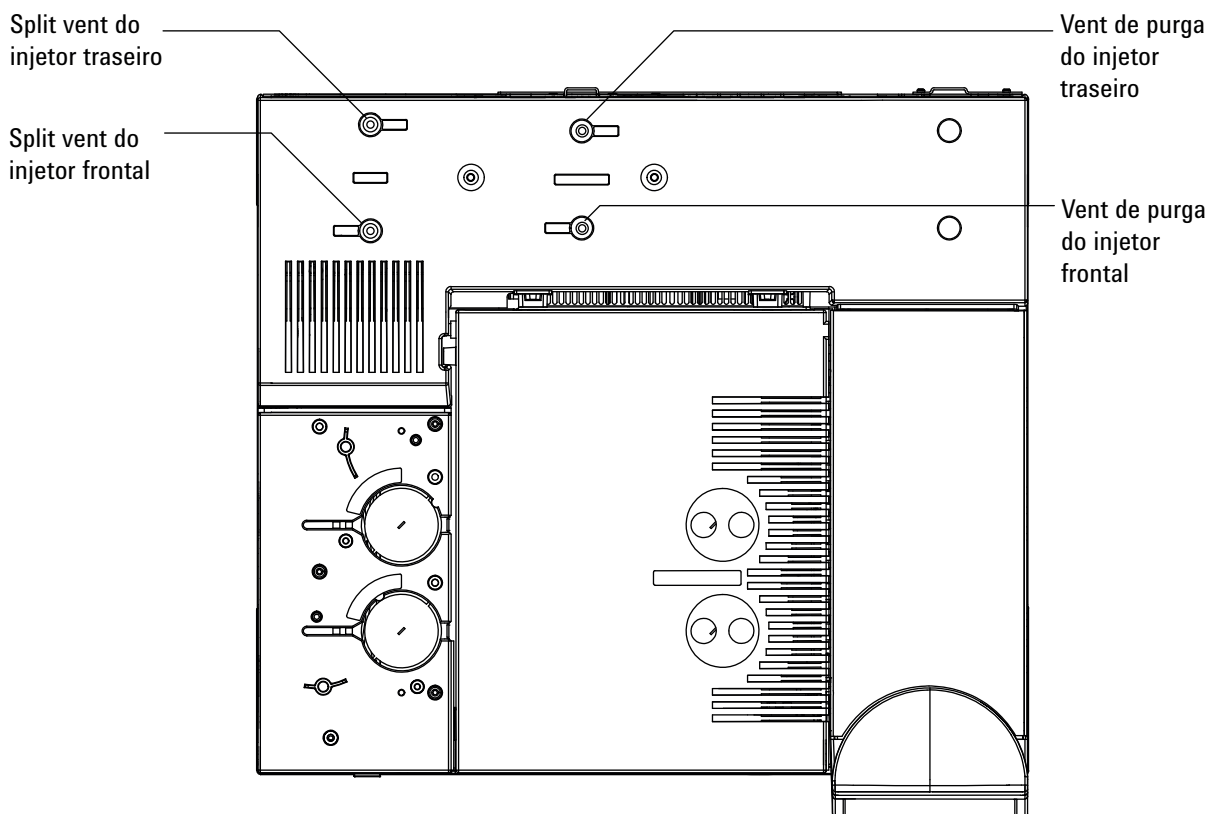
## Para medir o fluxo da tubulação de saída do divisor ou de purga do septo

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

### AVISO

O hidrogênio (H<sub>2</sub>) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Purgue os medidores de fluxo com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

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



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

- O escape com divisor tem um adaptador aparafusado Swagelok de 1/8 polegada. Os vents usam uma conexão com rosca Swagelok de 1/8 de polegada. Crie e use um adaptador de tubos de 1/8 pol. (exibido abaixo) para converter a conexão com rosca de 1/8 pol. em um tubo de 1/8 pol. Isso evita que a tubulação de borracha do medidor de fluxo vaze em volta das roscas, o que resultaria em leituras de fluxo incorretas.



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

## Para medir um fluxo do detector

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

- Restrições na linha de suprimento, que enviarão a mensagem **Não pronto** aparecer na tela do GC (todos os detectores)
- Coluna ou conexão do adaptador da coluna com vazamento (todos os detectores)
- Um jet obstruído (FID, NPD).
- Vazamento na câmara do queimador, no selo da janela ou no selo do ignitor (FPD+)
- Sensor de pressão que precisa ser zerado.
- Válvula de EPC que não está operando corretamente.

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

### Medir os fluxos do FID, TCD, ECD e FPD+

#### AVISO

O hidrogênio (H<sub>2</sub>) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Purgue os medidores de fluxo com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

- 1 Reúna o seguinte:
  - Tubo adaptador apropriado para medidores de fluxo/fluxímetro (incluído no kit que acompanha o GC).
  - Fluxímetro eletrônico calibrado para as taxas de gás e fluxo de interesse.

#### CUIDADO

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

- 2 Defina a temperatura do forno como a temperatura ambiente (35 °C).
- 3 Desligue o fluxo e a pressão da coluna.
- 4 Feche todos os gases dos detectores.
- 5 Desligue a chama do FID, a chama do FPD+ ou o filamento do TCD(conforme aplicável).
- 6 Resfrie o detector.
- 7 Conecte o adaptador apropriado ao exaustor do detector.

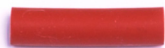
#### NOTA

**O diâmetro do tubo do fluxímetro varia de acordo com o modelo. Modifique o adaptador para a tubulação do fluxímetro conforme a necessidade.**



## 8 Tarefas de solução de problemas

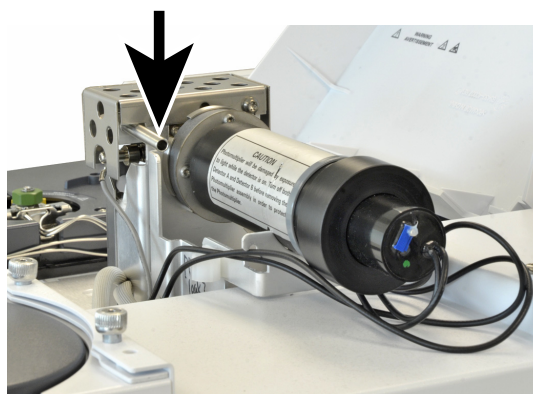
Um tubo adaptador de borracha se conecta diretamente a um vent de exaustão de ECD ou TCD.



Um adaptador separado (19301-60660) é fornecido para o FID. Insira o adaptador na ventilação de exaustão do detector, o máximo possível. Você vai sentir alguma resistência enquanto o O-ring é pressionado para dentro da ventilação de exaustão do detector. Gire e empurre o adaptador durante a inserção para garantir uma boa vedação.



No caso do FPD+, remova a tubulação de plástico do exaustor do FPD+ e conecte o medidor de fluxo diretamente ao tubo do vent do FPD+. Caso necessário, use um adaptador de tubo de 1/4 de polegada entre o exaustor do detector e a tubulação do fluxímetro.



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

## Medição dos fluxos de NPD

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



- Insert de medição de fluxo (19301-60660)
- Fluxímetro eletrônico calibrado para as taxas de gás e fluxo de interesse.

- 2 Desligue a pérola.
- 3 Resfrie o NPD até 100 °C.

### AVISO

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

- 4 Remova a pérola e guarde-a com cuidado até a reinstalação.
- 5 Insira a ferramenta adaptadora do fluxímetro do NPD no coletor do NPD.
- 6 Conecte a inserção para medição de fluxo na ferramenta do adaptador do fluxímetro do NPD.



## 8 Tarefas de solução de problemas

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

## Para realizar o autoteste do GC

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

## Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação com divisor

A Agilent oferece um teste integrado que mede a backpressure no filtro da tubulação de saída do divisor e na linha para os injetores com/sem divisor, multimodo, PTV e VI. O teste mede a pressão desenvolvida no caminho do fluxo de ventilação do divisor a uma taxa de fluxo específica, selecionada pelo usuário. Essa taxa de fluxo pode ser o setpoint do **Fluxo com divisor** do seu método ou o padrão de 400 mL/min usado pela Agilent para comparar valores “típicos”.

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

A pressão medida pelo teste depende:

- Do liner instalado
- Da taxa de fluxo usada

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

O teste verifica:

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

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

## Executar o Teste de Restrição do Split Vent

Os materiais abaixo podem ser necessários para realizar esse teste:

- Anilha sem orifício (5020-8294) e porca de coluna (5181-8130) ou porca “cega” da coluna capilar (5020-8294)
- Chave de boca de 1/4 de polegada

Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)

Na IUL:

- 1 Selecione **Diagnósticos > Testes de Diagnósticos > Injetores**.
- 2 Selecione **Teste de Restrição do Split Vent**.
- 3 Siga as instruções exibidas na IUL.

## Para ajustar o desvio de ignição do FID

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

- 1 Selecione **Parâmetros > Configuração > Detector**.
- 2 Toque no valor do **Lit offset** para exibir um teclado. Use o teclado para inserir o valor desejado.
- 3 O Lit offset deve ser  $< 2,0$  pA ou menor do que a saída normal do FID quando aceso.
- 4 Selecione **Aplicar** para salvar suas alterações.

## Para verificar se a chama do FID está acesa

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

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

Se a chama não se acender, faça o seguinte:

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



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

### AVISO

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

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

## Para medir o vazamento de corrente do FID

- 1 Carregue o método analítico.
  - Certifique-se de que os fluxos sejam aceitáveis para ignição.
  - Aqueça o detector à temperatura operacional ou 300 °C.
- 2 Desligue a chama do FID.
- 3 Verifique se o eletrômetro do FID está ligado.
- 4 Selecione **Método > Detectores** e, em seguida, role até que as **Informações Específicas do Detector** estejam visíveis.
- 5 Verifique se a saída está estável e  $< 1,0$  pA.

Se a saída for instável ou  $> 1,0$  pA, desligue o GC e verifique se as peças superiores do FID estão montadas corretamente e não estão contaminadas. Se a contaminação estiver confinada ao detector, faça o bakeout do FID.
- 6 Ligue a chama.

## Para medir a saída de linha de base do FID

- 1 Com a coluna instalada, carregue seu método de verificação.
- 2 Defina a temperatura do forno para 35 °C.
- 3 Selecione **Método > Detectores** e, em seguida, role até que as **Informações Específicas do Detector** estejam visíveis.
- 4 Quando a chama estiver acesa e o GC estiver pronto, verifique se a saída está estável e < 20 pA (isso pode demorar algum tempo).
- 5 Se a saída não for estável ou > 20 pA, o sistema ou gás pode estar contaminado. Se essa contaminação estiver isolada ao detector, faça bakeout do FID.

## Para Isolar a Causa do Ruído do FID

O ruído do FID é o resultado de fatores mecânicos, elétricos e químicos. O ruído do FID pode ser um parâmetro subjetivo. O ruído na linha de base do FID costuma ser percebido com base no histórico de determinado detector ou fazendo a comparação com outro detector no laboratório. Para fazer um diagnóstico de ruído adequado, é importante avaliar o ruído do detector mediante condições documentadas, em comparação com um padrão conhecido. Encontre informações mais detalhadas sobre ruído em **“Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base”** na página 51.

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

Para isolar a causa do ruído do FID:

- 1 Se o teste de ruído falhar, remova a coluna e reavalie o ruído do detector com o FID bloqueado (porca cega no lugar da coluna) e aceso, usando somente H<sub>2</sub>/ar e gás auxiliar (Makeup) do detector. Se for aprovado, suspeite de que haja gás de arraste/coluna contaminados.
- 2 Se o ruído falhar sem nenhuma coluna instalada, repita o teste de ruído com H<sub>2</sub> e ar somente - defina o fluxo de gás auxiliar (Make up) para "Off". Se for aprovado, suspeite de que haja gás de contaminação no gás auxiliar / Make up.
- 3 Se o teste de ruído ainda não for aprovado, consulte **Para medir o vazamento de corrente do FID**.
- 4 Se o teste de vazamento falhar, substitua ou limpe o coletor e os isoladores do PTFE, a interconexão com mola e/ou todo o conjunto de eletrômetro do FID.
- 5 Se o teste de corrente de vazamento estiver OK, suspeite de que haja um jet contaminado ou suprimentos de gás do detector de H<sub>2</sub> ou ar contaminados (gases, tubulações, purgadores), principalmente se o fundo do detector quando aceso for > 20 pA.

## Medir a Corrente de Fuga no NPD

- 1 Carregue o método analítico.
- 2 Defina o **Offset de Ajuste do NPD** como **Desativado** e desative a pérola.
  - Deixe o NPD em temperatura de operação.
  - Deixe os fluxos ligados ou desligados.
- 3 Selecione **Método > Detectores** e, em seguida, role até que as **Informações Específicas do Detector** estejam visíveis.
- 4 Verifique se a saída (corrente de fuga) está estável e  $< 1,0$  pA.
- 5 A saída deve cair lentamente rumo a  $0,0$  pA, e deve se estabilizar nos décimos de um picoampère. Uma corrente  $> 2,0$  pA indica um problema.

## Para verificar se um jet do FID está obstruído

A causa mais comum de problemas de ignição de FID é um jet obstruído ou parcialmente obstruído. Se o jet não estiver totalmente obstruído e a chama ainda se acender, um sintoma secundário estenderá os tempos de retenção de pico. A obstrução do jet é mais comum em colunas empacotadas ou de espessura de filme alta ou com grande sangramento além de aplicações em altas temperaturas. É melhor operar o forno da coluna dentro dos limites de temperatura da coluna e também operar o FID em uma temperatura, no mínimo, 20°C maior do que a temperatura máxima do forno no método do GC. Se o jet do FID se tornar obstruído, os fluxos do gás de arraste, H<sub>2</sub>, e auxiliar (Makeup) serão menores do que os valores indicados pelo GC.

Para verificar se o jet de FID está obstruído:

- 1 Deixe a coluna instalada no FID. Se já tiver sido removida, bloqueie (porca "cega") a conexão do FID dentro do forno. (Deixar a coluna instalada determinará se a coluna está instalada muito alta no jet, obstruindo o orifício.)
- 2 Defina o fluxo de auxiliar (Makeup) em "Off". Confirme a leitura na tela do GC de 0,0 mL/min para o fluxo auxiliar (makeup) real. Se não estiver em 0,0 – siga o procedimento para zerar o sensor de pressão do módulo EPC no manual de operação.
- 3 Defina o fluxo de hidrogênio em 75 mL/minuto (aumente a pressão de suprimento de H<sub>2</sub>, conforme necessário, para obter essa configuração de taxa de fluxo.)
- 4 Monitorar o fluxo de auxiliar (Makeup) "real"

Se o fluxo auxiliar (make-up) estiver indicando um valor que excede 1,0 mL/min, isso indica que o jet está obstruído ou parcialmente obstruído; a pressão está retornando do canal de H<sub>2</sub> para o canal auxiliar (make-up) do módulo de EPC, resultando em uma indicação falsa de fluxo no canal auxiliar (make-up).

Como alternativa, remova o jet da estrutura e segure-o próximo de uma fonte de luz. Verifique se há contaminação nos orifícios do jet. Se obstruído, substitua o jet.

## Para verificar se um jet de NPD está obstruído

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

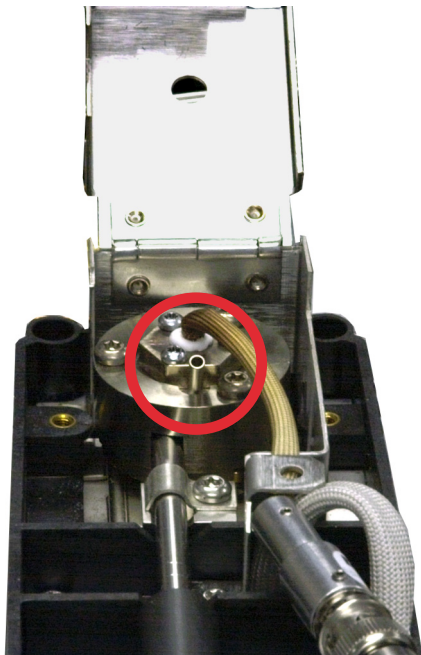
Para verificar um jato de NPD obstruído, meça os fluxos de complementação e hidrogênio reais. (Consulte **Medição dos fluxos de NPD**.) Se os fluxos estiverem abaixo dos valores exibidos, substitua o jet.

## Para verificar se a pérola do NPD está acesa

### AVISO

**Exaustão quente! A exaustão do detector é quente e pode causar queimaduras.**

Para verificar se a pérola está acesa, olhe pelo orifício de ventilação na tampa do detector para ver se a pérola está incandescente (cor laranja).



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



## Verificar se a Chama do FPD+ está Acesa

Verificar se a chama do FPD+ está acesa:

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

## Ajustar o Lit Offset do FPD+

Ajustar o **Lit offset** do FPD+:

- 1 Selecione **Parâmetros > Configuração > Detector**.
- 2 Toque no valor do **Lit offset** para exibir um teclado. Use o teclado para inserir o valor desejado.
- 3 O Lit offset deve ser  $< 2,0$  pA ou menor do que a saída normal do FID+ quando aceso.
- 4 Selecione **Aplicar** para salvar suas alterações.

## Quando é Hora de Trocar os Purificadores de Gás

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

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

Se nenhum filtro de indicação for usado, é melhor seguir a recomendação do fabricante quanto à frequência de substituição. Normalmente, o fabricante especifica quantos cilindros de gás podem ser purificados com determinado filtro. Se desejar, é possível estimar quando se deve substituir o filtro efetuando um cálculo básico. Por exemplo: você possui um cilindro de tamanho "K" padrão com He a 99,995% de pureza que contém 7.800 L de He. Supondo-se que, no pior dos casos, 0,005% restante seja apenas oxigênio, será necessário ter 39 mL ou cerca de 56 mg de O<sub>2</sub> no tanque. O filtro de oxigênio OT3 da Agilent, por exemplo, tem capacidade para 600 mg de O<sub>2</sub>. Portanto, é necessário substituir o filtro OT3 a cada 10 cilindros. Essa é só uma estimativa superficial, sendo preferível trocar os filtros com bastante antecedência do que tarde demais.

## Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo

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

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

Para ignorar o status de um dispositivo:

- 1 Desligue os fluxos de gás e o aquecedor do dispositivo, conforme o caso (certifique-se de que isso não possa criar um risco de segurança).
- 2 Selecione **Parâmetros > Configuração** e, sem seguida, selecione o elemento.
- 3 Remova a seleção da caixa **Habilitar** no campo **Prontidão**.

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

### CUIDADO

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

**Após o reparo, não deixe de devolver o dispositivo ao estado Ignorar pronto = Falso. Do contrário, seu estado (temperatura, fluxo, pressão etc.) continuará sendo ignorado, mesmo se o dispositivo for usado na análise.**

Para considerar a prontidão de um dispositivo, defina **Ignorar Prontidão** como **Falso**.