

Gascromatografo Agilent 6890N

Informazioni per l'utente

Sommario

- ▶ Funzioni operative di base
- ▶ Metodi e sequenze
- ▶ Iniettori
- ▶ Rivelatori
- ▶ Forno e colonne
- ▶ Il campionatore automatico
- ▶ Controllo delle valvole
- ▶ Messaggi di errore
- ▶ Risoluzione dei problemi
- ▶ Manutenzione
- ▶ Indice analitico
- ▶ Sommario
- ▶ Preparazione del laboratorio & Installazione
- ▶ Informazioni sulla sicurezza ed elenco delle pubblicazioni



Agilent Technologies

Publicato: aprile 2001
Codice N° G1530-94210

Funzioni operative di base

 Funzioni di base

 Informazioni generali

 La tastiera e il display

 Controllo del flusso e della pressione

 Gestione dei segnali

 Controllo delle valvole

Metodi e sequenze

-  Metodi analitici
-  Sequenze analitiche

Argomenti correlati

-  Automazione dello strumento
-  Controllo del flusso e della pressione
-  Il campionatore automatico
-  Il forno della colonna
-  Gestione dei segnali
-  Controllo delle valvole

Iniettori

-  Introduzione ai sistemi di iniezione
-  Iniettore split/splitless
-  Iniettore per impaccate
-  Iniettore on-column a freddo
-  Iniettore a temperatura di vaporizzazione programmata
-  Interfaccia per composti volatili
-  Iniettori senza EPC
-  Il modulo di controllo della pneumatica

Rivelatori

-  Utilizzo dei rivelatori
-  Rivelatore a ionizzazione di fiamma
-  Rivelatore a conducibilità termica
-  Rivelatore azoto-fosforo
-  Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle
-  Rivelatore fotometrico a fiamma (FPD)

Preparazione del laboratorio

 Preparazione del laboratorio

 Installazione

 Collegamenti SWAGELOK

Risoluzione dei problemi

Problemi di flusso e pressione

Mantenimento della calibrazione dell'EPC

Procedura: azzeramento dei sensori di flusso e della pressione

Misurazione della portata

Interpretazione delle misure

Un gas non raggiunge la pressione o il flusso impostati

Un gas supera la pressione o il flusso impostati

Oscillazioni del flusso o della pressione in entrata

Il flusso misurato non è uguale a quello visualizzato

Problemi del segnale

Cromatogramma di prova

Problemi di metodo

Incongruenze fra metodi

Problemi dell'iniettore

Iniettore split/splitless

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

Procedura: prova di tenuta di un iniettore split/splitless con EPC

Procedura: prova di tenuta di un iniettore split/splitless senza EPC

Procedura: eliminazione delle perdite

Iniettore per impaccate

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

Procedura: prova di tenuta di un iniettore per impaccate con EPC

Procedura: prova di tenuta di un iniettore per impaccate senza EPC

Procedura: eliminazione delle perdite

Procedura: pulizia dell'iniettore

Iniettore on-column a freddo

Problemi di funzionamento degli iniettori on-column

Problemi di raffreddamento dell'iniettore

L'iniettore non raggiunge la temperatura impostata

L'ago della siringa si piega durante l'iniezione

Procedura: esecuzione delle prove di tenuta dell'iniettore on-column a freddo

Procedura: eliminazione delle perdite

Iniettore a temperatura di vaporizzazione programmata

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

Procedura: prova di tenuta dell'iniettore PTV

Eliminazione delle perdite

Interfaccia per composti volatili

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

Procedura: prova di tenuta del sistema

Procedura: preparazione dell'interfaccia per una prova di tenuta

Procedura: eliminazione delle perdite

Il modulo di controllo della pneumatica

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

Problemi del rivelatore

Rivelatore a ionizzazione di fiamma

Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare

Spegnimento del rivelatore

Condizioni di controllo e cromatogramma

Rivelatore a conducibilità termica

Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare

Correzione dei problemi di prestazione del TCD

Procedura: pulizia termica

Condizioni di controllo e cromatogramma

Rivelatore azoto-fosforo

Condizioni che impediscono il funzionamento dell'NPD

Condizioni e cromatogramma di controllo

Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle

Condizioni e cromatogramma di controllo

Rivelatore fotometrico a fiamma (FPD)

Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare

Procedura: Utilizzo dell'FPD

Problemi di accensione della fiamma

Prova di tenuta

Condizioni e cromatogramma di controllo

Manutenzione

Informazioni generali sulla manutenzione

Fusibili e batterie

Programma di manutenzione

Sostituzione dell'hardware e delle colonne del forno

Installazione delle colonne e delle trappole

Uso dell'inserito del forno per cromatografia veloce

Sostituzione dell'hardware dell'iniettore

Iniettore split/splitless

Iniettore per impaccate

Iniettore on-column a freddo

Iniettore a temperatura di vaporizzazione programmata

Interfaccia per composti volatili

Il modulo di controllo della pneumatica

Sostituzione dell'hardware del rivelatore

Rivelatore a ionizzazione di fiamma

Rivelatore a conducibilità termica

Rivelatore azoto-fosforo

Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle

Rivelatore fotometrico a fiamma (FPD)

Controllo elettronico della pressione

Procedura: sostituzione del filtro di un canale ausiliario

Mantenimento della calibrazione dell'EPC

Procedura: azzeramento dei sensori di flusso e della pressione

Misurazione della portata

Misurazione della portata con il flussimetro a bolla

Punti di misurazione

Procedura: misurazione dei flussi di gas con il flussimetro a bolla

Interpretazione delle misure

Forno e colonne



Colonne e trappole



Il forno della colonna

Sommario

1. Informazioni generali

Tabelle di controllo	24
Utilizzo delle tabelle di controllo.....	25
Alcune indicazioni specifiche	27
Controllo del flusso di gas	27
Colonne	27
Segnali	27
Automazione.....	27
Metodi e sequenze.....	28
Valvole	28
Consigli utili	28
Manutenzione.....	29
Fusibili e batterie	29
Programma di manutenzione	30
Avvertenze generali.....	31
Molti componenti interni del GC conducono tensioni pericolose.....	31
Le scariche elettrostatiche costituiscono una minaccia per i componenti elettronici del GC	31
Temperature elevate.....	32
Arresto del GC	33
Per meno di una settimana	33
Per più di una settimana	33

2. La tastiera e il display

Il display.....	37
I LED di stato	40
La tastiera	42
Tasti ad azione immediata: [Start], [Stop] e [Prep Run]	43
Tasti funzione.....	44
Tasti di selezione rapida [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]	46
[Temp], [Pres] e [Flow]	46
[Det Control].....	47
[Ramp #].....	48
[Info].....	49

[Status]	51
La tabella di stato Ready/Not Ready	51
Tabella di stato dei valori di regolazione	52
Procedura: configurazione della tabella di stato dei valori di regolazione.....	52
Tasti vari	53
[Time]	53
Procedura: impostare l'ora e la data	53
Procedura: usare il cronometro	54
Procedura: impostazione di [Post Run]	54
[Run Log].....	55
[Options]	56
[Config].....	59
Tasti multifunzione.....	60
[Mode/Type].....	60
[Clear]	61
[Delete].....	61
[.]	62
[-]	62
Memorizzazione e automazione.....	63
Parametri predefiniti.....	64
Procedura: registrazione dei parametri predefiniti	64

3. Controllo del flusso e della pressione

Arresto dell'erogazione di idrogeno	68
Arresto della colonna.....	69
Attivazione e disattivazione del flusso di gas.....	69
Flussi con controllo EPC	69
Controllo convenzionale	69
Controllo elettronico della pneumatica (EPC)	70
Interpretazione dei valori di flusso e pressione.....	70
Configurazione.....	71
Colonne ed iniettori.....	72
Configurazione di una colonna.....	73
Procedura: configurazione di una colonna capillare.....	74
Note supplementari sulla configurazione di una colonna	75
Configurazione del gas di trasporto	76
Procedura: configurazione del gas di trasporto	76

Selezione della modalit� di funzionamento della colonna.....	77
Modalit� di flusso.....	77
Modalit� di pressione.....	77
Procedura: selezione della modalit� di funzionamento della colonna.....	77
Indicare il flusso o la pressione iniziale, oppure la velocit� lineare media.....	79
Procedura: impostazione del flusso o della pressione iniziale, oppure della velocit� lineare media.....	81
Programmazione del flusso o della pressione (opzionale).....	82
Procedura: programmazione della pressione o del flusso in colonna.....	83
Definizione degli altri parametri dell'iniettore.....	84
Procedura: impostazione degli altri parametri dell'iniettore.....	85
Rivelatori.....	87
Configurazione del gas.....	90
Gas di makeup.....	90
Canali ausiliari.....	91
Procedura: sostituzione del filtro di un canale ausiliario.....	94
Mantenimento della calibrazione dell'EPC.....	95
Sensori di flusso.....	95
Sensori di pressione.....	95
Condizioni di azzeramento.....	95
Procedura: azzeramento dei sensori di flusso e della pressione.....	97
Controllo senza EPC.....	98
Iniettori.....	98
Spurgo setto.....	98
Misurazione della portata.....	99
Misurazione della portata con il flussimetro a bolla.....	99
Punti di misurazione.....	100
Adattatori per la misurazione del flusso.....	100
Procedura: misurazione dei flussi di gas con il flussimetro a bolla.....	101
Interpretazione delle misure.....	102
Problemi di flusso e di pressione.....	104
Un gas non raggiunge la pressione o il flusso impostati.....	104
Un gas supera la pressione o il flusso impostati.....	105
Oscillazioni del flusso o della pressione in entrata.....	105
Il flusso misurato non � uguale a quello visualizzato.....	106

4. Il forno della colonna

Specifiche forno.....	108
Sicurezza.....	109
Configurazione del forno.....	110
Procedura: impostazione di un'analisi isoterma.....	111
Analisi con programmazione della temperatura.....	113
Valori di regolazione programmabili della temperatura.....	114
Velocità di incremento dei gradienti.....	115
Procedura: programmazione monogradiante.....	116
Procedura: programmazione multigradiante.....	117
Cromatografia veloce.....	118
Forno a riscaldamento rapido.....	118
Configurazione del forno.....	118
Uso dell'insero del forno per cromatografia veloce.....	119
Per installare l'insero del forno.....	119
Smontaggio dell'insero.....	121
Funzionamento criogenico.....	122
Valori di controllo della valvola criogenica.....	122

5. Colonne e trappole

Colonne capillari	126
Sospensore.....	126
Procedura: preparazione delle colonne capillari.....	127
Procedura: montaggio della colonna capillare nell'ingresso split/splitless.....	129
Procedura: montaggio della colonna capillare nell'iniettore on-column a freddo.....	131
Procedura: montaggio della colonna capillare nell'iniettore per impaccate.....	132
Procedura: montaggio della colonna capillare nell'ingresso PTV e nell'interfaccia per composti volatili.....	135
Procedura: montaggio della colonna capillare nei rivelatori NPD e FID.....	135
Procedura: montaggio della colonna capillare nel TCD.....	138
Procedura: montaggio della colonna capillare nell' μ -ECD.....	139
Procedura: installazione di colonne capillari nell'FPD.....	142
Ferrule per colonne capillari.....	145
Ferrule in grafite e ferrule di Vespel grafitizzate.....	145
Ferrule di Vespel.....	146
Colonne impaccate di metallo.....	146
Visione d'insieme: montaggio delle colonne impaccate di metallo.....	146

Connettori.....	147
Preparazione delle colonne impaccate di metallo	148
Procedura: realizzazione di un distanziatore da un tubo di teflon	149
Procedura: montaggio delle ferrule su una colonna impaccata di metallo	151
Procedura: montaggio di un adattatore sul connettore per rivelatori	152
Procedura: montaggio delle colonne impaccate di metallo	153
Ferrule per colonne impaccate di metallo	154
Colonne impaccate di vetro	155
Visione d'insieme: Montaggio delle colonne impaccate di vetro.....	156
Procedura: montaggio delle colonne impaccate di vetro	157
Ferrule e guarnizioni O-ring per colonne impaccate di vetro.....	159
Condizionamento delle colonne	160
Procedura: operazioni preliminari al condizionamento	161
Procedura: condizionamento di una colonna capillare	162
Procedura: condizionamento di una colonna impaccata	163
Condizionamento delle trappole chimiche.....	164
Calibrazione della colonna capillare (facoltativo)	165
Modalità di calibrazione	165
Procedure di calibrazione della colonna.....	166
Procedura: stima della lunghezza effettiva della colonna o del diametro a partire da un tempo di eluizione	166
Procedura: stima della lunghezza effettiva della colonna o del diametro a partire dalla portata misurata.....	168
Procedura: stima della lunghezza effettiva della colonna e del diametro	170
6. Gestione dei segnali	
Uso delle tabelle di controllo dei segnali	173
Parametro Signal Type	173
Valore.....	174
Impostazioni per il segnale analogico in uscita: Zero, Range e Attenuation	177
Zero analogico	177
Procedura: azzeramento del segnale in uscita	178
Range - solo per segnali analogici in uscita.....	178
Parametro Attenuation: solo per segnali analogici in uscita.....	180
Velocità dei dati.....	180
Procedura: selezione dei picchi rapidi	181

Gestione dei dati digitali	181
Zero digitale	181
Innalzamento e abbassamento della linea di base	181
Cerity\ChemStation	182
Compensazione della colonna	184
Procedura: creazione di un profilo di compensazione della colonna	186
Procedura: analisi con compensazione della colonna	186
Procedura: rappresentazione grafica di un profilo di compensazione della colonna memorizzato	187
cromatogramma di prova	188

7. Automazione dello strumento

Esecuzione degli eventi durante l'analisi	190
Programmazione del tempo di analisi.....	190
Uso degli eventi programmati da eseguire durante l'analisi	191
Procedura: programmazione degli eventi da eseguire durante l'analisi	192
La tabella di esecuzione	193
Procedura: inserimento degli eventi nella tabella di esecuzione.....	193
Procedura: modifica degli eventi nella tabella di esecuzione	194
Procedura: cancellazione degli eventi da eseguire durante l'analisi	194
Programmazione a tempo.....	195
Uso degli eventi a tempo	196
Procedura: programmazione a tempo di eventi	196
Procedura: inserimento degli eventi nella tabella oraria.....	199
Procedura: modifica degli eventi a tempo	199
Procedura: cancellazione degli eventi a tempo.....	200

8. Metodi analitici

Cos'è un metodo?	202
Cosa si può fare con un metodo?	202
Creazione di un metodo.....	203
Procedura: memorizzazione di un metodo	204
Procedura: caricamento di un metodo memorizzato	205
Procedura: caricamento del metodo predefinito.....	206
Incongruenze fra metodi.....	207
Modifiche alla configurazione specificate dall'utente.....	207
Modifiche alla configurazione hardware	208

Procedura: modifica di un metodo memorizzato	208
Procedura: cancellazione di un metodo memorizzato	208
I listati dei metodi.....	209

9. Il campionatore automatico

Tabella di controllo dell'iniettore	212
Procedura: modifica delle impostazioni dell'iniettore	214
Configurazione dell'iniettore.....	215
Procedura: configurazione di un iniettore con torretta ad 8 vial di campione	216
Procedura: configurazione di un iniettore con torretta a tre vial di campione.....	216
Valori di regolazione per il vassoio portacampioni.....	217
Procedura: modifica delle impostazioni del vassoio portacampioni	217
Procedura: configurazione del lettore di codice a barre.....	217
Salvataggio dei valori di regolazione per l'iniettore	218

10. Controllo delle valvole

Alloggiamento delle valvole	220
Riscaldamento delle valvole	220
Programmazione della temperatura delle valvole	221
Configurazione di una zona termica per Aux	221
Controllo delle valvole.....	222
Driver delle valvole.....	222
Driver delle valvole interne	223
Driver delle valvole esterne.....	224
Configurazioni delle valvole.....	225
Procedura: configurazione di una valvola	226
Controllo delle valvole,.....	227
Procedura: controllo delle valvole dalla tastiera	227
Dalle tabelle di esecuzione o orarie.....	227
Esempi di controllo delle valvole	228
Valvola semplice—selezione delle colonne.....	228
Valvola di campionamento dei gas	229
Valvola di selezione del flusso multiposizione e valvola di campionamento	230

11. Sequenze analitiche

Cos'è una sequenza?.....	233
Cosa si può fare con un metodo?	233
Definizione di una sequenza.....	236
Sequenza prioritaria.....	237
Sequenze secondarie	237
Post-sequenza	238
Procedura: creazione di una sequenza	238
Procedura: creazione di una sequenza secondaria per il campionatore.....	238
Procedura: creazione di una sequenza secondaria per le valvole.....	239
Procedura: impostazione degli eventi post-sequenza.....	240
Procedura: memorizzazione di una sequenza	241
Procedura: caricamento di una sequenza memorizzata	242
Procedura: modifica di una sequenza memorizzata	243
Procedura: cancellazione di una sequenza	244
Controllo delle sequenze	244
Stato della sequenza	245
Procedura: avvio ed esecuzione di una sequenza.....	245
Procedura: sospensione e ripresa di una sequenza	246
Procedura: interruzione di una sequenza.....	247
Arresto controllato di una sequenza.....	247
Avvertenze durante l'uso di un integratore	249

12. Messaggi di errore

Messaggio di Not Ready	254
Messaggi di non pronto relativi alle zone termiche	257
Messaggi di non pronto relativi a flusso e pressione	258
Messaggi di non pronto del rivelatore	259
Messaggi di non pronto relativi alle valvole.....	261
Altri messaggi di non pronto.....	262
Messaggi di arresto	264
Messaggi di condizione critica	271
Messaggi di segnalazione guasti	276

13. Introduzione ai sistemi di iniezione

Tipi di iniettori	287
Utilizzo dell'idrogeno	287
Procedura: Unità di pressione: Selezionare psi, kPa, bar	289
Tabelle di controllo dell'iniettore e della colonna.....	291
Tabelle di controllo della colonna.....	292
Tabella di controllo: colonne capillari definite	292
Tabella di controllo: colonne capillari impaccate o non definite	294
La funzione di risparmio gas	296
Procedura: utilizzo della funzione di risparmio gas	297
Pre Run e Prep Run	298
Tasto [Prep Run]	298
Procedura: Auto Prep Run.....	299
Spurgo del setto	299

14. Iniettore split/splitless

Utilizzo di un iniettore split/splitless	302
Versioni standard e ad alta pressione	302
tenuta del setto.....	302
Inserto	303
Procedura: sostituzione dell'inserto	303
Pneumatica della modalità split	305
Tabella di controllo - modalità split	306
Procedura: utilizzo della modalità split con la colonna definita.....	307
Procedura: utilizzo della modalità split con la colonna non definita	308
Pneumatica della modalità splitless.....	309
Tabella di controllo - modalità splitless.....	310
Parametri di funzionamento.....	311
Procedura: utilizzo della modalità splitless con colonna definita	312
Procedura: utilizzo della modalità splitless con colonna non definita.....	313
Modalità split pulsato e splitless pulsato.....	314
Tabella di controllo - modalità split pulsato	315
Procedura: utilizzo della modalità split pulsato.....	316
Tabella di controllo - modalità splitless pulsato.....	318
Procedura: utilizzo della modalità splitless pulsato	319
Manutenzione di un iniettore split/splitless	320
Sostituzione dei setti	321

Procedura: sostituzione del setto.....	322
Sostituzione dell'O-ring.....	324
Procedura: sostituzione dell'O-ring	325
Come sostituire la guarnizione della base dell'iniettore.....	327
Procedura: sostituzione della guarnizione della base dell'iniettore	328
Sostituzione del filtro della trappola dello scarico di splittaggio	330
Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas	331
Procedura: prova di tenuta di un iniettore split/splitless con EPC	332
Procedura: prova di tenuta di un iniettore split/splitless senza EPC	334
Procedura: eliminazione delle perdite.....	336
Procedura: pulizia dell'iniettore	337

15. Iniettore per impaccate

Utilizzo di un iniettore per impaccate	339
Adattatori ed inserti	340
Procedura: installazione degli adattatori	341
Procedura: installazione degli inserti di vetro.....	343
Tabella di controllo	345
Colonne impaccate o non definite	345
Colonne capillari definite.....	345
Procedura: utilizzo di colonne capillari impaccate e non definite	346
Procedura: utilizzo di colonne capillari definite	346
Manutenzione di un iniettore per impaccate	347
Procedura: sostituzione dei setti	348
Procedura: sostituzione dell'O-ring	351
Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas	353
Procedura: prova di tenuta di un iniettore per impaccate con EPC	353
Procedura: prova di tenuta di un iniettore per impaccate senza EPC	355
Procedura: eliminazione delle perdite	357
Procedura: pulizia dell'iniettore	358

16. Iniettore on-column a freddo

Utilizzo dell'iniettore on-column a freddo	362
Hardware	363
Iniezione automatica o manuale con dado del setto.....	365
Dadi del setto.....	365
Setti.....	366

Iniezione manuale con torretta di raffreddamento e setto duckbill	367
Procedura: Sostituzione del dado del setto e della relativa sede o della torretta	368
Procedura: installazione di un inserto	369
Procedura: controllo delle dimensioni dell'ago rispetto alla colonna	370
Procedura: esecuzione dell'iniezione manuale con dado del setto	371
Procedura: per l'iniezione manuale con torretta di raffreddamento	371
Precolonne	373
Temperatura dell'iniettore.....	373
Funzione CryoBlast (opzionale)	373
Modalità Track oven.....	373
Modalità Ramped temp (temperatura programmata.....	374
Considerazioni sul raffreddamento criogenico.....	374
Intervalli di regolazione.....	374
Procedura: programmazione della temperatura	375
Procedura: esecuzione dell'iniezione on-column a freddo	376
Manutenzione dell'iniettore on-column a freddo	377
Problemi di funzionamento degli iniettori on-column.....	379
problemi di raffreddamento dell'iniettore	379
L'iniettore non raggiunge la temperatura impostata	379
L'ago della siringa si piega durante l'iniezione.....	379
Procedura: sostituzione degli aghi in silice fusa	380
Procedura: installazione degli aghi in silice fusa	381
Sostituzione dei setti	382
Procedura: modifica dei setti	383
Procedura: pulizia dell'iniettore	385
Procedura: esecuzione delle prove di tenuta del circuito del gas	388
Procedura: esecuzione delle prove di tenuta dell'iniettore on-column a freddo	389
Procedura: eliminazione delle perdite	390

17. Iniettore a temperatura di vaporizzazione programmata

Presentazione del PTV Agilent	395
Modalità di funzionamento.....	395
Requisiti del sistema	395
Componenti del sistema	396
testa di campionamento.....	397
Riscaldamento dell'iniettore	398
Impiego diversificato dei gradienti di temperatura	399

Raffreddamento dell'iniettore.....	400
Configurazione del PTV.....	400
Disattivazione di emergenza.....	402
Utilizzo delle modalit� split	403
Percorso del flusso.....	403
Considerazioni sulla temperatura	404
Introduzione del campione in modalit� split a freddo	404
Introduzione del campione in modalit� split a caldo	404
Parametri della tabella di controllo - Modalit� split.....	405
Procedura: utilizzo della modalit� split con colonna definita.....	405
Procedura: utilizzo della modalit� split con colonna non definita	406
Modalit� a pressione pulsata	408
Parametri della tabella di controllo - Modalit� split pulsato.....	409
Procedura: utilizzo della modalit� split pulsato con colonna definita	410
Procedura: utilizzo della modalit� di split pulsato con colonna non definita	412
Utilizzo delle modalit� splitless	413
Percorsi del flusso	413
Considerazioni sulla temperatura	416
Introduzione del campione in modalit� splitless a freddo.....	416
Introduzione del campione in modalit� splitless a caldo.....	416
Parametri della tabella di controllo - Modalit� splitless.....	417
Valori di partenza.....	417
Procedura: utilizzo della modalit� splitless con colonna definita	419
Procedura: utilizzo della modalit� splitless con colonna non definita.....	420
Funzionamento in modalit� splitless pulsato	421
Parametri della tabella di controllo - funzionamento in splitless pulsato	421
Procedura: utilizzo della modalit� splitless pulsato con colonna definita	422
Procedura: utilizzo della modalit� splitless pulsato con colonna non definita.....	423
Utilizzo della modalit� di ventilazione del solvente	424
Percorsi del flusso	424
Considerazioni sulla temperatura, la pressione e il flusso.....	426
Sequenza di funzionamento	427
Schema dei tempi	429
Quando ha inizio l'analisi?.....	430

Parametri della tabella di controllo - Modalità ventilazione del solvente	430
Procedura: utilizzo della modalità ventilazione del solvente con colonna definita	432
Procedura: utilizzo della modalità ventilazione del solvente con colonna non definita	434
Iniezione di grandi volumi di campione.....	435
Requisiti della ChemStation	435
Valori calcolati.....	437
Possibilità di regolazione	441
Manutenzione di un iniettore PTV	444
Adattatori per iniettore	444
Procedura: sostituzione dell'adattatore dell'iniettore	444
Procedura: installazione della colonna	445
Iniettori senza setto	446
Procedura: smontaggio dell'iniettore senza setto.....	446
Procedura: pulizia degli iniettori senza setto	447
Procedura: sostituzione della ferrula in Teflon	449
Iniettori con setto	450
Procedura: smontaggio dell'iniettore con setto	450
Procedura: sostituzione del setto	451
Inseri in vetro.....	452
Procedura: sostituzione degli inserti	453
Sostituzione del filtro della trappola dello scarico di splittaggio	454
Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas	455
Procedura: prova di tenuta dell'iniettore PTV	456
Eliminazione delle perdite	460
Potenziali punti di perdita.....	460
Prodotti soggetti a consumo e parti di ricambio	461

18. Interfaccia per composti volatili

Utilizzo di un'interfaccia per composti volatili	465
Modalità split.....	467
Pneumatica	467
Come utilizzare la tabella di controllo	468
Parametri di funzionamento	469
Rapporto di splittaggio.....	470
Procedura: utilizzo della modalità split con colonna definita	471
Procedura: funzionamento in modalità split con colonna non definita.....	472

Modalità splitless	473
Pneumatica	473
Come utilizzare la tabella di controllo	474
Parametri di funzionamento	477
Procedura: utilizzo della modalità splitless	478
Modalità diretta.....	479
Pneumatica	479
Preparazione dell'interfaccia per l'introduzione diretta del campione.....	481
Procedura: scollegare la linea di uscita dello split	481
Procedura: configurazione per l'iniezione diretta.....	484
Come utilizzare la tabella di controllo	484
Parametri di funzionamento	487
Procedura: utilizzo della modalità diretta.....	487
Manutenzione di un'interfaccia per composti volatili	488
Procedura: installazione delle colonne	489
Procedura: sostituzione o pulizia dell'interfaccia	494
Sostituzione del filtro della trappola dello scarico di splittaggio	497
Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas	498
Procedura: prova di tenuta del sistema	499
Procedura: preparazione dell'interfaccia per una prova di tenuta	501
Procedura: eliminazione delle perdite	502
Collegamento a una campionatore di gas esterno	503
Procedura: collegamento del campionatore a spazio di testa 7694	504
Procedura: collegamento del concentratore Purge and trap 7695	507

19. Iniettori senza EPC

Iniettore per impaccate.....	512
Iniettore split/splitless - modalità split	512
Ingresso split/splitless - modalità splitless	512
Configurazione.....	513
Procedura: configurazione di un iniettore senza EPC	513
Tabelle di controllo dell'iniettore.....	514
Tabelle di controllo della colonna.....	515
Procedura: impostazione del flusso del gas di trasporto per l'iniettore per impaccate	515
Procedura: impostazione dei flussi per l'iniettore split	516
Procedura: impostazione dei flussi per la modalità splitless	518

20. Il modulo di controllo della pneumatica

Uso del modulo di controllo della pneumatica.....	521
Funzionamento del PCM	523
Con sistema di iniezione	523
Con una valvola o altri dispositivi.....	523
Le tabelle di controllo	524
Colonna impaccata o colonna non definita	524
Colonne capillari definite.....	524
Procedura: uso di colonne capillari impaccate o non definite	525
Procedura: utilizzo di colonne capillari definite	526
Manutenzione del modulo PCM.....	526
Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas	526

21. Utilizzo dei rivelatori

Utilizzo dell'idrogeno	529
Procedura: impostazione delle tabelle di controllo del rivelatore	530
Flusso del gas di makeup	533
Gas di makeup.....	533
Procedura: definizione del gas di makeup.....	534
Procedura: modifica della modalit� per il flusso di makeup.....	534
Portate massime	535
Tasto veloce [Det Control]	536

22. Rivelatore a ionizzazione di fiamma

Informazioni generali	538
Pneumatica del FID.....	538
Considerazioni particolari	539
Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare	539
Spegnimento del rivelatore.....	539
Jet	540
Riaccensione automatica (Lit offset).....	541
Procedura: modifica del valore di controllo per la riaccensione automatica	541
Elettrometro.....	542
velocit� dei dati	542
Procedura: utilizzo dell'opzione "fast peaks"	542

Funzionamento del FID	543
Pressioni del gas	544
Funzionamento dell'EPC	545
Procedura: utilizzo del FID	546
Condizioni e cromatogramma di controllo	547
Condizioni di controllo per il FID.....	547
Cromatogramma di controllo tipo relativo al FID.....	549
Manutenzione di un rivelatore a conducibilità termica	550
Correzione dei problemi hardware del FID	551
Sostituzione o pulizia del jet	551
Procedura: smontaggio ed ispezione del jet.....	552
Procedura: pulizia del jet	554
Procedura: installazione del jet.....	555
Pulizia del collettore	557
Procedura: smontaggio del collettore	557
Procedura: pulizia del collettore.....	559
Procedura: rimontaggio del rivelatore	560
Procedura: sostituzione del cavo di accensione del FID	561
Il tubo catalitico in nickel	565
Flussi di gas.....	565
Temperatura.....	566
Reimpaccamento del catalizzatore	566
23. Rivelatore a conducibilità termica	
Informazioni generali	571
Pneumatica del TCD	573
Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare.....	573
Passivazione del filamento	574
Gas di trasporto, di riferimento e di makeup	574
Polarità negativa	575
Analisi dell'idrogeno.....	575
Funzionamento del TCD	576
Pressioni del gas	577
Funzionamento del TCD.....	578
Procedura: utilizzo del TCD	579
Condizioni e cromatogramma di controllo	580
Condizioni di controllo per il TCD	580

Cromatogramma di controllo tipo del TCD	582
Manutenzione di un rivelatore a conducibilità termica	583
Correzione dei problemi di prestazione del TCD	583
Procedura: pulizia termica	584

24. Rivelatore azoto-fosforo

Informazioni generali	587
Software richiesto	587
Pneumatica dell'NPD	588
Condizioni che impediscono il funzionamento dell'NPD	588
Purezza dei gas.....	589
L'elemento attivo	589
Adjust offset.....	589
Interruzione della procedura di correzione dell'offset.....	591
Spegnimento del rivelatore	591
Impostazione della procedura di correzione dell'offset nella tabella di controllo dell'analisi.....	591
Periodo di equilibrabione	592
Procedura: modifica del periodo di equilibrabione	592
Apertura e chiusura dell'idrogeno durante l'eluizione del solvente	592
Disattivazione dell'idrogeno fra un'analisi e l'altra.....	593
Tensione dell'elemento attivo	593
Estensione della durata dell'elemento attivo	593
Programmazione.....	594
Elettrometro	595
Velocità dei dati.....	595
Procedura: impostazione della velocità di campionamento dati dell'NPD	595
Jet e collettori	596
Funzionamento dell'NPD	597
Pressioni del gas	598
Funzionamento con EPC	599
Procedura: utilizzo dell'NPD	600
Condizioni e cromatogramma di controllo	601
Condizioni di controllo dell'NPD.....	601
Cromatogramma di controllo tipo relativo al FID.....	604
Manutenzione di un rivelatore azoto-fosforo	605
Parti dell'NPD illustrate	605

Correzione dei problemi hardware dell'NPD.....	606
Procedura: sostituzione del gruppo dell'elemento attivo	609
Procedura: pulizia del rivelatore e del collettore; sostituzione degli isolanti e degli anelli	614
Sostituzione o pulizia del jet	621
Procedura: smontaggio ed ispezione del jet.....	621
Procedura: pulizia del jet	623
Procedura: installazione del jet e riassetto del rivelatore	625

25. Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle

Normative e informazioni sulla sicurezza	627
L'isotopo ^{63}Ni	628
Licenze richieste per l'acquisto di ECD	628
Licenze specifiche.....	628
Licenze generiche	629
Avvertenze relative al μ -ECD	630
Precauzioni di sicurezza per la manipolazione del μ -ECD	631
Informazioni generali	632
Linearità.....	632
Gas del rivelatore.....	633
Temperatura.....	633
Elettrometro.....	633
Funzionamento del μ-ECD	634
Procedura: funzionamento del μ -ECD	635
Condizioni e cromatogramma di controllo	637
Condizioni di controllo per il μ -ECD.....	637
Cromatogramma di controllo tipo del μ -ECD	639
Manutenzione del rivelatore	640
Correzione dei problemi di prestazioni	641
Verifica delle perdite	643
Pulizia termica	645
Effettuazione del wipe test (verifica della perdita di radiazioni).....	647

26. Rivelatore fotometrico a fiamma (FPD)

Informazioni generali	649
Linearità.....	649
Effetti di estinzione (quenching).....	650
Saturazione del PMT.....	651
Filtri ottici.....	651
Inseri in silice fusa	651
Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare.....	652
Arresto del rivelatore	652
Requisiti di compatibilità.....	652
Il rivelatore FPD a doppia lunghezza d'onda	653
Funzionamento del rivelatore	654
Considerazioni sulla temperatura del rivelatore	654
Configurazione del riscaldatore.....	654
Lit offset.....	655
Procedura: modifica del valore di Lit offset	655
Sequenza di accensione della fiamma.....	656
Accensione della fiamma.....	657
Elettrometro on/off	657
Velocità di elaborazione dei dati dell'elettrometro	658
Procedura: utilizzo di picchi veloci	658
Funzionamento dell'FPD	658
Procedura: utilizzo dell'FPD.....	661
Condizioni e cromatogramma di controllo	662
Condizioni di controllo dell'FPD	662
Cromatogrammi di controllo tipo dell'FPDs.....	664
Manutenzione del rivelatore	665
Problemi di accensione.....	665
Sostituzione dei filtri di lunghezza d'onda.....	666
Verifica delle perdite	668
Identificazione delle parti.....	669
Pulizia/sostituzione di finestre, filtri e guarnizioni.....	673
Pulizia/sostituzione del jet.....	675
Riposizionamento dell'inserito in silice fusa della linea di trasferimento.....	677
Sostituzione del tubo fotomoltiplicatore.....	680

27. Funzioni di base

Campioni	682
Preparazione del GC per l'analisi dei campioni.....	682
Analisi dei campioni – Iniezione manuale	682
Analisi dei campioni - GC ALS o ad iniezione dalla valvola	683
Metodi	684
Creazione di metodi	684
Impostazione della portata di una colonna o della pressione	685
Sequenze	686
Creazione di sequenze.....	686
Avviare/Arrestare/Mettere in pausa una sequenza.....	688
Manutenzione	689
Modifica della colonna.....	689
Verifica delle prestazioni	691

28. Preparazione del laboratorio

Intervalli operativi di temperatura e umidità.....	695
Requisiti per la ventilazione	696
Scarico dell'aria del forno	696
Scarico di gas tossici o nocivi	697
Requisiti del banco di laboratorio	697
Caratteristiche della rete elettrica.....	700
Messa a terra.....	700
Tensione di rete.....	700
USA, forno a riscaldamento rapido, 240 V	702
Installazione in Canada	703
Configurazione del GC per un sistema MSD	703
Caratteristiche del gas	703
Gas per colonne impaccate	703
Gas per colonne capillari	704
Purezza dei gas.....	706
L'impianto del gas.....	707
Tubi di erogazione di gas di trasporto e gas per il rivelatore	709
Regolatori di pressione a due stadi.....	709
Collegamenti tra il regolatore di pressione e le linee dei gas.....	710
Trappole	710

Requisiti per il raffreddamento criogenico	712
Scelta del liquido refrigerante	712
Uso dell'anidride carbonica.....	713
Uso dell'azoto liquido	714
Erogazione dell'aria per gli attuatori delle valvole.....	716

29. Installazione

Fase 1. Come togliere il gascromatografo dal contenitore di imballaggio.....	722
Fase 2. Sistemazione del GC sul banco del laboratorio.....	723
Fase 3. Accensione	724
Fase 4. Collegamento del tubo al serbatoio del gas	726
Fase 5. Collegamento delle trappole alla linea di distribuzione del gas.....	727
Fase 6. Collegamento di un raccordo a T SWAGELOK™al tubo	728
Fase 7. Collegamento del tubo al collettore dell'iniettore	729
Fase 8. Collegamento del tubo ai collettori del rivelatore	730
6890 con controllo elettronico della pressione	730
Fase 9. Controllo delle perdite.....	731
Fase 10. Collegamento del sistema di raffreddamento criogenico	732
Collegamento dell'anidride carbonica liquida.....	732
Collegamento dell'azoto liquido.....	733
Fase 11. Collegamento dell'aria per gli attuatori delle valvole	735
Fase 12. Impostazione della pressione alla sorgente	736
Fase 13. Collegamento dei cavi.....	737
Schemi dei cavi	741
Cavo analogico per uso generale	741
Cavo di controllo remoto (Start/Stop)	742
Cavo BCD (notazione decimale in codice binario)	744
Cavo per eventi esterni.....	744
Fase 14. Configurazione del GC.....	746
Procedura: impostazione di una configurazione LAN.....	746

30. Collegamenti SWAGELOK

©Agilent Technologies 2001

Tutti i diritti riservati. La riproduzione in qualsiasi forma o mezzo, l'adattamento o la traduzione senza permesso scritto della Hewlett-Packard sono vietate, ad eccezione di quanto previsto dalla legge sui diritti d'autore.

Codice N° G1530-94210

Prima edizione, GIUGNO 2001

Prodotto negli USA

Sostituisce i codici n. G1530-94307, G1530-94447, G1530-94457, e G1530-94467.

HP® è un marchio registrato di Hewlett-Packard Co.

Microsoft®, Windows® e Windows NT® sono marchi registrati di Microsoft Corp.

Informazioni sulla sicurezza

Il gascromatografo 6890 è conforme alle seguenti classificazioni IEC (International Electrotechnical Commission): Safety Class 1, Transient Overvoltage Category II e Pollution Degree 2.

Questa unità è stata progettata e collaudata secondo standard di sicurezza riconosciuti e progettata per l'utilizzo in luogo chiuso. Se lo strumento non viene utilizzato secondo le modalità specificate dal costruttore, la protezione predisposta con lo strumento potrebbe rivelarsi inefficace. Ogni volta che la protezione di sicurezza del 6890 risulta compromessa, scollegare l'unità da ogni sorgente elettrica ed assicurarsi che non venga inavvertitamente messa in funzione.

Affidare l'assistenza a personale qualificato. La sostituzione di parti o l'attuazione di modifiche non autorizzate allo strumento può costituire un pericolo per la sicurezza. Scollegare il cavo di alimentazione prima di togliere i pannelli di copertura. La sostituzione della batteria o dei fusibili non dovrebbe essere effettuata dall'utente. La batteria contenuta in questo strumento è riciclabile.

Simboli di sicurezza

Le avvertenze riportate nel manuale o sullo strumento devono essere osservate durante tutte le fasi operative, di assistenza e di riparazione dello strumento. Non attenersi a queste precauzioni equivale a violare gli standard di sicurezza per la progettazione e l'uso previsto dello strumento. Agilent Technologies non si assume responsabilità nel caso l'utente non si attenga a quanto richiesto.

ATTENZIONE

Questa scritta richiama l'attenzione su una condizione o una situazione che potrebbe causare il ferimento dell'utente.

AVVERTENZA

Questa scritta richiama l'attenzione su una condizione o una situazione che potrebbe danneggiare o distruggere il prodotto o il lavoro dell'utente.

Per ulteriori informazioni riferirsi alla documentazione allegata.

Indica una superficie calda.

Indica tensioni pericolose.

Indica un terminale con messa a terra

Indica il pericolo di radiazioni.

Indica il pericolo di esplosione.



1. cambiare posizione alla radio o all'antenna;
2. spostare il dispositivo lontano dalla radio o dalla televisione;
3. collegare il dispositivo ad una presa elettrica diversa in modo che lo strumento e la radio o la televisione si trovino su circuiti elettrici separati;
4. assicurarsi che anche le periferiche siano certificate;
5. assicurarsi che per collegare lo strumento alle periferiche vengano utilizzati i cavi adatti;
6. consultare il rivenditore, Agilent Technologies o un tecnico esperto per eventuale assistenza;
7. qualsiasi modifica o cambiamento non espressamente approvato da Agilent Technologies invalida il diritto dell'utente all'uso del dispositivo.

Certificazione sull'emissione sonora efficace per la Repubblica Federale di Germania

Pressione sonora $L_p < 65$ dB(A)
In normali condizioni di funzionamento
Alla postazione dell'operatore
In conformità alle normative ISO 7779 (Type Test)

Quando si utilizza il 6890 con l'opzione per valvole crio, durante l'uso delle valvole si manifesta una pressione sonora a impulsi di 74,6 dB(A).

Schallemission

Schalldruckpegel $LP < 65$ dB(A)
Am Arbeitsplatz
Normaler Betrieb
Nach DIN 45635 T. 19
(Typprüfung)

Bei Betrieb des 6890 mit Cryo Ventil Option treten beim Öffnen des Ventils impulsförmig Schalldrucke LP bis ca. 74,6 dB(A) auf.

Compatibilità elettromagnetica

Questo dispositivo risponde ai requisiti CISPR 11. Il funzionamento è soggetto alle due condizioni che seguono:

1. il dispositivo non deve causare interferenze dannose;
2. il dispositivo deve accettare qualsiasi interferenza ricevuta, comprese quelle che possono causare funzionamenti indesiderati.

Se le attrezzature causano interferenze dannose alla ricezione radiofonica o televisiva, che potrebbe essere provocata dall'accensione e dallo spegnimento degli strumenti, si consiglia di provare una o più delle seguenti misure precauzionali:

1 Informazioni generali

Tabelle di controllo

Utilizzo delle tabelle di controllo

Alcune indicazioni specifiche

Controllo del flusso di gas

Colonne

Segnali

Automazione

Metodi e sequenze

Valvole

Consigli utili

Manutenzione

Fusibili e batterie

Programma di manutenzione

Avvertenze generali

Molti componenti interni del GC
conducono tensioni pericolose

Le scariche elettrostatiche
costituiscono una minaccia per i
componenti
elettronici del GC

Temperature elevate

Arresto del GC

Per meno di una settimana

Per più di una settimana

Il gascromatografo Serie 6890

Nel presente manuale il gascromatografo 6890 è denominato "GC".

Tablelle di controllo

Il funzionamento del GC viene controllato mediante una serie di parametri (regolazione della temperatura, programmazione degli eventi, selezione del segnale, ecc.) suddivisi in tabelle di controllo. Ecco la tipica tabella di controllo del forno:

OVEN	
Temp	24 50
Init time	5.00
Rate 1	10 <
Final temp 1	150
Final time 1	5
Rate 2 (off)	0.00

Titolo della tabella di controllo

Parametri visualizzati

Parametri non visualizzati

- Titolo della tabella di controllo: questa riga identifica la tabella. È fissa, non subisce cioè spostamenti quando si fa scorrere a video la tabella.
- Parametri visualizzati: il display standard ha quattro righe. La prima è riservata al titolo, le altre tre contengono i parametri; Temp indica il valore corrente della temperatura.
- Parametri non visualizzati: sono sei e possono essere visualizzati mediante scorrimento. Se necessario i tre inferiori possono essere spostati nella finestra di visualizzazione.

Componenti installati

Il display visualizza solo le tabelle dei componenti installati. È impossibile attivare una tabella di un iniettore, di un rivelatore o di un altro dispositivo non installato.

Lo stesso vale per le tabelle di controllo contenenti le molteplici funzioni dei vari componenti, come [Status] o [Config]: vengono visualizzate solo quelle dei dispositivi collegati. Pertanto, i display di esempio riportati in questo manuale possono risultare leggermente diversi su strumenti con diversa configurazione.

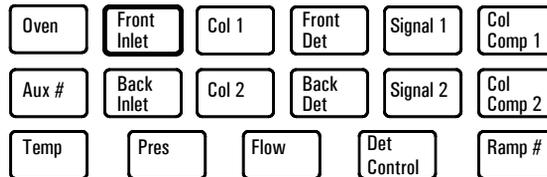
Utilizzo delle tabelle di controllo

La procedura generale per impostare i parametri del GC è la seguente:

1. Richiamare la tabella di controllo desiderata premendo il tasto corrispondente. La tabella apparirà sul display. La prima riga è riservata al titolo della tabella.
2. Verificare i parametri della tabella (se è lunga, sarà probabilmente necessario farla scorrere).
3. Modificare i parametri selezionati.
4. Seguire la stessa procedura per altre tabelle fino a ottenere la configurazione desiderata.
5. Verificare il risultato.

Il vantaggio delle tabelle è il raggruppamento dei parametri correlati. È possibile verificarli e modificarli senza dovere effettuare lunghe operazioni alla tastiera.

Per esempio, per impostare l'iniettore anteriore, basta premere [Front Inlet]



Sul display apparirà la tabella di controllo dell'iniettore anteriore.

Nella [Figura 1](#) sono riportate le tabelle di controllo dei tre tipi di iniettore, tutti dotati di controllo pneumatico elettronico.

on-column a freddo

FRONT INLET (COC)		
Mode:	Track oven	
Temp	53	53 <
Pressure	10.0	10.0 <

per impaccate

FRONT INLET (PP)		
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Total flow	5.0	

split/splitless

Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
FRONT INLET (S/SL)		
Split ratio	100	
Split flow	76.6	
Tot flow	80.4	80.4
Gas saver	0n	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.0	

Parte superiore della tabella. Utilizzare i tasti di scorrimento per spostarla sul display.

La linea del titolo non può essere spostata.

Si possono visualizzare tre linee della tabella alla volta.

Parte inferiore della tabella. Usare i tasti di scorrimento per spostarla sul display.

Figura 1 Alcune tabelle di controllo degli iniettori

Usare i tasti del cursore (▲ e ▼) per spostare il cursore (<) sulla riga da modificare, digitare il nuovo valore e premere [Enter]. Ripetere l'operazione per tutte le modifiche da apportare.

Le tabelle cambiano a seconda delle modalità di funzionamento selezionate e della configurazione dello strumento. Le tabelle presenti su strumenti diversi possono essere leggermente diverse da queste.

Alcune indicazioni specifiche

Controllo del flusso di gas

Il GC con EPC (Electronic Pneumatic Control, il controllo elettronico della pneumatica) permette di controllare da tastiera il flusso di gas in tutti i componenti, gli iniettori, i rivelatori e i tre elementi ausiliari. L'EPC consente in primo luogo l'impostazione del flusso e della pressione, oltre alla possibilità di selezionare una vasta gamma di modalità di funzionamento.

Sono in vendita anche iniettori e rivelatori tradizionali, che funzionano cioè senza il controllo elettronico della pneumatica, impiegando dispositivi di controllo del flusso, di regolazione della pressione e un flussimetro separati. Si possono attivare e disattivare da tastiera.

Colonne

Si può controllare il gas di trasporto nella colonna impostando una portata o una pressione costanti o programmandone l'incremento. Gli iniettori EPC mantengono invariate le caratteristiche del flusso (intese come pressione o portata) fino al termine dell'analisi, consentendo parallelamente di programmare la temperatura.

I parametri della colonna devono essere impostati prima di quelli dell'iniettore!

Segnali

I segnali sono i dati che il GC trasmette ad altri strumenti per l'elaborazione. È possibile selezionare fra numerosi segnali digitali e analogici.

Automazione

La tabella degli eventi consente l'esecuzione automatica di determinati comandi a intervalli prefissati dopo l'iniezione. La tabella oraria permette di avviare determinate procedure a ore prestabilite.

Metodi e sequenze

Il metodo attivo è costituito dall'insieme delle tabelle di controllo (opportunamente impostate dall'operatore) presenti attualmente in memoria e che vengono utilizzate per l'analisi. Possono essere memorizzati un massimo di cinque metodi.

Una sequenza è una serie di campionamenti, ciascuno associato a un iniettore e a un metodo di analisi. Ne possono essere memorizzate un massimo di cinque. I campioni possono provenire da un campionatore automatico per liquidi o da una valvola di campionamento dotata di un selettore di flusso. È possibile interrompere le sequenze per analizzare campioni da esaminare con urgenza.

Valvole

L'esecuzione in sequenza delle operazioni nella colonna può essere controllata mediante valvole di commutazione. Il campionamento del gas può essere azionato manualmente o in automatico utilizzando una valvola multiposizione di selezione del flusso. A ogni posizione può essere associata una sequenza di campionamento e analisi.

Consigli utili

Il funzionamento del GC è controllato da un sistema di tabelle, ognuna delle quali contiene una serie di parametri correlati. Le tabelle si possono visualizzare e modificare secondo le proprie esigenze. Ecco alcuni consigli utili.

- Il contenuto di molte tabelle dipende dai dispositivi installati. Il GC è in grado di rilevare la presenza di molti dei suoi componenti, identificandone le caratteristiche, ma alcune informazioni (come il gas di trasporto in uso) devono essere digitate dall'utente. È necessario dunque configurare i vari elementi del GC prima di usarli.
- Nella configurazione della procedura di analisi, il primo parametro da impostare è il gas di trasporto. Occorre poi definire la modalità di funzionamento della colonna e infine l'iniettore. I rivelatori possono essere impostati quando si desidera.
- Premere il tasto [Config] a intervalli regolari per verificare che la configurazione sia quella effettivamente desiderata.

- Premere il tasto [Info] per visualizzare informazioni sugli intervalli di variazione dei parametri, sul passo successivo di una procedura, ecc.
- L'impostazione di molti parametri comporta la selezione di opzioni. Per richiamarle premere il tasto [Mode/Type]. Se al parametro non sembra corrispondere un valore numerico o non basta semplicemente attivarlo o disattivarlo con [On] o [Off], premere [Mode/Type] per verificare se è previsto un menu secondario.

Manutenzione

Fusibili e batterie

Il GC richiede alcuni fusibili e batterie per poter funzionare correttamente. Questi ultimi devono essere maneggiati esclusivamente da personale Agilent.

Tabella 1. Fusibili e batterie della scheda principale

Identificativo fusibile	Caratteristiche tecniche e tipo
F1, F2, F3, F4	8 A, 250 Vac, IEC 127 Tipo F (non ritardato), corpo in vetro
Identificativo batteria	Caratteristiche tecniche e tipo
BT1	3 volt, batteria al litio, Panasonic BR3032

Tabella 2. Fusibili della scheda di alimentazione a corrente alternata

Identificativo fusibile	Tensione di linea	Caratteristiche tecniche e tipo
F1, F2	120 V	20 A, 250 Vac, IEC 127 tipo F (non ritardato), corpo in ceramica
F1, F2	200 V - 240 V	15 A, 250 Vac, IEC Tipo F (non ritardato), corpo in ceramica
F3, F4	Tutti	8 A, 250 Vac, IEC Tipo F (non ritardato), corpo in vetro

Programma di manutenzione

La frequenza della manutenzione dipende da:

- la frequenza di utilizzo del GC;
- il tipo di campioni iniettati;
- tipo manuale o automatico delle iniezioni;
- l'utilizzo dello strumento per più applicazioni oppure esclusivamente per una;
- altri fattori ambientali, come la scarsa pulizia, la temperatura ambiente o altro.

Tabella 3. Programma di manutenzione

Frequenza di manutenzione	Elementi
Quotidiana	Sostituire i setti, analizzare un campione di calibrazione, verificare la tenuta dell'inserto e dei dadi della colonna ¹
Settimanale	Sostituire gli inserti in vetro e le guarnizioni O-ring, se sono previsti
Mensile	Pulire la trappola sullo scarico dell'iniettore split/splitless Verificare la presenza di eventuali perdite di idrogeno. Controllare tutti i collegamenti a partire dal tubo di erogazione iniziale. Sul GC, verificare la presenza di eventuali perdite degli iniettori, dei raccordi colonna-iniettore e colonna-rivelatore.
Trimestrale	Sostituire le bombole del gas ²
Semestrale	Pulire i rivelatori, effettuare il test per verificare la presenza di impurità nell'ECD
Annualmente	Ricondizionare o sostituire le trappole interne o esterne e i filtri chimici

¹ Molto importante per la programmazione della temperatura se si usano le ferrule di vespel o le ferrule di vespel/grafite

² Di solito due bombole A alimentano due gascromatografi a doppio canale per circa tre mesi. Sostituire la bombola quando la pressione scende sotto i 500 psig.

Avvertenze generali

Molti componenti interni del GC conducono tensioni pericolose

Se il GC è collegato all'alimentazione anche se l'interruttore di accensione è su "off", occorre prestare attenzione. Sono presenti tensioni potenzialmente pericolose:

- sui fili fra il cavo di alimentazione del rivelatore e l'interruttore di accensione,
- sui fili fra il cavo di alimentazione del GC e l'alimentatore a corrente alternata, sull'alimentatore stesso e sui fili fra quest'ultimo e l'interruttore di accensione.

Con gli interruttori di accensione su "on", prestare attenzione ai voltaggi pericolosi su:

- tutte le schede elettroniche dello strumento,
- i fili e i cavi collegati a queste schede.

ATTENZIONE

Tutti questi componenti sono schermati da piastre di protezione. Se sono opportunamente montate, un contatto accidentale con le tensioni pericolose è improbabile. Salvo istruzioni specifiche, non togliere mai le piastre a meno che il rivelatore, l'iniettore o il forno siano disattivati.

Se il rivestimento del cavo di alimentazione è sfilacciato o usurato, deve essere sostituito. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Le scariche elettrostatiche costituiscono una minaccia per i componenti elettronici del GC

Le schede a circuito stampato del GC possono essere danneggiate dalle scariche elettrostatiche. Non toccarle a meno che sia assolutamente necessario. In questo caso, infilare una fascia di sicurezza ESD e adottare altre misure antistatiche. Infilare la fascia ogni volta che si smonta il pannello del vano laterale dei componenti elettronici

Temperature elevate

Molti componenti del GC funzionano a temperature sufficientemente elevate da provocare gravi ustioni. Tali componenti includono, tra gli altri:

- gli iniettori,
- il forno,
- i rivelatori,
- i dadi che fissano la colonna a un iniettore o a un rivelatore.

Far raffreddare questi componenti fino a temperatura ambiente prima di maneggiarli. Il processo di raffreddamento sarà più rapido se si preimposta la temperatura dell'area riscaldata a temperatura ambiente. Disattivare il componente una volta che ha raggiunto la temperatura impostata. Se occorre effettuare operazioni di manutenzione, usare una chiave e indossare i guanti. Se possibile, raffreddare il componente prima di pulirlo, ripararlo o sostituirlo.

ATTENZIONE

Attenzione quando si lavora sul retro del GC. Durante i cicli di raffreddamento, vengono emessi vapori ad alta temperatura che possono causare ustioni.

Il rivestimento isolante degli iniettori, dei rivelatori, dell'alloggiamento delle valvole e delle coppe di isolamento è in fibre di ceramica refrattaria. Al fine di evitare l'inalazione di particelle di fibra, si consiglia di adottare le seguenti misure: areare il locale di lavoro, indossare maglie o camicie a maniche lunghe, guanti, occhiali di protezione e mascherina usa-e-getta; eliminare il rivestimento isolante in un sacchetto di plastica sigillato; lavarsi le mani con sapone e acqua fredda subito dopo.

Arresto del GC

Per meno di una settimana

In genere è possibile lasciare il GC acceso anche quando non lo si usa. Se il GC non viene utilizzato per circa una settimana risparmiare i gas e l'energia secondo le modalità che seguono:

- ridurre le temperature di rivelatore, iniettore e colonna a 150–200°C in modo da risparmiare energia,
- disattivare i gas corrosivi o potenzialmente pericolosi come l'ossigeno e l'idrogeno,
- ridurre i flussi dei gas di trasporto e di makeup,
- disattivare alla fonte l'erogazione di refrigeranti.

ATTENZIONE

Non lasciare mai attivi flussi di gas infiammabili se il GC rimarrà privo di sorveglianza per lunghi periodi. Se dovesse verificarsi una perdita, il gas potrebbe provocare un'esplosione o un'incendio.

Mantenendo lo strumento a temperature ridotte e flussi di gas di trasporto e di makeup molto limitati si evita che le impurità si accumulino nella colonna, nell'iniettore e nel rivelatore.

Per più di una settimana

1. Impostare tutte le zone riscaldate alla temperatura ambiente e disattivare i flussi di gas di supporto al rivelatore. Lasciare attivo il flusso di gas di trasporto.
2. Una volta che il GC si è raffreddato, spegnerlo.
3. Interrompere alla fonte l'erogazione di gas e refrigeranti.
4. Smontare la colonna e chiuderla con un tappo per evitare contaminazioni. Conservare la colonna in luogo fresco e asciutto.
5. Per evitare contaminazioni chiudere con un tappo i raccordi dell'iniettore e del rivelatore.

6. Se si smontano dal GC anche i collegamenti del gas, chiudere con un tappo anche i raccordi di alimentazione situati sul pannello posteriore dello strumento e sul collettore dell'iniettore.
7. Eventualmente sostituire la cartuccia del filtro della trappola montata sullo scarico di splittaggio (se presente).

2 La tastiera e il display

Il display

I LED di stato

La tastiera

Tasti ad azione immediata: [Start],
[Stop] e [Prep Run]

Tasti funzione

Tasti di selezione rapida [Temp],
[Pres], [Flow], [Det Control],
[Ramp #]
[Temp], [Pres] e [Flow]
[Det Control]
[Ramp #]

[Info]

[Status]

La tabella di stato Ready/Not Ready

Tabella di stato dei valori
di regolazione

Procedura: configurazione
della tabella di stato dei valori
di regolazione

Tasti vari

[Time]

Procedura: impostare l'ora e la data

Procedura: usare il cronometro

Procedura: impostazione
di [Post Run]

[Run Log]

[Options]

[Config]

Tasti multifunzione

[Mode/Type]

[Clear]

[Delete]

[.]

[-]

Memorizzazione e automazione

Parametri predefiniti

Procedura: registrazione
dei parametri predefiniti

La tastiera e il display

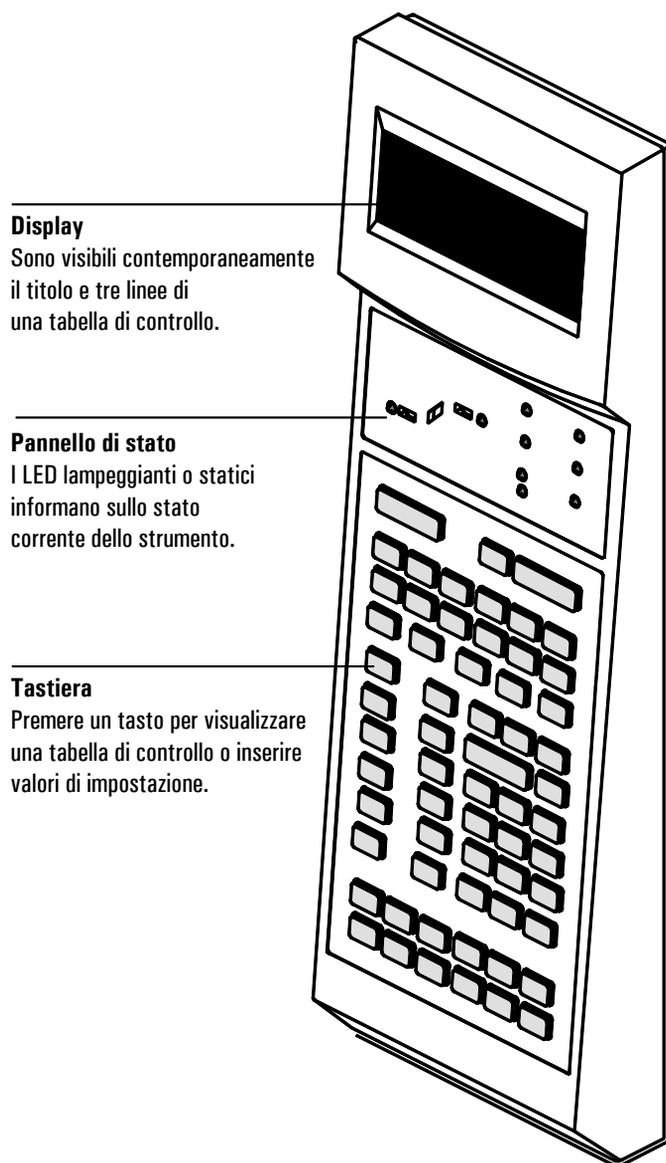


Figura 2 Sistemi di controllo del GC

Il display

Dal display è possibile esaminare le tabelle di controllo. Sulla prima riga è visualizzato il titolo, sulle altre i valori di regolazione. Se la tabella è costituita da più di tre righe, usare i tasti di scorrimento per far apparire anche le altre.

Tasti di scorrimento (▲, ▼)

Spostano la tabella di controllo su o giù.

Il cursore (<)

Indica la riga che può essere modificata. Quando si inseriscono dati da tastiera, essi appaiono sulla riga su cui è posizionato il cursore.

Asterisco (*)

Un asterisco lampeggiante indica che è necessario premere [Enter] per memorizzare il valore inserito o [Clear] per cancellarlo. È impossibile procedere se prima non si esegue una di queste due operazioni.

COLUMN 1			
Dim	10.0 m	320 u	
Pressure	0.0	Off	
Flow		1	*
Velocity		0.0	
Mode:	Constant flow		

Se l'asterisco lampeggia non si possono eseguire altre operazioni finché non si preme [Enter] oppure [Clear].

L'asterisco sulla sinistra di una tabella Mode/Type indica il valore corrente selezionato.

COLUMN 1			
Dim	10.0 m	320 u	
Pressure	0.0	Off	
Flow		1	<
Velocity		0.0	
Mode:	Constant flow		

Premere [Mode/Type] per due volte.

COLUMN 1 MODE		
Constant pressure		<
*Constant flow		
Ramped pressure		
Ramped flow		

Segnalatore acustico

Se il flusso di gas non raggiunge il valore impostato, il sistema emette una serie di segnali acustici. Il flusso si interrompe dopo 1 o 2 minuti.

Se viene interrotto un flusso di idrogeno o se si blocca il processo di riscaldamento, viene emesso un segnale acustico continuo. Per interromperlo basta premere [Clear].

Ogni altra anomalia di funzionamento, messaggio di avvertimento o di arresto viene segnalato da un bip.

Parametro lampeggiante

Se il sistema interrompe il flusso di gas, blocca una valvola multiposizione o effettua un arresto del forno, sulla riga corrispondente della tabella di controllo lampeggerà *Off*. In questo modo è facile identificare l'origine del problema.

La riga On/Off del rivelatore lampeggia se si verifica un arresto del sistema pneumatico o un guasto di un altro componente come un filamento del rivelatore a conducibilità termica (TCD).

Valori effettivi e valori nominali

Se sulla stessa riga di una tabella di controllo appaiono due valori; quello effettivo è a sinistra mentre quello nominale (impostato) è a destra. Se viene visualizzato un solo valore, può essere l'effettivo o il nominale, a secondo della tabella. In alcune tabelle di controllo, come quelle relative alle colonne, il valore all'estrema destra è sia l'effettivo sia il nominale.

FRONT INLET (PP)		
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Total flow	5.0	

Valori effettivi
 Valori nominali
 Valore effettivo

COLUMN 1		
Dim	30.0 m	320 u
Pressure	10.0	10.0
Flow	1.7	
Velocity	51	
Mode: Constant pressure		

Valore effettivo
 Valore nominale
 Valore nominale ed effettivo

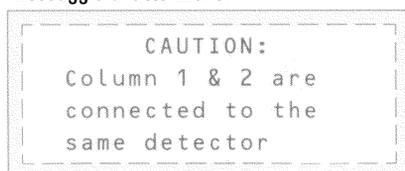
Messaggi di errore

Il messaggio Caution indica un possibile errore di configurazione.

Il messaggio compare quando:

- [Column 1] e [Column 2] sono configurate per un unico iniettore o un unico rivelatore;
- viene utilizzato come iniettore un canale ausiliario di flusso e il tipo di gas di trasporto ausiliario viene configurato come aria. Non è possibile utilizzare l'aria come gas di trasporto.

Messaggio di attenzione:



Premere [Clear] per annullare il messaggio.
Se si desidera, è possibile configurare lo strumento
oppure continuare con la configurazione in uso.

Il messaggio Error significa che:

- il valore inserito non rientra nell'intervallo di funzionamento consentito;
- i componenti hardware installati non supportano l'operazione che si desidera eseguire.

Messaggio di errore:



Premere [Clear] per eliminare il messaggio.
Occorre inserire un altro valore,
cambiare l'hardware o riconfigurare
il GC prima di procedere.

I **messaggi numerati** vengono visualizzati quando si verifica un arresto programmato del sistema (shutdown) un guasto (Fault) o una condizione critica (Warning). Forniscono il tipo e l'identificativo numerico dell'errore con una breve descrizione. Vedere ["Warning \(avvertenza\)"](#).

Messaggio numerato:



Premere [Clear] per eliminare il messaggio.

I LED di stato

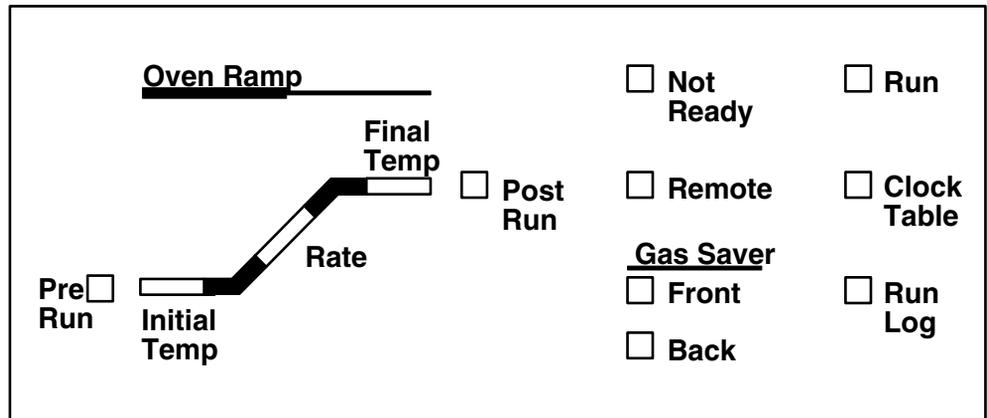


Figura 3 I LED di stato

Tabella 4 I LED di stato

LED	Descrizione
Pre Run	È acceso quando il GC è in fase di pre-analisi (dopo che è stato premuto [Prep Run]). Per ulteriori informazioni, vedere pagina 298 .
LED di Oven Ramp	Segnala il programma della temperatura del forno in progressione. Il LED Rate lampeggia se il forno non raggiunge la temperatura impostata.
Post Runi	È acceso quando il GC esegue una fase post-analisi.
Not Ready	È acceso quando il GC non è ancora pronto per avviare l'analisi. Lampeggia quando si verificano uno o più anomalie di funzionamento. Premere il tasto [Status] per visualizzare i valori che hanno causato il problema e quali anomalie si sono verificate.
Run	È acceso quando il GC sta effettuando un'analisi cromatografica.
Remote	Indica che è in atto una trasmissione di dati a un dispositivo remoto.
Clock Table	Indica che sono stati impostati dei parametri nella tabella oraria.
Gas Saver	Indica che il sistema anteriore o posteriore di erogazione a basso consumo del gas di trasporto è attivo.
Run Log	Indica che il registro elettronico (file di registrazione cronologica dell'analisi) contiene dati utilizzabili per garantire la conformità alle norme GPL.

La tastiera

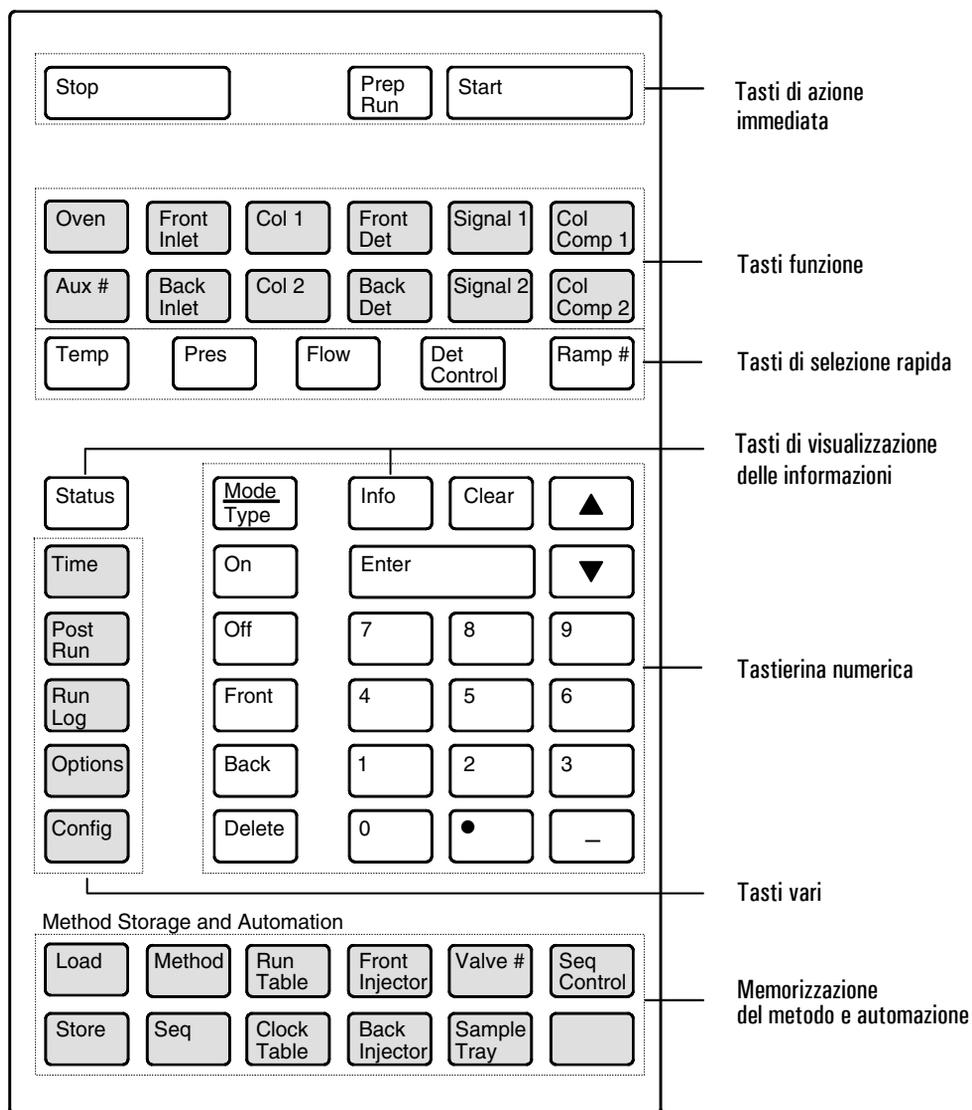


Figura 4 La tastiera

Tasti ad azione immediata: [Start], [Stop] e [Prep Run]

L'uso di questi tasti ha un effetto immediato sul funzionamento del GC.

[Start] e [Stop]

Avviano ed interrompono qualsiasi fase dell'analisi. [Stop] annulla uno stato di pre-analisi o post-analisi, o blocca il ripristino delle condizioni di esercizio dopo un'interruzione dell'alimentazione e interrompe una sequenza locale.

[Prep Run]

Per usare una (o più) delle seguenti funzioni, è necessario premere [Prep Run] per preparare l'analisi:

- Gas saver: disattiva il sistema di risparmio gas (il "gas saver", appunto) e regola il flusso di iniezione sul valore nominale.
- Splitless injection: chiude la valvola di spurgo.
- Pulsed split or splitless injection: aumenta la pressione di iniezione fino a quando si attesta sul valore impostato.
- Solvent vent injection: regola la pressione di iniezione sul valore nominale della pressione di scarico e il flusso di scarico dello split sul valore nominale del flusso di scarico.

Se si aziona [Prep Run] si accende il LED *Pre Run*. Quando il LED lampeggia, il GC attende che vengano raggiunti i valori nominali, cioè quelli impostati (diversi da quelli associati a Prep Run). Quando i valori nominali ed effettivi coincidono, il LED rimane acceso e vengono eseguite le funzioni di Prep Run. Dopo un intervallo di stabilizzazione pari a sei secondi, il GC è pronto per l'analisi e la spia *Not Ready* si spegne.

Se si preme [Prep Run] mentre *Pre Run* sta ancora lampeggiando, il LED diventa fisso prima che siano raggiunti tutti i valori nominali. A questo punto, il sistema di risparmio gas e la valvola di scarico dell'iniettore split/splitless sono pronti per l'analisi.

Con la maggior parte dei sistemi di iniezione automatica non è necessario usare [Prep Run]. Se il campionatore o il dispositivo di controllo dell'automazione (per esempio un integratore o una workstation) non supportano la funzione di Prep Run, occorre impostare Auto Prep Run. Vedere l'esempio "[\[Config\]](#)" a [pagina 59](#).

Tasti funzione

La [Tabella 5](#) contiene un elenco dei tasti funzione con una breve descrizione e indica dove trovare le relative informazioni in dettaglio.

Tabella 5 I tasti funzione

Tasto	Funzione:	Per ulteriori informazioni:
[Oven]	Imposta la temperatura del forno, isoterma o programmata	Vedere "Il forno della colonna" .
[Aux #] [1] e [Aux #] [2]	Controllano le zone riscaldate come l'alloggiamento delle valvole, l'MSD (rivelatore a selezione di massa) o la linea di trasferimento di un AED (rivelatore a emissione atomica) o un dispositivo "unknown", ossia non identificato. Permettono di programmare temperature.	Vedere "Controllo delle valvole" .
[Aux #] [3], [Aux #] [4] e [Aux #] [5]	Attivano un sistema pneumatico ausiliario per un iniettore, un rivelatore o un altro dispositivo. Permettono di programmare la pressione	Vedere "Controllo del flusso e della pressione" e "Controllo delle valvole" .
[Front Inlet] e [Back Inlet]	Controllano i parametri di esercizio degli ingressi.	Vedere "Iniettore split/splitless" , "Iniettore per impaccate" , "Iniettore on-column a freddo" , "Iniettore a temperatura di vaporizzazione programmata" , "Interfaccia per composti volatili" , "Iniettori senza EPC" , "Il modulo di controllo della pneumatica" .
[Col 1] e [Col 2]	Controllano la pressione nelle colonne, il flusso o la velocità. Permettono di impostare i gradienti di flusso e pressione.	Vedere "Controllo del flusso e della pressione" , "Iniettore split/splitless" , "Iniettore per impaccate" , "Iniettore on-column a freddo" , "Iniettore a temperatura di vaporizzazione programmata" , "Interfaccia per composti volatili" , "Iniettori senza EPC" , "Il modulo di controllo della pneumatica" , "Rivelatore a ionizzazione di fiamma" , "Rivelatore a conducibilità termica" , "Rivelatore azoto-fosforo" , "Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle" , "Rivelatore fotometrico a fiamma (FPD)" .
[Front Det] e [Back Det]	Controllano i parametri di esercizio dei rivelatori.	Vedere "Rivelatore a ionizzazione di fiamma" , "Rivelatore a conducibilità termica" , "Rivelatore azoto-fosforo" , "Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle" , "Rivelatore fotometrico a fiamma (FPD)" .
[Signal 1] e [Signal 2]	Assegnano un segnale, di solito al rivelatore anteriore o posteriore.	Vedere "Gestione dei segnali" .
[Col Comp 1] e [Col Comp 2]	Configurano il profilo di compensazione per la colonna.	Vedere "Gestione dei segnali" .

Tasti di selezione rapida [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]

Permettono di accedere direttamente a un valore di regolazione dall'interno di una tabella.

[Temp], [Pres] e [Flow]

Se non è aperta nessuna tabella di controllo, i seguenti tasti permettono di visualizzare i dati elencati:

- [Temp] Temperatura del forno
- [Pres] Pressione dell'iniettore anteriore (posteriore o del canale ausiliario se l'iniettore anteriore non è installato)
- [Flow] Flusso della colonna 1 o 2 se è installato l'iniettore EPC. Se non è installato, il flusso del rivelatore anteriore o posteriore.

Se il parametro è nella tabella di controllo aperta, il cursore si posiziona su quella riga.

[Front Det] tabella aperta,
cursore su Mkup (He)

Temp	24	Off
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
FRONT DET (FID)		
Mkup (He)	0.0	Off <
Flame		Off
Output	2.1	

Premere
[Temp]

Il cursore si posiziona su Temp

FRONT DET (FID)		
Temp	24	Off <
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mode:	Const makeup	
Mkup (He)	0.0	Off
Flame		Off
Output	2.1	

Se il parametro non è nella tabella aperta, il tasto apre quella corrispondente. Per esempio, se è aperta la tabella di controllo del forno e si preme [Pres], si aprirà la tabella di controllo dell'iniettore anteriore e il cursore si posizionerà sulla riga Pressure.

[Oven] tabella aperta

OVEN		
Temp	24	50
Init time		5.00
Rate 1		10 <
Final temp 1		150
Final time 1		5
Rate 2 (off)		0.00

Premere
[Pres]

[Front inlet] tabella aperta

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:		Splitless
Temp	24	off
Pressure	0.0	off <
Purge time		0.00
Purge flow		0.0
Total flow		0.0
Gas saver		Off

[Det Control]

Quando viene aperta una tabella di controllo di un rivelatore, [Det Control] sposta il cursore sul controllo on/off.

**[Front Det] tabella aperta, cursore su
Temp line**

FRONT DET (TCD)		
Temp	24	Off <
Ref flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off
Filament		Off
Output		2.1
Negative polarity		Off

Premere [Det Control]

Temp	24	Off
Ref flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off
FRONT DET (TCD)		
Filament		Off <
Output		2.1
Negative polarity		Off

Il cursore si posiziona su Filament,
riga corrispondente al controllo On/Off del TCD
rivelatore di conduttività

Se è aperta la tabella controllo di un altro tipo di dispositivo, [Det Control] apre la tabella del rivelatore anteriore (o posteriore, se non è installato).
Il cursore si posiziona su on/off.

[Front Inlet]

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Splitless	
Temp	24	Off <
Pressure	0.0	Off
Purge time	0.00	
Purge flow	0.0	
Total flow	0.0	
Gas saver	Off	

[Det Control]

Temp	24	Off
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mode:	Const makeup	
Mkup (N2)	0.0	Off
FRONT DET (FID)		
Flame		Off <
Output (off)	0.0	

Il cursore si posiziona su Flame,
il controllo on/off del rivelatore
a ionizzazione di fiamma

[Ramp #]

Se è aperta una tabella di controllo che non contiene gradienti di temperatura, flusso o pressione, il tasto [Ramp #] associato a un numero apre la tabella di controllo Oven. Se non sono definiti gradienti, il cursore si posiziona sulla riga Rate 1 (off).

Premere [Ramp # [2]

OVEN		
Rate 1 (off)	0.00	<

Si apre la tabella di controllo Oven.
Dato che non sono impostati dei gradienti,
il cursore è su Rate 1 (off.).

Se è aperta una tabella di controllo contenente gradienti di temperatura, flusso o pressione, [Ramp #] (1-6) sposta il cursore sulla prima riga del numero di gradiente specificato. Se il numero di gradiente non è stato indicato, il cursore si sposta su quello più alto.

[Col 1] tabella aperta, cursore sulla riga corrispondente a Pressione

COLUMN 1		
Dim	10.0 m	320 u
Pressure	10.0	10.0 <
Flow		1.7
Velocity		51
Mode:	Ramped pres	
Init Pres		10.0
Init time		2.0
Rate 1		10.0
Final pres 1		20.00
Final time 1		15.00
Rate 2 (off)		0.00

Premere [Ramp #] [2]

Dim	10.0 m	320 u
Pressure	10.0	10.0
Flow		1.7
Velocity		51
Mode:	Ramped pres	
Init Pres		10.0
Init time		2.0
Rate 1		10.0
Final pres 1		20.0
Final time 1		15.0
COLUMN 1		
Rate 2 (off)		0.00 <

Il cursore si posiziona su Rate 2.

[Info]

Questo tasto attiva una guida contestuale che fornisce informazioni sul parametro attivo (quello indicato dal cursore).

I messaggi possono essere visualizzati in forme diverse:

- definizioni
- intervalli di regolazione
- operazioni da eseguire

Ecco una serie di esempi. Le informazioni fornite dipendono da quale tabella di controllo è aperta. Premere [Info]

Definizione:

```
SPLIT RATIO INFO  
Split flow divided  
by column flow.  
0.1 to 7500
```

Intervalli di variazione:

```
ERROR: Out of range  
  
0 to 999.99 minutes
```

Operazione da eseguire:

```
MODE/TYPE INFO  
* is present mode.  
Move cursor to new  
mode and press ENTER
```

[Status]

Al tasto [Status] sono associate due tabelle. Premendo il tasto si passa da una tabella all'altra.

La tabella di stato Ready/Not Ready

Questa tabella contiene i valori di regolazione che sono nello stato *Not Ready* o visualizza il display *Ready for Injection*. Qui vengono visualizzati eventuali *faults, warnings, o method mismatches* (anomalie di funzionamento, condizioni critiche o incongruenze con il metodo di analisi). Vedere [pagina 207](#) e [pagina 252](#) per informazioni dettagliate sui primi due argomenti. Le diversità tra i metodi vengono trattate a [pagina 207](#).

Display Ready for injection (pronto per l'iniezione)

```
STATUS
Ready for Injection
WARNING(S):
Sig 1 buffer full
```

Sistema pronto: consultare le avvertenze.

Display di Not ready (non pronto)

```
STATUS - Not Ready
Oven temp
Back det shutdown
FAULT(S):
B TCD filament short
WARNING(S):
Sig 1 buffer full
METHOD MISMATCH(ES):
Oven maximum temp
```

Sistema non pronto: alcune funzioni non sono ancora disponibili. Se sul display compare *not ready* verificare la presenza di errori.

Fault: c'è un problema hardware che richiede l'intervento di un operatore.

Warning: ci sono problemi di cui è necessario conoscere l'esistenza. Lo strumento comunque funziona.

Compare il messaggio: Method mismatch se, in base ad impostazioni dell'operatore o del sistema, la configurazione è cambiata dopo il caricamento di un metodo o un procedimento di accensione

Tabella di stato dei valori di regolazione

Questa tabella contiene i valori di regolazione di tutte le tabelle attive, ovvero i valori nominali. Consente di passare in rapida rassegna i valori attivi durante un'analisi, senza aprire molte tabelle di controllo.

STATUS	
Oven temp	250
Sig 1 Back	30
Column 2 flow	0.8
B inlet P10.0	10.0
Time left	9.50

Procedura: configurazione della tabella di stato dei valori di regolazione

Si può cambiare l'ordine dell'elenco, per esempio per visualizzare i tre valori più importanti all'apertura della tabella.

1. Premere [Config] [Status].
2. Far scorrere la tabella fino al valore che deve essere visualizzato per primo e premere [Enter]. Il valore apparirà all'inizio dell'elenco.
3. Far scorrere la tabella fino al valore che deve essere visualizzato per secondo e premere [Enter]. Il valore apparirà immediatamente sotto il primo.
4. Continuare con questo criterio fino a completare l'elenco desiderato.

Premere [Config][Status]

a. Scorrere fino a Signal 1 e premere [Enter].

b. Ora Signal 1 è il primo valore dell'elenco.

CONFIGURE STATUS	
Oven temp	
Column 1 flow	
Signal 1	<
Signal 2	
Front inlet pres	
Time left	

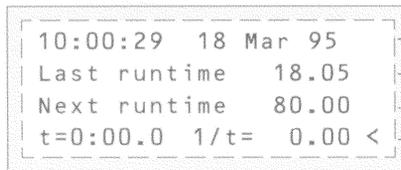
CONFIGURE STATUS	
Signal 1	<
Oven temp	
Column 1 flow	
Signal 2	
Front inlet pres	
Time left	

Tasti vari

[Time]

tasto della tabella di ora e data Questa tabella di controllo non ha un titolo. La prima riga visualizza la data e l'ora correnti, l'ultima un cronometro.

Visualizzazione del periodo di tempo fra un'analisi e l'altra



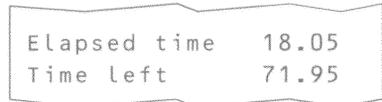
```
10:00:29 18 Mar 95
Last runtime 18.05
Next runtime 80.00
t=0:00.0 1/t= 0.00 <
```

Data e ora effettive.

Visualizzazione statica dell'orario dell'ultima analisi in minuti e di quella successiva.

Cronometro

Visualizzazione del tempo durante l'analisi



```
Elapsed time 18.05
Time left 71.95
```

Indica il periodo trascorso durante l'analisi.

Indica il tempo che rimane prima della fine dell'analisi.

Visualizzazione del tempo nel periodo successivo all'analisi



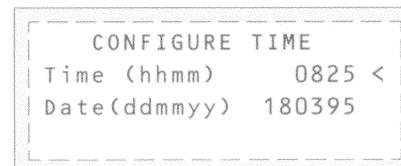
```
Last runtime 20.04
Post time 8.77
```

Visualizza la durata dell'ultima analisi.

Indica il tempo che rimane nel periodo successivo all'analisi.

Procedura: impostare l'ora e la data

Premere [Config][Time]



```
CONFIGURE TIME
Time (hhmm) 0825 <
Date(ddmmyy) 180395
```

Inserire la nuova ora.

Inserire la nuova data.

Procedura: usare il cronometro

All'attivazione del cronometro, vengono visualizzati sia il tempo (fino a 0,1 secondi) sia il tempo reciproco (fino a $0,01 \text{ min}^{-1}$). Il cronometro è utile quando si misura il flusso con un flussimetro a bolla.

1. Far scorrere la tabella di controllo del tempo (Time Control) fino alla riga del cronometro.
2. Premere [Enter] per avviare il cronometro.
3. Premere ancora [Enter] per fermarlo.
4. Premere [Clear] per azzerarlo.

È possibile selezionare altre funzioni mentre il cronometro è attivo. Premere nuovamente [Time] per visualizzare il cronometro. Procedura:

Procedura: impostazione di [Post Run]

Usare questo tasto per programmare il ciclo di pulizia di una colonna dopo un'analisi. Procedere come segue:

1. Premere [Post Run]



Quando Time è impostato su 0,00, le altre righe della tabella non sono selezionabili.

2. Definire la durata della fase di post-analisi con Time, in minuti.



Una volta immesso il valore di Time, le altre linee della tabella di controllo diventano selezionabili.

3. Inserire il valore di Oven temp e Column pres.

```
POST RUN
Time          10.00
Oven temp     250 <
Column 2 pres 15.0
```

Il GC è programmato per mantenere il forno a 250°C e la pressione in testa alla colonna da 2 a 15,0 psi per 10 minuti dopo l'analisi.

Il LED Post Run è acceso durante la fase di post-analisi.

Premere [Time] durante la fase di post-analisi per visualizzare il tempo residuo.

[Run Log]

Le deviazioni (compresi gli interventi da tastiera) dal metodo programmato per l'ultima analisi sono elencate nella tabella di registrazione cronologica dell'analisi (run log). Si possono memorizzare fino a 50 voci diverse. La tabella può essere usata per garantire la conformità alle norme GPL. È trasferibile su una workstation e può essere stampata su un integratore.

Premere [Run Log]

```
RUN LOG (1 of 3)
Not ready:
Multiposition valve
at runtime      0.00
  RUN LOG (2 OF 3)
Not ready:
Oven temp      26
at runtime     0.00
  RUN LOG (3 of 3)
Valve 4 setpt:
Valve          0N
at runtime     0.05
```

Il LED Run Log è acceso se vengono rilevate deviazioni dal metodo programmato per l'analisi in corso. La tabella viene azzerata all'inizio dell'analisi successiva.

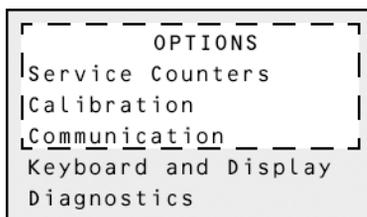
Se non sono state registrate deviazioni, appare il seguente messaggio:



[Options]

Questo tasto permette di accedere alle opzioni di impostazione dei parametri.

Premere [Options]



Far scorrere il contenuto del display fino all'opzione desiderata e premere [Enter] per aprire la tabella di controllo associata.

Calibration

Elenca i parametri che possono essere calibrati. Per ulteriori informazioni sulle schermate di calibrazione, consultare il volume Agilent 6890 Service Manual.

Un'opzione di calibrazione particolarmente utile è *Auto flow zero*. Quando è attiva, alla fine dell'analisi, il GC arresta il flusso di gas diretto a un iniettore, attende che il flusso si attesti sullo 0, misura e memorizza l'uscita del sensore di flusso e riattiva il flusso di gas. Impiega circa 2 secondi. Lo scarto dallo zero viene usato per correggere le future misurazioni di flusso.

Per attivare questa funzione, selezionare *Calibration* dal menu *OPTIONS*, selezionare *Front inlet* o *Back inlet* e attivare *Auto flow zero*.

Communication

Permette di accedere ai parametri relativi alla trasmissione dati. Le schermate di comunicazione vengono trattate in ["Installazione"](#).

Diagnostics

I parametri di diagnostica servono al personale dei servizi di manutenzione. Sono trattati nel volume Agilent 6890 Service Manual.

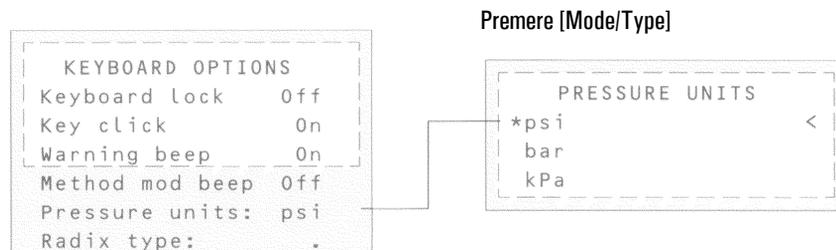
Tastiera e display

Da questa tabella di controllo si possono selezionare e modificare i valori di regolazione dell'interfaccia utente. Per attivare e disattivare i seguenti valori basta premere [On] e [Off].

- i tasti e le funzioni riportati di seguito possono essere utilizzati quando la funzione `keyboard lock` è impostata su ON.
[Start], [Stop] e [Prep Run].
[Load][Method] e [Load][Seq].
[Seq]: da usare per modificare le sequenze impostate in precedenza.
[Seq Control]: da usare per avviare o terminare le sequenze.
- `Key click`: può essere attivato o disattivato: è il tipico suono dei tasti quando vengono premuti.
- `Warning beep`: attiva i segnali acustici relativi alle condizioni critiche.
- parametro della tabella di controllo "Keyboard and Display" `Method mod beep`:

impostare su [ON] affinché il sistema emetta un segnale acuto quando un valore di regolazione di un metodo di analisi subisce una modifica.

- Premere [Mode/Type] per cambiare le unità di misura della pressione o il simbolo dei decimali. `Pressure units`
psi: pounds per square inch (libbre per pollice quadrato), lb/in^2
bar: unità di pressione cgs assoluta, dyne/cm^2
kPa: unità mks di pressione, 10^3 N/m^2
- `Radix type`: determina il simbolo dei decimali, 1.00 o 1,00



Contatori di manutenzione

Registrano l'utilizzo della siringa, del setto e dell'inserto contando ciascuna iniezione (indipendentemente dal tipo, Front/Back o INJ).

1. Dalla tastiera, premere [Options].

```
OPTIONS
Service Counters
Calibration
Communication
Keyboard and Display
Diagnostics
```

2. Dalla tabella di controllo aperta, selezionare Service Counters.
Premere [Enter].
3. Scorrere fino a raggiungere il contatore desiderato. Premere [Clear] per riportare il contatore a 0.

```
SERVICE COUNTERS
Runs since service
Syringe 1          0
Syringe 2          0
Front Septum       0
Back Septum        0
Front Liner        0
Back Liner         0
Column 1           0
Column 2           0
```

[Config]

Il tasto [Config] configura i parametri di controllo del GC. La modalità di funzionamento della colonna, le sue dimensioni, il tipo di iniettore, il tipo di gas di makeup sono parametri essenziali per un buon funzionamento dell'EPC.

Usare [Config] con altri tasti per i parametri modificati raramente.

Premere [Config] [Oven]

CONFIGURE OVEN	
Maximum temp	450
Equib time	3.00
Cryo (N2)	Off
Quick cryo cool	Off
Ambient temp	25
Cryo timeout	Off
Cryo fault	Off

Premere [Config] per visualizzare l'elenco dei parametri configurabili:

CONFIG	
Oven	
Front inlet	
Back inlet	
Column 1	
Column 2	
Front detector	
Back detector	
Signal 1	
Signal 2	
Aux #	
Status	
Time	
Valve #	
Front injector	
Back injector	
Sample tray	
Instrument	<

Passare al parametro Instrument.
Premere [Enter] per accedere alla tabella di controllo Config Instrument.
I tipi visualizzati dipendono dai componenti installati.

CONFIG INSTRUMENT	
Serial#US00100001	
Auto prep run	On <
F inlet type	None
B inlet type	PP

Tasti multifunzione

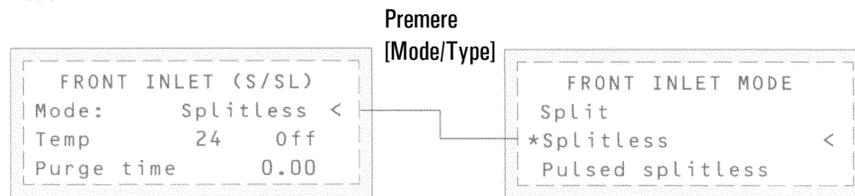
I tasti multifunzione ampliano la gamma di funzioni associata ai tasti di controllo dei valori di regolazione.

[Mode/Type]

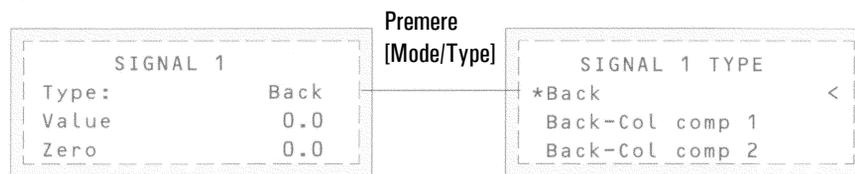
tasto delle modalità di funzionamento Questo tasto permette di accedere all'elenco delle modalità di funzionamento (parametri non numerici). Per apportare una modifica, posizionare il cursore sull'opzione desiderata e premere [Enter]. Un asterisco (*) contraddistingue la modalità di funzionamento o il tipo di componente selezionato correntemente.

Gli esempi che seguono esemplificano **funzioni di Mode/Type (modo/tipo)**.

Mode:

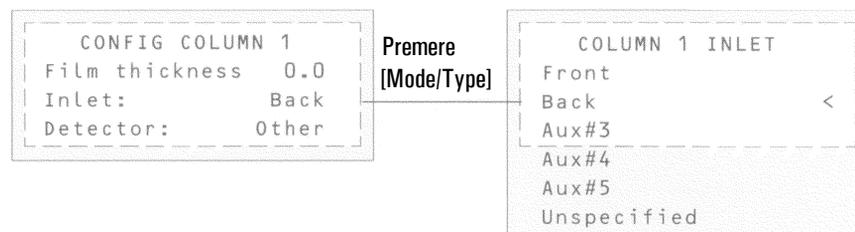


Type:



Esempi in cui non appaiono le voci "Mode" o "Type".

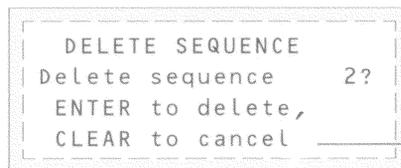
In caso di dubbio, premere [Info] per scoprire se deve essere usato [Mode/Type] .



[Clear]

Il tasto [Clear] si usa per:

- annullare i valori errati di una tabella di controllo *prima* di premere [Enter] (quando l'asterisco lampeggia ancora),
- interrompere la selezione di Mode/Type prima di premere [Enter],
- tornare alla tabella di livello superiore nei sistemi di tabelle incorporate (config, option),
- azzerare il cronometro
- annullare il messaggio di informazione e tornare allo schermo precedente,
- annullare i messaggi di errore (messaggi numerati, valori errati, etc.),
- disattivare una funzione durante una sequenza o un metodo, nella tabella oraria (clock table) o in una tabella di esecuzione dell'analisi (run table) e mentre si impostano o si memorizzano sequenze e metodi.

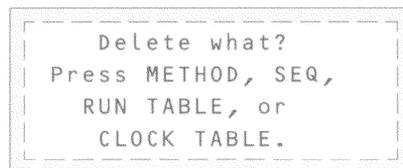


Premere [Clear] per annullare

[Delete]

Cancella metodi e sequenze, nonché le voci delle tabelle orarie o delle tabelle di esecuzione dell'analisi.

Premere [Delete]

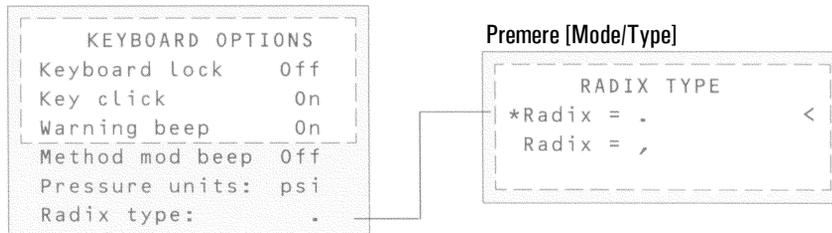


[Delete] arresta il processo Adjust offset (che regola lo scarto di regolazione) per i rivelatori azoto-fosforo (NPD) e i rivelatori a cattura di elettroni (ECD) senza interrompere i processi legati agli altri parametri.

[.]

Il punto è il separatore decimale. Può essere convertito in una virgola nella tabella di controllo Keyboard Options, incorporata nella tabella di controllo Options.

Premere [Options]



[-]

Il trattino indica una sequenza numerica in cui sono compresi i numeri indicati.

Intervallo di campioni: da 1 a 3, premere [1] [-] [3]

Intervallo n. flaconi: da 1 a 10, premere [1] [-] [1] [0]

Viene usato anche come segno meno per i valori negativi.

Per -5, premere [-] [5]

Memorizzazione e automazione

La [Tabella 6](#) contiene l'elenco dei tasti di memorizzazione e automazione, una breve descrizione e i documenti da consultare per ulteriori informazioni.

Tabella 6 Tasti di memorizzazione e automazione di sequenze e metodi

Tasto	Funzione:	Per ulteriori informazioni:
[Load]	Serve a caricare fino a nove metodi e cinque sequenze memorizzati	"Metodi analitici" "Sequenze analitiche"
[Store]	Memorizza fino a nove metodi e cinque sequenze, assegna un identificativo e la data.	"Metodi analitici" "Sequenze analitiche"
[Method]	Visualizza la tabella dei metodi in memoria. Si possono caricare, memorizzare, cancellare. Si può impostare un metodo predefinito.	"Metodi analitici"
[Seq]	Visualizza la tabella di sequenze in memoria. Il tasto [Seq] passa dalla tabella di controllo delle sequenze a quella per la definizione.	"Sequenze analitiche"
[Run Table]	Visualizza la tabella degli eventi e il tempo dell'analisi	"Automazione dello strumento"
[Clock Table]	Attiva la tabella oraria degli eventi nell'ordine in cui si devono verificare. Si può caricare, memorizzare o cancellare.	"Automazione dello strumento"
[Front Injector] o [Back Injector]	Modifica i parametri di controllo dell'iniettore come i volumi di iniezione, i campioni, i lavaggi ecc.	"Il campionatore automatico"
[Valve#]	Apri o chiudi le valvole GSV e di selezione da 1 a 8. Imposta la valvola multiposizione.	"Controllo delle valvole"
[Sample Tray]	Visualizza lo stato della vassoio porta-campioni.	"Il campionatore automatico"
[Seq Control]	Avvia, termina, sospende e riprende	"Sequenze analitiche"

Parametri predefiniti

Il software del GC prevede dei valori predefiniti per quasi tutti i parametri. Sono stati studiati per un funzionamento standard, ma si possono personalizzare. Quando si immette un valore sostitutivo, vengono cancellati.

Successivamente, può essere utile ricaricare i parametri predefiniti. Se li si ricarica, tutti i parametri correnti verranno cancellati e sostituiti con quelli predefiniti, ad eccezione dei metodi memorizzati. Procedura:

Procedura: registrazione dei parametri predefiniti

1. Premere [Method]
2. Far scorrere l'elenco sul video fino alla riga `Set default method` e premere [Enter].

```
1:    <empty>
2:   13:25  16 Feb 94
3:    <empty>
   STORED METHODS
4:    <empty>
5:   14:02  16 Feb 94
Set default method <
```

3. Apparirà questo messaggio:

```
SET DEFAULT METHOD
ENTER to load
default method.
CLEAR to cancel.
```

4. Premere [Enter] per caricare i parametri predefiniti.

3 Controllo del flusso e della pressione

Arresto dell'erogazione di idrogeno

Arresto della colonna

Attivazione e disattivazione del flusso di gas

Flussi con controllo EPC

Controllo convenzionale

Controllo elettronico della pneumatica (EPC)

Interpretazione dei valori di flusso e pressione

Configurazione

Colonne ed iniettori

Configurazione di una colonna

Procedura: configurazione di una colonna capillare

Note supplementari sulla configurazione di una colonna

Configurazione del gas di trasporto

Procedura: configurazione del gas di trasporto

Selezione della modalità di funzionamento della colonna

Modalità di flusso

Modalità di pressione

Procedura: selezione della modalità di funzionamento della colonna

Indicare il flusso o la pressione iniziale, oppure la velocità lineare media

Procedura: impostazione del flusso o della pressione iniziale, oppure della velocità lineare media

Programmazione del flusso o della pressione (opzionale)

Procedura: programmazione della pressione o del flusso in colonna

Definizione degli altri parametri dell'iniettore

Procedura: impostazione degli altri parametri dell'iniettore

Rivelatori

Configurazione del gas

Gas di makeup

Canali ausiliari

Procedura: sostituzione del filtro di un canale ausiliario

Mantenimento della calibrazione dell'EPC

Sensori di flusso

Sensori di pressione

Condizioni di azzeramento

Procedura: azzeramento
dei sensori di flusso e della
pressione

Controllo senza EPC

Iniettori

Spurgo setto

Misurazione della portata

Misurazione della portata con il flussimetro a bolla

Punti di misurazione

Adattatori per la misurazione
del flusso

Procedura: misurazione dei flussi
di gas con il flussimetro a bolla

Interpretazione delle misure

Problemi di flusso e di pressione

**Un gas non raggiunge la pressione o
il flusso impostati**

**Un gas supera la pressione
o il flusso impostati**

**Oscillazioni del flusso
o della pressione in entrata**

**Il flusso misurato non è uguale a
quello visualizzato**

Controllo del flusso e della pressione

Il gascromatografo (GC) della Serie 6890 è dotato di due tipi di sistemi di controllo del gas. Entrambi i tipi possono essere presenti sullo stesso strumento.

- EPC: (Electronic Pneumatic Control, controllo elettronico della pneumatica). Portata e pressione (di iniettori, rivelatori e un massimo di tre canali ausiliari) sono impostate da tastiera.
- Senza EPC: controllo convenzionale di flusso/pressione. Gli iniettori utilizzano meccanismi di regolazione della portata e della pressione integrati in un modulo pneumatico montato sul lato sinistro del GC. Quelli per i rivelatori sono sopra il GC, dietro ai rivelatori. Il flusso viene misurato con un flussimetro a bolla o con un altro dispositivo.

Tabella 7 Sistemi di controllo per rivelatori e iniettori

Tipo modulo	Tipo controllo	Posizione del controllo
Iniettore	EPC	Interno, tramite tastiera
Iniettore	Senza EPC	Modulo sul lato sinistro
Rivelatore	EPC	Interno, tramite tastiera
Rivelatore	Senza EPC	Coperchio superiore, dietro i rivelatori
Canale ausiliario	EPC	Interno, tramite tastiera

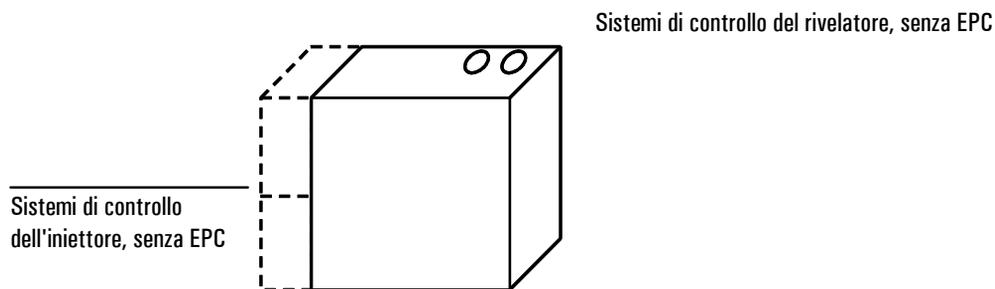


Figura 5 Posizione del controllo

Il modulo pneumatico (linea tratteggiata) è montato se è installato un iniettore senza EPC.

Arresto dell'erogazione di idrogeno

L'idrogeno può essere utilizzato come gas di trasporto o combustibile per alcuni rivelatori. Se viene a contatto con l'aria, forma una miscela esplosiva.

Il GC effettua il monitoraggio del flusso di gas nei vari iniettori e canali ausiliari. Se un flusso di idrogeno viene interrotto perché non riesce a raggiungere i valori impostati di portata o pressione e se tale flusso è configurato per utilizzare idrogeno, il GC registra questo evento come una perdita e visualizza il messaggio *hydrogen safety shutdown* (arresto di sicurezza dell'erogazione di idrogeno).

Gli effetti sono i seguenti:

- La valvola di erogazione del gas di trasporto all'iniettore si chiude ed i dispositivi di controllo di pressione e flusso vengono entrambi spenti.
- Le valvole di splittaggio degli iniettori split/splitless e PTV si aprono.
- Il riscaldatore del forno e la ventola si spengono. Le paratie di raffreddamento sul retro si aprono.
- Le zone riscaldate di piccole dimensioni vengono disattivate.

Per ripristinare il funzionamento, eliminare la causa dell'arresto (valvola della bombola chiusa, perdita consistente, ecc.). Spegner e riaccendere il GC.

ATTENZIONE

Il GC non è in grado di individuare le perdite nei rivelatori. Per questo motivo, è molto importante che i connettori delle colonne dei FID e degli NPD (o di qualsiasi altro rivelatore che usi l'idrogeno come gas di trasporto) siano sempre correttamente fissati alle colonne, o se inutilizzati, siano chiusi con un coperchio o un tappo. Infine è indispensabile che il GC sia configurato per monitorare il flusso di idrogeno.

Arresto della colonna

Se si verifica un arresto (shutdown) di un elemento di erogazione del gas di trasporto, il riscaldatore del forno si disattiva per evitare danni provocati alla colonna dal surriscaldamento in assenza di gas. Le paratie di raffreddamento sono aperte a metà.

Per ripristinare il funzionamento, eliminare la causa dell'arresto (valvola della bombola chiusa, perdita consistente, ecc.). Riaccendere il forno e riattivare l'ingresso o il canale ausiliario che aveva determinato il malfunzionamento.

Attivazione e disattivazione del flusso di gas

Il flusso di gas di qualsiasi componente può essere attivato o disattivato da tastiera senza che questo interferisca con i valori nominali del flusso e della pressione. Premendo il relativo tasto, tuttavia, si ottengono effetti diversi a seconda se l'EPC è installato o meno.

Flussi con controllo EPC

Le valvole del modulo di controllo del gas con EPC sono studiate per la misurazione del gas, più che per l'attivazione/disattivazione del flusso. Quando questo tipo di valvola viene disattivata, può succedere che il gas continui a fluire in quantità limitata (0,2 ml/min). Il display lo segnalerà anche se è visualizzato il messaggio *Off*. Nota bene: questa è una perdita interna, non una perdita verso l'esterno.

Controllo convenzionale

Le valvole del modulo di controllo del gas senza EPC sono studiate solo per l'attivazione/disattivazione del flusso. Quando si attiva il comando di interruzione del flusso, si chiudono ermeticamente.

Controllo elettronico della pneumatica (EPC)

Il GC può controllare elettronicamente tutti i flussi di gas e le pressioni nello strumento. Fornisce in particolare:

- controllo del flusso e/o della pressione per tutti gli iniettori, compresa la programmazione del flusso e della pressione per il gas di trasporto nelle colonne;
- controllo del flusso tramite regolazione della pressione mediante riduttori fissi per tutti i gas del rivelatore;
- controllo della pressione per i canali ausiliari;
- modalità di risparmio gas per ridurre il consumo di gas di trasporto per l'iniettore split/splitless, l'iniettore PTV e l'interfaccia per sostanze volatili;
- immissione diretta del rapporto di splittaggio, a condizione che siano stati definiti in precedenza i parametri di configurazione della colonna.

I componenti hardware di controllo sono montati internamente, in alto e sul retro. I valori di regolazione vengono impostati nelle tabelle di controllo degli iniettori, dei rivelatori e dei canali ausiliari.

Interpretazione dei valori di flusso e pressione

La scheda di controllo dell'EPC utilizza sensori per il rilevamento della pressione atmosferica e della temperatura dei moduli pneumatici, al fine di eliminare le condizioni locali che determinano la variabilità del tempo di ritenzione.

I valori di flusso e pressione vengono corretti in base a condizioni prestabilite. Queste condizioni, chiamate NTP (temperatura e pressione normali), sono 25°C di temperatura ed 1 atmosfera di pressione. Analogamente, i valori di regolazione vengono messi a punto in base alle condizioni locali.

Quindi, è possibile che esista una discordanza fra le rilevazioni dell'EPC e quelle del flussimetro a bolla, poiché quest'ultimo si basa su condizioni locali e non sulle condizioni NTP. A questo punto, comunque, i tempi di ritenzione non dipendono più dalle condizioni locali.

IMPORTANTE!

Il GC 6890 con EPC misura portata e pressione costantemente. Questo modifica notevolmente le modalità di configurazione. Le regole a cui attenersi sono diverse da quelle per l'impostazione di un gascromatografo tradizionale. Nelle pagine seguenti sono riportate le differenze.

Configurazione

Il GC identifica gli iniettori e i rivelatori EPC o gli altri dispositivi eseguendo un controllo all'accensione. Alcune informazioni devono essere inserite manualmente: questa è la "configurazione". Basta impostare solo pochi parametri:

- descrizione della colonna (opzionale, ma consigliabile in caso di colonne capillari),
- iniettori e rivelatori senza EPC (configurazione di fabbrica, se installati presso lo stabilimento);
- gas di trasporto impiegato;
- alcuni gas dei rivelatori (se è possibile selezionarne più di uno).

I dati della configurazione sono caricati in una sezione a batteria della memoria, indipendente dall'alimentazione centrale.

Colonne ed iniettori

Il GC, se dotato di iniettore EPC, consente di specificare direttamente la portata delle colonne capillari. Per usare questa funzione:

1. configurare la colonna (lunghezza, diametro interno e spessore del film);
2. configurare il gas di trasporto (quale è il gas utilizzato?);
3. selezionare una modalità di funzionamento della colonna (pressione e flusso costanti, gradienti di flusso o pressione);
4. inserire la portata o la pressione iniziale oppure la velocità lineare media;
5. inserire un programma per l'impostazione della portata o della pressione (opzionale);
6. inserire il resto dei parametri relativi all'iniettore.

Il resto di questo capitolo parte dal presupposto che sia installato un iniettore split/splitless per colonne capillari. Se l'iniettore è di diverso tipo, le regole sono ancora valide ma vi sono delle piccole differenze. Le procedure illustrate nella parte restante del capitolo sono un po' semplificate. Per informazioni più dettagliate, vedere ["Introduzione ai sistemi di iniezione"](#) e ["Utilizzo dei rivelatori"](#).

Configurazione di una colonna

Per configurare una colonna capillare occorre definirne la lunghezza, il diametro e lo spessore del film. Sulla base di questi dati, il GC è in grado di calcolare la portata del flusso di gas nella colonna. Ciò costituisce un vantaggio con le colonne capillari perché permette di:

- specificare direttamente il rapporto di split, in modo che il GC possa calcolare ed impostare automaticamente la portata adeguata;
- inserire la portata o la pressione in testa o la velocità lineare media. Lo strumento calcola la pressione necessaria per raggiungere la portata o la velocità, la imposta e registra tutti e tre i valori.
- effettuare iniezioni splitless senza necessità di misurare il flusso di gas;
- scegliere una qualsiasi delle quattro modalità di flusso (presentate di seguito). Se la colonna non è definita, le opzioni sono limitate e variano a seconda dell'iniettore.

Procedura: configurazione di una colonna capillare

1. Premere [Config] [Col 1] o [Config] [Col 2]. Verrà visualizzata la tabella di configurazione delle colonne.
2. Se necessario, usare i tasti ▲ e ▼ per posizionare il cursore sulla riga Length.

CONFIG COLUMN 1		
Length (m)	30.0	<
Diameter (u)	230	
Film thickness	2.65	
Inlet:	Front	
Detector:	Front	
Vacuum correct	Off	
Pres correct	Off	

Inserire le dimensioni della colonna
 Identificare l'iniettore
 Identificare il rivelatore

3. Digitare la lunghezza della colonna in metri e premere [Enter].
4. Far scorrere l'elenco sullo schermo fino a Diameter, digitare il diametro interno in micron e premere [Enter].
5. Posizionare il cursore in corrispondenza di Film thickness, digitare lo spessore del film in micron, premere [Enter]. Ora la colonna è *definita*.

Se non si conoscono le dimensioni della colonna (solitamente vengono indicate nella documentazione) o se non si intende attivare le funzioni di calcolo del GC, immettere il valore 0 per la lunghezza o il diametro. La colonna rimarrà *non definita*.

6. Posizionare il cursore in corrispondenza di Inlet e premere [Front] o [Back] per identificare l'iniettore a cui è collegata la colonna.
7. Posizionare il cursore in corrispondenza di Detector e premere [Front] o [Back] per identificare il rivelatore a cui è collegata la colonna.

La configurazione della colonna capillare è completata. Per ulteriori informazioni, vedere ["Introduzione ai sistemi di iniezione"](#) e ["Utilizzo dei rivelatori"](#).

Note supplementari sulla configurazione di una colonna

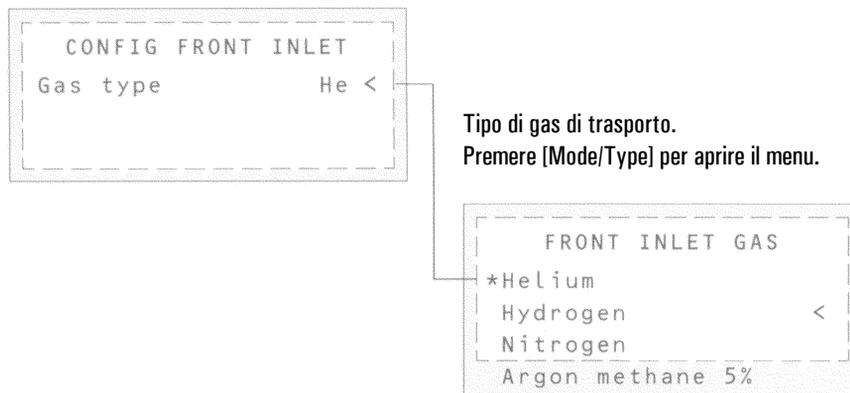
- **Vacuum correct.** Se il rivelatore scarica nell'atmosfera, questo parametro deve essere impostato su Off. Se una colonna è collegata direttamente a un MSD, il parametro deve essere impostato su ON. Questo permette al GC di compensare la pressione atmosferica (Off) o la riduzione di pressione all'interno dell'MSD (On).
- **Pres correct.** Alcuni rivelatori, come quelli ad emissione atomica (AED), funzionano a una pressione che non corrisponde né a quella atmosferica né al vuoto. Questo parametro permette all'utente di digitare un valore adatto.
- Le colonne impaccate devono essere configurate come "non defined".
Digitare 0 per il diametro o la lunghezza della colonna.
- È bene controllare le configurazioni di entrambe le colonne e verificare che siano stati specificati iniettori diversi. Anche quando si usa una colonna sola è bene impostare un secondo iniettore per l'altra colonna, nonostante questa non sia stata definita. In caso contrario, i valori del flusso calcolati dal sistema risulteranno anomali.
È possibile, e talvolta opportuno, configurare entrambe le colonne come collegate allo stesso iniettore.
- Alcuni valori del sistema pneumatico cambiano al variare della temperatura, poiché si modificano la perdita di carico (ovvero la resistenza opposta dalla colonna al gas) e la viscosità del gas. Ciò potrebbe confondere alcuni operatori che vedranno cambiare i valori pneumatici impostati nel momento in cui cambierà la temperatura del forno. Tuttavia, le caratteristiche del flusso restano quelle specificate nella modalità di funzionamento della colonna (portata e pressione costanti, gradienti di portata o pressione) e nei valori di regolazione iniziale.

Configurazione del gas di trasporto

Per il corretto funzionamento del GC, occorre specificare il gas di trasporto in uso.

Procedura: configurazione del gas di trasporto

1. Premere [Config] [Front Inlet] o [Config] [Back Inlet].
2. Premere [Mode/Type] per visualizzare il menu del gas di trasporto.



3. Far scorrere l'elenco sul video fino al gas usato. Premere [Enter].

La configurazione del gas di trasporto è completa. Per ulteriori informazioni, vedere ["Tabella di controllo: colonne capillari impaccate o non definite"](#).

Selezione della modalità di funzionamento della colonna

Modalità di flusso

Il flusso viene corretto sulla base delle specifiche NTP (temperatura e pressione, 25°C e 1 atmosfera). Per maggiori dettagli, vedere a pagina [70](#) e [102](#).

- **Constant flow:** mantiene costante il flusso di massa del gas di trasporto nella colonna durante l'analisi. Se la resistenza della colonna cambia a causa della programmazione della temperatura, la pressione in testa alla colonna viene regolata in modo da mantenere il flusso costante. Ciò può abbreviare notevolmente la durata delle analisi.
- **Ramped flow:** incrementa il flusso di massa nella colonna durante l'analisi, secondo la programmazione. Si possono impostare fino a tre gradienti di flusso per ogni colonna, ciascuno dei quali è costituito da un incremento programmato e da un periodo di mantenimento.

Modalità di pressione

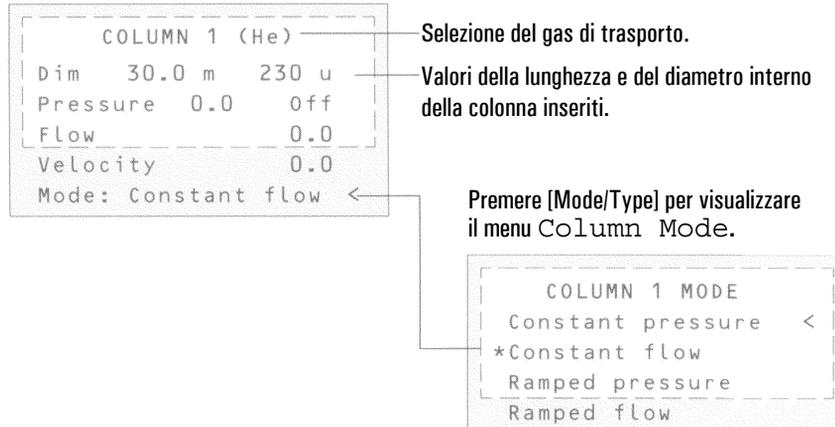
La pressione è intesa come pressione relativa, ovvero la differenza fra la pressione assoluta e quella atmosferica locale. Poiché, per la maggioranza dei rivelatori, la perdita di carico del gas è piuttosto bassa, la pressione relativa in testa alla colonna equivale in genere alla differenza di pressione tra l'ingresso e l'uscita della colonna. Fanno eccezione i rivelatori a selezione di massa e ad emissione atomica.

- **Constant pressure:** mantiene costante la pressione relativa in testa alla colonna durante l'analisi. Se si modifica la resistenza della colonna, la pressione relativa rimane invariata, cambia invece il flusso di massa.
- **Ramped pressure:** incrementa la pressione in testa alla colonna durante l'analisi, secondo la programmazione. Si possono impostare fino a tre gradienti di pressione per ogni colonna, ciascuno dei quali è costituito da un incremento programmato e da un periodo di mantenimento.

Procedura: selezione della modalità di funzionamento della colonna

1. Premere [Col 1] o [Col 2].
2. Far scorrere l'elenco sul video fino alla riga `Mode`.

3. Premere [Mode/Type] per aprire il menu delle modalità di funzionamento della colonna.



4. Far scorrere la tabella fino alla modalità prescelta. Premere [Enter].

La selezione della modalità di funzionamento della colonna è completa. Ora occorre specificare i dati relativi all'iniettore durante tutta l'analisi (se è stata selezionata una delle due modalità costanti) o all'inizio dell'analisi (se è stata selezionata una delle due modalità ad aumento progressivo).

Indicare il flusso o la pressione iniziale, oppure la velocità lineare media

Se la colonna risulta *defined* (definita), è possibile specificare uno solo dei parametri sopra indicati, il GC calcolerà gli altri due.

Ad esempio si può scegliere `Constant pressure` come modalità della colonna. Basta specificare uno dei parametri come condizione iniziale, per esempio il flusso; il GC calcolerà la pressione necessaria a raggiungerlo (e la velocità lineare media), mantenendo costante il valore di *pressione* durante l'analisi.

Supponiamo di aver selezionato `Constant flow` come modalità di funzionamento della colonna e il flusso come condizione iniziale. Il GC non solo calcolerà la pressione per ottenere tale flusso ma la regolerà per mantenerlo costante.

Se la colonna è impostata come *not defined* (non definita), si può immettere solo la pressione. Si può specificare anche la modalità con flusso costante, ma il GC non può valutarlo.

Vedere la tabella alla pagina seguente: contiene il flusso consigliato in rapporto al diametro della colonna, in pratica quello ottimale per numerosi componenti.

Tabella 8 Dimensioni della colonna e portata del gas di trasporto

Tipo colonna	Dimensioni colonna	Portata del gas di trasporto	
		Idrogeno	Elio
Impaccata	1/8 di pollice		30
	1/4 di pollice		60
Capillare	50µm d.i.	0.5	0.4
	100µm d.i.	1.0	0.8
	200 µm d.i.	2.0	1.6
	250 µm d.i.	2.5	2.0
	320 µm d.i.	3.2	2.6
	530 µm d.i.	5.3	4.2

Questi flussi, in ml/min con temperatura e pressione normali (25°C e 1 atm), sono raccomandati per tutte le temperature della colonna.

Nelle colonne capillari, il flusso è proporzionale al diametro della colonna. Quello dell'elio è inferiore del 20% a quello dell'idrogeno.

Indicare il flusso o la pressione iniziale, oppure la velocità lineare media

Procedura: impostazione del flusso o della pressione iniziale, oppure della velocità lineare media

1. Premere [Col 1] o [Col 2].

```

COLUMN 1
Dim    50.0 m230 u
Pressure  2.5  2.5
Flow      10.0
Velocity   74
Mode: Constant flow <

```

Lunghezza e diametro int. della colonna.

Si imposta uno dei parametri. Il GC calcola gli altri due.

Per la modalità di funzionamento della colonna. Vedere le tabelle che seguono.

La tabella di controllo sarà costituita da dati diversi a seconda della modalità di funzionamento selezionata.

```

Mode: Const flow <

```

```

Mode: Const pressure <

```

```

Mode: Ramped flow <
Init flow      4.0
Init time      2.0
Rate 1         0.5
Final flow     18.0
Final time     12.0
Rate 2 (Off)  0.00

```

```

Mode: Ramped pressure<
Init pressure10.0
Init time      1.0
Rate 1         1.0
Final pressure1 25.0
Final time     15.0
Rate 2 (Off)  0.00

```

2. Far scorrere l'elenco sul video fino a Pressure o Flow o Velocity.
3. Digitare il valore iniziale desiderato, premere [Enter]. Il GC calcolerà e visualizzerà gli altri due. Correggerli manualmente, se si vuole, ripetendo le operazioni del punto 2 e 3. Modificarne uno significa automaticamente cambiare anche gli altri due.

L'impostazione della condizione iniziale del gas di trasporto è completa.

Programmazione del flusso o della pressione (opzionale)

Se si seleziona la modalità di funzionamento della colonna che prevede l'incremento progressivo della pressione o del flusso, la relativa tabella di controllo conterrà i seguenti parametri di programmazione.

Inserire un valore iniziale, `Init Pres` o `Init Flow`. Poi specificare `Init time`: alla fine di questo intervallo, si attiva `Rate 1` che resterà tale fino a quando viene raggiunto il valore `Final pres` (o `Final flow`). Rimane fermo su questo valore per

`Final time 1`. È quindi possibile aggiungere un secondo e terzo gradiente, ciascuno costituito da `Rate`, `Final value` (pressione o flusso) e `Final time`.

Concludere la programmazione con `Rate` impostata su 0 (disattivata).

Quando è in funzione un programma di questo tipo, sul display è possibile seguire l'incremento o il decremento dei valori `Pressure`, `Flow` e `Velocity`, altrimenti costanti.

Il programma del forno determina la durata dell'analisi. Se il programma della pressione o del flusso termina prima che l'analisi sia terminata, i due parametri si attestano sull'ultimo valore raggiunto.

Procedura: programmazione della pressione o del flusso in colonna

1. Premere [Col 1] o [Col 2].

COLUMN 1		
Dim	50.0 m	250 u
Pressure	10.0	10.0
Flow		0.0
Velocity		0.0
Mode:	Ramped pres	
Init Pres		10.0
Init time		1.5
Rate 1		0.5
Final pres 1		20.0
Final time 1		2.5
Rate 2 (Off)		0.00

La pressione (in questo esempio) è il valore di regolazione controllato; gli altri sono valori riportati.

Dato che Mode è Ramped pres, il gradiente viene dato in unità di pressione.

2. Posizionare il cursore in corrispondenza di Init Pres (o Init flow). Digitare il valore desiderato e premere [Enter].
3. Analogamente, inserire il valore di Init time. La fase iniziale della programmazione è completa (pressione costante).
4. Per iniziare la programmazione di un gradiente, immettere un valore positivo per Rate 1. Non importa se si tratta di un incremento o di un decremento, la velocità di variazione è sempre positiva.
5. Se Rate 1 è impostata su zero, la programmazione si conclude qui. Se si assegna un altro valore, vengono visualizzate le righe relative ai valori finali (Final Value) del primo gradiente e il cursore vi si posiziona.
6. Inserire i valori per Final pres 1 (o Final flow 1) e Final time 1. La programmazione del primo gradiente è completa.
7. Per impostare un secondo (o terzo) gradiente, far scorrere l'elenco fino alla riga Rate non ancora definita e ripetere le operazioni del punto 5 e 6.

SINTESI

Notare che, ad eccezione di quando è stato impostato il tipo di gas di trasporto, finora sono state utilizzate sole le tabelle di controllo delle colonne. Attenzione, per il corretto funzionamento dei modelli 6890 con ingressi EPC:

PRIMA: impostare la colonna

POI: definire gli altri parametri

Definizione degli altri parametri dell'iniettore

L'iniettore split/splitless ha quattro modalità di funzionamento:

- **Split:** il campione viene suddiviso fra il flusso in colonna e il flusso di scarico.
- **Splitless:** il campione non viene suddiviso. In massima parte entra nella colonna. Una piccola percentuale viene spurgata dall'iniettore per evitare un aumento eccessivo dell'ampiezza e lo scodamento del picco di solvente.
- **Pulsed split (split pulsato):** è simile alla modalità split. In questo caso però, la pressione dell'iniettore viene aumentata prima e durante l'iniezione; il ripristino del valore normale avviene dopo un intervallo configurabile dall'utente. Il flusso totale viene aumentato in modo che il rapporto di splittaggio rimanga invariato. Questo tipo speciale di "programmazione" è indipendente dal programma a tre gradienti per il flusso o la pressione.
- **Pulsed splitless (splitless pulsato):** analogo a pulsed split, ma senza splittaggio.

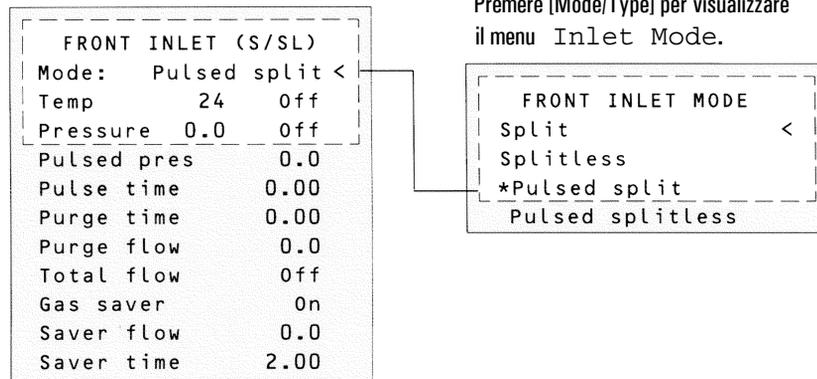
L'iniettore split/splitless ha un dispositivo di risparmio del gas. Ciò consente di ridurre il flusso di trasporto in ingresso e in uscita dallo scarico di split al termine dell'iniezione; non è alterato invece il flusso attraverso la colonna.

Su tutti gli iniettori EPC il flusso di spurgo del setto viene impostato automaticamente.

Naturalmente, la temperatura dell'iniettore può essere regolata.

Procedura: impostazione degli altri parametri dell'iniettore

1. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet].
2. Far scorrere l'elenco sul video fino alla riga Mode .
3. Premere [Mode/Type] per aprire il menu con le opzioni di funzionamento dell'iniettore (Inlet Mode).



4. Posizionare il cursore sulla modalità di iniezione desiderata. Premere [Enter]. La tabella di iniezione può cambiare a seconda dei valori scelti. Le possibilità con colonna definita sono descritte alla pagina successiva.
5. Far scorrere l'elenco sul video fino a Temp. Digitare la temperatura desiderata. Premere [Enter].
6. Se è stata selezionata l'opzione Split e la colonna è definita, si può inserire direttamente il rapporto di splittaggio.

Per ulteriori informazioni sui parametri dell'iniettore, vedere ["Introduzione ai sistemi di iniezione"](#).

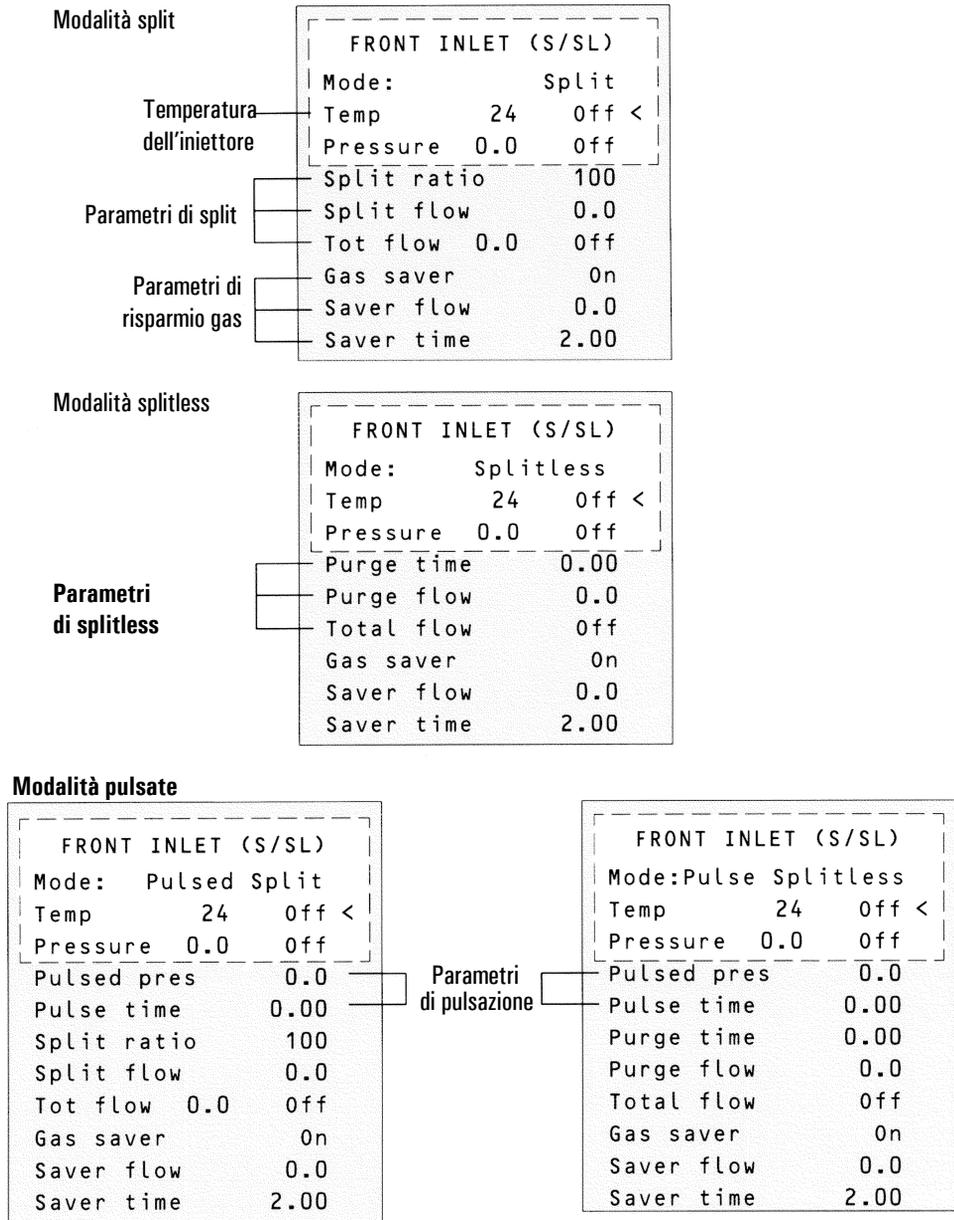


Figura 6 Tabelle di controllo per l'iniettore split/splitless

Rivelatori

Sebbene nei rivelatori EPC sia incorporato un regolatore di pressione, è comunque necessario un sistema di regolazione esterno, al fine di garantire un flusso stabile di erogazione del gas per il buon funzionamento del controllo elettronico. Si possono utilizzare trappole per eliminare eventuali contaminanti dal gas. Montarle il più vicino possibile al retro del GC.

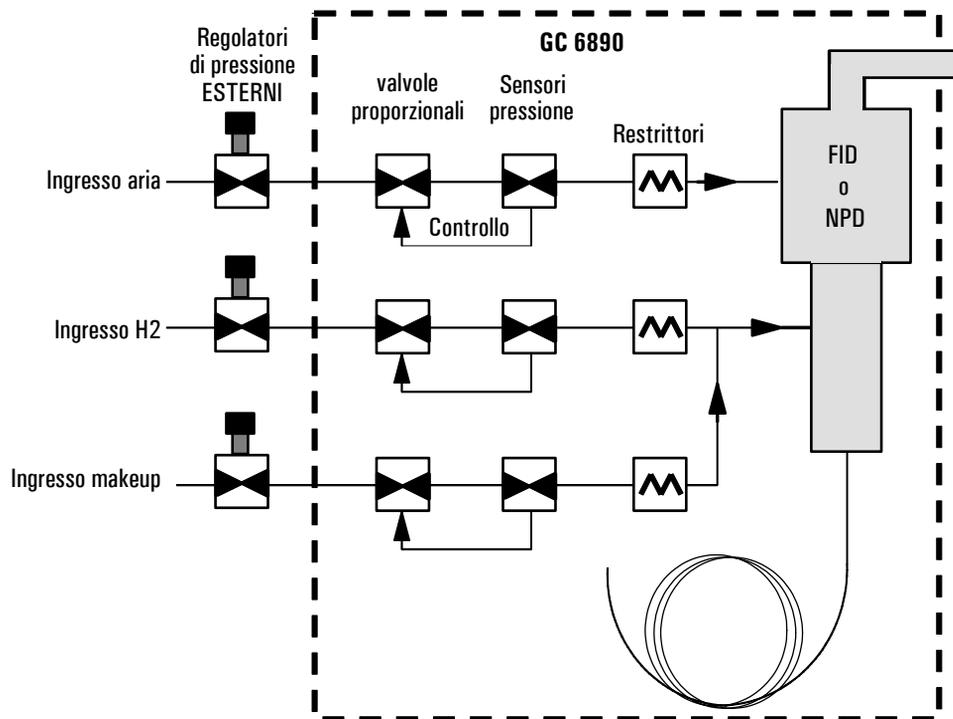


Figura 7 Impianto del gas interno/esterno: FID e NPD con EPC
Per ulteriori informazioni, vedere ["Rivelatore a ionizzazione di fiamma"](#),
["Rivelatore azoto-fosforo"](#).

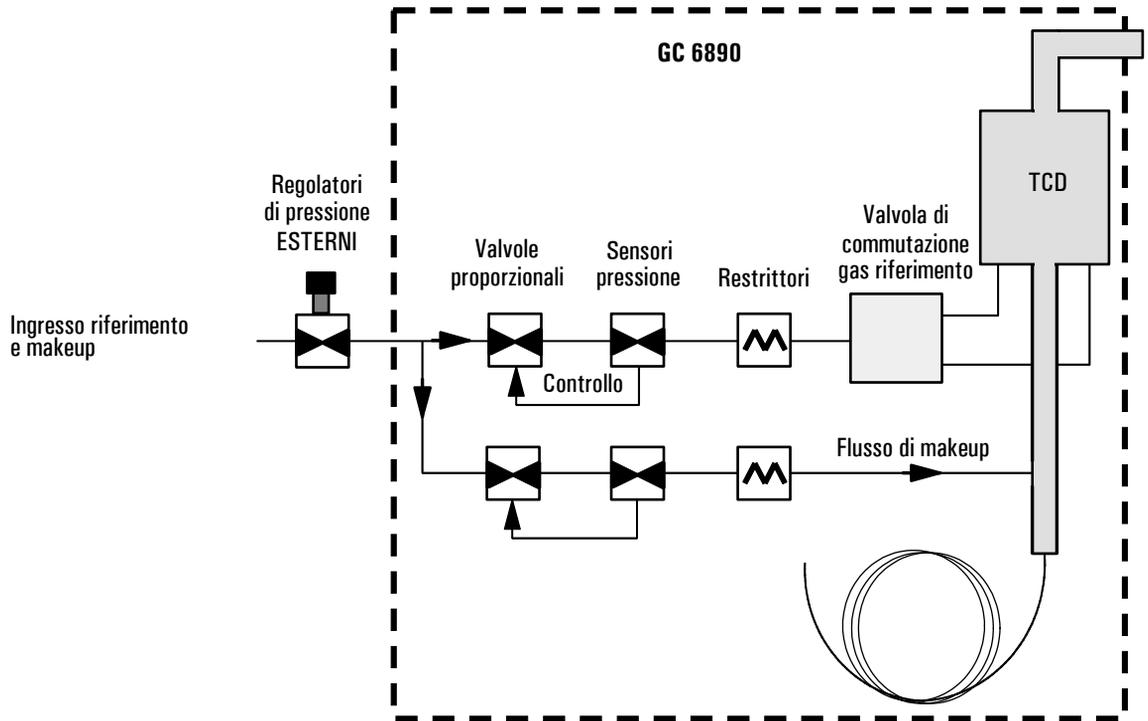


Figura 8 Impianto del gas interno/esterno: TCD con EPC
Per ulteriori informazioni, vedere ["Rivelatore a conducibilità termica"](#).

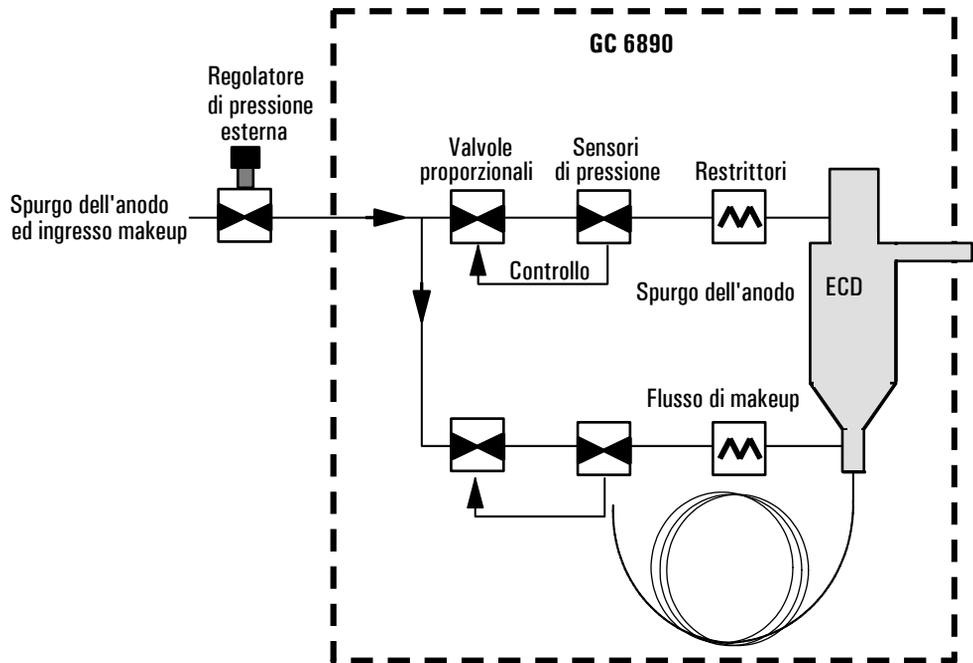


Figura 9 Impianto del gas interno/esterno: ECD con EPC

Per ulteriori dettagli, vedere ["Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle"](#).

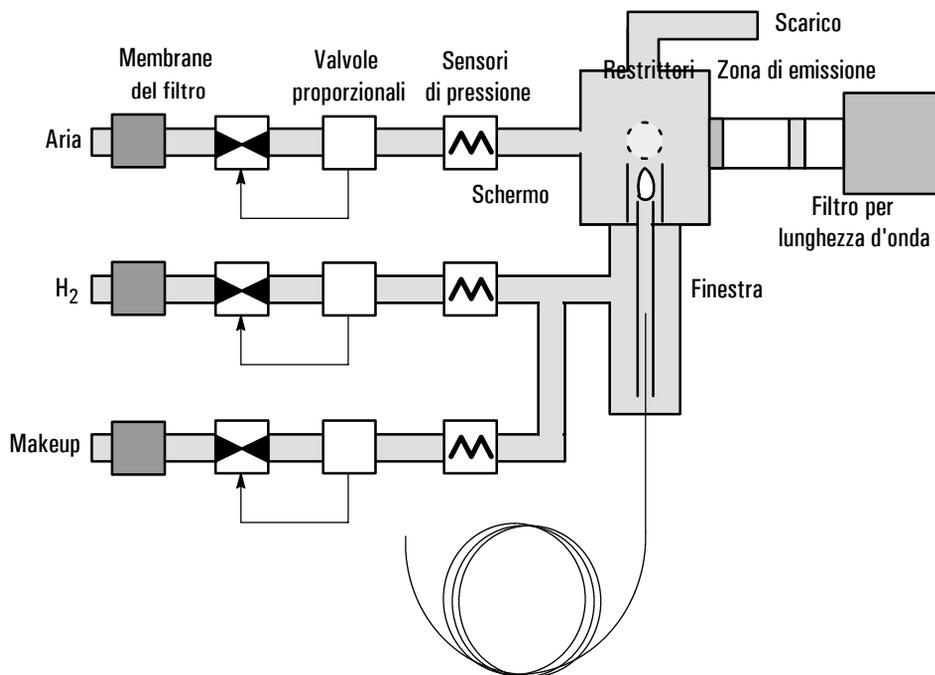


Figura 10 Impianto del gas interno/esterno: FPD con EPC

Per ulteriori dettagli, vedere ["Rivelatore fotometrico a fiamma \(FPD\)"](#).

Configurazione del gas

Il GC presuppone che l'idrogeno sia installato dove sono collocati FID, FPD e NPD H₂e che l'aria sia installata nelle apposite posizioni (vedere le etichette sui moduli gas dell'EPC).

Alcune posizioni consentono la scelta del gas. In questi casi (in genere quelli del gas di makeup) è necessario identificare il tipo di gas tramite il processo [Config].

Gas di makeup

Le opzioni possibili sono due: constant makeup flow (flusso di makeup costante) o constant flow (flusso del gas di makeup + flusso in colonna). Per i dettagli, consultare ["Rivelatore a ionizzazione di fiamma"](#), ["Rivelatore a conducibilità termica"](#), ["Rivelatore azoto-fosforo"](#), ["Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle"](#), ["Rivelatore fotometrico a fiamma \(FPD\)"](#), poiché dipendono dal tipo di rivelatore.

Canali ausiliari

Sono previsti tre canali ausiliari opzionali per la regolazione della pressione. Le relative tabelle di controllo sono Aux 3, Aux 4, e Aux 5 (Aux 1 e 2 sono per il riscaldatore).

Anche quando, configurando la colonna, si specifica come `Inlet` un canale ausiliario, è possibile programmare il tempo di esecuzione e preselezionare tre gradienti. In genere, si effettua la programmazione quando è in uso una valvola di campionamento del gas.

I canali ausiliari sono controllati da un valore di regolazione della pressione. Per il corretto funzionamento, è necessario impostare un'adeguata perdita di carico a valle del sensore di pressione. Il collettore pneumatico dei canali ausiliari è dotato di un riduttore del flusso per ogni canale, basato sul tipo di filtro. I tipi di filtro sono quattro:

Classificazione filtro	Resistenza al flusso	N. di parte
Bollino blu	Alta	19234-60660
Bollino rosso	Media	19231-60770
Bollino marrone	Bassa	19231-60610
Nessun bollino	Azzeramento	G1570-20540

Il GC viene fornito di serie con il filtro contrassegnato dal "bollino rosso" per tutti e tre i canali.

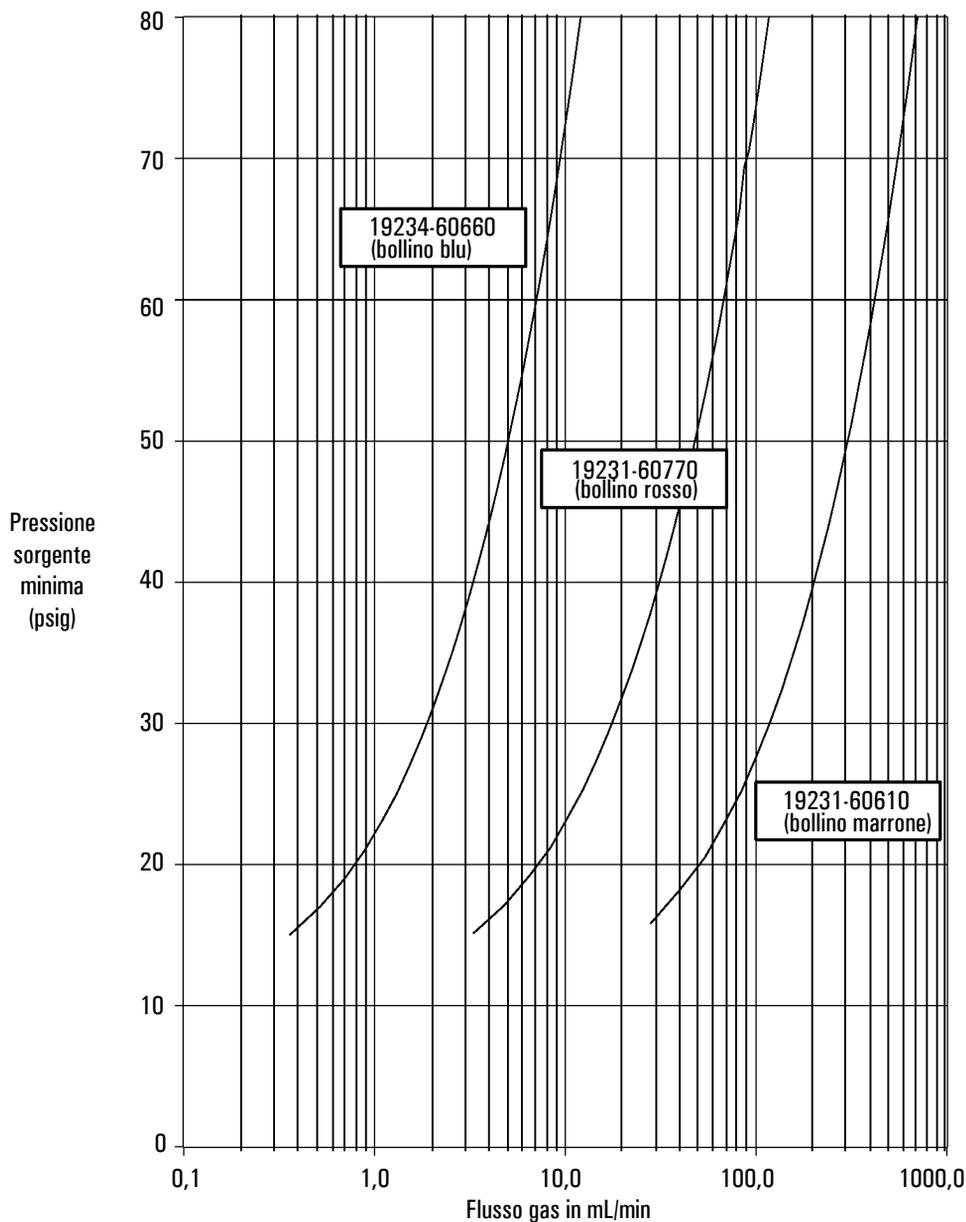
Le due cifre sotto riportate mostrano il rapporto approssimativo pressione/flusso per i primi tre tipi di filtro. Il presupposto è che non si crei una perdita di carico aggiuntiva a valle del filtro.

Se viene usato il filtro a resistenza zero, è compito dell'operatore creare una resistenza a valle e impostare i rapporti di pressione/flusso.

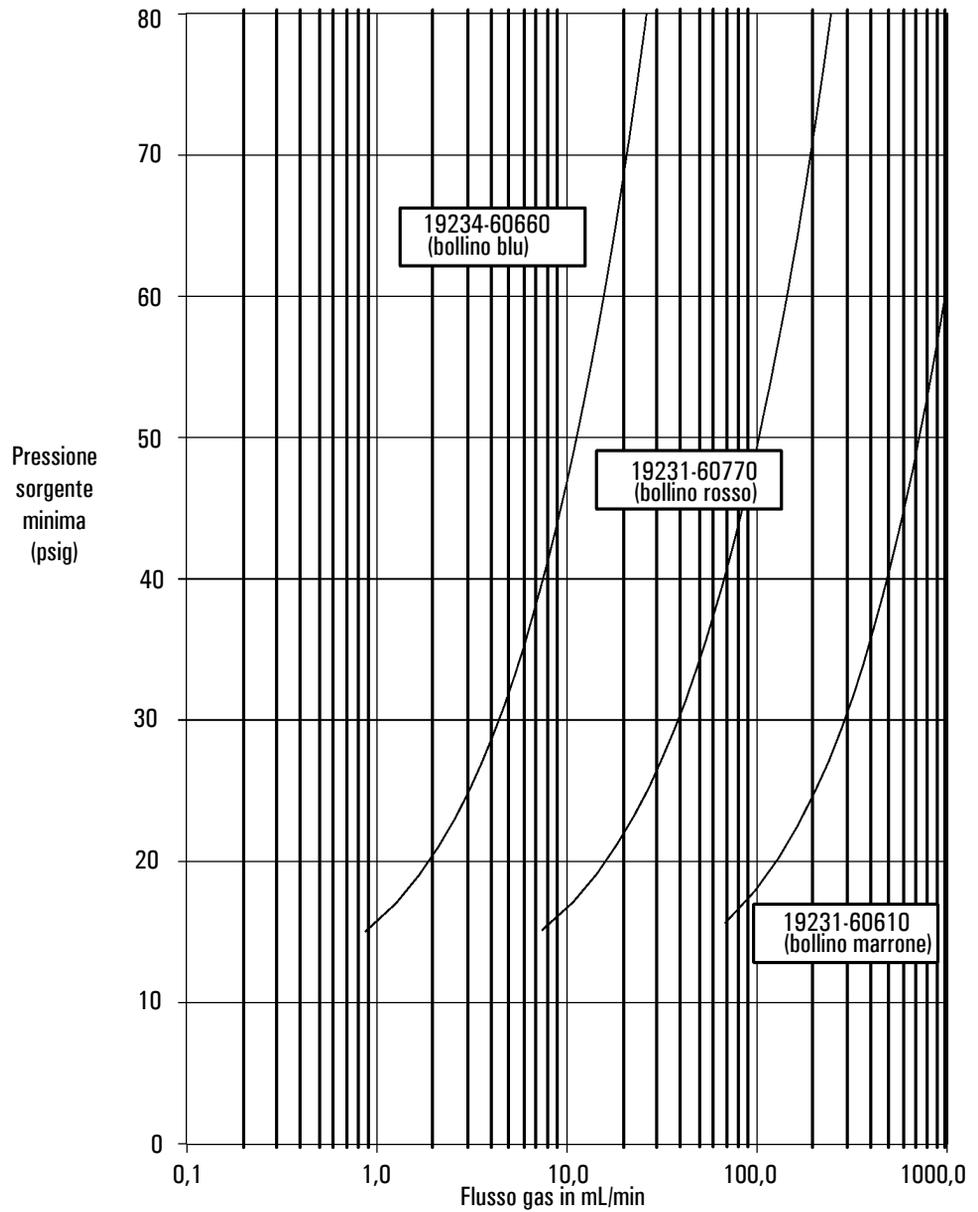
ATTENZIONE

Quando si fa uso di idrogeno, è possibile che il flusso aumenti pericolosamente, se la resistenza a valle del tubo di alimentazione è insufficiente. Con l'idrogeno, usare sempre il filtro con resistenza alta (bollino blu) o media (bollino rosso).

Requisiti di pressione per restrittori di flusso EPC AUX
con aria, azoto o elio
(condizioni ambientali: 25°C, 14,7 psia)

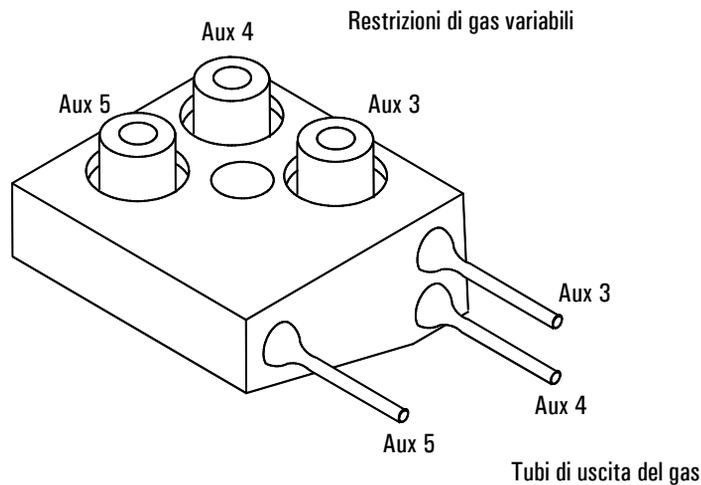


Requisiti di pressione per restrittori di flusso EPC AUX
con idrogeno
(condizioni ambientali: 25°C, 14,7 psia)



Procedura: sostituzione del filtro di un canale ausiliario

1. Individuare il blocco di collegamento fra i tubi di uscita del gas dei canali ausiliari e il modulo pneumatico.
2. Togliere la vite che fissa il blocco al modulo pneumatico. Staccare il blocco e ruotare verso l'alto il lato con i filtri.



3. Estrarre il filtro da sostituire. Smontare la relativa guarnizione O-ring.
4. Collocare un O-ring sul nuovo filtro. Inserire la combinazione O-ring/filtro nel blocco.
5. Ricollegare il blocco al modulo pneumatico. Serrare la vite.

Mantenimento della calibrazione dell'EPC

I moduli di controllo del gas con EPC sono dotati di sensori di flusso e/o pressione calibrati in fabbrica. La sensibilità (pendenza della curva) è piuttosto stabile ma lo scarto dallo zero va ricalibrato periodicamente.

Sensori di flusso

Gli iniettori split/splitless e per impaccate sono provvisti di sensori di flusso. Se il dispositivo Auto flow zero è attivo, vengono azzerati automaticamente dopo ogni analisi (vedere [pagina 56](#)). Questa è la procedura consigliata. Inoltre, possono essere azzerati manualmente, vedere alla pagina seguente.

Sensori di pressione

Tutti i componenti dell'EPC usano i sensori di pressione. Essi possono essere azzerati uno per volta o tutti insieme. Per i sensori di pressione non è previsto l'azzeramento automatico.

Condizioni di azzeramento

IMPORTANTE L'azzeramento dei sensori di flusso avviene con i tubi di alimentazione collegati mentre il flusso di gas è attivo. Quello dei sensori di pressione avviene invece con i tubi scollegati dal modulo di controllo del gas.

Tabella 9 Intervalli di azzeramento di flusso e pressione

Tipo di sensore	Tipo di modulo	Intervallo di azzeramento
Flusso	Tutti	Usare Auto flow zero
Pressione	Iniettori	
	Colonne impaccate	Ogni 12 mesi
	Colonne capillari di piccole dimensioni (d.i 320 μ o inferiore)	Ogni 12 mesi
	Colonne capillari di grandi dimensioni (d.i > 320 μ)	Dopo tre mesi, dopo sei mesi e poi ogni 12 mesi
	Canali ausiliari	Ogni 12 mesi
	Gas del rivelatore	Ogni 12 mesi

Procedura: azzeramento dei sensori di flusso e della pressione**Per azzerare il sensore di flusso e pressione di un componente specifico**

1. Premere [Options], far scorrere fino a Calibration e premere [Enter]
2. Far scorrere fino al componente desiderato e premere [Enter]

```

CALIB FRONT DETECTOR
H2 zero           0.0 <
H2 flow           0.0
Oxidizer zero     0.0
Oxidizer flow     0.0
Makeup zero       0.0
Makeup flow       0.0
Factory calibration
  
```

Nota: dopo l'azzeramento o la calibrazione del flusso, la linea Factory Calibration viene sostituita dell'ora e dalla data della ricalibrazione.
Per ritornare a Factory C., scegliere la linea di data e ora e premere [Delete].
Questa operazione distrugge la calibrazione dell'utente.

3. Posizionare il cursore su una riga di zero e premere [Info]

```

CAL FLOW ZERO INFO
Press ON to zero.
Will momentarily
disrupt inlet flow.
  
```

0

```

CAL PRES ZERO INFO
Press ON to zero
after applied
pressure = 0
  
```

4. Per annullare premere [Clear]
5. Per azzerare il flusso, verificare che il gas di trasporto sia collegato ed attivo.
6. Premere [On] per azzerare o [Clear] per annullare.

4. Per annullare premere [Clear]
5. Per azzerare la pressione verificare che la linea di alimentazione del gas non sia collegata.
6. Premere [On] per azzerare o [Clear] per annullare.

Per azzerare tutti i sensori di pressione in tutti i moduli

1. Premere [Options], passare a Diagnostics, e premere [Enter]
2. Fare scorrere sino a Electronics e premere [Enter]
3. Fare scorrere sino a Pneumatics board e premere [Enter]
4. Fare scorrere sino a Zero all p sensors e premere [Info]

```

ZERO P SENSORS INFO
Press ON to zero
all pres sensors,
when applied pres=0
  
```

5. Per annullare premere [Clear]
6. Per azzerare verificare che le linee di alimentazione siano scollegate da tutti i moduli.
7. Premere [On] per azzerare o [Clear] per annullare.

Controllo senza EPC

Le tabelle di controllo per i gas degli iniettori non dotati di EPC permettono solo di attivare o disattivare il flusso, non di regolare portata e pressione. Entrambi i parametri devono essere impostati manualmente e verificati con un flussimetro a bolla o di altro tipo. Per informazioni sul funzionamento del flussimetro a bolla vedere a pagina [99](#).

Iniettori

I dispositivi di regolazione di pressione e di controllo del flusso o di altri parametri degli iniettori senza EPC sono integrati in un modulo sul lato sinistro del GC. Per informazioni sul funzionamento, vedere ["Introduzione ai sistemi di iniezione"](#).

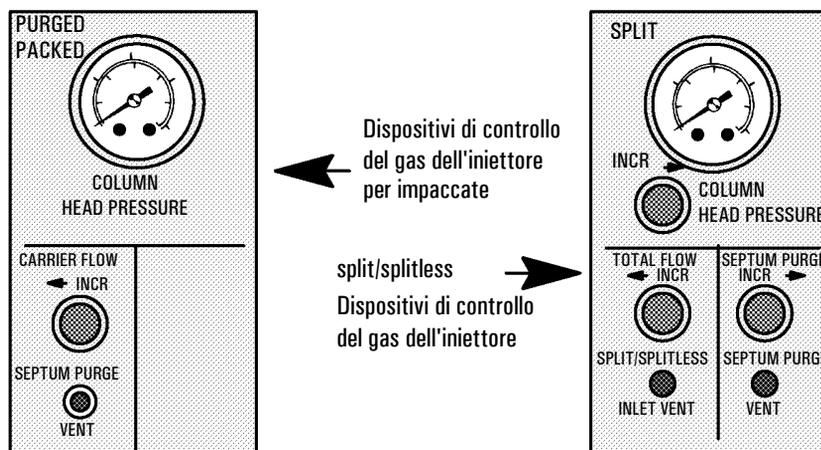


Figura 11 Dispositivi di controllo del gas per iniettori senza EPC
Spurgo setto

Per gli iniettori per impaccate senza EPC il flusso di spurgo del setto è impostato in automatico; si può misurare dallo scarico del pannello anteriore. Per gli iniettori split/splitless senza EPC, lo spurgo del setto deve essere regolato dall'utente.

Misurazione della portata

Questa sezione descrive come si misurano i flussi del GC e come convertire le misurazioni alle condizioni di lavoro dello strumento. Se il GC funziona con EPC, ricordare che i sensori di pressione e di flusso del GC sono spesso più accurati di alcuni misuratori di flusso pronti per l'uso, molto economici. Se è possibile stabilire un flusso o una pressione **calibrati** all'interno del GC, una misurazione concorde con quella del GC entro i limiti di una piccola variazione percentuale (dopo una conversione NTP, vedere [pagina 102](#)) dovrebbe essere sufficiente a garantire che i collettori del GC funzionino correttamente e non debbano essere sostituiti.

Misurazione della portata con il flussimetro a bolla

Il flussimetro a bolla è uno strumento molto semplice ed affidabile per misurare il flusso di gas. Crea un menisco nel tubo in cui il gas fluisce. Il menisco fa da barriera e il suo movimento riflette la velocità del gas attraverso il tubo. La maggior parte dei flussimetri a bolla presenta sezioni di diametro diverso che consentono la misurazione della portata di numerosi componenti.

Per la misurazione dei flussi contenuti (dei gas di trasporto) e di quelli più elevati (l'aria del FID) occorre un flussimetro con sezioni da 1, 10 e 100 ml/min.

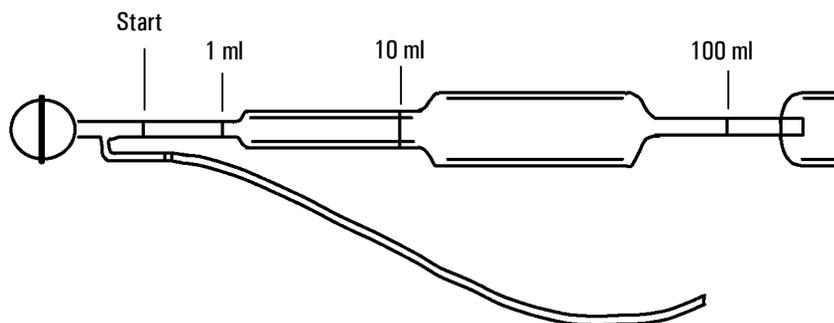
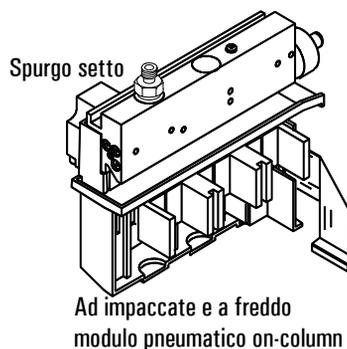
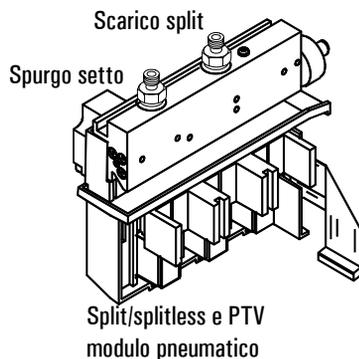


Figura 12 Flussimetro a bolla a tre volumi

Punti di misurazione

Iniettori EPC: i flussi di spurgo del setto e di scarico dello split fuoriescono attraverso il modulo pneumatico posizionato in alto sul retro del GC.



Rivelatori: misurare tutti i flussi, compreso quello del gas di trasporto, all'uscita del rivelatore. Usare la tabella di controllo e selezionare un gas per volta.

Iniettori senza EPC: le uscite di scarico del flusso sono collocate sul pannello anteriore. Vedere [Figura 11](#).

Adattatori per la misurazione del flusso

Un tubo in gomma è fissato direttamente al foro di scarico dei rivelatori NPD, ECD o TCD.



Per i FID e rivelatori simili viene fornito un adattatore separato. Inserirlo nel foro di scarico, cercando di spingerlo in profondità per quanto possibile. Si avvertirà una resistenza causata dall'attrito della guarnizione O-ring. Torcere e spingere il tubo per assicurare una buona tenuta.



Procedura: misurazione dei flussi di gas con il flussimetro a bolla**Strumenti:**

- flussimetro a bolla graduato a 1, 10, 100 ml; bulbo in gomma riempito a metà con una soluzione di acqua saponata;
- adattatore per rivelatore o scarico;
- cronometro interno del GC.

ATTENZIONE Non misurare l'idrogeno insieme all'ossigeno dell'aria. Questo può creare miscele esplosive che si innescano automaticamente.

Per evitare questo pericolo:
disattivare l'innesco automatico prima di iniziare;
misurare i gas sempre separatamente.

1. Collegare il tubo di ingresso del flussimetro al connettore del componente di cui si intende misurare la portata. Se necessario usare il relativo adattatore.
2. Tenere il flussimetro verticale: premere il bulbo e rilasciarlo per creare un menisco (bolla) nel flussimetro. Ripetere l'operazione più volte per bagnare le pareti interne prima delle misurazioni.
3. Premere il tasto [Time] per visualizzare la finestra del cronometro. Premere il bulbo.
4. Premere il tasto [Enter] per avviare il cronometro quando il menisco supera la linea START (la prima linea in corrispondenza della sezione iniziale, quella più piccola) del flussimetro.
5. Premere di nuovo [Enter] per fermare il cronometro quando il menisco supera una delle tre linee di riferimento successive (1 ml, 10 ml, o 100 ml).

6. Calcolare la portata in ml/min, sulla base del valore 1/t.
 - Se si usa come riferimento la linea corrispondente a 1 ml, la portata in ml/min sarà pari a 1/t.
 - Se si usa come riferimento la linea corrispondente a 10 ml, la portata in ml/min sarà pari a 10× 1/t.
 - Se si usa come riferimento la linea corrispondente a 100 ml, la portata in ml/min sarà pari a 100× 1/t.
7. Premere [Clear] per azzerare il cronometro. Ripetere la misurazione almeno una volta per la verifica.

Interpretazione delle misure

I risultati delle misurazioni effettuate con il flussimetro a bolla sono determinati dalla temperatura e dalla pressione atmosferica locali. Alcuni flussimetri elettronici sono calibrati per temperature diverse da 25°C o pressioni diverse da 1 atm. Il display del GC visualizza i valori corretti sulla base delle condizioni standard NTP (Normal Temperature and Pressure). Se non si corregge la portata del misuratore in NTP, i valori misurati non corrisponderanno a quelli del GC.

Per convertire le misurazioni della portata effettuate con il flussimetro in NTP (25°C e 1 atmosfera), è necessario conoscere:

- la pressione atmosferica locale o la pressione calibrata del misuratore elettronico;
- la temperatura del flussimetro a bolla al momento della misurazione oppure la temperatura di calibrazione del misuratore.

La formula di conversione è la seguente:

$$\text{Flusso/ NTP} = \frac{\text{Flusso}_{\text{locale}} \times 298 \times \text{Pressione}_{\text{locale}}}{\text{Temperatura}_{\text{locale}}}$$

dove:

Flusso /NTP	è il flusso in ml/min corretto sulla base della temperatura standard (25°) e della pressione standard (1 atmosfera)
Flusso _{locale}	è il flusso in ml/min misurato dal flussimetro a bolla
Temperatura _{locale}	è la temperatura del flussimetro a bolla al momento della misurazione oppure la temperatura di calibrazione del misuratore. Il valore è in gradi Kelvin. (Kelvin = Centigradi + 273).
Pressione _{locale}	è la pressione atmosferica locale al momento della misurazione oppure la temperatura di calibrazione del misuratore. Il valore è in atmosfere (1 atm = 1,01325 bar = 760 Torr = 760 mm Hg (a 0°C) = 101,325 kPa = 14,7 psi).

Problemi di flusso e di pressione

Un gas non raggiunge la pressione o il flusso impostati

Il gas non raggiunge la pressione impostata da tastiera. Se un iniettore dotato di controllo elettronico della pneumatica non raggiunge il valore di regolazione della pressione, viene arrestato automaticamente dopo un intervallo che varia in base al tipo di iniettore:

Tipo di iniettori	Intervallo prima dell'arresto
Per impaccate, on-column a freddo	2 minuti
Split/splitless, PTV, interfaccia per composti volatili	5,5 minuti
Canale ausiliario	4 minuti

- La pressione di alimentazione è troppo bassa perché possa essere raggiunto il valore impostato. La pressione di erogazione deve essere superiore di almeno 10 psi rispetto al valore di impostazione desiderato.
- Si è verificata una perdita consistente: Usare un rivelatore elettronico di perdite per localizzarla; eliminarne la causa. Non dimenticare di controllare la colonna: la fuoriuscita di gas da una colonna rotta è notevole.
- Se è attivo il sistema di risparmio gas, assicurarsi che la portata sia sufficiente a garantire la pressione massima in testa alla colonna durante l'analisi.
- Il flusso è troppo limitato per la colonna in uso.
- La colonna è chiusa con l'apposito tappo o non è installata correttamente.
- Il sensore di pressione dell'iniettore o del rivelatore non funziona correttamente. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Se si usa un iniettore split/splitless, PTV o un'interfaccia per composti volatili:

- il rapporto di splittaggio è troppo basso. Incrementare il flusso di splittaggio.
- La valvola proporzionale dell'ingresso è ostruita da agenti contaminanti o bloccata per un guasto. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Se è in uso un iniettore per impaccate o On-column a freddo:

- la valvola di regolazione dell'ingresso è ostruita da agenti contaminanti o bloccata in posizione chiusa per un guasto. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Un gas supera la pressione o il flusso impostati

- Il sensore di pressione di un componente non funziona correttamente. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Se si usa un iniettore split/splitless, PTV o un'interfaccia per composti volatili:

- il rapporto di splittaggio è troppo alto. Ridurre il rapporto di splittaggio.
- La valvola proporzionale è bloccata in posizione chiusa. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.
- La trappola sullo scarico dello split è contaminata. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Se è in uso un iniettore per impaccate o On-column a freddo

- La valvola proporzionale dell'ingresso è bloccata in posizione aperta. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Oscillazioni del flusso o della pressione in entrata

L'oscillazione della pressione dell'iniettore causa variazioni della portata e del tempo di ritenzione durante l'analisi.

- Si è verificata una piccola perdita. Usare un rivelatore elettronico di perdite per localizzarla; eliminarne la causa. Verificare l'eventuale presenza di perdite nell'impianto del gas.
- L'iniettore split/splitless o PTV è gravemente ostruito. L'occlusione può riguardare l'inserto o la trappola sullo scarico dello split. Assicurarsi di aver scelto l'inserto giusto. Sostituire gli inserti che provocano perdite di pressione significative: può essere un problema intrinseco alla progettazione o di montaggio. Se la causa del problema non è l'inserto, verificare la trappola sullo scarico dello split. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

- Si registrano forti escursioni termiche nel laboratorio durante le analisi. Risolvere il problema che le provoca o spostare lo strumento in un locale più adatto.
- Il volume di campione aggiunto al sistema è estremamente elevato (cosa che si può verificare se si usa una valvola di campionamento). Ridurre il volume di campione. Fare uso degli iniettori EPC in grado di correggere le variazioni di temperatura e pressione.

Il flusso misurato non è uguale a quello visualizzato

Effettuata la misurazione con il flussimetro a bolla e corretto il risultato con la formula di conversione riportata in precedenza, si nota che questo non corrisponde al valore calcolato dal GC e visualizzato sul display.

- La lunghezza della colonna, il diametro interno o il tipo di gas non sono stati configurati correttamente. Inserire i valori corretti. Premere [Config] [Column 1] o [Config] [Column 2] per ridefinire i parametri della colonna . Premere [Config] [Front Inlet] o [Config] [Back Inlet] per reimpostare il tipo di gas. Se è stata tagliata una parte considerevole della colonna capillare, l'attuale lunghezza non corrisponde più a quella originale (può anche essere molto inferiore). Configurare la nuova lunghezza.
- Dopo la selezione della modalità di funzionamento a flusso costante (constant flow mode) non è stato inserito il nuovo valore della pressione. Occorre ridefinire la pressione ogni volta che questa modalità viene attivata o disattivata.
- Con un iniettore split/splitless per colonna capillare viene utilizzata una colonna corta (<15 m) con un diametro interno fra 0,58 e 0,75 mm, (tipo WCOT). Il flusso definito è elevato, con conseguente formazione di pressione nell'iniettore e di un flusso di gas nella colonna anche quando il valore della pressione è impostato su zero. (In questi casi, può capitare che il display visualizzi il valore effettivo della pressione, anche se quello nominale è uguale a 0). Con le colonne corte (530-750 mm), il flusso deve essere mantenuto basso (per esempio da 20 a 30 ml/min). Installare una colonna più lunga con una resistenza al flusso superiore (per esempio da 15 a 30 m).
- Il tubo di scarico dello split è parzialmente ostruito: di conseguenza, la pressione effettiva dell'iniettore è superiore a quella nominale. Sostituire il tubo.
- È in uso un MSD ma non è stata selezionata l'opzione di compensazione del vuoto (vacuum compensation).

4 Il forno della colonna

Specifiche forno

Sicurezza

Configurazione del forno

Procedura: impostazione
di un'analisi isoterma

Analisi con programmazione della temperatura

Valori di regolazione programmabili
della temperatura

Velocità di incremento dei gradienti

Procedura: programmazione
monogradiante

Procedura: programmazione
multigradiante

Cromatografia veloce

Forno a riscaldamento rapido

Configurazione del forno

Uso dell'insero del forno per cromatografia veloce

Per installare l'insero del forno

Smontaggio dell'insero

Funzionamento criogenico

Valori di controllo della valvola
criogenica

Il forno della colonna

Specifiche forno

Caratteristica	Valori consentiti
Intervallo di temperatura consigliato	-80°C (N ₂ liquido) o -60°C (CO ₂) fino al valore limite configurato
Temperatura massima	450°C
Programmazione temperatura	Fino a sei gradienti
Durata massima dell'analisi	999,99 minuti
Velocità del gradiente di temperatura	Da 0 a 120°C/min, a seconda della configurazione

Nel forno si trovano due iniettori e due rivelatori; un massimo di quattro valvole in un apposito vano termostato sopra il forno e due valvole all'interno; colonne capillari o impaccate.

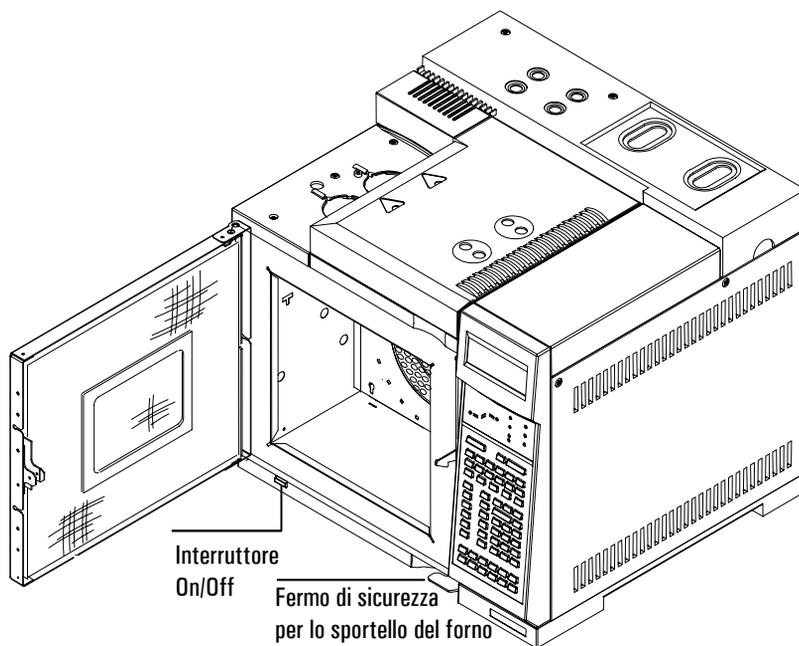


Figura 13 Forno della colonna

Sicurezza

Per motivi di sicurezza, l'apertura del forno provoca la disattivazione automatica del riscaldatore, del ventilatore e della valvola criogena. Quest'ultima, se installata, mantiene in memoria i valori di regolazione impostati.

OVEN	
Temp	350 door open
Init time	2.00
Rate 1(off)	0.00

Con la chiusura dello sportello, il forno riprende a funzionare.

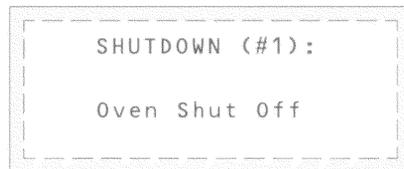
Se il forno non raggiunge o non mantiene la temperatura impostata durante il funzionamento, che normalmente è superiore a quella ambiente, si spegne.

I possibili problemi sono:

- le paratie di raffreddamento bloccate,
- il ventilatore, il riscaldatore o il sensore della temperatura non funzionano correttamente,
- si è verificato un guasto elettronico.

Quando si verifica un arresto programmato (shutdown), la voce `Off` della tabella di controllo lampeggia. Il forno non si riaccende automaticamente, occorre premere `[Oven] [On]` o modificare il valore di regolazione `Temp`.

Quando il forno si spegne automaticamente, viene visualizzato il seguente messaggio:



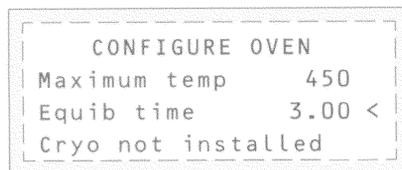
```
SHUTDOWN (#1):  
  
Oven Shut Off
```

Per ulteriori informazioni sugli arresti, vedere [“Shutdown \(arresto\)”](#).

Configurazione del forno

I parametri di configurazione sono la temperatura massima, il tempo di stabilizzazione e i valori della valvola criogenica, se è installata.

Premere `[Config] [Oven]` Intervallo massimo di temperatura impostabile: 70 - 450° C



```
CONFIGURE OVEN  
Maximum temp      450  
Equib time        3.00 <  
Cryo not installed
```

Maximum temp impostazione massima consentita per la temperatura del forno. Alcuni accessori come l'alloggiamento della valvola, le valvole e le colonne hanno limiti di temperatura ben precisi. Quando si configura Maximum temp, questi limiti devono essere considerati in modo da non danneggiare gli accessori. Il sistema di controllo verifica, già nella fase di impostazione, i parametri inseriti; se viene digitato un valore diverso da quello immesso in precedenza, appare un messaggio di avviso.

```
ERROR: Out of Range
-60 to 450 deg C
Current max: 300,
set with CONFIG OVEN
```

Equib time Tempo necessario affinché la temperatura si stabilizzi dopo che è stata apportata una modifica. Il tempo di stabilizzazione inizia quando lo scostamento della temperatura effettiva da quella nominale è pari a 1°C. L'intervallo di variazione del parametro Equib time va da 0 a 999,99 minuti.

Procedura: impostazione di un'analisi isoterma

Durante un'analisi isoterma, la temperatura del forno viene mantenuta costante. Per impostarlo, digitare il valore 0 per Rate 1.

1. Premere [Oven] per accedere alla tabella di controllo del forno.

```
OVEN
Temp      30      30 <
Init time      0.00
Rate 1 (off)   0.00
```

2. Digitare la temperatura desiderata. I valori reali saranno probabilmente diversi dall'esempio.

```
OVEN
Temp      35      50
Init time      0.00 <
Rate 1 (off)  0.00
```

3. Digitare la durata dell'analisi isoterma in minuti (Init time).
La temperatura rimarrà costante per l'intervallo impostato.

```
OVEN
Temp      50      50
Init time      2.00
Rate 1 (off)  0.00 <
```

4. Se Rate 1 è 0, digitare 0.

Analisi con programmazione della temperatura

E' possibile programmare una variazione progressiva della temperatura per una data analisi: in tutto sei gradienti di variazione, temperatura iniziale e finale comprese.

Una programmazione monogradiante consente di riscaldare o raffreddare progressivamente il forno, a una determinata velocità, fino alla temperatura desiderata, mantenendo poi costante quest'ultima per un dato intervallo di tempo.

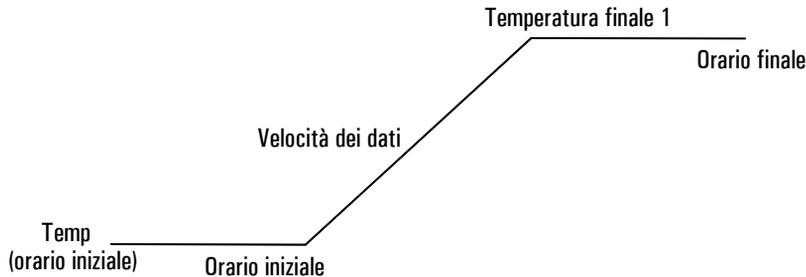


Figura 14 Programmazione monogradiante

La programmazione multigradiante è simile. Anche in questo caso, è possibile impostare un riscaldamento/raffreddamento progressivo del forno fino a una determinata temperatura, specificando inoltre diverse velocità, intervalli di tempo e variazioni intermedie. È possibile definire incrementi e *decrementi*.

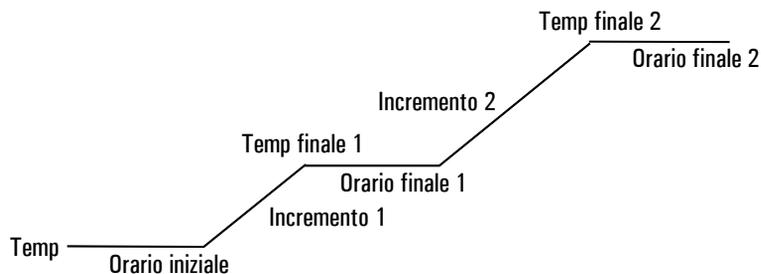


Figura 15 Programmazione multigradiante

Valori di regolazione programmabili della temperatura

Temp Temperatura iniziale di un'analisi con programmazione della temperatura. Quando il programma viene avviato, questo valore viene copiato e assegnato al valore di regolazione temporaneo **Init temp**. Terminata l'analisi, **Temp** viene automaticamente reimpostato sul valore di **Init temp** e il forno ritorna alla temperatura iniziale.

Il valore **Init temp** è dunque uguale a quello di **Temp** eccetto che durante l'analisi. **Init temp** rimane costante; **Temp** varia secondo la programmazione). Modificando **Init temp**, si cambia la temperatura iniziale del successivo ciclo di analisi. Se si cambia il valore di **Temp**, la modifica viene immediatamente attivata ma non memorizzata per il ciclo successivo.

Init time Intervallo di tempo in minuti durante il quale il forno manterrà la temperatura iniziale quando viene avviata l'analisi.

Rate La velocità in °C/min alla quale il forno si riscalda o si raffredda.

Final temp Temperatura finale raggiunta al termine del processo di riscaldamento o raffreddamento.

Final time Intervallo di tempo in minuti durante il quale il forno manterrà la temperatura finale.

La durata totale dell'analisi è determinata dalla programmazione della temperatura. Il tempo massimo consentito è pari a 999,99 minuti. Anche se il programma continua a funzionare, l'analisi termina allo scadere dei minuti impostati.

Velocità di incremento dei gradienti

Se si usa il programma di riscaldamento rapido (requisito indispensabile è un voltaggio opzionale di alimentazione pari a 240 V), la linea di alimentazione deve avere un voltaggio $\geq 200V$ e un amperaggio ≥ 15 Amp.

La velocità massima dipende da molti fattori comprese la temperatura ambiente, le temperature degli iniettori e dei rivelatori, la quantità di componenti nel forno (colonne, valvole ecc.). Si verificano inoltre differenze tra la prima analisi e della giornata e quelle successive. L'inserito opzionale per il forno per la cromatografia veloce (vedere [pagina 119](#)) aumenta la velocità dei gradienti per la colonna posteriore. La [Tabella 10](#) elenca le velocità di incremento tipo dei gradienti.

Tabella 10 Velocità di incremento dei gradienti

Intervallo di temperatura (°C)	Velocità di incremento dei gradienti 100/120 V (°C/minuto)		Velocità di incremento dei gradienti 200/220/230/240 V (°C/minuto)	
	Senza inserto	Con inserto opzionale	Senza inserto	Con inserto opzionale
Da 50 a 70	75	120	120	120
Da 70 a 115	45	95	95	120
Da 115 a 175	40	65	65	110
Da 175 a 300	30	45	45	80
Da 300 a 450	20	35	35	65

Procedura: programmazione monogradiante

In questo esempio, la temperatura del forno viene incrementata da 50°C a 150°C alla velocità di 10°C/minuto.

1. Premere [Oven] per accedere alla tabella di controllo del forno.
2. Definire la temperatura iniziale (Temp).

OVEN		
Temp	35	50 <
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	

3. Definire l'intervallo in minuti (Init Time) in cui il forno manterrà la temperatura impostata con Temp.

OVEN		
Temp	35	50
Init time	2.00	
Rate 1 (off)	0.00	<

4. Impostare la velocità (Rate 1) a cui aumenta la temperatura del forno.

OVEN		
Temp	35	50
Init time	2.00	
Rate 1	10.00	<
Final temp	00.0	

5. Impostare la temperatura finale (Final temp 1).

- Definire l'intervallo in minuti (Final time 1) in cui il forno manterrà la temperatura Final temp 1.

```
OVEN
Final temp 1      150
Final time 1      5.00
Rate 2 (off)     0.00 <
```

- Per terminare la programmazione dopo Ramp 1, impostare Rate 2 a zero.

Procedura: programmazione multigradiente

Impostare il primo gradiente come descritto nelle pagine precedenti.

Nella programmazione multigradiente, il valore Final time di un gradiente corrisponde al valore Init time del gradiente successivo. Pertanto viene visualizzato un solo Init time (prima di Ramp 1).

- Definire la velocità di riscaldamento del forno per il secondo gradiente (Rate 2).
- Impostare la temperatura finale (Final temp 2).
- Definire l'intervallo di tempo in minuti in cui il forno manterrà la temperatura finale (Final time 2).

```
OVEN
Final temp 2      250
Final time 2      10.00
Rate 3 (off)     0.00 <
```

- Per terminare la programmazione dopo Ramp 2, impostare Rate 3 a zero.
- Per aggiungere altri gradienti, ripetere le operazioni dal punto 1.

Cromatografia veloce

Il GC 6890 è dotato di diverse opzioni che consentono di aumentare la produttività e di migliorare il ciclo di lavoro. Si tratta del forno a riscaldamento veloce (in alcuni paesi è venduto come opzione), dell'inserito del forno per cromatografia veloce (vedere [pagina 119](#)) e del sistema di raffreddamento criogenico (vedere [pagina 122](#)).

Forno a riscaldamento rapido

Il forno a riscaldamento rapido richiede quanto segue.

- Un GC dotato di apposito dispositivo. Il forno a riscaldamento rapido è ormai standard con la maggior parte dei sistemi di alimentazione a 200–240 V. Se si ordina lo strumento per Stati Uniti, Canada, Svizzera, Cina e Australia esso deve essere ordinato come opzione oppure deve essere convertito (per effettuare questa operazione chiamare il servizio di assistenza tecnica Agilent).
- La linea elettrica deve essere ≥ 200 V e ≥ 15 ampere.
- Negli Stati Uniti deve essere a 240 V.

Configurazione del forno

I GC dotati di forno a riscaldamento rapido sono adeguatamente configurati in fabbrica. Se si converte un forno normale in un forno a riscaldamento rapido e si effettuano i collegamenti elettrici correttamente sarà necessario configurare il GC perché possa utilizzare il nuovo forno in modo corretto.

ATTENZIONE

Non effettuare questo procedimento se il GC non risponde a **tutti** i criteri elencati in [“Forno a riscaldamento rapido”](#). La conversione di un forno normale in un forno a riscaldamento rapido (e viceversa) richiede la sostituzione del riscaldatore, dei fusibili interni e del circuito elettrico da parte di personale qualificato della Agilent. La semplice modifica della configurazione del forno dalla tastiera, senza aver effettuato le modifiche hardware adatte, può danneggiare lo strumento e causare pericolo di incendio.

-
1. Premere [Config], passare a [Instrument] e premere [Enter].
 2. Per cambiare il tipo di forno premere [.] [.] , quindi [Mode/Type].
 3. Selezionare il tipo di forno adatto (veloce o normale) quindi premere [Enter].
-

Uso dell'inserto del forno per cromatografia veloce

L'inserto per forno a cromatografia veloce 6890 riduce il volume del forno, in modo che la colonna ed il campione si riscaldino più velocemente, consentendo una separazione (e quindi una cromatografia) più veloce. Inoltre un forno di dimensioni più ridotte si scalda più velocemente di un forno di dimensioni normali, riducendo in questo modo il tempo globale di analisi.

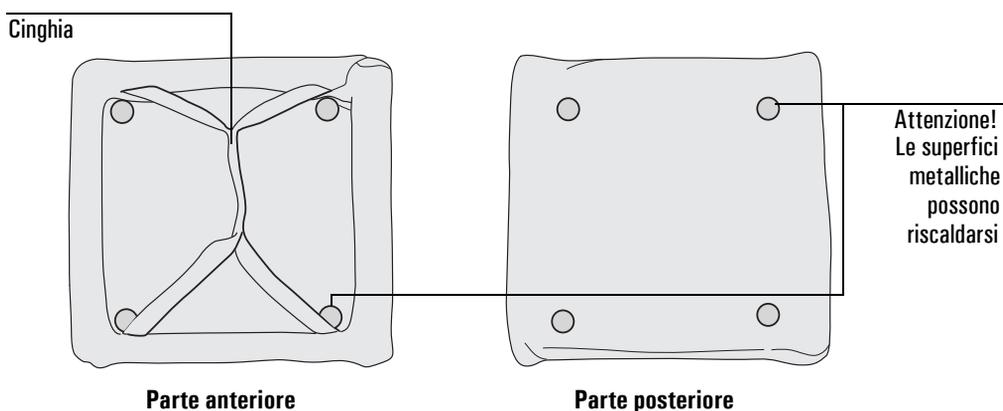


Figura 16 Inserto del forno

L'inserto del forno si usa con qualsiasi iniettore, colonna o rivelatore montato nella parte **posteriore**. Non è compatibile con nessun tipo di accessorio che ostruisca l'accesso alla parte posteriore del forno o richieda l'uso dell'iniettore anteriore o della parte anteriore del forno.

Per installare l'inserto del forno

1. Spegnerne il forno del GC e lasciarlo raffreddare.

Precauzioni Le pareti interne del forno possono avere bordi affilati in grado di danneggiare il tessuto dell'inserto.

2. Orientare l'inserto come illustrato dalla [Figura 17](#) sotto riportata.
Allontanare il bordo superiore ed inserirlo fra i raccordi della colonna per l'iniettore/rivelatore anteriore ed il supporto della colonna posteriore.
Allineare

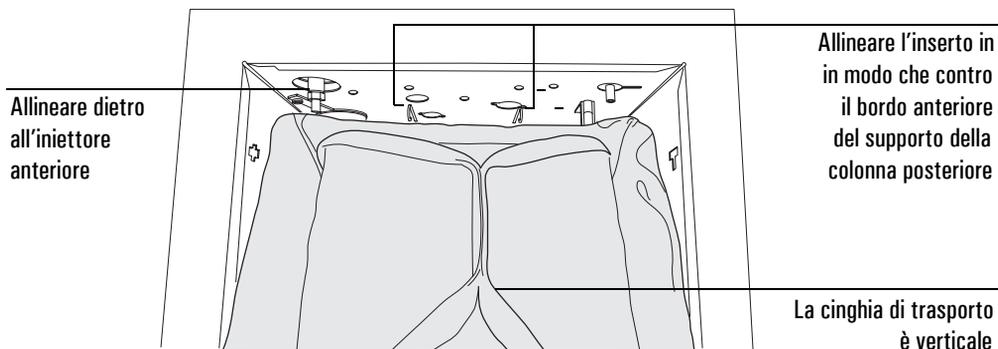


Figura 17 Installazione dell'inserto nella parte anteriore del supporto della colonna posteriore

3. Spingere la parte inferiore del tasto di inserimento in posizione, come illustrato dalla [Figura 18](#). Tenere l'inserto in posizione verticale come illustrato.
4. Se è stato installato un TCD, μ -ECD o NPD nella posizione del rivelatore anteriore, togliere il tappo dell'adattatore di makeup e creare un flusso di spurgo.

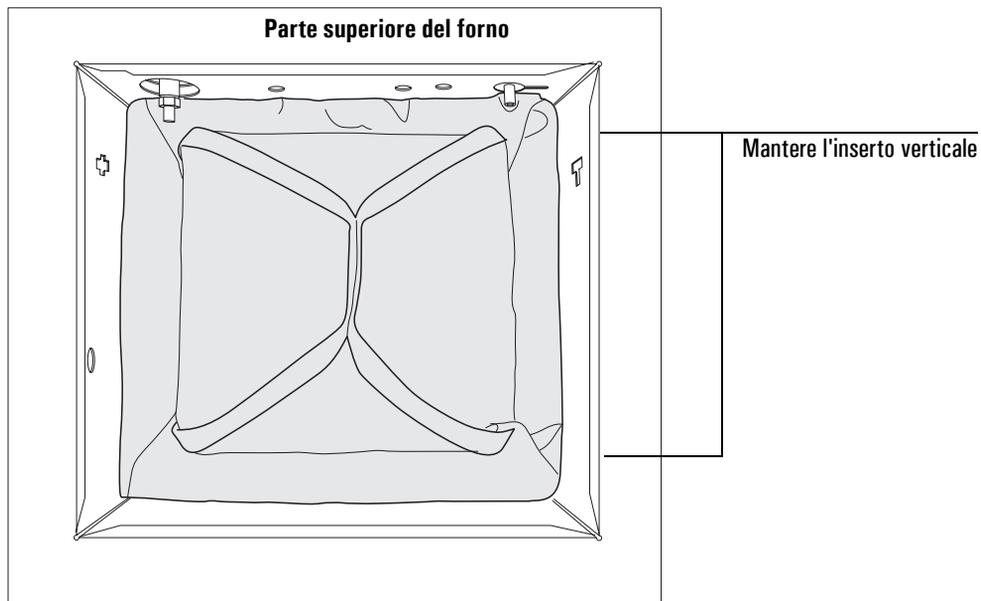


Figura 18 Inserto installato nel forno

Smontaggio dell'inserto

1. Per togliere l'inserto spegnere il forno, l'iniettore e le zone riscaldate del rivelatore, quindi lasciar raffreddare il GC.

ATTENZIONE

Le chiusure di metallo dell'inserto del forno possono rimanere calde anche dopo che il forno si è raffreddato. Maneggiare sempre l'inserto tenendolo per la cinghia oppure indossare guanti resistenti al calore.

2. Usare la cinghia per togliere l'inserto dal forno, tirando per primo il bordo inferiore.

Funzionamento criogenico

La valvola criogenica consente di raffreddare il forno a una temperatura subambientale. La temperatura minima dipende dal tipo di valvola installata.

Il GC è in grado di rilevare la presenza della valvola e le sue caratteristiche. Se non è installata, il GC disattiva automaticamente i relativi parametri. Quando non è necessario il raffreddamento criogenico o il refrigerante criogenico non è disponibile, occorre disattivare il funzionamento criogenico. In caso contrario, non è possibile eseguire un adeguato controllo delle temperature del forno, in particolare a temperature vicine a quella ambiente.

Per informazioni sull'installazione e sui refrigeranti vedere [“Requisiti per il raffreddamento criogenico”](#).

Valori di controllo della valvola criogenica

Tutti i valori di controllo sono nella tabella [Config] [Oven].

CONFIGURE OVEN	
Maximum temp	450
Equip time	3.00 <
Cryo (N2)	Off
Quick cryo cool	Off
Ambient temp	25
Cryo timeout	Off
Cryo fault	Off

Se il vostro GC non è dotato di valvola criogenica, apparirà il seguente messaggio:

```
Equip time      3.00  
Cryo not installed
```

Valori di regolazione della valvola criogenica

Cryo [ON] attiva il raffreddamento, [OFF] lo disattiva.

Quick cryo cool Questa funzione è distinta da Cryo. Quick cryo cool fa raffreddare il forno dopo un'analisi più rapidamente di quanto avverrebbe senza questa opzione. È utile quando è necessario analizzare un elevato numero di campioni con la massima rapidità possibile. Ovviamente, comporta un maggior consumo di refrigerante. Si disattiva non appena viene raggiunta la temperatura selezionata e, se necessario, Cryo si riattiva.

Ambient temp la temperatura del laboratorio. È la temperatura a cui si attiva il funzionamento criogenico.

- Ambient temp + 25°C, per il raffreddamento standard
- Ambient temp + 45°C, per il raffreddamento rapido.

Cryo timeout La funzione di raffreddamento si disattiva automaticamente (e il forno si spegne) quando un'analisi non si avvia entro un certo intervallo di tempo (da 10 a 120 minuti) dopo la stabilizzazione della temperatura.

La disattivazione dell'opzione disabilita questa funzione. E' possibile disattivare questo valore, ma è consigliabile tenerlo attivato, perché permette di conservare il refrigerante alla fine di una sequenza o se si verifica un guasto dell'automazione.

Cryo fault Spegne il forno se non viene raggiunta la temperatura impostata dopo 16 minuti di funzionamento criogenico. Attenzione, questo è l'intervallo entro cui il forno deve *raggiungere* la temperatura, non comprende il tempo di stabilizzazione e di avvio dell'analisi. Per esempio, con un iniettore "on-column a freddo" e la funzione cryo in modalità "oven track", possono trascorrere anche 20 o 30 minuti prima che il forno sia pronto per avviare l'analisi.

Se la temperatura scende sotto il valore minimo consentito (-90°C per l'azoto liquido, -70°C per la CO₂ liquida), il forno si spegnerà e apparirà il seguente messaggio:

```
FAULT (# 223):  
  
Oven  
thermal shutdown
```

5 Colonne e trappole

Colonne capillari

Sospensore

Procedura: preparazione delle colonne capillari

Procedura: montaggio della colonna capillare nell'ingresso split/splitless

Procedura: montaggio della colonna capillare nell'iniettore on-column a freddo

Procedura: montaggio della colonna capillare nell'iniettore per impaccate

Procedura: montaggio della colonna capillare nell'ingresso PTV e nell'interfaccia per composti volatili

Procedura: montaggio della colonna capillare nei rivelatori NPD e FID

Procedura: montaggio della colonna capillare nel TCD

Procedura: montaggio della colonna capillare nell' μ -ECD

Procedura: installazione di colonne capillari nell'FPD

Ferrule per colonne capillari

Ferrule in grafite e ferrule di Vespel grafitizzate

Ferrule di Vespel

Colonne impaccate di metallo

Visione d'insieme: montaggio delle colonne impaccate di metallo

Connettori

Preparazione delle colonne impaccate di metallo

Procedura: realizzazione di un distanziatore da un tubo di teflon

Procedura: montaggio delle ferrule su una colonna impaccata di metallo

Procedura: montaggio di un adattatore sul connettore per rivelatori

Procedura: montaggio delle colonne impaccate di metallo

Ferrule per colonne impaccate di metallo

Colonne impaccate di vetro

Visione d'insieme: Montaggio delle colonne impaccate di vetro

Procedura: montaggio delle colonne impaccate di vetro

Ferrule e guarnizioni O-ring per colonne impaccate di vetro

Condizionamento delle colonne

Procedura: operazioni preliminari
al condizionamento

Procedura: condizionamento
di una colonna capillare

Procedura: condizionamento
di una colonna impaccata

Condizionamento delle trappole chimiche

Calibrazione della colonna capillare (facoltativo)

Modalità di calibrazione

Procedure di calibrazione della colonna

Procedura: stima della lunghezza
effettiva della colonna
o del diametro
a partire da un tempo di eluizione

Procedura: stima della lunghezza
effettiva della colonna
o del diametro
a partire dalla portata misurata

Procedura: stima
della lunghezza effettiva
della colonna e del diametro

Colonne e trappole

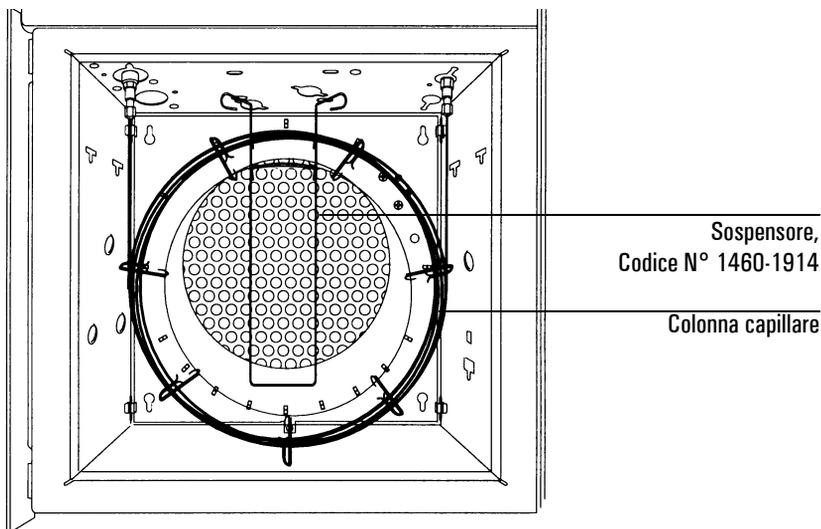
Colonne capillari

La prima parte di questo capitolo è dedicata alla preparazione e al montaggio delle colonne capillari in ingressi e rilevatori. Vedere a pagina [146](#) per le colonne impaccate di metallo e a pagina [157](#) per le colonne impaccate di vetro.

Sospensore

Le colonne capillari Agilent vengono montate su telai di filo metallico appesi a un sospensore fissato alla parete superiore interna del forno.

Il sospensore può essere collocato in due posizioni: scegliere quella che mantiene la colonna il più possibile al centro del forno. Evitare un'eccessiva curvatura nel punto di connessione fra le estremità della colonna e i connettori del rivelatore e dell'iniettore. Evitare ogni possibile contatto fra una qualsiasi sezione della colonna e le pareti del forno.



Procedura: preparazione delle colonne capillari

Prima dell'installazione la colonna capillare deve essere preparata. Una preparazione adeguata assicura che la colonna non abbia sbavature o bordi frastagliati e che non sia stata contaminata da grafite o altri materiali.

ATTENZIONE Per maneggiare, tagliare e montare le colonne capillari, munirsi di occhiali di protezione per evitare che minuscole schegge di vetro o particelle di silice fusa penetrino negli occhi. Fare attenzione a non pungersi.

Materiale necessario

Dado della colonna e ferrula

Colonna capillare

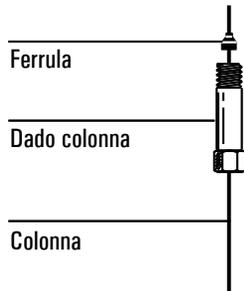
Utensile taglia-colonne

Lente di ingrandimento

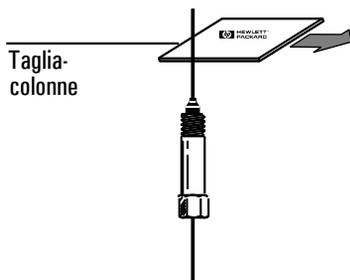
Isopropanolo

Fazzoletti di carta

1. Posizionare il dado e la ferrula sulla colonna.



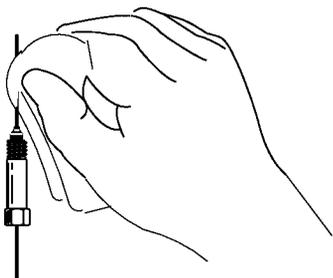
2. Incidere la colonna con un utensile taglia-colonne adatto. L'incisione deve essere praticata ad angolo retto per assicurare il distacco netto del segmento da eliminare.



3. Staccare l'estremità della colonna facendo leva contro il bordo del taglia-colonne dalla parte opposta dell'incisione. Verificare con la lente l'eventuale presenza di sfridi o irregolarità.



4. Pulire la colonna con un fazzoletto di carta inumidito di isopraponolo, per eliminare impronte e polvere.



Procedura: montaggio della colonna capillare nell'ingresso split/splitless

Prima di procedere, assicurarsi che sia montato l'inserto adatto. Le istruzioni sulla scelta e l'installazione degli inserti sono reperibili in "[Inserto](#)".

Materiale necessario

Dado della colonna e ferrula

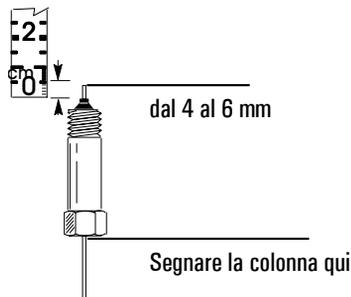
Utensile taglia-colonne

Fluido correttore

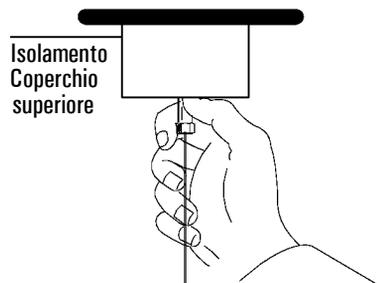
Chiave da 1/4 di pollice

Righello

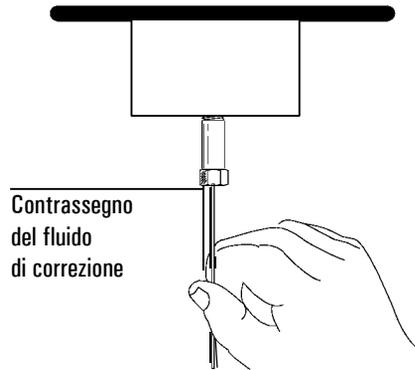
1. Predisporre la colonna. Per le istruzioni consultare pagina [127](#).
2. Posizionare la colonna in modo che sporga di 4-6 mm sopra la ferrula.
Marcare la colonna con il fluido correttore nel punto in cui termina il dado.



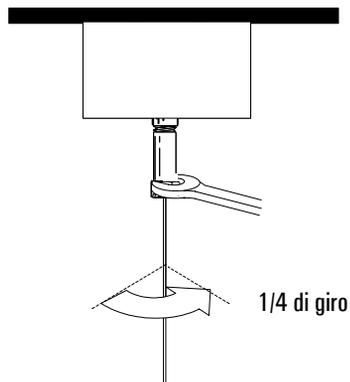
3. Inserire la colonna nell'ingresso facendo scorrere il dado e la ferrula fino alla base dell'iniettore. Avvitare il dado il minimo necessario.



4. Aggiustare la posizione della colonna in modo che il segno bianco tracciato si trovi perfettamente a filo del bordo inferiore della ghiera.



5. Stringere il dado di un altro quarto di giro (al massimo mezzo giro) con la chiave in modo che la colonna non possa essere facilmente sfilata.



6. Una volta che la colonna è collegata sia all'iniettore sia al rivelatore, insufflare il gas di trasporto attraverso l'iniettore. Scaldare il forno, l'iniettore e il rivelatore fino alla temperatura di esercizio. Lasciarli raffreddare e serrare definitivamente i connettori.

Procedura: montaggio della colonna capillare nell'iniettore on-column a freddo

Prima di procedere, assicurarsi che siano montati gli elementi metallici di connessione adatti alla colonna e al tipo di iniezione.

Vedere "[Accessori per l'iniezione on-column a freddo](#)" per informazioni dettagliate.

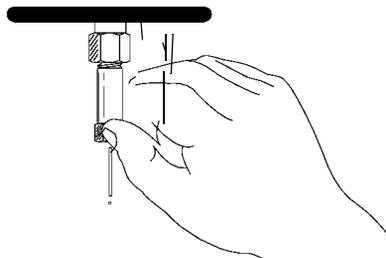
Materiale necessario

Dado della colonna e ferrula

Utensile taglia-colonne

Chiave da 1/4 di pollice

1. Predisporre la colonna. Per le istruzioni consultare pagina [127](#).
2. Inserire con cautela la colonna nell'iniettore. Farla scorrere fino in fondo. Introdurre il dado nel connettore dell'iniettore e serrarlo a mano.



3. Avvitare il dado di un altro quarto di giro con una chiave oppure a mano, finché la colonna è bloccata in posizione.
4. Se è in uso un sistema di iniezione automatica con colonne da 250 μm o 320 μm , verificare che la colonna sia correttamente montata e fissata spingendo manualmente la siringa nell'iniettore.
5. Una volta che la colonna è collegata sia all'iniettore sia al rivelatore, insufflare il gas di trasporto attraverso l'iniettore. Scaldare il forno, l'iniettore e il rivelatore fino alla temperatura di esercizio. Lasciarli raffreddare e serrare definitivamente i connettori.

Procedura: montaggio della colonna capillare nell'iniettore per impaccate

Prima di procedere, assicurarsi che siano montati un adattatore per colonna capillare e un inserto di vetro. Le istruzioni sulla scelta e l'installazione di questo hardware sono reperibili in ["Adattatori ed inserti"](#). Se non è installata la coppa di isolamento, iniziare dal punto 1. In caso contrario, iniziare dal punto 4.

Materiale necessario

Dado della colonna e ferrula

Utensile taglia-colonne

Fluido correttore

Chiave da 1/4 di pollice

Righello

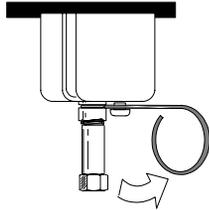
Coppa di isolamento

Ferrula cieca da usare come tappo quando si installa la coppa di isolamento

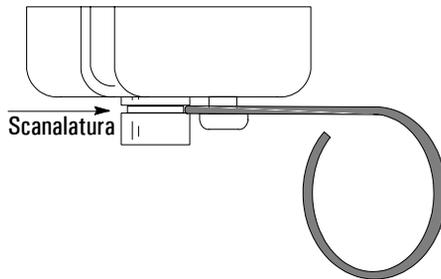
1. Installare un tappo nel connettore dell'iniettore.



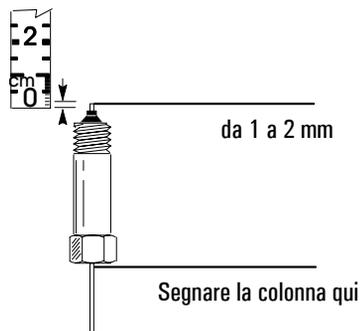
- Montare la coppa di isolamento, se necessario. Spingere la molla della coppa a destra. Far scorrere la coppa sopra il connettore in modo che il rivestimento isolante sopra la coppa sia a contatto con il lato superiore del forno.



- Inserire la molla nella scanalatura dell'adattatore. Togliere il dado e mettere da parte la ferrula cieca.



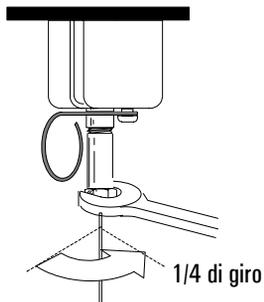
- Predisporre la colonna. Per le istruzioni consultare pagina [127](#).
- Posizionare la colonna in modo che sporga di 1 o 2 mm dall'estremità del dado. Fare un segno sulla colonna con il correttore in corrispondenza del dado.



6. Spingere la colonna di 1 cm verso l'alto e guidarla dentro l'adattatore. Far scorrere il dado e la ferrula lungo la colonna fino all'adattatore. Aggiustare la posizione della colonna in modo che il segno bianco tracciato si trovi perfettamente a filo del bordo inferiore della ghiera. Avvitare il dado il minimo necessario.



7. Serrare il dado di un altro quarto di giro (al massimo mezzo giro) con la chiave in modo che la colonna non possa essere facilmente sfilata.



8. Una volta che la colonna è collegata sia all'iniettore sia al rivelatore, insufflare il gas di trasporto attraverso l'iniettore. Scaldare il forno, l'iniettore e il rivelatore fino alla temperatura di esercizio. Lasciarli raffreddare, quindi stringere i raccordi.

Procedura: montaggio della colonna capillare nell'ingresso PTV e nell'interfaccia per composti volatili

Per questi due iniettori sono previste procedure di montaggio specifiche. Vedere ["Procedura: installazione della colonna"](#) e ["Procedura: installazione delle colonne"](#).

Procedura: montaggio della colonna capillare nei rivelatori NPD e FID

Prima di procedere, assicurarsi che sul rivelatore sia montato l'ugello adatto. Nel corso del presente capitolo sono trattati i tipi di ugello e le modalità di montaggio.

Sono previsti due tipi di connettori NPD/FID:

- *Adattabile* per l'uso con colonne capillari o impaccate
- *Capillare ottimizzato* per l'uso esclusivamente con colonne capillari. Se il connettore adattabile non è provvisto di adattatore per colonne capillari, iniziare dal punto 1. Se ne è già dotato o se si utilizza invece un connettore ottimizzato per colonne capillari, iniziare dal punto 5.

Materiale necessario

(per entrambi i tipi di connettore)

Dado della colonna e ferrula

Utensile taglia-colonne

Chiave da 1/4 di pollice

Righello

Fluido correttore

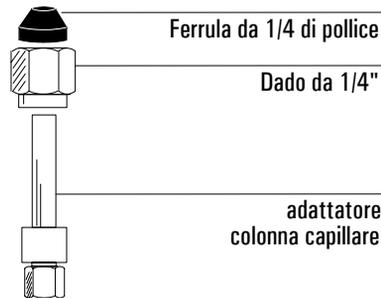
(solo per connettori adattabili)

Dado da 1/4 di pollice e ferrula

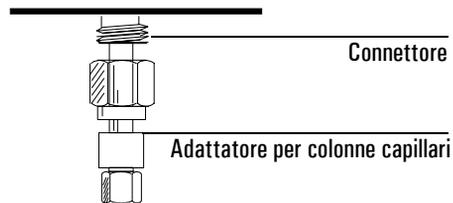
Adattatore per colonna capillare

Chiave da 9/16 di pollice

1. Assemblare un dado di ottone e una ferrula di Vespel o una ferrula in grafite montandoli sull'adattatore.

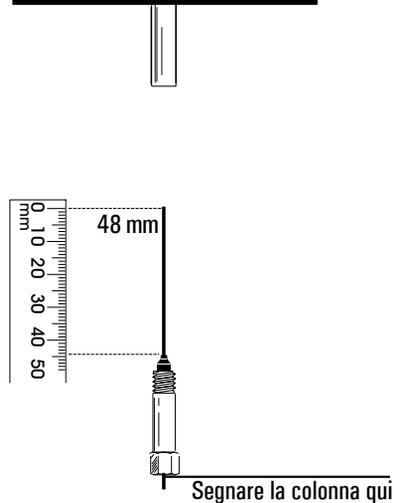
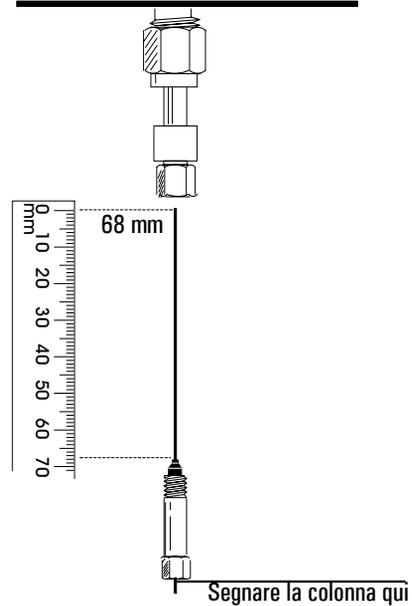


2. Inserire l'adattatore, tenendolo diritto, nella base del rivelatore. Spingerlo per quanto possibile in profondità. Tenendo l'adattatore in questa posizione, serrare il dado a mano. Con una chiave stringere il dado di un altro quarto di giro.



3. Predisporre la colonna (vedere le istruzioni a pagina [127](#)). Se il diametro interno della colonna è maggiore di 100 μm , seguire i punti da 7 a 9. Se il diametro è inferiore a 100 μm , seguire le istruzioni dal punto 4 al punto 6, quindi da 8 a 9.

4. Se il diametro interno della colonna è inferiore a $100\ \mu\text{m}$:
 Posizionare la colonna in modo che sporga sopra la ferrula di 48 mm
 (accessorio *capillare ottimizzato*) oppure a di 68 mm (*accessorio adattabile*).
 Fare un segno con il correttore a livello del dado.

Capillare Accessorio ottimizzato**Accessorio adattabile**

5. Inserire la colonna nel rivelatore. Far scorrere il dado e la ferrula lungo la colonna fino alla base del rivelatore. Avvitare il dado il minimo necessario.
6. Aggiustare la posizione della colonna in modo che il segno bianco tracciato si trovi perfettamente a filo del bordo inferiore della ghiera. Passare al punto 8.



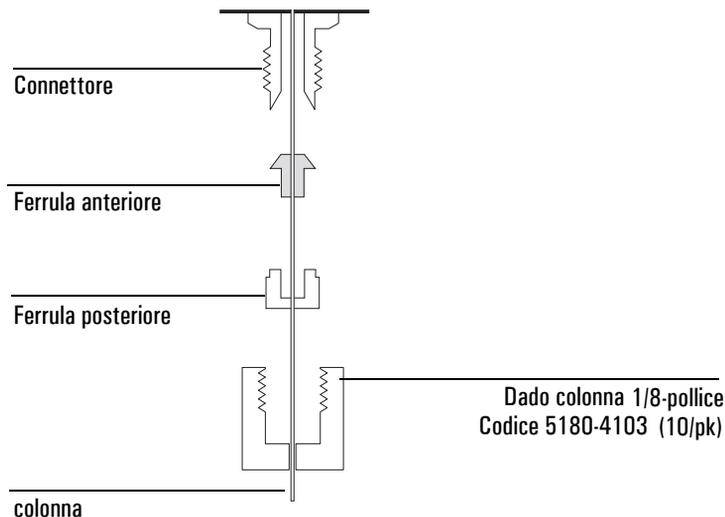
7. Evitare di forzarla. Serrare il dado a mano, quindi ritrarre la colonna di circa 1 mm.
8. Avvitare il dado di un altro quarto di giro con la chiave.
9. Una volta che la colonna è collegata sia all'iniettore sia al rivelatore, insufflare il gas di trasporto attraverso l'iniettore. Scaldare il forno, l'iniettore e il rivelatore fino alla temperatura di esercizio. Lasciarli raffreddare e serrare definitivamente i connettori.

Procedura: montaggio della colonna capillare nel TCD

Materiale necessario

Adattatore per colonne capillari
Set di dadi e ferrule per colonna
Utensile taglia-colonne
Chiavi

1. Montare le ferrule ed un dado di ottone da 1/8 di pollice sulla colonna come illustrato.



Vedere la [Tabella 11](#) per scegliere le ferrule adatte. Tagliare un pezzettino di colonna per togliere qualsiasi frammento all'interno della colonna.

2. Inserire la colonna nel rivelatore fino in fondo. Non cercare di forzare.
3. Far scorrere il dado e la ferrula lungo la colonna fino al rivelatore e serrare il dado a mano.
4. Tirare la colonna verso l'esterno di 1 mm. Utilizzare una chiave per serrare il dado di un 1/4 di giro aggiuntivo. La colonna ora non dovrebbe più scorrere né oscillare.

Tabella 11 Ferrule per il rivelatore TCD

Diametro esterno della colonna	Ferrula posteriore	Ferrula anteriore
0,8 mm	G1530-80400	G1530-80410
0,53 mm	G1530-80400	G1530-80420
0,45 mm	G1530-80400	G1530-80430
Ferrula cieca	G1530-80400	G1530-80440

Procedura: montaggio della colonna capillare nell' μ -ECD

Il rivelatore è dotato di serie di un adattore per colonne capillari. Se è stato smontato, è necessario rimontarlo prima di installare la colonna capillare.

Per il μ -ECD occorre l'inserito dentellato, che si restringe in corrispondenza di una delle estremità ed è trasparente.

Materiale necessario

Adattatore per colonne capillari

Inseriti in silice fusa, dentellato

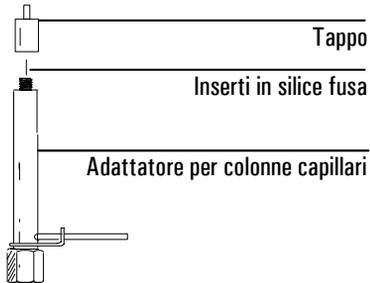
Dado da 1/4" e ferrula in Vespel/grafite da 1/4"

Dado e ferrula per la colonna

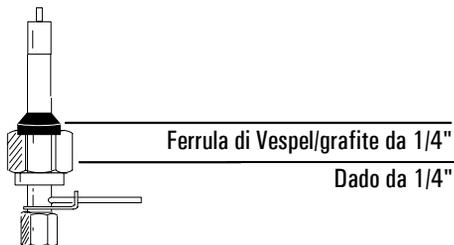
Utensile taglia-colonne

Chiavi da 1/4" e 9/16"

1. Togliere il tappo dell'adattatore e verificare l'inserto. Se è danneggiato, sostituirlo e rimettere il tappo. La dentellatura deve trovarsi in corrispondenza dell'estremità dell'adattatore.

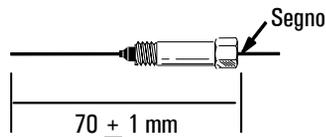


2. Installare un dado da 1/4" ed una ferrula di Vespel/grafite sull'adattatore.

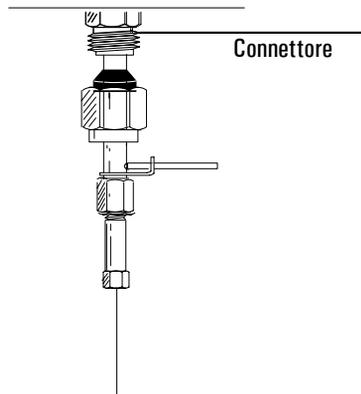


3. Predisporre la colonna. Per le istruzioni consultare pagina [127](#).
4. Se il diametro interno della colonna è di 200 µm o più, spingere la colonna nell'adattatore fino alla dentellatura. Estrarla di 1 o 2 mm e serrare il dado fino a bloccarlo.

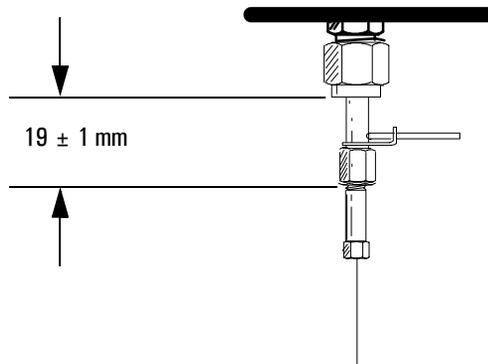
Se il diametro interno è inferiore ai 200 µm, fare un segno sulla colonna a 70 ± 1 mm dall'estremità. Introdurre la colonna e il dado nell'adattatore in modo che il segno sia dietro il dado. Serrare il dado fino a bloccare la colonna.



5. Introdurre l'adattore lentamente, tenendolo diritto, nel connettore del rivelatore. Assicurarsi che l'adattore sia completamente inserito nel connettore del rivelatore — spingerlo se necessario. Attenzione a non rompere la base della colonna.



Se l'adattore è installato correttamente, la distanza fra il dado da 1/4" e il fondo dell'adattore sarà di 19 ± 1 mm. 22–23 mm, reinstallare l'adattore nell'accessorio del rivelatore.

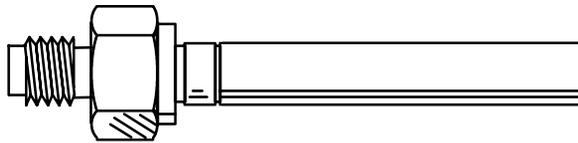


6. Far scorrere il dado e la ferrula fino al connettore e serrare il dado a mano. Usare una chiave da 9/16" per stringere il dado per un ulteriore quarto di giro.
7. Una volta che la colonna è collegata sia all'iniettore sia al rivelatore, insufflare il gas di trasporto attraverso l'iniettore. Scaldare il forno, l'iniettore e il rivelatore fino alla temperatura di esercizio. Lasciarli raffreddare e serrare definitivamente i connettori.

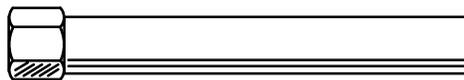
Procedura: installazione di colonne capillari nell'FPD

L'FPD utilizza un accessorio adattabile che può essere usato con colonne capillari o impaccate. Se l'accessorio adattabile non ha un adattatore per capillari installato iniziare dal punto 1. Se l'adattatore per capillari è già installato sull'accessorio adattabile, iniziare dal punto 5.

L'FPD ha un adattatore speciale per colonne capillari. L'adattatore per colonne capillari FPD, codice N° 19256-80570, consente di utilizzare colonne in silice fusa delle dimensioni di 530 µm di diametro interno direttamente alla base della fiamma dell'FPD, riducendo al minimo lo scodamento del campione o la perdita di siti chimicamente attivi.



19256-80590
Adattatore FPD da 1/8"

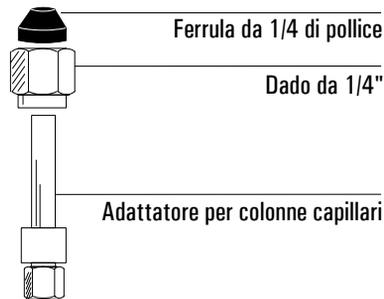


19256-80570
Adattatore per colonne capillari FPD

Materiale necessario

Dado della colonna e ferrula
Adattatore per colonne capillari FPD
Dado e ferrula da 1/4"
Utensile taglia-colonne
Chiave da 1/4 di pollice
Chiave da 9/16 di pollice
Righello
Fluido correttore

1. Assemblare un dado di ottone e una ferrula di Vespel o una ferrula in grafite montandoli sull'adattatore.



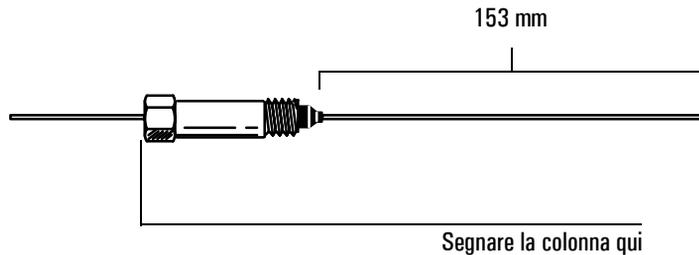
2. Inserire l'adattatore, tenendolo diritto, nella base del rivelatore. Spingerlo per quanto possibile in profondità. Tenendo l'adattatore in questa posizione, serrare il dado a mano. Con una chiave stringere il dado di un altro quarto di giro.



3. Installare un dado per colonne (codice 18740-20870) ed una ferrula in grafite (d.i. 1,0 mm, codice 5080-8773 oppure d.i. 0,5, codice 5080-8853) sulla colonna.
4. Dopo aver installato il dado e la ferrula, preparare una colonna nuova tagliandone un pezzettino. Vedere le istruzioni a [pagina 127](#).
5. Posizionare la ferrula a circa 153 mm dall'estremità della colonna.

L'altezza ottimale dipende dal tipo di campione e dai flussi di gas. Se il flusso è troppo elevato l'estremità della colonna risulta esposta alla fiamma. Se è troppo limitato il campione può essere esposto all'acciaio inox caldo ed avere un leggero scodamento.

Segnare la colonna in un punto, in corrispondenza del fondo del dado.
I correttori fluidi sono adatti allo scopo.



6. Inserire la colonna nel rivelatore. Far scorrere il dado e la ferrula lungo la colonna fino alla base del rivelatore. Avvitare il dado il minimo necessario.
7. Aggiustare la posizione della colonna in modo che il segno bianco tracciato si trovi perfettamente a filo del bordo inferiore della ghiera. Passare al punto 8.



8. Serrare il dado a mano, estrarre la colonna di circa 1 mm. Avvitare il dado di un altro quarto di giro con la chiave.
9. Una volta che la colonna è collegata sia all'iniettore sia al rivelatore, insufflare il gas di trasporto attraverso l'iniettore. Scaldare il forno, l'iniettore e il rivelatore fino alla temperatura di esercizio. Lasciarli raffreddare e serrare definitivamente i connettori.

Ferrule per colonne capillari

La [Tabella 12](#) contiene un elenco di ferrule usate con le colonne capillari e con gli adattatori per iniettori e rivelatori. Consultare il catalogo Agilent Colonne e prodotti di consumo per l'analisi chimica per un elenco più dettagliato.

Ferrule in grafite e ferrule di Vespel grafitizzate

Disporre alcune ferrule in una capsula di Petri in vetro nel forno del GC e decontaminarle dalle sostanze assorbite dalla grafite sottoponendole all'azione di una temperatura fra i 250 e i 300°C per 30 minuti. Lasciare nel forno una capsula contenente ferrule assortite, in modo da avere sempre a disposizione ricambi decontaminati.

La ferrula deve scorrere sulla colonna ma non deve scivolare via. Se è della misura adatta ed è correttamente montata, basta avvitarla a mano di un quarto di giro per ottenere una buona tenuta. Se il foro è troppo largo, va fissata mediante il dado. Ciò non rappresenta un problema con le ferrule in grafite, ma con quelle più dure può essere necessario esercitare una forza tale da danneggiare il connettore, il dado o la ferrula stessa. Per evitare danni, conviene partire con un foro sottodimensionato allargandolo progressivamente fino a ottenere la misura desiderata.

Ferrule di Vespel

Queste ferrule garantiscono una miglior tenuta di quelle in grafite ma hanno una minor resistenza al calore. Devono essere serrate di nuovo dopo alcuni cicli a caldo del forno.

Tabella 12 Hardware utilizzato con colonne capillari

Articolo*	Da usare con	N. di parte
Ferrula in Vespel/grafite da 1/4", confezione da 10 pezzi	Inseriti/ adattatori di iniettori/rivelatori	5080-8774
Ferrule in grafite da 1,0 mm confezioni da 10	Colonne capillari	5080-8773
Ferrule in grafite da 0,5 mm, confezione da 10	Colonne capillari	5080-8853
Dado colonna	Collegare la colonna all'iniettore o al rivelatore	5181-8831
Utensile taglia-colonne	Incisione di colonne capillari	5181-8836

* Diametro interno ferrule e O-ring

Colonne impaccate di metallo

Visione d'insieme: montaggio delle colonne impaccate di metallo

Le colonne impaccate di metallo comunemente usate sono di due dimensioni, 1/4" e 1/8". Questo procedimento generale si applica alle colonne di entrambe le dimensioni ed anche alle colonne in PTFE usate con l'FPD.

1. Preparare le colonne impaccate (pagina [150](#)).
2. Vedere la [Tabella 13](#) o la [Tabella 14](#) per gli accessori richiesti.
3. Montare l'adattatore, se necessario (pagina [154](#)).
4. Installare la colonna (pagina [155](#)).

5. Far fluire il gas di trasporto attraverso l'iniettore. Scaldare il forno, l'iniettore e il rilevatore fino alla temperatura di esercizio. Lasciarli raffreddare e serrare definitivamente i connettori.

Connettori

Tabella 13 Accessori per colonne impaccate di metallo da 1/4" e 1/8"

Iniettore o rivelatore	Colonne impaccate di metallo da 1/4"		Colonne impaccate di metallo da 1/8"	
	Collegare a:	Note	Collegare a:	Note
Iniettore per impaccate	Inserito da 1/4"	Consultare il volume "Procedura: installazione degli adattatori" per le istruzioni sul montaggio degli inserti.	Inserito da 1/8"	Consultare il volume "Procedura: installazione degli adattatori" per le istruzioni sul montaggio degli inserti.
Adattatore NPD*, FID o FPD	Adattatore da 1/4 " (Codice 19231-80530)	Togliere o installare l'adattatore a scelta. Vedere pagina 154 per le istruzioni sul montaggio degli adattatori.	Adattatore da 1/8 " (Codice 19231-80520)	Vedere pagina 154 per le istruzioni sul montaggio degli adattatori.
ECD	Connettore	Togliere l'adattatore, se necessario.	Adattatore da 1/8" (Codice 19301-80530)	Vedere pagina 154 per le istruzioni sul montaggio degli adattatori.
TCD	Adattatore da 1/4 " (codice G1532-20710)	Vedere pagina 154 per le istruzioni sul montaggio degli adattatori.	Connettore	Togliere l'adattatore, se necessario.

* Non togliere i tappi dal rivelatore NPD finché non si è pronti a collegare la colonna e accendere il rivelatore. Se si dimentica questo semplice accorgimento, la prima volta che il rivelatore viene usato, si rischia di ridurre l'efficienza del collettore e rallentare il tempo di stabilizzazione dell'elemento attivo.

L'adattatore FPD da 1/8" di d.e., codice 19256-80590, consente l'installazione di colonne in PTFE in modo concentrico intorno all'inserto FPD in silice fusa, eliminando così l'esposizione all'acciaio inox molto caldo.

Tabella 14 Accessori per FPD con colonna in PTFE

Colonna in PTFE da 1/4"		Colonna in PTFE da 1/8"	
Collegare a:	Note	Collegare a:	Note
Adattatore da 1/4 " (codice 19231-80530)	Togliere o installare l'adattatore a scelta. Vedere pagina 154 per le istruzioni sul montaggio degli adattatori.	Adattatore da 1/8 " (codice 19256-80590)	Vedere pagina 154 per le istruzioni sul montaggio degli adattatori.

Preparazione delle colonne impaccate di metallo

Prima di installare questo tipo di colonna, è necessario fissare una ferrula all'estremità della colonna. Ciò consente di eliminare i problemi causati dal volume morto presente nell'accessorio.

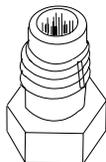


Utilizzare le istruzioni che seguono per installare dadi e ferrule SWAGELOK su colonne di metallo da 1/8" o da 1/4". Se sulla colonna sono già montate delle ferrule, passare alle istruzioni sul montaggio degli adattatori (pagina [154](#)) o delle colonne impaccate di metallo (pagina [155](#)).

Procedura: realizzazione di un distanziatore da un tubo di teflon**Materiale necessario**

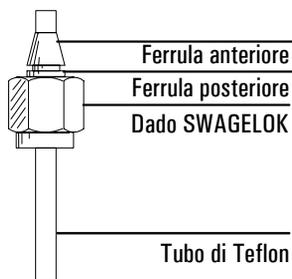
Tubi di Teflon da 1/4" o da 1/8"
Set di dadi e ferrule da 1/4" o da 1/8"
Morsa da banco
Accessorio SWAGELOK maschio
Chiave da 9/16" o da 7/16"
Lametta o coltello affilato

1. Bloccare nella morsa un connettore maschio SWAGELOK .



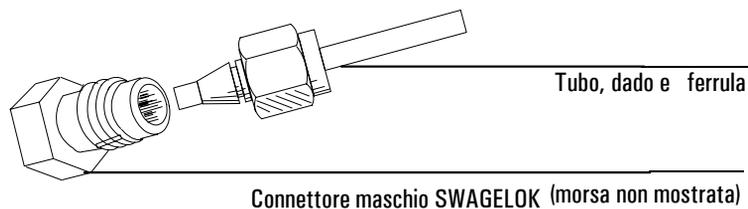
Connettore maschio SWAGELOK

2. Far scorrere un dado SWAGELOK , una ferrula posteriore e una anteriore su un tubo di teflon. Se l'estremità del tubo tagliato presenta irregolarità, usare una lametta o un coltello affilato per rifinirla.

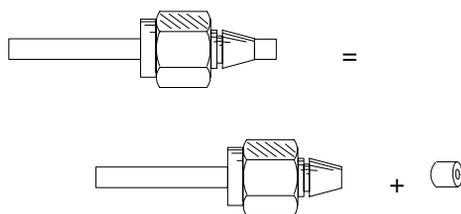


Preparazione delle colonne impaccate di metallo

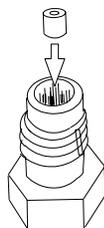
- Inserire il tubo di Teflon, le ferrule e il dado nel connettore SWAGELOK bloccato nella morsa. Avvitare il dado a mano con tre quarti di giro per fissare le ferrule al tubo.



- Allentare il dado e togliere tubo, dado e ferrula dal connettore SWAGELOK.
- Tagliare l'estremità della colonna che sporge oltre la ferrula con una lametta o un coltello affilato. Questa parte di tubo è il distanziatore.



- Inserire il distanziatore nel connettore SWAGELOK bloccato nella morsa.



Il connettore maschio SWAGELOK e il distanziatore devono essere tenuti a portata di mano per il momento in cui si dovranno sostituire le ferrule.

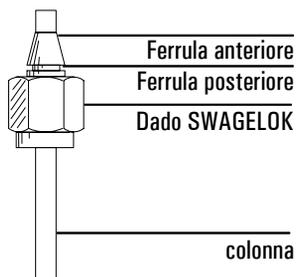
Procedura: montaggio delle ferrule su una colonna impaccata di metallo**Materiale necessario**

Accessorio SWAGELOK maschio con distanziatore per tubi in Teflon

Set di dadi e ferrule SWAGELOK

Chiavi

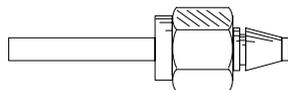
1. Montare il dado e le ferrule SWAGELOK.



2. Montare il distanziatore per tubi di teflon nel connettore maschio. Inserire a fondo la colonna, il dado e le ferrule nell'adattore bloccato nella morsa. Serrare il dado a mano.

Utilizzare una chiave per stringere il dado in un ulteriore 1/4 di giro per colonne da 1/4" o di 3/4 di giro per colonne da 1/8".

3. Svitare il dado dal connettore e smontare la colonna. Le ferrule dovrebbero risultare opportunamente fissate alla colonna.



Procedura: montaggio di un adattatore sul connettore per rivelatori

La procedura è utilizzabile per molti tipi di adattatori. Vedere la [Tabella 13](#) per i codici degli adattatori

Materiale necessario

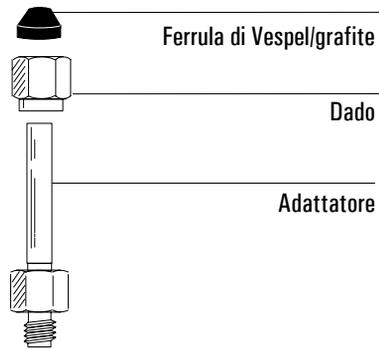
Chiave da 7/16" o da 9/16"

Ferrula di Vespel/grafite

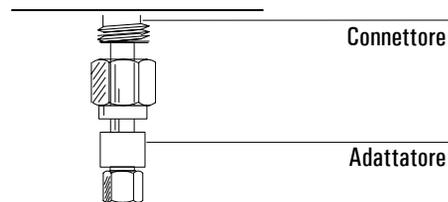
Dado

Adattatore.

1. Assemblare un dado di ottone e una ferrula di Vespel/grafite.



2. Inserire l'adattatore, tenendolo diritto, nella base del rivelatore. Spingerlo per quanto possibile in profondità. Tenendo l'adattatore in questa posizione, serrare il dado a mano.



Colonna da 1/4", stringere per ancora 3/4 di giro con una chiave da 9/16".

Colonna da 1/8", stringere per ancora 1/4 di giro con una chiave da 7/16".

3. Procedere con la sezione "Montaggio delle colonne impaccate di metallo" a pagina [155](#).

Procedura: montaggio delle colonne impaccate di metallo

Prima di procedere, assicurarsi che sia montato un adattatore o un inserto (pagina [154](#)), se necessario, e che la colonna sia predisposta (pagina [150](#)).

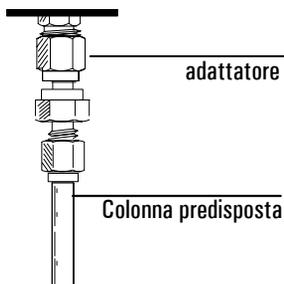
Materiale necessario

Colonna di metallo preparata

Adattatore della colonna (se necessario)

Chiave

1. Inserire la colonna nell'adattatore, rivelatore o inserto dell'iniettore. Farla scorrere fino in fondo. Farla scorrere fino in fondo e serrare il dado a mano.



2. Se si installa una colonna direttamente nell'accessorio del rivelatore:
 - Colonna da 1/4"**, stringere per ancora 3/4 di giro con una chiave da 9/16".
 - Colonna da 1/8"**, stringere ancora di 1/4 di giro con una chiave da 7/16".
3. Se si monta la colonna su un adattatore.

Stringere il dado della colonna utilizzando due chiavi in direzioni opposte, una sul dado della colonna e l'altra sull'inserto o sul corpo dell'adattatore. Ciò impedisce all'inserto o all'adattatore di ruotare mentre si sta serrando il dado della colonna.

 - Colonna da 1/4"**, stringere per ancora 3/4 di giro con una chiave da 9/16".
 - Colonna da 1/8"**, stringere ancora di 1/4 di giro con una chiave da 7/16".
4. Far fluire il gas di trasporto attraverso l'iniettore. Scaldare il forno, l'iniettore e il rivelatore fino alla temperatura di esercizio. Lasciarli raffreddare e serrare definitivamente i connettori.

Ferrule per colonne impaccate di metallo

La [Tabella 15](#) contiene un elenco di dadi e ferrule usati comunemente con le colonne impaccate di metallo. Consultare il catalogo Agilent Colonne e prodotti di consumo per l'analisi chimica per un elenco più dettagliato.

Le ferrule non sottoposte a un adeguato pretrattamento favoriscono le e la penetrazione di agenti contaminanti. Ecco alcuni consigli per evitarlo.

Ferrule di grafite o ferrule di Vespel/grafite. Disporre alcune ferrule in una capsula di Petri in vetro e decontaminarle dalle sostanze assorbite dalla grafite, sottoponendole all'azione di una temperatura fra 250 e 300°C per 30 minuti nel forno del GC. Lasciare nel forno una capsula contenente ferrule assortite in modo da avere sempre a disposizione ricambi decontaminati.

Ferrule di Vespel. Queste ferrule garantiscono una miglior tenuta di quelle in grafite, ma hanno una minor resistenza al calore. Vanno serrate nuovamente dopo alcuni cicli a caldo del forno. Assicurarsi di montare la ferrula adatta per le dimensioni della colonna in uso.

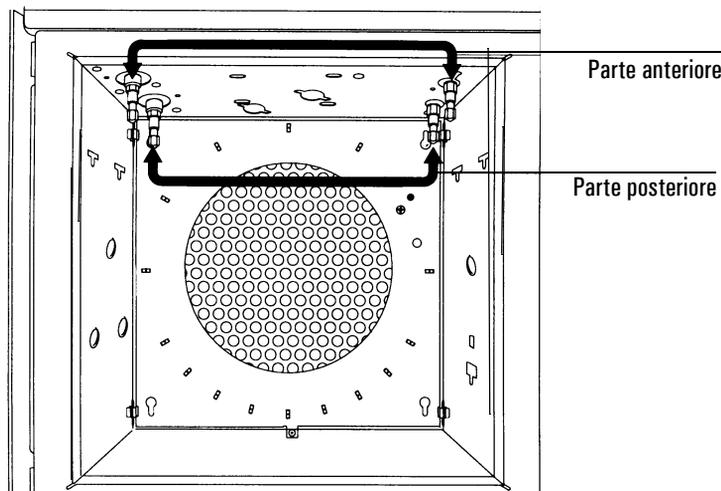
Tabella 15 Dadi e ferrule per colonne impaccate di metallo

Articolo*	Da usare con	N. di parte
Acciaio inossidabile swage da 1/4", conf. da 20 (nodo, ferrula anteriore, ferrula posteriore)	1/4 di pollice	5080-8753
Acciaio inossidabile swage da 1/8", conf. da 20 (dado, ferrula anteriore, ferrula posteriore)	1/8 di pollice	5080-8751
Ottone swage da 1/4", conf. da 20 (dado, ferrula anteriore, ferrula posteriore)	1/4 di pollice	5080-8752
Ottone swage da 1/8", conf. da 20 ciascuna (dado, ferrula anteriore, ferrula posteriore)	1/8 di pollice	5080-8750
Ferrula di Vespel/ grafite da 1/4" conf. da 10	inserti/adattatori di iniettori/rivelatori Colonne da 1/4"	5080-8774
Ferrula di Vespel/ grafite da 1/8" conf. da 10	Colonne da 1/8"	0100-1107

* diametro interno della guarnizione O-ring e della ferrula

Colonne impaccate di vetro

Le colonne impaccate di vetro devono essere collegate contemporaneamente all'iniettore e al rivelatore e devono essere parallele allo sportello del forno:



È possibile inserire le colonne impaccate di vetro direttamente nel connettore standard degli iniettori per impaccate del μ -ECD e in quelli adattabili del FID, dell'FPD e dell'NPD. Per il TCD è necessario un adattatore.

Sono previsti tre tipi di colonne impaccate di vetro. Assicurarsi che la colonna sia compatibile con il connettore dell'iniettore e il rivelatore in uso.

La [Tabella 16](#) contiene un elenco dei connettori per iniettori e rivelatori e la configurazione della colonna.

Visione d'insieme: Montaggio delle colonne impaccate di vetro

1. La [Tabella 16](#) contiene informazioni sui connettori e sulla colonna.
2. Togliere o montare un adattatore, se necessario (vedere pagina [154](#)).
3. Seguire la procedura generale per il montaggio delle colonne di vetro a pagina [159](#).

Tabella 16 Montaggio delle colonne impaccate di vetro

Iniettore o rivelatore	Collegare a:	Configurazione della colonna	Note
Iniettore per impaccate	Connettore per iniettore (inserto non montato) o inserto da 1/4"	A o B, a seconda del rivelatore C (funziona con tutti i rivelatori)	Lasciare almeno 50 mm di colonna vuota per evitare che l'ago della siringa sia a contatto del tappo in lana di vetro o dell'impaccamento.
<i>Adattabile</i> NPD, FID o FPD Non si può usare con <i>rivelatori ottimizzati</i> per colonne capillari	Connettore per rivelatore	A	Smontare l'adattatore, se montato. Lasciare almeno 40 mm di colonna vuota per evitare che la punta dell'ugello sia a contatto del tappo in lana di vetro o dell'impaccamento della colonna.
μ -ECD	Connettore per rivelatore	A	Togliere l'adattatore per la colonna capillare, se necessario.
TCD	Adattatore da 1/4 " N. di parte G1532-20710)	B	Le istruzioni per il montaggio degli adattatori sono a pagina 154 .

* Vedere "[Procedura: installazione degli adattatori](#)" per le istruzioni sul montaggio degli inserti

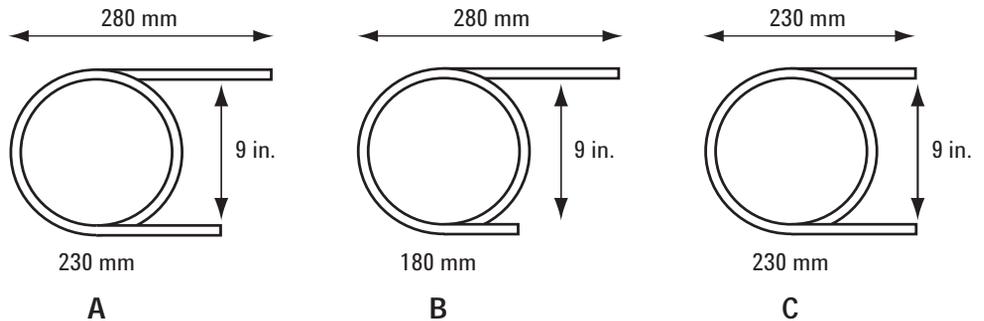


Figura 19. Configurazione della colonna

Procedura: montaggio delle colonne impaccate di vetro

Materiale necessario

Consigliato:

Due ferrule di Vespel/grafite da 1/4"

Due dadi da 1/4"

Chiave da 9/16"

Alternativo:

Quattro O-ring

Due ferrule posteriori

Due dadi da 1/4"

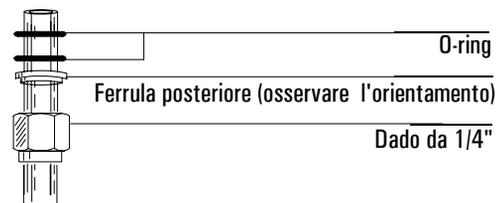
Chiave da 9/16 di pollice

1. Montare un dado di ottone e una ferrula di Vespel/grafite su entrambe le estremità della colonna. Metodo alternativo: montare un dado da 1/4", una ferrula posteriore e due guarnizioni O-rings su ciascuna estremità della colonna. Una guarnizione O-ring sotto il dado impedisce a quest'ultimo di scivolare sulla sezione di colonna dotata di serpentina.

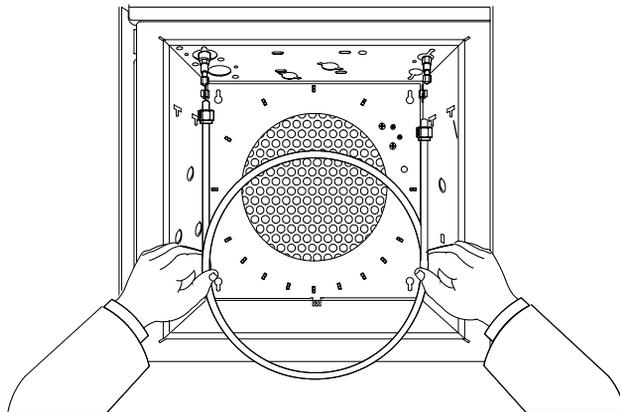
Posizione consigliata



Metodo di installazione alternativo



2. Inserire fino in fondo la colonna nel rivelatore. Inserire la colonna nel connettore del rivelatore *senza forzarla*. Può darsi che sia necessario inclinare l'estremità lunga della colonna (quella collegata all'iniettore) per liberare la base del forno.



3. Sfilare parzialmente la colonna dall'iniettore e dal rivelatore di 1 o 2 mm. Avvitare entrambi i dadi a mano.
4. Avvitare entrambi i dadi di un altro quarto di giro con una chiave. Se si usano ferrule di Vespel/grafite, passare al punto 5. Se si usano guarnizioni O-ring, passare al punto 6.

Precauzioni

Forzando l'inserimento nel rivelatore e nell'iniettore o serrando eccessivamente i dadi, la colonna si può rompere.

5. Attivare il flusso di gas nella colonna e portare forno, iniettore e rivelatore alla temperatura di esercizio. Impostare poi il forno a temperatura ambiente e lasciarlo raffreddare.
6. Avvitare i dadi di un altro mezzo giro con la chiave. Serrare il necessario per evitare perdite.

Ferrule e guarnizioni O-ring per colonne impaccate di vetro

La [Tabella 17](#) contiene un elenco di ferrule e guarnizioni O-ring per le colonne impaccate di vetro. Consultare il catalogo Agilent Colonne e prodotti di consumo per l'analisi chimica per un elenco più dettagliato.

Le ferrule non sottoposte a un adeguato pretrattamento favoriscono le e la penetrazione di agenti contaminanti. Per evitare problemi, disporre alcune ferrule in una capsula di Petri in vetro e decontaminarle dalle sostanze assorbite dalla grafite sottoponendole all'azione di un temperatura fra 250 e 300°C per 30 minuti nel forno del GC. Lasciare nel forno una capsula contenente ferrule assortite in modo da avere sempre a disposizione ricambi decontaminati.

Tabella 17 Prodotti di consumo per colonne impaccate di vetro

Articolo*	Da usare con	N. di parte
Ferrula di Vespel/ grafite da 1/4" conf. da 10	Inseri per iniettori e rilevatori, Colonne impaccate di vetro da 1/4"	5080-8774
Guarnizione O-ring di silicone, 6,0-mm	Colonne impaccate di vetro da 1/4"	0905-0322

* diametro interno delle guarnizioni O-ring e delle ferrule

Condizionamento delle colonne

Condizionare una colonna significa far fluire il gas di trasporto al suo interno e poi sottoporla a un trattamento termico (mezz'ora per le colonne capillari e una notte per le colonne impaccate.). Lo scopo è eliminare gli agenti contaminanti e predisporre la colonna per l'analisi.

Le colonne impaccate nuove devono essere condizionate perché possono contenere particelle volatili, residuo del processo di rivestimento. Può anche essere necessario ricondizionare una colonna già in uso, rimasta inutilizzata per un po' di tempo senza tappi o cappucci.

Il condizionamento non è così essenziale per le colonne capillari nuove, in quanto contengono una quantità minima di fase stazionaria.

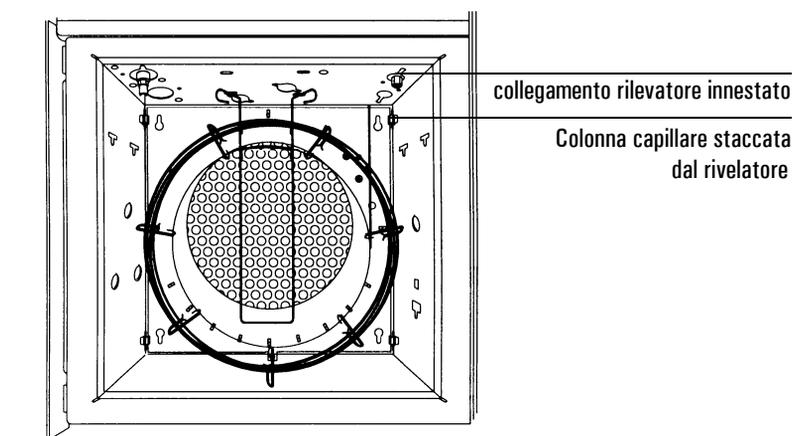
Le seguenti procedure comprendono le operazioni preliminari e l'effettivo processo di condizionamento, diverso per colonne capillari e impaccate.

Procedura: operazioni preliminari al condizionamento**Materiale necessario**

Due chiavi da 7/16 di pollice

Ferrula cieca e dado per capillari per il collegamento del rivelatore

1. Spegnerne i rivelatori. Arrestare il flusso di gas di supporto dei rivelatori. È particolarmente importante disattivare l'erogazione di idrogeno!
2. Se la colonna da condizionare non è ancora stata montata, collegarne un'estremità a un iniettore libero. Se non si sa esattamente come montare una colonna, vedere le istruzioni fornite precedentemente in questo capitolo. NON collegare l'altra estremità a un rivelatore!
3. Se si intende condizionare una colonna capillare collegata a un iniettore split/splitless, montare un inserto adatto e fissare la colonna nel solito modo, assicurandosi che essa sporga di 5 - 7 mm oltre la ferrula.
4. Chiudere i connettori del rivelatore (o dei rivelatori) con una ferrula cieca.



Procedura: condizionamento di una colonna capillare

ATTENZIONE Non usare l'idrogeno come gas di trasporto per il condizionamento!
Potrebbe accumularsi nel forno e causare un'esplosione.

1. Selezionare una pressione adatta per la colonna, espressa in **psi (kPa)**, dalla presente tabella.

Lunghezza, m	Diametro interno				
	0,10 mm	0,20 mm	0,25 mm	0,32 mm	0,53 mm
10	25 (170)	6 (40)	3.7 (26)	2.3 (16)	0.9 (6.4)
15	39 (270)	9 (61)	5.6 (39)	3.4 (24)	1.4 (9.7)
25	68 (470)	15 (104)	9.5 (65)	5.7 (40)	2.3 (16)
30	83 (570)	18 (126)	12 (80)	7 (48)	2.8 (19)
50		32 (220)	20 (135)	12 (81)	4.7 (32)
60		39 (267)	24 (164)	14 (98)	5.6 (39)

2. Inserire la pressione scelta. Far fluire il gas nella colonna a temperatura ambiente per 15-30 minuti per eliminare l'aria.
3. Programmare la temperatura partendo dalla temperatura ambiente fino alla temperatura massima per la colonna. Aumentare la temperatura a una frequenza di 10-15°C/min e mantenere la temperatura massima per 30 minuti.
4. Se non si utilizza la colonna condizionata immediatamente, estrarla dal forno. Chiudere entrambe le estremità per evitare la penetrazione di aria, umidità e altri contaminanti.

Procedura: condizionamento di una colonna impaccata

ATTENZIONE Non usare l'idrogeno come gas di trasporto per il condizionamento!
Potrebbe accumularsi nel forno e causare un'esplosione.

1. Premere [Col 1] o [Col 2] per aprire la tabella di controllo della colonna.
2. Inserire un valore di flusso adatto:
 - da 20 a 30 ml/min per colonne di vetro da 2 mm d.i. o di metallo da 1/8" d.e. ,
 - da 50 a 60 ml/min per colonne in vetro da 4 mm d.i. o in metallo da 1/4" d.e.
3. La temperatura di condizionamento non supera mai il limite della temperatura massima per la colonna; in genere sono sufficienti 30°C in meno rispetto al massimo consentito. Aumentare lentamente la temperatura del forno fino a raggiungere la temperatura di condizionamento della colonna.

OVEN		
Temp	45	50
Init temp		50
Init time		5
Rate 1		15.00
Final temp 1		250
Final time 1		720.00
Mode: Constant flow		

4. Proseguire il condizionamento per una notte alla massima temperatura raggiunta. Se non si utilizza la colonna condizionata immediatamente, estrarla dal forno. Chiudere poi entrambe le estremità per evitare la penetrazione di aria, umidità e altri contaminanti.

Condizionamento delle trappole chimiche

Se le trappole sono precondizionate, non è necessario sottoporle alla procedura di condizionamento prima dell'uso. Tutte vanno comunque rigenerate periodicamente, per esempio dopo aver esaurito da 1 a 4 bombole di gas o se non sono stati usati gas del massimo grado di purezza. Solo le trappole per umidità e al carbone attivo Agilent possono essere ricondizionate. Invece, quelle Agilent per ossigeno contaminate vanno sostituite. Seguire le istruzioni fornite dal produttore per il ricondizionamento.

Le trappole a setacci molecolari e al carbone attivo possono essere sottoposte a reimballaggio. Le relative istruzioni sono fornite nella confezione.

Tabella 18 Dati per l'ordinazione delle trappole Agilent

Articoli	N. di parte
Trappola per umidità (con setacci molecolari 5A, granulometria 45/60)	5060-9077
Trappola per umidità condizionata (con setacci molecolari precondizionati 5A, granulometria 45/60)	5060-9084
Trappole al carbone attivo	5060-9096
Setaccio molecolare 5A (100 grammi, granulometria 45/60)	5080-6759
Carbone attivo (100 grammi, granulometria 30/60)	5080-6751
Tappo per trappole, 1/8", 6 per conf.	5180-4124
Riduttori per trappole	5062-3502

Calibrazione della colonna capillare (facoltativo)

Preparazione

Man mano che si utilizza una colonna capillare può essere necessario tagliarla modificandone la lunghezza. Poiché non è pratico misurarne la lunghezza reale se si usa un EPC con una colonna definita si può usare una procedura di calibrazione interna per stimare la lunghezza effettiva della colonna. Allo stesso modo se non si conosce il diametro interno della colonna o si ha motivo di credere che non sia accurato, è possibile stimare il diametro tramite misurazioni apposite.

Prima di calibrare la colonna assicurarsi che:

- si usi una colonna capillare,
- la colonna sia definita,
- non ci siano gradienti impostati per il forno,
- l'erogazione di gas alla colonna (di solito attraverso l'iniettore) sia attivata (On) e non impostata a zero.

Ricordare inoltre che la calibrazione della colonna non riesce se la correzione della lunghezza della colonna calcolata è ≥ 5 m o se la correzione del diametro calcolata è ≥ 20 μm .

Modalità di calibrazione

Esistono tre modi di calibrare la lunghezza della colonna e/o il diametro:

- calibrare utilizzando un flusso in colonna effettivo e misurato,
- calibrare utilizzando il tempo di uscita di un picco non ritenuto (tempo di eluizione),
- calibrare diametro e lunghezza utilizzando flusso e tempo di eluizione.

Precauzioni

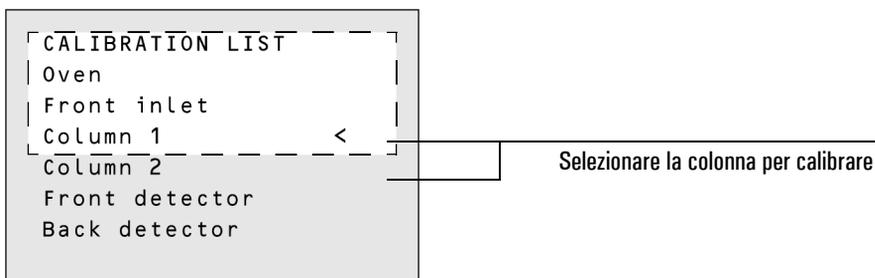
Quando si misura il flusso della colonna, assicurarsi di aver convertito la misurazione in temperatura e pressioni normali se i dispositivi di misurazione non riportano i dati ad NTP. Se vengono inseriti dati non corretti la calibrazione risulterà errata. Vedere pagina ["Misurazione della portata con il flussimetro a bolla"](#) per ulteriori informazioni.

Procedure di calibrazione della colonna

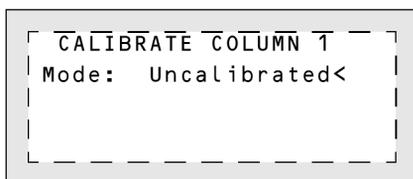
Le procedure descritte di seguito utilizzano la Colonna 1 come esempio.

Procedura: stima della lunghezza effettiva della colonna o del diametro a partire da un tempo di eluizione

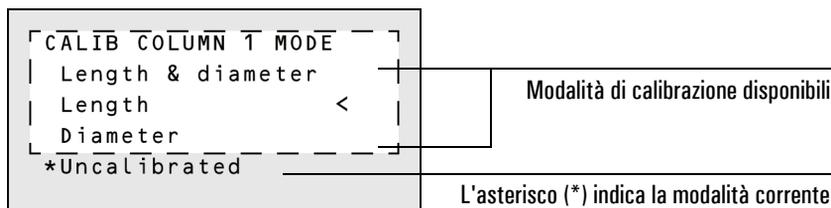
1. Impostare un gradiente del forno da 1 a 0,00, quindi verificare che la colonna sia definita. Vedere ["Procedura: impostazione di un'analisi isoterma"](#) o ["Configurazione di una colonna"](#).
2. Effettuare un'analisi utilizzando un composto non ritenuto e registrare il tempo di eluizione.
3. Premere [Options]. Passare a Calibration e premere [Enter].
4. Dall'elenco di calibrazione selezionare Column 1 o Column 2 quindi premere [Enter].



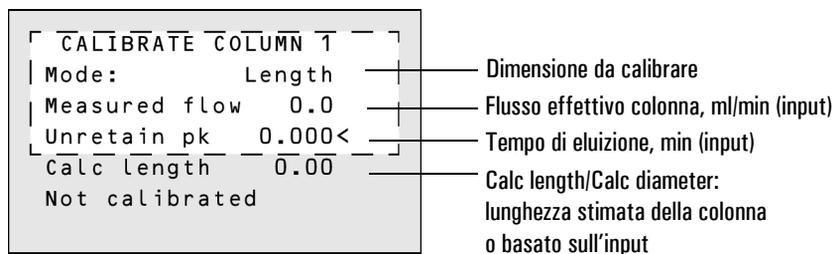
5. Il GC visualizza la modalità di calibrazione corrente per la colonna. In questo esempio la colonna non è calibrata.



6. Per ricalibrare o cambiare modalità di calibrazione premere [Mode/Type] per vedere il menu delle modalità di calibrazione della colonna.



7. Passare a Length e Diameter e premere[Enter]. Apparirà il menu che segue:



8. Passare a Unretain pk ed inserire il tempo di eluizione effettivo dell'analisi effettuata in precedenza.
9. Premendo [Enter], il GC stimerà la lunghezza della colonna e il diametro basandosi sui dati inseriti e li utilizzerà per tutti i calcoli.

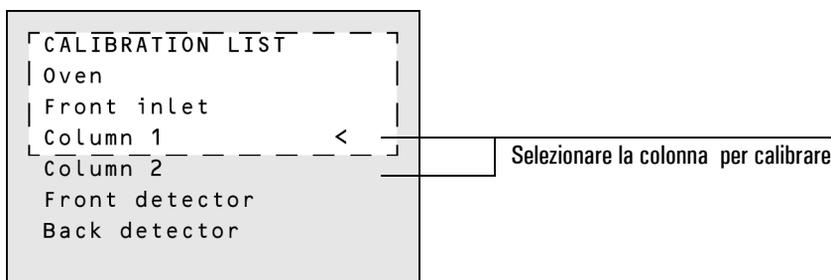
Procedura: stima della lunghezza effettiva della colonna o del diametro a partire dalla portata misurata

1. Impostare un gradiente del forno da 1 a 0,00, quindi verificare che la colonna sia definita. Vedere ["Procedura: impostazione di un'analisi isoterma"](#) o ["Configurazione di una colonna"](#).
2. Impostare le temperature di rivelatore, forno ed iniettore a 35°C e lasciarli raffreddare.
3. Smontare la colonna dal rivelatore.

Precauzioni

Quando si misura il flusso della colonna, assicurarsi di aver convertito la misurazione in temperatura e pressioni normali se i dispositivi di misurazione non riportano i dati ad NTP. Se vengono inseriti dati non corretti la calibrazione risulterà errata. Vedere pagina ["Misurazione della portata con il flussimetro a bolla"](#) per ulteriori informazioni.

4. Misurare il flusso effettivo della colonna utilizzando un flussimetro a bolla. Registrare il valore. Reinstallare la colonna.
5. Premere [Options]. Passare a Calibration e premere [Enter].
6. Dall'elenco di calibrazione selezionare Column 1 o Column 2 quindi premere [Enter].



7. Il GC visualizza la modalità di calibrazione corrente per la colonna.
In questo esempio la colonna non è calibrata.

```

CALIBRATE COLUMN 1
Mode: Uncalibrated<
  
```

8. Per ricalibrare o cambiare modalità di calibrazione premere [Mode/Type] per vedere il menu delle modalità di calibrazione della colonna.

```

CALIB COLUMN 1 MODE
Length & diameter
Length <
Diameter
*Uncalibrated
  
```

Modalità di calibrazione disponibili

L'asterisco (*) indica la modalità corrente

9. Passare a Length e Diameter e premere[Enter]. Apparirà il menu che segue:

```

CALIBRATE COLUMN 1
Mode: Length
Measured flow 0.0<
Unretain pk 0.000
Calc length 0.00
Not calibrated
  
```

Flusso effettivo colonna, ml/min (input)

Tempo di eluizione, min (input)

Calc length: DI stimato della colonna
colonna basata sull'input

Calc diameter: DI stimato della colonna
basato sull'input

10. Passare a Measured flow ed inserire il flusso corretto della colonna (in ml/min) che risulta dalla misurazione effettuata in precedenza.
11. Premendo [Enter], il GC stimerà la lunghezza della colonna e il diametro basandosi sui dati inseriti e li utilizzerà per tutti i calcoli.

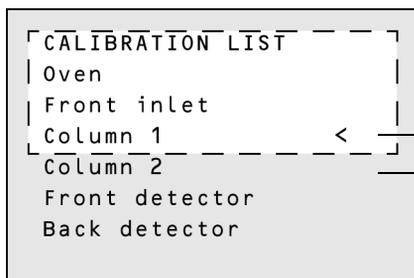
Procedura: stima della lunghezza effettiva della colonna e del diametro

1. Impostare un gradiente del forno da 1 a 0,00, quindi verificare che la colonna sia definita. Per ulteriori informazioni, vedere ["Procedura: impostazione di un'analisi isoterma"](#) o ["Configurazione di una colonna"](#).
2. Effettuare un'analisi utilizzando un composto non ritenuto e registrare il tempo di eluizione.
3. Impostare le temperature di rivelatore, forno ed iniettore a 35°C e lasciarli raffreddare.
4. Smontare la colonna dal rivelatore.

Precauzioni

Quando si misura il flusso della colonna, assicurarsi di aver convertito la misurazione in temperatura e pressioni normali se i dispositivi di misurazione non riportano i dati ad NTP. Se vengono inseriti dati non corretti la calibrazione risulterà errata. Vedere pagina ["Misurazione della portata con il flussimetro a bolla"](#) per ulteriori informazioni.

5. Misurare il flusso effettivo della colonna utilizzando un flussimetro a bolla. Registrare il valore. Reinstallare la colonna.
6. Premere [Options]. Passare a Calibration e premere [Enter].
7. Dall'elenco di calibrazione selezionare Column 1 o Column 2 quindi premere [Enter].



Selezionare la colonna per calibrare

8. Il GC visualizza la modalità di calibrazione corrente per la colonna. In questo esempio la colonna non è calibrata.

```

┌ CALIBRATE COLUMN 1 ───┐
│ Mode: Uncalibrated<   │
└────────────────────────┘

```

9. Per ricalibrare o cambiare modalità di calibrazione premere [Mode/Type] per vedere il menu delle modalità di calibrazione della colonna.

```

┌ CALIB COLUMN 1 MODE ─┐
│ Length & diameter <  │
│ Length                │
│ Diameter              │
│ *Uncalibrated        │
└────────────────────────┘

```

Modalità di calibrazione disponibili

L'asterisco (*) indica la modalità corrente

10. Passare a Length e Diameter e premere[Enter]. Apparirà il menu che segue:

```

┌ CALIBRATE COLUMN 1 ───┐
│ Mode: Length & diam<  │
│ Measured flow  0.0    │
│ Unretain pk   0.000  │
│ Calc length   0.00   │
│ Not calibrated      │
└────────────────────────┘

```

Flusso effettivo colonna, ml/min (input)

Tempo di eluizione, min (input)

Calc length: DI stimato della colonna
colonna basata sull'input

Calc diameter: DI stimato della colonna
basato sull'input

11. Passare a Measured flow ed inserire il flusso corretto della colonna (in ml/min) che risulta dalla misurazione effettuata in precedenza.
12. Passare a Unretain pk ed inserire il tempo di eluizione effettivo dell'analisi effettuata in precedenza.
13. Premendo [Enter], il GC stimerà la lunghezza della colonna e il diametro basandosi sui dati inseriti e li utilizzerà per tutti i calcoli.

6 Gestione dei segnali

Uso delle tabelle di controllo dei segnali

Parametro Signal Type

Valore

Impostazioni per il segnale analogico in uscita: Zero, Range e Attenuation

Zero analogico

Procedura: azzeramento del segnale in uscita

Range - solo per segnali analogici in uscita

Parametro Attenuation: solo per segnali analogici in uscita

Velocità dei dati

Procedura: selezione dei picchi rapidi

Gestione dei dati digitali

Zero digitale

Innalzamento e abbassamento della linea di base

Cerity\ChemStation

Compensazione della colonna

Procedura: creazione di un profilo di compensazione della colonna

Procedura: analisi con compensazione della colonna

Procedura: rappresentazione grafica di un profilo di compensazione della colonna memorizzato

Cromatogramma di prova

Gestione dei segnali

Il segnale viene inviato in uscita dal GC a un dispositivo - analogico o digitale - in grado di elaborarlo e gestirlo. Può provenire dal rivelatore o dai sensori della pressione, del flusso o della temperatura. Due sono i canali preposti alla trasmissione dei segnali in uscita.

L'uscita del segnale può essere analogica o digitale, a seconda del tipo di dispositivo usato per la gestione dei dati. L'uscita analogica è disponibile a due velocità, adatte a picchi con ampiezza minima di 0,004 minuti (alta velocità) o 0,01 minuti (velocità normale). I campi di variazione dell'uscita analogica sono: 0 - 1 V, 0 - 10 V, e 0 - 1 mV.

L'uscita digitale verso il software Cerity e ChemStation è disponibile a 11 velocità, comprese tra 0,1 e 200 Hz, in grado di gestire picchi con un'ampiezza da 0,001 a 2 minuti. Impostare questa velocità per il software Cerity o ChemStation in uso.

Uso delle tabelle di controllo dei segnali

Parametro Signal Type

Quando si controllano i segnali del rivelatore, azionare il tasto [Mode/Type] e scegliere l'impostazione adatta nella tabella di controllo Signal Type o, in alternativa, premere un tasto o una combinazione di tasti: ad esempio [Front], [Back], [-], [Col Comp 1] e [Col Comp 2] funzioneranno sia singolarmente sia combinati tra loro. Premere [Back] per il rivelatore posteriore o [Back] [-][Front] per sottrarre il segnale del rivelatore anteriore da quello del rivelatore posteriore.

Le voci riguardanti gli altri segnali (esclusi cioè quelli provenienti dai rivelatori) sono test plot (diagramma di prova), thermal (termico), pneumatic (pneumatico) e diagnostic (diagnostico). Per accedervi, premere [Mode/Type]. I segnali a scopo diagnostico vengono utilizzati dai tecnici di assistenza e non sono trattati in dettaglio in questo manuale.

Il tipo di segnale può essere impostato come evento programmato da eseguire durante l'analisi. Vedere ["Programmazione del tempo di analisi"](#) per ulteriori informazioni.

Valore

Il parametro `Value` nella tabella di controllo del segnale equivale ad `Output` nella tabella di controllo del rivelatore quando il tipo di segnale è `Front` o `Back`. Quando si sta effettuando una sottrazione tra segnali (come in `Front - Back`), `Value` corrisponderà alla differenza. Non è possibile specificare un valore di regolazione per `Value`.

Nell'interpretazione del parametro `Value` può rendersi necessario introdurre un fattore di conversione: ad esempio, un'unità FID corrisponde a un picoampère; un'unità ECD 1 Hz. Le unità associate al rivelatore e ad altri segnali sono riportate nella tabella sottostante.

Tabella 19 Conversione dei segnali

Tipo di segnale	1 unità visualizzata equivale a :
Rivelatore:	
FID, NPD	1,0 pA ($1,0 \times 10^{-12}$ A)
FPD	150pA (150×10^{-12} A)
TCD	25 mV ($2,5 \times 10^{-5}$ V)
μ ECD	1 Hz
Scheda d'ingresso analogica (per collegare il GC a rivelatori non prodotti da Agilent)	15 μ V
Diverso dal rivelatore:	
Termico	1°C
Pneumatico:	
Portata	1 ml/min
Pressione	1 unità di pressione visualizzata (psi, bar o kPa)
Diagnostico	unità miste, alcune senza scala

Premere [Signal 1] o [Signal 2]

SIGNAL 1	
Type:	Front <
Value	0.0
Zero	0.0
Range	0
Attn	0

Molte scelte possibili, vedere i **tipi di segnali** di seguito
 Valore effettivo di uscita del rivelatore
 Solo per segnali di uscita analogici

Per modificare i **tipi di segnali**, premere [Mode/Type]:

SIGNAL 1 TYPE	
*Front	<
Back	
Front - col comp 1	
Front - col comp 2	
Back - col comp 1	
Back - col comp 2	
Col comp 1	
Col comp 2	
Test plot	
Thermal Signals	
Pneumatic Signals	
Diagnostic Signals	

Segnali del rivelatore.
 Passare al segnale adatto, digitare e premere [Enter].

Cromatogramma di prova

Segnali non provenienti dal rivelatore. Passare ad una di queste righe e premere [Enter] per ottenere l'elenco completo dei segnali - vedere pagina successiva.

Figura 20 Tabella di controllo del segnale

Segnali termici:

SIGNAL	1	TYPE
Oven temp	<	
Front inlet temp		
Front det temp		
Aux 1 temp		

Segnali pneumatici:

SIGNAL	1	TYPE
Column 1 flow	<	
Column 2 flow		
Column 1 pres		
Column 2 pres		
F inlet flow		
F inlet pres		
F det H2 pres		
F det air pres		
F det makeup pres		
F det air flow		
F det makeup flow		

I menu secondari riportano solo le voci installate.

Segnali diagnostici:

SIGNAL	1	TYPE
Test signal	<	
Atm pressure		
+5V monitor		
+24V monitor		
+15V monitor		
-15V monitor		
Line sense		
F det ignitor V		
Raw ADC reading		
ADC reading noise		
Mux ADC noise		
Mux ADC offset		
Pneu 10 volts		
Pneu adc offset		
Attn out 1		
Attn out 2		
DAC out 1		
DAC out 2		
F det 1st order		
F det 2nd order		
B det 1st order		
B det 2nd order		
B TCD bridge V		
B TCD valve V		
F det data		
B det data		
F det offset		
B det offset		
Finl module temp		
B inl module temp		
F det module temp		
B det module temp		
Aux module temp		
F inl gas voltage		
Oven rtd reading		
F det rtd reading		
B det rtd reading		
F inl rtd reading		
B inl rtd reading		
Aux 1 rtd reading		
Aux 2 rtd reading		

Impostazioni per il segnale analogico in uscita: Zero, Range e Attenuation

Quando si utilizza un registratore analogico, per lavorare meglio con il segnale talvolta è necessario regolarlo: i parametri Zero, Range, e Attn nella tabella di controllo Signal assolvono a questa funzione.

Premere [Signal 1] o [Signal 2].

Type:	Front
Value	0.0
SIGNAL 1	
Zero	0.0 <
Range	0
Attn	0

Sottrae il valore indicato per la linea di base (premere [On] per impostare Value oppure [Off] per annullare)

Modifica in scala i dati provenienti dal rivelatore (Valori di regolazione validi: da 0 a 13 in base al tipo di rivelatore.)

Modifica in scala la presentazione del segnale in uscita per adattarla al formato del registratore a nastro di carta (valori ammessi: da 0 a 10)

Zero analogico

Questo parametro corregge gli innalzamenti o gli scarti dalla linea di base. Una delle sue applicazioni più comuni è quella di correggere uno spostamento della linea di base verificatosi in seguito a un azionamento delle valvole. Dopo l'azzeramento, il segnale analogico in uscita corrisponde al parametro Value della tabella di controllo meno il valore assegnato al parametro Zero.

Il parametro Zero può essere impostato come evento programmato da eseguire durante l'analisi. Per ulteriori informazioni, vedere ["Procedura: programmazione degli eventi da eseguire durante l'analisi"](#).

Procedura: azzeramento del segnale in uscita

1. Verificare che il rivelatore sia acceso e pronto a funzionare (stato "ready").
2. Premere [Signal 1] o [Signal 2] per accedere alla tabella di controllo del segnale.

SIGNAL 1	
Type:	Front
Value	15
Zero	0.0 <
Range	0
Attn	0

Premere [On] per impostare il segnale (15 in questo caso) o specificare un numero.

3. Scorrere l'elenco fino a posizionarsi su *Zero*.
4. Premere [On] per impostare il parametro *Zero* sul valore attuale del segnale,
oppure
specificare un numero compreso tra -500000 e +500000. Un valore inferiore a quello attuale di *Zero* provocherebbe un innalzamento della linea di base.
Parametro *Range*:

Range - solo per segnali analogici in uscita

Il parametro *Range* è noto anche come guadagno, modifica in scala o dimensionamento. La sua funzione è infatti quella di dimensionare i dati provenienti dal rivelatore in modo da adattarli ai circuiti dei segnali digitali ed evitarne il sovraccarico (livellamento). Il parametro *Range* modifica in scala tutti i segnali analogici (1 mV, 1 V, ecc.)

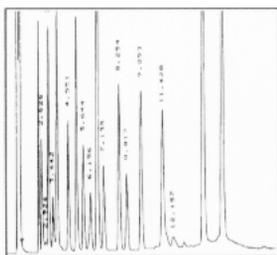
Se un cromatogramma ha un aspetto simile ad A o B nella [Figura 21](#), occorrerà portare in scala tutti i dati (come in C) in modo da rendere visibili su carta tutti i picchi.

I valori di regolazione ammessi vanno da 0 a 13 e rappresentano un esponente di due, quindi corrispondono a 2^0 (1) - 2^{13} (8192). Modificando di 1 il valore di regolazione si modificherà l'altezza del cromatogramma di un fattore 2. I cromatogrammi nella [Figura 21](#) illustrano questo concetto. Usare il più piccolo valore possibile per limitare al massimo eventuali errori di integrazione.

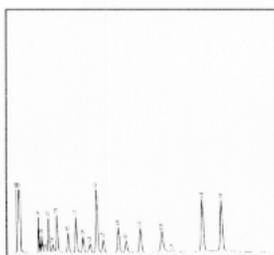
Per la modifica in scala del segnale in uscita, vedere [Tabella 20](#).

Tabella 20 Modifica in scala del segnale in uscita

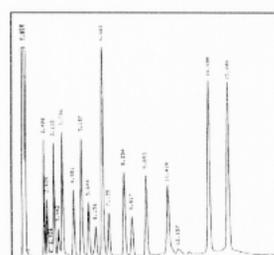
Analogico	Un'unità visualizzata = a	Digitale	1 conteggio visualizzato = a
0 - 1 mV	$1\text{mV}/2^{\text{Range}} \times 2^{\text{Attn}}$	Software Cerity e ChemStation	1 conteggio dell'altezza



A: Range = 0



B: Range = 3



C: Range = 1

Figura 21 Effetti dell'impostazione dei valori sul cromatogramma

Esistono dei limiti per l'impostazione dei valori utilizzabili per alcuni rivelatori. La tabella sotto riportata indica i valori di regolazione ammessi per ciascun rivelatore.

Rivelatore	Valori ammessi (2 ^x)
FID	Da 0 a 13
NPD	Da 0 a 13
FPD	Da 0 a 13
TCD	Da 0 a 6
μ-ECD	Da 0 a 6
Ingresso analogico	Da 0 a 7

Range può essere programmato per essere modificato durante l'analisi. Vedere ["Procedura: programmazione degli eventi da eseguire durante l'analisi"](#) per ulteriori informazioni.

Parametro Attenuation: solo per segnali analogici in uscita

Il parametro Attenuation (Attn) modifica in scala la presentazione dei segnali in uscita diretti ai registratori a carta da 0 - 1 mV. I valori di regolazione ammessi vanno da 0 a 10 e rappresentano un esponente di due, quindi corrispondono a 2^0 - 2^{10} . Come nel caso di Range, diminuendo o aumentando di un'unità il valore di regolazione, si dimezzano o raddoppiano rispettivamente le dimensioni del cromatogramma.

Attenuation si somma a Range. Di conseguenza, il fattore totale di messa in scala è:

$$2^{\text{Range}} \times 2^{\text{Attenuation}}$$

Il parametro Attenuation può essere programmato per essere modificato durante l'analisi. Vedere ["Procedura: programmazione degli eventi da eseguire durante l'analisi"](#) per ulteriori informazioni.

Velocità dei dati

L'integratore o il registratore devono avere una velocità sufficiente a elaborare i dati provenienti dal GC. Se non riescono a restare al passo con il GC, i dati potrebbero venire danneggiati. Ciò si manifesta generalmente con picchi più ampi e perdita di risoluzione.

La velocità viene misurata in termini di larghezza di banda: il registratore o l'integratore devono avere una larghezza di banda doppia rispetto al segnale che si sta misurando.

Il GC consente di operare a due velocità: La velocità più elevata, da utilizzare solo con l'FID, FPD e NPD, consente ampiezze dei picchi minime di 0,004 minuti (larghezza di banda 8 Hz), mentre la velocità standard, che può essere utilizzata con tutti i rivelatori, consente larghezze di picco minime di 0,01 minuti (larghezza di banda 1,6 Hz).

Se si opta per la funzione dei *Fast Peaks* (picchi rapidi), l'integratore deve funzionare intorno ai 15 Hz.

Procedura: selezione dei picchi rapidi

1. Premere [Config][Signal 1] o [Config][Signal2].



2. Premere [ON] (solo FID).

Gestione dei dati digitali

Zero digitale

Le uscite del segnale digitale rispondono al comando `Zero` sottraendo da tutti i valori futuri il livello di segnale registrato durante l'esecuzione del comando.

Innalzamento e abbassamento della linea di base

Alcune operazioni effettuate nel corso dell'analisi, come la modifica del segnale o della valvola di commutazione, possono produrre cambiamenti significativi nella posizione della linea di base del segnale. Ciò può rendere complicata l'elaborazione del segnale da parte di dispositivi esterni. Il GC fornisce due comandi per tabelle di esecuzione allo scopo di ridurre al minimo tali problemi; vedere "[Programmazione del tempo di analisi](#)".

`Store signal value` Salva il valore del segnale registrato al momento del comando.

`Sig zero - value` Calcola un nuovo valore per il parametro zero sottraendo dal valore attuale del segnale il valore memorizzato e applica tale zero a tutti i valori futuri.

Quando questi comandi precedono e seguono un comando che produce uno spostamento della linea di base, quest'ultima ritorna al livello precedente, come illustrato dalla [Figura 22](#).

L'evento `Store` deve precedere l'evento che sposta la linea di base e l'evento `zero - value` deve verificarsi dopo che la linea di base si è stabilizzata al livello raggiunto con lo spostamento.

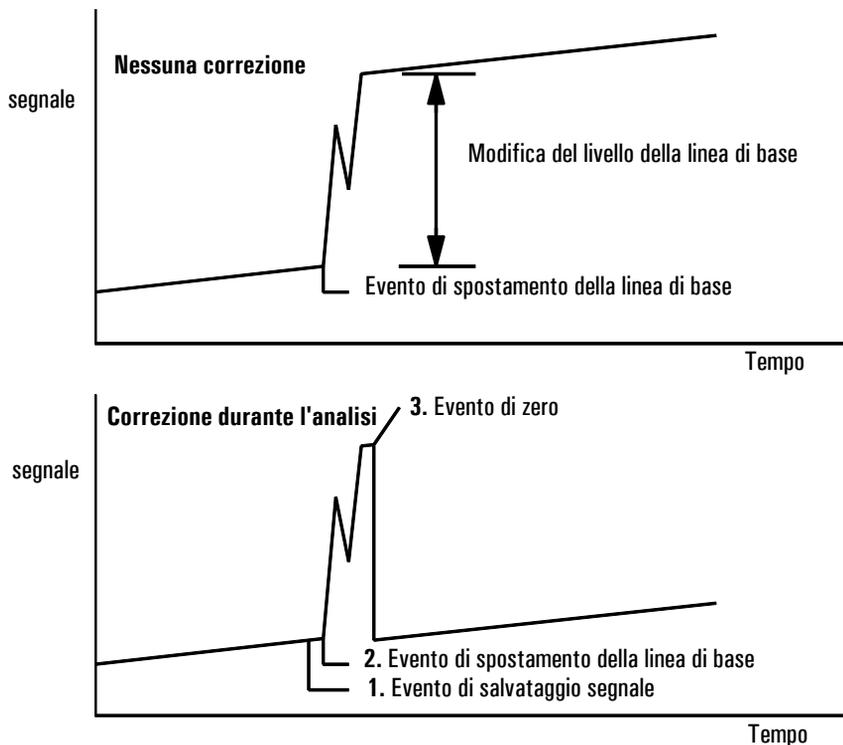


Figura 22 Correzione degli innalzamenti o abbassamenti della linea di base nei segnali digitali

Cerity\ChemStation

Il GC è in grado di elaborare i dati a 11 velocità diverse, ciascuna corrispondente ad un'ampiezza minima di picco. La tabella riporta gli effetti prodotti dalla selezione della velocità dei dati.

Tabella 21 Elaborazione del segnale nella Cerity\ChemStation

Veloc. dati (Hz)	Ampiezza minima picco (minuti)	Rumore relativo	Detector	Tipo colonna
200	0.001	3.1		Diametro ristretto (50 μ m)
100	0.002	2.2	Solo FID/FPD/ NPD	Capillare
50	0.004	1.6		
20	0.01	1		
10	0.02	0.7		
5	0.04	0.5		in
2	0.1	0.3	Tutti i tipi	
1	0.2	0.22		
0.5	0.4	0.16		
0.2	1.0	0.10		
0.1	2.0	0.07		"Impaccata lenta"

La velocità dei dati non è modificabile durante l'analisi.

Alle velocità di campionamento più elevate si noterà una crescita del rumore di fondo relativo. Raddoppiando la velocità dei dati si può raddoppiare anche l'altezza dei picchi, mentre il rumore di fondo relativo aumenta del 40%; nonostante questo aumento, il rapporto segnale-rumore è comunque migliore alle velocità elevate.

Il vantaggio si determina tuttavia solo se la velocità originaria era tanto bassa da causare un allargamento dei picchi e una riduzione della risoluzione. Si consiglia pertanto di scegliere la velocità in modo che il prodotto tra la velocità dei dati e l'ampiezza dei picchi sia compreso tra 10 e 20.

La [Figura 23](#) mostra il rapporto tra il rumore di fondo relativo e la velocità di campionamento dei dati. Il rumore diminuisce al diminuire della velocità, fino a quando quest'ultima non si attesta intorno ai 5 Hz. Mentre rallenta la velocità di campionamento possono subentrare altri fattori, quali ad esempio il rumore termico, che aumentano il livello di disturbo.

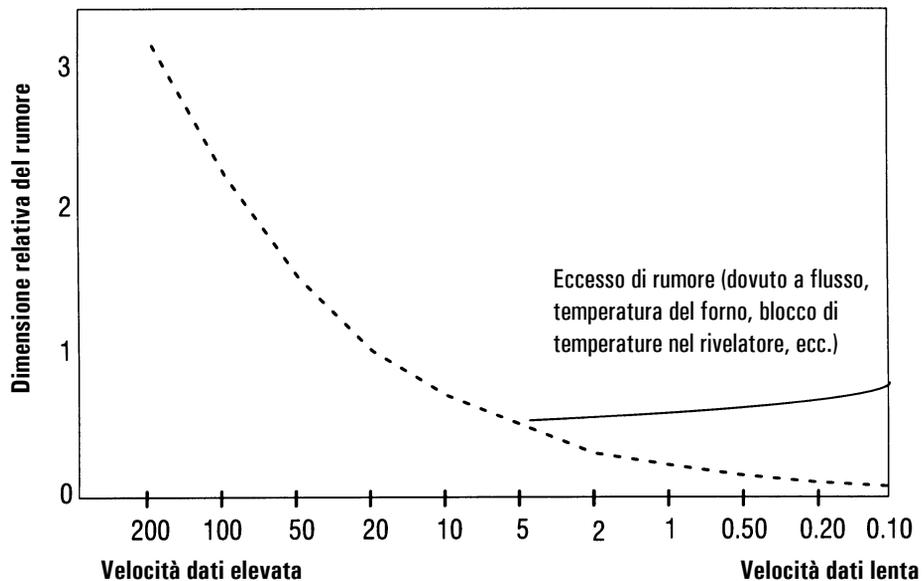


Figura 23 Rapporto rumore di fondo/velocità dei dati

Compensazione della colonna

I picchi vengono integrati in modo più accurato e ripetibile su di una linea di base piatta rispetto ad una linea di base ascendente. La compensazione della colonna corregge gli innalzamenti della linea di base durante la programmazione della temperatura. Ciò si effettua tramite una corsa in bianco, senza iniezione di campione. Questa esecuzione viene salvata e sottratta dall'esecuzione *reale* allo scopo di produrre una linea di base piatta. La [Figura 24](#) illustra il concetto.

Nel corso dell'esecuzione per la compensazione della colonna tutte le condizioni analitiche devono essere identiche a quelle *reali*. Devono essere usati la stessa colonna e lo stesso rivelatore, funzionanti alla stessa temperatura e con le stesse condizioni di flusso del gas. Si possono memorizzare due diversi profili della linea di base (come [Col Comp 1] e [Col Comp 2]).

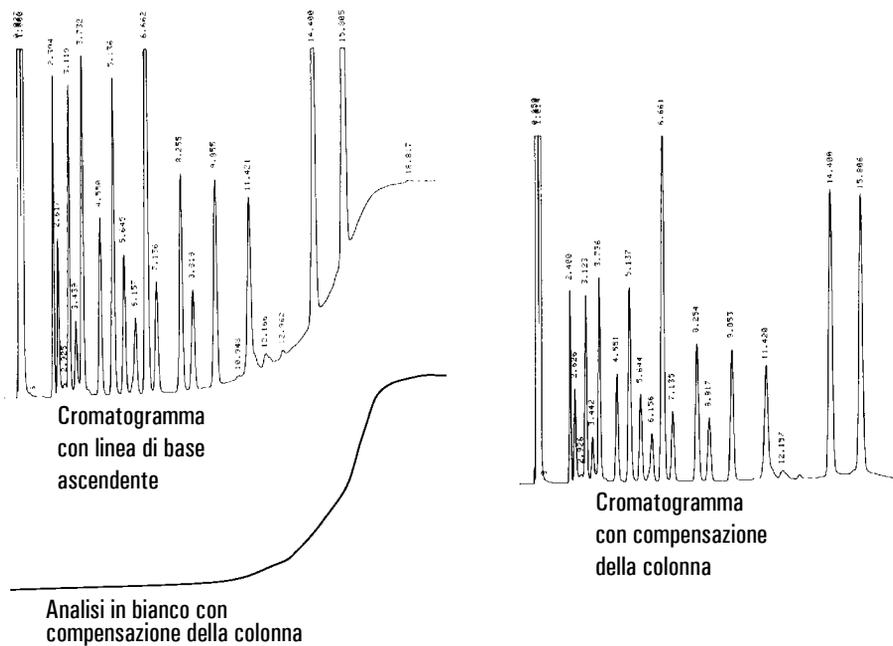
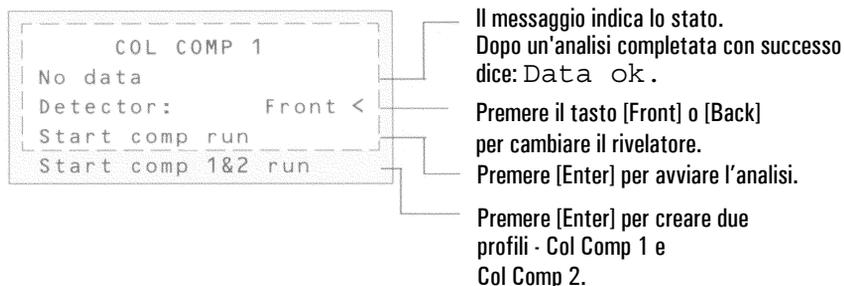


Figura 24 Compensazione della colonna

Procedura: creazione di un profilo di compensazione della colonna

1. Preparare lo strumento per l'analisi.
2. Eseguire un'analisi in bianco per verificare che la linea di base sia "pulita": questa operazione è di particolare importanza se le condizioni sono variate oppure se il GC è rimasto inattivo per diverse ore.
3. Premere [Col Comp 1] o [Col Comp 2] per aprire la tabella di controllo.
4. Premere [Front] o [Back] a seconda del rivelatore utilizzato.



5. Selezionare Start comp run o Start comp 1&2 run. Premere [Enter].
 - a. Start comp run crea un profilo.
 - b. Start comp 1&2 run crea due profili (usando rivelatori e colonne diverse, ma lo stesso programma per la temperatura del forno).
6. Se l'analisi riesce, la prima riga della tabella di controllo indica: Data ok, e compaiono in fondo un'ora e una data.

Procedura: analisi con compensazione della colonna

1. Impostare le condizioni cromatografiche: dovranno essere identiche a quelle fissate nell'analisi con la quale è stata memorizzata la compensazione della colonna, ad eccezione del parametro Final time nell'ultimo gradiente del programma per la temperatura, che può essere più lungo o più breve.
2. Premere [Signal 1] o [Signal 2] per accedere alla tabella di controllo del segnale.

3. Scorrere fino a `Type:` e premere `[Mode/Type]`.

Premere `[Signal 1]` o `[Signal 2]`

SIGNAL 1	
Type:	Front <
Value	0.0
Zero	0.0
Range	0
Attn	0

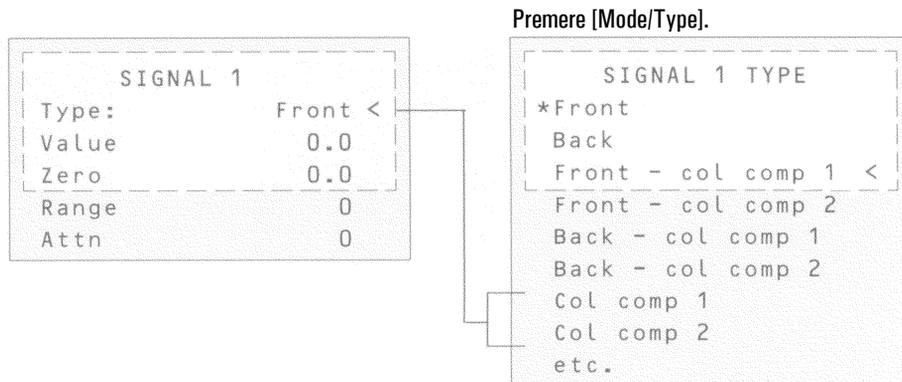
Premere `[Mode/Type]`

SIGNAL 1 TYPE	
*Front	
Back	
Front - col comp 1	<
Front - col comp 2	
Back - col comp 1	
Back - col comp 2	
Col comp 1	
Col comp 2	
etc.	

4. Scegliere `Front - col comp 1` o una delle altre tre opzioni di compensazione della colonna presenti nell'elenco.
5. Specificare i valori di regolazione per `Zero`, `Range` e `Attn`, se necessario.
6. Avviare l'analisi.

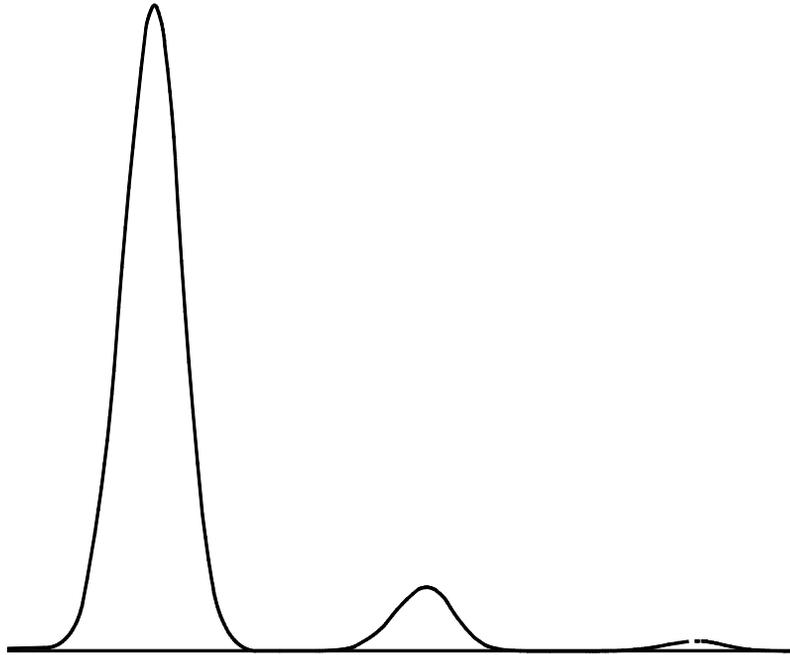
Procedura: rappresentazione grafica di un profilo di compensazione della colonna memorizzato

1. Premere `[Signal 1]` o `[Signal 2]` per aprire la tabella di controllo del segnale.
2. Scorrere fino a `Type:` e premere `[Mode/Type]`.
3. Scegliere `Col comp 1` o `Col comp 2`.
4. Premere `[Start]`.



Cromatogramma di prova

La funzione Test plot genera internamente un “cromatogramma” assegnabile a un canale di uscita del segnale. Il cromatogramma è composto da tre picchi ripetuti separati sulla linea di base. L’area del più grande è di circa 1 Volt/sec, quella del picco centrale è 0,1 volte quella del più grande, infine quella del più piccolo è 0,01 volte la più grande.



Il Test plot può servire a verificare il funzionamento dei dispositivi esterni di elaborazione dei dati senza dover eseguire ripetutamente l’analisi cromatografica. È utilizzabile anche come segnale stabile per confrontare i risultati ottenuti dai diversi dispositivi di elaborazione dei dati.

7 Automazione dello strumento

**Esecuzione degli eventi durante
l'analisi**

Programmazione del tempo di analisi

**Uso degli eventi programmati
da eseguire durante l'analisi**

Procedura: programmazione
degli eventi da eseguire durante
l'analisi

La tabella di esecuzione

Procedura: inserimento degli
eventi nella tabella di esecuzione

Procedura: modifica degli eventi
nella tabella di esecuzione

Procedura: cancellazione degli
eventi da eseguire durante
l'analisi

Programmazione a tempo

Uso degli eventi a tempo

Procedura: programmazione
a tempo di eventi

Procedura: inserimento
degli eventi nella tabella oraria

Procedura: modifica
degli eventi a tempo

Procedura: cancellazione
degli eventi a tempo

Automazione dello strumento

Esecuzione degli eventi durante l'analisi

Automatizzare lo strumento significa programmare gli eventi in modo che questi si verifichino al momento desiderato durante l'analisi, attraverso la tabella di esecuzione, oppure effettuare una programmazione a tempo con la tabella oraria. Ciascuna delle due tabelle offre la possibilità di eseguire fino a 25 eventi programmati.

Programmazione del tempo di analisi

In questo tipo di programmazione alcuni valori di regolazione cambiano automaticamente durante l'analisi, in funzione del tempo dell'analisi cromatografica: ad esempio, un evento che è programmato a 2 minuti si verificherà 2 minuti dopo ogni iniezione.

Questa programmazione consente di:

- controllare la commutazione della colonna o di altre valvole,
- modificare i parametri Signal Type, Zero, Range e Attn,
- controllare un canale ausiliario di pressione,
- cambiare la polarità di un rivelatore a conduttività termica (TCD),
- attivare o disattivare il flusso di idrogeno al rivelatore azoto-fosforo (NPD),
- arrestare (congelare) e riprendere il valore di un segnale

Le modifiche vengono inserite in una tabella di esecuzione che specifica il parametro da modificare, il momento della variazione e il nuovo valore. Al termine dell'analisi cromatografica, gran parte delle impostazioni modificate tramite la tabella torneranno al loro valore originario.

Questo non vale per le valvole che, pur programmabili, *non* tornano alla posizione originaria al termine dell'analisi. Anche il ripristino nella vecchia posizione deve perciò essere espressamente programmato nella tabella. Vedere "[Controllo delle valvole](#)".

Uso degli eventi programmati da eseguire durante l'analisi

La programmazione degli eventi viene effettuata con il tasto [Run Table].

Durante un'analisi è possibile controllare:

- le valvole (1-8);
- la valvola multiposizione
- il tipo di segnale (vedere [pagina 173](#));
- i parametri Zero, Attn e range per il segnale analogico;
- il parametro Zero ed il valore della linea di base per il segnale digitale (vedere pagina [pagina 181](#));
- la pressione dei canali ausiliari (3, 4, 5);
- la polarità negativa (attivazione/disattivazione) del TCD;
- il flusso di H₂ (attivazione/disattivazione) all'NPD;
- l'arresto (congelare) e la ripresa del valore di un segnale

Procedura: programmazione degli eventi da eseguire durante l'analisi

1. Premere [Run Table] per aprire la tabella di controllo dei tempi dell'analisi.
Se non esistono ancora voci programmate, comparirà il seguente messaggio.

```
-----  
RUN TIME TABLE  
No entries in table.  
(Press MODE/TYPE  
to select new entry)  
-----
```

2. Premere [Mode/Type] per visionare i tipi di eventi.

```
-----  
RUN TIME TABLE TYPE  
Valve  
Multipos valve  
Signal definition  
Signal zero  
Signal range  
Detector H2O flow  
Detector polarity  
Store Signal value  
Sig zero - value  
Freeze sig. value  
Resume sig. value  
-----
```

Nota: compariranno solo i tipi
compatibili con la configurazione
impostata.

3. Passare al tipo di evento da programmare.

```
-----  
RUN TIME TABLE TYPE  
RUN TABLE (1 of 1)  
Time:          0.00  
Type:   Sig 1 zero  
Setpoint      On  
-----
```

Tempo per evento previsto
Tipo di evento per la voce n.1
Parametro del valore di regolazione:
cambia in base al tipo di evento

4. Inserire i valori per i parametri Time: e Setpoint:.

La tabella di esecuzione

Gli eventi programmati sono elencati in ordine di esecuzione nella Run Table (tabella di esecuzione). Vediamo il breve esempio riportato nella figura:

RUN TABLE (1 of 3)	
Time: 0.10	
Type: Valve #2	
Setpoint On	
RUN TABLE (2 of 3)	
Time: 3	
Type: Sig 1	
att	
Setpoint 2	
RUN TABLE (3 of 3)	
Time: 4.20	
Type: Valve #2	

L'evento 1 fa ruotare una valvola, che potrebbe essere una valvola di commutazione su colonna.

L'evento 2 regola l'attenuazione del segnale. Al termine dell'analisi verrà reimpostato sul valore originario.

L'evento 3 reimposta la valvola #2 alla sua posizione originale in preparazione per un'altra analisi. Le valvole non si reimpostano in automatico.

Figura 25 Un esempio della Run Table

Procedura: inserimento degli eventi nella tabella di esecuzione

1. Per aggiungere altri eventi alla tabella di esecuzione, premere [Mode/Type] mentre ci si trova sulla riga Time: o Type: di qualsiasi voce.
2. Selezionare il tipo di evento.
3. Impostare opportunamente i parametri Time: e Setpoint.

Ripetere l'operazione fino ad aver inserito tutte le voci desiderate. Gli eventi verranno classificati automaticamente in base all'ordine di esecuzione.

Procedura: modifica degli eventi nella tabella di esecuzione

1. Premere [Run Table].
2. Spostare il cursore sull'evento da modificare.
3. Per modificare l'ora di esecuzione dell'evento, spostarsi sulla riga Time. Specificare l'ora desiderata e premere [Enter].
4. Per modificare un valore di regolazione, spostarsi sulla voce desiderata facendo scorrere l'elenco e premere il tasto [On] o [Off] oppure specificare un valore numerico. Premere [Enter].

Procedura: cancellazione degli eventi da eseguire durante l'analisi

1. Premere [Run Table] per accedere alla tabella dei tempi di esecuzione.
2. Una volta nella tabella, premere il tasto [Delete] per cancellare gli eventi non più necessari. Premendo [Delete] all'interno di una tabella verrà visualizzato il seguente display:

```
RUN TIME TABLE
Delete this event?
ENTER to delete
CLEAR to cancel
```

3. Premere [Enter] per cancellare l'evento programmato attivo; premere [Clear] per annullare l'operazione.

```
RUN TIME TABLE
Delete entire table?
ENTER to delete
CLEAR to cancel
```

Programmazione a tempo

La programmazione a tempo comporta la modifica automatica di alcuni valori di regolazione al momento specificato (nella giornata di 24 ore). Perciò, un evento programmato per le 14:35 avrà luogo alle 2:35 del pomeriggio. Un'analisi o una sequenza già in esecuzione ha la precedenza su qualsiasi evento programmato per quel momento: l'evento non viene quindi eseguito.

Tra gli eventi programmabili a tempo sono previsti:

- il controllo delle valvole,
- il caricamento di metodi e sequenze,
- l'avvio di sequenze,
- la predisposizione di analisi in bianco e preparatorie,
- le modifiche per la compensazione della colonna,
- la regolazione dello scarto di rivelazione.

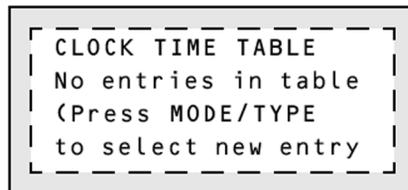
Uso degli eventi a tempo

La funzione Clock Table (tabella oraria) consente di programmare gli eventi che dovranno verificarsi in una giornata (basata sull'orologio a 24 ore). Gli eventi così programmati che dovrebbero verificarsi durante un'analisi o una sequenza verranno ignorati.

La tabella oraria può ad esempio essere utilizzata per avviare un'analisi prima di arrivare in ufficio la mattina.

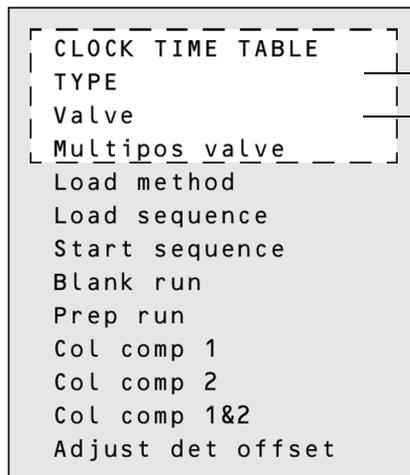
Procedura: programmazione a tempo di eventi

1. Premere [Clock Table] per accedere alla tabella di controllo della tabella oraria. Se non esistono eventi già programmati comparirà il messaggio che segue.



```
CLOCK TIME TABLE
No entries in table
(Press MODE/TYPE
to select new entry
```

2. Premere [Mode/Type] per visualizzare i tipi di programmi a tempo.



```
CLOCK TIME TABLE
TYPE
Valve
Multipos valve
Load method
Load sequence
Start sequence
Blank run
Prep run
Col comp 1
Col comp 2
Col comp 1&2
Adjust det offset
```

Visibili solo se lo strumento
è provvisto di valvole

3. Scorrere l'elenco fino a selezionare il parametro da programmare.

Se ad esempio l'evento "Load Method" viene selezionato come evento a tempo n. 1, il contenuto del display sarà simile a quello sottostante.

4. Modificare i valori di Time: e Method#: per questo evento.

```
CLOCK TBL(1 of 1)
Time:          10:00
Type:Load method
Method#:       1
```

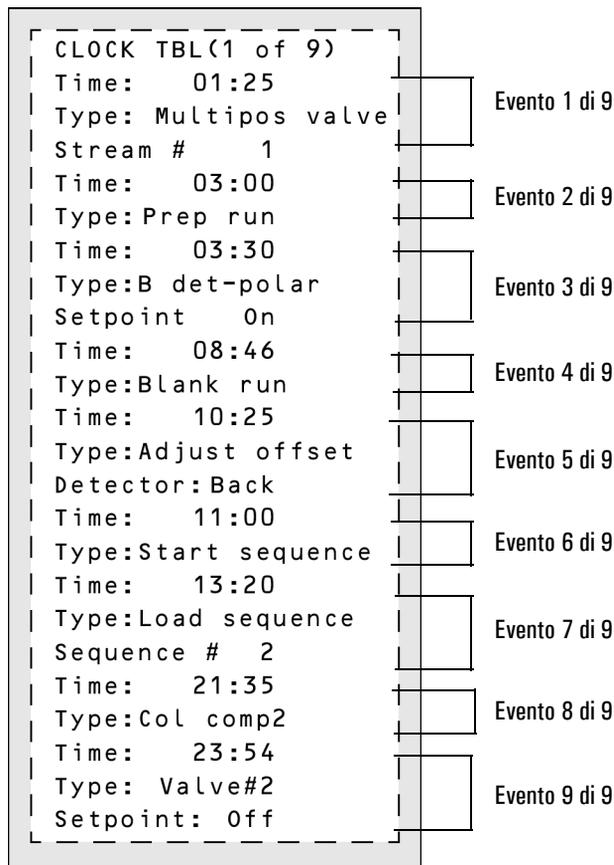
Ora programmata per l'evento
Tipo di evento per la voce n.1
Il parametro impostato
cambia in base al tipo di evento

Si programma così il momento specifico in cui il GC caricherà il metodo predeterminato.

5. Dopo l'esecuzione dell'evento a tempo appare la seguente schermata:

```
CLOCK TABLE EVENT
Executed at 10:00
Method:#1 Loaded
```

Lo strumento emette un segnale acustico dopo l'esecuzione dell'evento.



La tabella oraria riprende alle 01:25 della mattina seguente con un evento riguardante una valvola multiposizione.

Figura 26 Esempio di tabella oraria

Nota: quella raffigurata *non* è una tabella oraria realistica. È stata creata per illustrare una gamma di eventi che possono essere programmati e per dimostrare che le dimensioni di ogni inserimento dipendono dai parametri richiesti per quell'evento.

È possibile programmare fino a 25 eventi a tempo.

Procedura: inserimento degli eventi nella tabella oraria

1. Premere [Clock Table].
2. Per inserire nuovi eventi nella tabella oraria, premere [Mode/Type]. Durante l'inserimento gli eventi vengono disposti automaticamente in ordine cronologico.
3. Selezionare il tipo di evento successivo.
4. Impostare i parametri del caso.

Ripetere il procedimento fino ad aver inserito tutte le voci desiderate.

Procedura: modifica degli eventi a tempo

1. Premere [Clock Table] per visionare tutti gli eventi programmati.
2. Scorrere l'elenco fino a posizionarsi sull'evento da modificare.
3. Per modificare l'ora di esecuzione dell'evento, spostarsi sulla riga Time e digitare l'ora desiderata.
4. Per modificare un valore di regolazione, spostarsi sulla voce desiderata facendo scorrere l'elenco e premere il tasto [On] o [Off] oppure specificare un valore numerico.

Procedura: cancellazione degli eventi a tempo

1. Premere [Clock Table].
2. Premere il tasto [Delete] per cancellare gli eventi dalla tabella oraria.
Premendo [Delete] all'interno di una tabella verrà visualizzato il seguente display:

```
CLOCK TABLE EVENT
Delete this event?
ENTER to delete,
CLEAR to cancel
```

3. Premere [Enter] per cancellare l'evento programmato attivo; premere [Clear] per annullare l'operazione.

Per cancellare l'intera tabella, premere [Delete] [Clock Table].
Verrà visualizzato il seguente display:

```
CLOCK TABLE EVENT
Delete entire table?
ENTER to delete,
CLEAR to cancel
```

8 Metodi analitici

Cos'è un metodo?

Cosa si può fare con un metodo?

Creazione di un metodo

Procedura: memorizzazione
di un metodo

Procedura: caricamento
di un metodo memorizzato

Procedura: caricamento
del metodo predefinito

Incongruenze fra metodi

Modifiche alla configurazione
specificate dall'utente

Modifiche alla configurazione
hardware

Procedura: modifica
di un metodo memorizzato

Procedura: cancellazione
di un metodo memorizzato

I listati dei metodi

Metodi analitici

Cos'è un metodo?

Un metodo analitico è costituito da una serie di valori di regolazione necessari per analizzare un campione singolo sul gascromatografo serie 6890. I metodi permettono di ripristinare una determinata configurazione dello strumento senza dover reinserire tutti i valori.

Potremmo paragonare un metodo a una serie di tabelle di controllo già complete che contengono le informazioni sui programmi per la temperatura del forno, i programmi per la pressione, le temperature degli iniettori, ecc. In realtà sul GC esiste sempre un metodo attivo, è il complesso delle condizioni che controllano lo strumento in quel momento. La creazione del metodo avviene memorizzando quelle condizioni come metodo numerato tramite il tasto [Store].

Esistono tre tipi di metodo:

- il metodo attivo: le impostazioni in uso,
- i metodi memorizzati: uno dei cinque metodi memorizzabili nel GC,
- il metodo di default: un gruppo di parametri preimpostati per il GC. Può essere ripristinato in qualsiasi momento.

Cosa si può fare con un metodo?

Un metodo può essere:

- **creato**, impostando il GC come desiderato: è il metodo attivo;
- **memorizzato**, premendo [Store] ed assegnando al metodo un numero di identificazione da 1 a 5;
- **caricato** premendo [Load] e specificando il numero di metodo da caricare. Quando si carica un metodo vengono sostituiti i valori di regolazione del metodo attivo.
- **modificato** caricandolo, effettuando le modifiche desiderate e memorizzandolo servendosi del numero originale. La nuova versione sostituisce quella nuova.

La tabella che controlla lo stato dei metodi indica l'ora e la data di memorizzazione dei metodi. Per accedere alla tabella, premere [Method].

STORED METHODS		
1:	<empty>	<
2:	13:25 16 Feb 94	
3:	<empty>	
4:	<empty>	
5:	14:02 16 Feb 94	
Set default method		

Stato del metodo. <empty> significa che nessun metodo è archiviato. Se un metodo è archiviato l'ora e la data dell'ultimo salvataggio compaiono sul display.

Impostare il metodo di default. Sostituire il metodo attivo con i valori di default.

Creazione di un metodo

Un metodo dipende dalla configurazione dello strumento, perché è costituito da un insieme di tabelle di controllo con i valori di regolazione usati per l'analisi. Di seguito sono riportati i parametri per i quali si possono memorizzare i valori di regolazione durante lo sviluppo del metodo.

- Oven (forno)
- Front/Back inlet (iniettore anteriore/posteriore)
- Column 1 & 2 (colonna 1 & 2)
- Front/Back detector (rivelatore anteriore/posteriore)
- Signals 1 & 2 (segnali 1 & 2)
- Aux #1-5 (canali ausiliari 1-5)
- Post run (fase post-analisi)
- Valve # 1-8 (valvole 1-8)
- Run time table (tabella di esecuzione)
- Front and back injectors (iniettori anteriori/posteriori)
- Sample tray (vassoio portacampione)

Questi parametri vengono salvati durante lo spegnimento del GC e caricati automaticamente quando si riaccende lo strumento. Se tuttavia sono state effettuate modifiche all'hardware (per esempio è stato cambiato o aggiunto un rivelatore) mentre lo strumento era spento, talvolta non è possibile ripristinare tutti i valori di regolazione contenuti nel metodo.

Procedura: memorizzazione di un metodo

Per memorizzare un metodo:

1. premere [Method] e posizionarsi (scorrendo il contenuto del display) sul numero del metodo da usare.

```
1: <empty>
2: 13:25 16 Feb 94
3: <empty>
  STORED METHODS
4: <empty>
5: 14:02 16 Feb 94
Set default method <
```

2. Premere il tasto [Store]. Verrà chiesto di confermare la memorizzazione.

```
STORE METHOD
Store method 1?
ENTER to store,
CLEAR to cancel
```

3. [Enter] memorizza il metodo usando il numero scelto. [Clear] riporta alla tabella di controllo STORED METHODS senza memorizzare il metodo.
4. Se esiste già un metodo abbinato al numero scelto compare il seguente display:

```
STORE METHOD
Method 2 exists,
ENTER to overwrite,
CLEAR to cancel
```

- [Enter] sostituisce al metodo esistente il nuovo metodo e riporta alla tabella di controllo STORED METHODS.
- [Clear] riporta alla tabella di controllo STORED METHODS senza memorizzare il metodo.

Procedura: caricamento di un metodo memorizzato

Per caricare un metodo memorizzato:

1. Premere [Method] per accedere alla tabella di controllo STORED METHODS.
2. Posizionarsi sul metodo da caricare facendo scorrere il contenuto del display.

```
1:    <empty>
2:  13:25  16 Feb 94
3:    <empty>
  STORED METHODS
4:    <empty>
5:  14:02  16 Feb 94
Set default method <
```

3. Premere il tasto [Load].

A questo punto compare un messaggio che richiede di caricare il metodo premendo [Enter] o di annullare la funzione premendo [Clear].

4. Premere [Enter] per caricare il metodo. Il metodo selezionato andrà a sostituire il metodo attivo.

```
LOAD METHOD

Method 1 loaded
```

[Clear] annulla la funzione e riporta alla tabella di controllo STORED METHODS.

Procedura: caricamento del metodo predefinito

I parametri predefiniti del GC sono ricaricabili in qualsiasi momento.

1. Premere [Method].
2. Far scorrere il contenuto del display fino a posizionarsi su Set default method.

```
1:      <empty>
2: 13:25  16 Feb 94
3:      <empty>
  STORED METHODS
4:      <empty>
5: 14:02  16 Feb 94
Set default method <
```

3. Premere [Enter].

Vedere ["La tastiera e il display"](#).

Incongruenze fra metodi

I messaggi che segnalano le incongruenze con un metodo appaiono quando il metodo caricato contiene parametri che non corrispondono all'attuale configurazione del GC. In questi casi è possibile ignorare i valori di regolazione che non coincidono.

Le incongruenze sono causate da modifiche inserite dall'utente (ad es. una scelta diversa del gas di trasporto o altro) o da modifiche all'hardware (un TCD sostituito con un FID) effettuate dopo la memorizzazione del metodo.

Modifiche alla configurazione specificate dall'utente

In genere le modifiche alla configurazione tra il metodo memorizzato e il metodo attivo vengono segnalate da appositi messaggi. Il metodo attivo sovrascriverà la modifica al parametro.

```
LOAD METHOD
Method configuration
mismatch, press
STATUS for details
```

Premere [Status] per vedere quali parametri causano l'incongruenza.

```
STATUS - Not Ready
Back det shutdown
Oven temp
METHOD MISMATCH(ES):
Oven maximum temp
Valve config
```

Incongruenze tra i metodi—compare un messaggio se è stata modificata la configurazione hardware o quella inserita dall'utente.

Modifiche alla configurazione hardware

Quando si effettuano modifiche all'hardware, può accadere che alcune parti del metodo vengano ignorate. In tal caso apparirà un messaggio che lo segnala. Supponiamo ad esempio di sostituire un FID frontale con un μ -ECD. Se a questo punto si richiama il metodo che prevede l'uso del FID, i valori di regolazione del rivelatore non possono essere caricati: verranno quindi ignorati mentre avranno validità i valori correnti relativi all' μ -ECD. Tutti gli altri valori compatibili verranno caricati.

Procedura: modifica di un metodo memorizzato

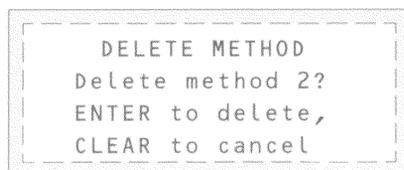
Quando si carica un metodo, questo andrà a sostituire il metodo attivo.

Per modificare un metodo precedentemente memorizzato occorre:

1. caricare il metodo desiderato,
2. inserire le modifiche del caso,
3. memorizzare il metodo con lo stesso numero di identificazione (sovrascrivendo così il metodo originale) *oppure* memorizzare il metodo assegnandogli un numero diverso.

Procedura: cancellazione di un metodo memorizzato

1. Una volta all'interno della tabella, posizionarsi sul metodo desiderato facendo scorrere il contenuto e premere [Delete]. Successivamente apparirà la seguente richiesta:



2. Per cancellare il metodo, premere [Enter].
3. Per annullare la cancellazione del metodo, premere [Clear].

I listati dei metodi

Quando un GC 6890 trasmette un listato formattato dei metodi a un dispositivo esterno, il listato riporta i valori di regolazione del sistema pneumatico relativi alla temperatura iniziale (inizio dell'analisi) del forno, a prescindere dalla sua temperatura attuale.

Con questo accorgimento si ottengono listati omogenei che dipendono solo dal contenuto del metodo e che non sono invece influenzati dallo stato attuale dello strumento.

Di conseguenza, i valori di regolazione del sistema pneumatico elencati su un integratore (o un altro prodotto che usi il listato formattato dei metodi) possono differire dai valori di regolazione che contemporaneamente appaiono sul display del GC 6890.

9 Il campionatore automatico

Tabella di controllo dell'iniettore

Procedura: modifica delle impostazioni dell'iniettore

Configurazione dell'iniettore

Procedura: configurazione di un iniettore con torretta ad 8 vial di campione

Procedura: configurazione di un iniettore con torretta a tre vial di campione

Valori di regolazione per il vassoio portacampioni

Procedura: modifica delle impostazioni del vassoio portacampioni

Procedura: configurazione del lettore di codice a barre

Salvataggio dei valori di regolazione per l'iniettore

Il campionatore automatico per liquidi

Questa sezione descrive come configurare ed usare l'ALS.

Il campionatore automatico per liquidi è composto da una o due torri di iniezione, da un lettore di codici a barre e da un vassoio portacampioni. Per specificare i valori di regolazione per l'iniettore e il vassoio e per controllare semplici sequenze, si usa la tastiera del GC. Il campionatore è costituito dalle parti che seguono.

- *Torre di iniezione*: che contiene una siringa per l'iniezione del campione. Per iniettare in entrambi gli iniettori si possono montare due torri. La torre può essere sopraelevata rispetto all'iniettore e appoggiata su montanti dietro il GC.
- *Vassoio portacampioni*: contiene al massimo 100 vial di campione.
- *Torretta portacampioni*: contiene i vial del campione, di scarico e di lavaggio.
- *Lettore di codici a barre*: legge e decodifica i codici a barre.

Per ulteriori informazioni sul campionatore automatico per liquidi, riferirsi a Operation Guide (codice n. G2612-94117).

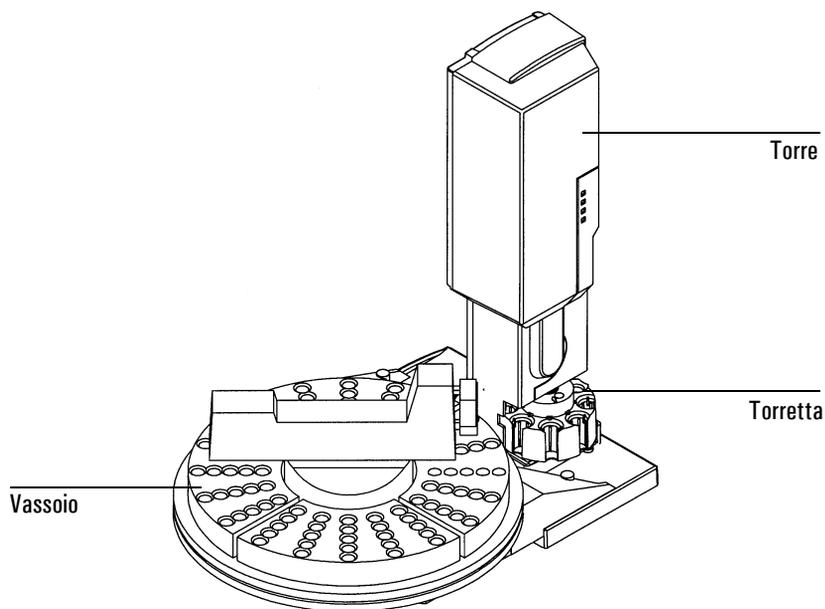


Figura 27 Componenti del campionatore automatico

Tabella di controllo dell'iniettore

Premere [Front Injector] o [Back Injector].

FRONT INJECTOR	
Injection vol	1.0<
#Sample pumps	1
Viscosity delay	1
#Sample washes	1
#Solv A washes	1
Stop plunger	Off
Pre dwell time	0.10
Post dwell	0.10
Sampling offset	2.0
#Solv A pre wash	2
#Solv B pre wash	2

Injection volume: Volume campione da iniettare. Premere [Mode/Type] per effettuare la selezione. I volumi disponibili dipendono dalle dimensioni configurate per la siringa. Vedere [“Configurazione dell'iniettore” a pagina 215](#).

- Le scelte possibili rappresentano il 2%, 10%, 20%, 30%, 40% e 50% delle dimensioni della siringa
- Per disattivare l'iniettore, mettere il volume di iniezione nella posizione Off

Number of sample pumps: numero di corse effettuate dal pistone della siringa, con l'ago introdotto nel campione, per espellere le bolle d'aria e per migliorare la riproducibilità.

Viscosity delay: numero di secondi in cui il pistone si ferma dopo aver aspirato il campione (ago nel campione). In caso di particolare densità del campione, la pausa consente al campione di salire nella parte di vuoto creata nella siringa.

Number of sample washes: numero di lavaggi con il campione a cui viene sottoposta la siringa prima dell'iniezione. L'iniettore introduce l'ago nel vial del campione, riempie la siringa per otto decimi della sua capacità totale e la svuota nei flaconi di scarico.

Number of solvent A washes: numero di lavaggi a cui viene sottoposta la siringa con il solvente prelevato dal flacone A.

Number of solvent B washes: numero di lavaggi a cui viene sottoposta la siringa con il solvente prelevato dal flacone B.

Slow plunger: velocità del pistone della siringa durante l'iniezione. Questo parametro consente di ridurre la velocità del pistone e trattenere l'ago della siringa nell'iniettore del GC per 4 secondi dopo l'iniezione. Attivando l'impostazione On si raggiunge la velocità di 5 µl/sec (con una siringa da 10 µl); Off è circa 20 volte più rapido. La velocità del pistone durante il pompaggio e l'eliminazione dei residui non cambia.

Dwell times: tempo in minuti per il quale l'ago rimane all'interno dell'iniettore del GC prima e dopo l'iniezione.

Sampling offset: consente una profondità di campionamento nel vial variabile.

Procedura: modifica delle impostazioni dell'iniettore

Accedendo a ciascuno dei due tasti relativi all'iniettore si ha la possibilità di modificare i valori di controllo, come il volume di iniezione, i lavaggi con il solvente e con il campione.

Per modificare i valori di regolazione dell'iniettore.

1. Premere [Front Injector] o [Back Injector].
2. Far scorrere l'elenco fino a raggiungere il valore di regolazione desiderato.
3. Specificare un valore oppure attivare o disattivare il valore di regolazione.
 - Premere [Mode/Type] per scegliere una dimensione per la siringa.

Configurazione dell'iniettore

Posizione della torre

I cavi dell'iniettore sono collegati alla porta INJ1 o INJ2 del modulo di controllo. Questo parametro identifica la torre e l'iniettore del GC su cui essa è posizionata. Se l'iniettore è uno solo, non occorre spostare i cavi quando si sposta la torre: basta semplicemente riconfigurare la posizione della torre.

Modalità del flacone di scarico

Per controllare le posizioni del flacone di scarico della torretta servirsi del tasto [Mode/Type]:

- Use both A and B permette di passare alternativamente da un flacone all'altro
- Use only A bottle indica di utilizzare esclusivamente il flacone A
- Use only B bottle indica di utilizzare esclusivamente il flacone B

Use B2 wash

Si può abilitare questa opzione per l'uso di due vial da 4 ml di solvente B, aumentando così il numero di analisi che si possono effettuare prima di dover riempire di nuovo i vial di solvente.

- Utilizzare lo stesso solvente nelle posizioni B e B2. (Questa opzione non consente di utilizzare un terzo solvente.)
- Usare la torretta da tre vial.

Dato che la capacità del solvente è ora di 6 ml (2 ml per ogni vial di solvente A, B e B2), si **devono** usare due vial di scarico. Vedere *Modalità del flacone di scarico* sopra.

- Configurare ogni iniettore separatamente.

Ricordare che il numero di lavaggi con solvente B per ogni iniezione non cambia. L'iniettore alterna semplicemente l'uso dei due vial di solvente B.

Procedura: configurazione di un iniettore con torretta ad 8 vial di campione

1. Premere [Config][Front Injector] o [Config][Back Injector].

```
┌───┐
│   CONFIG F INJECTOR   │
│ Front Tower      INJ1  │
│ Syringe size    10.0  │
│ Tower fan      _ Off  │
└───┘
```

2. Quando il cursore si trova sulla riga relativa alla torre, impostare la posizione della torre su INJ1 o INJ2 usando i tasti [On] o [Off].
3. Inserire un valore per Syringe size, in μL .
4. Con il cursore posizionato su Tower Fan, servirsi del tasto [On] o [Off] per selezionare l'utilizzo della ventola.
 - In generale, è preferibile lasciare la ventola sulla posizione On.

Procedura: configurazione di un iniettore con torretta a tre vial di campione

1. Premere [Config] [Front Inlet] o [Config] [Back Injector].

```
┌───┐
│   CONFIG B INJ   │
│ Back Tower      INJ1  │
│ Use B2 wash      On  │
│ Waste Btle mode  _ A  │
│ Syringe size    10.0  │
│ Tower fan      _ Off  │
└───┘
```

2. Impostare l'utilizzo del flacone di lavaggio B2 su On o Off.
3. Per selezionare la modalità del flacone di scarico, premere [Mode/Type].
4. Inserire le dimensioni della siringa installata, in μL , nel campo Syringe size.
5. Con il cursore posizionato su Tower Fan, servirsi del tasto [On] o [Off] per selezionare l'utilizzo della ventola.
 - In generale, è preferibile lasciare la ventola sulla posizione On.

Valori di regolazione per il vassoio portacampioni

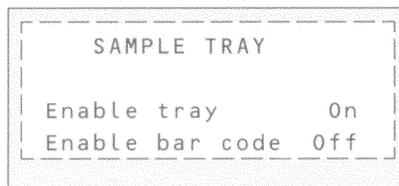
Il vassoio portacampioni fornisce vial di campioni all'iniettore anteriore e a quello posteriore a seconda dei parametri della sequenza definiti. Ci sono gruppi di parametri della sequenza separati per ogni iniettore. Il vassoio rifornisce prima l'iniettore anteriore. Per fornire al vassoio istruzioni su dove collocare e ritrovare i vial di campioni possono essere utilizzate sequenze memorizzate e configurazioni di codici a barre.

Enable tray: scegliere On per attivare una sequenza, Off per trasportare i flaconi di campione alla torretta dell'iniettore.

Enable bar code: attiva o disattiva il lettore di codici a barre.

Procedura: modifica delle impostazioni del vassoio portacampioni

1. Premere [Sample tray] per accedere ai valori di regolazione relativi al vassoio portacampioni e al lettore di codici a barre.

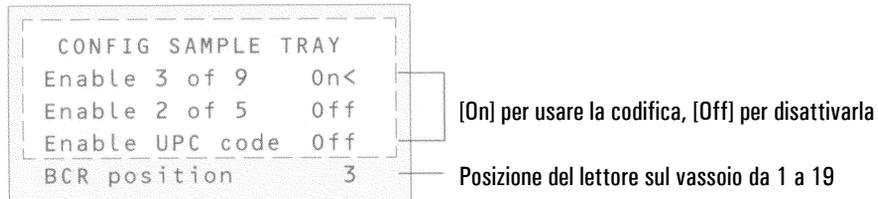


2. Premere [On] o [Off] per attivare o disattivare il vassoio.
3. Premere [On] o [Off] per attivare o disattivare il lettore di codici a barre.

Procedura: configurazione del lettore di codice a barre

Previa opportuna configurazione, il lettore di codici a barre è in grado di leggere i codici sulle etichette.

1. Per modificare i valori di regolazione del lettore, premere [Config] [Sample Tray].



2. Premere [On] o [Off] per controllare i seguenti parametri relativi ai codici a barre.

Enable 3 of 9: il codice 3 di 9 offre la maggior versatilità per gli scopi di laboratorio. Codifica sia lettere che numeri, più alcuni segni di punteggiatura; è possibile variare la lunghezza dei messaggi per conformarsi alla quantità di dati da codificare e allo spazio disponibile.

Enable 2 of 5: il codice 2 di 5 è limitato ai numeri ma permette una lunghezza di messaggi variabile.

Enable UPC code: il codice universale di prodotto (UPC - Universal Product Code) è probabilmente il codice più conosciuto attualmente in uso. I codici UPC sono solo numerici e con lunghezza di messaggio fissa.

3. Inserire 3 come posizione del codice a barre quando è installato davanti al vassoio.

Per ulteriori informazioni riferirsi al manuale di installazione o di funzionamento relativo al lettore.

Salvataggio dei valori di regolazione per l'iniettore

Dopo aver impostato l'iniettore, il vassoio portacampioni ed il lettore di codice a barre, memorizzare i parametri come parte del metodo seguendo la procedura descritta al capitolo [“Procedura: memorizzazione di un metodo”](#). Questo metodo diventa una parte della sequenza usata per analizzare i campioni. Per ulteriori informazioni sulle sequenze dell'iniettore e sul loro controllo, consultare [“Sequenze analitiche”](#).

10 Controllo delle valvole

Alloggiamento delle valvole

Riscaldamento delle valvole

Programmazione della temperatura
delle valvole

Configurazione di una zona termica
per Aux

Controllo delle valvole

Driver delle valvole

Driver delle valvole interne

Driver delle valvole esterne

Configurazioni delle valvole

Procedura: configurazione
di una valvola

Controllo delle valvole

Procedura: controllo
delle valvole dalla tastiera

Dalle tabelle di esecuzione o orarie

Esempi di controllo delle valvole

Valvola semplice—selezione
delle colonne

Valvola di campionamento dei gas

Valvola di selezione del flusso
multiposizione e valvola
di campionamento

Controllo delle valvole

Il gascromatografo Serie 6890 (GC) contiene fino a quattro valvole in un alloggiamento per valvole riscaldato posto sulla parte superiore del forno.

L'alloggiamento delle valvole è la posizione ottimale in quanto è una zona a temperatura stabile, isolata dalle colonne del forno.

Alloggiamento delle valvole

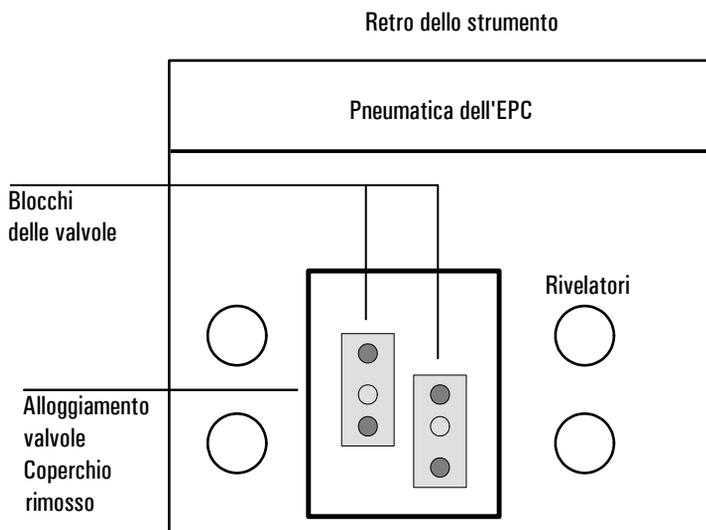


Figura 28 Alloggiamento delle valvole

Riscaldamento delle valvole

L'alloggiamento delle valvole contiene due blocchi riscaldati, ciascuno con due posizioni di montaggio per le valvole (ombreggiate). Il foro centrale su ciascun blocco viene utilizzato per far passare i tubi all'interno del forno.

Se vengono utilizzate due valvole, montarle sullo stesso blocco. Ciò consente di riscaldarle tramite un unico canale di controllo (Aux 1 o Aux 2, a seconda del modo in cui sono collegati gli elementi riscaldanti). Con più di due valvole, è necessario utilizzare sia Aux 1 che Aux 2 per il riscaldamento dei due blocchi. Impostarli alla stessa temperatura.

Programmazione della temperatura delle valvole

La maggior parte delle applicazioni delle valvole sono isoterme; tuttavia è possibile definire tre gradienti di temperatura, qualora richiesto. Premere [Aux #] e successivamente [1] o [2]. Programmare questo gradiente allo stesso modo di un gradiente del forno. Per ulteriori informazioni, consultare [Analisi con programmazione della temperatura a pagina 113](#).

AUX 1		
Temp	35	150
Init time		0.00
Rate 1		0.00
Final temp 1		00.0
Final time 1		0.00
Rate 2		0.00
Final temp 2		00.0
Final time 2		0.00
Rate 3		0.00
Final temp 3		00.0
Final time 3		0.00

Configurazione di una zona termica per Aux

Per configurare una zona termica per Aux (1 o 2), premere [Config], quindi [Aux #]. Premere [Mode/Type], quindi selezionare il tipo di dispositivo che deve essere controllato dalla zona e premere [Enter].

CONFIG AUX 1	
Valve box	
MSD transfer line	
AED transfer line	
Nickel catalyst	
Unknown	

Controllo delle valvole

Il controllo delle valvole può essere eseguito manualmente dalla tastiera oppure come parte di un programma a tempo o di un piano di esecuzione. Tenere presente che se durante un'analisi la posizione di una valvola viene modificata, tale posizione *non* verrà ripristinata automaticamente al termine dell'analisi, a meno che la valvola stessa non sia stata configurata come valvola di campionamento dei gas. Per altri tipi di valvole, è necessario includere eventuali operazioni di ripristino desiderate all'interno del programma.

Driver delle valvole

Il driver di una valvola è rappresentato dal software e dai circuiti del GC che controllano una valvola o una funzione ad essa collegata. Sono disponibili otto driver noti come serie che va dalla Valvola 1 alla Valvola 8.

Tabella 22 Caratteristiche dei driver delle valvole

Numero di valvola	Tipo	Volt	Alimentazione o corrente	Utilizzare
1, 2, 3 e 4	Sorgente di corrente	24 VDC	13 watt	Controllo delle valvole della pneumatica
5 e 6	Sorgente di corrente	24 VDC	100 mA	Relé e dispositivi a bassa potenza
7 e 8	Chiusura dei contatti	48 VDC o 48 VAC RMS		Controllo di una sorgente esterna di corrente

Driver delle valvole interne

I driver da 1 a 4 vengono utilizzati generalmente per controllare le valvole a funzionamento pneumatico montate nell'alloggiamento delle valvole. I cavi di tali valvole compaiono in una serie di connettori all'interno del coperchio di destra del GC.

Le valvole a funzionamento pneumatico sono controllate da solenoidi montate vicino ai connettori che controllano il flusso d'aria diretto agli attuatori delle valvole.

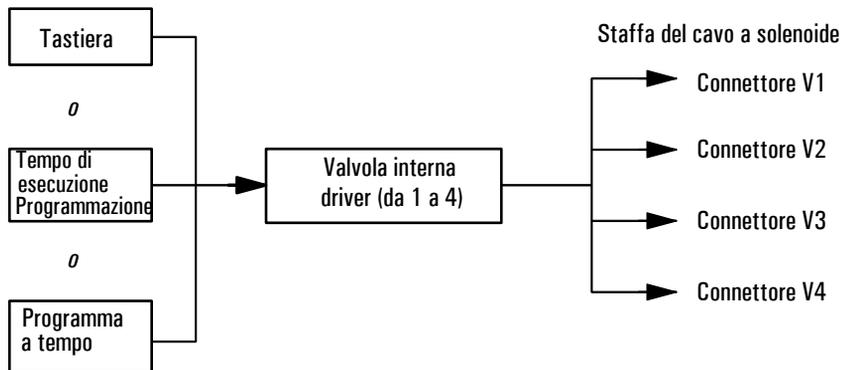


Figura 29 Driver delle valvole interne

Non esiste nessuna relazione diretta tra la posizione di una valvola all'interno dell'alloggiamento e il driver che la controlla. Ciò dipende dal modo in cui sono collegate le valvole a solenoide e da come sono inseriti gli attuatori.

Driver delle valvole esterne

I driver delle valvole 5 e 6 controllano una corrente che può essere utilizzata per comandare un relé o altri dispositivi a bassa potenza. I driver delle valvole 7 e 8 commutano la corrente proveniente da una sorgente esterna. I dettagli relativi all'elettricità sono inclusi nella [Tabella 22](#) a pagina [222](#).

Questi driver, in particolare quelli delle valvole 7 e 8, possono essere utilizzati per controllare una valvola posizione con comando a motore per la selezione dei flussi.

Tutti e quattro i driver sono presenti nel connettore per eventi esterni situato sul retro del GC.

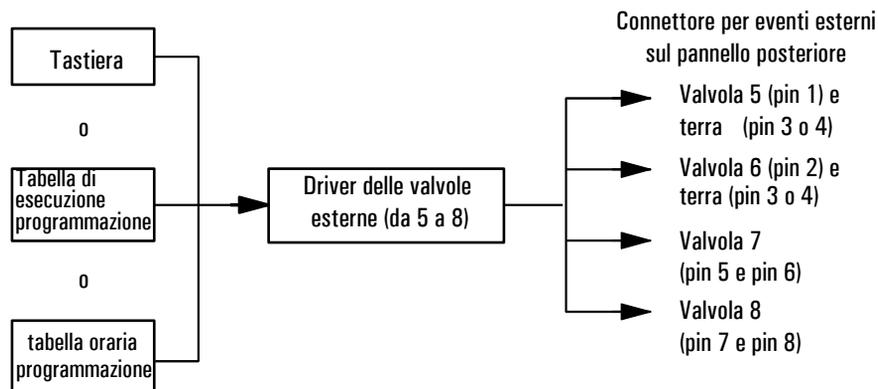


Figura 30 Driver delle valvole esterne

Configurazioni delle valvole

Esistono cinque tipi di valvole:

- per campionamento di gas: valvola a due posizioni (carico e iniezione). Nella posizione di carico, un flusso di gas esterno scorre attraverso un circuito di campionamento collegato alla stessa e all'esterno, per lo scarico. Nella posizione di iniezione, il circuito di campionamento caricato viene inserito nel flusso del gas di trasporto. Quando la valvola passa dalla posizione di carico a quella di iniezione, avvia un'analisi, se non ne è già in corso una. Vedere l'esempio a pagina [229](#)
- di commutazione: una valvola a due posizioni con quattro, sei o più porte. Si tratta di valvole a funzione generica utilizzate per operazioni quali la scelta delle colonne, il loro isolamento e molte altre. Per un esempio di controllo delle valvole, vedere pagina [228](#).
- multiposizione: detta anche valvola di selezione del flusso. Viene generalmente utilizzata per selezionare vari tipi di flusso di gas e farlo pervenire a una valvola di campionamento per essere analizzato. Dispone di uno speciale attuatore che fa avanzare di una posizione la valvola ogni volta che viene attivata, oppure può essere comandata da un motore. A pagina [231](#) è riportato un esempio che abbina una valvola di selezione del flusso e una valvola di campionamento dei gas.
- altro tipo: potrebbe essere qualsiasi tipo di valvola.
- Non installata: non richiede spiegazioni.

Procedura: configurazione di una valvola

1. Premere [Config] [Valve #].

```
CONFIG VALVE
Which valve? (1-8) <
```

2. Specificare il driver della valvola da configurare.
Digitare il numero (1 in questo esempio) e
premere [Enter].

3. Viene mostrato il tipo presente per questo driver.

```
CONFIG VALVE 1
Type: Switching <
```

0

```
CONFIG VALVE 1
Type: Multiposition <
Switching time 1.0
Invert BCD On
```

oppure

```
CONFIG VALVE 1
Type: Gas sampling <
Loop volume 0.250
Load time 0.5
Inject time 1.00
Inlet: None
```

4. Premere [Mode/Type] per la scelta delle valvole.

```
VALVE 1 TYPE
Gas sampling
Switching
* Multiposition <
Other
Not installed
```

5. Selezionare un tipo di valvola e premere [Enter].

Controllo delle valvole,

Procedura: controllo delle valvole dalla tastiera

Le valvole (ad eccezione delle valvole multiposizione) hanno due posizioni, controllate dai tasti [On] e [Off]. I comandi da tastiera per le valvole a due posizioni sono:

[Valve #] <portarsi sulla valvola desiderata> [On]
(fa ruotare la valvola fino a un punto di arresto)

e

[Valve #] <portarsi sulla valvola desiderata> [Off]
(fa ruotare la valvola sull'altro punto di arresto)

Dalle tabelle di esecuzione o orarie

I comandi Valve On e Valve Off possono essere programmati in base a una tabella di esecuzione oppure oraria. Vedere ["Procedura: programmazione degli eventi da eseguire durante l'analisi"](#). Vedere ["Procedura: programmazione a tempo di eventi"](#)

Se una valvola viene fatta ruotare da un programma di tempi di esecuzione, *non* viene automaticamente riportata alla posizione iniziale al termine dell'analisi. È necessario che sia l'utente stesso a programmare questa operazione di ripristino.

Esempi di controllo delle valvole

Valvola semplice—selezione delle colonne

Questo è l'impianto per una valvola singola, configurata come valvola di commutazione, che seleziona una delle due colonne presenti per l'analisi. Non ha parametri di configurazione.

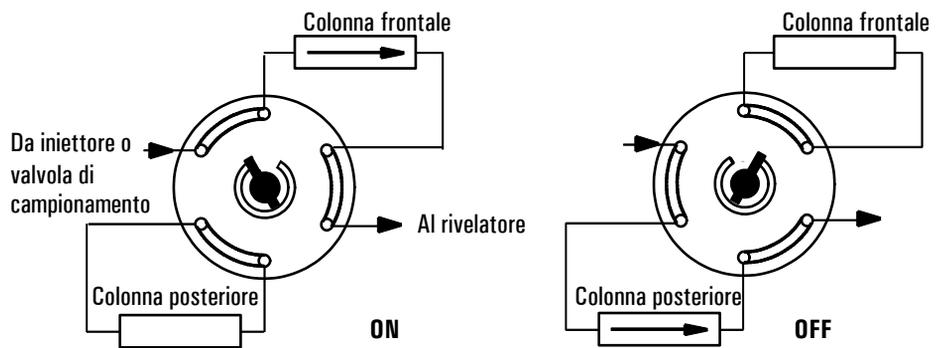


Figura 31 Valvola di selezione delle colonne

Per selezionare la colonna, premere [Valve #] <portarsi sulla valvola 2> [On] (per la colonna frontale) o [Off] (per la colonna posteriore). Questa tabella di esecuzione garantisce che la valvola sia nello stato Off tra un'analisi e l'altra:

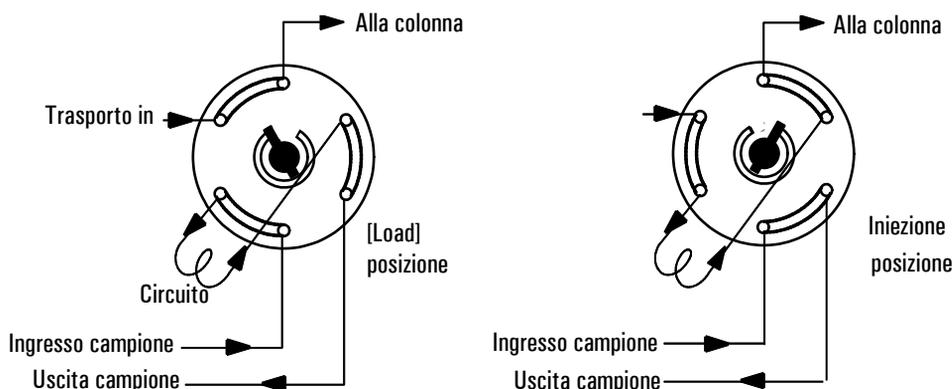
```

RUN TABLE ( 1 of 1 )
Time:          15.00
Type:         Valve #2
Setpoint:     Off
    
```

Accertarsi che la valvola sia in stato di **Off** tra un'analisi e l'altra.

Valvola di campionamento dei gas

Se una valvola è configurata come valvola di campionamento dei gas, avvia un'analisi automaticamente quando viene commutata nella posizione di iniezione. Ciò può essere eseguito tramite un comando da tastiera o per mezzo di una sequenza secondaria o la voce di una tabella oraria. Possono essere presenti due valvole di campionamento dei gas.



Posizione di carico: nel circuito viene iniettato un flusso del gas campione.
Nella colonna viene inserito il gas di trasporto.
Posizione di iniezione: il circuito riempito viene inserito nel flusso del gas di trasporto.
Il campione viene spinto sulla colonna. L'analisi viene avviata automaticamente.

Figura 32 Valvola di campionamento dei gas

Il gas di trasporto può essere fornito da un canale dei gas ausiliario (opzionale). A questo scopo, configurare la colonna e indicare come iniettore un canale Aux #. Il canale Aux # diventa quindi programmabile con quattro modalità di funzionamento.

```

CONFIG VALVE 1
Type: Gas sampling <
Loop volume 0.250
Load time 0.5
Inject time 1.00
Inlet: None
    
```

Loop volume e Inlet: sono a puro titolo informativo—non influiscono sul funzionamento.

Tempo in minuti in cui la valvola rimane in posizione di carico prima di essere pronta

Tempo in minuti in cui la valvola rimane in posizione di iniezione prima di tornare alla posizione di carico

Il ciclo della valvola di campionamento è il seguente:

1. la valvola di campionamento ruota nella posizione Load. Inizia il tempo di carico. La valvola non è pronta.
2. Il tempo di carico finisce. La valvola è pronta.
3. Se tutto il resto è pronto, il GC è pronto.
Se il resto non è pronto:
 - Se si sta utilizzando una tabella oraria o il controllo delle sequenze, il GC attende fino a quando è tutto pronto, quindi esegue il comando di iniezione della valvola.
 - Se non si sta utilizzando una tabella oraria o il controllo delle sequenze, l'iniezione della valvola può essere effettuata in qualsiasi momento dalla tastiera.
4. La valvola di campionamento ruota (comando da tastiera o controllo delle sequenze) nella posizione di iniezione. Inizia il tempo di iniezione. Viene avviata l'analisi.
5. Il tempo di iniezione finisce. Tornare alla fase 1.

Valvola di selezione del flusso multiposizione e valvola di campionamento

Molti fabbricanti producono valvole di selezione del flusso multiposizione che possono essere azionate da driver di tipo da 1 a 4. È possibile configurare solo una valvola multiposizione. Vedere [Tabella 22](#) a pagina [222](#) per i dati elettrici.

Se una valvola è configurata come valvola multiposizione e dispone di un'uscita con posizione BCD collegata al GC, la posizione della valvola può essere selezionata direttamente.

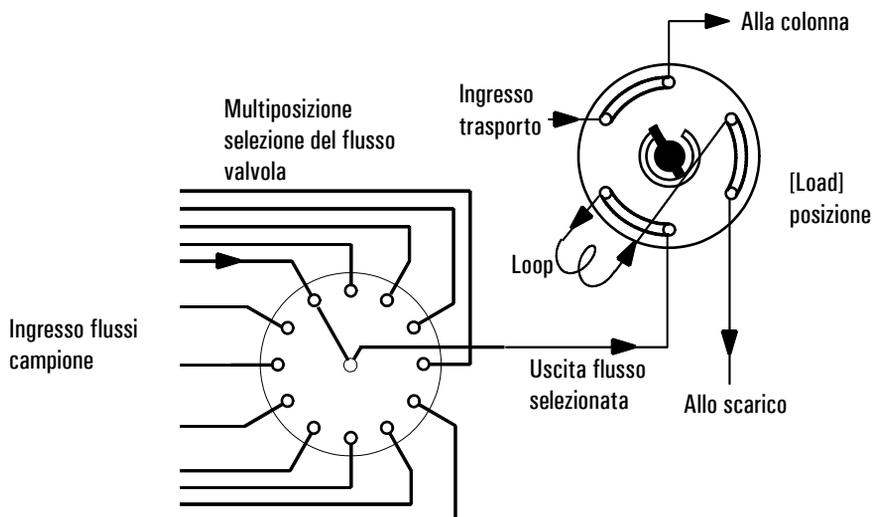


Figura 33 Valvola multiposizione con valvola di campionamento dei gas

Se il GC ha una valvola configurata come valvola multiposizione e un'altra configurata come valvola di campionamento dei gas, lo strumento deduce che devono essere utilizzate nel modo indicato nella [Figura 33](#). Questa “doppia configurazione” può essere utilizzata per sostituire un campionatore automatico di liquidi e un vassoio portacampioni in una sequenza analitica. La valvola multiposizione diventa il vassoio portacampioni; la valvola di campionamento dei gas diventa l'iniettore. Vedere [”Procedura: creazione di una sequenza secondaria per le valvole”](#).

Due parametri di configurazione forniscono la compatibilità meccanica ed elettrica con la maggior parte degli attuatori delle valvole multiposizione.

```

CONFIG VALVE 1
Type: Multiposition <
Switching time 1.0
Invert BCD On
    
```

Periodo di tempo tra le fasi delle valvole
Se On, fa da complemento all'iniettore BCD

- Tempo di commutazione, in secondi, è un ritardo tra movimenti successivi dell'attuatore. Accorda del tempo al meccanismo dell'attuatore per prepararsi al movimento successivo.
- Invert BCD fa da complemento all'iniettore BCD—i valori 1 diventano 0 e i valori 0 diventano 1. Ciò appiana le differenze nelle convenzioni di assegnazione dei codici tra i produttori.

11 Sequenze analitiche

Cos'è una sequenza?

Cosa si può fare con un metodo?

Definizione di una sequenza

Sequenza prioritaria

Sequenze secondarie

Post-sequenza

Procedura: creazione
di una sequenza

Procedura: creazione
di una sequenza secondaria
per il campionatore

Procedura: creazione
di una sequenza secondaria
per le valvole

Procedura: impostazione
degli eventi post-sequenza

Procedura: memorizzazione
di una sequenza

Procedura: caricamento
di una sequenza memorizzata

Procedura: modifica
di una sequenza memorizzata

Procedura: cancellazione
di una sequenza

Controllo delle sequenze

Stato della sequenza

Procedura: avvio ed esecuzione
di una sequenza

Procedura: sospensione
e ripresa di una sequenza

Procedura: interruzione
di una sequenza

Arresto controllato di una sequenza

**Avvertenze durante l'uso
di un integratore**

Sequenze analitiche

Cos'è una sequenza?

Una sequenza specifica i campioni da analizzare e i metodi memorizzati da usare per ciascun campione. Si compone di sequenze secondarie, ognuna delle quali fa riferimento a un solo metodo, di una sequenza prioritaria e di alcuni eventi post-sequenza.

Una sequenza può contenere fino a cinque sequenze secondarie ed essere azionata dal campionatore automatico per liquidi o dalla valvola.

Cosa si può fare con un metodo?

Una sequenza può essere:

- **creata**, inserendo da tastiera le informazioni riguardanti il metodo e il campione
- **memorizzata**, premendo [Store] [Seq] e assegnandole un numero di identificazione da 1 a 5,
- **caricata**, premendo [Load] [Seq] e specificando il numero della sequenza,
- **modificata**, caricandola, effettuando le modifiche desiderate quindi memorizzandola con lo stesso numero. La nuova versione sostituisce quella precedente.

La tabella di controllo della sequenza memorizzata (nella [Figura 34](#)) riporta l'ora e la data di memorizzazione delle sequenze. Per accedere a questa tabella, premere [Seq]. Il tasto [Seq] consente di passare alternativamente dalla tabella di controllo della sequenza memorizzata alla tabella di controllo di definizione della sequenza [Figura 35](#).

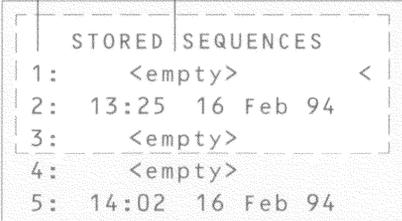
sequenza numero, da 1 a 5	 <table border="1"><thead><tr><th colspan="2">STORED SEQUENCES</th></tr></thead><tbody><tr><td>1:</td><td><empty></td></tr><tr><td>2:</td><td>13:25 16 Feb 94</td></tr><tr><td>3:</td><td><empty></td></tr><tr><td>4:</td><td><empty></td></tr><tr><td>5:</td><td>14:02 16 Feb 94</td></tr></tbody></table>	STORED SEQUENCES		1:	<empty>	2:	13:25 16 Feb 94	3:	<empty>	4:	<empty>	5:	14:02 16 Feb 94	Stato della sequenza < empty > = nessuna sequenza con questo numero. ora e data = quando la sequenza è stata salvata.
STORED SEQUENCES														
1:	<empty>													
2:	13:25 16 Feb 94													
3:	<empty>													
4:	<empty>													
5:	14:02 16 Feb 94													

Figura 34 Tabella di controllo della sequenza memorizzata

Titolo: questo titolo verrà modificato a seconda di dove il cursore si trova sulla tabella di controllo

SEQUENCE (Priority)		
Priority meth#	0	<
Type:	Front Injector	
#Injections/vial	1	
Samples	1-1	
Use priority	0n	
-----Subseq 1-----		
Method #	0	
Type:	Front Injector	
#Injections/vial	1	
Samples	1-1	
-----Subseq 2-----		
Method #	1	
Type:	Valve	
#Injections	1	
-----Subseq 3-----		
Method #	0	
Type:	Both Injectors	
F#inj/vial	1	
F samples	2-2	
B#inj/vial	1	
B samples	3-3	
---Post Sequence---		
Method #	0	
Repeat sequence	Off	

prioritaria sequenza

sequenze secondarie

eventi post-sequenza

Figura 35 Tabella di controllo di definizione della sequenza

Quando ci si trova all'interno di una tabella di controllo, il tasto [Info] fornisce utili informazioni sui parametri della sequenza.

Definizione di una sequenza

Una sequenza può comporsi delle seguenti parti (tutte e tre sono facoltative).

- Sequenza prioritaria: si tratta di una disposizione particolare che consente di interrompere una sequenza per analizzare campioni urgenti.
- Sequenze secondarie: ogni sequenza secondaria contiene il numero del metodo memorizzato e le informazioni che definiscono il gruppo di campioni e di standard di calibrazione da analizzare con quel metodo. Una sequenza può contenere fino a cinque sequenze secondarie.
- Evento post-sequenza: richiama il metodo da caricare ed eseguire dopo l'ultimo ciclo di analisi dell'ultima sequenza secondaria. Specifica se ripetere la sequenza per un periodo indeterminato o se interromperla.

Sequenza prioritaria

La sequenza prioritaria interrompe una sequenza in esecuzione per passare all'analisi di uno o vari campioni più urgenti. È formata da una sola sequenza secondaria, che consiste di un campionatore o di un tipo di valvola, e da uno speciale parametro, `Use priority`.

- Se `Use priority` è impostato su `Off`, la Sequenza prioritaria è inattiva. Può essere attivata in qualsiasi momento, anche durante l'esecuzione della sequenza stessa, aprendola e modificando il valore impostandolo su `Yes`.
- Se il parametro `Use priority` è impostato su `On`.
 1. la sequenza effettua una pausa al termine del ciclo di analisi corrente.
 2. Il metodo di priorità è stato caricato. I campioni di priorità vengono eseguiti, come specificato nella sequenza di priorità.
 3. Il parametro `Use priority` viene disattivato (impostato su `Off`).
 4. La sequenza principale riprende da dove era stata interrotta.

Campionatore

```
SEQUENCE (Priority)
Priority meth #    0
Type: Front injector <
#Injections/vial    1
Samples            1-1
Use priority       On
```

Valvola

```
SEQUENCE (Priority)
Priority meth #    0
Type:           Valve<
#inj/position    1
Position rng     3-15
Times thru range 1
Use priority     On
```

Figura 36 Sequenze prioritarie

Sequenze secondarie

Per effettuare l'iniezione, una sequenza secondaria può ricorrere al campionatore automatico per liquidi o alla valvola di campionamento. La sequenza esegue inoltre l'analisi di un gruppo di campioni usando un solo metodo.

Post-sequenza

La post-sequenza è formata da una coppia di eventi che possono essere applicati al termine dell'ultima sequenza secondaria. La sequenza secondaria può caricare un metodo, in genere per arrestare l'erogazione dei gas e abbassare le temperature e può inoltre ripetere l'insieme delle sequenze secondarie.

Procedura: creazione di una sequenza

1. Premere [Seq] per aprire la tabella di controllo della sequenza.
2. Creare, se necessario, una sequenza prioritaria. Si tratta in realtà di una sequenza secondaria che usa una valvola o un campionatore con due differenze: La riga del metodo è etichettata `Priority meth #`. Una riga aggiuntiva, etichettata `Use priority`, può essere impostata su `On` oppure su `Off`.
3. Creazione da una a cinque sequenze secondarie. Le sequenze secondarie possono essere sequenze secondarie per il campionatore (vedi sotto) o sequenze secondarie per le valvole (pagina [239](#)). Entrambi i tipi sono utilizzabili nella stessa sequenza.
4. Modificare, all'occorrenza, gli eventi post-sequenza.
5. Memorizzare la sequenza completa.

Procedura: creazione di una sequenza secondaria per il campionatore

Per creare una sequenza secondaria per il campionatore.

1. Premere [Seq] per aprire la tabella di controllo della sequenza.
2. Scorrere fino alla riga `Method #`. Nel caso di una sequenza prioritaria, la riga sarà `Priority meth #`.
3. Specificare il numero del metodo. Inserire 0 per il metodo attualmente attivo, un numero da 1 a 5 per i metodi memorizzati oppure `Off` per concludere la sequenza.

Il metodo attivo, 0, cambierà se le sequenze secondarie useranno metodi memorizzati. Il metodo 0 va quindi scelto per la sequenza prioritaria solo se *tutte* le sequenze secondarie usano il metodo 0.

4. Premere [Mode/Type] e selezionare uno dei tre tipi di iniettore.

Sequenza per il campionatore

```

SEQUENCE (Priority)
Priority meth #    0
Type: Front injector <
#Injections/vial  1
Samples           1-1
Use priority      On
    
```

Selezionare con [Mode/Type] l'iniettore

```

SEQUENCE TYPE
Valve
*Front Injector  <
Back Injector
Both Injectors
    
```

5. Inserire dati sugli altri parametri della sequenza. Se si usano entrambi gli iniettori si formeranno due gruppi di parametri.
- #Injections/vial: il numero di cicli ripetuti per ciascun vial. Inserire 0 se non ci sono campioni da iniettare.
 - Samples: l'intervallo (primo-ultimo) di vial del campione da analizzare.
6. Se questa è la sequenza prioritaria, impostare il parametro Use priority su On.
7. Procedere con la sequenza successiva o con il parametro Post Sequence.

Procedura: creazione di una sequenza secondaria per le valvole

Se il GC è dotato di una valvola di campionamento per gas e una valvola multiposizione (facoltativa) è possibile creare una sequenza secondaria per le valvole.

1. Premere [Seq] per aprire la tabella di controllo della sequenza.
2. Scorrere fino alla riga Method #. Nel caso di una sequenza prioritaria, la riga sarà Priority meth #.
3. Specificare il numero del metodo. Inserire 0 per il metodo attualmente attivo, un numero da 1 a 5 per i metodi memorizzati oppure Off per concludere la sequenza.

Il metodo attivo, 0, cambierà se le sequenze secondarie useranno metodi memorizzati. Il metodo 0 va quindi scelto per la sequenza prioritaria solo se *tutte* le sequenze secondarie usano il metodo 0.

4. Premere [Mode/Type] e selezionare Valve.

Con valvola multiposizione

```
SEQUENCE (Subseq 2)
-----Subseq 2-----
Method #           0
Type:              Valve<
#inj/position      1
Position rng       3-15
Times thru range   1
```

Senza valvola multiposizione

```
SEQUENCE (Subseq 2)
-----Subseq 2-----
Method #           0
Type:              Valve <
# injections       1
```

Figura 37 Sequenze secondarie per le valvole

5. Specificare i parametri relativi alla sequenza della valvola (i primi tre compaiono solo se è stata configurata una valvola multiposizione):

#inj/position numero di iniezioni per ogni posizione, (0-99)
Position rng prima-ultima posizione della valvola, (1-32)
Times thru range numero di volte per le quali l'intervallo deve essere
ripetuto, (1-99)
injections numero di iniezioni per ogni campione

Procedura: impostazione degli eventi post-sequenza

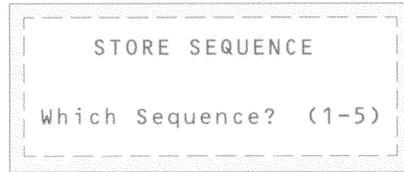
1. Far scorrere le informazioni a video fino alla sezione dal titolo Post Sequence.

```
SEQUENCE (Post Seq)
---Post Sequence---
Method #           0
Repeat sequence    Off
```

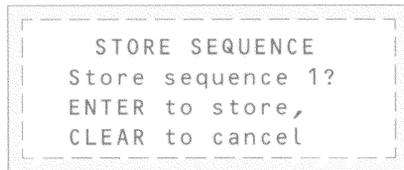
2. Method # è il metodo da caricare e da eseguire una volta al termine della sequenza. Inserire un numero da 1 a 5 per selezionare un metodo memorizzato. Se non ci sono metodi da caricare, digitare 0.
3. Repeat sequence On continua a ripetere la sequenza. Questa funzione è utile per le sequenze che usano le valvole. Off ferma la sequenza al termine. Attivare o disattivare Repeat sequence a seconda delle necessità.

Procedura: memorizzazione di una sequenza

1. Premere [Store][Seq] per aprire la tabella di controllo Store Sequence.



2. Specificare il numero di identificazione della sequenza desiderata.



3. Premere [Enter] per memorizzare la sequenza.



Se il numero di sequenza specificato esiste già, il sistema richiederà di:

- sovrascrivere la sequenza esistente, sostituendo così la sequenza nuova
- annullare la memorizzazione e tornare alla tabella di controllo STORED SEQUENCES.

Esiste una procedura alternativa per memorizzare le sequenze: accedere alla tabella di controllo STORED SEQUENCES, posizionare il cursore sul numero della sequenza desiderata e premere il tasto [Store].

Procedura: caricamento di una sequenza memorizzata

1. Per caricare le sequenze premere [Load][Seq].

```
LOAD SEQUENCE
Which Sequence? (1-5)
```

2. Premere un tasto numerico per selezionare la sequenza da caricare.

```
LOAD SEQUENCE
Load sequence 1?
ENTER to load,
CLEAR to cancel
```

3. Premere [Enter] per caricare la sequenza o [Clear] per annullare l'operazione.
4. Premendo [Enter] si conferma il caricamento. Quella raffigurata diventa ora la sequenza attiva.

```
LOAD SEQUENCE
Sequence 1 loaded
```

Se il numero specificato non corrisponde a quello di una sequenza memorizzata, il sistema visualizzerà un messaggio di ERRORE.

```
ERROR:
sequence 1 empty,
no sequence loaded
```

Procedura: modifica di una sequenza memorizzata

1. Caricare la sequenza da modificare.
2. Aprire la tabella di controllo della sequenza. Far scorrere il cursore fino al parametro contenuto nella sequenza secondaria o negli eventi post-sequenza da modificare.

```
SEQUENCE (Priority)
Priority meth#    0 <
Type: Front Injector
#Injections/vial  1
Samples          1-1
Use priority      0n
-----Subseq 1-----
Method #         0
```

3. Inserire le modifiche.
4. Per salvare i nuovi valori, memorizzare la sequenza con il suo numero originale.

Procedura: cancellazione di una sequenza

1. Per cancellare una sequenza, premere [Delete] [Seq]. Il sistema visualizzerà la seguente richiesta:

```
DELETE SEQUENCE
Which Sequence? (1-5)
```

2. Premere uno dei tasti numerici indicati per selezionare una delle cinque possibili sequenze da cancellare.

```
DELETE SEQUENCE
Delete sequence 1?
ENTER to delete,
CLEAR to cancel
```

3. Cancellare la sequenza premendo [Enter]. Sul display comparirà:

```
DELETE SEQUENCE
Sequence 1 deleted
```

Controllo delle sequenze

Per accedere alla tabella di controllo delle sequenze (Sequence Control), premere il tasto [Seq control]. In questo modo verrà visualizzato lo stato effettivo della sequenza attiva.

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Stopped
Start sequence <
```

Stato della sequenza

Una sequenza può trovarsi in una delle sei seguenti condizioni (o "stati"):

- Start/running (avvio/in esecuzione)
- Ready wait (in attesa di pronto)
- Paused/resume (sospesa/ripristinata)
- Stopped (interrotta)
- Aborted (in arresto controllato)
- No sequence (nessuna sequenza)

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Running
Pause sequence <
Stop sequence
Priority      (fr inj)
Sample#      1
Injection    1 of 3
```

Sequence Control visualizza lo stato corrente della sequenza, mostra quale sequenza è attiva, quale campione corrente # o quale posizione della valvola, iniezione o numero di esecuzioni multiple siano in uso.

Procedura: avvio ed esecuzione di una sequenza

Per avviare una sequenza, posizionarsi sulla riga `Start sequence` e premere [Enter].

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Stopped
Start sequence <
```

Premendo [Enter], lo stato della sequenza si modifica in `Running`.

```
SEQUENCE CONTROL
Status:      Running
Pause sequence <
Stop sequence
```

La sequenza continua fino a quando tutte le sequenze secondarie non sono state eseguite o fino a quando non si verifica uno degli eventi descritti a pagina [247](#).

Ready wait (in attesa di pronto)

Se si avvia una sequenza ma lo strumento non è pronto (a causa della temperatura del forno, del tempo di stabilizzazione o altro), la sequenza non procederà fino a quando tutti i valori di regolazione non saranno pronti.

```
SEQUENCE CONTROL
Status:   Ready wait
Pause sequence  <
Stop sequence
```

Procedura: sospensione e ripresa di una sequenza

1. Una sequenza in esecuzione può essere temporaneamente sospesa posizionandosi su `Pause sequence` e premendo [Enter]. Premendo [Enter] lo stato della sequenza diventa `paused`: a quel punto l'operatore può scegliere se riprendere o arrestare definitivamente la sequenza sospesa.

```
SEQUENCE CONTROL
Status:   paused
Resume sequence  <
Stop sequence
```

La sospensione della sequenza avviene quando l'analisi del campione attuale è terminata.

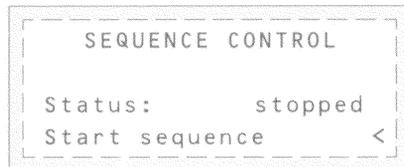
2. Per continuare l'esecuzione della sequenza sospesa, far scorrere il contenuto del display fino a posizionarsi su `Resume sequence` e premere [Enter].

Una sequenza sospesa riprende dal campione successivo.

Procedura: interruzione di una sequenza

Per fermare l'esecuzione di una sequenza, far scorrere il contenuto del display fino a posizionarsi su `Stop sequence` e premere [Enter].

Una volta interrotta, la sequenza può essere riavviata solo dall'inizio; il vassoio portacampioni viene arrestato immediatamente.

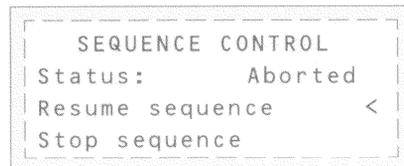


La sequenza si ferma alla fine dell'ultima sequenza secondaria attiva, a meno che negli eventi post-sequenza il parametro `Repeat sequence` sia impostato su `On`.

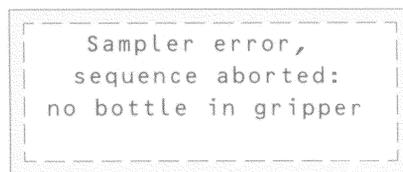
Arresto controllato di una sequenza

Quando si effettua un arresto controllato (con il comando "abort"), la sequenza viene interrotta immediatamente, senza attendere il termine dell'analisi corrente. Ecco come procedere:

L'esecuzione viene arrestata premendo il tasto [Stop].



Si è verificato un errore del campionatore che ha prodotto un messaggio di errore.



Il GC rileva un errore di corrispondenza di configurazione durante il caricamento di un metodo

```
Sequence aborted:  
configuration  
mismatch in  
method # 1
```

Una sequenza in esecuzione cerca di caricare un metodo vuoto.

```
Sequence aborted:  
Method #2 empty  
no method load
```

Il campionatore è disattivato.

```
Sequence aborted:  
Sampler off-line
```

A questo punto è possibile correggere il problema e riprendere quindi l'esecuzione della sequenza. L'analisi interrotta verrà ripetuta.

No sequence (nessuna sequenza)

Se la sequenza è disattivata o non è definita, il display visualizzerà lo stato No sequence.

```
SEQUENCE CONTROL  
Status: No sequence
```

Per modificare questa condizione, definire una sequenza premendo il tasto [Seq] oppure attivare i parametri della sequenza.

Avvertenze durante l'uso di un integratore

Le definizioni della sequenza non sono le stesse nel GC Serie 6890 e nell'integratore 3396. Quando le sequenze sono utilizzate con questa combinazione GC/integratore occorre considerare i seguenti punti:

- L'integratore ha una sola sequenza secondaria più la sequenza prioritaria. All'interno della sequenza di un integratore si può utilizzare un solo metodo del GC.
- I parametri del metodo per un campionatore automatico per liquidi vengono preparati usando i tasti [Front injector] e [Back injector] sulla tastiera del 6890.
- La tabella informativa sul campione viene preparata dall'integratore.
- I parametri della sequenza per l'iniezione possono essere impostati sia tramite il tasto [Seq] sulla tastiera del GC 6890 oppure dalla finestra di dialogo [PREP][SEQ] dell'integratore 3396. L'impostazione dei parametri su uno dei due strumenti modifica la sequenza anche sull'altro.
- La funzione Start sequence del GC non è attiva.
- La sequenza deve essere avviata dall'integratore con [SEQ][START].
- I due tasti di arresto producono due effetti diversi. Il tasto [STOP] dell'integratore blocca l'analisi e l'esecuzione della sequenza, mentre quello del GC blocca solo l'analisi: la sequenza invece continua fino a quando il GC raggiungerà lo stato di "Ready".

12 Messaggi di errore

Messaggio di Not Ready

**Messaggi di non pronto relativi
alle zone termiche**

**Messaggi di non pronto relativi
a flusso e pressione**

**Messaggi di non pronto
del rivelatore**

**Messaggi di non pronto relativi
alle valvole**

Altri messaggi di non pronto

Messaggi di arresto

Messaggi di condizione critica

**Messaggi di segnalazione
guasti**

Messaggi di errore

Il GC controlla regolarmente lo stato dei rivelatori, del sistema pneumatico, del forno, delle schede PC e di altri componenti. Quando si verifica un problema, il GC visualizza un messaggio, emette un segnale acustico o attiva un LED e, se il problema costituisce un pericolo per l'utente, attiva il "funzionamento di sicurezza".

Oltre che in questo capitolo, si possono trovare informazioni specifiche su diagnostica e manutenzione dei singoli dispositivi in altri capitoli o nei volumi *Sistemi di iniezione e Rivelatori*.

Esistono sei tipi di messaggi:

Not Ready

Un messaggio Not Ready (non pronto) indica che qualche componente del GC non è pronto per iniziare un'analisi. Quando il GC non è pronto, la luce del LED Not Ready lampeggia, ma non compare alcun messaggio sul display. Premere [STATUS] per visualizzare il messaggio e vedere perché il GC non è pronto. Questa categoria di messaggi viene inserita nel file di registrazione dell'analisi ("run log").

Method Mismatches (mancata corrispondenza dei metodi)

Questa categoria di messaggi appare quando il metodo caricato contiene parametri che non corrispondono alla configurazione effettiva del GC. In caso di incongruenza tra il metodo e la configurazione, le conseguenze possibili sono due.

- Se il parametro non corrispondente viene impostato da tastiera, il metodo sovrascrive il parametro attivo e un messaggio segnala che il parametro corrente è stato sostituito. Ad esempio, se il tipo di gas configurato è diverso da quello impostato nel metodo, quest'ultimo sovrascriverà il primo.
- Se il parametro non corrispondente è legato al tipo di hardware, il metodo verrà ignorato e rimarranno attivi i valori di regolazione correnti; il messaggio segnala che i parametri del metodo sono stati ignorati. Se il metodo indica che il rivelatore anteriore è un NPD, ma questo è stato sostituito con un FID, le informazioni riguardanti l'NPD verranno ignorate, mentre saranno validi i parametri effettivi del FID.

Warning (avvertenza)

Un'avvertenza di questo tipo segnala la presenza di un problema che tuttavia non impedisce allo strumento di eseguire l'analisi. Il GC emette un segnale acustico e sul display compare un messaggio della categoria "Warning". Il GC è in grado di avviare l'analisi e il messaggio scompare non appena l'analisi ha inizio.

Queste avvertenze non vengono inserite nel file di registrazione.

Shutdown (arresto)

L'arresto (shutdown) si verifica in presenza di problemi hardware che potrebbero compromettere la sicurezza dell'utente o danneggiare lo strumento. Prima dell'arresto, il GC emette una serie di segnali acustici. Una volta trascorso un certo periodo di tempo, il componente cessa di funzionare, il GC emette ancora un segnale acustico e sul display appare un messaggio di avvertimento. Il GC permane nello stato di pronto (ready). Sotto il tasto [STATUS] non compaiono altre informazioni e l'errore non viene registrato.

Fault

I messaggi che segnalano difetti o guasti (contraddistinti cioè dalla parola "Faults") evidenziano problemi hardware che richiedono l'intervento dell'utente. In base al tipo di errore, il GC non emette segnali acustici o ne emette uno solo. Il LED corrispondente allo stato "Not Ready" lampeggia perché il GC non è in grado di iniziare l'analisi e sul display compare un messaggio di errore. Premere [STATUS] per ulteriori informazioni. L'errore viene registrato in un file.

Sono due i casi in cui un difetto può causare l'arresto totale del sistema: un problema al sistema pneumatico per un componente che utilizza idrogeno e una fuga termica del forno del GC. In questi casi, il GC continua ad emettere segnali acustici fino a quando non si preme [Clear].

Messaggi di guasto della scheda madre e di errore fatale

Questi messaggi indicano quasi sempre che esiste un malfunzionamento della scheda madre e che questa deve essere sostituita. Questi messaggi non sono numerati e compaiono appena lo strumento viene avviato. Consultare la [Tabella 23](#). Salvo alcune eccezioni, elencate nella tabella, quando compaiono messaggi di questa categoria ("Bad mainboard" o "Fatal error") è necessario rivolgersi all'Assistenza tecnica Agilent per la sostituzione della scheda.

Tabella 23 Messaggi di guasto della scheda madre e di errore fatale

Messaggio a comparsa	Note
BAD MAINBOARD	
Main FPGA Failure	Rivolgersi al servizio di assistenza tecnica Agilent.
Static RAM Failure	
Boot ROM Checksum	
DMA FPGA Failure	Rivolgersi al servizio di assistenza tecnica Agilent.
DRAM Failure	
FATAL ERROR	
Exception Vector	Rivolgersi al servizio di assistenza tecnica Agilent.
Bus Error	
Address Error	
Illegal Instruction	
Divide by Zero	
No 512Hz Interrupt	

Messaggio di Not Ready

Un elenco di messaggi di Not Ready è fornito nella [Tabella 24](#) qui di seguito

Tabella 24 Messaggi di Not Ready (non pronto)

Messaggio di stato	Voce del file di registrazione	Note
Messaggi di non pronto relativi alle zone termiche		
Oven temp	Not ready: Oven temp ####	Vedere pagina 257 .
Front inlet temp	Not ready: F inlet temp ####	
Back inlet temp	Not ready: B inlet temp ####	Vedere pagina 258 .
Front det temp	Not ready: Front det temp ####	
Back det temp	Not ready: Back det temp ####	
Aux 1 temp	Not ready: Aux 1 temp ####	
Aux 2 temp	Not ready: Aux 2 temp ####	
Messaggi di non pronto relativi a pressione e flusso		
Front inlet pressure	Not ready: F inl pres	Vedere pagina 258 .
Front inlet flow	Not ready: F inlet flow ##.#	
Back inlet pressure	Not ready:	
Back inlet flow	Not ready: B inlet flow ##.#	
Front det H2 flow	Not ready: F det H2 flow	
Front det gas 2	Not ready: F det gas 2	
F det makeup gas	Not ready: F det makeup	

Tabella 24, continua

Messaggio di stato	Voce del file di registrazione	Note
Back det H2 flow Not ready:	Not ready: B det gas 2	
Back det gas 2	Not ready: B det gas 2	
B det makeup gas	Not ready: B det makeup	
Aux 3 pressure	Not ready:	Vedere pagina 258 .
Aux 4 pressure	Not ready:	
Aux 5 pressure	Not ready:	
Messaggi di non pronto del rivelatore		
Front det waiting	Not ready: Front det on wait	Vedere pagina 259 .
Back det waiting	Not ready: Back det on wait	Vedere pagina 259 .
Front det igniting	Not ready: Front det ignite	Vedere pagina 259 .
Back det igniting	Not ready: Back det ignite	Vedere pagina 259 .
Front det adjusting	Not ready: Front det adjust	Vedere pagina 260 .
Back det adjusting	Not ready: Back det adjust	Vedere pagina 260 .
Front det equip time	Not ready: Front det equip	Vedere pagina 260 .
Back det equip time	Not ready: Back det equip time	Vedere pagina 260 .
Front det shutdown	Not ready: Front det shutdown	Vedere pagina 260 .
Back det shutdown	Not ready: Back det shutdown	Vedere pagina 260 .
F NPDBead slewing	Not ready: Front NPD slewing	Vedere pagina 261 .

Tabella 24, continua

Messaggio di stato	Voce del file di registrazione	Note
F NPDBead slewing	Not ready: Back NPD slewing	Vedere pagina 261 .
Messaggi di non pronto dell'iniettore		
Gas saver	Not ready: Gas saver active	L'iniettore è in modalità di risparmio gas. Premere [Prep Run].
Front inlet purging	Not ready: F inlet purge	L'iniettore in modalità split è in fase di spurgo. Premere [Prep Run]. Vedere pagina 262 .
Back inlet purging	Not ready: B inlet purge	L'iniettore in modalità split è in fase di spurgo. Premere [Prep Run]. Vedere pagina 262 .
F inl pulse inactive	Not ready: F inlet pres pulse	Premere [Prep Run].
B inl pulse inactive	Not ready: B inlet pres pulse	Premere [Prep Run].
F inl VI flow idle	Not ready: F inlet VI flow	Premere [Prep Run].
B inl VI flow idle	Not ready: B inlet VI flow	Premere [Prep Run].
Need F inl Solv vent	Not ready: F inlet Solv.	Premere [Prep Run].
Need B inl Solv vent	Not ready: B inlet Solv. vent	Premere [Prep Run].
Messaggi errore relativi		
24V pneu valve drive	Not ready: 24V pneu valve drive	Vedere pagina 261 .
Multiposition valve	Not ready: Multiposition valve	Vedere pagina 261 .
Gas sampling valve 1	Not ready: Gas sampling valve 1	Vedere pagina 261 .

Tabella 24, continua

Messaggio di stato	Voce del file di registrazione	Note
Gas sampling valve 2	Not ready: Gas sampling valve 2	Vedere pagina 261 .
Altri messaggi di non pronto		
Modalità di diagnosi	Not ready: Diagnostics active	Vedere pagina 262 .
Test in progress	Not ready: Test in progress	Il sistema sta effettuando un test diagnostico. Attendere.
Front inj door open	Not ready: Front inj door open	
Back inj door open	Not ready: Back inj door open	
Host system	Not ready: Host system	Vedere pagina 262 .
External device		Un dispositivo esterno collegato al connettore di Remote Start non è pronto.
Power on in progress	Power-on restart: Blank run	Vedere pagina 263 .

Messaggi di non pronto relativi alle zone termiche

Temperatura del forno (oven temp)

Il GC non è pronto a iniziare l'analisi fino a quando la temperatura del forno non raggiunge il valore impostato per essa (± 1 grado). Se il forno non è acceso, il GC non è pronto.

Se il forno non è in grado di raggiungere il valore di regolazione, il GC rimane nello stato "not ready" per un tempo indeterminato a meno che la temperatura del forno sia fuori dall'intervallo di valori consentiti, con conseguente arresto del sistema.

Altre zone termiche

Oltre al forno, il GC presenta un certo numero di zone riscaldate: gli iniettori, i rivelatori e le zone ausiliarie, spesso denominate con la sigla, "aux" (auxiliary). Il GC non è pronto a iniziare un'analisi fino a quando tutte queste zone hanno raggiunto una temperatura di $\pm 1^\circ\text{C}$ dal valore di regolazione e l'hanno mantenuta per 30 secondi. Quando una zona si spegne viene considerata "pronta" (cioè nello stato "ready").

Se una zona non è in grado di raggiungere il valore di regolazione, il GC permane nella condizione "not ready", anche per un periodo indeterminato. Il GC non si spegne a meno che una temperatura non sia esterna alla gamma per quella zona.

Messaggi di non pronto relativi a flusso e pressione

Il GC non avvia l'analisi fino a quando tutte le aree pressurizzate non hanno raggiunto gli opportuni valori di regolazione e non li hanno mantenuti per 6 secondi. L'intervallo di valori impostabili per la pressione di una zona è compresa tra 0,05 e 0,5 psi, a seconda del tipo di sensore.

Analogamente, il GC non è pronto per dare l'avvio a un'analisi fino a che le portate non sono a 1 ml/min dal valore di regolazione e rimangono nella gamma di valori ammessi per 6 secondi. Quando le zone in pressione si spengono, vengono considerate "ready".

Se entro il periodo di tempo specificato la zona non raggiunge lo stato "ready", il funzionamento del GC subisce un arresto. Consultare a questo proposito i messaggi di arresto (categoria "Shutdown").

Se una pressione o un flusso non riescono a raggiungere lo stato di pronto, controllare che il sistema di erogazione del gas sia funzionante e vi sia abbastanza gas.

Messaggi di non pronto del rivelatore

Front det waiting

Back det waiting

Per evitare danni dovuti alla condensa, la temperatura del rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID) e del rivelatore azoto-fosforo (NPD) deve raggiungere almeno i 150°C prima che i rivelatori possano accendersi. Il FPD deve essere a 120°C o più per potersi accendere. Il rivelatore a conducibilità termica (TCD) deve raggiungere almeno i 100°C prima che il filamento venga scaldato elettricamente. Se le temperature sono inferiori al valore minimo, il GC non è pronto per l'analisi.

Finché il rivelatore non è in grado di raggiungere la temperatura minima, il GC permane nella condizione "not ready", anche per un periodo indeterminato.

- Verificare che il valore di regolazione per la temperatura del rivelatore sia sufficientemente alto da garantire il funzionamento. Aumentarlo se è troppo basso.
- Quando il valore di regolazione della temperatura è sufficientemente alto ma il rivelatore non è in grado di raggiungerlo, possono essersi verificati un'anomalia di funzionamento del riscaldatore oppure un guasto del sensore o della scheda madre. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Front det igniting

Back det igniting

Il GC non è pronto quando la sequenza di accensione della fiamma del FID o del FPD è in esecuzione. Il messaggio scompare se si spegne il rivelatore.

Se il FID o l'FPD non si accende, è possibile arrestare il funzionamento del rivelatore (con uno shutdown). Vedere ["Rivelatore a ionizzazione di fiamma"](#) o ["Rivelatore fotometrico a fiamma \(FPD\)"](#).

Front det adjusting**Back det adjusting**

Il GC non è pronto perché l'NPD o l' μ -ECD sta regolando la propria linea di base in modo da raggiungere l'impostazione di offset (FID) o output (μ -ECD).

La regolazione dell' μ -ECD viene completata in circa 30 secondi. L'NPD richiede circa un'ora.

In caso di contaminazione del sistema (il gas non ha un sufficiente grado di purezza o l'elemento attivo è umido) o di usura dell'elemento attivo, l'NPD potrebbe anche non essere in grado di raggiungere il valore impostato. Questa condizione non verrà tuttavia segnalata da un messaggio di errore, quindi il GC non sarà pronto per l'analisi.

Spegnendo il rivelatore, il messaggio scompare.

Front det equilb time**Back det equilb time**

L'NPD ha completato la regolazione dello scarto di rivelabilità e attende ora che il valore rimanga al valore fissato per il tempo di stabilizzazione.

L'NPD potrebbe anche non stabilizzarsi se il sistema è contaminato o se l'elemento attivo è usurato. Oltre a questo, anche la temperatura ambiente potrebbe influire negativamente sulla stabilizzazione. Se il rivelatore si spegne, il GC sarà pronto per l'analisi.

E' possibile modificare il tempo di stabilizzazione dal menu di controllo Detector.

Front det shutdown**Back det shutdown**

Il funzionamento dei FID, FPD, NPD o TCD si arresta se questi rivelatori subiscono un guasto al sistema di controllo pneumatico o, nel caso del TCD, un guasto al filamento.

Il GC rimane nello stato "not ready" fino a quando il rivelatore guasto non viene disattivato: disattivando l'FID o l'FPD si disattiva il dispositivo di accensione, il flusso di idrogeno e il flusso dell'aria; disattivando l'NPD si disattiva la tensione dell'elemento attivo dell'NPD, il flusso di idrogeno e il flusso dell'aria; disattivando il TCD si disattiva la tensione del filamento e il flusso di riferimento.

F NPD bead slewing**B NPD bead slewing**

La tensione dell'elemento attivo del NPD si sta regolando ad un nuovo valore.

Messaggi di non pronto relativi alle valvole**24V pneu valve drive**

Questo messaggio della categoria " Not Ready" indica che la tensione di +24 V fornita alle valvole del sistema pneumatico è in realtà inferiore a +16,5 V. Tutte le valvole vengono pertanto disabilitate, per prevenire il funzionamento improprio delle stesse. Quando la tensione effettiva tornerà al suo valore nominale, il GC sarà pronto per iniziare l'analisi.

Questa condizione " Not Ready" potrebbe anche indicare un problema dell'hardware.

Gas sampling valve 1**Gas sampling valve 2**

Il GC non è pronto perché il tempo di iniezione o di caricamento non sono ancora terminati: lo diventerà allo scadere dei suddetti tempi.

Multiposition valve

La valvola multiposizione impedisce che il GC sia pronto per iniziare l'analisi. Le cause possibili sono le seguenti.

- La valvola multiposizione non si trova nella posizione impostata. Il GC permane nello stato di non pronto finché la valvola non raggiunge il valore impostato.
- Il cavo BCD manca oppure non è inserito nella presa. Nella prima ipotesi (cavo mancante) non c'è possibilità che la valvola passi nello stato "ready".
- Il valore di regolazione BCD non è corretto per la polarità dell'uscita BCD della valvola. E' probabile che la valvola si arresti visualizzando i messaggi di errore "Illegal Position" o " Not Switching".
- Se la valvola è collegata o il campione è viscoso, il tempo di commutazione potrebbe essere troppo breve per consentire il corretto funzionamento della valvola: in tal caso, si consiglia di aumentarne la durata.

Altri messaggi di non pronto

Diagnostics mode

Il GC non è pronto per l'analisi quando si trova in modalità diagnostica. La modalità diagnostica viene attivata quando si accede ad una delle tabelle di controllo Diagnostics tramite il tasto [Options]. Uscire dalla sezione Diagnostics della tastiera:

il GC sarà in condizione di iniziare l'analisi (passerà nello stato "ready").

External device

Uno strumento collegato al bus di start/stop non è pronto: ad esempio, il campionatore automatico per liquidi non è pronto per avviare l'iniezione. Il GC sarà pronto quando lo saranno anche gli strumenti collegati al bus.

Host system

Il GC non è pronto a iniziare l'analisi se non lo sono a loro volta l'integratore, la ChemStation Agilent o altre unità di controllo: in altre parole, quando è pronto anche il sistema centrale.

Front inlet purging

Back inlet purging

Eventualità che si verifica solo con un iniettore split/splitless. Il messaggio appare se si tenta di avviare un'analisi quando la valvola di spurgo è ancora in modalità split.

L'iniettore non è pronto e lo spurgo continua fino a che non si preme il tasto Prep Run. Infatti premendo Prep Run si chiude la valvola (si disattiva inoltre la modalità "gas saver" e si incrementa la pressione per un impulso di pressione, se selezionato).

Power on in progress

Questo messaggio appare quando:

- si riattiva la corrente elettrica dopo un'interruzione improvvisa dell'alimentazione durante un'analisi oppure quando si accende il forno e il GC non stava eseguendo analisi,
- si riattiva la corrente elettrica dopo che un operatore l'aveva disattivata mentre il forno era acceso.

Il GC scalda dapprima tutte le zone termiche e quindi il forno. Soltanto quando il forno raggiunge il valore impostato e questo rimane stabile per il tempo di stabilizzazione, il GC sarà pronto a iniziare l'analisi.

Se durante un'analisi si verifica un'improvvisa interruzione dell'alimentazione, al ritorno della corrente elettrica il GC riscalda tutte le zone termiche e il forno, quindi esegue un'analisi in bianco. Al termine dell'analisi in bianco, il GC sarà in condizione di iniziare l'analisi (nello stato "ready").

Messaggi di arresto

Quando sul GC si verifica una condizione che implica l'arresto ("Shutdown") di un componente, sul display appare un messaggio numerato che espone brevemente il problema. Questo capitolo offre informazioni più dettagliate sulle condizioni che arrestano il funzionamento del GC o di un componente.

Tabella 25 Messaggi di arresto

N. di arresto	Messaggio	Note
1	Note Oven shut off	Vedere pagina 265 .
2	Oven cryo shutdown	Vedere pagina 265 .
3	Front inlet pressure shutdown	Vedere pagina 266 .
4	Front inlet flow shutdown	Vedere pagina 266 .
5	Back inlet pressure shutdown	Vedere pagina 266 .
6	Back inlet flow shutdown	Vedere pagina 266 .
7	Front detector fuel gas shutdown	Vedere pagina 266 .
8	Front detector air/ref shutdown	Vedere pagina 267 .
9	Front detector makeup shutdown	Vedere pagina 267 .
10	Back detector fuel gas shutdown	Vedere pagina 267 .
11	Back detector air/ref shutdown	Vedere pagina 267 .
12	Back detector makeup shutdown	Vedere pagina 267 .
13	Pres aux 3 shutdown	Vedere pagina 267 .
14	Pres aux 4 shutdown	Vedere pagina 268 .
15	Pres aux 5 shutdown	Vedere pagina 268 .
16	Multiposition valve is not switching	Vedere pagina 268 .
17	Can't reach setpoint of multipos valve	Vedere pagina 268 .
18	Front inlet cryo shutdown	Vedere pagina 269 .
19	Back inlet cryo shutdown	Vedere pagina 269 .
20	Aux 1 cryo shutdown	Vedere pagina 269 .
21	Aux 2 cryo shutdown	Vedere pagina 269 .
22	Front inlet heating too slowly: temperature shut off	Vedere pagina 270 .
23	Back inlet heating too slowly: temperature shut off	Vedere pagina 270 .

Shutdown 1 — Oven shut off

L'energia elettrica necessaria a mantenere il forno sul valore impostato supera quella prevista per ottenere quella temperatura. Il GC non è pronto per iniziare l'analisi. Le paratie del forno si aprono a metà (se funzionano correttamente). Spegner e riaccendere il GC o modificare la temperatura del forno per ripristinare il funzionamento. Le possibili cause di questa situazione sono:

- un cattivo funzionamento delle paratie del forno: controllare le paratie sul retro del GC. Devono essere aperte durante il raffreddamento (per temperature comprese fra 50 e 250°C) oppure chiuse completamente per raggiungere i valori di regolazione della temperatura. Se una paratia è completamente bloccata o parzialmente aperta, non sta funzionando correttamente. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.
- eventuali fughe termiche nel forno (ad esempio, per mancanza di isolamento intorno all'iniettore o al rivelatore o per una fuga dallo sportello).
- un carico eccessivo nel forno (ad esempio, una colonna impaccata di grandi dimensioni).
- cattivo funzionamento del riscaldatore del forno o dei componenti elettronici del riscaldatore. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Shutdown 2 — Oven cryo shutdown

Il forno del GC si è spento. Gli arresti criogenici conservano il liquido refrigerante quando il GC non è in grado di avviare un'analisi. Un arresto criogenico non significa che il sistema di raffreddamento non funzioni correttamente.

Le cause potrebbero invece essere le seguenti:

- è stato superato il tempo massimo consentito per il sistema criogenico (cryo timeout): il forno del GC ha raggiunto la temperatura impostata, ma il tempo massimo specificato nell'opzione Timeout è trascorso senza che sia stata avviata alcuna analisi.

Spegner e riaccendere il forno o modificare il valore di regolazione in modo da ripristinare il normale funzionamento. Disattivare quindi l'opzione Timeout per evitare un ulteriore arresto oppure prolungare il tempo massimo nell'opzione Timeout.

- si è verificato un errore del sistema criogenico (cryo fault). Il raffreddamento è terminato da 16 minuti ma il forno non ha ancora raggiunto la temperatura impostata.

Controllare il livello del fluido criogenico e reintegrarlo se è troppo basso per garantire un raffreddamento adeguato. La valvola criogenica può essere bloccata in posizione di apertura o di chiusura. Se il livello del fluido criogenico è normale, potrebbe trattarsi di una rottura della valvola o di un funzionamento anomalo della trasmissione elettronica (evento più raro).

Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Shutdown 3 — Front inlet pressure shutdown

L'ingresso anteriore non raggiunge il valore impostato per la pressione nel tempo assegnato. Il tempo varia a seconda del tipo di iniettore: 2 minuti per gli iniettori per impaccate e on column a freddo e 5,5 minuti per il sistema di iniezione split/splitless. Il GC permane nello stato "not ready" fino a quando il problema non viene risolto e l'iniettore raggiunge il valore impostato.

Shutdown 4 — Front inlet flow shutdown

L'iniettore anteriore non raggiunge il valore impostato per il flusso nel tempo assegnato. Nella modalità di controllo del flusso, questo tempo equivale a 2 minuti, trascorsi i quali l'iniettore cessa di funzionare. Il GC permane nello stato "not ready" fino a quando il problema non viene risolto e l'iniettore raggiunge il valore impostato per il flusso.

Shutdown 5—Back inlet pressure shutdown

L'iniettore posteriore non raggiunge o non mantiene il valore impostato per la pressione. Vedere Shutdown 3.

Shutdown 6 — Back inlet flow shutdown

L'ingresso posteriore non raggiunge o non mantiene il valore impostato per il flusso. Vedere Shutdown 4.

Shutdown 7 — Front detector fuel gas shutdown

Il gas di combustione del rivelatore anteriore non raggiunge o non mantiene il valore di regolazione della pressione nei due minuti consentiti. Il GC rimane nello stato "not ready" fino a quando il problema non viene risolto e il rivelatore non raggiunge il valore di regolazione.

Shutdown 8 — Front detector air/ref shutdown

L'aria o il gas di riferimento del rivelatore anteriore non raggiunge o non mantiene il valore di regolazione della pressione. Il modulo aux 3 del controllo pneumatico non è in grado di mantenere il valore di regolazione della pressione. Vedere Shutdown 7.

Shutdown 9 — Front detector makeup shutdown

Il gas di makeup del rivelatore anteriore non raggiunge o non mantiene il valore di regolazione della pressione. Tutti i gas del rivelatore vengono disattivati e il GC non è pronto. Vedere Shutdown 7.

Shutdown 10 — Back detector fuel gas shutdown

Il gas di alimentazione del rivelatore posteriore non raggiunge o non mantiene il valore di regolazione della pressione. Tutti i gas del rivelatore vengono disattivati e il GC non è pronto. Vedere Shutdown 7.

Shutdown 11 — Back detector air/ref shutdown

L'aria o il gas di riferimento del rivelatore posteriore non raggiunge o non mantiene il valore di regolazione della pressione. Il modulo aux 3 del controllo pneumatico non è in grado di mantenere il valore di regolazione della pressione. Vedere Shutdown 7.

Shutdown 12 — Back detector makeup shutdown

Il gas di makeup del rivelatore posteriore non raggiunge o non mantiene il valore di regolazione della pressione. Il modulo aux 3 del controllo pneumatico non è in grado di mantenere il valore di regolazione della pressione. Vedere Shutdown 7.

Shutdown 13 — Pres aux 3 shutdown

Il modulo aux 3 del controllo pneumatico non è in grado di mantenere il valore di regolazione della pressione. Il modulo aux 3 del controllo pneumatico non è in grado di mantenere il valore di regolazione della pressione. Vedere Shutdown 3.

Shutdown 14 — Pres aux 4 shutdown

Il modulo aux 4 del controllo pneumatico non è in grado di mantenere il valore di regolazione della pressione. Vedere Shutdown 3.

Shutdown 15 — Pres aux 5 shutdown

Il modulo aux 5 del controllo pneumatico non è in grado di mantenere il valore di regolazione della pressione. Vedere Shutdown 3.

Shutdown 16 — Multiposition valve is not switching

La valvola multiposizione ha tentato di cambiare posizione due volte senza successo. La valvola si arresta e segnala che non è pronta (non corrisponde al valore regolato). Annullare l'arresto specificando un nuovo valore di regolazione. Le possibili cause di questa situazione sono:

- la valvola non è collegata al driver corretto o manca addirittura il collegamento: collegare la valvola al driver adatto.
- la valvola è bloccata.
- il tempo che trascorre tra due movimenti successivi dell'attuatore è troppo breve per la velocità della valvola. La valvola cambia posizione più lentamente: potrebbe essere leggermente bloccata oppure il campione è troppo viscoso; si consiglia di aumentare il valore del tempo. in tal caso, si consiglia di aumentarne la durata.

Shutdown 17 — Can't reach setpoint of multipos valve

La valvola sta passando alla posizione sbagliata o non riesce ad assumere la posizione impostata. La valvola si chiude. Annullare l'arresto specificando un nuovo valore di regolazione. Le possibili cause di questa situazione sono:

- un errore nella posizione della valvola. È stato impostato un valore che la valvola non riesce a raggiungere. Ad esempio è stata inserita una posizione dieci per una valvola a otto vie. Impostare un valore di posizione corretto.
- il valore di regolazione BCD per l'impostazione della logica negativa non è corretto. Con la maggior parte delle valvole, l'impostazione logica negativa deve essere attivata (On). Se il valore di regolazione BCD è già impostato su On e si verifica un arresto, impostarlo su Off.

Shutdown 18 — Front inlet cryo shutdown**Shutdown 19 — Back inlet cryo shutdown**

L'iniettore viene spento. Gli arresti criogenici conservano il liquido refrigerante quando il GC non è in grado di avviare un'analisi. Un arresto criogenico non significa che il sistema di raffreddamento non funzioni correttamente. Le cause potrebbe invece essere le seguenti:

- è stato superato il tempo massimo consentito per il sistema criogenico (cryo timeout): il forno del GC ha raggiunto la temperatura impostata ma il tempo massimo specificato nell'opzione Timeout è trascorso senza che sia stata avviata alcuna analisi.

Spegnere e riaccendere l'iniettore o modificare il valore di regolazione in modo da ripristinare il normale funzionamento. Disattivare quindi l'opzione Timeout per evitare un ulteriore arresto oppure prolungare il tempo massimo nell'opzione Timeout.

- si è verificato un errore del sistema criogenico (cryo fault). Il raffreddamento è terminato da 16 minuti ma l'iniettore non ha ancora raggiunto la temperatura impostata.

Controllare il livello del fluido criogenico e reintegrarlo se è troppo basso per garantire un raffreddamento adeguato. La valvola criogenica può essere bloccata in posizione di apertura o di chiusura. Se il livello del fluido criogenico è normale, potrebbe trattarsi di una rottura della valvola o di un funzionamento anomalo della trasmissione elettronica (evento più raro).

Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Shutdown 20 — Aux 1 cryo shutdown**Shutdown 21 — Aux 2 cryo shutdown**

La zona della temperatura ausiliaria dotata di raffreddamento criogenico si è disattivata. Gli arresti criogenici conservano il liquido refrigerante quando il GC non è in grado di avviare un'analisi. Un arresto criogenico non significa che il sistema di raffreddamento non funzioni correttamente. Le cause potrebbe invece essere le seguenti:

- è stato superato il tempo massimo consentito per il sistema criogenico (cryo timeout): la zona ausiliaria del GC ha raggiunto la temperatura impostata ma il tempo massimo specificato nell'opzione Timeout è trascorso senza che sia stata avviata alcuna analisi.

Spegnere e riaccendere la zona o modificare il valore di regolazione in modo da ripristinare il normale funzionamento. Disattivare quindi l'opzione Timeout per evitare un ulteriore arresto oppure prolungare il tempo massimo nell'opzione Timeout.

- si è verificato un errore del sistema criogenico (cryo fault). Il raffreddamento è terminato da 16 minuti ma la zona ausiliaria non ha ancora raggiunto la temperatura impostata.

Controllare il livello del fluido criogenico e reintegrarlo se è troppo basso per garantire un raffreddamento adeguato. La valvola criogenica può essere bloccata in posizione di apertura o di chiusura. Se il livello del fluido criogenico è normale, potrebbe trattarsi di una rottura della valvola o di un funzionamento anomalo della trasmissione elettronica (evento più raro).

Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

**Shutdown 22 — Front inlet heating too slowly:
temperature shut off**

**Shutdown 23 — Back inlet heating too slowly:
temperature shut off**

Il riscaldatore dell'iniettore è a regime da tempo ma la temperatura non ha ancora raggiunto il valore impostato. Il sensore della temperatura per la zona riscaldata non ha funzionato oppure il riscaldatore è difettoso.

Messaggi di condizione critica

La [Tabella 26](#) riporta i messaggi di condizione critica del GC. La maggior parte di questi richiede l'intervento del servizio di manutenzione Agilent. I problemi che possono essere corretti dall'operatore sono riportati unitamente alle procedure da seguire.

Tabella 26 Messaggi di condizione critica

Messaggio no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del file di registrazione	Note
100	Oven sensor missing	Oven sensor missing		
101	Invalid heater power	Invalid heater power for front detector, inlet, and aux 1		Se si usa un' MSD assicurarsi che la zona ausiliaria sia configurata per la linea di trasferimento MSD.
102	Invalid heater power	Invalid heater power for front detector, inlet, and aux 2		
103	Sig 1 buffer full	Sig 1 buffer full	Possible data loss: Sig 1 buffer full	Vedere pagina 275 .
104	Sig 2 buffer full	Sig 2 buffer full	Possible data loss: Sig 2 buffer full	Vedere pagina 275 .
105	Analog out data loss	Analog out data loss	Possible data loss: Analog out data loss Rivolgersi alla	Rivolgersi all'assistenza tecnica Agilent.
106	Signal data loss	Non-recoverable data loss. Data corrupt.	Possible data loss: Signal data loss Rivolgersi alla	Rivolgersi all'assistenza tecnica Agilent.
107	F det config changed	Front det: config changed, method defaulted		Correggere il metodo in modo che corrisponda all'hardware.
108	B det config changed	Back det: config changed, method defaulted		Correggere il metodo in modo che corrisponda all'hardware.
109	F inl config changed	Front inlet: config changed, method defaulted		Correggere il metodo in modo che corrisponda all'hardware.

Messaggio no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del file di registrazione	Note
110	B inl config changed	Back inlet: config changed, method defaulted		Correggere il metodo in modo che corrisponda all'hardware.
111	Col 1 config changed	Column 1: config changed, method defaulted		Correggere il metodo in modo che corrisponda all'hardware.

Tabella 26, continua

Messaggio no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del file di registrazione	Note
112	Col 2 config changed	Column 2: config changed, method defaulted		Correggere il metodo in modo che corrisponda all'hardware.
113	Aux 3 method changed	Aux 3 config changed Method defaulted		Correggere il metodo in modo che corrisponda all'hardware.
114	Aux 4 method changed	Aux 4 config changed Method defaulted		Correggere il metodo in modo che corrisponda all'hardware.
115	Aux 5 method changed	Aux 5 config changed Method defaulted		Correggere il metodo in modo che corrisponda all'hardware.
116			Log overflow	La capacità di registrazione è di 50 inserimenti.
117	F inl calib deleted	F inl calib deleted		Il modulo dell'iniettore viene riportato alla calibrazione di default.
118	B inl calib deleted	B inl calib deleted		
119	F det calib deleted	F det calib deleted		Il modulo del rivelatore viene riportato alla calibrazione di default.
120	B det calib deleted	B det calib deleted		
121	P aux calib deleted	P aux calib deleted		Il modulo viene riportato alla calibrazione di default.

Messaggio no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del file di registrazione	Note
122	Comm data overrun	Host communications: data overrun	Possible data loss: Comm data overrun	Rivolgersi all'assistenza tecnica Agilent.
123	Comm data error	Host communications: data error	Possible data loss: Comm data error	Rivolgersi all'assistenza tecnica Agilent.
124	Comm abnormal break	Host communications: abnormal break	Possible data loss: Comm abnormal break	Controllare i collegamenti.
125	Sampler data overrun	Sampler communications: data overrun	Possible data loss: Sampler data overrun	Controllare l'impostazione del campionatore. Rivolgersi all'assistenza tecnica Agilent.
126	Sampler data error	Sampler communications: data error	Possible data loss: Sampler data error	Controllare l'impostazione del campionatore. Rivolgersi all'assistenza tecnica Agilent.
127	Sampler abnormal com	Sampler communications: abnormal break	Possible data loss: Sampler abnormal com	Controllare i collegamenti.

Tabella 26, continua

Messaggio no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del file di registrazione	Note
128	F inl flow cal fail	Front inlet flow sensor auto zero calib failed.		Rivolgersi all'assistenza tecnica Agilent.
129	B inl flow cal fail	Back inlet flow sensor auto zero calib failed.		Rivolgersi all'assistenza tecnica Agilent.
130	Aux 1 cryo disabled	Aux 1 & front inlet on same cryo valve drive: aux1 disabled		Riconfigurare il drive della zona aus. o del sistema criogenico dell'iniettore.

Messaggio no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del file di registrazione	Note
131	Aux 2 cryo disabled	Aux 2 & back inlet on same cryo valve drive: aux2 disabled		Riconfigurare il drive della zona aus. o del sistema criogenico dell'iniettore.
132		Chgd Col 1 Init time to ###.## ; avoids Sampling End problem		Nell'interfaccia per sostanze volatili, un valore impostato entra in conflitto con il parametro Sampling End. Controllare il metodo. Per ulteriori informazioni, vedere "Interfaccia per composti volatili" .
133		Chgd Col 2 Init time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
138	F inj/inlet mismatch	Front injector incompatible with front inlet		
138	b inj/inlet mismatch	Back injector incompatible with front inlet		
140		Chgd FI Saver time to ###.## ; avoids Sampling End problem		Nell'interfaccia per sostanze volatili, un valore impostato entra in conflitto con il parametro Sampling End. Controllare il metodo. Per ulteriori informazioni, vedere "Interfaccia per composti volatili" .
141		Chgd BI Saver time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
142		Chgd FI Purge time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
142		Chgd BI Purge time to ###.## ; avoids Sampling End problem		

Warning 103 – Sig 1 buffer full**Warning 104 – Sig 1 buffer full**

Di solito questo errore si verifica quando il dispositivo di raccolta dati (ad esempio un PC che gestisce software Cerity o ChemStation Agilent) va in modalità "non in linea" quando il GC sta ancora raccogliendo dati.

Cause possibili e soluzioni:

- esiste un problema sul PC, sul cablaggio del PC o sulla rete locale che collega il GC al PC. Controllare il PC, il cablaggio o la rete.
- il PC è stato spento senza prima aver chiuso la sessione di lavoro relativa allo strumento su Cerity o ChemStation Agilent. Il GC raccoglie e memorizza dati relativi a diagrammi in tempo reale fino a che la memoria tampone registra un flusso eccessivo di dati e compare il messaggio di errore. Chiudere la sessione relativa allo strumento prima di spegnere il PC in modo che interrompa la raccolta di dati.
- il PC è passato in modalità di risparmio energetico. Quando il PC entra in modalità il processore rallenta e non può raccogliere dati a velocità sufficientemente elevata per le normali comunicazioni, provocando la comparsa del messaggio di errore. Ad esempio, se il PC rimane in modalità di risparmio energetico per tutta la notte, si verificherà un errore sul GC ma il software Cerity o ChemStation Agilent sarà comunque in stato di pronto (Ready). Chiudere e riavviare la sessione dello strumento e disabilitare il sistema di risparmio energetico del PC.
- si è verificato un problema di software ed il PC ha interrotto la raccolta di dati.
- il GC ha un problema hardware. Se il problema persiste, contattare Agilent per l'assistenza.

Messaggi di segnalazione guasti

La [Tabella 27](#) elenca i messaggi di segnalazione guasti (fault) del GC. La maggior parte richiede l'intervento dell'assistenza tecnica Agilent, ma nei casi risolvibili dall'operatore è stato riportato il numero di pagina in cui è descritta la procedura correttiva.

Tabella 27 Messaggi di segnalazione guasti

Guasto no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del file di registrazione	Note
200	Pneu board FPGA	Pneumatics shutdown: faulty pneumatics board	Not ready: Pneu board FPGA	
201	Pneumatics board	Pneumatics shutdown: faulty pneumatics board	Not ready: Pneumatics board	
202	idrogeno	Hydrogen safety shutdown	Not ready: idrogeno	Vedere pagina 282 .
203	Signal DSP faulty	Signal DSP faulty	Not ready: Signal DSP faulty	
204	Sig DSP ROM broken	Sig DSP ROM broke	Not ready: Sig DSP ROM broken	
205	Sig DSP RAM broken	Sig DSP RAM broken	Not ready: Sig DSP RAM broken	
206	Sig DSP registers	Sig DSP registers	Not ready: Sig DSP registers	
207	Sig DSP data corrupt	Sig DSP data corrupt	Not ready: Sig DSP data corrupt	
208	0-1 mV out # 1	Signal path test failed	Not ready: 0-1 mV out # 1	
209	0-1 mV out # 2	Signal path test failed	Not ready: 0-1 mV out # 2	
210	Analog out # 1	Signal path test failed	Not ready: Analog out # 1	

Tabella 27, continua

Guasto no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del registro elettronico	Note
211	Analog out # 2	Signal path test failed	Not ready: Analog out # 2	
212	F det electrometer	Front detector electrometer out of specification	Not ready: F det electrometer	
213	B det electrometer	Back detector electrometer out of specification	Not ready: B det electrometer	
214	Front det flame out	Front detector flame out	Not ready: Front det flame out	Vedere pagina 283 .
215	Back det flame out	Back detector flame out	Not ready: Back det flame out	Vedere pagina 283 .
216	F TCD filament open	Front TCD filament open	Not ready: F TCD filament open	Vedere pagina 283 .
217	B TCD filament open	Back TCD filament open	Not ready: B TCD filament open	Vedere pagina 283 .
218	F TCD filament short	Front TCD filament shorted	Not ready: F TCD filament short	Vedere pagina 284 .
219	B TCD filament short	Back TCD filament shorted	Not ready: B TCD filament short	Vedere pagina 284 .
220	Heater overcurrent	Heater overcurrent. Thermal shutdown.		
221	Thermal shutdown		Not ready:	Vedere pagina 284 .
222	Oven temp too hot	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
223	Oven temp too cool	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
224	Oven temp sensor	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
225	F det temp too hot	Front detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .

Tabella 27, continua

Guasto no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del registro elettronico	Note
226	F det temp sensor	Front detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
227	B det temp too hot	Back detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
228	B det temp sensor	Back detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
229	F inl temp too hot	Front inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
230	F inl temp sensor	Front inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
231	B inl temp too hot	Back inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
232	B inl temp sensor	Back inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
233	Aux 1 temp too hot	Aux 1 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
234	Aux 1 temp sensor	Aux 1 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
235	Aux 2 temp too hot	Aux 2 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
236	Aux 2 temp sensor	Aux 2 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Vedere pagina 284 .
237	No line interrupt	No line interrupt thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
238	Line interrupt	Faulty line interrupt thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
239	No mux ADC response	Mux ADC thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
240	Mux ADC offset value	Mux ADC thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	

Tabella 27, continua

Guasto no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del registro elettronico	Note
241	Invalid line sense	Line sense reading thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
242	Aux 3 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 3 faulty fact cal	
243	Aux 4 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 4 faulty fact cal	
244	Aux 5 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 5 faulty fact cal	
245	F det module rev	Front det module: obsolete EEPROM	Not ready: F det module rev	
246	B det module rev	Back det module: obsolete EEPROM	Not ready: B det module rev	
247	F inlet module rev	Front inlet module: obsolete EEPROM	Not ready: F inlet module rev	
248	B inlet module rev	Back inlet module: obsolete EEPROM	Not ready: B inlet module rev	
249	Aux module rev	Pres aux module: obsolete EEPROM	Not ready: Aux module rev	
250	F det wrong module	Front det: non-det module	Not ready: F det wrong module	
251	B det wrong module	Back det: non-det module	Not ready: B det wrong module	
252	F inlet wrong module	Front inlet: non-inletmodule	Not ready: F inlet wrong module	
253	B inlet wrong module	Back inlet: non-inletmodule	Not ready: B inlet wrong module	
254	Aux wrong module	Non-aux module in pneu aux position	Not ready: Aux wrong module	

Tabella 27, continua

Guasto no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del registro elettronico	Note
255	F det invalid type	Front detector: invalid det module	Not ready: F det invalid type	
256	B det invalid type	Back detector: invalid det module	Not ready: B det invalid type	
257	F inlet invalid type	Front inlet: invalid inlet module	Not ready: F inlet invalid type	
258	B inlet invalid type	Back inlet: invalid inlet module	Not ready: B inlet invalid type	
259	F det type mismatch	Front detector: det board not the same as module	Not ready: F det type mismatch	Se è stato installato un rivelatore nuovo, controllare che la scheda dell'elettronica ed il modulo siano installati in collocazioni corrette.
260	B det type mismatch	Back detector: det board not the same as module	Not ready: B det type mismatch	
262	RS232 defective	Host communications: RS232 defective	Not ready: RS232 defective	
264	Sampler RS232 defect	Sampler communications: RS232 defective	Not ready: Sampler RS232 defect	
265	F inlet invalid pid	Front inlet: invalid pids		
266	B inlet invalid pid	Back inlet: invalid pids		
267	F det invalid pid	Front detector: invalid pids		
268	B det invalid pid	Back detector: invalid pids		
269	Pneu aux invalid pid	Pneu aux module: invalid pids		
270	F inlet bad cksum	Front inlet: invalid module checksum		

Tabella 27. continua

Guasto no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del registro elettronico	Note
271	B inlet bad cksum	Back inlet: invalid module checksum		
272	F det bad cksum	Front detector: invalid module checksum		
273	B det bad cksum	Back detector: invalid module checksum		
274	Pneu aux bad cksum	Pneu aux module: invalid module checksum		
275	F inlet bad fact cal	Front inlet: invalid constants from factory calibration		
276	B inlet bad fact cal	Back inlet: invalid constants from factory calibration		
277	F det bad fact cal	Front detector: invalid constants from factory calibration		
278	B det bad fact cal	Back detector: invalid constants from factory calibration		
279	P aux bad fact cal	Pneumatics aux invalid constants from factory calibration		
280	F inlet i/o failure			
281	B inlet i/o failure			
282	F det i/o failure			
283	B det i/o failure			
284	Pneu aux i/o failure			
285	F det adjust failure	Front detector offset adjustment failed	Not ready: F det adjust failure	
286	B det adjust failure	Back detector offset adjustment failed	Not ready: B det adjust failure	

Tabella 27. continua

Guasto no.	Messaggio di stato	Messaggio	Voce del registro elettronico	Note
290	Zones not updating	Zones not updating	Not ready: Zones not updating	
293	Zone heater driver	Zone heater driver	Not ready: Zone heater driver	

Fault 202 — Hydrogen safety shutdown

Un'iniettore configurato per l'idrogeno non ha raggiunto la temperatura impostata entro 2 minuti. Poiché l'idrogeno presenta rischi di esplosione si è verificato quanto segue:

- la ventola del forno ed i riscaldatori del GC si sono spenti;
- le paratie del forno sono completamente aperte;
- i sistemi di controllo del flusso e della pressione si sono spenti ed i parametri di controllo lampeggiano se visualizzati;
- i riscaldatori per piccole zone di iniettori e rivelatori sono stati spenti ed i parametri di controllo lampeggiano se visualizzati;
- il segnale acustico continua fino a quando si preme il tasto [Clear];
- il forno non può essere riacceso se lo strumento non viene scollegato dalla corrente. Spegnere e riaccendere l'alimentazione elettrica del GC per ripristinare il funzionamento.

La sequenza continua fino alla riparazione del guasto. Per scoprire la causa del guasto controllare quanto segue:

- controllare la pressione del sistema di erogazione del gas. Aumentare la pressione dell'erogazione iniziale se è troppo bassa per raggiungere il valore di regolazione.
- controllare che non vi siano perdite in qualche punto del sistema. Eseguire un controllo di tenuta dei condotti del sistema di erogazione del gas, dell'iniettore e dei raccordi della colonna dell'iniettore. Le procedure per il controllo di tenuta sono incluse in ogni sezione sugli iniettori.

- la colonna potrebbe presentare una rottura; verificare la presenza di perdite nella colonna con l'apposito dispositivo e sostituire la colonna rotta oppure eliminare la parte danneggiata.
- una valvola di controllo proporzionale può essersi bloccata in posizione di apertura o di chiusura per una contaminazione o un difetto. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Fault 214 — Front detector flame out**Fault 215 — Back detector flame out**

Questo messaggio appare quando il rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID) o il rivelatore fotometrico a filtro (FPD) non è in grado di accendere la fiamma o quando la fiamma si spegne nel corso di un'analisi. Durante il processo di accensione o l'analisi, il rivelatore tenta per due volte di accendere la fiamma; se entrambi i tentativi falliscono, l'idrogeno, l'aria e il dispositivo di accensione si arrestano e sul display appare il messaggio di errore. Il rivelatore non sarà pertanto nello stato "ready".

- Assicurarsi che i flussi dell'idrogeno e dell'aria siano attivati e che la loro portata sia sufficiente per accendere la fiamma.
- Con l'apposito rilevatore elettronico, verificare la presenza di perdite intorno ai connettori della colonna del rivelatore ed eventualmente eliminarle.
- Consultare le informazioni che corrispondono al rivelatore installato contenute in "[Rivelatore a ionizzazione di fiamma](#)", "[Rivelatore fotometrico a fiamma \(FPD\)](#)" per assicurarsi di usare l'ugello adatto alla colonna.
- Modificare Lit Offset a 0,5 per il FID o 0,2 per il FPD (il valore preimpostato).
- Se il problema persiste, rivolgersi all'Assistenza tecnica Agilent.

Fault 216 — Front TCD filament open**Fault 217 — Back TCD filament open**

La tensione del ponte del filamento del rivelatore a conducibilità termica (TCD) indica che la resistenza del filamento è troppo alta (o "aperta", in senso elettrico). La resistenza potrebbe essere troppo alta perché il filamento è rotto o assottigliato per l'usura, oppure perché i cavi del TCD non sono collegati alla scheda del rivelatore o ancora perché il sensore di temperatura della cella (Δ PRT) è in cortocircuito.

Il rivelatore non sarà pronto finché permarrà in questa condizione.

- Verificare che i fili provenienti dal TCD siano collegati alla scheda del rivelatore.
- Controllare il sensore di temperatura della cella (Δ PRT).
- Sostituire la cella del TCD. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Fault 218—F TCD filament shorted**Fault 219—B TCD filament shorted**

La tensione del ponte del filamento del rivelatore a conducibilità termica (TCD) indica che la resistenza del filamento è troppo bassa e il filamento è in cortocircuito. Quest'ultimo può essere causato da un filamento usurato oppure se i cavi del TCD (compresi i cavi del sensore di temperatura della cella) non sono correttamente collegati alla scheda del rivelatore o sono in contatto.

Il rivelatore non sarà pronto finché permarrà in questa condizione.

- Verificare che i fili provenienti dal TCD siano collegati alla scheda del rivelatore.
- Sostituire la cella del TCD. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Faults 221 to 236 — Thermal shutdown

Questi guasti possono causare l'arresto generale del GC. Vengono rilevati quando il forno o un'altra zona riscaldata hanno una temperatura che non rientra nell'intervallo di valori consentiti (inferiore o superiore di 25°C rispettivamente alla temperatura minima e massima). Questo errore può essere causato da una serie di fattori:

- un problema all'alimentazione elettrica dello strumento
- il cattivo funzionamento dell'elettronica di controllo della zona
- un sensore di temperatura in cortocircuito
- un riscaldatore in cortocircuito

Al forno e alle altre zone riscaldate non arriva tensione. Il GC non è pronto.

Su tutti i componenti che seguono possono verificarsi arresti termici: forno, iniettori, rivelatori e zone ausiliarie riscaldate. Inoltre alcuni problemi di tipo elettronico sulla scheda principale del PC possono causare un arresto termico.

- Se si riceve un messaggio che riguarda un arresto termico, spegnere e riaccendere il GC: se l'errore era causato dall'alimentazione elettrica, scomparirà e lo strumento sarà pronto. Se l'errore riappare, probabilmente occorre sostituire la scheda madre o uno o più componenti del sensore o del riscaldatore. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

13 Introduzione ai sistemi di iniezione

Tipi di iniettori

Utilizzo dell'idrogeno

Procedura: Unità di pressione:

Selezionare psi, kPa, bar

Tabelle di controllo dell'iniettore e della colonna

Tabelle di controllo della colonna

Tabella di controllo: colonne capillari definite

Tabella di controllo: colonne capillari impaccate o non definite

La funzione di risparmio gas

Procedura: utilizzo della funzione di risparmio gas

Pre Run e Prep Run

Tasto [Prep Run]

Procedura: Auto Prep Run

Spurgo del setto

Introduzione ai sistemi di iniezione

Tipi di iniettori

Per il gascromatografo 6890 GC sono disponibili cinque tipi di sistema di iniezione. Tutti hanno il controllo elettronico della pneumatica (EPC) e due sono disponibili anche senza EPC.

Tabella 28 Tipi di iniettori

Tipo di iniettore	Controllo del flusso di gas
Split/splitless	Con e senza EPC
Per impaccate	Con e senza EPC
On-column a freddo	Solo con EPC
Temperatura di vaporizzazione programmabile	Solo con EPC
Interfaccia per composti volatili	Solo con EPC

Utilizzo dell'idrogeno

ATTENZIONE Quando si utilizza l'idrogeno (H_2) come gas di trasporto, non dimenticare che questo gas (H_2) può penetrare nel forno creando un pericolo di esplosione. Assicurarsi quindi che la sorgente del gas sia chiusa sino al completamento di tutti i collegamenti e che i connettori per la colonna sull'iniettore e sul rivelatore siano collegati ad una colonna o chiusi ogni volta che si eroga l'idrogeno (H_2) allo strumento.

ATTENZIONE L'idrogeno (H₂) è un gas infiammabile. Nel caso in cui le perdite siano confinate in uno spazio chiuso si possono provocare incendi ed esplosioni. Quando si utilizza idrogeno (H₂) effettuare sempre la verifica delle perdite su connessioni, linee e valvole prima di utilizzare lo strumento. Chiudere sempre la sorgente di idrogeno (H₂) prima di interventi sullo strumento.

Tabella 29 Sistemi di iniezione – cenni preliminari

Iniettore	Colonna	Modalità	Campione Concentrazione	Note	Campione in colonna
Split/splitless	Capillare	Split Split pulsato	Alta Alta	Può essere utile per iniezioni di grandi volumi di campione Utile per iniezioni di grandi volumi di campione	Molto poco Molto poco
		Splitless Splitless pulsato	Bassa Bassa		Tutti Tutti
On-Column a freddo	Capillare	n/d	Bassa o sostanze labili	Minima discriminazione e decomposizione	Tutti
Per impaccate	Impaccata Capillare grande	n/d n/d	Qualsiasi Qualsiasi	OK se risoluzione non critica	Tutti Tutti
Temperatura programmabile di vaporizzazione	Capillare	Split Split pulsato Splitless Splitless pulsato Ventilazione solvente	Alta Alta Bassa Bassa Bassa	Le iniezioni multiple concentrano le sostanze analizzate e il solvente dello scarico	Molto poco Molto poco Tutti Tutti La maggior parte
Interfaccia per composti volatili	Capillare	Direct (diretta) Split Splitless	Bassa Alta Bassa		Volume morto minimo Flusso max. = 100 ml/min

Tabella 30 Dimensioni della colonna e flusso del gas di trasporto

Tipo colonna	Dimensioni colonna	Flusso del gas di trasporto	
		Idrogeno	Elio
Impaccata	1/8 di pollice		30
	1/4 di pollice		60
Capillare	50 μm d.i.	0.5	0.4
	100 μm d.i.	1.0	0.8
	200 μm d.i.	2.0	1.6
	250 μm d.i.	2.5	2.0
	320 μm d.i.	3.2	2.6
	530 μm d.i.	5.3	4.2

Questi flussi, in ml/min con temperatura e pressione normali (25°C e 1 atm), sono raccomandati per tutte le temperature della colonna.

Per le colonne capillari, i flussi sono proporzionali al diametro della colonna e inferiori del 20% per l'elio rispetto all'idrogeno.

Procedura: Unità di pressione: Selezionare psi, kPa, bar

La pressione può essere espressa in psi, bar o kPa. Per vedere quale unità si sta utilizzando, premere il tasto [Info] mentre il cursore si trova sulla riga Pressure di una tabella di controllo.

Per cambiare l'unità di misura, procedere nel seguente modo:

1. Premere [Options].
2. Scorrere fino a **keyboard & Display** e premere [Enter].

```

      OPTIONS
  Calibration
  Communication
  Keyboard & Display <
  Diagnostics
  
```

3. Scorrere fino a **Pressure units:** e premere [Mode/Type].

```

Keyboard lock      Off
Key click          On
Warning beep       On
Method mod beep    Off
  KEYBOARD OPTIONS
  Pressure units:  psi <
  Radix type:      .
  
```

```

      PRESSURE UNITS
  *psi
  bar
  kPa
  
```

4. Selezionare un'altra unità di misura e premere [Enter].

Tabella 31 Conversione delle unità di pressione

Per convertire	in	Moltiplicare per
psi	bar	0.0689476
	kPa	6.89476
bar	psi	14.5038
	kPa	100
kPa	psi	0.145038
	bar	0.01

Tabelle di controllo dell'iniettore e della colonna

Le tabelle dell'iniettore e della colonna sono correlate tra loro. Impostando un valore di pressione nella tabella di controllo della colonna, lo stesso valore diventa attivo anche nella tabella di controllo dell'iniettore e viceversa. Sebbene sia possibile controllare il sistema pneumatico sia dalla colonna che dall'iniettore, è tuttavia meglio prendere in considerazione prima la colonna.

COLUMN 1 (He)		
Dim	30.0 m	320 u
Pressure	10.0	10.0
Flow		0.7
Velocity		19
Mode:	Constant flow	

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Purge time		0.75
Purge flow		15
Total flow		??
Gas saver		Off

Notare che i valori della pressione, sia quelli impostati che quelli effettivi, sono identici nelle tabelle di controllo della colonna e dell'iniettore.

Tabelle di controllo della colonna

Le tabelle di controllo cambiano in base alla configurazione della colonna. Nelle pagine seguenti vengono descritte le tabelle di controllo di due tipi di colonne: capillare e impaccata.

Tabella di controllo: colonne capillari definite

Se la colonna è definita, la tabella di controllo è simile a quella indicata nella [Figura 38](#).

Titolo Questa intestazione identifica la colonna - (Colonna 1 o Colonna 2) - e il tipo di gas di trasporto configurato per il sistema di iniezione (tra parentesi).

Dim Questa riga indica le dimensioni della colonna specificata. La lunghezza è espressa in metri (m) ed il diametro interno in micron (μ).

Pressione, flusso e velocità sono collegati tra loro. Se la colonna è definita, inserire uno dei valori: il gascromatografo provvede a calcolare e a visualizzare gli altri due.

Pressure Il valore di regolazione appare all'estrema destra. Il numero a sinistra corrisponde al valore effettivo della pressione. Immettendo un valore di pressione, vengono automaticamente calcolati e visualizzati i valori relativi al flusso e alla velocità lineare media.

Flow Inserendo un valore di flusso (in ml/min), vengono calcolate e regolate la pressione e la velocità.

Velocity Inserendo la velocità lineare media (in cm/sec), vengono calcolati la pressione e il flusso.

Mode: Sono disponibili quattro modalità per la colonna: constant flow (flusso costante), constant pressure (pressione costante), ramped flow (flusso a più gradienti) e ramped pressure (pressione a più gradienti). Per cambiare modalità, scorrere fino a *Mode* : e premere [Mode/Type].

[“Controllo del flusso e della pressione”](#) spiega come impostare programmi di pressione e di flusso.

Premere [Col 1] o [Col 2]

COLUMN 1 (He)	
Dim	30.0 m 320 u
Pressure	10.0 10.0
Flow	0.8
Velocity	25
Mode:	Constant flow

Tipo di gas di trasporto

Dimensioni della colonna

Pressione effettiva

Valore di regolazione della pressione

Flusso in colonna (ml/min)
 -- valore impostato ed effettivo

Velocità lineare media
 calcolata (cm/sec)
 -- valore impostato ed effettivo

Premere [Mode/Type]

COLUMN 1 MODE	
Constant pressure	
*Constant flow	<
Ramped pressure	
Ramped flow	

Modalità: Nella tabella di controllo può comparire una delle seguenti modalità:

Mode: Const flow	<
------------------	---

Mode: Const pressure	<
----------------------	---

Mode: Ramped flow	<
Init flow	4.0
Init time	2.0
Rate 1	0.5
Final flow 1	8.0
Final time 1	2.0
Rate 2 (Off)	0.00

Mode: Ramped pressure	<
Init pressure	10.0
Init time	1.0
Rate 1	1.0
Final pressure	125.0
Final time 1	5.0
Rate 2 (Off)	0.00

Figura 38 Visualizzazione della colonna: colonne capillari definite

Tabella di controllo: colonne capillari impaccate o non definite

Se la colonna non è specificata o se la selezione dell'iniettore è *Unspecified*, la tabella di controllo è simile a quella indicata nella [Figura 39](#).

Titolo Questa intestazione identifica la colonna - (Colonna 1 o Colonna 2) - e il tipo di gas di trasporto configurato per il sistema di iniezione (tra parentesi).

Dimensions unknown Questa riga segnala che la colonna non è stata definita.

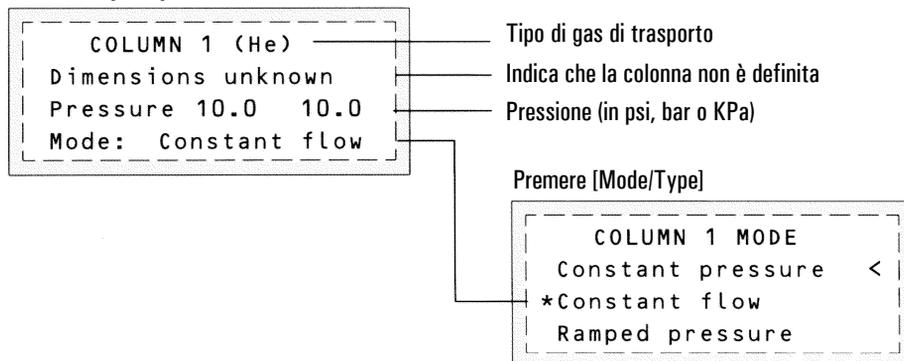
Pressure Gli iniettori *split/splitless* e *on-column a freddo* sono controllati dalla pressione. Essendo la colonna non definita, non è possibile calcolare il flusso e la velocità lineare media.

L'iniettore *per impaccate* è controllato dal flusso. Il valore effettivo della pressione è visualizzato, ma l'utente non lo può controllare.

Mode: Utilizzando un iniettore *split/splitless* o *on-column a freddo*, si hanno a disposizione tre modalità - *constant pressure* (pressione costante), *constant flow* (flusso costante) e *ramped flow* (flusso a più gradienti). L'iniettore per impaccate offre solo due modalità di flusso - *constant* (costante) e *ramped* (a più gradienti).

[“Controllo del flusso e della pressione”](#) spiega come impostare programmi di pressione e di flusso.

Iniettore split/splitless o cool on-column



Iniettore per impaccate

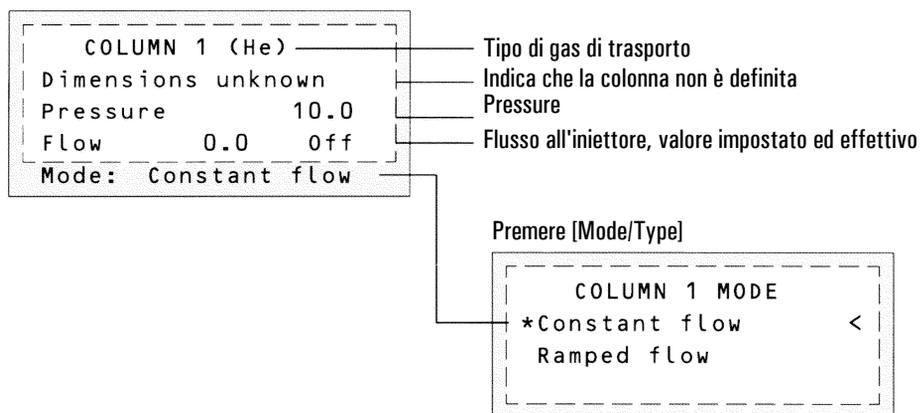


Figura 39 Visualizzazione della colonna - Colonne capillari impaccate o non definite

La funzione di risparmio gas

La funzione di risparmio riduce il flusso del gas di trasporto eliminato attraverso l'uscita dello split dopo il trasferimento del campione nella colonna. La pressione in testa alla colonna e la portata rimangono invariate, mentre i flussi di spurgo e di uscita dello split diminuiscono. I flussi - tranne quello in colonna - mantengono il livello ridotto finché non si preme [Prep Run].

La funzione di risparmio può essere utilizzata con tutte le modalità degli iniettori split/splitless e PTV e con le modalità split e splitless dell'interfaccia per composti volatili.

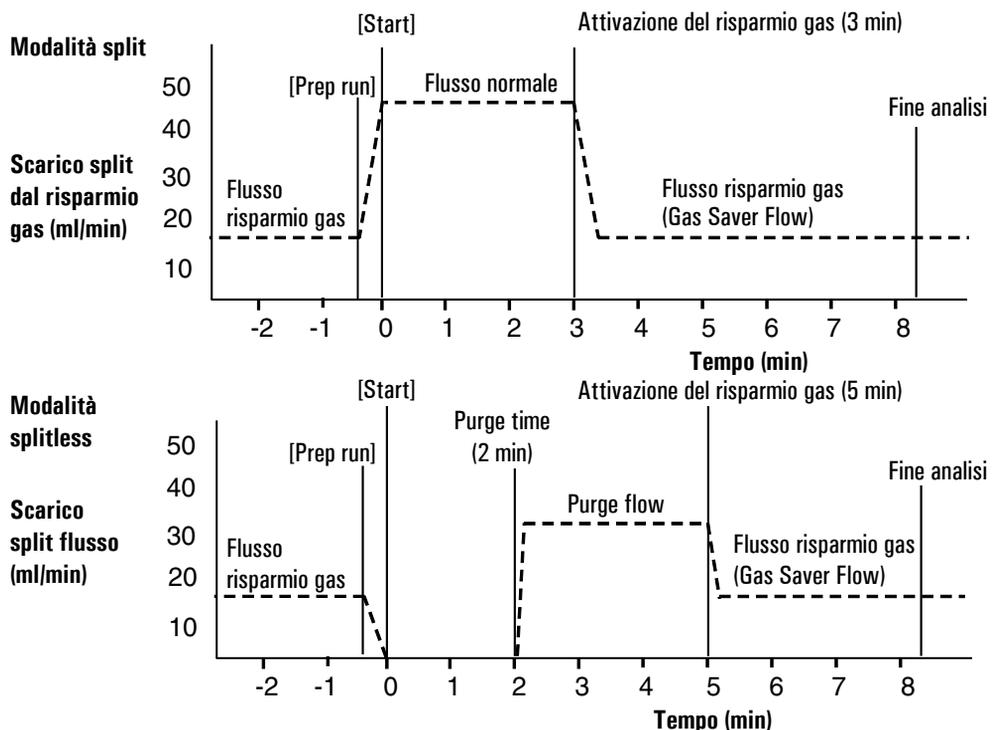


Figura 40 Funzionamento del risparmio gas

Le modalità pulsate degli iniettori split/splitless e PTV sono simili, tranne che per l'impulso di pressione, che inizia con [Prep Run] e termina con Pulse time.

La modalità ventilazione del solvente del PTV è più complessa; per ulteriori informazioni consultare [“Utilizzo della modalità di ventilazione del solvente”](#).

Procedura: utilizzo della funzione di risparmio gas

Premere [Front Inlet] o [Back Inlet].

Mode:		Split
Temp	24	Off
Pressure	0.0	Off
Split ratio		10
Split flow		0.0
Tot flow	0.0	Off
FRONT INLET (S/SL)		
Gas saver		On
Saver flow	20.0	
Saver time	2.00	

1. Attivare il risparmio di gas.
2. Impostare un flusso: deve essere 15 ml/min maggiore del flusso in colonna
3. Nella modalità split, impostare dopo l'iniezione.
In tutte le altre modalità, impostare dopo lo spurgo.

Pre Run e Prep Run

Con alcuni sistemi di iniezione e alcune modalità di funzionamento, determinati parametri strumentali assumono valori diversi durante un'analisi e tra un'analisi e l'altra. Per ripristinare i valori impostati per l'iniezione, è necessario portare il gascromatografo nello stato di Pre Run.

Lo stato di Pre Run va utilizzato nei seguenti casi.

- Quando si utilizza la funzione di risparmio gas con qualsiasi iniettore.
- Quando si utilizza la modalità splitless con qualsiasi iniettore.
- Quando si utilizza una modalità a pressione pulsata con qualsiasi iniettore.
- Quando si utilizza la modalità ventilazione solvente per l'iniettore PTV.
- Quando si utilizza la modalità diretta o splitless dell'interfaccia per composti volatili.

Esistono due modi per attivare Pre Run: premere manualmente il tasto [Prep Run] prima di ogni analisi oppure configurare il gascromatografo in modo da attivare lo stato di Pre Run automaticamente. Entrambi i metodi vengono trattati di seguito.

Durante lo stato di Pre Run:

- la spia Pre Run lampeggia e quella Not Ready è accesa;
- i valori impostati si trasformano nei valori corretti per l'iniezione;
- iniziano i tempi di equilibratura dell'iniettore, del rivelatore e del forno.

Al termine di tutti i tempi di equilibratura, la spia di Pre Run rimane accesa. Una volta soddisfatti tutti i criteri necessari per l'effettuazione di un'analisi, questa spia si spegne. A questo punto il gascromatografo è pronto per l'iniezione del campione.

Tasto [Prep Run]

Premere il tasto [Prep Run] prima di iniettare un campione manualmente.

Il gascromatografo passa nello stato di Pre Run. Quando la spia Pre Run rimane accesa e quella Not Ready si spegne, inizia l'analisi.

Procedura: Auto Prep Run

Con la maggior parte dei sistemi di iniezione automatica non è necessario usare [Prep Run]. Se il campionatore o il dispositivo di controllo automatico (ad esempio un integratore o una stazione di lavoro) non supporta la funzione [Prep Run], è necessario impostare il gascromatografo su Auto Prep Run. Si procede come segue.

1. Premere il tasto [Config] per visualizzare un elenco di parametri configurabili.
2. Scorrere fino al parametro `Instrument` e premere [Enter].
3. Scorrere fino a `Auto prep run` e premere [On].

```
CONFIG INSTRUMENT
Serial#US00100001
Auto prep run      On <
F inlet type      None
B inlet type      PP
```

Spurgo del setto

La linea di spurgo si trova accanto al setto nel quale viene inserito l'ago. Una piccola quantità di gas di trasporto lambisce il setto ed elimina qualsiasi impurità.

Ogni iniettore ha un flusso di spurgo del setto diverso. Il gascromatografo imposta automaticamente il flusso di spurgo degli iniettori con EPC; volendo lo si può misurare dall'uscita di spurgo del setto.

Tabella 32 Flussi di spurgo del setto

Iniettore	Alimentazione	Spurgo del setto (ml/min)
Split/splitless, tutte le modalità	He, N ₂ , Ar/5% Me	3
	H ₂	6
Per impaccate	Tutti	da 1 a 3
On-column a freddo	He, N ₂ , Ar/5% Me	15
	H ₂	30
PTV	He, N ₂ , Ar/5% Me	3
	H ₂	6
Interfaccia per composti volatili	He, N ₂ , Ar/5% Me	3
	H ₂	6

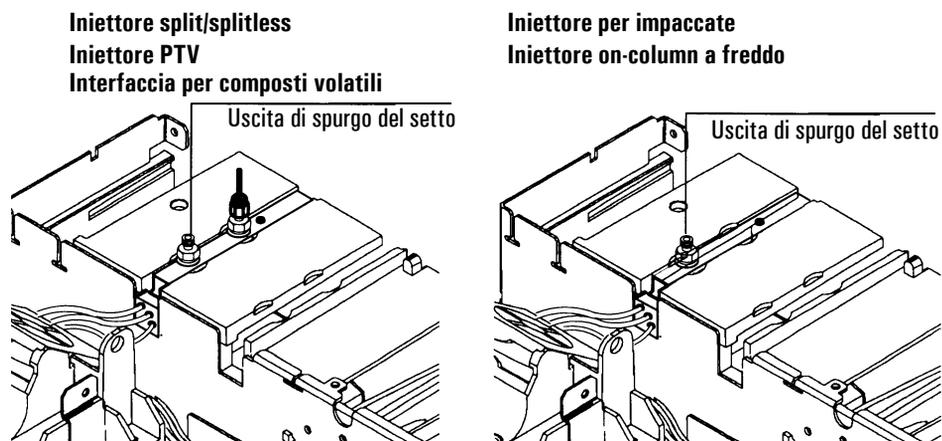


Figura 41 Uscite di spurgo del setto

14 Iniettore split/splitless

Utilizzo di un iniettore split/splitless

Versioni standard e ad alta pressione
tenuta del setto

Inserto

Procedura: sostituzione
dell'inserto

Pneumatica della modalità split

Tabella di controllo - modalità split

Procedura: utilizzo della modalità
split con la colonna definita

Procedura: utilizzo della modalità
split con la colonna non definita

Pneumatica della modalità splitless

Tabella di controllo - modalità splitless

Parametri di funzionamento

Procedura: utilizzo della modalità
splitless con colonna definita

Procedura: utilizzo della modalità
splitless con colonna non definita

Modalità split pulsato e splitless pulsato

Tabella di controllo - modalità split pulsato

Procedura: utilizzo della modalità
split pulsato

Tabella di controllo - modalità splitless pulsato

Procedura: utilizzo
della modalità splitless pulsato

Manutenzione di un iniettore split/splitless

Sostituzione dei setti

Procedura: sostituzione del setto

Sostituzione dell'O-ring

Procedura: sostituzione dell'O-ring

Come sostituire la guarnizione della base dell'iniettore

Procedura: sostituzione
della guarnizione della base
dell'iniettore

Sostituzione del filtro della trappola
dello scarico di splittaggio

Procedura: prova di tenuta
dell'impianto del gas

Procedura: prova di tenuta di un
iniettore split/splitless con EPC

Procedura: prova di tenuta di un
iniettore split/splitless senza EPC

Procedura: eliminazione
delle perdite

Procedura: pulizia dell'iniettore

Iniettore split/splitless

Utilizzo di un iniettore split/splitless

Questo sistema viene utilizzato per analisi split, splitless, splitless pulsato o split pulsato. Si può selezionare la modalità nella tabella di controllo dell'iniettore. La *modalità split* viene generalmente utilizzata per l'analisi dei campioni più diffusi, mentre la *modalità splitless* viene utilizzata per le analisi di tracce. Le modalità di *splitless pulsato* e *split pulsato* vengono utilizzate per lo stesso tipo di analisi, ma consentono di iniettare maggiori quantità di campione.

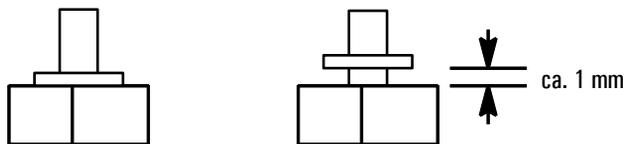
Versioni standard e ad alta pressione

L'iniettore split/splitless è regolato ad una pressione di 120 psi alla linea del gas. In questo modo è adatto alla maggior parte delle colonne. L'iniettore ad alta pressione è regolato su una pressione massima di 170 psi ed è adatto per colonne capillari con un diametro molto piccolo, in quanto offrono una resistenza notevole al flusso di gas.

Per vedere quale versione si sta utilizzando, premere [Front Inlet] o [Back Inlet], scorrere fino alla riga Pressure e premere il tasto [Info]. Sul display compare l'intervallo di valori di pressione per l'iniettore - da 1 a 100 psi (versione standard) oppure da 1 a 150 psi (versione ad alta pressione).

tenuta del setto

Per il dado di fermo del setto, una molla interna applica pressione al setto. Per pressioni dell'iniettore fino a 100 psi, stringere l'anello di tenuta finché l'anello a C non si trova a 1 mm dalla superficie. Questa soluzione è indicata nella maggior parte dei casi.



Con pressioni più elevate all'iniettore, stringere l'anello di tenuta del setto finché l'anello a C non si blocca, il che significa che l'anello di tenuta si appoggia saldamente sul setto. Quindi stringere di un altro giro.

Se si usa un setto Merlin Microseal™, stringere il dado con le dita fino all'arresto. La capacità di pressione dipende dal setto utilizzato.

Inserito

Selezionare l'inserito in base al tipo di iniezione da eseguire: split o splitless. Sono disponibili diversi tipi di inserti ordinabili dal catalogo Agilent per i prodotti di consumo e le forniture.

Procedura: sostituzione dell'inserito

Elenco delle parti

- Inserito, numero di parte 5183-4647 (split) o 5062-3587 (splitless)
- Pinzette
- Chiave per setto (numero di parte 19251-00100)
- O-ring in Viton (numero di parte 5180-4182) (standard)

1. Premere [Oven] e impostare il forno a 35°C. Quando la temperatura raggiunge il valore impostato spegnere il forno. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] a seconda che si utilizzi l'iniettore anteriore o posteriore e disattivare la temperatura e la pressione dell'iniettore.

ATTENZIONE Procedere con cautela! I raccordi dell'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

2. Togliere il dado di tenuta dell'inserito. Eventualmente utilizzare la chiave per setto.
3. Se è presente un inserto, toglierlo con una pinzetta o con un utensile adatto. Prestare attenzione a non spezzare l'inserito.
4. Esaminare l'inserito. Assicurarsi che si tratti del tipo adatto alla modalità di iniezione da utilizzare, split o splitless.
5. Mettere un o-ring in Viton sull'inserito ad una distanza di 2-3 mm dall'estremità superiore.

6. Inserire l'inserto nell'iniettore.

Precauzioni Non aggiungere o-ring né altre guarnizioni nella parte inferiore dell'inserto; si rischia di danneggiare l'iniettore e di frantumare l'inserto.

7. Rimettere il dado di tenuta dell'inserto e stringerlo. Non serrare eccessivamente.

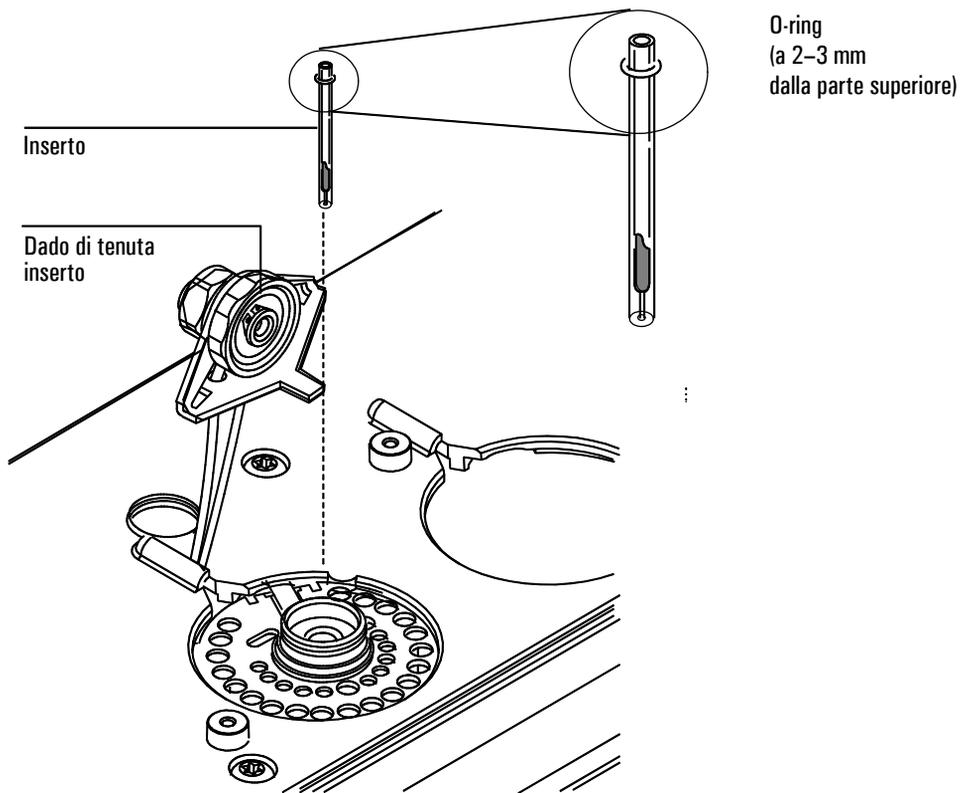


Figura 42 Installazione dell'inserto

Pneumatica della modalità split

Un'iniezione in modalità split viene effettuata introducendo un campione liquido in un iniettore caldo in cui evapora rapidamente. In questo modo solo una piccola quantità del campione entra nella colonna, mentre la maggior parte viene eliminata attraverso l'uscita dello split. Il rapporto tra il flusso in colonna e il flusso di splittaggio è controllato dall'operatore. Le iniezioni in split vengono utilizzate soprattutto per i campioni ad elevata concentrazione, quando ci si può permettere di perdere la maggior parte del campione dallo scarico di split. Si usano anche per i campioni che non possono essere diluiti.

La [Figura 43](#) illustra il sistema pneumatico per l'iniettore in modalità split.

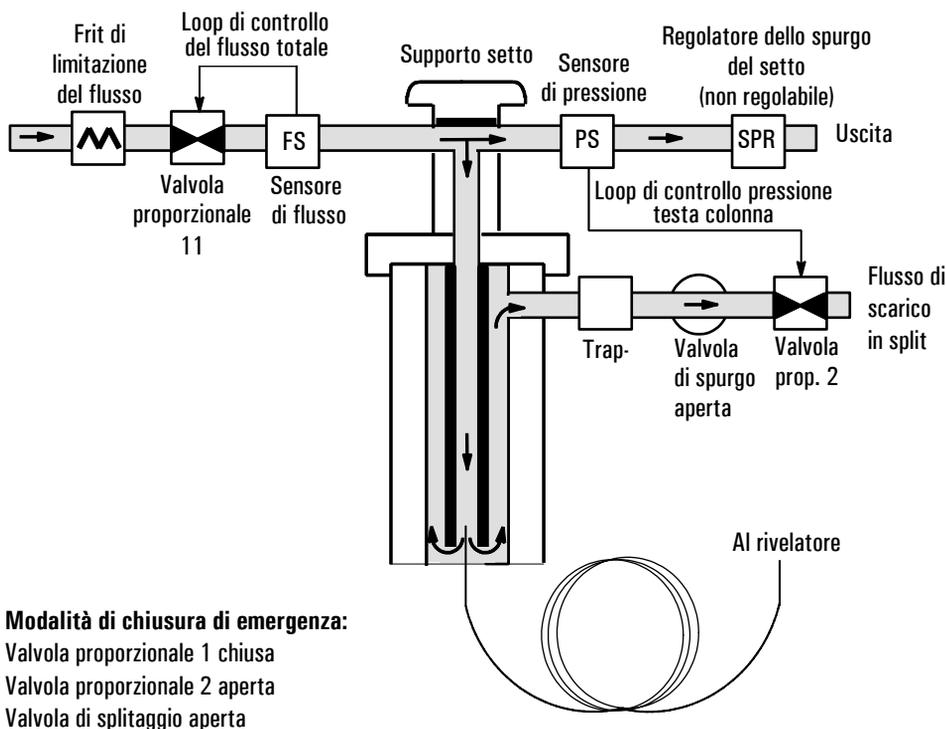


Figura 43 Pneumatica del flusso in split

Tabella di controllo - modalità split

Mode: Modalità di funzionamento corrente: split

Temp Valore impostato e valore effettivo della temperatura dell'iniettore

Pressure Valore impostato e valore effettivo della pressione dell'iniettore

Split ratio Il rapporto tra il flusso di splittaggio e il flusso in colonna.
 Il valore del flusso in colonna è impostato nella tabella di controllo Colonna 1
 Questa riga non compare se la colonna non è definita.

Split flow Flusso, in ml/min, dall'uscita dello split. Questa riga non compare se la colonna non è definita.

Total flow Rappresenta il flusso totale in ingresso, cioè la somma del flusso di splittaggio, del flusso in colonna e del flusso di spurgo del setto. Variando il flusso totale, il rapporto e il flusso di splittaggio cambiano, mentre il flusso e la pressione in colonna rimangono invariati.

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Split ratio		100
Split flow		76.6
Tot flow	80.3	80.3
Gas saver		0n
Saver flow		20.0
Saver time		2.00

Premere [Mode/Type]

FRONT INLET MODE	
*Split	<
Splitless	
Pulsed splitless	

Se si utilizza il sistema di risparmio gas, impostare un tempo successivo a quello di iniezione.

Procedura: utilizzo della modalità split con la colonna definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
 Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet] se si utilizza l’iniettore anteriore o [Back Inlet] se si utilizza quello posteriore.
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Split.
 - b. Impostare la temperatura dell’iniettore.
 - c. Desiderando impostare un rapporto di splittaggio specifico, scorrere fino a Split ratio e inserire il valore desiderato. Il flusso di splittaggio viene calcolato automaticamente.
 - d. Desiderando impostare un flusso di splittaggio specifico, scorrere fino a Split flow e inserire il valore desiderato. Il rapporto di splittaggio viene calcolato automaticamente.
 - e. Se desiderato, attivare la funzione Gas saver. Impostare il campo Saver time in modo che la funzione si attivi dopo l’iniezione. Usare il tasto [Prep Run] (vedere pagina [298](#)) prima di iniettare manualmente il campione.

$\frac{\text{Rapporto di splittaggio}}{\text{Flusso di splittaggio}} = \frac{\text{Flusso della colonna}}{\text{Flusso della colonna}}$

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Split
Temp	250 250 <
Pressure	10.0 10.0
Split ratio	100
Split flow	76.6
Tot flow	80.3 80.3
Gas saver	0n
Saver flow	20.0
Saver time	2.00

Premere [Mode/Type]

FRONT INLET MODE	
Split	<
*Splitless	
Pulsed split	
Pulsed splitless	

Se si utilizza la funzione gas saver, impostare impostare un tempo successivo a quello di iniezione.

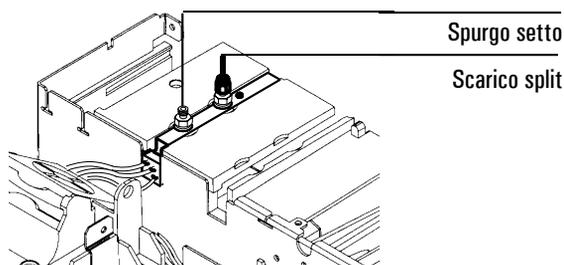
Procedura: utilizzo della modalità split con la colonna non definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet]

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Tot flow	79.1	79.1

- a. Impostare la temperatura.
- b. Impostare il valore del flusso totale (Total Flow) in ingresso.
Con un flussimetro misurare il flusso dell'uscita dello split.
- c. Calcolare il flusso in colonna sottraendo dal flusso totale il flusso di uscita dello split e il flusso di spurgo del setto (vedere pagina [299](#) valori nominali dei flussi di spurgo del setto per tipo di gas di trasporto).
- d. Calcolare il rapporto di splittaggio. Arrotondare eventualmente il valore.

Rapporto di
splittaggio =
 $\frac{\text{Flusso di splittaggio}}{\text{Flusso della colonna}}$

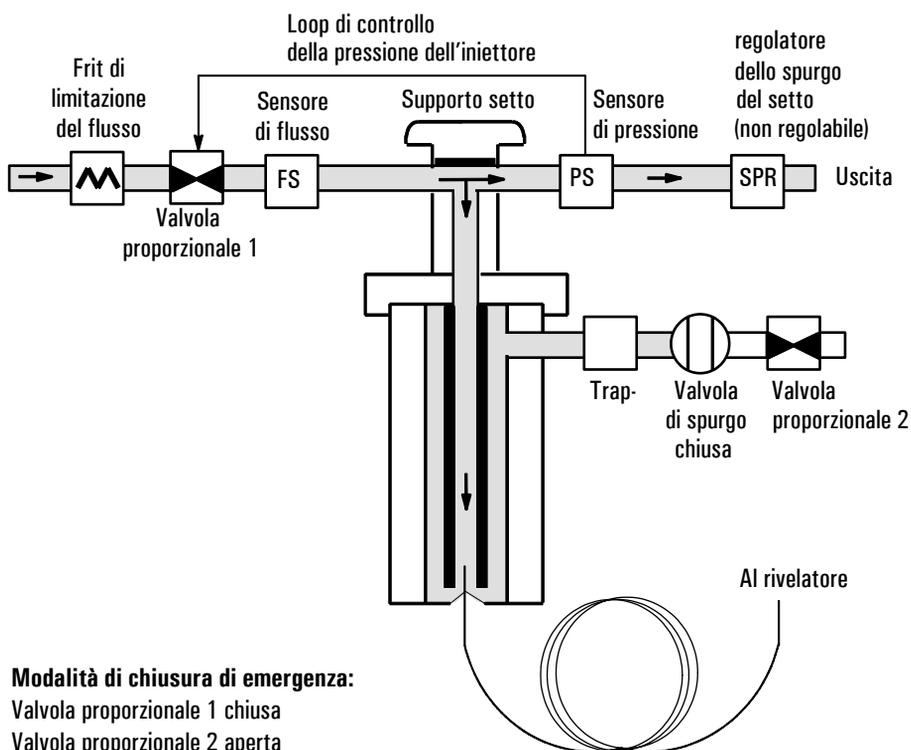


Parte anteriore dello strumento

Pneumatica della modalità splitless

In questa modalità la valvola di splittaggio è chiusa durante l'iniezione e rimane tale mentre il campione si vaporizza nell'inserto e viene trasferito in colonna. Dopo il tempo specificato, la valvola di splittaggio si apre per eliminare attraverso l'uscita dello split eventuali vapori rimasti nell'inserto. Questo consente di evitare lo scodamento del solvente dovuto al volume elevato dell'iniettore rispetto alla ridotta portata del flusso in colonna. Specificare il momento di attivazione dello spurgo e il flusso nella tabella dell'iniettore.

Se si utilizza la funzione di risparmio gas, impostare il campo Time ad un valore *superiore* a quello impostato per lo spurgo.



Modalità di chiusura di emergenza:

- Valvola proporzionale 1 chiusa
- Valvola proporzionale 2 aperta
- Valvola di splittaggio aperta

Figura 44 Diagramma del flusso splitless, dalla pre-analisi all'attivazione dello spurgo

Tabella di controllo - modalità splitless

Mode: Modalità di funzionamento corrente: splitless

Temp Valore impostato e valore effettivo della temperatura dell'iniettore

Pressure Pressione dell'iniettore effettiva e nominale in psi, bar, or kPa

Purge time Il momento, espresso in minuti dall'inizio dell'analisi, in cui si apre la valvola di spurgo.

Purge flow Il flusso, in ml/min, dall'uscita dello spurgo, a partire dal momento impostato nel campo Purge time. Non è possibile specificare questo valore se la *colonna non è definita*.

Total flow La riga Total flow indica il flusso effettivo in ingresso durante una pre-analisi (la spia è accesa e *non lampeggia*) e durante un'analisi prima dell'attivazione dello spurgo. In queste fasi non è possibile inserire un valore in questo campo. Altrimenti per Total flow sono indicati sia i valori impostati sia quelli effettivi.

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Purge time	0.75	
Purge flow	15.0	
Total flow	77.6	
Gas saver	0n	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.00	

Se si usa un sistema di risparmio gas, impostare un tempo successivo a quello di iniezione

Parametri di funzionamento

L'iniezione in modalità splitless si effettua secondo le fasi che seguono.

1. Vaporizzare il campione e il solvente in un iniettore riscaldato.
2. Utilizzare un flusso e una temperatura del forno tali da creare una zona saturata di solvente nella testa della colonna.
3. Utilizzare questa zona per intrappolare e riconcentrare il campione in testa alla colonna.
4. Attendere fino a che tutto o la maggior parte del campione è stato trasferito alla colonna. Poi eliminare i vapori rimasti nell'iniettore (per la maggior parte solvente) aprendo la valvola di spurgo. Ciò evita lo scodamento del solvente. Aumentare la temperatura del forno per analizzare il campione.
5. Aumentare la temperatura del forno per vaporizzare il solvente e gli analiti.

Per migliorare le condizioni di funzionamento, sono necessari alcuni esperimenti. La [Tabella 33](#) contiene i valori di riferimento entro cui si muovono i parametri critici.

Tabella 33 Parametri di iniezione per la modalità splitless

Parametro	Intervallo di valori consentiti	Valore di partenza consigliato
Temperatura del forno	No cryo, 24°C a 450°C CO ₂ cryo, -60°C a 450°C N ₂ cryo, -80°C a 450°C	10°C al di sotto del punto di ebollizione del solvente
Tempo di riscaldamento iniziale del forno (Oven initial time)	Da 0 a 999,9 minuti	≥ tempo di spurgo dell'iniettore
Tempo di spurgo dell'iniettore	Da 0 a 999,9 minuti	$\frac{\text{Liner volume}}{\text{Column flow}} \times 2$
Attivazione Gas saver (Gas Saver Time)	Da 0 a 999,9 minuti	Dopo il tempo di spurgo
Flusso dal risparmio gas (Gas Saver Flow)	Da 15 a 1000 ml/min	15 ml/min flusso in colonna massimo

Procedura: utilizzo della modalità splitless con colonna definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet] se si utilizza l’iniettore anteriore o [Back Inlet] se si utilizza quello posteriore.
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Splitless.
 - b. Impostare la temperatura dell’iniettore.
 - c. Inserire un valore di Purge time e un valore di Purge flow.
 - d. Se si vuole, attivare la funzione Gas saver. Il campo Time va impostato su un valore *superiore* a quello impostato per il flusso di spurgo.

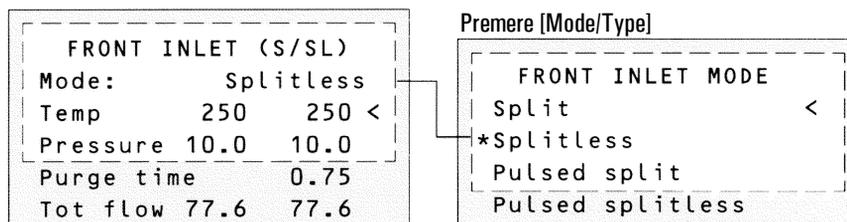
FRONT INLET (S/SL)	Premere [Modify/Type]
Mode: Splitless	FRONT INLET MODE
Temp 250 250 <	Split <
Pressure 10.0 10.0	*Splitless
Purge time 0.75	Pulsed split
Purge flow 15.0	Pulsed splitless
Total flow 77.6	
Gas saver On	
Saver flow 20.0	
Saver time 2.00	

Se si utilizza la funzione gas saver, impostare il campo Time su un valore superiore a quello impostato per il flusso di spurgo.

3. Utilizzare il tasto [Prep Run] (vedere pagina [298](#)) prima di iniettare manualmente un campione.

Procedura: utilizzo della modalità splitless con colonna non definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet] se si utilizza l’iniettore anteriore o [Back Inlet] se si utilizza quello posteriore.
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Splitless.
 - b. Impostare la temperatura dell’iniettore.
 - c. Inserire un valore di Purge time.
 - d. Impostare il flusso totale ad un valore maggiore rispetto alla somma del flusso in colonna più il flusso di spurgo del setto (vedere pagina [299](#)) in modo da garantire un flusso in colonna adeguato.



3. Utilizzare il tasto [Prep Run] (vedere pagina [298](#)) prima di iniettare manualmente un campione.

Modalità split pulsato e splitless pulsato

L'impulso di pressione prodotto quando si lavora in queste modalità ha la funzione di aumentare la pressione dell'iniettore prima dell'inizio di un'analisi e di riportarla al valore normale dopo un periodo di tempo specificato. Lo scopo è quello di trasferire più rapidamente il campione dall'iniettore alla colonna, riducendo il rischio di decomposizione. Se la separazione cromatografica è influenzata dall'impulso di pressione può essere utile, per ripristinare la forma del picco, installare una precolonna.

Quando si opera in una modalità a pressione pulsata, prima di effettuare l'iniezione manuale premere [Prep Run]. Vedere pagina [298](#) per ulteriori informazioni.

Nelle modalità "pulsate" è possibile programmare la pressione e il flusso in colonna. In tal caso l'impulso di pressione avrà la precedenza sul gradiente della pressione o del flusso in colonna.

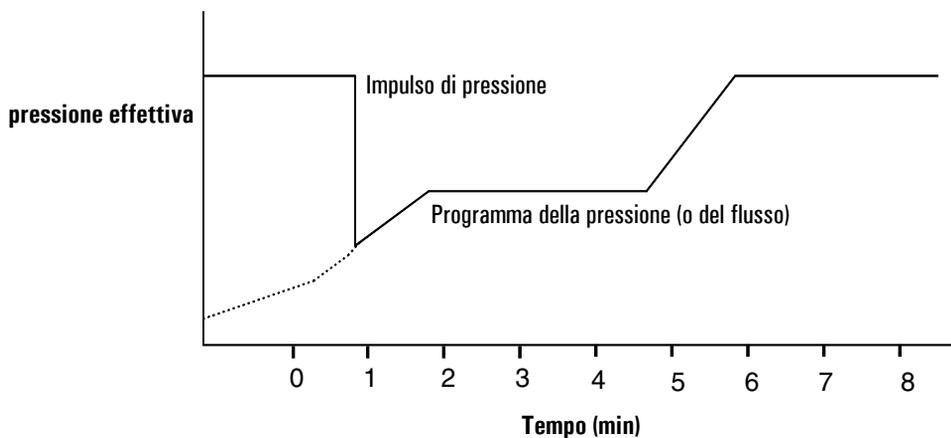


Figura 45 Impulso di pressione e flusso o pressione in colonna

Tabella di controllo - modalità split pulsato

Mode: Modalità di funzionamento corrente: split pulsato

Temp Valore impostato e valore effettivo della temperatura dell'iniettore

Pressure Valore impostato ed effettivo della pressione dell'iniettore a inizio analisi, senza tener conto dell'effetto dell'impulso di pressione. Punto di partenza di un programma di pressione a più gradienti o valore della pressione fissa se non viene utilizzato alcun programma.

Pulsed pres La pressione dell'iniettore desiderata per l'inizio dell'analisi. La pressione aumenta a questo valore quando viene premuto [Prep Run] e ivi rimane fino al termine del periodo impostato nel campo **Pulse time**, quando viene ripristinato il valore impostato nel campo **Pressure**.

Pulse time Momento in cui la pressione torna al valore normale.

Split ratio Il rapporto tra il flusso di splittaggio e il flusso in colonna. Il valore del flusso in colonna è impostato nella tabella di controllo Colonna 1 o 2. Appare solo se la colonna è definita.

Split flow Flusso, in ml/min, dall'uscita dello split/spurgo. Appare solo se la colonna è definita.

Total flow La somma del flusso di splittaggio, del flusso in colonna e del flusso di spurgo del setto. Modificando il flusso totale, cambiano il rapporto e il flusso di splittaggio, mentre il flusso in colonna e la pressione rimangono invariati. Quando viene utilizzato un impulso di pressione il flusso totale aumenta, per mantenere costante il rapporto di splittaggio.

FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Pulsed split
Temp	250 250 <
Pressure	10.0 10.0
Pulsed pres	30.0
Pulse time	1.0
Split ratio	100
Split flow	67.0
Tot flow	70.9
Gas saver	0n
Saver flow	20.0
Saver time	3.00

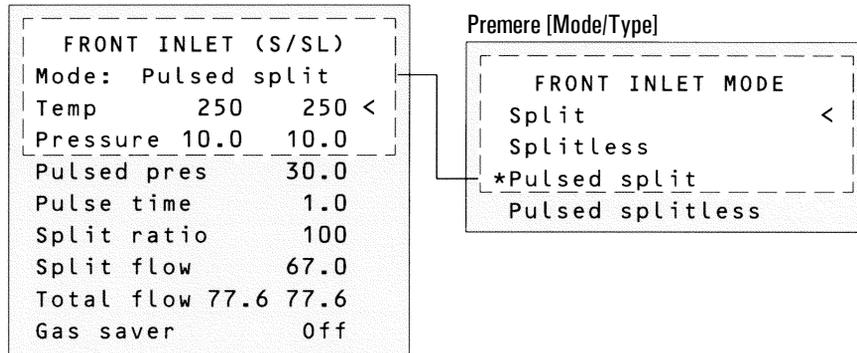
Impostazioni dell'impulso di pressione

Procedura: utilizzo della modalità split pulsato

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere ["Controllo del flusso e della pressione"](#).
2. Premere [Front Inlet] se si utilizza l'iniettore anteriore o [Back Inlet] se si utilizza quello posteriore.
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Pulsed Split.
 - b. Impostare la temperatura dell'iniettore.
 - c. Inserire i valori di Pulsed Pres e Pulse time.
 - d. Desiderando impostare un rapporto di splittaggio specifico, scorrere fino a Split ratio e inserire il valore desiderato. Il flusso di splittaggio viene calcolato automaticamente se la colonna è definita.

Rapporto di
splittaggio =
 $\frac{\text{Flusso di splittaggio}}{\text{Flusso della colonna}}$

- e. Per specificare un flusso di splittaggio, scorrere fino a `Split flow` inserirne il valore. Il rapporto di splittaggio viene calcolato automaticamente se la colonna è definita.
- f. È possibile attivare la funzione `Gas saver`. Impostare il campo `Time` su un valore superiore a quello *impostato* per `Pulse time`.



3. Premere il tasto [Prep Run] (vedere pagina [298](#)) prima di iniettare manualmente un campione.

Tabella di controllo - modalità splitless pulsato

Mode: Modalità di funzionamento corrente: splitless pulsato

Temp Valore impostato e valore effettivo della temperatura dell'iniettore

Pressure Valore impostato ed effettivo della pressione dell'iniettore a inizio analisi, senza tener conto dell'effetto dell'impulso di pressione. Punto di partenza di un programma di pressione a più gradienti o valore della pressione fissa se non viene utilizzato alcun programma .

Pulsed pres La pressione dell'iniettore desiderata per l'inizio dell'analisi. La pressione aumenta a questo valore quando viene premuto [Prep Run] e ivi rimane fino al termine del periodo impostato nel campo Pulse time, quando viene ripristinato il valore impostato nel campo Pressure.

Pulse time Momento in cui la pressione torna al valore normale.

Purge time Il momento, dall'inizio dell'analisi, in cui si desidera che si apra la valvola di spurgo. Impostare l'inizio dello spurgo (Purge time) a 0,1 - 0,5 minuti prima che la pressione torni sul valore normale (momento impostato nel campo Pulse time).

Purge flow Il flusso, in ml/min, dall'uscita dello spurgo, a partire dal momento impostato nel campo Purge time. La colonna deve essere definita.

Total flow Rappresenta il flusso totale in ingresso, è la somma del flusso in colonna e del flusso di spurgo del setto.

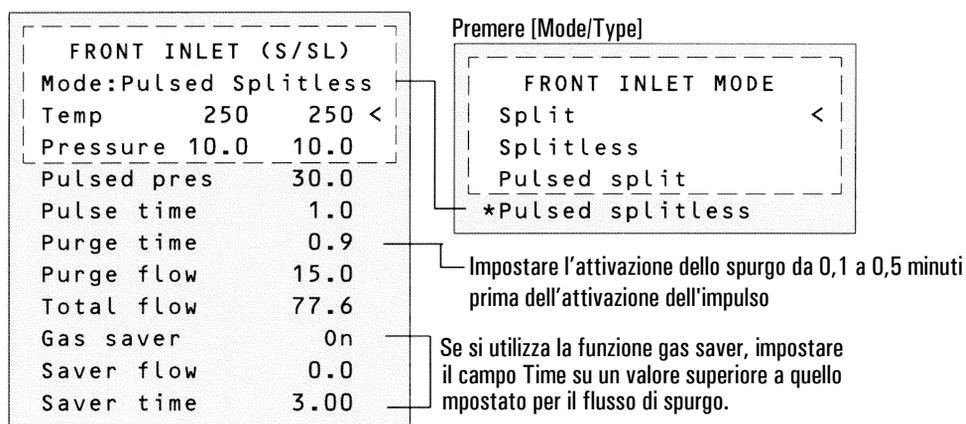
FRONT INLET (S/SL)	
Mode:	Pulsed splitless
Temp	250 250 <
Pressure	10.0 10.0
Pulsed pres	30.0
Pulse time	1.6
Purge time	1.5
Purge flow	15.0
Total flow	77.6
Gas saver	0n
Saver flow	0.0
Saver time	3.00

Impostazioni dell'impulso di pressione

Valori di spurgo dell'iniettore

Procedura: utilizzo della modalità splitless pulsato

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet] se si utilizza l'iniettore anteriore o [Back Inlet] se si utilizza quello posteriore.
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Pulsed Splitless.
 - b. Impostare la temperatura dell'iniettore.
 - c. Inserire i valori di Pulsed Pres e Pulse time.
 - d. Specificare il momento dell'apertura della valvola di spurgo (Purge time). Impostare il tempo di spurgo da 0,1 a 0,5 minuti prima del momento di disattivazione dell'impulso (Pulse time).
 - e. Se la colonna è definita, inserire un valore per Purge flow.
 - f. Se la colonna è definita è possibile attivare la funzione Gas saver. Il campo Time va impostato su un valore *superiore* a quello impostato per il flusso di spurgo.



3. Premere il tasto [Prep Run] (vedere pagina [298](#)) prima di iniettare manualmente un campione.

Manutenzione di un iniettore split/splitless

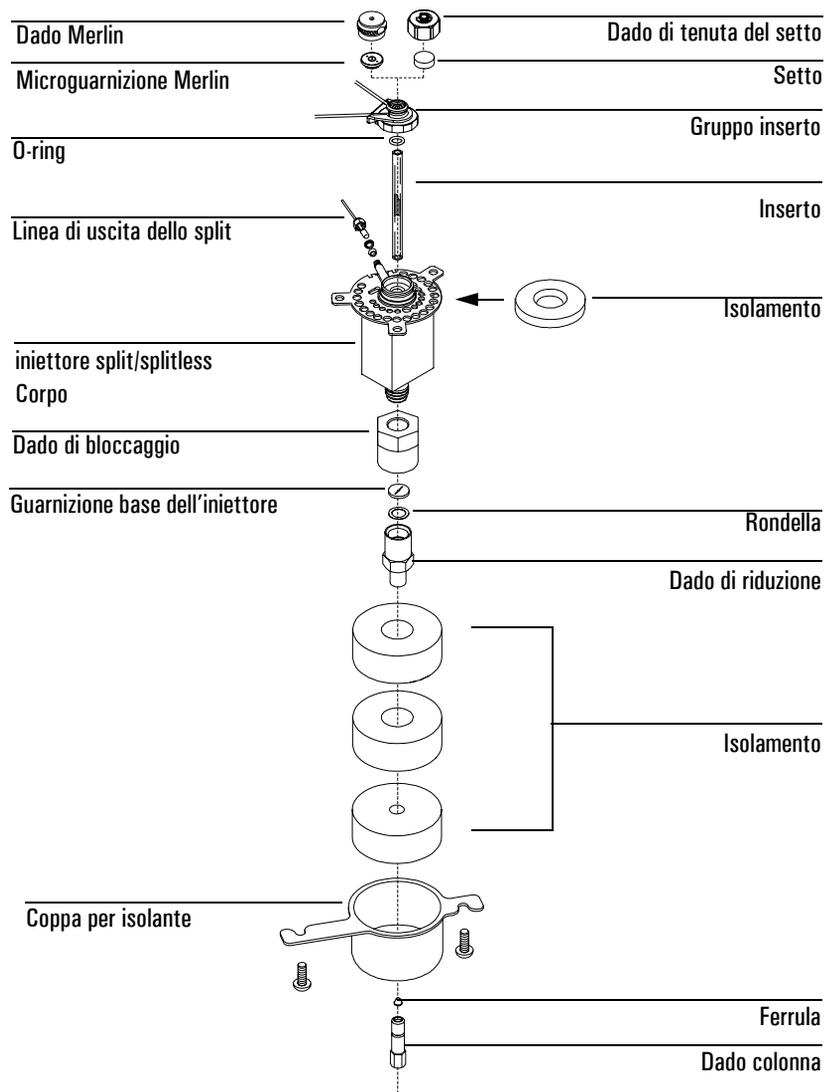


Figura 46 L'iniettore capillare split/splitless

Sostituzione dei setti

Quando un setto perde si verificano alcuni fenomeni, ad esempio tempi di ritenzione variabili o più lunghi, perdita di risposta e/o caduta della pressione in testa alla colonna. Aumento del rumore del segnale.

La durata utile dei setti dipende dalla frequenza delle iniezioni e dalla qualità dell'ago; un ago rovinato o danneggiato può ridurre la durata del setto.

Se lo strumento viene utilizzato costantemente, si consiglia di sostituire il setto ogni giorno.

Il tipo di setto usati dipende dalle esigenze cromatografiche. Un'altra opzione disponibile è il setto Merlin Microseal™, un setto duckbill a basso spurgo e lunga durata, se utilizzato con il campionatore automatico 7683 e con le siringhe consigliate. I setti possono essere ordinati direttamente da Agilent Technology; per ordinare le parti consultare il catalogo Agilent per i prodotti di consumo e le forniture.

Tabella 34 Setti consigliati per l'iniettore split/splitless

Descrizione	N. di parte
Setto da 11 mm, rosso, a basso spurgo	5181-1263
Setto da 11 mm con foro passante parziale, rosso, a basso spurgo	5181-3383
Setto da 11 mm, grigio, a basso spurgo	5080-8896
Setto Merlin Microseal (30 psi)	5181-8815
Setto in silicone da 11 mm, resistente alle alte temperature (350°C e oltre)	5182-0739

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

Procedura: sostituzione del setto**Materiale necessario:**

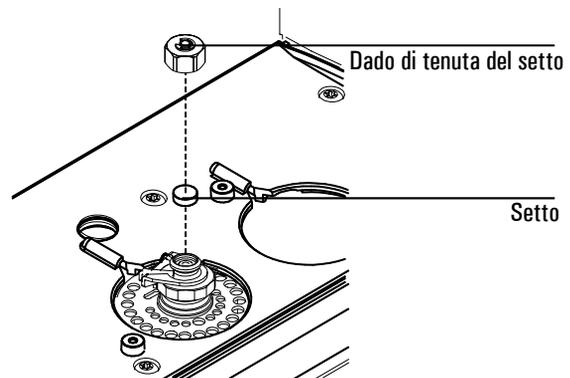
- Guanti (se l'iniettore è caldo)
- Setto nuovo - vedere [Tabella 34](#) a pagina [321](#) per i numeri di parte
- Chiave per dado del setto (n. di parte 19251-00100)
- Un utensile di plastica o di legno appuntito per togliere il setto dall'iniettore
- Lana d'acciaio 0 o 00 (opzionale)
- Pinzette
- Aria compressa filtrata o azoto (opzionale)

1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.

- Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
- Spegnerne il forno e il rivelatore.
- Raffreddare il forno e l'iniettore a temperatura ambiente.
- Disattivare la pressione dell'iniettore.

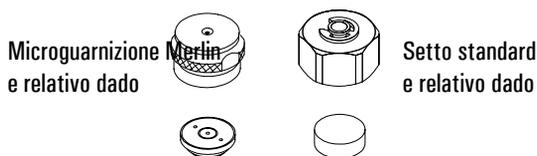
2. Togliere il dado di fermo del setto o il dado Merlin; se il dado è caldo o appiccicoso utilizzare una chiave. Togliere il setto o la microguarnizione Merlin. Se il setto è appiccicoso usare un utensile appuntito per toglierlo. Assicurarsi di averlo tolto completamente. Evitare di graffiare l'interno della testa del setto.

Se il setto appiccica usare un utensile appuntito per rimuoverlo. Fare attenzione a non graffiare il metallo intorno al setto, togliere e rimuovere tutti i componenti del vecchio setto.

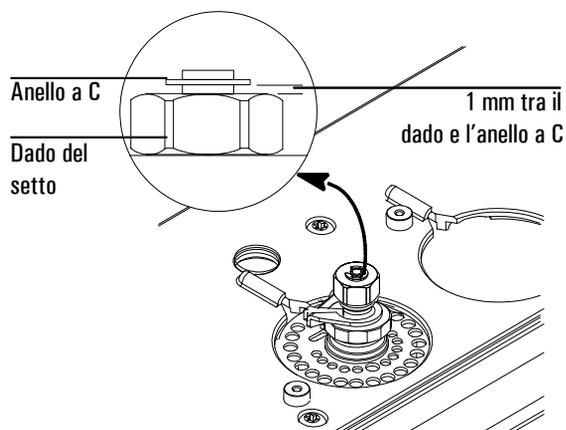


3. Con un pezzo di lana d'acciaio arrotolato e un paio di pinzette eliminare qualsiasi residuo dal dado di tenuta e dal supporto del setto. Utilizzare aria compressa o azoto per togliere i pezzi di lana d'acciaio e di setto.
4. Usare una pinzetta per inserire un setto nuovo o una microguarnizione Merlin. Spingerlo bene nella sua sede.

Se si installa una microguarnizione Merlin fare in modo che le parti in metallo siano rivolte verso il basso (dalla parte del forno).



5. Riposizionare il dado del setto o il dado Merlin stringendolo bene con le dita. Se si usa il dado standard del setto, l'anello a C si troverà a circa 1 mm al di sopra del dado. Non serrare eccessivamente.



Non serrare troppo il dado per evitare di comprimere eccessivamente il setto, azione che potrebbe provocare un guasto anticipato, oltre alla contaminazione dell'iniettore con frammenti del setto.

6. Ripristinare le normali condizioni di funzionamento.

Sostituzione dell'O-ring

L'O-ring deve essere cambiato ogni volta che si sostituisce l'inserto oppure quando è usurato per evitare perdite nell'iniettore. Per determinare se l'O-ring perde, eseguire una prova di tenuta sull'iniettore split/splitless.

Gli O-ring contengono plastificanti che li rendono elastici. Gli O-ring sigillano la parte superiore dell'iniettore, la relativa base e l'adattatore. Tuttavia, a temperature elevate i plastificanti si induriscono e gli O-ring diventano rigidi e non riescono a creare una tenuta.

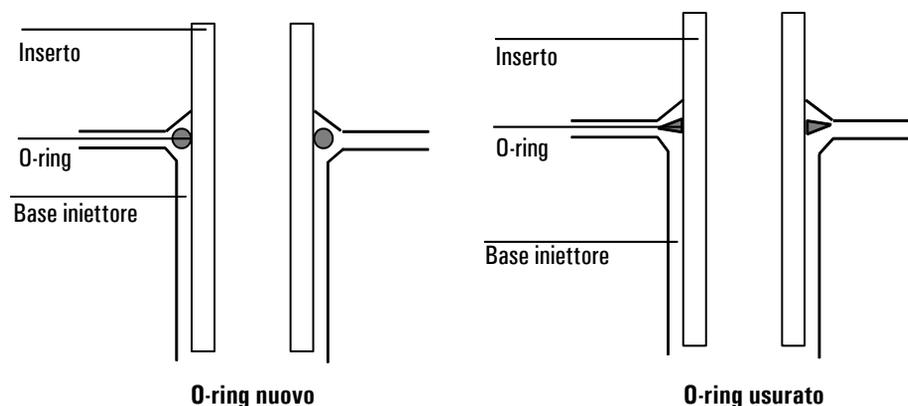


Figura 47 Sezione di iniettore, inserto e o-ring

Se l'iniettore viene utilizzato abitualmente a temperature elevate sarebbe meglio utilizzare O-ring in grafite. Sebbene durino di più, anch'essi potrebbero perdere la capacità di chiusura ermetica. Verificare nella Tabella sotto riportata il tipo di O-ring adatto per l'iniettore in uso.

Tabella 35. O-ring per l'iniettore split/splitless

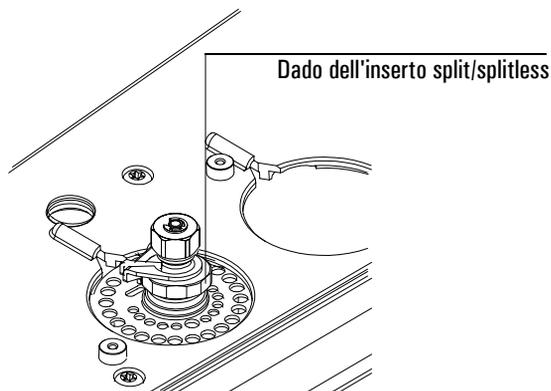
Descrizione	N. di parte
O-ring in Viton per temperature fino a 350°C	5181-4182
O-ring in grafite per inserto split (temperature oltre i 350°C)	5180-4168
O-ring in grafite per inserto splitless (temperature oltre i 350°C)	5180-4173

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni. Se l'iniettore è caldo, indossare i guanti.

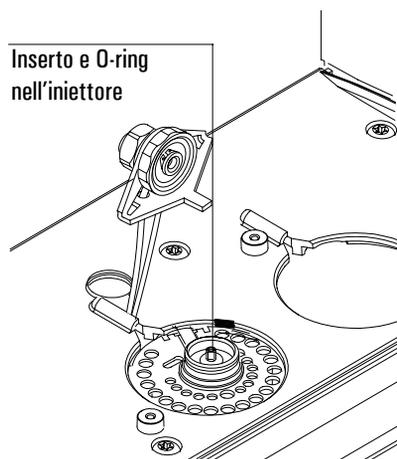
Procedura: sostituzione dell'O-ring

Materiale necessario:

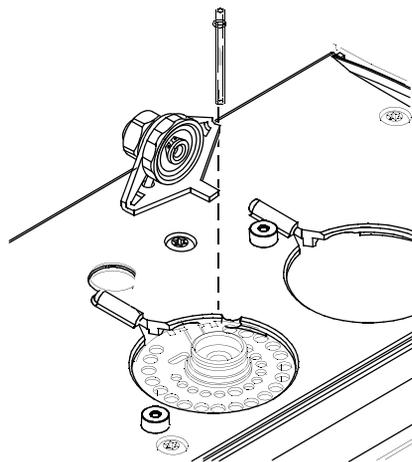
- Guanti (se l'iniettore è caldo)
 - Un O-ring nuovo - vedere [Tabella 35](#) a pagina [324](#)
 - Chiave per dado del setto (n. di parte 19251-00100)
 - Pinzette
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
 - Spegnerne il forno e il rivelatore.
 - Raffreddare il forno e l'iniettore a temperatura ambiente.
 - Disattivare la pressione dell'iniettore.
 2. Allentare il dado dell'inserto split/splitless; eventualmente utilizzare l'apposita chiave. Smontare il dado con cautela per evitare di spezzare l'inserto.



3. A questo punto si dovrebbero vedere l'estremità dell'inserto e l'O-ring.
Estrarre l'inserto usando le pinzette.



4. Togliere l'O-ring vecchio e inserirne uno nuovo sull'inserto.
5. Con le pinzette riposizionare l'inserto nell'iniettore. Riavvitare il dado dell'inserto con l'apposita chiave.



6. Ripristinare le normali condizioni di funzionamento del gascromatografo.

Come sostituire la guarnizione della base dell'iniettore

Questa guarnizione deve essere sostituita ogni volta che si allenta o si toglie il dado di riduzione. Inoltre alcuni sintomi cromatografici (es. picchi fantasma) indicano che la guarnizione è sporca e deve essere sostituita.

Sono disponibili tre tipi di guarnizioni per la base dell'iniettore:

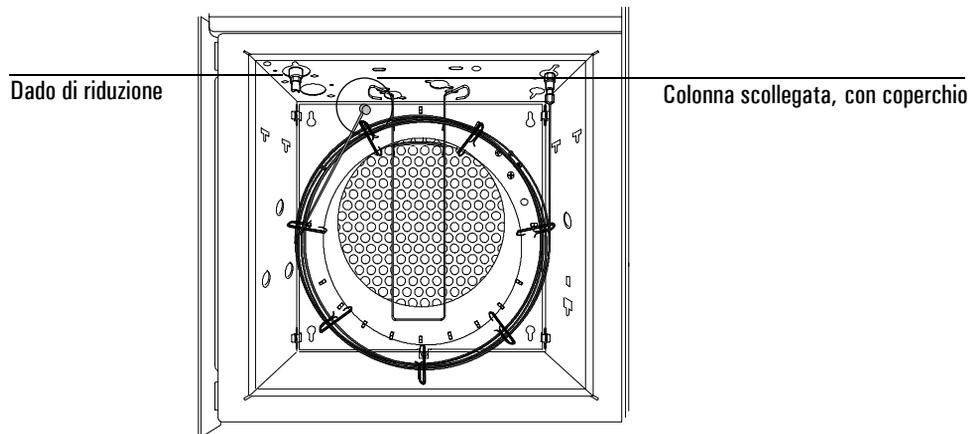
- guarnizione placcata in oro, numero di parte 18740-20885,
- guarnizione placcata in oro-, a croce, numero di parte 5182-9652,
- guarnizioni in acciaio inox, numero di parte 18740-20880.

La guarnizione viene sostituita dall'interno del forno, per cui è necessario smontare la colonna. Se non si è pratici di installazione e rimozione di colonne, consultare [“Colonne e trappole”](#).

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

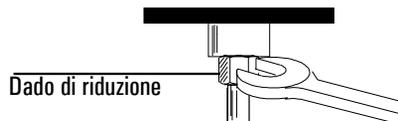
Procedura: sostituzione della guarnizione della base dell'iniettore**Materiale necessario:**

- Guanti puliti privi di peli, non di nylon (da indossare quando si maneggia la guarnizione).
 - Una guarnizione nuova (vedere elenco dei numeri di parte).
 - Una rondella nuova (numero di parte 5061-5869).
 - Chiave da 1/4 di pollice (per la colonna).
 - Chiave da 1/2 di pollice
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
 - Spegnerne il forno e il rivelatore.
 - Raffreddare il forno e l'iniettore a temperatura ambiente.
 - Disattivare la pressione dell'iniettore.
 2. Togliere la colonna dall'iniettore. Chiudere con un tappo l'estremità aperta della colonna per evitare contaminazioni. Se è installata una coppa d'isolamento intorno alla base dell'iniettore, toglierla.

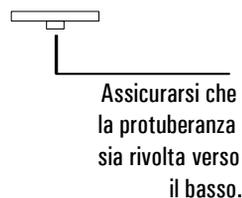


Come sostituire la guarnizione della base dell'iniettore

3. Con la chiave da 1/2 pollice allentare il dado di riduzione, quindi toglierlo. La rondella e la guarnizione si trovano all'interno del dado di riduzione. Toglieteli. È possibile sostituire la rondella quando si sostituisce la guarnizione interna.



4. Indossare i guanti per proteggere la guarnizione della base dell'iniettore e la rondella da ogni contaminazione. Collocare la rondella nel dado di riduzione. Collocare sopra a questo la nuova guarnizione della base dell'iniettore.

**Guarnizione della base dell'iniettore vista di lato:**

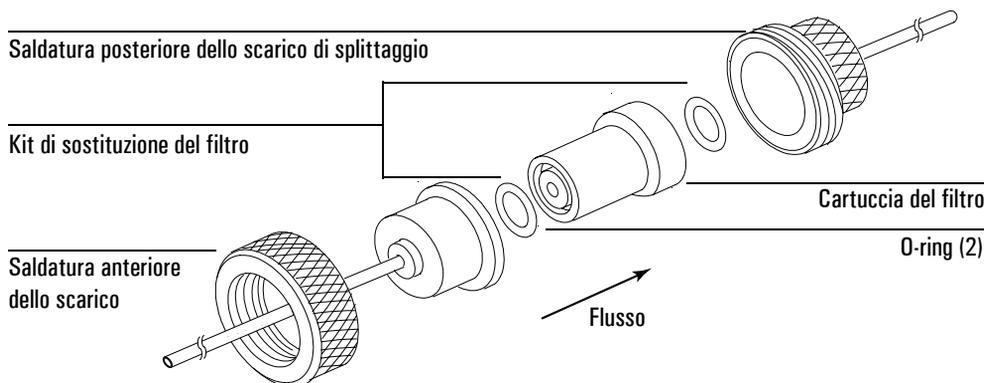
5. Sostituire il dado di riduzione. Usare la chiave da 1/2 pollice per stringere il dado. Riposizionare la colonna e la coppa di isolamento. Una volta installata la colonna, ripristinare le normali condizioni di funzionamento.

Sostituzione del filtro della trappola dello scarico di splittaggio

ATTENZIONE Spegnerne il forno ed il riscaldatore dell'iniettore che utilizza la trappola dello scarico di splittaggio e lasciarli raffreddare. Disattivare la pressione del gas di trasporto.

La trappola dello scarico di splittaggio può contenere quantità residue di campione o altre sostanze chimiche utilizzate nel GC. Seguire le procedure di sicurezza adatte per la manipolazione di questo tipo di sostanze durante la sostituzione della cartuccia del filtro della trappola.

1. Spegnerne l'iniettore ed il forno e lasciarli raffreddare.
2. Impostare tutti i flussi del GC a zero.
3. Togliere il coperchio del sistema pneumatico.
4. Sollevare il gruppo della trappola dal supporto di montaggio e svitare il dispositivo della trappola del filtro.



5. Togliere le vecchie cartucce ed i vecchi O-ring e sostituirli.
6. Rimontare la trappola.
7. Verificare che non vi siano perdite.

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

La presenza di perdite nel sistema di circolazione del gas può influenzare in maniera sostanziale i risultati cromatografici. Con la seguente procedura viene controllato il sistema del flusso fino al collettore (ovvero la parte pneumatica posta fisicamente in corrispondenza dell'iniettore) escluso. Se questa parte di sistema non presenta perdite, passare alla procedura successiva per controllare l'iniettore e il relativo collettore.

È consigliato l'uso di rivelatori di perdite che utilizzano liquidi, soprattutto nelle applicazioni che richiedono la massima pulizia.

Nel caso in cui le prove di tenuta vengano effettuate con un fluido, sciacquare immediatamente lo strumento per eliminare i residui di sapone.

ATTENZIONE Per evitare qualsiasi rischio di scossa elettrica, quando per le prove di tenuta si utilizza un fluido, spegnere il gascromatografo e staccare il cavo di alimentazione. Prestare attenzione a non far cadere gocce di soluzione sui cavi elettrici, soprattutto quelli dell'elemento riscaldante del rivelatore.

Materiale necessario:

- Un rivelatore di perdite elettronico in grado di rivelare il tipo di gas in uso oppure fluido di rivelazione. Se si utilizza un fluido di rivelazione, una volta terminato il test eliminare i residui.
 - Due chiavi da 7/16 di pollice
1. Con il rivelatore di perdite scelto controllare tutti i punti di raccordo.
 2. Eliminare le perdite serrando meglio i raccordi. Ripetere il test sui raccordi che presentavano perdite.
Continuare a serrare e a verificare finché tutti i raccordi risultano perfettamente serrati.

Procedura: prova di tenuta di un iniettore split/splitless con EPC

I punti all'interno di un sistema di iniezione nei quali possono verificarsi delle perdite sono diversi. Questa procedura permette di determinare, in generale, se nell'iniettore è presente una perdita di dimensioni eccessive.

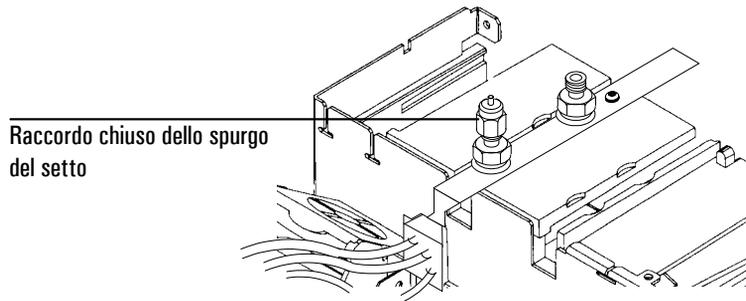
Se nell'iniettore sono presenti perdite, utilizzare un rivelatore elettronico per individuare il componente che perde.

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

Materiale necessario:

- Ferrula cieca
 - Chiave da 7/16 di pollice
 - Guanti (se l'iniettore è caldo)
 - Chiave per dado del setto (n. di parte 19251-00100)
 - Chiave da 9/16 di pollice
 - Tappo SWAGELOK da 1/8 di pollice
 - Flussimetro a bolla
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli come metodo
 - Spegnere il forno.
 - Raffreddare il forno e l'iniettore a temperatura ambiente.
 - Disattivare la pressione dell'iniettore.
 - Smontare la colonna, se installata, e chiudere il relativo raccordo con un dado e una ferrula cieca.
 - Togliere il setto vecchio e sostituirlo con uno nuovo.
Per le istruzioni, vedere ["Sostituzione dei setti"](#).
 - Controllare l'O-ring e sostituirlo se indurito o danneggiato.
Vedere le istruzioni contenute in ["Sostituzione dell'O-ring"](#).

2. Chiudere il raccordo dello spurgo del setto con un tappo SWAGELOK da 1/8 di pollice.



3. Regolare il forno e l'iniettore sulla normale temperatura d'esercizio.
4. Configurare la colonna a lunghezza 0.]
5. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] per aprire la tabella di controllo dell'iniettore.
 - Impostare la normale temperatura d'esercizio dell'iniettore.
 - Inserire un valore di pressione di 25 psi o, se maggiore, quello normalmente usato. Assicurarsi che la pressione alla fonte superi di almeno 10 psi la pressione dell'iniettore.
 - Impostare il flusso totale a 60 ml/min.
 - Impostare l'iniettore in modalità di splittaggio.

Attendere finchè la pressione e il flusso non si sono stabilizzati. Se non si riesce a raggiungere la pressione impostata, significa che esiste una grossa perdita o che la pressione è troppo bassa.

6. Disattivare la pressione o il flusso. Dato che lo spurgo del setto e i raccordi della colonna sono chiusi, il gas rimane intrappolato nel sistema e la pressione rimane costante.
7. Monitorare la pressione per 10 minuti. Una caduta di pressione di 0,5 psig (0,05 psi/min o inferiore) è normale.

Se la pressione scende più rapidamente della velocità accettabile, vedere [“Procedura: eliminazione delle perdite”](#).

Procedura: prova di tenuta di un iniettore split/splitless senza EPC

I punti all'interno di un sistema di iniezione nei quali possono verificarsi delle perdite sono diversi. Questa procedura permette di determinare, in generale, se nell'iniettore è presente una perdita di dimensioni eccessive. Se nell'iniettore sono presenti perdite, utilizzare un rivelatore elettronico per individuare il componente che perde.

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

Materiale necessario:

- Ferrula cieca
 - Chiave da 7/16 di pollice
 - Guanti (se l'iniettore è caldo)
 - Chiave per dado del setto (n. di parte 19251-00100)
 - Chiave da 9/16 di pollice
 - Tappo SWAGELOK da 1/8 di pollice
 - Flussimetro a bolla
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
 - Raffreddare il forno a temperatura ambiente, quindi spegnerlo.
 - Quando il forno è freddo, togliere pressione all'iniettore.
 - Smontare la colonna, se installata, e chiudere il relativo raccordo con un dado e una ferrula cieca.
 - Togliere il setto vecchio e sostituirlo con uno nuovo. Per le istruzioni relative alla sostituzione dei setti vedere pagina [321](#).
 - Controllare l'O-ring e sostituirlo se indurito o danneggiato. Per le istruzioni consultare pagina [324](#).
 2. Chiudere l'uscita dello spurgo con un tappo SWAGELOK da 1/8 poll.
 3. Regolare il forno e l'iniettore sulla normale temperatura d'esercizio.

Come sostituire la guarnizione della base dell'iniettore

4. Impostare la normale temperatura d'esercizio dell'iniettore. Assicurarsi che la pressione dell'erogazione iniziale di gas sia di almeno 35 psi.
5. Impostare un valore di pressione dell'iniettore di 25 psi oppure la normale pressione d'esercizio se è maggiore. Impostare il flusso di splittaggio a 60 ml/min. Attendere finchè la pressione e il flusso non si sono stabilizzati. Se il sistema non riesce a raggiungere la pressione impostata, significa che esiste una grossa perdita o che la pressione di esercizio è troppo bassa.
6. Con un flussimetro a bolla controllare che il flusso di splittaggio sia disattivato.
7. Disattivare il flusso in ingresso disattivando il gas di trasporto con il dispositivo di controllo del flusso. Quindi ruotare il regolatore della pressione di uscita in senso orario di un altro quarto di giro.

Osservare la pressione in colonna per circa 10 minuti. Se la caduta di pressione è inferiore a 0,5 psig (0,5 psi/min o inferiore), si può considerare l'iniettore privo di perdite.

Se la pressione diminuisce ad una velocità maggiore di quella accettabile, passare alla sezione successiva "Eliminazione delle perdite".

Procedura: eliminazione delle perdite**Materiale necessario:**

- Rivelatore di perdite elettronico
 - Utensili per stringere i raccordi
1. Con il rivelatore di perdite elettronico controllare tutte le zone dell'iniettore potenzialmente fonte di perdite. Sono punti potenzialmente a rischio:
 - l'uscita dello spurgo chiusa,
 - il punto di innesto della colonna,
 - il setto e/o la relativa sede,
 - la zona in cui i condotti del gas sono collegati all'iniettore: l'O-ring, il dado dell'O-ring e la guarnizione della base dell'iniettore.
 2. Con l'apposita chiave stringere i raccordi in modo da eliminare le perdite. Eventualmente ripetere la prova di tenuta.

Se ora la caduta di pressione è inferiore a 0,03 psi/min, il sistema può essere considerato a tenuta. Se la pressione diminuisce ad una velocità maggiore, continuare a cercare le perdite e ripetere la prova di tenuta. Se tutti i raccordi risultano in ordine ma l'iniettore continua a perdere troppa pressione, può essere necessario sostituire il collettore. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Procedura: pulizia dell'iniettore

Non accade spesso di dover pulire a fondo l'iniettore come indicato nella seguente procedura; tuttavia può accadere che all'interno dell'iniettore split/splitless si formino depositi dovuti ai campioni iniettati. Prima di pulire l'iniettore, sostituire gli adattatori e gli inserti della colonna sporchi con altri puliti. Se i problemi permangono, procedere con la pulizia dell'iniettore.

Materiale necessario:

- Spazzole: il kit di pulizia del FID contiene le spazzole adatte (numero di parte 9301-0985)
 - Solvente per eliminare i depositi all'interno dell'iniettore
 - Aria compressa filtrata e anidra o azoto
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
 - Disattivare le zone riscaldate; attendere che si raffreddino.
 - Scollegare alla fonte tutti i flussi di alimentazione dell'iniettore.
 - Spegnerne il gascromatografo ed estrarre la spina.
 - Togliere l'inserto dell'iniettore.
 - Smontare l'adattatore della colonna. Vedere ["Colonne e trappole"](#).
 - Togliere la guarnizione della base dell'iniettore. Per le istruzioni consultare pagina [327](#).
 2. Illuminare l'interno dell'iniettore dalla parte inferiore e controllare che non ci siano tracce di contaminanti. Inserire lo spazzolino. Spazzolare energicamente le pareti interne dell'iniettore per eliminare i depositi.
 3. Prima rimontare, eliminare tutte le particelle usando aria compressa o azoto.
 4. Rimontare l'iniettore. Utilizzare una guarnizione della base dell'iniettore nuova. Ripristinare le condizioni di funzionamento normali.

15 Iniettore per impaccate

Utilizzo di un iniettore per impaccate

Adattatori ed inserti

Procedura: installazione degli adattatori

Procedura: installazione degli inserti di vetro

Tabella di controllo

Colonne impaccate o non definite

Colonne capillari definite

Procedura: utilizzo di colonne capillari impaccate e non definite

Procedura: utilizzo di colonne capillari definite

Manutenzione di un iniettore per impaccate

Procedura: sostituzione dei setti

Procedura: sostituzione dell'O-ring

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

Procedura: prova di tenuta di un iniettore per impaccate con EPC

Procedura: prova di tenuta di un iniettore per impaccate senza EPC

Procedura: eliminazione delle perdite

Procedura: pulizia dell'iniettore

Iniettore per impaccate

Utilizzo di un iniettore per impaccate

Questo sistema è usato nelle analisi con colonna impaccata, quando non sono necessarie separazioni ad elevata efficienza. Può essere usato anche con colonne capillari di tipo mega bore con portate anche superiori a 10 ml/min.

Se viene utilizzata una colonna capillare e la colonna è definita, l'iniettore è a controllo di pressione. Se la colonna non è definita (colonne impaccate e colonne capillari non definite), l'iniettore è a controllo di flusso.

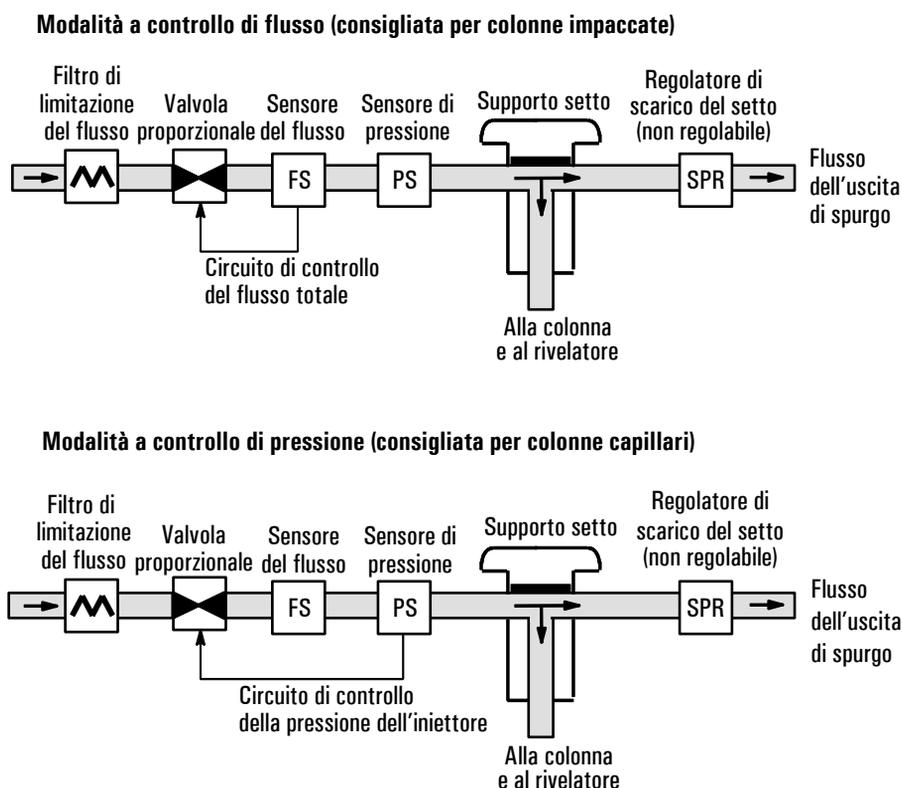


Figura 48 Iniettore per impaccate con elettronico della pneumatica (EPC)

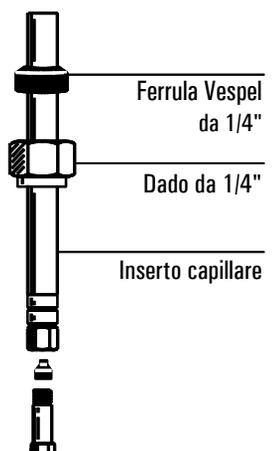
Adattatori ed inserti

Adattatori. La scelta dell'adattatore dipende dal tipo di colonna in uso. Sono disponibili adattatori per colonne capillari impaccate da 1/4" con grosso diametro interno oppure per colonne impaccate da 1/8". L'adattatore consente di collegare la colonna all'iniettore. Per le istruzioni di installazione, vedere pagina [341](#).

Inserti. Gli inserti di vetro sono spesso utilizzati insieme ad adattatori di metallo per ridurre la reattività e intrappolare residui non volatili. Vengono sempre utilizzati con colonne capillari. Gli inserti vengono installati nella parte superiore dell'iniettore e devono essere montati prima della colonna. Per le istruzioni di installazione, vedere pagina [343](#).

L'iniettore per impaccate viene fornito completo di un adattatore e di un inserto da utilizzare con colonne capillari; vedere la [Tabella 36](#). Si sconsiglia l'uso di colonne capillari a diametro ristretto con questo tipo di iniettore. Se si utilizzano colonne impaccate, consultare la [Tabella 37](#).

Tabella 36. Adattatori ed inserti per colonne capillari di grosso

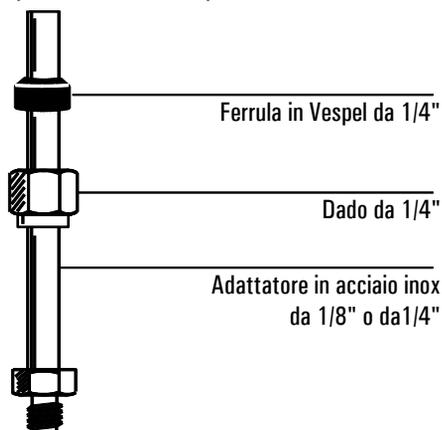
Tipo colonna	Adattatore	Adattatore
530 μm o 320 μm	19244-80540	5080-8732 o 5181-3382 (disattivato)
		
		

diametro

Tabella 37 Adattatori ed inserti per colonne impaccate

Tipo colonna	Adattatore	Inserto
In metallo da 1/8"	<i>Acciaio inox 1/8"</i> 19243-80510	Nessuno
	19243-80530	5080-8732 o 5181-3382*
In metallo da 1/4"	<i>Acciaio inox 1/4"</i> 19243-80520	Nessuno
	19243-80540	5080-8732 o 5181-3382*
In vetro da 1/4"	Adattatore non necessario. L'estremità della colonna funge da adattatore. Si può usare anche un inserto in metallo da 1/4"	Non applicabile

*Non attivato

Adattatore da 1/4" o da 1/8"
(acciaio inossidabile)**Inserto****Procedura: installazione degli adattatori**

Queste istruzioni riguardano l'installazione di tutti i tipi di adattatori. Si consiglia di utilizzare ferrule in Vespel grafitizzate in quanto quelle di metallo tendono a bloccarsi in modo permanente. Se si verifica una perdita e si utilizzano ferrule di metallo, è necessario sostituire l'intero adattatore.

Materiale necessario:

- Adattatore, dado in ottone e ferrula (vedere la [Tabella 36](#) o la [Tabella 37](#))
 - Un panno privo di peli
 - Metanolo
 - Chiave da 9/16 di pollice
1. Premere [Oven] e impostare il forno a 35°C. Quando la temperatura raggiunge il valore impostato spegnere il forno. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] e disattivare la temperatura e la pressione o il flusso all'iniettore.

ATTENZIONE Procedere con cautela. Il forno e i raccordi dell'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

2. Pulire l'estremità dell'adattatore con un panno privo di peli in modo da eliminare qualsiasi traccia di contaminazione (es. impronte). Utilizzare il metanolo come solvente.
3. Mettere un dado di ottone e una ferrula in Vespel grafitizzata sull'adattatore.
4. Aprire lo sportello del forno e localizzare la base dell'iniettore. Inserire l'adattatore verticalmente nella base.
5. Tenere l'adattatore in questa posizione e stringere il dado con le mani.
6. Con una chiave stringere il dado di un altro quarto di giro.
7. Installare la colonna.
8. Far passare del gas di trasporto nell'iniettore e riscaldare il forno e l'iniettore fino a raggiungere le relative temperature d'esercizio. Lasciarli raffreddare, quindi stringere i raccordi.

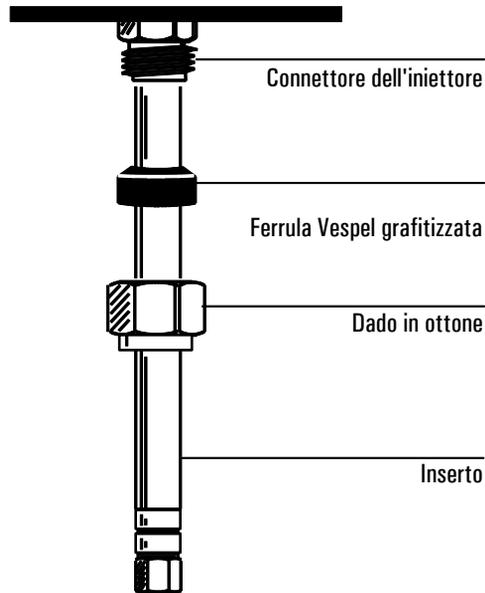


Figura 49 Installazione dell'adattatore

Procedura: installazione degli inserti di vetro

Materiale necessario:

- Inserto (vedere la [Tabella 36](#) o la [Tabella 37](#))
- Pinzette
- Filo

1. Premere [Oven] e impostare il forno a 35°C. Quando la temperatura raggiunge il valore impostato spegnere il forno. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] e disattivare la temperatura e la pressione o il flusso all'iniettore.

ATTENZIONE Procedere con cautela. I raccordi dell'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

2. Togliere il dado zigrinato situato nella parte superiore dell'iniettore.
3. Con molta cura togliere l'inserto vecchio. Una graffetta può essere utile per sollevarlo.

4. Con le pinzette o un utensile simile, afferrare l'inserto e installarlo nell'iniettore con il lato svasato rivolto verso l'alto.
5. Se è installata una colonna capillare e l'inserto non si adatta alla perfezione, smontare la colonna, installare l'inserto e rimontare la colonna.
6. Riposizionare il dado zigrinato e stringerlo con le mani.

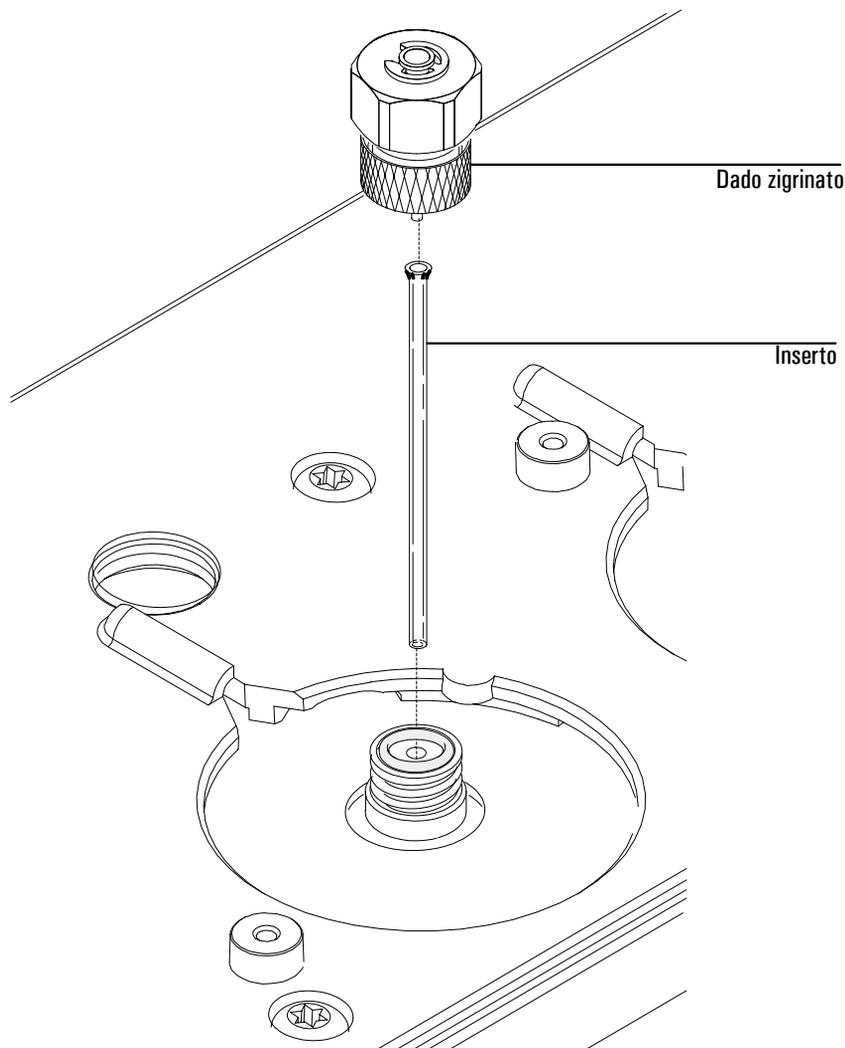


Figura 50 Installazione di un inserto di vetro in un iniettore per impaccate

Tabella di controllo

Colonne impaccate o non definite

(Iniettore)

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure		0.0
Tot flow	0.0	Off

(Colonna)

COLUMN 1 (He)		
Dimensions unknown		
Pressure		0.0
Flow	0.0	Off
Mode: Constant flow		

Temp Valore impostato e valore effettivo della temperatura.

Pressure Il valore effettivo della pressione (in psi, bar o kPa) in ingresso. Non è possibile inserire un valore di impostazione.

Tot flow Inserire un valore di impostazione, viene visualizzato il valore effettivo. L'iniettore è controllato dal flusso di massa.

Colonne capillari definite

(Colonna definita)

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure	0.0	Off
Tot flow		0.0

Temp Il valore impostato e il valore effettivo della temperatura

Pressure L'iniettore è controllato dalla pressione. Inserire il valore di regolazione (in psi, bar o kPa), viene visualizzato il valore effettivo.

Tot flow Il flusso totale effettivo in ingresso. Questo è un valore di sola lettura, non un valore da impostare.

Procedura: utilizzo di colonne capillari impaccate e non definite

Se la colonna non è definita, sono disponibili solo le modalità a controllo di flusso.

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] ed inserire un valore di temperatura. (Il flusso è stato impostato nella colonna al punto 4)

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure		0.0
Tot flow	0.0	Off

3. Iniettare il campione.

Impostare il flusso della colonna dalla tabella relativa alla colonna.

Il flusso totale nella tabella dell'iniettore è la somma del flusso della colonna e del flusso di spurgo del setto.

Procedura: utilizzo di colonne capillari definite

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] ed inserire un valore di temperatura.

FRONT INLET (PP)		
Temp	24	Off
Pressure	0.0	Off
Tot flow		Off

3. Iniettare un campione.

Manutenzione di un iniettore per impaccate

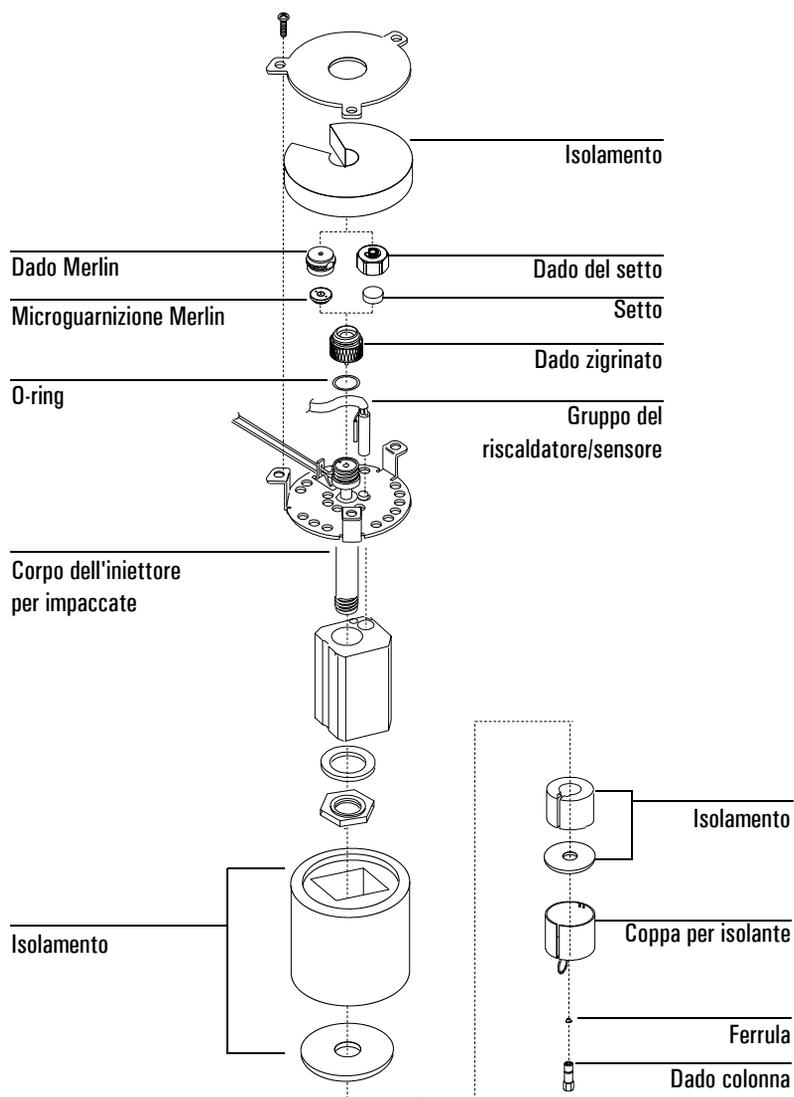


Figura 51 Iniettore per impaccate

Procedura: sostituzione dei setti

La presenza di perdite in corrispondenza del setto dà sempre origine a fenomeni piuttosto visibili quali lo spostamento dei tempi di ritenzione, una perdita di risposta e/o una caduta di pressione in testa alla colonna. Inoltre aumenta il disturbo del segnale del rivelatore.

La durata dei setti è determinata dalla frequenza di iniezione e dalla qualità dell'ago. Gli aghi spuntati o che presentano sbavature o imperfezioni riducono la durata del setto. Quando lo strumento viene usato regolarmente si consiglia di sostituire il setto ogni giorno

Il tipo di setto usati dipende dalle esigenze cromatografiche. Un'altra opzione disponibile è il setto Merlin Microseal, un setto duckbill a basso spurgo e lunga durata se utilizzato con il campionatore automatico 7683 e con le siringhe consigliate. I setti possono essere ordinati direttamente da Agilent Technologies; per ordinare le parti consultare il catalogo Agilent per i prodotti di consumo e le forniture.

Tabella 38. Setti consigliati per l'iniettore per impaccate

Descrizione	N. di parte
Setto da 11 mm, rosso, a basso spurgo	5181-1263
Setto da 11 mm con foro passante parziale, rosso, a basso spurgo	5181-3383
Setto da 11 mm, grigio, a basso spurgo	5080-8896
Setto Merlin Microseal (30 psi)	5181-8815
Setto in silicone da 11 mm, resistente alle alte temperature (350°C e oltre)	5182-0739

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

Precauzioni Durante la sostituzione del setto il flusso in colonna viene interrotto; poiché in mancanza del flusso di gas di trasporto a temperature elevate esiste il rischio di danneggiare le colonne; prima di procedere, raffreddare il forno alla temperatura ambiente.

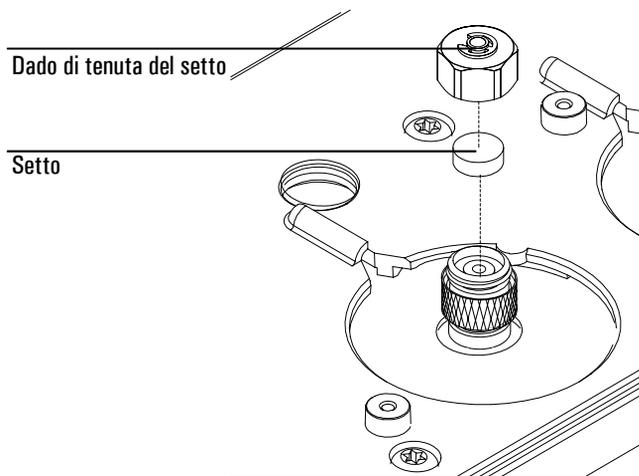
Materiale necessario:

- Guanti (se l'iniettore è caldo)
- Nuovo setto: vedere la [Tabella 38](#) per i numeri di parte
- Chiave per dado del setto (n. di parte 19251-00100)
- Un utensile di plastica o di legno appuntito per togliere il setto dall'iniettore
- Lana d'acciaio 0 o 00 (opzionale)
- Pinzette
- Aria compressa filtrata o azoto (opzionale)

1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.

- Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
- Spegnerne il forno e lasciarlo raffreddare a temperatura ambiente.
- Spegnerne il rivelatore.
- Raffreddare l'iniettore a temperatura ambiente.
- Disattivare la pressione dell'iniettore.

2. Se l'iniettore è caldo, indossare i guanti per evitare di ustionarsi le mani. Togliere il dado di fermo del setto o il dado Merlin; se il dado è caldo o appiccicoso utilizzare la chiave per allentarlo o toglierlo. Togliere il setto o la microguarnizione Merlin.

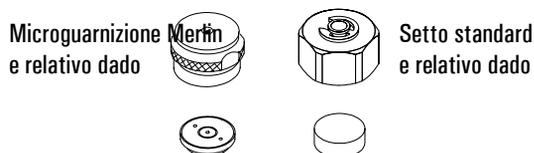


Se il setto è bloccato, utilizzare un utensile appuntito per toglierlo. Fare attenzione a non graffiare il metallo intorno al setto; smontare tutti i pezzi del setto vecchio.

3. Con un pezzo di lana d'acciaio e un paio di pinzette eliminare qualsiasi residuo dal dado di tenuta e dal supporto del setto. Utilizzare aria compressa o azoto per togliere i pezzi di lana d'acciaio e di setto.

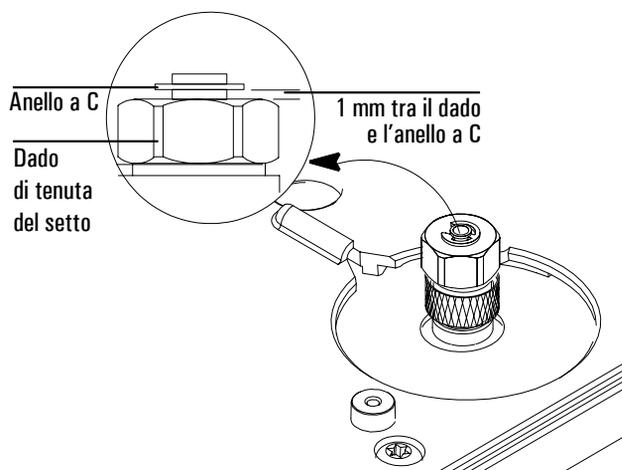
Usare un forcipe per inserire un setto nuovo o una microguarnizione Merlin. Spingerlo bene nella sua sede.

4. Se si installa una microguarnizione Merlin fare in modo che le parti in metallo siano rivolte verso il basso (dalla parte del forno).



5. Riposizionare il dado del setto o il dado Merlin.

- Se si utilizza il dado del setto standard, stringerlo finché l'anello a C non si trova a 1 mm dal dado. Non serrare eccessivamente.
- Se si usa un dado Merlin stringere con le dita fino all'arresto (non deve potersi muovere).



Non serrare troppo il dado per evitare di comprimere troppo il setto, azione che potrebbe provocare un guasto prematuro, oltre alla contaminazione dell'iniettore con frammenti del setto.

6. Ripristinare le normali condizioni di funzionamento

Procedura: sostituzione dell'O-ring

L'O-ring va sostituito periodicamente perchè si usura e può causare perdite nell'iniettore. Per determinare se l'O-ring perde, eseguire la prova di tenuta descritta più avanti in [“Procedura: prova di tenuta di un iniettore per impaccate con EPC”](#).

Gli O-ring contengono plastificanti che li rendono elastici. L'O-ring sigilla la parte superiore dell'iniettore e la relativa base. Tuttavia, a temperature elevate i plastificanti si induriscono e gli O-ring diventano rigidi e non riescono a creare una tenuta. Utilizzando l'iniettore con temperature elevate, è probabile che l'O-ring debba essere sostituito spesso.

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni. Se l'iniettore è caldo, indossare i guanti.

Materiale necessario:

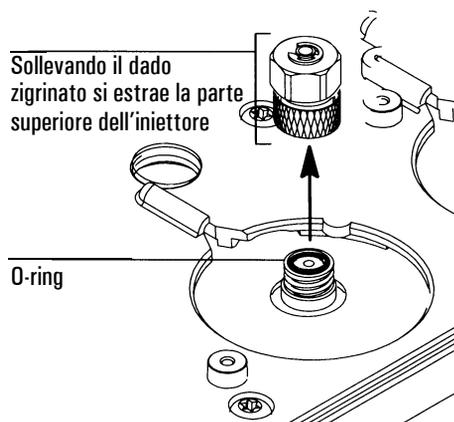
- Guanti (se l'iniettore è caldo)
- Un O-ring di Viton nuovo (numero di parte 5080-8898)
- Chiave per dado del setto (n. di parte 19251-00100)
- Pinzette (opzionali)

1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.

- Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
- Spegner il forno e lasciarlo raffreddare a temperatura ambiente.
- Spegner il rivelatore.
- Raffreddare l'iniettore a temperatura ambiente.
- Disattivare la pressione dell'iniettore.

2. Se l'iniettore è caldo utilizzare la chiave del dado del setto. Allentare il dado zigrinato. Togliere il dado e smontare la parte superiore dell'iniettore.

L'O-ring sarà visibile. Togliere l'o-ring vecchio. Potrebbe essere necessario usare pinzette per afferrarlo. Inserire l'o-ring nuovo utilizzando le pinzette.



3. Riposizionare la parte superiore dell'iniettore e stringere a fondo il dado zigrinato. Ripristinare le normali condizioni di funzionamento del gascromatografo.

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

La presenza di perdite nel sistema di circolazione del gas può influenzare sostanzialmente i risultati cromatografici. Con la seguente procedura viene controllato il sistema del flusso fino al collettore (ovvero la parte pneumatica posta fisicamente in corrispondenza dell'iniettore) escluso. Se questa parte di sistema non presenta perdite, passare alla procedura successiva per controllare l'iniettore e il relativo collettore.

È consigliato l'uso di rivelatori di perdite che utilizzano liquidi, soprattutto nelle applicazioni che richiedono la massima pulizia.

Nel caso in cui le prove di tenuta vengano effettuate con un fluido, sciacquare immediatamente lo strumento per eliminare i residui di sapone.

ATTENZIONE Per evitare qualsiasi rischio di scossa elettrica, quando per le prove di tenuta si utilizza un fluido, spegnere il gascromatografo e staccare il cavo di alimentazione. Prestare attenzione a non far cadere gocce di soluzione sui cavi elettrici, soprattutto quelli dell'elemento riscaldante del rivelatore.

Materiale necessario:

- Rivelatore di perdite elettronico o fluido rivelatore. Se si utilizza il fluido, pulire il liquido in eccesso al termine della prova.
 - Due chiavi da 7/16 di pollice
1. Con il rivelatore di perdite scelto controllare tutti i punti di raccordo.
 2. Eliminare le perdite serrando meglio i raccordi. Ripetere il test sui raccordi che presentavano perdite. Continuare a serrare e a verificare finché tutti i raccordi risultano perfettamente serrati.

Procedura: prova di tenuta di un iniettore per impaccate con EPC

Questa procedura consente di stabilire se vi è una perdita nell'iniettore. Si consiglia di eseguire questa prova con l'iniettore alla normale temperatura d'esercizio in quanto l'O-ring potrebbe perdere se lasciato raffreddare a temperatura ambiente.

Materiale necessario:

- Guanti (se l'iniettore è caldo)
- Chiave per dado del setto (n. di parte 19251-00100)
- Tappo SWAGELOK da 1/8" (numero di parte 5180-4120)

Se si utilizzano colonne capillari

- Ferrula cieca
- Chiave da 7/16 di pollice

Se si utilizzano colonne impaccate

- Tappo di Vespel
- Chiave da 9/16 di pollice

1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.

- Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
- Spegnerne il forno e lasciarlo raffreddare a temperatura ambiente. Quando il forno è freddo, togliere pressione all'iniettore.
- Smontare la colonna, se installata, e chiudere il relativo raccordo. Se si utilizzano colonne capillari, inserire una ferrula cieca nel dado della colonna in modo che funga da tappo. Se si utilizzano colonne impaccate, usare un tappo di Vespel.
- Togliere il setto vecchio e sostituirlo con uno nuovo. Per le istruzioni relative alla sostituzione dei setti, vedere [“Procedura: sostituzione dei setti”](#).
- Controllare l'O-ring e sostituirlo se indurito o danneggiato. Vedere a pagina [351](#) le istruzioni per la sostituzione dell'O-ring.
- Controllare che la pressione dell'impianto gas sia di almeno 35 psi.
- Chiudere il raccordo dello spurgo del setto con un tappo SWAGELOK da 1/8 di pollice.
- Definire una colonna capillare per portare l'iniettore in modalità di controllo della pressione. Premere [Column 1] o [Column 2] ed inserire un diametro (es. 320) ed una lunghezza 0. Premere [Enter].

2. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] per aprire la tabella di controllo.

FRONT INLET (pp)		
Temp	150	150 <
Pressure	0.0	off
Total flow		0.0

3. Impostare la normale temperatura d'esercizio dell'iniettore.
4. Impostare la pressione dell'iniettore a 25 psi. Attendere qualche minuto che la pressione si stabilizzi. Durante la fase di stabilizzazione è possibile che la pressione superi di poco il valore impostato. Se non riesce a raggiungere il valore impostato significa che esiste una grossa perdita o la pressione del gas è troppo bassa.
5. Disattivare la pressione dell'iniettore. Poiché la colonna è chiusa, la pressione dovrebbe rimanere piuttosto costante.

Monitorare la pressione per 10 minuti. Una caduta di pressione 0,3 psig (0,03 psi/min o inferiore) è considerata accettabile. Se la caduta di pressione è molto superiore a 0.7 psi, vedere "Eliminazione delle perdite" a pagina [357](#).

Procedura: prova di tenuta di un iniettore per impaccate senza EPC

Questa procedura consente di stabilire se vi è una perdita nell'iniettore. Si consiglia di eseguire questa prova con l'iniettore alla normale temperatura d'esercizio, in quanto l'O-ring potrebbe perdere se raffreddato alla temperatura ambiente.

Materiale necessario:

- Guanti (se l'iniettore è caldo)
- Chiave per dado del setto (n. di parte 19251-00100)
- Tappo SWAGELOK da 1/8 di pollice (numero di parte 5180-4120)

Se si utilizzano colonne capillari

- Ferrula cieca
- Chiave da 7/16 di pollice

Se si utilizzano colonne impaccate

- Tappo di Vespel
 - Chiave da 9/16 di pollice
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
 - Spegnerne il forno e lasciarlo raffreddare a temperatura ambiente. Quando il forno è freddo, togliere pressione all'iniettore.
 - Smontare la colonna, se è installata, e chiudere il raccordo. Se si utilizzano colonne capillari, inserire una ferrula cieca nel dado della colonna in modo che funga da tappo. Se si utilizzano colonne impaccate, usare un tappo di Vespel.
 - Togliere il setto vecchio e sostituirlo con uno nuovo. Per le istruzioni relative alla sostituzione dei setti vedere [“Sostituzione dei setti”](#).
 - Controllare l'O-ring e sostituirlo se indurito o danneggiato. Vedere [“Sostituzione dell'O-ring”](#) per le istruzioni per la sostituzione dell'O-ring.
 - Controllare che la pressione dell'impianto gas sia di almeno 30 psi.
 2. Impostare le normali temperature d'esercizio dell'iniettore.
 3. Chiudere l'uscita dello spurgo del setto con un tappo SWAGELOK da 1/8 di pollice.
 4. Attivare il gas in ingresso alla fonte e regolare la pressione di mandata a 30 psi. Aprire completamente il dispositivo di controllo del flusso in massa ruotando tutta la manopola in senso orario. Attendere un paio di minuti per garantire l'equilibratura. L'indicatore o il pannello anteriore devono essere stabili.
 5. Togliere pressione in testa alla colonna girando il controllore di flusso in senso orario e completamente. Non stringere troppo o si danneggerà la sede della valvola.

6. Disattivare il gas all'iniettore alla fonte. Monitorare la pressione per 10 minuti. Si può utilizzare la funzione di cronometro del gascromatografo. Una caduta di pressione di 0,7 psig (0,07psi/min o inferiore) è considerata accettabile.

Se la caduta di pressione è inferiore a 0,7 psi (0,07 psi/min) o inferiore, si può considerare l'iniettore privo di perdite.

Se la caduta di pressione è molto superiore a 0,7 psi (0,07 psi/min), consultare [“Procedura: eliminazione delle perdite”](#).

Procedura: eliminazione delle perdite

Materiale necessario:

- Rivelatore di perdite elettronico adatto per il tipo di gas utilizzato
 - Utensili per stringere i componenti dell'iniettore che perdono (in caso di rilevamento di perdite)
1. Con il rivelatore di perdite elettronico controllare tutte le zone dell'iniettore potenzialmente fonte di perdite. Sono punti potenzialmente a rischio:
 - il setto e/o la relativa sede,
 - la ferrula da 1/4 di pollice (in caso di impiego di adattatori),
 - l'O-ring,
 - l'uscita dello spurgo chiusa,
 - il punto di innesto della colonna,
 - il dado zigrinato,
 - la zona in cui la linea del gas è collegata all'iniettore.

Se non si utilizza l'adattatore, chiudere la colonna con un tappo SWAGELOK da 1/4 di pollice o simile.

2. Se necessario, stringere i raccordi allentati con una chiave in modo da eliminare le perdite. Può darsi che si debba ripetere la prova di tenuta.

Se ora il calo di pressione è inferiore a 0,03 psi/min il sistema può essere considerato a tenuta.

Se la pressione scende più rapidamente, cercare le altre perdite e ripetere il test della pressione. Se non si riscontrano perdite nei raccordi, ma l'iniettore continua a perdere troppa pressione, può darsi che sia necessario sostituire il collettore dell'iniettore. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

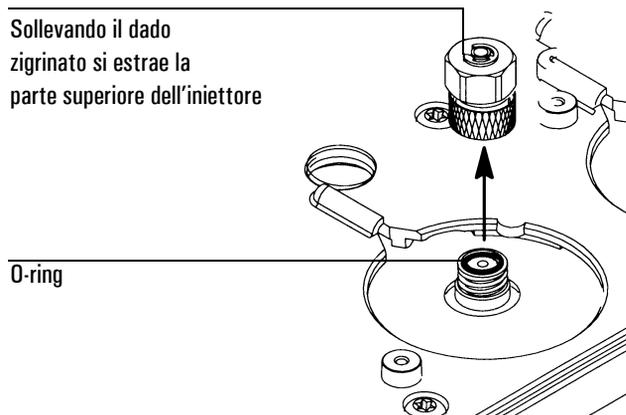
Procedura: pulizia dell'iniettore

Non accade spesso di dover pulire a fondo l'iniettore come indicato nella seguente procedura; tuttavia può accadere che all'interno dell'iniettore per impaccate si formino depositi dovuti ai campioni iniettati. Prima di pulire l'iniettore, sostituire gli adattatori e gli inserti della colonna sporchi con altri puliti. Per le istruzioni, consultare [“Procedura: installazione degli adattatori”](#), [“Procedura: installazione degli inserti di vetro”](#). Se i problemi permangono, procedere con la pulizia dell'iniettore.

Materiale necessario:

- Spazzole: il kit di pulizia del FID contiene le spazzole adatte (numero di parte 9301-0985)
 - Solvente per eliminare i depositi all'interno dell'iniettore
 - Aria compressa filtrata e anidra o azoto
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
 - Lasciare raffreddare le zone riscaldate.
 - Scollegare alla fonte tutti i flussi di alimentazione dell'iniettore.
 - Spegnerne il gascromatografo ed estrarre la spina.
 - Se il setto è usurato o sporco, sostituirlo. Vedere le istruzioni contenute in [“Procedura: sostituzione dei setti”](#).
 - Togliere la colonna, l'adattatore e l'inserto. Vedere [“Colonne e trappole”](#).

2. Allentare il dado zigrinato e sollevarlo. L'O-ring sarà visibile. Sostituirlo se necessario. Vedere [“Procedura: sostituzione dell'O-ring”](#) per una descrizione della procedura.



3. Illuminare l'interno dell'iniettore dall'interno del forno e guardare nello stesso dall'alto. Gli eventuali depositi presenti dovrebbero essere visibili.
4. Inserire lo spazzolino. Spazzolare energicamente le pareti interne dell'iniettore per eliminare i depositi. Inumidire la spazzola con solvente. Con l'aria compressa o l'azoto asciugare l'iniettore ed eliminare qualsiasi traccia di contaminante e solvente.
5. Riposizionare la parte superiore dell'iniettore e stringere il dado zigrinato. Sostituire la colonna (vedere [“Procedura: installazione di colonne capillari nell'FPD”](#)).
6. Ripristinare le normali condizioni di funzionamento del gascromatografo.

16 Iniettore on-column a freddo

Utilizzo dell'iniettore on-column a freddo

Hardware

Iniezione automatica o manuale con dado del setto

Dadi del setto

Setti

Iniezione manuale con torretta di raffreddamento e setto duckbill

Procedura: Sostituzione del dado del setto e della relativa sede o della torretta

Procedura: installazione di un inserto

Procedura: controllo delle dimensioni dell'ago rispetto alla colonna

Procedura: esecuzione dell'iniezione manuale con dado del setto

Procedura: per l'iniezione manuale con torretta di raffreddamento

Precolonne

Temperatura dell'iniettore

Funzione CryoBlast (opzionale)

Modalità Track oven

Modalità Ramped temp

(temperatura programmata)

Considerazioni

 sul raffreddamento criogenico

Intervalli di regolazione

Procedura: programmazione della temperatura

Procedura: esecuzione dell'iniezione on-column a freddo

Manutenzione dell'iniettore on-column a freddo

Problemi di funzionamento degli iniettori on-column

Problemi di raffreddamento dell'iniettore

L'iniettore non raggiunge la temperatura impostata

L'ago della siringa si piega durante l'iniezione

Procedura: sostituzione degli aghi in silice fusa

Procedura: installazione degli aghi in silice fusa

Sostituzione dei setti

Procedura: modifica dei setti

Procedura: pulizia dell'iniettore

Procedura: esecuzione delle prove
di tenuta del circuito del gas

Procedura: esecuzione delle prove
di tenuta dell'iniettore on-column
a freddo

Procedura: eliminazione delle perdite

Iniettore on-column a freddo

Utilizzo dell'iniettore on-column a freddo

Questo sistema di iniezione consente di introdurre il campione liquido direttamente all'interno di una colonna capillare. A tal fine, al momento dell'iniezione sia l'iniettore sia il forno devono essere freddi o comunque avere una temperatura inferiore al punto di ebollizione del solvente. Poiché in questo modo il campione non si vaporizza immediatamente nell'iniettore, i problemi di discriminazione sono ridotti al minimo. Se effettuata in modo corretto, l'iniezione on column è in grado di fornire risultati accurati e precisi.

L'iniettore on-column a freddo può essere impostato in modalità Track oven, per l'adeguamento continuo alla temperatura del forno, oppure possono essere programmati fino a tre gradienti di temperatura. Inoltre è disponibile una funzione di raffreddamento criogenico che utilizza CO₂ o N₂ per portare lo strumento a temperature inferiori a quella dell'ambiente.

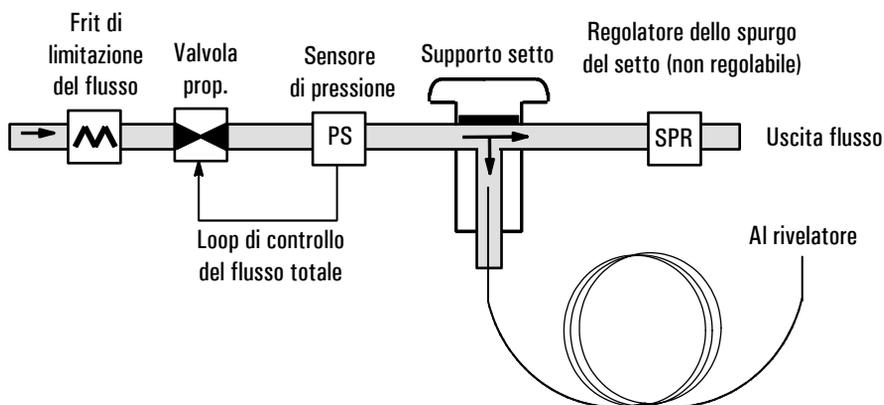


Figura 52 Iniettore on-column a freddo con EPC Accessori per l'iniezione on-column a freddo

Hardware

Poiché il campione viene iniettato direttamente nella colonna, il tipo di accessori necessari è determinato principalmente dal diametro interno della stessa. Inoltre va tenuto conto della tecnica di iniezione utilizzata (manuale o automatica).

La [Tabella 39](#) contiene l'elenco di controllo necessario per guidare l'operatore nella scelta dell'hardware e indica dove si trovano le istruzioni per l'installazione e per l'esecuzione dell'iniezione del campione.

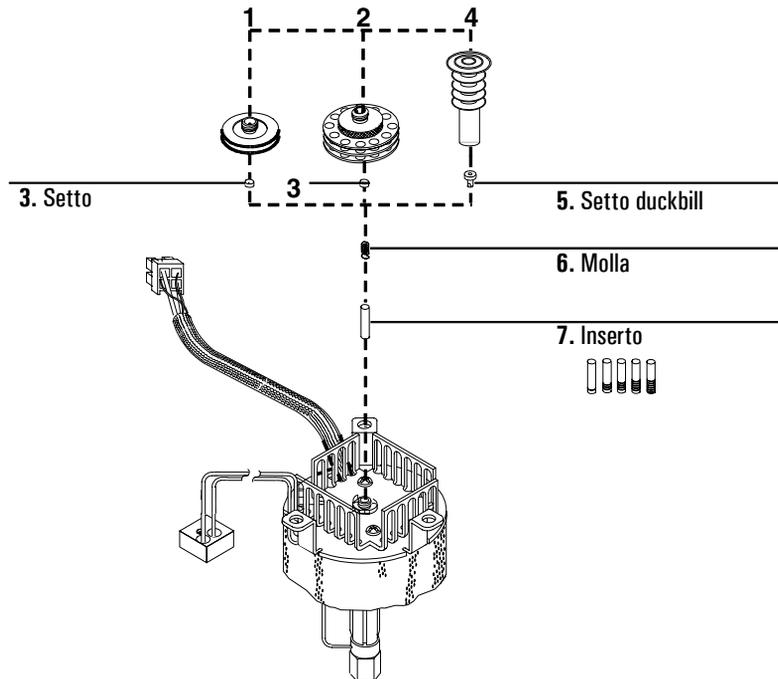
Ricordare che se si effettuano iniezioni automatiche su di una colonna da 250 µm/320 µm utilizzando un campionatore automatico per liquidi 7683 occorre adattare il campionatore automatico per il funzionamento on-column. Consultare i manuali elencati nella [Tabella 39](#) sottostante.

Tabella 39. Elenco di controllo per la scelta dell'hardware e delle procedure

Iniezione automatica	iniezione manuale con dado del setto	iniezione manuale con torretta di raffreddamento
Hardware		
Vedere la Tabella 40 per i codici delle parti	Vedere la Tabella 40 per i codici delle parti	Vedere la Tabella 41 per i codici delle parti
<input type="checkbox"/> Sede del setto <input type="checkbox"/> Inserto <input type="checkbox"/> Ago in acciaio inossidabile	<input type="checkbox"/> Sede del setto <input type="checkbox"/> Setto pieno <input type="checkbox"/> Inserto <input type="checkbox"/> Ago in acciaio inossidabile	<input type="checkbox"/> Torretta di raffreddamento <input type="checkbox"/> Setto duckbill <input type="checkbox"/> Inserto <input type="checkbox"/> Ago in silice fusa (colonne ≥ 200 µm) oppure <input type="checkbox"/> Ago in acciaio inossidabile (colonne ≥ 250 µm)

Dove trovare le istruzioni per

- | | | |
|--|---|---|
| <input type="checkbox"/> Installare un inserto, pagina 369 | <input type="checkbox"/> Installare un inserto, pagina 369 | <input type="checkbox"/> Installare un inserto, pagina 369 |
| <input type="checkbox"/> Sostituire il dado del setto o la torretta di raffreddamento completa, pagina 368 | <input type="checkbox"/> Sostituire il dado del setto o la torretta di raffreddamento completa, pagina 368 | <input type="checkbox"/> Sostituire il dado del setto o la torretta di raffreddamento completa, pagina 368 |
| <input type="checkbox"/> Controllare le dimensioni dell'ago rispetto alla colonna, pagina 370 | <input type="checkbox"/> Eseguire l'iniezione manuale utilizzando un setto pieno e un ago in acciaio inossidabile, pagina 371 in alto | <input type="checkbox"/> Eseguire l'iniezione manuale utilizzando una torretta di raffreddamento, pagina 371 e sostituire un ago in silice fusa, pagina 380 |
| <input type="checkbox"/> 7683 Guida all'installazione del campionatore automatico per liquidi, n. di parte G2613-90107 | | |
| <input type="checkbox"/> 7683 Manuale d'uso n. di parte G2612-90117 | | |

**Figura 53 Accessori per l'iniezione on-column a freddo**

Dado del setto, iniezione manuale o automatica

1. Dado del setto (numero di parte 19245-80521) per colonne da 250- μm e 320- μm . Vedere il manuale del campionatore per le caratteristiche del supporto dell'ago
2. Dado del setto (numero di parte G1545-80520) per colonne da 530- μm .
3. Molla

Torretta di raffreddamento e setto duckbill, iniezione manuale

4. Torretta di raffreddamento completa (numero di parte 19320-80625)
5. Setto duckbill (numero di parte 19245-40050) per colonne da 200 μm e oltre

Per tutte le applicazioni:

6. Molla. Mantiene in posizione l'inserto.
7. Inserto. Guida l'ago nella colonna. Va scelto in base alla colonna e all'ago. Vedere la [Tabella 40](#) e la [Tabella 41](#).

Iniezione automatica o manuale con dado del setto

Scegliere un ago, un dado per il setto e un inserto in base al diametro interno della colonna. Per scegliere l'hardware adatto per l'iniezione, consultare la [Tabella 40](#). Se si esegue l'iniezione manuale con un setto duckbill vedere la [Tabella 41](#).

Dadi del setto

19245-80521



G1545-80520

Tabella 40. Iniezione automatica o manuale con ago in acciaio inox

Tipo di colonna e diametro interno	Ago n. di parte*	Dado del setto n. di parte	Inserto n. di parte
Silice fusa:			
530 µm d.i.	5182-0832**	G1545-80520	19245-20580 (senza anelli)
320 µm d.i.	5182-0831	19245-80521	19245-20525 (5 anelli)
250 µm d.i.	5182-0833	19245-80521	19245-20515 (6 anelli)
200 µm d.i.	Per l'uso con torretta di raffreddamento		19245-20510 (1 anello)
placcato in alluminio			
530 µm	5182-0832	G1545-80520	19245-20780 (4 anelli)
Capillare in vetro			
320 µm d.i.	5182-0831	19245-20670	19245-20550 (3 anelli)
250 µm d.i.	5182-0833	19245-20670	19245-20550 (3 anelli)

* Ordinare la siringa ad ago removibile, numero di parte 5182-0836. Se si esegue l'iniezione manuale va ordinato anche l'apposito accessorio per il pistone, numero di parte 5181-8866.

** Per eseguire l'iniezione in una colonna da 530 µ possono essere utilizzati molti altri aghi. Per ulteriori informazioni Consultare il catalogo Agilent per i prodotti di consumo e le forniture

Setti

Usare un setto pieno (5181-1261) per l'iniezione manuale oppure un setto preforato (5181-1260) per l'iniezione automatica.

Iniezione manuale con torretta di raffreddamento e setto duckbill

Per eseguire questo tipo di iniezione manualmente possono essere utilizzati aghi in silice fusa o in acciaio inossidabile intercambiabili. Per selezionare il giusto modello di inserto e siringa, consultare la [Tabella 41](#).

Tabella 41. Accessori per l'iniezione manuale: torretta di raffreddamento e setto duckbill

Tipo di colonna e diametro interno	Inserto (n. di parte)
Silice fusa	
530 µm	19245-20580 (senza anelli)
320 µm	19245-20525 (5 anelli)
250 µm	19245-20515 (6 anelli)
200 µm	19245-20510 (1 anello)
Placcata in alluminio, 530 µm	19245-20780 (4 anelli)
Capillare in vetro	19245-20550 (3 anelli)
Siringa e ago	
Per aghi in silice fusa	
Siringa con ago in silice fusa	9301-0658
Aghi di ricambio in silice fusa da 0,18 mm (6 pk)	19091-63000
Ferrula di ricambio in Teflon® per siringa	0100-1389
Per aghi di acciaio inox	
Siringa con ago removibile, 10 µL	5182-9633
Aghi di ricambio, 0,23 mm (confezione da 3)	5182-9645

Procedura: Sostituzione del dado del setto e della relativa sede o della torretta

Se occorre modificare l'inserto, fare riferimento alla sezione successiva.

[“Procedura: installazione di un inserto”](#)

1. Premere [Oven] e impostare il forno a 35°C. Quando la temperatura raggiunge il valore impostato spegnere il forno. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] a seconda che si utilizzi l'iniettore anteriore o posteriore e disattivare la temperatura e la pressione dell'iniettore.

ATTENZIONE Procedere con cautela! I raccordi dell'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

2. Localizzare il dado del setto o la torretta di raffreddamento situati sopra all'iniettore (vedere [Figura 53](#)). Se si usa una torretta di raffreddamento, afferrare i tre anelli e svitarli. Se si usa un dado per setto afferrare la zigrinatura e svitare.

In fondo all'iniettore si trova una piccola molla. Se questa rimane attaccata alla sede del setto reinserirla nella relativa sede nell'iniettore.

3. Se si usa un *dado del setto* togliere il setto vecchio con un paio di pinzette o con l'apposito estrattore. Installare un setto nuovo usando le pinzette. Premere il setto nella relativa sede assicurandosi che sia nella posizione corretta.

Se si utilizza una *torretta di raffreddamento* installare il setto duckbill nella base dell'iniettore, all'interno della molla.

4. Installare il dado del setto o la torretta di raffreddamento e serrare saldamente.
5. Prima di effettuare un'iniezione controllare l'allineamento dell'intera struttura.

Procedura: installazione di un inserto

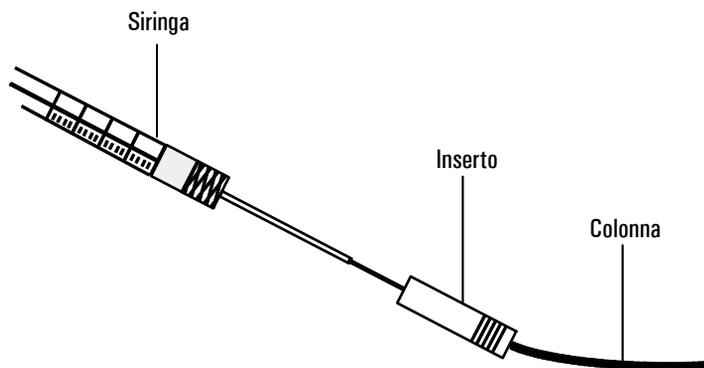
1. Scegliere un inserto. Vedere la [Tabella 40](#) o la [Tabella 41](#) per le istruzioni sulla scelta di un inserto.
2. Premere [Oven] e impostare il forno a 35°C. Quando la temperatura raggiunge il valore impostato spegnere il forno. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] a seconda che si utilizzi l'iniettore anteriore o posteriore e disattivare la temperatura e la pressione dell'iniettore.
3. Togliere la colonna, la ghiera della colonna e la ferrula.
4. A seconda del dispositivo in uso, smontare il dado del setto o la torretta di raffreddamento situate sopra all'iniettore. Se il setto rimane nel dado, non smontarlo a meno che non si intenda sostituirlo. Se necessario, sostituire il setto pieno o duckbill esistente con uno nuovo. Vedere le istruzioni [“Manutenzione dell'iniettore on-column a freddo”](#). Riporre il dado del setto o la torretta di raffreddamento.
5. Smontare la molla dall'iniettore e metterla da parte. Attenzione a non perderla o danneggiarla, perché ha la funzione di tenere in posizione il setto nuovo.
6. Togliere l'inserto dall'iniettore agganciandolo con filo metallico. Conservare l'inserto per eventuali usi futuri.
7. Inserire l'inserto nuovo nell'iniettore.
8. Ricollocare la molla sopra all'inserto.
9. Reinstallare il setto pieno nella relativa sede o il setto duckbill e la torretta di raffreddamento e serrare manualmente.
10. Reinstallare la colonna, la ghiera e la ferrula.

Procedura: controllo delle dimensioni dell'ago rispetto alla colonna**Precauzioni**

Si applica solo a colonne da 250 μm e 320 μm ,

Dopo aver selezionato un inserto e prima di installare la colonna è necessario controllare accuratamente le dimensioni dell'ago rispetto a quest'ultima, per assicurarsi che le due parti siano compatibili. Tentando di inserire l'ago in una colonna di diametro inferiore esiste infatti il rischio di piegarlo. Verificare quindi che la colonna che si intende usare sia delle giuste dimensioni usando un inserto adatto alle dimensioni dell'ago.

1. Identificare un inserto delle corrette dimensioni.
2. Inserire la colonna in una delle estremità dell'inserto come illustrato sotto.



3. Inserire l'ago della siringa attraverso l'altra estremità dell'inserto fino all'interno della colonna. Se l'ago fa fatica a entrare nella colonna capovolgere l'inserto e provare inserendo l'ago nell'altra estremità.

Se l'ingresso dell'ago nella colonna risulta ancora difficoltoso è probabile che quest'ultima non abbia il diametro interno adatto all'ago. Controllare che le dimensioni corrispondano a quelle riportate sull'etichetta e provare eventualmente con un'altra colonna.

Procedura: esecuzione dell'iniezione manuale con dado del setto

Prima di eseguire l'iniezione assicurarsi che il setto ed il dado installati siano del tipo adatto.

1. Immergere l'ago nel campione; spingere fino in fondo il pistone nella siringa per espellere l'aria presente nel cilindro e nell'ago.
2. Aspirare il campione nella siringa.
3. Estrarre l'ago dal campione e aspirare nella siringa ca. 1 µl di aria.
4. Se l'ago è bagnato, asciugarlo.
5. Inserire l'ago ben diritto nel dado del setto, forare il setto e affondare l'ago nell'ingresso fino all'arresto.
6. Dare inizio all'esecuzione premendo Start, spingere fino in fondo il pistone nella siringa *il più rapidamente possibile* ed infine estrarre l'ago dall'ingresso.

Queste fasi devono svolgersi in rapida successione, contenendo al minimo i tempi di attesa intermedi.

Procedura: per l'iniezione manuale con torretta di raffreddamento

Quando l'iniezione viene effettuata con aghi in silice fusa o con aghi removibili in acciaio inossidabile, assicurarsi che l'iniettore sia dotato di una torretta di raffreddamento e di un setto duckbill. La pressione iniziale deve essere impostata ad un valore inferiore a 30 psi. Pressioni più elevate rendono difficoltoso l'inserimento dell'ago.

1. Immergere l'ago nel campione; spingere fino in fondo il pistone nella siringa per espellere l'aria presente nel cilindro e nell'ago.
2. Aspirare il campione nella siringa. Lasciar trascorrere il tempo sufficiente perché i fluidi passino attraverso il diametro ristretto dell'ago.
3. Estrarre l'ago dal campione e aspirare nella siringa ca. 1 µl di aria.
Se l'ago è bagnato, asciugarlo.
4. Premere verso il basso la parte superiore della torretta di raffreddamento per aprire il setto duckbill.

ATTENZIONE La torretta di raffreddamento può essere molto calda!

5. Tenere premuta la torretta di raffreddamento e guidare l'ago fino a inserirlo completamente nell'iniettore. È probabile che nella tabella di controllo si possa notare una caduta del valore della pressione.

Se l'ago non entra fino in fondo, provare a ruotare la siringa e a ridurre leggermente la pressione esercitata sulla torretta di raffreddamento.

Se rimane difficile inserire l'ago, l'apertura del setto duckbill potrebbe essere otturata. Provare a togliere il setto, aprirlo manualmente e reinstallarlo.

6. Una volta che l'ago è entrato nella colonna, rilasciare la torretta. Attendere 1-2 secondi che la pressione di ritorno agente sul setto duckbill faccia aderire perfettamente quest'ultimo intorno all'ago.
7. Avviare il gascromatografo premendo Start, affondare il pistone nella siringa il più rapidamente possibile e infine estrarre l'ago dall'iniettore.

Precolonne

Poiché il campione viene iniettato direttamente nella colonna si consiglia di proteggere quest'ultima con una precolonna. Una precolonna è una colonna vuota che viene installata tra l'iniettore e la colonna. Si consiglia di installare almeno un 1 m di precolonna per ogni μl di campione iniettato. Le informazioni per ordinare una precolonna sono contenute nel catalogo Agilent per i prodotti di consumo e le forniture.

Se è montata una precolonna e si opera in modalità *Column defined*, la lunghezza della precolonna può influire sui calcoli del flusso e della velocità in colonna. Se la precolonna ha lo stesso diametro interno della colonna, è opportuno sommare la lunghezza delle due parti prima di inserire il valore nella tabella di controllo *Configure Column*. Se invece il diametro interno della precolonna è maggiore di quello della colonna, questa operazione di calcolo non è strettamente necessaria.

Temperatura dell'iniettore

Funzione CryoBlast (opzionale)

La funzione CryoBlast riduce il tempo di attesa tra le singole analisi. Se si lavora con una valvola criogenica CO_2 o N_2 e il dispositivo CryoBlast, è possibile raffreddare l'iniettore a -37°C nelle modalità "track oven" o di programmazione della temperatura.

Modalità Track oven

Nella modalità *Track oven* la temperatura dell'iniettore viene mantenuta 3°C al di sopra di quella del forno per tutta la durata del programma. Non è pertanto previsto l'inserimento di un valore di temperatura. Se si utilizza il CryoBlast, l'iniettore terrà traccia delle temperature del forno fino a -40°C ; senza CryoBlast il limite inferiore viene impostato in base alla temperatura dell'ambiente.

Modalità Ramped temp (temperatura programmata)

Questa modalità consente di inserire nella tabella di controllo dell'iniettore fino a tre gradienti di temperatura. In questo modo l'iniettore e il forno funzionano in maniera indipendente. È la modalità di funzionamento consigliata al di sotto dei -20°C .

A temperature del forno così basse, la temperatura dell'iniettore dovrebbe essere maggiore di almeno 20°C rispetto alla temperatura del forno. Questo valore è più che adeguato per il solvente.

A temperature superiori a quella ambiente, per consentire un corretto controllo della temperatura dell'iniettore questo deve sempre essere almeno 3°C più caldo del forno.

Il programma di temperatura del forno è quello che controlla l'analisi.

Se è più lungo del programma di temperatura dell'iniettore, questo manterrà la sua temperatura finale fino al termine del programma del forno (e dell'analisi).

Considerazioni sul raffreddamento criogenico

Quando si opera in modalità Track oven e il forno è dotato di sistema criogenico, tutti gli altri iniettori devono essere disattivati oppure in modalità Track oven.

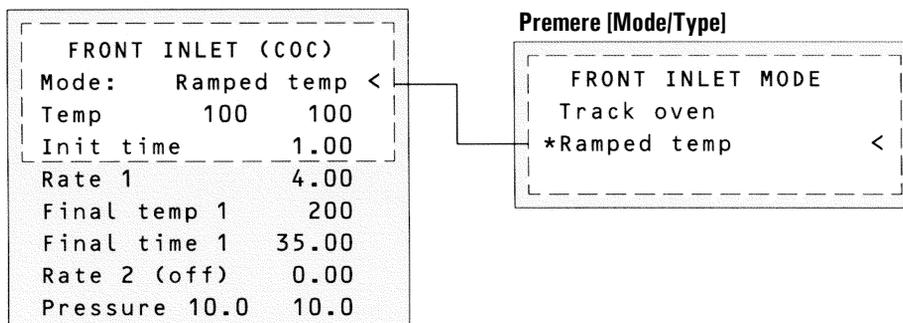
Intervalli di regolazione

La tabella sottostante contiene gli intervalli di regolazione ammessi per l'impostazione dei parametri dell'iniettore.

temperatura	Intervallo di valori consentiti
Track oven	3°C maggiore rispetto alla temperatura del forno fino a un massimo di 450°C . Se si possiede CryoBlast, l'iniettore può mantenere temperature inferiori a -40°C , sebbene le impostazioni consentite per il forno siano di -60°C per CO_2 e -80°C per N_2
Incremento programmato <i>senza</i> funzione CryoBlast	Da 24°C a 450°C
Incremento programmato <i>con</i> funzione CryoBlast	Da -40°C a 450°C

Procedura: programmazione della temperatura

1. Premere anteriore [Front Inlet] o posteriore [Back Inlet].
2. Premere [Mode/Type] e selezionare Ramped temp.

Modalità Ramped temp

3. Inserire un valore nel campo Temperature. Questa è la temperatura di partenza.
4. Inserire un valore nel campo Init time. Questo valore rappresenta il tempo per il quale l'iniettore manterrà la temperatura iniziale a partire dall'inizio dell'analisi.
5. Inserire un valore nel campo Rate. Questo valore rappresenta la velocità alla quale l'iniettore verrà scaldato o raffreddato. Inserendo 0 nel campo Rate si elimina la possibilità di programmare ulteriori gradienti.
6. Inserire un valore nel campo Final temp. Questo valore indica la temperatura dell'iniettore al termine del primo gradiente.
7. Inserire un valore nel campo Final time. Questo valore rappresenta il numero di minuti per i quali l'iniettore mantiene la temperatura finale inserita nel campo Final temp.
8. Per programmare un secondo (o terzo) gradiente di temperatura far scorrere il cursore fino a visualizzare la corrispondente riga Rate e ripetere le fasi da 5 a 7.

Procedura: esecuzione dell'iniezione on-column a freddo

Verificare che siano installati una colonna e un inserto adatti e un setto pieno con relativa sede o una torretta di raffreddamento. Assicurarsi di aver scelto un ago di diametro adatto alle dimensioni della colonna.

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).

La pressione può essere impostata sia dalla tabella di controllo della colonna sia da quella dell'iniettore. Sia nella modalità Constant flow (flusso costante) sia nella modalità Ramped flow (incremento programmato del flusso) la pressione sarà determinata dalle esigenze in fatto di flusso.

La soluzione più pratica consiste nell'impostare solo il flusso.

Modalità Track oven

FRONT INLET (COC)		
Mode:	Track oven	
Temp	24	Off
Pressure	10.0	10.0

Modalità Ramped temp

FRONT INLET (COC)		
Mode:	Ramped temp	
Temp	100	100
Init time	1.00	
Rate 1	4.00	
Final temp 1	200	
Final time 1	35.00	
Rate 2 (off)	0.00	
Pressure	10.0	10.0

2. Premere [Front Inlet] se si utilizza l'iniettore anteriore o [Back Inlet] se si utilizza quello posteriore.
 - a. Selezionare la modalità desiderata per il controllo della temperatura: Track oven o Ramped temp.
 - b. Per la modalità Ramped temp inserire i valori dei gradienti di temperatura (pagina [375](#)). Per la modalità Track oven non va impostato alcun valore.
3. Iniettare il campione.

Manutenzione dell'iniettore on-column a freddo

La manutenzione dell'iniettore on-column a freddo prevede la sostituzione dei setti, la pulizia dei componenti dell'iniettore, l'esecuzione delle prove di tenuta e l'eliminazione delle eventuali perdite.

Gli accessori montati dall'iniettore on-column a freddo sono diversi a seconda che l'iniezione venga effettuata manualmente o automaticamente e la loro scelta dipende dal tipo di ago usato e dalle dimensioni della colonna.

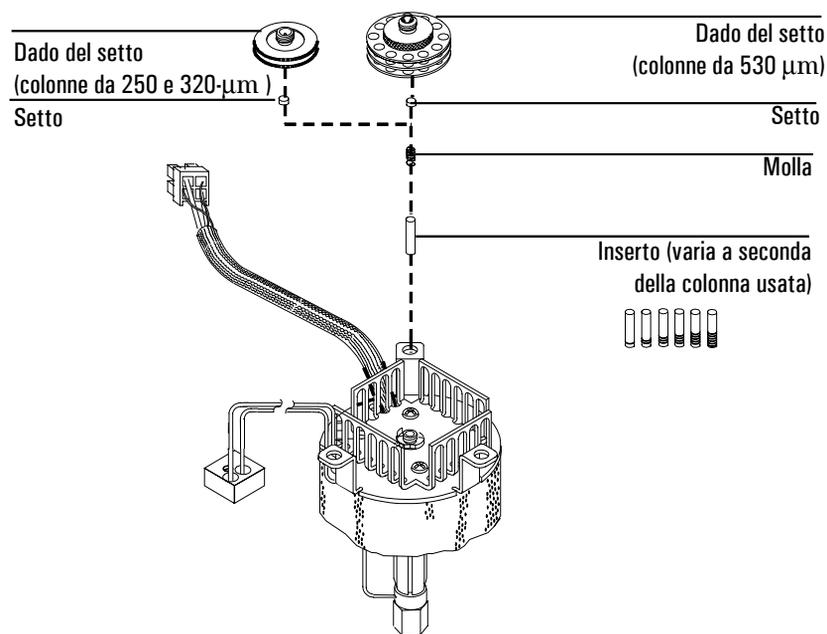


Figura 54 Iniettore on-column a freddo per l'iniezione automatica

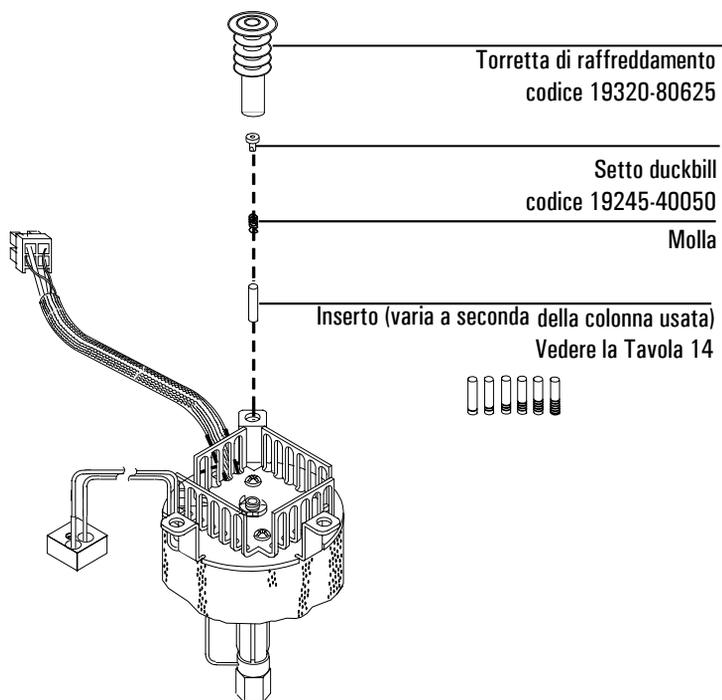


Figura 55 Iniettore on-column a freddo per sistemi di iniezione manuale

Problemi di funzionamento degli iniettori on-column

Problemi di raffreddamento dell'iniettore

- L'iniettore si raffredda molto lentamente. La ventola dell'iniettore non funziona o gira nella direzione sbagliata. Se non funziona rivolgersi al servizio di assistenza tecnica Agilent.

L'iniettore non raggiunge la temperatura impostata

- Controllare il tempo di stabilizzazione della temperatura. Se è stato impostato un tempo troppo breve, la temperatura può oscillare. Aumentare il valore impostato nel campo Equilib Time.
- Controllare che il raffreddamento criogenico non sia inserito. Il forno e l'iniettore devono essere spenti dopo l'uso, in caso contrario potrebbero non riuscire a raggiungere le temperature impostate, specialmente per valori vicini alla temperatura ambiente. Se l'iniettore non raggiunge la temperatura impostata nemmeno a raffreddamento criogenico disattivato rivolgersi all'assistenza Agilent.

L'ago della siringa si piega durante l'iniezione

- L'ago poteva essere difettoso già prima dell'iniezione. Prima dell'iniezione controllare sempre la siringa per assicurarsi che l'ago sia dritto.
- Controllare che il dispositivo di supporto dell'ago sia installato correttamente.
- Controllare che sia stato scelto il tipo di inserto adatto e che sia stato installato correttamente.
- Controllare l'allineamento del setto e della relativa sede.
- Il foro del setto può essersi otturato. Sostituire il setto.

Se viene utilizzato un campionatore automatico (ALS):

per maggiori informazioni vedere il manuale del campionatore.

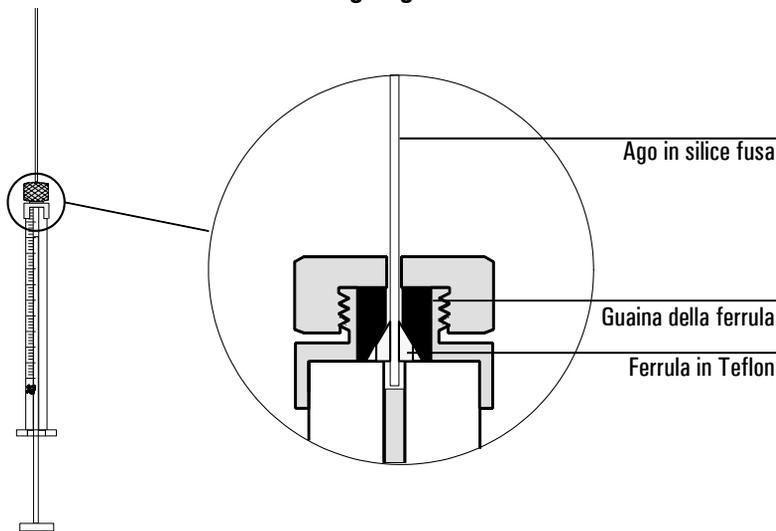
- I tappi delle fiale possono essere stati stretti eccessivamente.
- Controllare la guida dell'ago e verificare che non presenti segni di usura e che non sia danneggiata.
- Sostituire la guida se necessario. Controllare l'allineamento del campionatore automatico rispetto all'iniettore.

Procedura: sostituzione degli aghi in silice fusa

1. Tenendo la siringa in verticale, inserire l'ago in silice fusa finché risulta visibile *all'interno* del corpo della siringa. Se non si riesce a introdurre l'ago fin dentro al corpo della siringa, la ferrula in Teflon (numero di parte 0100-1389) potrebbe essere bloccata. Sostituire eventualmente la ferrula. Spingere il pistone fino in fondo. L'ago verrà lavato con l'estremità dello stantuffo
2. Una volta inserito l'ago serrare *bene* la ghiera manualmente. Tirare delicatamente l'ago per assicurarsi che la ferrula in Teflon abbia aderito perfettamente all'ago. Se necessario, serrare ulteriormente la ghiera.
3. Allentare la ghiera di quanto necessario per liberare nuovamente l'ago. Spingere lentamente il pistone portando l'ago fino in fondo al cilindro, poi serrare *bene* la ghiera con le dita.
4. Con un solvente sciacquare la siringa e controllare che non vi siano perdite o ostruzioni.
5. Le perdite (evidenziate dall'incapacità di eliminare le bolle d'aria) *possono* essere eliminate serrando ulteriormente la ghiera. In caso di ostruzioni (o di perdite gravi) è invece necessario ripetere l'intera procedura.

Col tempo la ferrula di Teflon può perdere la capacità di tenuta. In tal caso, provare dapprima a serrare meglio la ghiera di bloccaggio. Se la perdita rimane, installare una ferrula di Teflon e un ago nuovi.

Quando la siringa non viene utilizzata, allentare la ghiera per aumentare la durata della guarnizione.

Procedura: installazione degli aghi in silice fusa

Se gli aghi di ricambio vengono ricavati direttamente da una colonna in silice fusa

1. La colonna utilizzata per preparare gli aghi deve avere un diametro esterno *più piccolo* sia del diametro interno dell'iniettore on-column (0,23 mm) sia del diametro interno della colonna installata.
2. Il tratto di colonna usato deve essere accuratamente lavato per eliminare eventuali residui di fase stazionaria attiva.
3. Incidere la colonna a circa 1 cm dall'estremità. Spezzare questo breve tratto terminale e gettarlo. Poi incidere e spezzarne un tratto di 115 ± 5 mm da usare come ago per la siringa.

Sostituzione dei setti

La presenza di perdite in corrispondenza del setto dà sempre origine a fenomeni piuttosto visibili quali lo spostamento dei tempi di ritenzione, una perdita di risposta e/o una caduta di pressione in testa alla colonna. Inoltre aumenta il disturbo del segnale del rivelatore.

La durata dei setti è determinata dalla frequenza di iniezione e dalla qualità dell'ago. Gli aghi spuntati o che presentano sbavature o imperfezioni riducono la durata del setto. Quando lo strumento viene usato regolarmente si consiglia di sostituire il setto ogni giorno

Il tipo di setto usati dipende dalle esigenze cromatografiche. I setti possono essere ordinati direttamente da Agilent Technologies; per ordinare le parti consultare il catalogo Agilent per i prodotti di consumo e le forniture.

Precauzioni La procedura da seguire per la sostituzione del setto differisce a seconda che l'iniettore on-column a freddo monti una torretta di raffreddamento con setto duckbill o un setto normale con relativo dado. Assicurarsi che la procedura seguita sia quella corretta per il tipo di iniettore in uso!

Tabella 42 Setti consigliati per l'iniettore on-column a freddo

Descrizione	N. di parte
Setto pieno per iniezione manuale e automatica (50 pk)	5181-1261
Setto perforato per iniezione automatica (confezione da 25)	5181-1260
Setto pieno, spurgo e temperatura ottimizzati (50 pk)	5182-0745
Setto duckbill solo per l'iniezione manuale (con il duckbill è necessario usare la torretta di raffreddamento) (confezione da 10)	19245-40050

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

Precauzioni Durante la sostituzione del setto il flusso in colonna viene interrotto; poiché in mancanza del flusso di gas di trasporto a temperature elevate esiste il rischio di danneggiare le colonne; prima di procedere, raffreddare il forno alla temperatura ambiente.

Procedura: modifica dei setti

Materiale necessario:

- Nuovo setto, vedere [Tabella 42](#) per i numeri di codice
- Pinze (o pinzette)
- Filo metallico sottile (diametro 0,2 poll.) per togliere il setto dall'iniettore

1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.

- Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
- raffreddare il forno a temperatura ambiente e poi spegnerlo;
- raffreddare l'iniettore a temperatura ambiente e poi spegnerlo.

A seconda del tipo di analisi e della tecnica di iniezione utilizzata, l'iniettore monterà una delle seguenti parti.

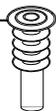
Dado per setto per iniezioni
e 320 μm Colonne



Dado del setto per iniezioni
in colonne da 530- μm



Torretta di raffreddamento
(solo per iniezioni manuali)



2. Se è installata una torretta di raffreddamento

Smontare la torretta completamente ruotandola in senso antiorario. Sotto di essa, all'interno della molla, si trova il setto duckbill. Quando viene sollevata la torretta, può accadere che la molla e il setto vengano espulsi dall'iniettore. Attenzione a non perderli. Se non fuoriescono spontaneamente estrarli aiutandosi con un sottile filo metallico.

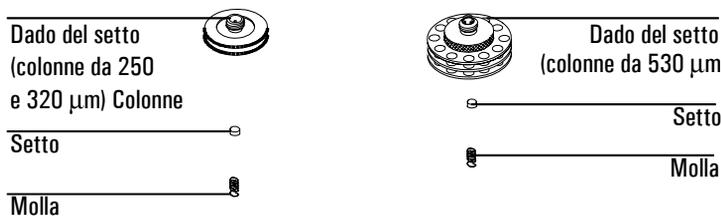


Inserire il setto duckbill nella molla e collocarlo nell' iniettore. Ricollegare il dispositivo della torretta di raffreddamento. Stringerlo bene.

3. Se è stato installato un dado per setto

togliere il dado del setto afferrando la zigrinatura e girando in senso antiorario.

Probabilmente il setto sarà attaccato al dado. Anche la molla potrebbe fuoriuscire bruscamente quando il dado viene tolto. Attenzione a non perderla. Se il setto non è attaccato, potrebbe essere necessario usare pinzette per afferrarlo e toglierlo.



Assicurarsi che la molla si trovi all'interno dell'iniettore. Usare le pinzette per posizionare il setto nuovo sul fondo del dado, quindi riavvitare il dado del setto all'iniettore. Stringere bene il dado.

4. Ripristinare le normali condizioni di funzionamento del gascromatografo.

Procedura: pulizia dell'iniettore

Le particelle di sporco e di polvere contenute nell'aria che si depositano sulla torretta di raffreddamento e sul dado del setto possono entrare nell'iniettore e, attraverso l'ago, nella colonna, con il passaggio dell'ago alterando i risultati dell'analisi cromatografica. Per pulire la guida dell'ago, la molla e l'inserto procedere nel modo seguente. Procedere con cautela!

Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi.

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

Materiale necessario:

- Chiave da 9/16 di pollice
- Filo metallico sottile (0,02 pollici di diametro) o un piccolo tratto di colonna capillare (250 μ di diametro) per togliere la molla e l'inserto
- Vaschetta a ultrasuoni con detergente a base acquosa
- Acqua distillata
- Metanolo
- Aria compressa filtrata e anidra o azoto

1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.

- Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
- Raffreddare il forno e l'iniettore a temperatura ambiente e poi spegnerli.
- Scollegare alla fonte tutti i flussi di alimentazione dell'iniettore.
- Spegnerne il gascromatografo ed estrarre la spina.
- Smontare la colonna. Vedere ["Procedura: montaggio della colonna capillare nell'ingresso split/splitless"](#).

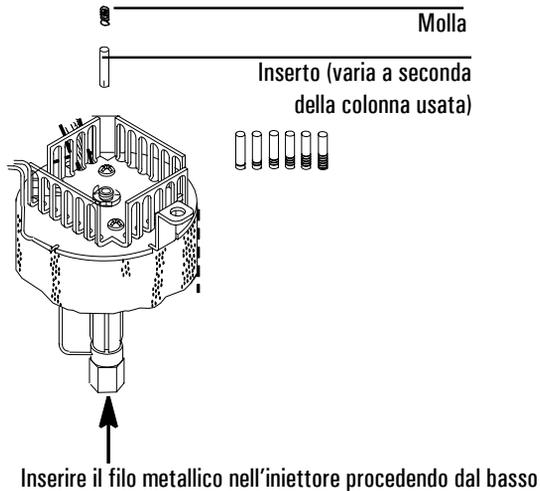
2. Se è installata una torretta di raffreddamento.
 Smontare la torretta completamente ruotandola in senso antiorario. Sotto di essa, all'interno della molla, si trova il setto duckbill. Quando viene sollevata la torretta, può accadere che la molla e il setto vengano espulsi dall'iniettore. Attenzione a non perderli. Se non fuoriescono spontaneamente estrarli aiutandosi con un sottile filo metallico.



3. Se è stato installato un dado per setto.
 Togliere il dado del setto afferrando la zigrinatura e girando in senso antiorario. Probabilmente il setto sarà attaccato al dado. Anche la molla potrebbe fuoriuscire bruscamente quando il dado viene tolto. Attenzione a non perderla.



4. Inserire il filo metallico (o un piccolo tratto di colonna capillare) all'interno dell'iniettore e attraverso il forno quindi spingere fuori l'inserto e la molla (se non sono usciti prima) dalla parte superiore dell'iniettore.



5. Procedura per la pulizia
- Riempire la vaschetta a ultrasuoni con detergente a base acquosa e collocarvi la molla e l'inserto. Pulire per 1 minuto.
 - Eliminare il detergente e riempire la vaschetta con acqua distillata. Pulire per 1 minuto.
 - Estrarre le parti dal bagno e sciacquarle accuratamente con acqua e metanolo.
 - Asciugare le parti con un getto di aria compressa o azoto.
6. Reinstallare l'inserto. Se si utilizza un setto pieno con relativa sede, inserire la molla e l'inserto con la molla in alto.
7. Inserire un setto nuovo alla base del dado del setto. Se è montata una torretta di raffreddamento inserire un nuovo setto duckbill nella molla e collocare entrambi nell'iniettore.
8. Montare la sede del setto o la torretta di raffreddamento e serrare manualmente. Reinstallare la colonna e ripristinare le normali condizioni operative dello strumento.

Procedura: esecuzione delle prove di tenuta del circuito del gas

La presenza di perdite nel sistema di circolazione del gas può influenzare sostanzialmente i risultati cromatografici. Con la seguente procedura viene controllato il sistema del flusso fino al collettore (ovvero la parte pneumatica posta fisicamente in corrispondenza dell'iniettore) escluso. Se questa parte del sistema si dimostra priva di perdite, passare alla procedura successiva per controllare l'iniettore e il collettore.

È consigliato l'uso di rivelatori di perdite che utilizzano liquidi, soprattutto nelle applicazioni che richiedono la massima pulizia.

Nel caso in cui le prove di tenuta vengano effettuate con un fluido, sciacquare immediatamente lo strumento per eliminare i residui di sapone.

ATTENZIONE Per evitare qualsiasi rischio di scossa elettrica, quando per le prove di tenuta si utilizza un fluido, spegnere il gascromatografo e staccare il cavo di alimentazione. Prestare attenzione a non far cadere gocce di soluzione sui cavi elettrici, soprattutto quelli dell'elemento riscaldante del rivelatore.

Materiale necessario:

- Un rivelatore di perdite elettronico in grado di rivelare il tipo di gas in uso oppure fluido di rivelazione. Se si utilizza un fluido di rivelazione, una volta terminato il test eliminare i residui.
 - Due chiavi da 7/16 di pollice
1. Con il rivelatore di perdite scelto controllare tutti i punti di raccordo.
 2. Eliminare le perdite serrando meglio i raccordi. Eseguire di nuovo il test dei raccordi; continuare a serrare finché sono eliminate tutte le perdite dai raccordi.
 3. Chiudere l'uscita dello spurgo del setto con un tappo SWAGELOK da 1/8".

Procedura: esecuzione delle prove di tenuta dell'iniettore on-column a freddo

I punti all'interno di un sistema di iniezione nei quali possono verificarsi delle perdite sono diversi. Questa procedura permette di determinare, in generale, se nell'iniettore è presente una perdita di dimensioni eccessive.

Se nell'iniettore sono presenti perdite, utilizzare un rivelatore elettronico per individuare il componente che perde.

Materiale necessario:

- Ferrula cieca
- Chiave da 1/4 di pollice
- Guanti (se l'iniettore è caldo)

1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
 - Raffreddare il forno a temperatura ambiente e poi spegnerlo.
 - Quando il forno è freddo, togliere pressione all'iniettore.
 - Smontare la colonna, se installata, e chiudere il raccordo con il relativo dado preparato con una ferrula cieca.
 - Togliere il setto vecchio e sostituirlo con uno nuovo. Per le istruzioni vedere pagina [383](#).
 - Assicurarsi che la pressione del sistema di erogazione del gas di trasporto sia di almeno 35 psi.
2. Chiudere l'uscita dello spurgo del setto con un tappo SWAGELOK da 1/8".
3. Premere [Oven] per aprire la tabella di controllo. Impostare la temperatura del forno sui valori normalmente in uso.

4. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet]) e:

Impostare la normale temperatura d'esercizio dell'iniettore.

Impostare la temperatura sui valori normali. Inserire un valore di pressione di almeno 25 psi o, se superiore, quello normalmente usato. Assicurarsi che la pressione alla fonte superi di almeno 10 psi la pressione dell'iniettore. Se non riesce a raggiungere il valore impostato in significa che esiste una grossa perdita o la pressione del gas è troppo bassa.

5. Attendere qualche minuto che il gascromatografo si stabilizzi dopo aver raggiunto la pressione desiderata. Durante la fase di stabilizzazione è possibile che la pressione superi di poco il valore impostato.
6. Togliere pressione. Poiché la colonna è chiusa, la pressione dovrebbe rimanere piuttosto costante.
7. Monitorare la pressione per 10 minuti.
 - Una caduta di pressione di 1,0 psig (0,1 psi/min) o inferiore è da considerarsi accettabile.

Se la caduta di pressione è molto superiore a 1,0 psig, consultare la sezione successiva "[Procedura: eliminazione delle perdite](#)".

Procedura: eliminazione delle perdite

Materiale necessario:

- Rivelatore di perdite elettronico
 - Chiave da 1/4 di pollice
1. Con il rivelatore di perdite elettronico controllare tutte le zone dell'iniettore potenzialmente fonte di perdite. Sono punti potenzialmente a rischio:
 - il punto di innesto della colonna,
 - il dado del setto, se presente,
 - la torretta di raffreddamento, se presente.

2. Se necessario, stringere i raccordi allentati con una chiave in modo da eliminare le perdite. Eventualmente ripetere la prova di tenuta.
3. Se ora la caduta di pressione è inferiore a 0,03 psi/min, il sistema può essere considerato a tenuta.

Se la pressione scende più rapidamente, cercare le altre perdite e ripetere il test della pressione. Se tutti i raccordi risultano in ordine ma l'iniettore continua a perdere troppa pressione, può essere necessario sostituire il collettore. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

17 Iniettore a temperatura di vaporizzazione programmata

Presentazione del PTV Agilent

Modalità di funzionamento

Requisiti del sistema

Componenti del sistema

testa di campionamento

Riscaldamento dell'iniettore

Impiego diversificato dei gradienti di temperatura

Raffreddamento dell'iniettore

Configurazione del PTV

Disattivazione di emergenza

Utilizzo delle modalità split

Percorso del flusso

Considerazioni sulla temperatura

Introduzione del campione in modalità split a freddo

Introduzione del campione in modalità split a caldo

Parametri della tabella di controllo - Modalità split

Procedura: utilizzo della modalità split con colonna definita

Procedura: utilizzo della modalità split con colonna non definita

Modalità a pressione pulsata

Parametri della tabella di controllo -

Modalità split pulsato

Procedura: utilizzo della modalità split pulsato con colonna definita

Procedura: utilizzo della modalità di split pulsato con colonna non definita

Utilizzo delle modalità splitless

Percorsi del flusso

Considerazioni sulla temperatura

Introduzione del campione in modalità splitless a freddo

Introduzione del campione in modalità splitless a caldo

Parametri della tabella di controllo - Modalità splitless

Valori di partenza

Procedura: utilizzo della modalità splitless con colonna definita

Procedura: utilizzo della modalità splitless con colonna non definita

Funzionamento in modalità splitless pulsato

Parametri della tabella di controllo -
funzionamento in splitless
pulsato

Procedura: utilizzo della modalità
splitless pulsato con colonna
definita

Procedura: utilizzo della modalità
splitless pulsato con colonna
non definita

Utilizzo della modalità di ventilazione del solvente

Percorsi del flusso

**Considerazioni sulla temperatura,
la pressione e il flusso**

Sequenza di funzionamento

Schema dei tempi

Quando ha inizio l'analisi?

Parametri della tabella di controllo - Modalità ventilazione del solvente

Procedura: utilizzo della modalità
ventilazione del solvente
con colonna definita

Procedura: utilizzo della modalità
ventilazione del solvente
con colonna
non definita

Iniezione di grandi volumi di campione

Requisiti della ChemStation
Valori calcolati
Possibilità di regolazione

Manutenzione di un iniettore PTV

Adattatori per iniettore

Procedura: sostituzione
dell'adattatore dell'iniettore

Procedura: installazione
della colonna

Iniettori senza setto

Procedura: smontaggio
dell'iniettore senza setto

Procedura: pulizia degli iniettori
senza setto

Procedura: sostituzione
della ferrula in Teflon

Iniettori con setto

Procedura: smontaggio
dell'iniettore con setto

Procedura: sostituzione del setto

Inserti in vetro

Procedura: sostituzione
degli inserti

Sostituzione del filtro della trappola
dello scarico di splittaggio

Procedura: prova di tenuta
dell'impianto del gas

Procedura: prova di tenuta
dell'iniettore PTV

Eliminazione delle perdite

Potenziati punti di perdita

Prodotti soggetti a consumo e parti di ricambio

Iniettore a temperatura di vaporizzazione programmata

Presentazione del PTV Agilent

Modalità di funzionamento

L'iniettore PTV (Programmed Temperature Vaporization) Agilent offre cinque modalità di funzionamento:

- La *modalità split* viene usata per l'analisi dei campioni più diffusi.
- La *modalità split pulsato* è simile alla modalità split con la differenza che, durante l'introduzione del campione viene applicato all'ingresso un impulso di pressione per accelerare il trasferimento del materiale alla colonna.
- La *modalità splitless* viene utilizzata per l'analisi di tracce.
- La *modalità splitless pulsato* prevede un impulso di pressione durante l'introduzione splitless del campione.
- La *modalità a ventilazione del solvente* viene utilizzata per l'iniezione di elevati volumi di campione. Ogni analisi può essere costituita da un'iniezione singola o da una serie di più iniezioni successive.

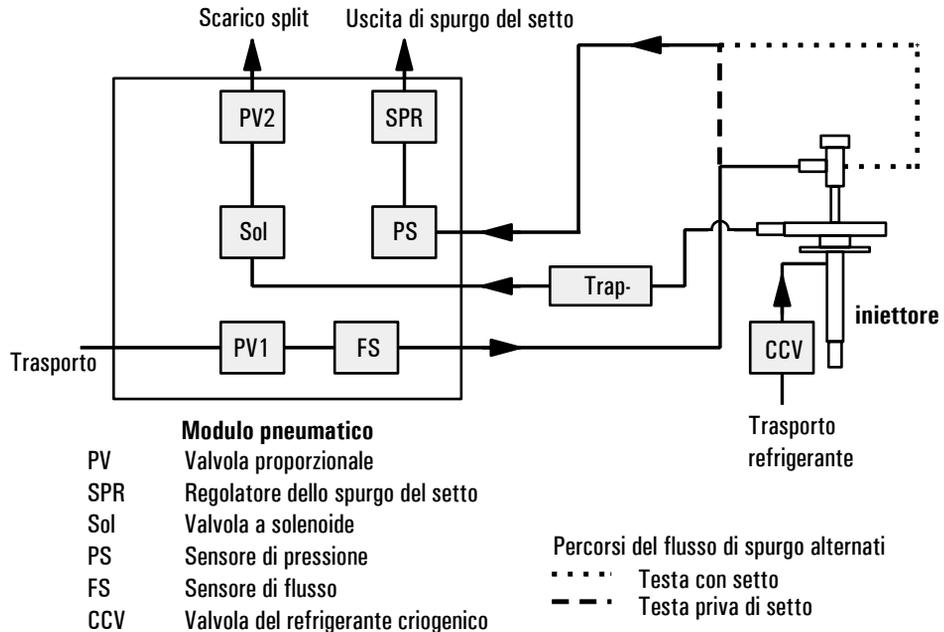
Requisiti del sistema

L'ingresso PTV consente sia l'iniezione manuale sia l'iniezione automatica.

Per iniezioni multiple automatiche (iniezione di volumi elevati), è richiesta una ChemStation Agilent per GC o MSD. Questa funzione non è disponibile con il solo controllo del modello 6890. Vedere [“Utilizzo della modalità di ventilazione del solvente”](#).

Componenti del sistema

1. Modulo pneumatico, situato in alto, sul retro del gascromatografo.
2. Corpo dell'iniettore PTV, sempre montato sull'iniettore anteriore.
3. Trappola, installata nella linea dello split e situata sulla parte posteriore del cromatografo, in alto, a sinistra della linea di alimentazione del sistema pneumatico.
4. Valvola di controllo del refrigerante. Per l'azoto liquido, questa valvola si trova nella parete esterna di sinistra del forno. Per l'anidride carbonica liquida, è situata nel dispositivo pneumatico di trasporto. Queste valvole *non* sono intercambiabili, se si cambia refrigerante devono essere sostituite anche tutte le linee del sistema di refrigerazione comprese la valvola e la guaina dell'ingresso.
5. Scheda di conversione della termocoppia. Converte i valori letti dalla termocoppia nell'iniettore per l'uso da parte del gascromatografo. Si trova accanto alla trappola.



**Figura 56 Componenti del sistema PTV
testa di campionamento**

Il PTV è disponibile in due versioni: con setto e senza setto.

- Nell'iniettore con setto il sistema di iniezione viene isolato al passaggio della siringa da un setto normale o da un setto Merlin™. Un flusso di gas lambisce dall'interno il setto ed esce attraverso la valvola di spurgo del setto sul modulo pneumatico. L'iniezione può essere svolta sia automaticamente sia manualmente.

Precauzioni

Con temperature dell'iniettore inferiori a 40°C, la microguarnizione Merlin potrebbe non fornire una tenuta adeguata; si consiglia di utilizzare un setto normale.

- Nell'iniettore senza setto il sistema di iniezione viene isolato al passaggio della siringa da una valvola di ritenuta. L'iniezione può essere svolta sia automaticamente sia manualmente.

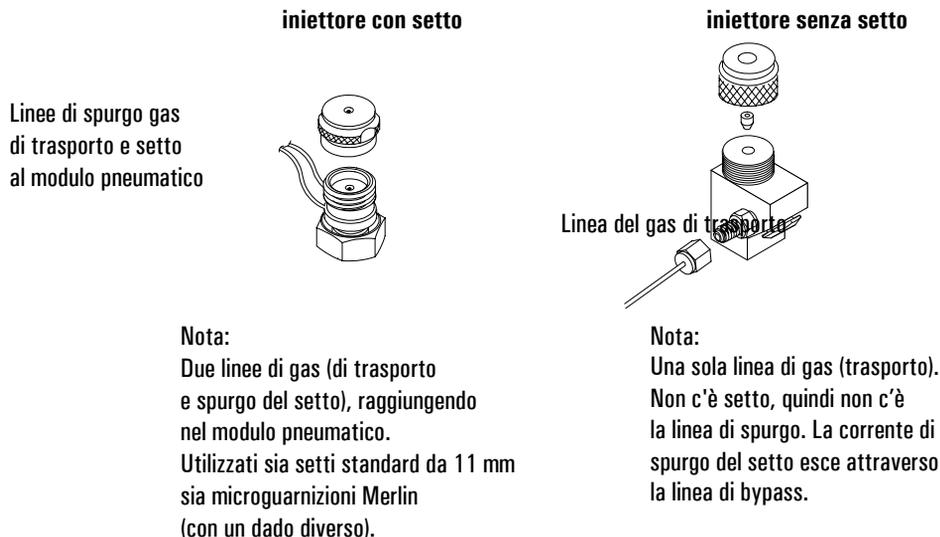


Figura 57 Teste di campionamento

Il diagramma di flusso nel resto del volume riporta la testa con setto in posizione ed un disegno separato per l'impianto del gas relativo alla testa senza setto.

Riscaldamento dell'iniettore

I parametri di controllo che consentono la programmazione della temperatura del PTV sono gli stessi usati per il forno ma sono disponibili premendo [Front Inlet]. La temperatura può essere programmata impostando un valore iniziale seguito da un massimo di 3 incrementi (o "gradienti"). Possono essere selezionate velocità di escursione termica comprese tra 0,1 e 720°C/min. Vedere ["Configurazione del forno"](#) per ulteriori informazioni.

Precauzioni

Se la temperatura iniziale dell'iniettore e la temperatura iniziale del forno sono troppo vicine, l'iniettore può non essere in grado di mantenere il valore impostato. Si consiglia una differenza di almeno 6°C, in più o in meno.

Impiego diversificato dei gradienti di temperatura

Il PTV è progettato per trattenere il campione nell'iniettore fino al termine dell'iniezione di tutto il campione, che può eventualmente avvenire a più riprese. Poi il PTV viene scaldato rapidamente, per trasferire il campione in colonna. Per questa operazione può essere sufficiente impostare un tempo di mantenimento iniziale, un gradiente di temperatura e un periodo di mantenimento finale per consentire il completo trasferimento del campione.

Gli altri due gradienti disponibili possono quindi essere destinati a usi diversi.

- L'iniettore può essere riscaldato ad una temperatura molto elevata per pulire termicamente l'inserito per l'analisi successiva.
- L'iniettore può essere raffreddato. E' sufficiente impostare la temperatura finale su un valore inferiore alla temperatura iniziale, al fine di ridurre la sollecitazione termica dell'iniettore.
- Il raffreddamento programmato può essere sfruttato per preparare l'iniettore per l'analisi successiva. Ciò può contribuire a ridurre i tempi di lavorazione con conseguente aumento della produttività.

Raffreddamento dell'iniettore

Il campione può essere iniettato nella camera calda o fredda. La temperatura iniziale della camera può essere ridotta a -60°C (con raffreddamento a CO_2) oppure a -160°C (con raffreddamento tramite N_2 liquido).

Precauzioni

Se la temperatura iniziale dell'iniettore e la temperatura iniziale del forno sono troppo vicine, l'iniettore può non essere in grado di mantenere il valore impostato. Si consiglia una differenza di almeno 6°C , in più o in meno.

Il GC 6890 supporta un solo tipo di refrigerante per volta.

Una volta selezionato un refrigerante per qualsiasi dispositivo criogenico, lo stesso deve essere utilizzato per tutti i dispositivi dello stesso tipo, compreso il forno della colonna.

Dato che il GC è in grado di rilevare quale refrigerante viene usato dal forno, se si installa un dispositivo di raffreddamento, quel refrigerante dovrà essere quello utilizzato da tutti gli altri dispositivi di raffreddamento.

Configurazione del PTV

Per configurare il PTV, premere [Config] [Front Inlet]. Se l'iniettore non è ancora stato configurato viene visualizzata questa finestra.

1. Scorrere fino a Cryo type

```

CONFIG FRONT INLET
Gas type           He
Cryo type          None <
  
```

2. Premere [Config][Front Inlet]

3. Premere [Mode/Type]

```

INLET CRYO TYPE
*None
N2 cryo
CO2 cryo <
  
```

4. Scorrere fino al refrigerante usato e premere [Enter]

Se è installato il raffreddamento del forno la scelta è obbligata e limitata al refrigerante utilizzato per il forno (oppure nessuno: None) . Se non è installato il raffreddamento del forno, è necessario specificare il refrigerante usando la procedura illustrata in figura.

Selezionando qualsiasi opzione diversa da None, viene visualizzata una serie

CONFIG FRONT INLET	
Gas type	He
Cryo type	N2
Cryo	Off
Use cryo temp	25
Cryo timeout	30
Cryo fault	On

di altri parametri. Cryo [ON] permette il raffreddamento criogenico dell'iniettore non appena la colonna del forno raggiunge la sua temperatura iniziale. [OFF] disabilita il raffreddamento.

Use cryo temp Se Cryo è impostato su ON, questo valore rappresenta il limite superiore di temperatura al quale può spingersi il sistema criogenico per mantenere l'iniettore al valore impostato. Se il valore impostato è superiore a questo limite, il sistema criogenico può essere utilizzato per far scendere la temperatura dell'iniettore fino al valore impostato, ma non per mantenerla su tale valore.

Cryo timeout Questa funzione disattiva il raffreddamento dell'iniettore quando l'analisi non ha inizio entro il tempo specificato (intervallo valori impostabili: da 5 a 120 minuti, valore predefinito 30 minuti) successivo alla stabilizzazione del forno. La disattivazione dell'opzione disabilita questa funzione. E' possibile disattivare questo valore, ma è consigliabile tenerlo attivato, perché permette di conservare il refrigerante alla fine di una sequenza o se si verifica un guasto dell'automazione. Può essere usato anche un metodo Post Sequence.

Cryo fault Arresta il raffreddamento dell'iniettore se quest'ultimo non raggiunge il valore impostato di 16 minuti di funzionamento criogenico continuo. Attenzione, questo è l'intervallo entro cui il forno deve *raggiungere* la temperatura, non comprende il tempo di stabilizzazione e di avvio dell'analisi.

Disattivazione di emergenza

Le funzioni Cryo timeout e Cryo fault possono causare la disattivazione dello strumento. Se ciò accade, l'elemento riscaldante dell'ingresso si spegne e la valvola del sistema di raffreddamento si chiude. Il gascromatografo emette un segnale acustico e sul display compare il seguente messaggio:

```
SHUTDOWN (#18):  
Front inlet cryo  
shutdown
```

L'elemento riscaldante dell'iniettore è tenuto costantemente sotto controllo in modo da evitare il surriscaldamento. Se rimane al valore massimo per oltre 2 minuti viene disattivato. Il gascromatografo emette un segnale acustico e sul display compare il seguente messaggio:

```
SHUTDOWN (#22):  
Front inlet heating  
too slowly;  
temperature shut off
```

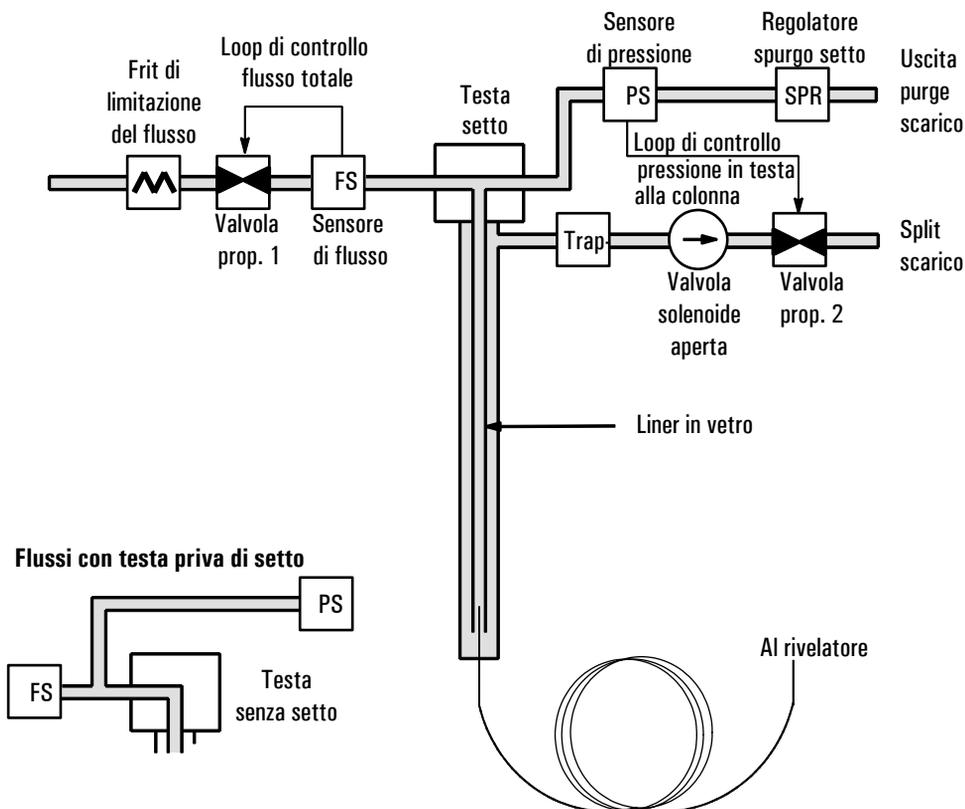
Per riprendere il funzionamento normale dopo l'attivazione di entrambe le funzioni, spegnere il gascromatografo e poi riaccenderlo, oppure inserire un nuovo valore.

Utilizzo delle modalità split

Percorso del flusso

Le due modalità split (con o senza impulso di pressione) suddividono il flusso di gas che entra nell'iniettore in un flusso in colonna, uno di splittaggio attraverso la valvola a solenoide e un flusso di spurgo del setto. Il rapporto tra il flusso di uscita dello split e il flusso in colonna viene detto rapporto di splittaggio.

La figura principale illustra i flussi nell'iniettore con setto. Se è montato un iniettore senza setto i flussi sono gli stessi ad eccezione del fatto che il flusso di spurgo del setto by-passa l'iniettore (in basso a sinistra).



Considerazioni sulla temperatura

Introduzione del campione in modalità split a freddo

Per l'introduzione del campione in modalità split a freddo, impostare la temperatura iniziale dell'iniettore su un valore inferiore al punto di ebollizione del solvente. Se il volume del liner è sufficiente a trattenere tutto il solvente vaporizzato, far partire il primo gradiente di temperatura a 0,1 minuti con una elevata velocità di riscaldamento (500°C/min o più). La temperatura finale deve essere sufficientemente elevata da consentire la volatilizzazione anche degli analiti più pesanti e va mantenuta per almeno 5 minuti. Una temperatura finale di 350°C per 5 minuti è sufficiente per trasferire quantitativamente fino al C₄₄.

Per l'iniezione di volumi più elevati di campione o per eliminare maggiori quantità di solvente, mantenere dapprima la temperatura iniziale sufficientemente a lungo da consentire l'eliminazione del solvente attraverso l'uscita dello split e poi dare inizio al primo gradiente. Per gli analiti termicamente stabili utilizzare un'elevata velocità di incremento. Velocità inferiori possono invece contribuire a contenere al minimo la degradazione termica dei componenti dell'iniettore

Un singolo gradiente di temperatura è di per sé sufficiente per effettuare l'iniezione. Gli altri gradienti disponibili possono essere usati per pulire l'inserto o per ridurre la temperatura dell'iniettore in preparazione all'iniezione.

Introduzione del campione in modalità split a caldo

Per l'introduzione del campione in modalità split a caldo, impostare una temperatura iniziale sufficientemente elevata da volatilizzare gli analiti. Non sono necessari ulteriori parametri termici visto che l'iniettore conserverà il valore impostato per tutta la durata dell'analisi.

Dato il ridotto volume dell'inserto (circa 120 microlitri), il PTV offre una limitata capacità di iniezione in caso di introduzione del campione in modalità split a caldo. I volumi di iniezione superiori a 1 µl nella modalità split a caldo possono infatti saturare l'iniettore causando problemi analitici. L'iniezione a freddo consente di evitare questo tipo di problemi.

Parametri della tabella di controllo - Modalità split

Mode: La modalità di funzionamento corrente: split

Temp Temperatura iniziale dell'iniettore, effettiva e nominale.

Init time Tempo di mantenimento della temperatura iniziale dell'iniettore.

Rate # Velocità di esecuzione dei gradienti 1, 2 e 3 del programma di temperatura dell'iniettore.

Final temp # Temperatura finale dell'iniettore per i gradienti 1, 2 e 3.

Final time # Tempo di mantenimento della temperatura finale raggiunta al termine dei gradienti 1, 2 e 3.

Pressure Pressione impostata e pressione effettiva dell'iniettore.

Split ratio Il rapporto tra il flusso di splittaggio e il flusso in colonna. Il valore del flusso in colonna è impostato nella tabella di controllo Colonna 1. Questa riga non compare se la colonna non è definita.

Split flow Flusso, in ml/min, dall'uscita dello split. Questa riga non compare se la colonna non è definita.

Total flow I valori effettivo e nominale del flusso totale nell'ingresso, che è la somma del flusso di splittaggio, del flusso in colonna e del flusso di spurgo del setto. Variando il flusso totale, il rapporto e il flusso di splittaggio cambiano, mentre il flusso e la pressione in colonna rimangono invariati.

Procedura: utilizzo della modalità split con colonna definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere ["Controllo del flusso e della pressione"](#).
2. Premere [Front Inlet].
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Split.
 - b. Impostare la temperatura dell'iniettore e i gradienti di temperatura eventualmente desiderati.

$$\frac{\text{Rapporto di splittaggio}}{\text{Flusso di splittaggio}} = \frac{\text{Flusso di splittaggio}}{\text{Flusso della colonna}}$$

- c. Desiderando impostare un rapporto di splittaggio specifico, scorrere fino a `Split ratio` e inserire il valore desiderato. Il flusso di splittaggio verrà calcolato e impostato automaticamente dal sistema.
- d. Desiderando impostare un flusso di splittaggio specifico, scorrere fino a `Split flow` e inserire il valore desiderato. Il rapporto di splittaggio verrà calcolato e impostato automaticamente dal sistema.
- e. Se desiderato, attivare la funzione `Gas saver`. Impostare il campo `Saver time` in modo che la funzione si attivi dopo l'iniezione.

FRONT INLET (HP PTV)		Premere [Mode/Type]	
Mode:	Split	FRONT INLET MODE	
Temp	40 40 <	Solvent vent	
Init time	0.1	*Split <	
Rate 1	600	Splitless	
Final temp 1	350	Pulsed split	
Final time 1	5.00	Pulsed splitless	
Rate 2 (off)			
Pressure	9.1 9.1	Per questo esempio è necessaria solo una velocità. Le velocità aggiuntive sono a discrezione dell'utente.	
Split ratio	50.0		
Split flow	100.0	Se si utilizza la funzione gas saver, impostare un tempo successivo a quello di iniezione.	
Tot flow	104 104		
Gas saver	0n		
Saver flow	20.0		
Saver time	5.00		

3. Se viene utilizzata la funzione di risparmio gas (vedere pag. [298](#)), prima di iniettare manualmente il campione premere [Prep Run].

Procedura: utilizzo della modalità split con colonna non definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere ["Controllo del flusso e della pressione"](#).
2. Premere [Front Inlet].
 - a. Impostare la temperatura.
 - b. Impostare il valore del flusso totale (Total Flow) in ingresso. Misurare con un flussimetro i flussi dell'uscita dello split e dell'uscita dello spurgo.

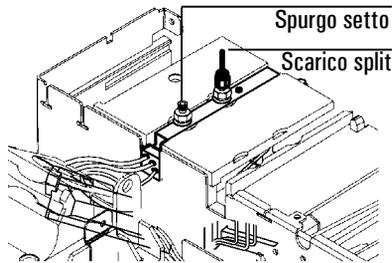
- c. Calcolare il flusso di splittaggio sottraendo il flusso dello spurgo del setto dal valore del flusso totale contenuto nel campo Total flow.
- d. Calcolare il rapporto di splittaggio. Arrotondare eventualmente il valore.

FRONT INLET (HP PTV)	
Mode:	Split
Temp	40 40 <
Init time	0.10
Rate 1	600
Final temp 1	350
Final time 1	5.00
Rate 2 (off)	
Pressure	10.0 10.0
Tot flow	80.3 80.3

Premere [Mode/Type]

FRONT INLET MODE	
Solvent vent	
*Split	<
Splitless	
Pulsed split	
Pulsed splitless	

Per questo esempio è necessaria solo una velocità.
 Le velocità aggiuntive sono a discrezione dell'utente.



Parte anteriore dello strumento

Modalità a pressione pulsata

L'impulso di pressione prodotto quando si opera nelle modalità cosiddette "pulsate" (split e splitless) ha la funzione di aumentare la pressione dell'iniettore appena prima dell'inizio dell'analisi e di riportarla al valore normale dopo un periodo di tempo specificato. Lo scopo è quello di trasferire più rapidamente il campione dall'iniettore alla colonna, riducendo il rischio di decomposizione. Se la separazione cromatografica è influenzata dall'impulso di pressione può essere utile, per ripristinare la forma del picco, installare una precolonna.

Quando si opera in una modalità a pressione pulsata, prima di effettuare l'iniezione manuale premere [Prep Run].

Nelle modalità "pulsate" è possibile programmare la pressione e il flusso in colonna. In tal caso l'impulso di pressione avrà la precedenza sul gradiente della pressione o del flusso in colonna.

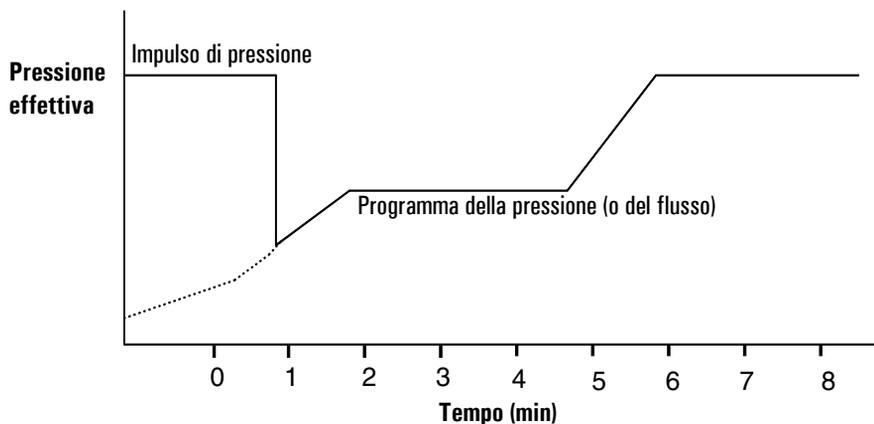


Figura58 Impulso di pressione e flusso o pressione in colonna

Parametri della tabella di controllo - Modalità split pulsato

Mode: Modalità di funzionamento corrente: split pulsato

Temp Valore impostato e valore effettivo della temperatura dell'iniettore

Init time Tempo di mantenimento della temperatura iniziale dell'iniettore.

Rate # Velocità di esecuzione dei gradienti 1, 2 e 3 del programma di temperatura dell'iniettore.

Final temp # Temperatura finale dell'iniettore per i gradienti 1, 2 e 3.

Final time # Tempo di mantenimento della temperatura finale raggiunta al termine dei gradienti 1, 2 e 3.

Pressure Pressione dell'iniettore effettiva e nominale prima e dopo l'impulso di pressione. Punto di partenza di un programma di pressione a più gradienti o della pressione fissa se non viene utilizzato alcun programma.

Pulsed pres La pressione dell'iniettore desiderata per l'inizio dell'analisi. La pressione aumenta a questo valore quando viene premuto [Prep Run] e ivi rimane fino al termine del periodo impostato nel campo Pulse time, quando viene ripristinato il valore impostato nel campo Pressure.

Pulse time Momento, calcolato in minuti dopo l'inizio dell'analisi (Start Run), in cui la pressione dell'iniettore torna al valore normale .

Split ratio Il rapporto tra il flusso di splittaggio e il flusso in colonna. Il valore del flusso in colonna è impostato nella tabella di controllo Colonna 1. Questa riga non compare se la colonna non è definita.

Split flow Flusso, in ml/min, dall'uscita dello split/spurgo. Questa riga non compare se la colonna non è definita.

Total flow I valori effettivo e nominale (cioè quello "nominalmente" impostato) del flusso totale nell'iniettore, che è la somma dei flussi di splittaggio, in colonna e di spurgo del setto. Variando il flusso totale, il rapporto e il flusso di splittaggio cambiano mentre il flusso e la pressione in colonna rimangono invariati. Quando viene utilizzato un impulso di pressione il flusso totale aumenta, per mantenere costante il rapporto di splittaggio.

Procedura: utilizzo della modalità split pulsato con colonna definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet].
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Pulsed Split.
 - b. Impostare la temperatura dell'iniettore e i gradienti di temperatura eventualmente desiderati.
 - c. Inserire i valori di Pulsed Pres e Pulse time.
 - d. Desiderando impostare un rapporto di splittaggio specifico, scorrere fino a Split ratio e inserire il valore desiderato. Il flusso di splittaggio verrà calcolato e impostato automaticamente dal sistema.
 - e. Desiderando impostare un flusso di splittaggio specifico, scorrere fino a Split flow e inserire il valore desiderato. Il rapporto di splittaggio verrà calcolato e impostato automaticamente dal sistema.

Rapporto di splittaggio = <u>Flusso di splittaggio</u> Flusso della colonna
--

- f. È possibile attivare la funzione Gas saver. Inserire nel campo Time un valore superiore a quello inserito nel campo Pulse time.

<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Pulsed split Temp 40 40 < Init time 0.1 Rate 1 600 Final temp 1 350 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 9.1 9.1 Pulsed pres 30.0 Pulse time 1.0 Split ratio 50.0 Split flow 100.0 Tot flow 104 104 Gas saver 0n Saver flow 20.0 Saver time 5.00 </pre>	<p>Premere [Mode/Type]</p> <table border="1" style="border-collapse: collapse; width: 100%;"> <tr> <td style="text-align: center; padding: 5px;">FRONT INLET MODE</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Solvent vent</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Split</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Splitless</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">*Pulsed split <</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Pulsed splitless</td> </tr> </table>	FRONT INLET MODE	Solvent vent	Split	Splitless	*Pulsed split <	Pulsed splitless
FRONT INLET MODE							
Solvent vent							
Split							
Splitless							
*Pulsed split <							
Pulsed splitless							

3. Prima di iniettare un campione manualmente premere [Prep Run] (vedere pagina [298](#))

Procedura: utilizzo della modalità di split pulsato con colonna non definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet].
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Pulsed Split.
 - b. Impostare la temperatura dell'iniettore e i gradienti di temperatura eventualmente desiderati.
 - c. Inserire i valori di Pulsed Pres e Pulse time.
 - d. Impostare il valore del flusso totale (Total Flow) in ingresso. Misurare con un flussimetro i flussi dell'uscita dello split e dell'uscita dello spurgo.
 - e. Calcolare il flusso di splittaggio sottraendo il flusso dello spurgo del setto dal valore del flusso totale contenuto nel campo Total flow.
 - f. Calcolare il rapporto di splittaggio. Arrotondare eventualmente il valore.

<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Pulsed split Temp 40 40 < Init time 0.1 Rate 1 600 Final temp 1 350 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 9.1 9.1 Pulsed pres 30.0 Pulse time 1.0 Tot flow 104 104 </pre>	<p>Premere [Mode/Type]</p> <table border="1" style="border-collapse: collapse; width: 100%;"> <tr> <td style="padding: 5px;"> <pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split Splitless *Pulsed split < Pulsed splitless </pre> </td> </tr> </table>	<pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split Splitless *Pulsed split < Pulsed splitless </pre>
<pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split Splitless *Pulsed split < Pulsed splitless </pre>		

Utilizzo delle modalità splitless

Percorsi del flusso

In queste modalità (con o senza impulso di pressione) l'iniezione viene effettuata con una valvola a solenoide chiusa che rimane tale mentre il campione si vaporizza nell'inserto e viene trasferito nella colonna. Dopo il tempo specificato la valvola si apre, per eliminare attraverso l'uscita dello split gli eventuali vapori rimasti nell'inserto. Questo consente di evitare lo scodamento del solvente dovuto al volume elevato dell'iniettore rispetto alla ridotta portata del flusso in colonna. La figura principale illustra i flussi nell'iniettore con setto. Se è montato un iniettore senza setto i flussi sono gli stessi ad eccezione del fatto che il flusso di spurgo del setto by-passa l'iniettore (in basso a sinistra).

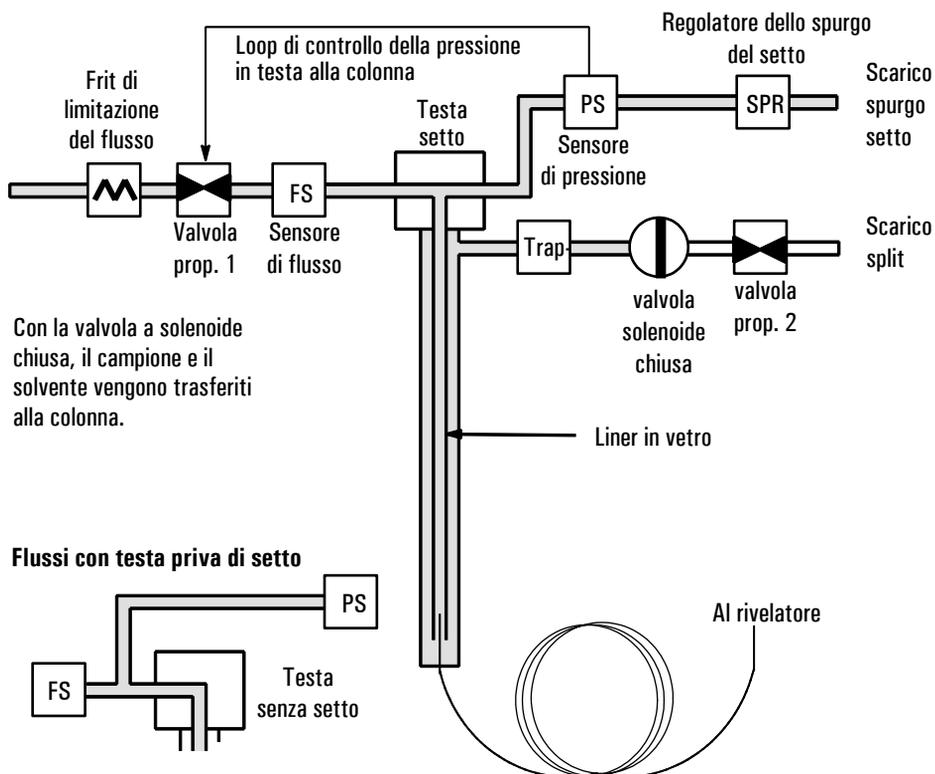


Figura 59 Fase 1. Iniezione del campione

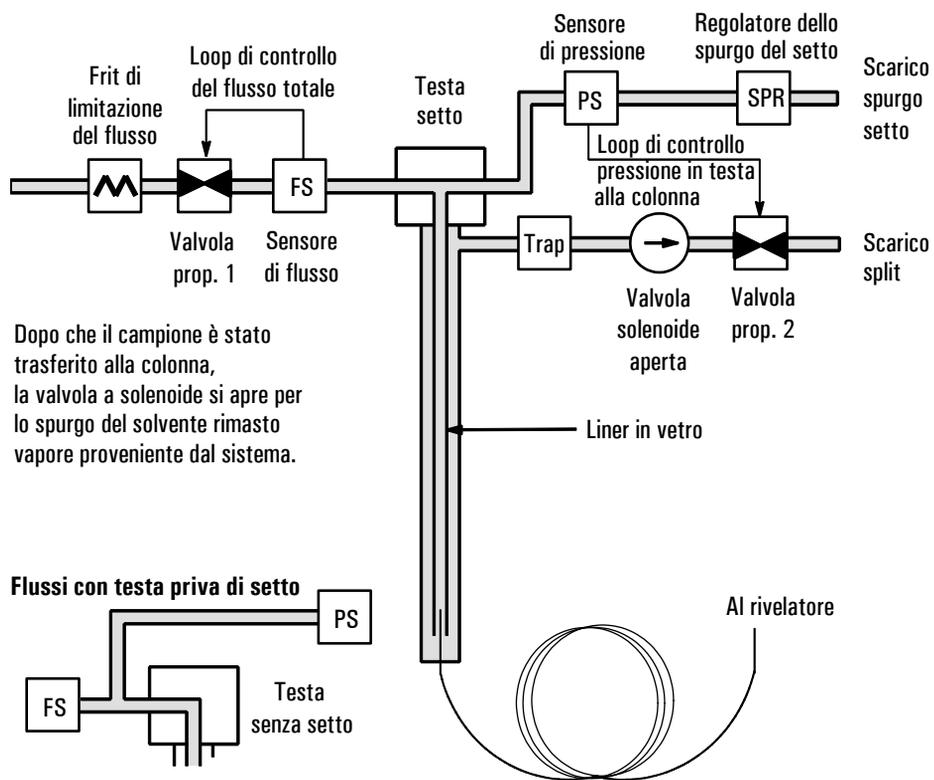


Figura 60 Fase 2. Spurgo

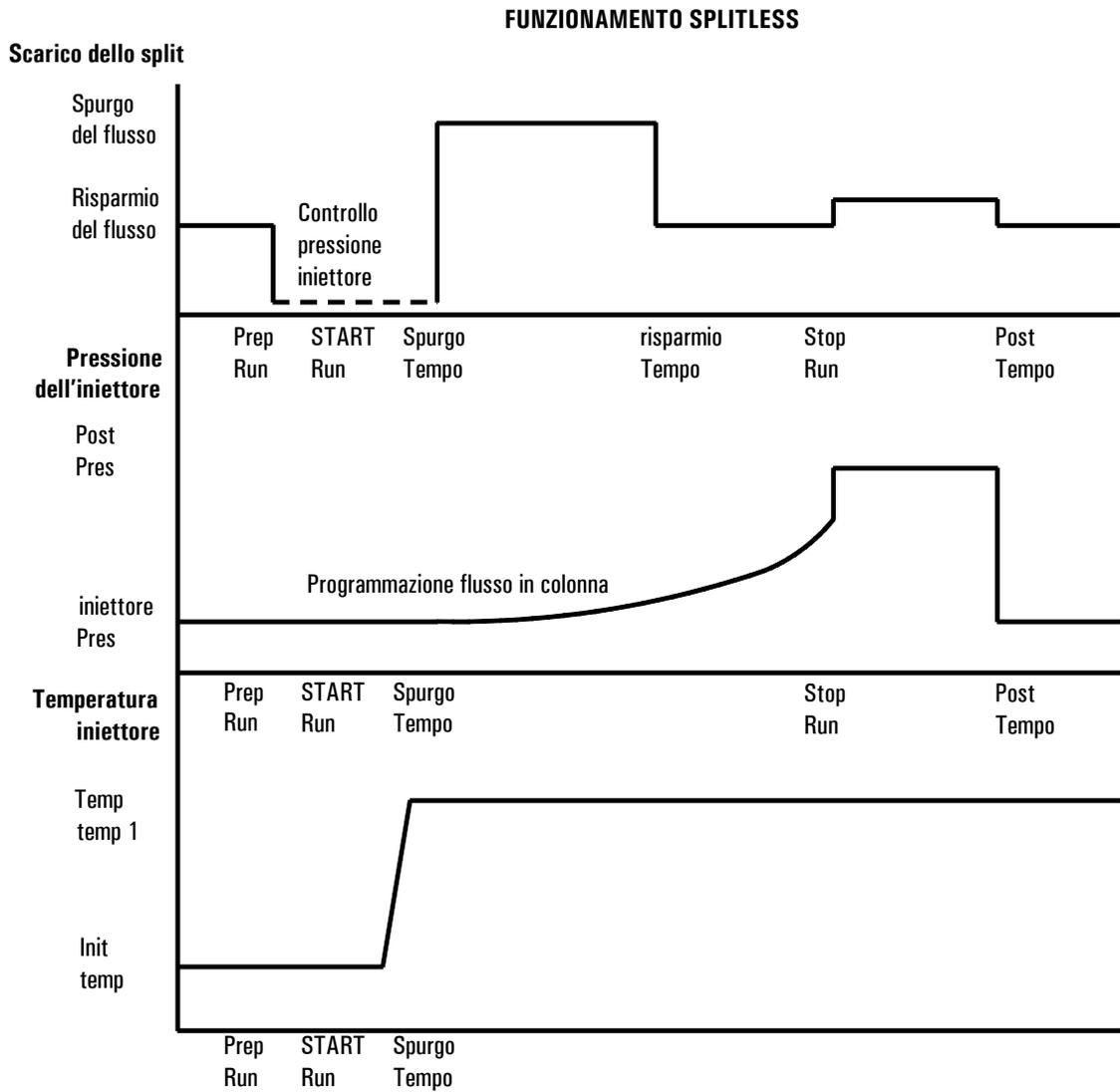


Figura 61 Flussi, pressioni e temperature

Considerazioni sulla temperatura

Introduzione del campione in modalità splitless a freddo

Per l'introduzione del campione in modalità splitless a freddo, impostare la temperatura iniziale dell'ingresso ad un valore inferiore al punto di ebollizione del solvente. Per la maggior parte dei solventi, cominciando il primo gradiente di temperatura dell'iniettore a 0,1 minuto si ottengono un buon trasferimento e una buona riproducibilità. Per gli analiti termicamente stabili è necessaria una velocità di incremento termico pari o superiore a 500°C/min. Una temperatura finale di 350°C, mantenuta per 5 minuti, si è dimostrata sufficiente per trasferire quantitativamente alcani fino al C₄₄.

Il vantaggio di poter programmare la temperatura dell'iniettore è dato dal fatto che può essere scaldato moderatamente, per trasferire gli analiti più delicati. Se la temperatura iniziale del forno è sufficientemente bassa da riconcentrare gli analiti sulla colonna, il tasso di incremento della temperatura in colonna può essere ridotto (es. 120°C/min). Ciò riduce il degrado termico nell'iniettore e migliora la forma dei picchi e l'analisi quantitativa.

Per la maggior parte delle applicazioni in modalità splitless a freddo un solo gradiente di temperatura è sufficiente. Gli altri gradienti possono essere usati per pulire il liner o per ridurre la temperatura dell'ingresso in preparazione all'iniezione successiva.

Introduzione del campione in modalità splitless a caldo

Per l'introduzione del campione in modalità splitless a caldo, impostare una temperatura iniziale sufficientemente alta a volatilizzare gli analiti. Dal momento che l'iniettore manterrà la temperatura impostata per tutta la durata dell'analisi non è necessario impostare ulteriori parametri termici.

A causa del ridotto volume dell'inserito (circa 120 µl), il PTV non può contenere i vapori risultanti dall'iniezione di elevati volumi di liquidi. Volumi di iniezione superiori a 1 µl possono provocare la fuoriuscita dei vapori dall'iniettore causando variazioni dei risultati dell'analisi. Introducendo il campione in modalità splitless a freddo si evita questo problema.

Parametri della tabella di controllo - Modalità splitless

Mode: La modalità di funzionamento corrente: splitless

Temp Valore impostato e valore effettivo della temperatura dell'iniettore

Init time Tempo di mantenimento della temperatura iniziale dell'iniettore.

Rate # Velocità di esecuzione dei gradienti 1, 2 e 3 del programma di temperatura dell'iniettore.

Final temp # Temperatura finale dell'iniettore per i gradienti 1, 2 e 3.

Final time # Tempo di mantenimento della temperatura finale raggiunta al termine dei gradienti 1, 2 e 3.

Pressure Pressione dell'iniettore effettiva e nominale in psi, bar, or kPa

Purge time Il momento, espresso in minuti dall'inizio dell'analisi, in cui si apre la valvola di spurgo.

Purge flow Il flusso, in ml/min, dall'uscita dello spurgo, a partire dal momento impostato nel campo Purge time. Non è possibile specificare questo valore se la *colonna non è definita*.

Total flow La riga Total flow indica il flusso effettivo in ingresso durante una pre-analisi (la spia è accesa e *non lampeggia*) e durante un'analisi prima dell'attivazione dello spurgo. In queste fasi non è possibile inserire un valore in questo campo. Altrimenti per Total flow sono indicati sia i valori impostati sia quelli effettivi.

Valori di partenza

L'iniezione in modalità splitless si effettua secondo le fasi che seguono.

1. Iniettare il campione e programmare la temperatura dell'iniettore per vaporizzarlo.
2. Impostare il flusso in colonna e la temperatura del forno su valori bassi, per creare una zona satura di solvente in testa alla colonna.
3. Utilizzare questa zona per intrappolare e riconcentrare il campione in testa alla colonna.

4. Attendere fino a che tutto o la maggior parte del campione è stato trasferito alla colonna. Poi eliminare i vapori rimasti nell'iniettore (per la maggior parte solvente) aprendo la valvola di spurgo. Ciò evita lo scodamento del solvente. Aumentare la temperatura del forno per analizzare il campione.
5. Prima di riuscire a perfezionare le condizioni funzionamento è necessario effettuare alcuni tentativi.

Per migliorare le condizioni di funzionamento, sono necessari alcuni esperimenti. La [Tabella 43](#) contiene i valori di partenza dei parametri critici.

Tabella 43 Parametri di iniezione per la modalità splitless

Parametro	Intervallo di valori consentiti	Valore di partenza consigliato
Temperatura del forno	Senza crio: da temp. amb. + 10°C a 450°C CO ₂ cryo, -60°C a 450°C N ₂ cryo, -80°C a 450°C	10°C al di sotto del punto di ebollizione del solvente
Tempo di riscaldamento iniziale del forno (Oven initial time)	Da 0 a 999,9 minuti	≥ tempo di spurgo dell'iniettore
Tempo di spurgo dell'iniettore	Da 0 a 999,9 minuti	$\frac{\text{Volume dell'inserto}^*}{\text{Flusso in colonna}} \times 5$
Attivazione Gas saver (Gas Saver Time)	Da 0 a 999,9 minuti	Dopo il tempo di spurgo
Flusso dal risparmio gas (Gas Saver Flow)	Da 15 a 1000 ml/min	15 ml/min flusso in colonna massimo
Temperatura dell'iniettore	Senza crio: da temp. forno + 10°C CO ₂ cryo, da -50°C a 450°C N ₂ cryo, da -60°C a 450°C	10°C al di sotto del punto di ebollizione del solvente per 0,1 min, quindi aumento del gradiente

* Il volume dell'inserto è di circa 120 µl

Procedura: utilizzo della modalità splitless con colonna definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet].
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Splitless.
 - b. Impostare la temperatura dell'iniettore e i gradienti di temperatura eventualmente desiderati.
 - c. Inserire un valore di Purge time e un valore di Purge flow.
 - d. Se si vuole, attivare la funzione Gas saver. Il campo Time va impostato su un valore *superiore* a quello impostato per il flusso di spurgo.

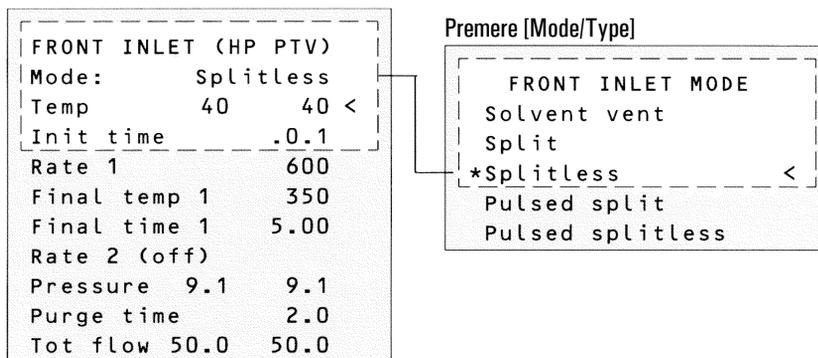
<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Splitless Temp 40 40 < Init time 0.1 Rate 1 600 Final temp 1 350 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 9.1 9.1 Purge time 2.0 Purge flow 50.0 Total flow 24.1 Gas saver 0n Saver flow 20.0 Saver time 5.00 </pre>	<p>Premere [Mode/Type]</p> <pre> FRONT INLET MODE Solvent vent Split *Splitless < Pulsed split Pulsed splitless </pre>
--	---

Se si utilizza la funzione gas saver, impostare il campo Time su un valore superiore a quello impostato per il flusso di spurgo.

3. Prima di iniettare manualmente il campione premere [Prep Run] (vedere pagina [298](#))

Procedura: utilizzo della modalità splitless con colonna non definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet].
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Splitless.
 - b. Impostare la temperatura dell'iniettore e i gradienti di temperatura eventualmente desiderati.
 - c. Inserire un valore per Purge time.
 - d. Impostare il campo Total flow su un valore maggiore della somma del flusso in colonna più il flusso di spurgo del setto (circa 3 - 6 ml/min) in modo da garantire un flusso in colonna adeguato.



3. Prima di iniettare manualmente il campione premere [Prep Run] (vedere pagina [298](#)).

Funzionamento in modalità splitless pulsato

Vedere pagina [408](#) per la descrizione delle modalità a pressione pulsata.

Parametri della tabella di controllo - funzionamento in splitless pulsato

Mode: Modalità di funzionamento corrente - splitless pulsato

Temp Valore impostato e valore effettivo della temperatura dell'iniettore

Init time Tempo di mantenimento della temperatura iniziale dell'iniettore.

Rate # Velocità di esecuzione dei gradienti 1, 2 e 3 del programma di temperatura dell'iniettore.

Final temp # Temperatura finale dell'iniettore per i gradienti 1, 2 e 3.

Final time # Tempo di mantenimento della temperatura finale raggiunta al termine dei gradienti 1, 2 e 3.

Pressure Pressione dell'iniettore effettiva e nominale prima e dopo l'impulso di pressione. Punto di partenza di un programma di pressione a più gradienti o valore della pressione fissa se non viene utilizzato alcun programma .

Pulsed pres La pressione dell'iniettore desiderata per l'inizio dell'analisi. La pressione aumenta a questo valore quando viene premuto [Prep Run] e ivi rimane fino al termine del periodo impostato nel campo Pulse time, quando viene ripristinato il valore impostato nel campo Pressure.

Pulse time Momento in cui la pressione torna al valore normale.

Purge time Il momento, dall'inizio dell'analisi, in cui si desidera che si apra la valvola di spurgo. Impostare l'inizio dello spurgo (Purge time) a 0,1 - 0,5 minuti prima che la pressione torni sul valore normale (momento impostato nel campo Pulse time).

Purge flow Il flusso, in ml/min, dall'uscita dello spurgo, a partire dal momento impostato nel campo Purge time. La colonna deve essere definita.

Total flow Flusso totale all'iniettore, rappresentato dalla somma del flusso in colonna e del flusso di spurgo del setto.

Procedura: utilizzo della modalità splitless pulsato con colonna definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet].
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Pulsed Splitless.
 - b. Impostare la temperatura dell'iniettore e i gradienti di temperatura eventualmente desiderati.
 - c. Inserire i valori di Pulsed Pres e Pulse time.
 - d. Inserire nel campo Purge time il momento in cui si desidera che si apra la valvola di spurgo.
 - e. Inserire un valore per il flusso di spurgo nel campo Purge flow.
 - f. È possibile attivare la funzione Gas saver. Impostare il campo Time su un valore *superiore* a quello impostato nel campo Purge time.

```

FRONT INLET (HP PTV)
Mode: Pulse spltless
Temp          40    40 <
Init time     0.1
Rate 1        600
Final temp 1  350
Final time 1  5.00
Rate 2 (off)
Pressure 9.1   9.1
Pulsed pres   30.0
Pulse time    1.0
Purge time    0.9
Purge flow    50.0
Tot flow 104  104
Gas saver     0n
Saver flow    20.0
Saver time    5.00
  
```

Premere [Mode/Type]

```

FRONT INLET MODE
Solvent vent
Split
Splitless
Pulsed split
*Pulsed splitless <
  
```

Impostare l'attivazione dello spurgo da 0,1 a 0,5 minuti
prima del tempo dell'impulso di pressione.

Se si utilizza la funzione gas saver, impostare
il campo Time su un valore superiore a quello
mpostato per il flusso di spurgo.

3. Prima di iniettare manualmente il campione premere [Prep Run] (vedere pagina [298](#)).

Procedura: utilizzo della modalità splitless pulsato con colonna non definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet].
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Pulsed Splitless.
 - b. Impostare la temperatura dell'iniettore e i gradienti di temperatura eventualmente desiderati.
 - c. Inserire i valori di Pulsed Pres e Pulse time.
 - d. Inserire nel campo Purge time il momento in cui si desidera che si apra la valvola di spurgo.
 - e. Inserire un valore per il flusso di spurgo nel campo Purge flow.

```

FRONT INLET (HP PTV)
Mode: Pulse spltless
Temp      40      40 <
Init time ----- 0.1
Rate 1 ----- 600
Final temp 1      350
Final time 1      5.00
Rate 2 (off)
Pressure  9.1     9.1
Pulsed pres 30.0
Pulse time      1.0
Purge time      0.9
Tot flow  104     104
  
```

Premere [Mode/Type]

```

FRONT INLET MODE
Solvent vent
Split
Splitless
Pulsed split
*Pulsed splitless <
  
```

Impostare l'attivazione dello spurgo da 0,1 a 0,5 minuti
prima del tempo dell'impulso di pressione.

3. Prima di iniettare manualmente il campione premere [Prep Run] (vedere pagina [298](#)).

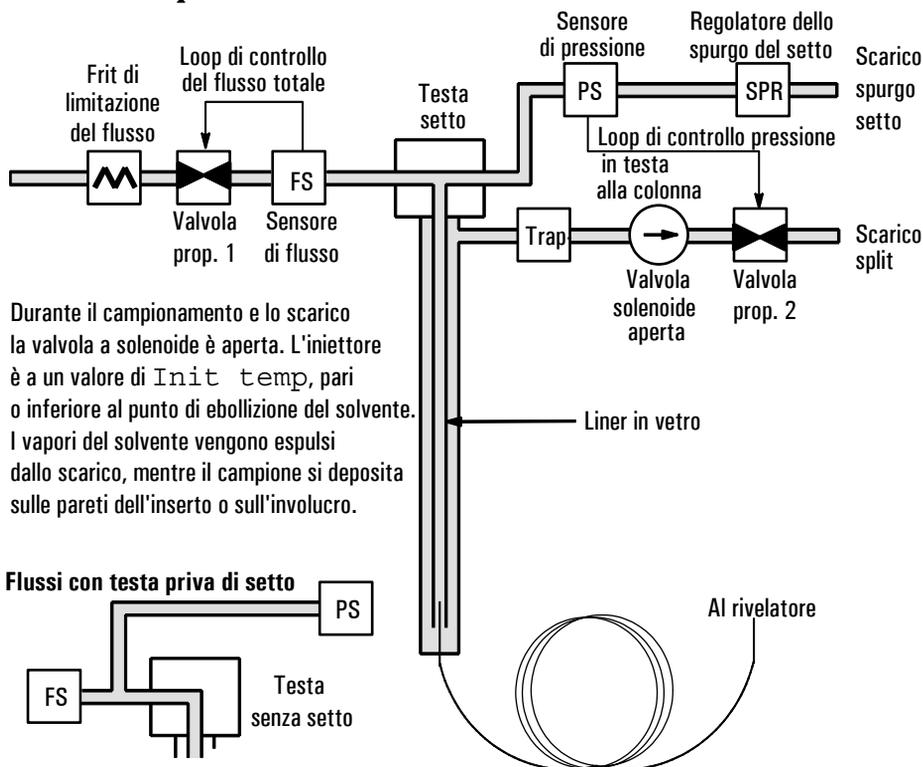
Utilizzo della modalità di ventilazione del solvente

Percorsi del flusso

Il campione viene iniettato nell'iniettore freddo. Se le condizioni analitiche sono state scelte correttamente e il campione si presta a questo tipo di tecnica, gli analiti si depositano nell'inserto dell'iniettore mentre il solvente evapora e viene eliminato. Possono essere utilizzate iniezioni di elevati volumi di campione o multiple, per concentrare il campione nell'iniettore prima di trasferirlo alla colonna per l'analisi.

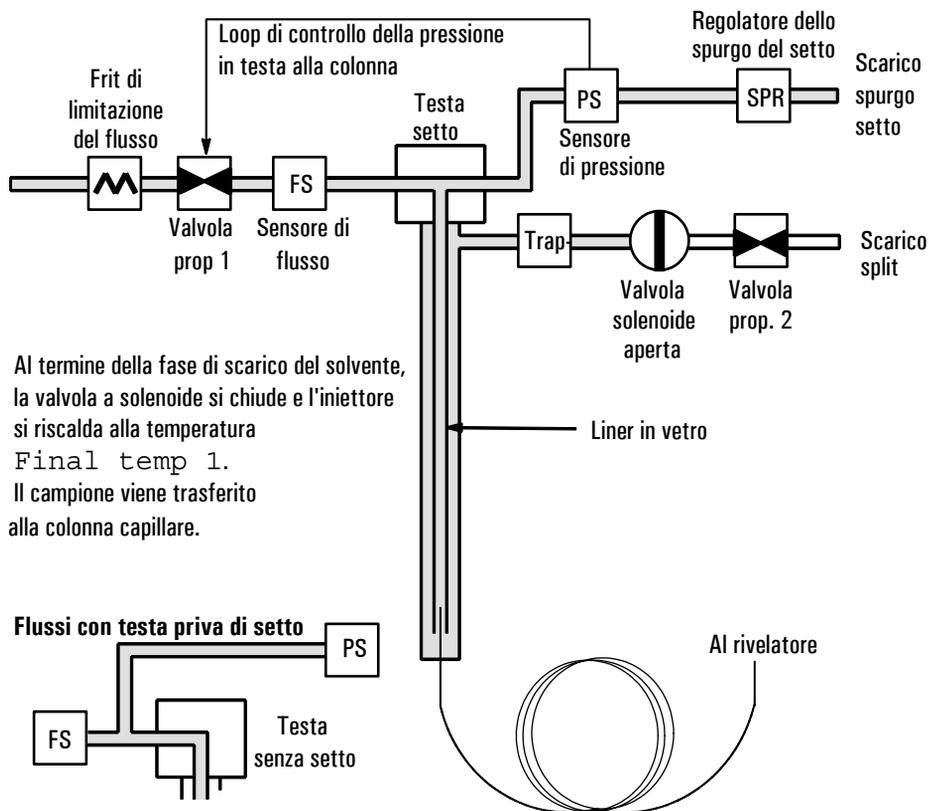
La figura principale illustra i flussi nell'iniettore con setto. Se è montato un iniettore senza setto i flussi sono gli stessi ad eccezione del fatto che il flusso di spurgo del setto by-passa l'iniettore (in basso a sinistra).

Fase 1. Campionamento e scarico



Durante il campionamento e lo scarico la valvola a solenoide è aperta. L'iniettore è a un valore di $Init\ temp$, pari o inferiore al punto di ebollizione del solvente. I vapori del solvente vengono espulsi dallo scarico, mentre il campione si deposita sulle pareti dell'inserto o sull'involucro.

Fase 2. Trasferimento del campione



Fase 3. Spurgo e pulizia

La valvola a solenoide si apre di nuovo e il sistema ritorna alla configurazione della fase 1 ma con valori diversi. L'iniettore PTV viene spurgato dei residui. È possibile impostare ulteriori gradienti di temperatura per pulire termicamente l'iniettore o per ridurne la temperatura dopo il trasferimento del campione. Questo può aumentare la durata dell'inserito.

Considerazioni sulla temperatura, la pressione e il flusso

La modalità ventilazione del solvente funziona tramite tre stadi distinti del sistema pneumatico: eliminazione del solvente, trasferimento del campione e spurgo. La parte di eliminazione del solvente consente di regolare la pressione dell'iniettore ed il flusso di scarico per ottimizzare l'operazione. Lo stadio di trasferimento in colonna si svolge in maniera simile alla modalità splitless convenzionale e trasporta gli analiti dall'inserito nella colonna. La fase di spurgo consente di preparare l'iniettore per l'analisi successiva.

Una difficoltà fondamentale quando si opera in modalità Solvent vent è quella di evitare la perdita di analiti volatili con il solvente. Per ovviare a questo inconveniente possono essere adottate diverse soluzioni.

- L'inserito può essere impaccato con un materiale ritenzione più elevata, come ad esempio il Tenax. Questo migliora enormemente il recupero degli analiti volatili ma può ripercuotersi negativamente sul recupero dei materiali alto-bollenti.
- Una parte del solvente può essere lasciata nell'inserito quando comincia il trasferimento del campione. Il residuo di solvente agisce come fase stazionaria trattenendo il materiale volatile, ma dando anche luogo a un allargamento del picco del solvente.
- La temperatura dell'iniettore può essere ridotta. Questo riduce la tensione di vapore degli analiti volatili consentendo recuperi più elevati.

L'eliminazione del solvente può essere accelerata:

- riducendo la pressione nell'iniettore durante l'introduzione del campione (parametro *Vent pressure*),
- aumentando il flusso in ingresso (parametro *Vent flow*).

Per quanto tutte queste possibilità complichino l'uso del PTV, aumentano anche la flessibilità dello strumento e le possibilità di trovare una soluzione ai problemi più difficili.

Sequenza di funzionamento

La tabella descrive le fasi in cui si svolge l'analisi in modalità ventilazione del solvente.

Fase	Parametro	Valore	
1	Prima dell'iniezione	Flusso all'uscita dello split Pressione iniettore	Flusso di spurgo (Purge flow) o flusso con Gas saver (Saver flow) Derivato dal valore impostato per la colonna
Il sistema è in fase di riposo. L'iniettore è attraversato dal flusso di spurgo (o dal flusso moderato dal Gas saver, se attivato).			
2	Comincia la fase di Prep Run	Flusso all'uscita dello split Pressione iniettore	Valore impostato per il flusso in uscita. Valore impostato per la pressione in uscita
I valori si modificano in preparazione all'iniezione. A strumento pronto viene iniettato il campione. Comincia il riscaldamento iniziale dell'iniettore e del forno. Comincia l'eliminazione del solvente e l'intrappolamento degli analiti.			
3	Fine eliminazione del solvente	Flusso all'uscita dello split Pressione iniettore	Nessuno, valvola a solenoide chiusa. Valore impostato per la pressione in colonna
Termina l'eliminazione del solvente; quando l'iniettore raggiunge la temperatura impostata comincia il trasferimento degli analiti.			
4	Inizio spurgo del setto (Purge time)	Flusso all'uscita dello split Pressione iniettore	Valore impostato per il flusso di spurgo. Valore impostato per la pressione in colonna
Termina il trasferimento degli analiti, l'iniettore viene pulito dal vapore residuo. Ha inizio l'analisi.			
5	Inserimento Gas Saver (Saver time)	Flusso all'uscita dello split Pressione iniettore	Valore impostato per il flusso con Gas saver (Saver Flow) Valore impostato per la pressione in colonna
Termina l'analisi, il flusso del gas di trasporto viene ridotto (dal Gas Saver).			

Avvertenze

- Il flusso in colonna è controllato dalla pressione dell'iniettore. Questo è controllato a sua volta, durante la fase di analisi, dai valori o dai programmi di flusso e di pressione impostati *per la colonna*.
- I tempi di controllo devono essere impostati nell'ordine indicato: l'eliminazione del solvente deve terminare (Vent end time) *prima* che abbia inizio lo spurgo (Purge time) e *prima* che si inserisca il risparmio di gas (Saver time).
- L'eliminazione del solvente deve essere terminata prima che l'iniettore cominci a riscaldarsi e a rilasciare gli analiti.
- Lo spurgo deve avere inizio prima che il forno cominci a scaldarsi volatilizzando il campione all'interno della colonna.

Schema dei tempi

I tempi aumentano procedendo dall'alto verso il basso; tutte le altre grandezze aumentano procedendo da sinistra a destra.

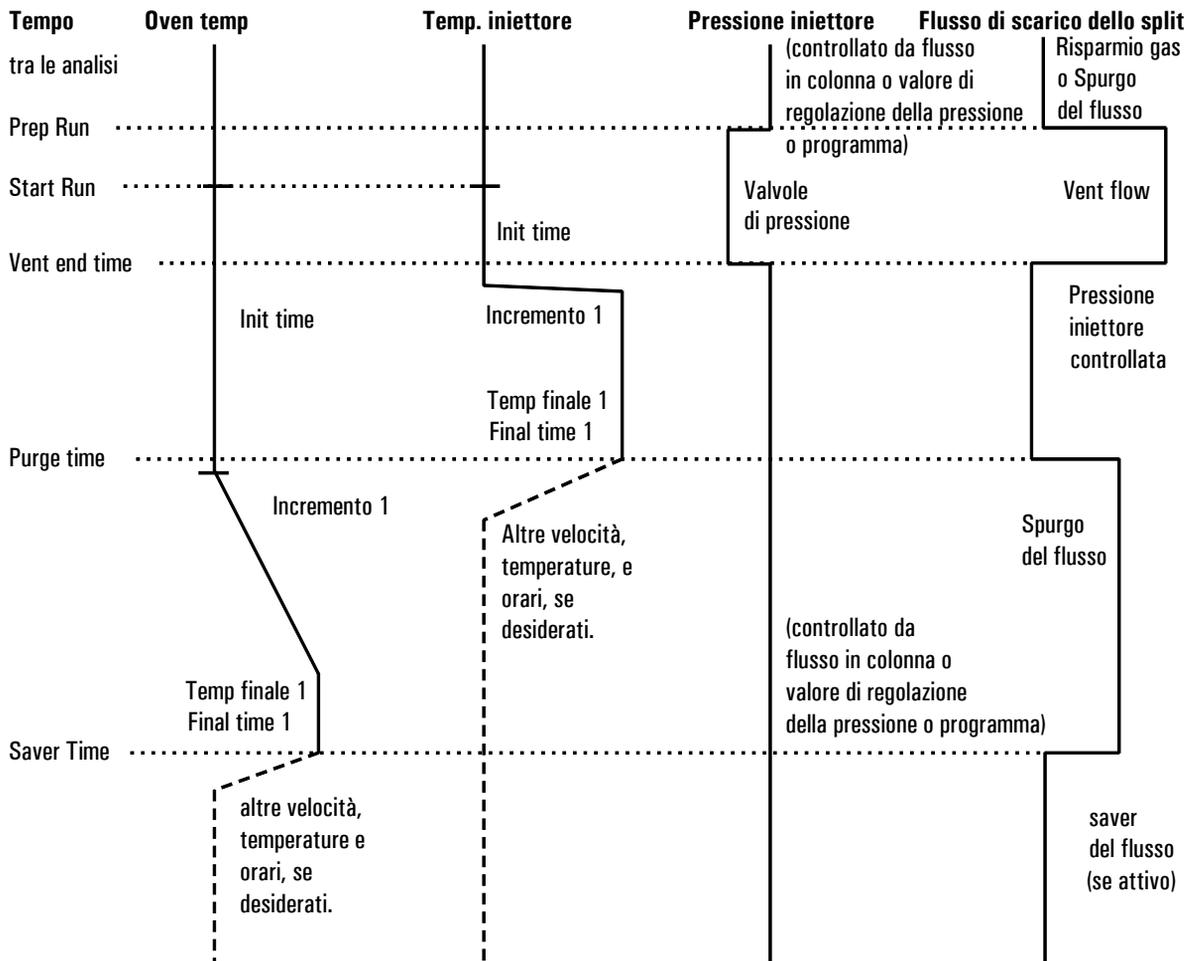


Figura 62 Relazioni temporali

Quando ha inizio l'analisi?

I programmi di temperatura sia dell'iniettore sia del forno hanno inizio nel momento in cui comincia l'analisi. Anche tutti i tempi (quali ad esempio l'inizio dello spurgo impostato nel campo Purge time) sono misurati dall'inizio dell'analisi. Ma quando comincia l'analisi?

- Se il campione è iniettato manualmente, l'analisi ha inizio quando l'operatore preme il pulsante Start Run.
- Se viene effettuata una singola iniezione per analisi usando un campionatore automatico, l'analisi ha inizio (Start Run) nel momento in cui la siringa comincia a scendere per effettuare l'iniezione.
- Se si effettuano più iniezioni per analisi usando un campionatore automatico, l'analisi ha inizio (Start Run) nel momento in cui la siringa comincia a scendere per effettuare la prima iniezione della serie. Per le restanti iniezioni della serie non vengono emessi segnali di Start Run.

L'esecuzione delle iniezioni successive alla prima richiedono naturalmente un certo tempo. I programmi di temperatura del forno e dell'iniettore, e principalmente i valori inseriti nei campi Init time, devono essere impostati tenendo conto di questo fatto. Lo stesso vale per i valori temporali che controllano il funzionamento dell'iniettore. Questo argomento viene trattato in modo più approfondito in [“Iniezione di grandi volumi di campione”](#).

Parametri della tabella di controllo - Modalità ventilazione del solvente

Mode : La modalità di funzionamento corrente: ventilazione del solvente

Temp Temperatura iniziale dell'iniettore, effettiva e nominale.

Init time Momento, misurato dall'inizio dell'analisi (Start Run), in cui termina il periodo di mantenimento della temperatura iniziale dell'iniettore.

In genere, maggiore del valore inserito nel campo Vent end time.

Rate # Velocità di esecuzione dei gradienti 1, 2 e 3 del programma di temperatura dell'iniettore.

Final temp # Temperatura finale dell'iniettore per i gradienti 1, 2 e 3.

Final time # Tempo di mantenimento della temperatura finale raggiunta con i gradienti 1, 2 e 3. Esprime una durata; *non* è misurato a partire da Start Run.

Pressure Pressione dell'iniettore effettiva e nominale prima e dopo l'eliminazione del solvente. Punto di partenza della pressione in testa alla colonna.

Vent pressure Pressione dell'iniettore durante l'eliminazione del solvente. Riducendo la pressione in questa fase, l'eliminazione del solvente procede più rapidamente. Riducendo la pressione si riduce inoltre la quantità di gas di trasporto (e di vapori di solvente) che entra nella colonna in questa fase.

L'intervallo di valori ammessi va da 0 a 100 psig. Selezionando 0 la pressione sarà la più bassa consentita per il flusso in uscita dato. La [Tabella 44](#) contiene i valori approssimativi di questo minimo ammesso con vari flussi in uscita (elio).

Pressioni inferiori a quelle indicate non sono possibili se non riducendo il flusso.

Tabella 44 Pressioni minime raggiungibili

Flusso in uscita (ml/min)	Pressione effettiva dello scarico impostando un valore di "0" psig	Pressione effettiva dello scarico impostando un valore di "0" kPa
50	0,7	5
100	1,3	10
200	2,6	18
500	6,4	44
1000	12,7	88

Vent flow Flusso del gas di trasporto in uscita dall'uscita dello split durante il periodo di eliminazione del solvente. Aumentando il flusso l'inserito viene attraversato più rapidamente e si riduce il tempo per l'eliminazione del solvente. Per la maggior parte delle colonne, impostando in questo campo un valore di 100 ml/min il solvente viene eliminato ad una velocità accettabile, ma viene trasferita in colonna una quantità minima di materiale.

Vent end time Momento, misurato a partire da Start Run, in cui termina l'eliminazione del solvente. Per l'iniezione di volumi elevati di campione, il valore inserito in questo campo è normalmente maggiore di quello necessario per terminare l'iniezione.

Purge time Il tempo misurato da Start Run, quando il trasferimento del campione ha termine. Esso ha avuto inizio al Vent end time.

Purge flow Flusso del gas di trasporto all'iniettore che inizia nel momento indicato nel campo Purge time.

Total flow Flusso effettivo all'iniettore.

Procedura: utilizzo della modalità ventilazione del solvente con colonna definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente. Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet].
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Solvent vent.
 - b. Impostare i campi Vent pressure, Vent flow e Vent end time.
 - c. Impostare la temperatura dell'iniettore e i gradienti desiderati.
 - d. Inserire un valore di Purge time e un valore di Purge flow.

- e. Se si vuole, attivare la funzione Gas saver. Impostare il campo Time in modo che si attivi *dopo* l'inizio dello spurgo (campo Purge time).

FRONT INLET (HP PTV)	
Mode:	Solvent vent <
Temp	50 50 <
Init time	0.50
Rate 1	600
Final temp 1	400
Final time 1	5.00
Rate 2 (off)	
Pressure 10.0	10.0
Vent pressure	5.0
Vent flow	100
Vent end time	0.40
Purge time	1.50
Purge flow	50
Total flow	24.3
Gas saver	0n
Saver flow	20.0
Saver time	2.00

Premere [Mode/Type]	
FRONT INLET MODE	
*Solvent vent <	
Split	
Splitless	
Pulsed split	
Pulsed splitless	

Deve essere inferiore a Init. time.
Deve essere superiore a Vent end time.

Deve essere un valore superiore al tempo di spurgo.

3. Prima di iniettare manualmente il campione premere [Prep Run] (vedere pagina [298](#)).

Procedura: utilizzo della modalità ventilazione del solvente con colonna non definita

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet].
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Solvent vent.
 - b. Impostare i campi Vent end time (fine eliminazione solvente) e Vent pressure (pressione di uscita).
 - c. Impostare la temperatura dell'iniettore e i gradienti desiderati.
 - d. Inserire un valore di Purge time. Deve essere un valore superiore al tempo di fine dello scarico.
 - e. Impostare il flusso totale su un valore maggiore rispetto alla somma del flusso in colonna più il flusso di spurgo del setto (circa 6 ml/min) in modo da garantire un flusso in colonna adeguato.

<pre> FRONT INLET (HP PTV) Mode: Solvent vent Temp 50 50 < Init time 0.50 Rate 1 600 Final temp 1 400 Final time 1 5.00 Rate 2 (off) Pressure 10.0 10.0 Vent pressure 5.0 Vent end time 0.40 Purge time 1.50 Tot flow 20.0 20.0 </pre>	<p>Premere [Mode/Type]</p> <table border="1" style="border-collapse: collapse; width: 100%;"> <tr> <td style="padding: 5px;"> <pre> FRONT INLET MODE *Solvent vent < Split Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre> </td> </tr> </table> <p>Deve essere inferiore a Init. time.</p> <p>Deve essere superiore a Vent end time.</p>	<pre> FRONT INLET MODE *Solvent vent < Split Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre>
<pre> FRONT INLET MODE *Solvent vent < Split Splitless Pulsed split Pulsed splitless </pre>		

3. Prima di iniettare manualmente il campione premere [Prep Run] (vedere pagina [298](#)).

Iniezione di grandi volumi di campione

La maggior parte degli iniettori a vaporizzazione sono progettati per iniezioni di liquido nella gamma compresa tra 1 e 5 μl . Con iniezioni più consistenti, la nuvola di vapore creata dalla vaporizzazione del campione potrebbe saturare l'iniettore e deteriorare la cromatografia. Per il PTV le capacità nominali dell'inserito sono le seguenti.

Tabella 45 Capacità dell'inserito

Inserito	Capacità nominale	Inerzia
Inserito aperto	5 μl	Alta
Impaccata con lana di vetro	25 μl	Inferiore, data la maggiore area superficiale

Nella modalità ventilazione del solvente, gli analiti vengono intrappolati nell'inserito per effetto della temperatura, mentre il solvente viene eliminato. A questo punto è possibile effettuare un'altra iniezione. È possibile ripetere il procedimento diverse volte in successione, allo scopo di concentrare gli analiti di un campione molto diluito. Dopo l'iniezione e l'eliminazione del solvente, gli analiti vengono trasferiti alla colonna. Questa funzione elimina la necessità di riconcentrare i campioni con altre tecniche e riduce al minimo la perdita di campione.

Il PTV consente di iniettare volumi elevati di campione attraverso una serie di iniezioni multiple, effettuate con un campionatore automatico.

Il processo è controllato da una ChemStation.

Requisiti della ChemStation

Per effettuare una serie di iniezioni multiple è necessario disporre di una ChemStation GC o MSD perché i parametri richiesti non sono disponibili dalla tastiera di comando del gascromatografo 6890.

- ChemStation con software per GC versione A.04.02 o successiva oppure software versione A.04.01 *più* il software fornito con il PTV.
- ChemStation MSD con software versione A.03.00 o successiva.

Tabella 46 Parametri di controllo - Finestra di configurazione dell'iniettore

Parametro	Valori consentiti	Valore predefinito
Dimensioni della siringa	Da 0,1 a 100 µl	10 µl
Adattatore per nanolitri	Presente o non presente	Non presente
Iniezioni multiple	Singola o Multiple	Singola

- **Syringe size** Volume totale della siringa.
- **Nanoliter Adapter** Controllato tramite una casella di selezione. Se la casella è attivata, sull'iniettore è stato montato un adattatore per nanolitri. Se *non* è attivata, significa che l'iniettore non è dotato di questo accessorio. L'adattatore è **sempre** presente sull'iniettore G2613A.
- **Multiple Injections** Controllata da una casella di selezione. Se barrata il campionatore effettua iniezioni multiple nell'iniettore per ogni analisi, secondo gli altri parametri. Emette un comando di Start Run solo alla prima iniezione.
Se la casella *non* è attivata, il campionatore effettua una sola iniezione ed emette un comando di Start Run per ogni analisi. Questa è la modalità di funzionamento predefinita.

Tabella 47 Parametri di controllo - Finestra di dialogo "Injector"

Parametro	Valori consentiti	Valore predefinito
Inject X µL Y times (iniezione di Xµl Y volte)	X: da 0,1 a 0,5 × volume della siringa Y: da 1 a 100	X: 0,1 × volume della siringa Y: 1
Delay between injections (Attesa tra le iniezioni)	Da 0 a 100 secondi	0
Preinjection washes (Lavaggi prima dell'iniezione)	Da 0 a 15	0
Postinjection washes (Lavaggi dopo l'iniezione)	Da 0 a 15	0
Pumps (pompaggi per la preparazione del campione)	Da 0 a 15	0

- **Inject $X \mu\text{L}$ Y times** **X** è la quantità da iniettare; **Y** è il numero di iniezioni da effettuare. Se nella finestra di dialogo Injector Configuration è attivata la casella di controllo dell'adattatore per nanolitri, l'intervallo dei valori consentiti passa da 0,02 a $0,4 \times$ il volume della siringa.
- **Delay** Tempo di attesa, in secondi, tra le iniezioni. Viene aggiunto al tempo tecnico minimo impiegato dall'hardware per effettuare l'operazione.
- **Preinjection washes** Numero di volte in cui si desidera sciacquare la siringa con il solvente e/o con il campione *prima della prima iniezione*. Non vengono effettuati altri lavaggi tra le singole iniezioni facenti parte di una serie di iniezioni multiple.
- **Postinjection washes** Numero di volte in cui si desidera sciacquare la siringa con il solvente *dopo l'ultima iniezione*. Non vengono effettuati altri lavaggi tra le singole iniezioni facenti parte di una serie di iniezioni multiple.
- **Preinjection pumps** Numero di volte che si desidera pompare a vuoto il campione nella siringa prima dell'aspirazione della dose per l'iniezione. I pompaggi a vuoto vengono effettuati solo prima della prima iniezione di una serie di iniezioni multiple.

Valori calcolati

Il software calcola e visualizza.

- Nella finestra Injector: **Total** pari al prodotto di X (volume di ogni iniezione) e Y (numero di iniezioni per analisi).
- Nella finestra Inlet: **Estimated total injection time** Il tempo totale, espresso in minuti, prevedibilmente necessario per effettuare una serie di iniezioni multiple calcolato in base ai parametri inseriti e ai tempi tecnici del campionatore. Comprende il tempo inserito nel campo **Delay between injections**, i tempi di attesa prima e dopo l'iniezione e le soste eventualmente necessarie per consentire la completa aspirazione del campione in caso di elevata viscosità (campo **Viscosity**).

Esempio

I valori indicati nella tabella sono stati utilizzati per un campione contenente sostanze con diversi punti di ebollizione.

Parametri generali	
Campo	Valore
Campione	Idrocarburi da C ₁₀ a C ₄₄ in esano
Modalità	Ventilazione solvente
Liner PTV	Impaccata con lana di vetro
Volume di iniezione	Una iniezione da 10,0 µl (siringa da 25 µl)
Velocità di iniezione	Rapida
Colonna	30 m x 320 µm x 0,25 µm -5, n. parte 19091J-413
Flusso in colonna	Costante di 4 ml/min

Parametri dell'iniettore			
Campo	Valore	Campo	Valore
Init temp	40°C	Rate 2 (off)	
Init time	0,3 min	Pressure	15,6 psig
Rate 1	720°C/min	Vent pressure	0,0 psig
Final temp 1	450°C	Vent flow	100 ml/min
Final time 1	5 min	Vent end time	0,2 min
Rate 2	100°C/min	Purge time	2,0 min
Final temp 2	250°C	Purge flow	50 ml/min
Final time 2	0 min		

Parametri del forno**Campo** **Valore**

Init temp	40°C
Init time	2,5 min
Rate 1	25°C/min
Final temp 1	320°C
Final time 1	10,0 min
Rate 2 (off)	

Parametri del rivelatore**Campo** **Valore**

Detector	FID
Detector temp	400°C
Hydrogen flow	40 ml/min
Air flow	450 ml/min
Makeup (N ₂)	45 ml/min

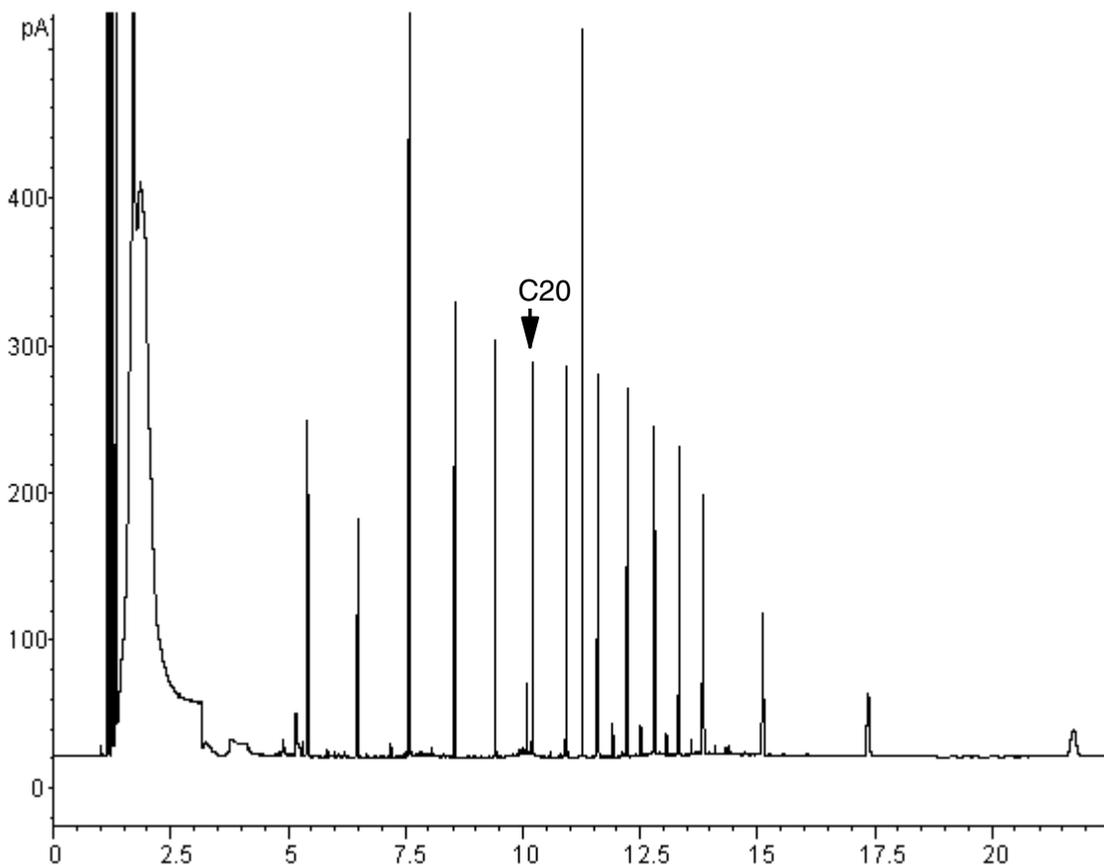


Figura 63 Cromatogramma di un'iniezione da 10 μl

Questi risultati sono stati confrontati con quelli ottenuti eseguendo l'analisi dello stesso campione in modalità splitless, che consente il recupero al 100% di tutti gli analiti. Dal confronto è risultato che, alle condizioni analitiche date, i composti superiori a C_{20} sono stati recuperati completamente e che la percentuale di recupero era indipendente dalle dimensioni dell'iniezione mentre i composti inferiori a C_{20} sono stati parzialmente eliminati con il solvente.

Possibilità di regolazione

A seconda del risultato che si intende ottenere è possibile utilizzare diverse regolazioni.

Per eliminare una maggiore quantità di solvente:

- aumentare il valore inserito nei campi Vent end time, Inlet initial time e Purge time; questa modifica non influenzerà la quantità degli analiti intrappolati mentre consentirà l'eliminazione di una parte maggiore del picco del solvente;
- aumentare il flusso in uscita (campo Vent flow) per pulire più rapidamente l'inserito mantenendo gli stessi tempi per l'iniettore; aumentando il flusso in uscita aumenta la pressione in uscita (Vent pressure) se questa è impostata su 0; questo fa arrivare una quantità maggiore di solvente in colonna;
- aumentare la temperatura iniziale dell'iniettore per vaporizzare più solvente ed eliminarne così una quantità maggiore; questo aumenta tuttavia anche la perdita di analiti volatili, dal momento che aumenta anche la pressione dei loro vapori .

Per migliorare il recupero degli analiti basso-bollenti:

- ridurre la temperatura dell'iniettore per ridurre la pressione del vapore degli analiti e catturarli quindi in modo più efficace. Ciò riduce inoltre la pressione del vapore del solvente, di conseguenza sarà necessario più tempo per eliminarlo;
- utilizzare per l'inserito un impaccamento più ritentivo; i materiali come il Tenax permettono un maggiore recupero degli analiti volatili, ma possono non rilasciare i materiali alto-bollenti; questo va tenuto in considerazione se si desidera procedere alla quantificazione di questi composti. Materiali come il Tenax consentono un recupero più elevato di analiti volatili ma potrebbero non rilasciare composti con temperature di ebollizione più elevate. Questo aspetto deve essere tenuto in considerazione se si desidera una quantificazione di questi picchi alto-bollenti.
- lasciare più solvente nell'inserito. Il solvente agisce come fase pseudo stazionaria e contribuisce a trattenere gli analiti volatili. Ciò deve essere valutato tenendo conto della tolleranza ai solventi del rivelatore.

Un esempio —continua

L'esempio di iniezione singola riportato nelle ultime pagine mostra chiaramente che un'iniezione da 10 µl non provoca un sovraccarico nell'inserito avvolto in lana di vetro. Ciò significa che sono possibili iniezioni multiple da 10 µL.

Si è deciso di effettuare 10 iniezioni per analisi, ciascuna di 10 µL. Ciò avrebbe aumentato notevolmente la sensibilità analitica. Visto che lo scopo dell'analisi era quello di rivelare e misurare i composti alto-bollenti non sono state apportate correzioni ai parametri al fine di migliorare il recupero degli analiti basso-bollenti.

La ChemStation ha calcolato per l'esecuzione di 10 iniezioni un tempo totale di 1,3 minuti. Ciò ha reso necessario apportare le seguenti modifiche per quanto riguarda i tempi.

Parametro	Aumentato da	A
Inlet Init time	0,3 minuti	1,6 minuti
Vent end time	0,2 minuti	1,5 minuti
Purge time	2,0 minuti	3,0 minuti
Oven Init time	2,5 minuti	3,0 minuti

Il risultato è indicato nella figura 27.

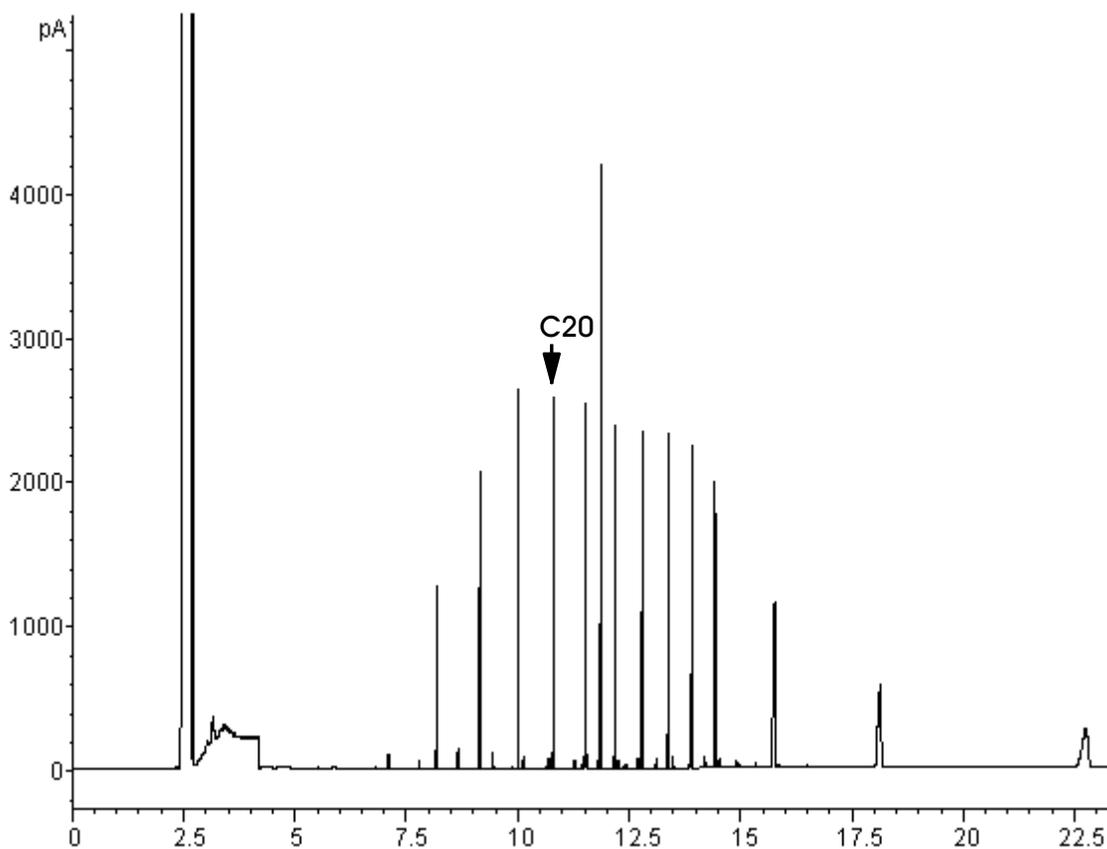


Figura 64 Cromatogramma ottenuto con dieci iniezioni da 10 μ ognuna

Manutenzione di un iniettore PTV

Adattatori per iniettore

Le dimensioni del raccordo Graphpack™2M situato alla base dell'iniettore variano in base al diametro della colonna. Quando si installa una colonna di diverso diametro deve pertanto essere sostituito anche l'adattatore.

Il numero dell'adattatore è stampigliato sul lato del dispositivo. Selezionare il diametro più piccolo in grado di accogliere la colonna.

Tabella 48 Adattatori

ID della colonna	N. adattatore per iniettori	Quantità	N. di parte
200 µm	31	1	5182-9754
250 µm	45	1	5182-9761
320 µm	45	1	5182-9761
530 µm	70	1	5182-9762

Procedura: sostituzione dell'adattatore dell'iniettore

1. Svitare la ghiera della colonna dall'adattatore. Smontare la ghiera e la colonna dall'iniettore.
2. Con una chiave da 6 mm, svitare l'adattatore prestando attenzione a non perdere la tenuta d'argento interna. Conservare l'adattatore per usi futuri.
3. Selezionare un adattatore adatto alle dimensioni della colonna da installare. Inserire una nuova guarnizione in argento (codice 5182-9763, conf. da 5) nell'adattatore ed avvitare quest'ultimo all'iniettore stringendolo bene con le mani. Usare la chiave da 6 per stringere l'adattatore di ancora 1/16 - 1/8 di giro.

Non serrare eccessivamente. Forzando l'adattatore si possono provocare danni all'iniettore. In caso di perdite in corrispondenza dell'adattatore, controllare la guarnizione in argento e se necessario sostituirla.

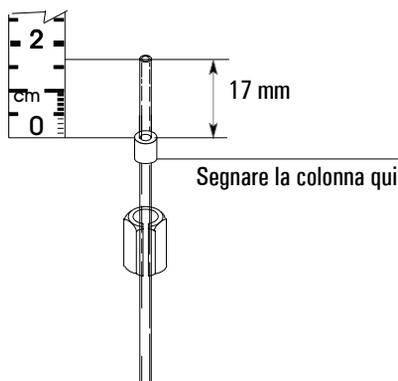
Procedura: installazione della colonna

Le ferrule Graphpack-2M sono dimensionate in base al diametro esterno.

Tabella 49 Colonne e ferrule

ID della colonna	ID del foro della ferrula Graphpack	Quantità	N. di parte
200 μm	0,31 mm	10	5182-9756
250 μm	0,40 mm	10	5182-9768
320 μm	0,45 mm	10	5182-9769
530 μm	0,70 mm	10	5182-9770

1. Inserire un dado e una ferrula Graphpack delle dimensioni adatte sull'estremità della colonna e farla scorrere fino ad almeno 30 mm dall'estremità stessa.
2. Con un taglia-colonne in silice fusa tagliare circa 10 mm dall'estremità della colonna per eliminare i residui di grafite.
3. Posizionare la ferrula a 17 mm dall'estremità della colonna. Tracciare un piccolo segno (con il fluido per correzioni) in corrispondenza del bordo posteriore della ferrula e, assicurandosi che la colonna sia posizionata nel modo corretto, inserirne l'estremità nell'adattatore.



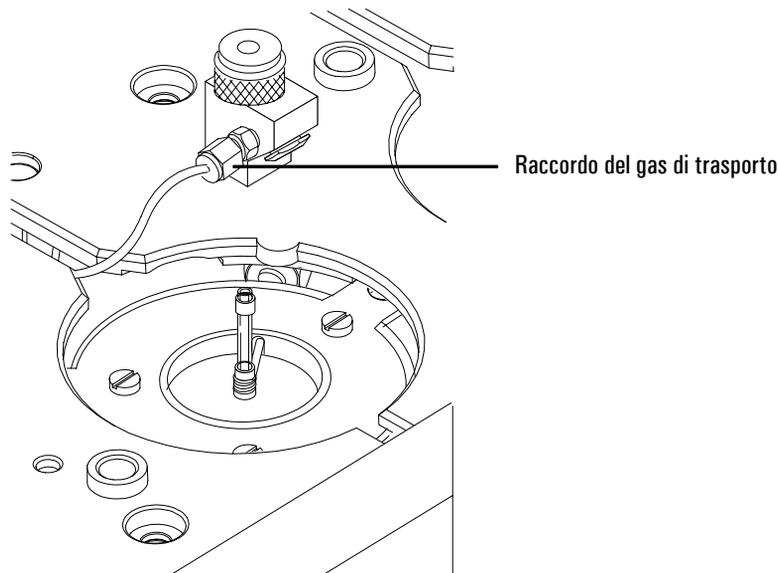
4. Avvitare il dado della colonna stringendolo manualmente. Utilizzando una chiave da 5 mm stringere il dado di 1/8 - 1/4 di giro. Prestare attenzione a non stringere eccessivamente.
5. Controllare che non vi siano perdite in corrispondenza dei raccordi. Se vi sono perdite nella zona dell'adattatore serrarlo ulteriormente con l'apposita chiave.

Iniettori senza setto

Questo tipo di iniettori utilizza una valvola di non ritorno, anziché un setto, per mantenere isolato il sistema di iniezione al passaggio della siringa. L'iniezione può essere svolta sia automaticamente sia manualmente. Le siringhe devono avere aghi da 23 (vedere [“Prodotti soggetti a consumo e parti di ricambio”](#)).

Procedura: smontaggio dell'iniettore senza setto

1. Raffreddare l'iniettore a temperatura ambiente.
2. Scollegare la linea del gas di trasporto.
3. Svitare l'ingresso ruotandolo in senso antiorario.
4. Avvitare l'iniettore nuovo sulla relativa apertura. Serrarlo prima manualmente e poi ancora di 1/8 di giro.

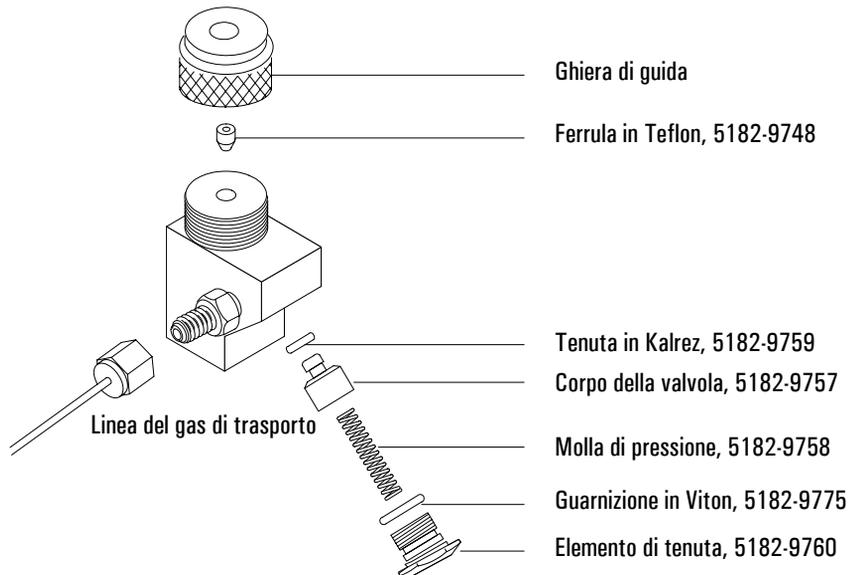


5. Ricollegare la linea del gas di trasporto.
6. Controllare tutti i raccordi presenti sull'iniettore per verificare che non vi siano perdite. Se necessario, serrarli ancora manualmente.

Procedura: pulizia degli iniettori senza setto

Nell'iniettore senza setto possono raccogliersi piccoli depositi di campioni. Tramite d'ago le particelle di polvere e di materiale possono penetrare nel sistema, causando perdite. Si consiglia pertanto di procedere periodicamente alla pulizia.

1. Raffreddare l'iniettore a temperatura ambiente.
2. Scollegare la linea del gas di trasporto e svitare l'iniettore.
3. Svitare l'elemento di tenuta dall'iniettore. Con delicatezza smontare la guarnizione in Viton e la molla di pressione.



4. Svitare la ghiera di guida dall'iniettore e smontare la ferrula in Teflon.

Precauzioni

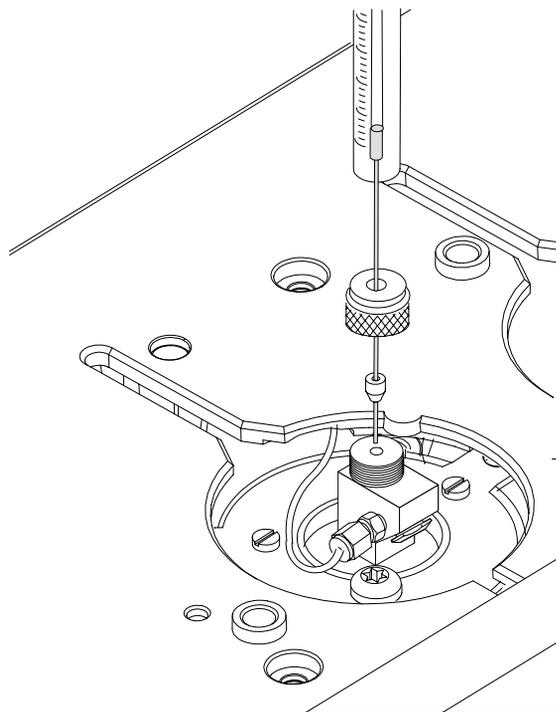
Non usare utensili affilati per estrarre il corpo della valvola: questo può causare graffi che possono essere a loro volta causa di perdite.

5. Inserire delicatamente una siringa con un ago da 23 nell'iniettore facendo fuoriuscire leggermente il corpo della valvola con la tenuta in Kalrez. Battere delicatamente l'iniettore su una superficie morbida in modo da fare uscire completamente il corpo della valvola oppure da farla scorrere fuori quanto basta per permettere di afferrarla con le dita.
6. Togliere la guarnizione dal corpo della valvola.
7. Pulire delicatamente tutti i componenti in esano.
8. Rimontare l'iniettore procedendo nell'ordine inverso. Assicurarsi di lavorare in condizioni di pulizia assoluta e di non danneggiare le tenute e la molla di pressione.
9. Controllare la ferrula in Teflon. Se deve essere sostituita, vedere pagina [449](#) per le relative istruzioni.
10. Controllare nuovamente l'intero sistema per assicurarsi che non vi siano perdite. Se necessario, serrare un po' di più la ghiera di guida con l'ago della siringa inserito e/o sostituire la tenuta in Kalrez.

Se l'iniettore perde quando è inserita la siringa il problema è da ricercarsi nella ferrula in Teflon. Se l'iniettore perde quando la siringa non è inserita può essere necessario sostituire le guarnizioni.

Procedura: sostituzione della ferrula in Teflon

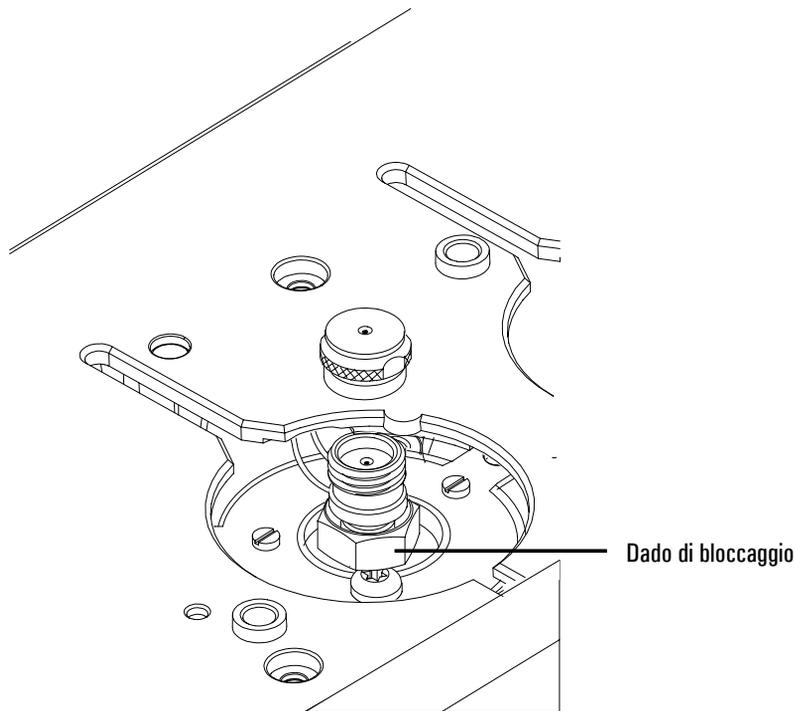
1. Svitare la ghiera di guida dall'iniettore senza setto e smontare la ferrula in Teflon.



2. Spingere la ghiera di guida e la ferrula in Teflon nuova sull'ago della siringa in modo che risultino esposti almeno 10 mm della punta dell'ago.
3. Guidare l'estremità dell'ago della siringa nell'iniettore senza setto finché la ferrula arrivi a contatto con la stessa.
4. Serrare la ghiera di guida fino a quando si comincia ad avvertire resistenza.
5. Controllare che non vi siano perdite dopo aver introdotto l'ago fino in fondo.
6. Se necessario, serrare delicatamente la ghiera di guida fino ad eliminare completamente ogni perdita.

Iniettori con setto

Negli iniettori con setto il sistema d'iniezione viene isolato al passaggio della siringa mediante un setto normale o un setto Merlin. Un flusso di gas lambisce dall'interno il setto ed esce attraverso la valvola di spurgo del setto sul modulo pneumatico.



Procedura: smontaggio dell'iniettore con setto

L'iniettore con setto è collegato al gascromatografo mediante un dado.

1. Raffreddare l'iniettore a temperatura ambiente.
2. Con una chiave da 5/8 di pollice allentare il dado di bloccaggio sulla testa del setto.
3. Smontare delicatamente l'iniettore completo. Attenzione a non piegare eccessivamente le linee da 1/16 di pollice. Il modo migliore consiste nel sollevare l'iniettore e poi sospingerlo su un lato per permettere l'accesso.

4. Per reinstallare l'iniettore con setto, allinearne delicatamente sul relativo foro d'accesso e stringere il dado con le mani.

Il dado deve potersi avvitare facilmente sull'iniettore. Se si avverte una certa resistenza, svitare il dado e riprovare. Esercitando una forza eccessiva si rischia di danneggiare irrimediabilmente l'iniettore.

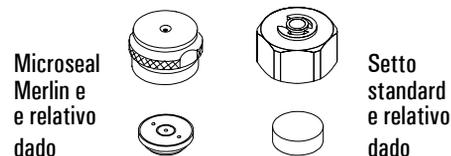
5. Serrare il dado di bloccaggio prima manualmente e poi di un ulteriore $\frac{1}{2}$ giro.
6. Controllare tutti i raccordi per accertarsi che non perdano. Se necessario, il dado di bloccaggio può essere serrato di un ulteriore $\frac{1}{4}$ di giro per eliminare eventuali perdite.

Procedura: sostituzione del setto

Negli iniettori con setto possono essere utilizzati setti normali o setti Merlin.

Se la temperatura dell'iniettore è impostata sotto ai 40°C , il setto Merlin può non svolgere un'azione di tenuta efficace. Per temperature dell'iniettore inferiori ai 40°C , utilizzare un setto normale.

1. Per sostituire il setto, raffreddare l'iniettore alla temperatura ambiente.
2. Utilizzando l'apposito utensile, o manualmente, svitare in senso orario la sede del setto (normale o Merlin). Se l'iniettore ruota, trattenerlo con una mano mentre si toglie il coperchio.
3. Smontare il setto normale o Merlin prestando attenzione a non graffiare l'interno della sede del setto.
4. Installare un setto normale o Merlin nuovi con il relativo dado.
Quando si installa il setto Merlin prestare attenzione a che il lato su cui sono visibili le parti in metallo sia rivolto verso il basso.



5. Controllare che il dado non perda e se necessario serrarlo meglio.

Inseri in vetro

L'inserto è la camera in cui si deposita il campione. Sono disponibili tre tipi di inserti:

Tabella 50. Inseri

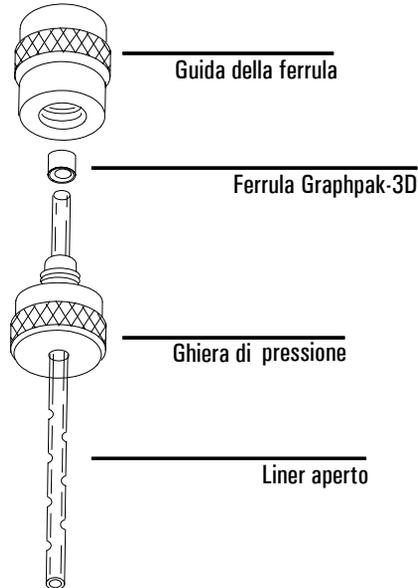
Tipo	Capacità di iniezione	Inerzia	Quantità	N. di parte
Insero aperto	bassa capacità	massima	10	5182-9751
Insero impaccato con lana di vetro all'idruro di silicio	alta capacità	minima	10	5182-9752
Non impaccato, da impaccare da parte dell'utilizzatore	varia a seconda dall'impaccamento		10	5182-9753

Tipo	Capacità di iniezione	Tipo di vetro	Impaccamento in lana di vetro*	Applicazione tipo	N. di parte
Insero a singola conicità	180 µl	Borosilicato disattivato	Sì	Iniezione di volumi elevati; non adatto a composti attivi	5183-2038
Insero a singola conicità	200 µl	Borosilicato disattivato	No	Per uso generale	5183-2036
Insero a conicità doppia	150 µl	Borosilicato disattivato	No	Composti attivi, farmaci e pesticidi	5183-2037
Insero in vetro sinterizzato	150 µl	Borosilicato disattivato	No	Iniezione di volumi elevati, per tutto tranne i composti più attivi	5183-2041

*Lana di vetro silanizzata da 10 g (per pesticidi) numero di parte 5181-3317

Procedura: sostituzione degli inserti

1. Vedere la [“Procedura: smontaggio dell'iniettore senza setto”](#) o la [“Procedura: smontaggio dell'iniettore con setto”](#).
2. Afferrare l'inserto per la ferrula Graphpackle. Togliere l'inserto e la ferrula.
3. Svitare il sistema di montaggio (n. di parte G2617-80540) separando le due parti: la guida della ferrula e la ghiera di pressione.



4. Infilare la ghiera di pressione sull'estremità più lunga dell'inserto nuovo, con la filettatura rivolta verso l'estremità terminale dello stesso.
5. Collocare una ferrula Graphpack-3D sulla stessa estremità dell'inserto, con l'estremità cava in grafite rivolta verso la ghiera di pressione. Far scorrere la ferrula in modo che dietro di essa siano esposti circa 2 mm di inserto.
6. Far scorrere la ghiera di pressione verso l'alto fino alla ferrula. Avvitare delicatamente la guida della ferrula sulla ghiera di pressione e serrarla manualmente.

7. Svitare e smontare la guida della ferrula. Sfilare la ghiera di pressione dall'altra estremità dell'inserito. La ferrula deve ora risultare posizionata in modo che sia esposto 1 mm di inserito. Controllare che la grafite all'interno della ferrula sia a filo del bordo superiore del collare di metallo.
8. Inserire l'inserito di vetro nell'iniettore procedendo dall'alto fino a poggiare la parte non impaccata della ferrula sopra all'iniettore.
9. Rimontare l'ingresso dell'iniettore e se necessario ricollegare i tubi.
10. Controllare tutti i raccordi per accertarsi che non perdano. Se necessario, serrarli ancora manualmente.

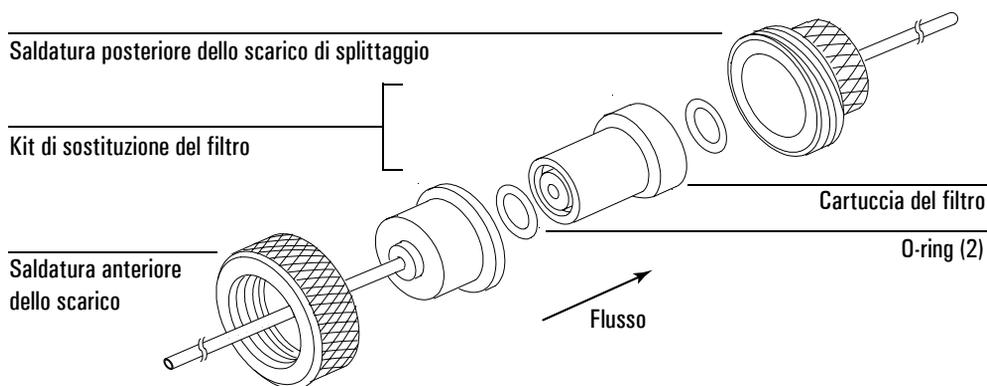
Sostituzione del filtro della trappola dello scarico di splittaggio

ATTENZIONE

Spegnere il forno ed il riscaldatore dell'iniettore che utilizza la trappola dello scarico di splittaggio e lasciarli raffreddare. Disattivare la pressione del gas di trasporto.

La trappola dello scarico di splittaggio può contenere quantità residue di campione o altre sostanze chimiche utilizzate nel GC. Seguire le procedure di sicurezza adatte per la manipolazione di questo tipo di sostanze durante la sostituzione della cartuccia del filtro della trappola.

1. Spegnere l'iniettore ed il forno e lasciarli raffreddare.
2. Impostare tutti i flussi del GC a zero.
3. Togliere il coperchio del sistema pneumatico.
4. Sollevare il gruppo della trappola dal supporto di montaggio e svitare il dispositivo della trappola del filtro.



5. di splittaggio Togliere le vecchie cartucce ed i vecchi O-ring e sostituirli.
6. Rimontare la trappola.
7. Verificare che non vi siano perdite.

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

La presenza di perdite nel sistema di circolazione del gas può influenzare in maniera sostanziale i risultati cromatografici. Con la seguente procedura viene controllato il sistema del flusso fino al collettore (ovvero la parte pneumatica posta fisicamente in corrispondenza dell'iniettore) escluso. Se questa parte di sistema non presenta perdite, passare alla procedura successiva per controllare l'iniettore e il relativo collettore.

È consigliato l'uso di rivelatori di perdite che utilizzano liquidi, soprattutto nelle applicazioni che richiedono la massima pulizia.

Nel caso in cui le prove di tenuta vengano effettuate con un fluido, sciacquare immediatamente lo strumento per eliminare i residui di sapone.

ATTENZIONE Per evitare qualsiasi rischio di scossa elettrica, quando per le prove di tenuta si utilizza un fluido, spegnere il gascromatografo e staccare il cavo di alimentazione. Prestare attenzione a non far cadere gocce di soluzione sui cavi elettrici, soprattutto quelli dell'elemento riscaldante del rivelatore.

Materiale necessario:

- Un rivelatore di perdite elettronico in grado di rivelare il tipo di gas in uso oppure fluido di rivelazione. Se si utilizza un fluido di rivelazione, una volta terminato il test eliminare i residui.
 - Due chiavi da 7/16 di pollice
1. Con il rivelatore di perdite scelto controllare tutti i punti di raccordo.
 2. Eliminare le perdite serrando meglio i raccordi. Ripetere il test sui raccordi che presentavano perdite.
Continuare a stringere finché tutti i raccordi risultano perfettamente serrati.

Procedura: prova di tenuta dell'iniettore PTV

I punti all'interno di un sistema di iniezione nei quali possono verificarsi delle perdite sono diversi. Questa procedura permette di determinare, in generale, se nell'iniettore è presente una perdita di dimensioni eccessive. Se nell'iniettore vi sono perdite, utilizzare un rivelatore elettronico per individuare il componente che perde.

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e/o l'iniettore possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

Materiale necessario:

- Ferrula cieca
- Chiave da 7/16 di pollice
- Guanti (se l'iniettore è caldo)
- Chiave per dado del setto (n. di parte 19251-00100)
- Chiave da 9/16 di pollice
- Tappo SWAGELOK da 1/8 di pollice
- Flussimetro a bolla

1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli come metodo
 - Spegnere il forno.
 - Raffreddare il forno e l'iniettore a temperatura ambiente.
 - Disattivare la pressione dell'iniettore.
 - Smontare la colonna, se installata, e chiudere il relativo raccordo con un dado e una ferrula cieca.
 - Togliere il setto vecchio e sostituirlo con uno nuovo.
Per le istruzioni vedere [“Procedura: sostituzione del setto”](#).
2. Togliere la colonna dal connettore dell'iniettore all'interno del forno.
3. Se è stata installata una testa con setto e la qualità del setto o della ferrula Graphpak-3D sull'inserito in vetro è sconosciuta, sostituirli subito.
4. Chiudere il connettore della colonna dell'iniettore e lo scarico di spurgo del setto (unicamente per la testa con setto). Usare ferrule piene (non perforate) in Vespel da 1/8 di pollice (n. di parte 0100-1372) e da 1/16 di pollice (n. di parte 5181-7458) con dado Swagelok da 1/8 di pollice (n. di parte 5180-4103) ed un dado per colonna capillare.

Come dispositivo di chiusura alternativo usare un tappo Swagelok da 1/8 di pollice per lo scarico di spurgo del setto. Usare un dado per colonna capillare con un pezzo di filo metallico delle dimensioni di una graffetta da ufficio inserito in una ferrula in grafite da 0,5 mm, per il connettore della colonna all'iniettore.

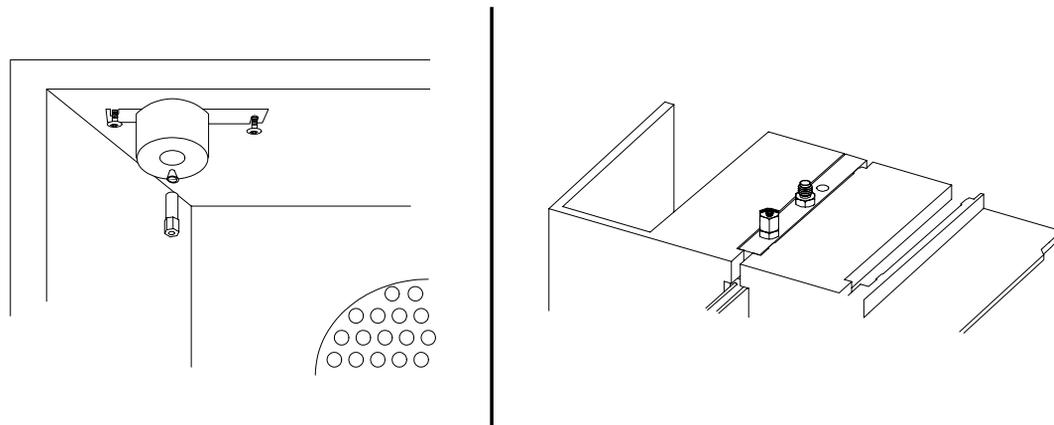


Figura 65 Chiusura del fondo dell'iniettore e dello scarico di spurgo del setto

5. Assicurarsi che la pressione del sistema di erogazione del gas di trasporto sia di almeno 35 psi. La pressione del gas di trasporto deve sempre essere maggiore di almeno 10 psi rispetto alla pressione dell'iniettore desiderata.
6. Configurare l'iniettore per la verifica. Premere [Front Inlet] (o [Back Inlet]) e:
 - Impostare l'iniettore in modalità di splittaggio (Split Mode).
 - Configurare la colonna a lunghezza 0. Premere [Config] [Column 1] o [Config] [Column 2] ed inserire "0" nella prima colonna del campo "Dim".
 - Impostare Total Flow a 60 ml/min.
 - Impostare la pressione dell'iniettore a 25 psi.
 - Impostare la normale temperatura d'esercizio dell'iniettore.
7. Aspettare almeno 15 secondi affinché il dispositivo si equilibri.

Se non è possibile raggiungere la pressione, può essere presente una grossa perdita nel sistema oppure la pressione di erogazione non è sufficientemente elevata.

8. Togliere pressione all'iniettore.

Premere [Front Inlet] (o [Back Inlet]), scorrere il campo "Pressure" quindi premere [Off]. Entrambe le valvole di controllo del flusso e di contropressione si chiuderanno.

9. Osservare il valore di pressione contenuto nel campo "Actual" sul display e tenere sotto controllo la pressione per 10 minuti.
- Se si verifica una perdita di pressione inferiore a 0,5 psi, il sistema può essere considerato a tenuta.
 - Se la perdita di pressione è superiore a 0,5 psi, significa che esiste una perdita che deve essere localizzata ed eliminata. È consigliabile diminuire il tempo della verifica a seconda del volume interno dell'iniettore e a seconda del tipo di inserto (volumi più piccoli = tempi di verifica delle perdite inferiori). Vedere ["Eliminazione delle perdite"](#).
10. Se il sistema può essere considerato a tenuta, i tappi possono essere tolti, la colonna reinstallata, le dimensioni configurate da tastiera e pressione e portata impostate.

Eliminazione delle perdite

Utilizzare un rivelatore di perdite elettronico per controllare tutte le zone dell'iniettore e dell'impianto del gas da considerarsi potenziali fonti di perdite.

Stringere i raccordi eventualmente allentati. Può darsi che si debba ripetere la prova di tenuta.

Se ora la caduta di pressione è inferiore a 0,5 psi/min il sistema può essere considerato a tenuta. Se la pressione scende più rapidamente, cercare le altre perdite e ripetere il test della pressione.

Potenziali punti di perdita

Quando si controlla un sistema di iniezione per verificare la presenza di eventuali perdite, controllare le zone che seguono.

Il forno

- Assicurarsi che il connettore sul fondo dell'iniettore sia chiuso correttamente.

La superficie dell'iniettore

- Setto (solo testa del setto).
- Guarnizione inferiore dell'iniettore sul fondo dello stesso.
- Ferrula sull'inserito dell'iniettore.
- Collegamenti del gas di trasporto e di spurgo del setto (solo per testa del setto).

Il modulo EPC

- O-ring dietro il blocco, dove le linee pneumatiche dell'iniettore entrano nel modulo.
- Tappi di spurgo del setto (solo testa del setto).
- O-ring per trappole chimiche.
- O-ring per accessori.

Prodotti soggetti a consumo e parti di ricambio

Descrizione	Quantità	N. di parte
Iniettore senza setto	1	G2617-60507
Kit assistenza	1	5182-9747
Corpo della valvola	1	5182-9757
Molla di pressione	1	5182-9758
Tenuta in Kalrez	1	5182-9759
Guida in Teflon	1	5182-9748
Elemento di tenuta	1	5182-9760
Ferrula Graphpack-3D per inserto	5	5182-9749
Utensile speciale per montaggio ferrule Graphpack-3D	1	G2617-80540
Inserto a singola conicità	1	5183-2038
Inserto a singola conicità	1	5183-2036
Inserto a conicità doppia	1	5183-2037
Inserto in vetro sinterizzato		5183-2041
Adattatore Graphpack-2M, d.i. colonna 0,2 mm	1	5182-9754
Adattatore Graphpack-2M, d.i. colonna 0,32/0,25 mm	1	5182-9761
Adattatore Graphpack-2M, d.i. colonna 0,53 mm	1	5182-9762
Tenuta in argento per adattatore Graphpack-2M	5	5182-9763
Dado per adattatore per iniettori Graphpack	5	5062-3525
Ferrule per adattatori per iniettori Graphpack-2M, d.i. colonna 0,2 mm	10	5182-9756
Ferrule per adattatori per iniettori Graphpack-2M, d.i. colonna 0,25 mm	10	5182-9768
Ferrule per adattatori per iniettori Graphpack-2M, d.i. colonna 0,32 mm	10	5182-9769
Ferrule per adattatori per iniettori Graphpack-2M, d.i. colonna 0,53 mm	10	5182-9770

continua >

Descrizione	Quantità	N. di parte
Siringhe		
5 µl, ago fisso n.23	1	9301-0892
10 µl, ago fisso n.23	1	9301-0713
10 µl, pistone con punta in Teflon, ago fisso n. 23	1	5181-8809
10 µl, pistone con punta in Teflon, ago removibile n. 23	1	5181-8813
25 µl, pistone con punta in Teflon, ago fisso n. 23	1	5183-0316
25 µ, pistone con punta in Teflon, ago removibile n. 23	1	5183-0317
50 µl, pistone con punta in Teflon, ago fisso n. 23	1	5183-0318
50 µ, pistone con punta in Teflon, ago removibile n. 23	1	5183-0319
Setti e guarnizioni		
Microseal Merlin - kit per prima installazione (1 setto Merlin + relativo dado)	1	5182-3442
Microseal Merlin - ricambio	1	5182-3444
Setti da 11 mm, rossi	25	5181-1263

18 Interfaccia per composti volatili

Utilizzo di un'interfaccia per composti volatili

Modalità split

Pneumatica

Come utilizzare la tabella di controllo

Parametri di funzionamento

Rapporto di splittaggio

Procedura: utilizzo della modalità split con colonna definita

Procedura: funzionamento in modalità split con colonna non definita

Modalità splitless

Pneumatica

Come utilizzare la tabella di controllo

Parametri di funzionamento

Procedura: utilizzo della modalità splitless

Modalità diretta

Pneumatica

Preparazione dell'interfaccia per l'introduzione diretta del campione

Procedura: scollegare la linea di uscita dello split

Procedura: configurazione per l'iniezione diretta

Come utilizzare la tabella di controllo

Parametri di funzionamento

Procedura: utilizzo della modalità diretta

Manutenzione di un'interfaccia per composti volatili

Procedura: installazione delle colonne

Procedura: sostituzione o pulizia dell'interfaccia

Sostituzione del filtro della trappola dello scarico di splittaggio

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

Procedura: prova di tenuta del sistema

Procedura: preparazione dell'interfaccia per una prova di tenuta

Procedura: eliminazione delle perdite

Collegamento a una campionatore di gas esterno

Procedura: collegamento del
campionatore a spazio di testa 7694

Procedura: collegamento del
concentratore Purge and trap 7695

Interfaccia per composti volatili

Utilizzo di un'interfaccia per composti volatili

L'interfaccia per composti volatili rappresenta un modo semplice e affidabile per introdurre nel gascromatografo un campione di gas da un dispositivo di campionamento esterno, quali uno spazio di testa, un dispositivo "purge and trap" o un concentratore ad aria. L'interfaccia presenta un volume ridotto ed è altamente inerte, assicurando così un'elevata sensibilità e risoluzione per applicazioni che richiedono la rivelazione a livello di tracce.

Il flusso totale all'interfaccia è misurato da un sensore di flusso e diviso in due correnti. Una porta al regolatore di scarico del setto, l'altra ad un blocco di filtro. In quest'ultimo il flusso viene ulteriormente diviso. La prima corrente va al campionatore di fase del gas e da lì viene introdotta nell'interfaccia. La seconda corrente, chiamata linea di rilevamento della pressione, passa attraverso il blocco del filtro e viene misurata da un sensore della pressione. Questa corrente fornisce anche un flusso di mantenimento all'interfaccia.

Sono disponibili tre modalità funzionamento: split, splitless e diretta.

Il sistema pneumatico cambia per ciascuna modalità di funzionamento e viene trattato in maniera più approfondita in

[“Modalità split”](#), [“Modalità splitless”](#) e [“Modalità diretta”](#). La [Tabella 51](#) riassume alcune problematiche da considerare nella scelta di una modalità di funzionamento. Inoltre elenca le specifiche dell'interfaccia.

Tabella 51 Cenni preliminari sull'interfaccia per composti volatili

Modalità	Tipo di campione (concentrazione)	Campione trasferito in colonna	Note
Split	Alta	Molto poco; la maggior parte viene eliminata	
Splitless	Bassa	Tutti	Può passare elettronicamente alla modalità split.
Direct (diretta)	Bassa	Tutti	E' necessario scollegare fisicamente l'uscita dello split, montare l'interfaccia e riconfigurare il gascromatografo. Massimo recupero del campione, nessun rischio di contaminazione del sistema pneumatico.
Specifiche			
Percorso del flusso trattato con Silcosteel®			
Volume:	32 µl		
Dimensioni interne:	2 mm x 10 mm		
Flusso totale massimo all'interfaccia:	100 ml/min		
Valori di splittaggio ammessi:	dipendono dal flusso in colonna Generalmente da nessuno split a 100:1		
Intervallo di temperatura ammesso:	10 Da 10°C al di sopra della temperatura ambiente (con il forno a temperatura ambiente) a 400°C		
Temperatura raccomandata:	≥ temperature della linea di trasferimento del dispositivo di campionamento esterno.		

Modalità split

Quando il campione viene introdotto in modalità split significa che solo una piccola quantità di esso entra nella colonna, mentre la maggior parte viene espulsa attraverso l'apposita uscita (uscita dello split). Il rapporto tra il flusso di splittaggio e il flusso in colonna è controllato dall'utente. La modalità split viene utilizzata principalmente per i campioni ad elevata concentrazione, quando ci si può permettere di perdere la maggior parte del campione, e per i campioni che non possono essere diluiti.

Pneumatica

Durante la fase di pre-analisi (Pre Run), durante il campionamento, e dopo il campionamento, il flusso totale all'interfaccia è misurato da un sensore di flusso e controllato da una valvola proporzionale. Il flusso in testa alla colonna viene controllato attraverso la pressione in uscita. La pressione viene letta a monte della valvola proporzionale.

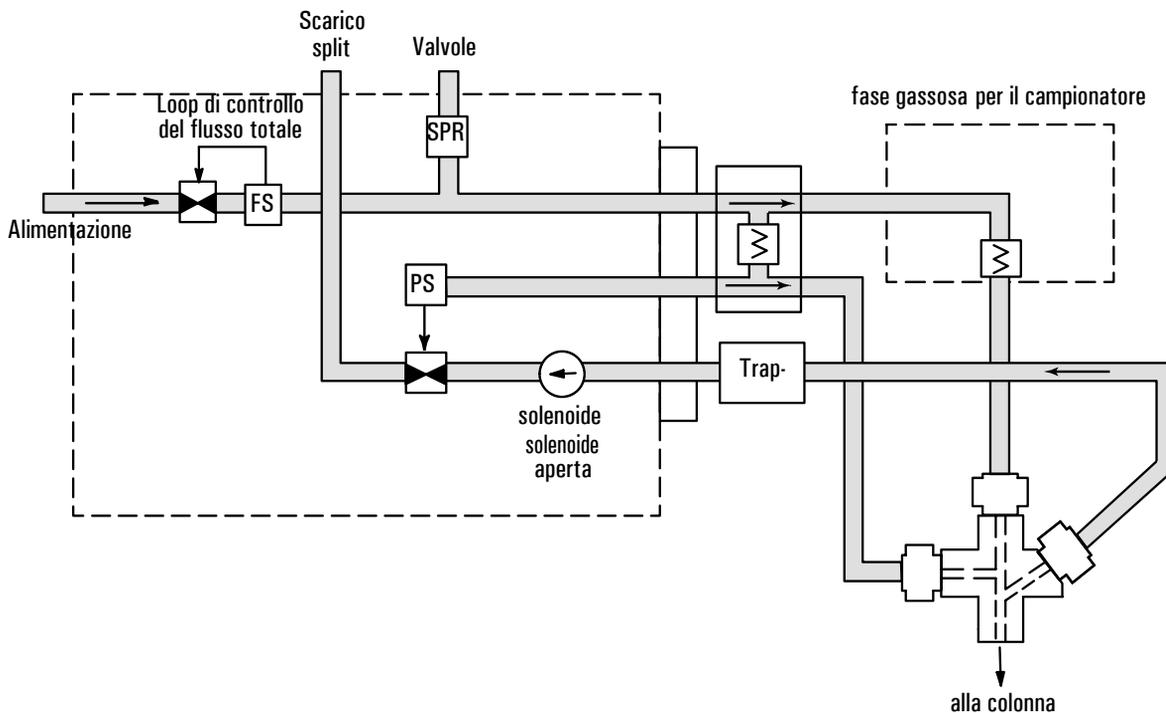


Figura 66 Pneumatica: Modalità split Modalità splitless a riposo o al termine del campionamento**Come utilizzare la tabella di controllo**

Mode: La modalità di funzionamento corrente: split

Temp Temperatura dell'interfaccia effettiva e nominale

Pressure Pressione dell'interfaccia effettiva e nominale

Split ratio Il rapporto tra il flusso di splittaggio e il flusso in colonna.

Il valore del flusso in colonna è impostato nella tabella di controllo Colonna 1
Questo parametro non è disponibile se la colonna non è definita.

Split flow Flusso, espresso in ml/min, dall'uscita dello split.

Questo parametro non è disponibile se la colonna non è definita.

Total flow Il flusso totale all'interfaccia, impostato ed effettivo.

Colonna definita

BACK INLET (VI)		
Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Split ratio		100
Split flow		76.6
Tot flow	80.3	80.3
Gas saver		0n
Saver flow		20.0
Saver time		2.00

Colonna non definita

BACK INLET (VI)		
Mode:	Split	
Temp	250	250 <
Pressure	10.0	10.0
Tot flow	79.1	79.1

Alcuni valori sono interdipendenti. Modificandone uno possono cambiarne altri per un effetto di compensazione.

Tabella 52 Valori di impostazione pneumatici in modalità di splittaggio

Colonna definita	
Modificando il valore contenuto nel campo:	Cambiano i valori contenuti nei campi:
Pressure	Column flow* Split flow Total flow
Column flow*	Pressure Split flow Total flow
Split flow	Split ratio Total flow
Split ratio	Split flow Total flow
Total flow	Split flow Split ratio

*Questo valore compare nella tabella di controllo della colonna.

Colonna non definita

I campi per l'impostazione del flusso in colonna (Column flow), del flusso di splittaggio (Split flow) e del rapporto di splittaggio (Split ratio) non sono disponibili.

È possibile modificare i valori del flusso totale e della pressione senza influire sulle altre impostazioni.

Parametri di funzionamento

La [Tabella 53](#) contiene tutte le informazioni relative al campo di applicazione delle condizioni di funzionamento dell'interfaccia.

Tabella 53 Parametri di funzionamento in modalità di splittaggio

Parametro	Intervallo di valori consentiti	Valore di partenza consigliato
Tempo di riscaldamento iniziale del forno (Oven initial time)	Da 0 a 999,9 minuti	Dopo l'ingresso del campione in colonna
Temperatura interfaccia	Da ambiente + 10°C a 400°C	≥ temperatura della linea di trasferimento
Attivazione Gas saver (Gas Saver Time)	Da 0 a 999,9 minuti	Dopo l'ingresso del campione in colonna
Flusso dal risparmio gas (Gas Saver Flow)	Da 15 a 100 ml/min	15 ml/min superiore al flusso in colonna massimo.

Rapporto di splittaggio

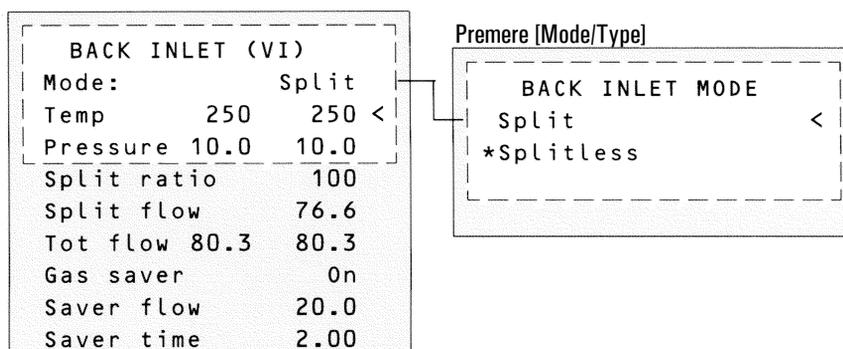
A causa del ridotto volume interno dell'interfaccia, il flusso massimo totale all'interfaccia è di 100 ml/min. Questo valore pone alcune limitazioni all'impostazione del rapporto di splittaggio.

Tabella 54 Rapporto di splittaggio

Diametro della colonna (µm)	Flusso in colonna (ml/min)	Rapporto di splittaggio massimo	Flusso totale (ml/min)
200	1	100:1	100
530	5	20:1	100

Procedura: utilizzo della modalità split con colonna definita

1. Verificare che la linea di uscita dello split sia collegata all'interfaccia. Verificare che nella tabella di controllo [Config][Inlet] compaia la riga "split plumbed".
2. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente. Vedere "[Controllo del flusso e della pressione](#)".
3. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet].



- a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Split.
- b. Impostare la temperatura dell'interfaccia.
- c. Desiderando impostare un rapporto di splittaggio specifico, scorrere fino a Split ratio e inserire il valore desiderato. Il flusso di splittaggio verrà calcolato e impostato automaticamente dal sistema.
- d. Desiderando impostare un flusso di splittaggio specifico, scorrere fino a Split flow e inserire il valore desiderato. Il rapporto di splittaggio verrà calcolato e impostato automaticamente dal sistema.
- e. Se desiderato, attivare la funzione Gas saver. Impostare nel campo Saver time un valore superiore a quello impostato per l'iniezione.
- f. Se è attivata la funzione Gas saver, accertarsi che la funzione Auto prep run sia impostata su On (vedere pag. [298](#)) o premere il tasto [Prep Run] prima di introdurre il campione.

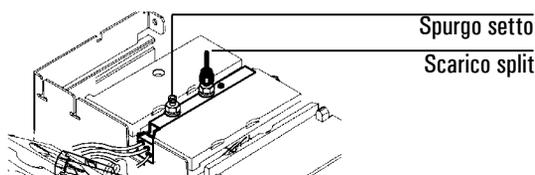
Rapporto di
splittaggio =
Flusso di splittaggio
Flusso della colonna

Procedura: funzionamento in modalità split con colonna non definita

1. Verificare che la linea di uscita dello split sia collegata all'interfaccia. Verificare che nella tabella di controllo [Config][Inlet] compaia la riga "split plumbed".
2. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente. Vedere ["Controllo del flusso e della pressione"](#).
3. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] a seconda che si utilizzi l'iniettore anteriore o posteriore.

BACK INLET (VI)			
Mode:		Split	
Temp	250	250	<
Pressure	10.0	10.0	
Tot flow	79.1	79.1	

- a. Impostare la temperatura.
- b. Impostare il flusso totale all'interfaccia. Con un flussimetro misurare il flusso dell'uscita dello split.
- c. Sottrarre il flusso di scarico di splittaggio da Total flow (flusso totale) . Sottrarre il flusso di spurgo del setto (vedere ["Spurgo del setto"](#) per i flussi nominali di spurgo del setto).
- d. Calcolare il rapporto di splittaggio. Arrotondare eventualmente il valore.



Parte anteriore del gascromatografo

Modalità splitless

La valvola a solenoide rimane chiusa mentre il campione entra nell'interfaccia e viene trasferito alla colonna. Nel momento specificato dopo l'introduzione del campione, la valvola a solenoide si apre.

Pneumatica

Prima di entrare nello stato di pre-analisi (spia Pre Run accesa), quando il gascromatografo si sta preparando per l'iniezione del campione, il flusso totale all'interfaccia viene misurato da un sensore di flusso e controllato da una valvola proporzionale. Il flusso in colonna è controllato mediante la pressione in uscita. Vedere [Figura 67](#).

Durante il campionamento, le variazioni di pressione causate dalla commutazione delle valvole nel dispositivo di campionamento esterno possono provocare oscillazioni del flusso in colonna. Per questo motivo, durante il campionamento il flusso nell'interfaccia viene controllato. Il flusso di campionamento viene calcolato in base al valore di pressione attivo nel momento in cui comincia l'introduzione del campione. Questa modalità di controllo del flusso si attiva quando il gascromatografo entra nello stato di pre-analisi (quando si accende la spia Pre Run se il sistema funziona in modo automatico o quando si preme [Prep Run] in caso di funzionamento manuale) e termina quando scade il tempo di campionamento impostato per l'interfaccia nel campo Sampling end.

Durante questo periodo di campionamento (impostato dall'utente), la valvola solenoide è chiusa. Il flusso all'interfaccia è misurato da un sensore e controllato da una valvola proporzionale. Vedere [Figura 67](#).

Allo scadere del tempo di campionamento, la valvola a solenoide si apre. Il flusso all'interfaccia viene nuovamente misurato da un sensore di flusso e controllato da una valvola proporzionale, mentre il flusso in colonna è controllato mediante la pressione in uscita. Il flusso di spurgo è controllato dall'utente. Se desiderato, al termine dell'analisi può essere attivata la funzione Gas Saver. Vedere [Figura 67](#).

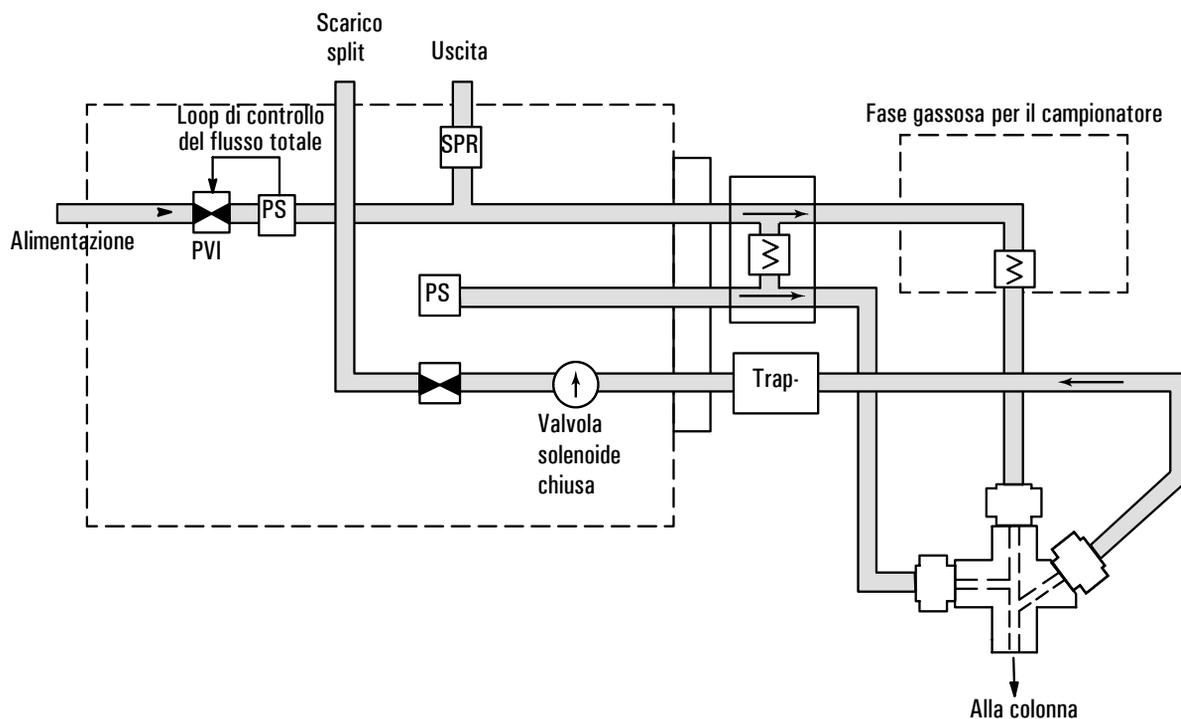


Figura 67 Pneumatica della modalità splitless: dall'entrata nello stato di pre-analisi alla fine del campionamento (*introduzione del campione in corso*)

Come utilizzare la tabella di controllo

Mode: Modalità di funzionamento corrente: splitless

Temp Temperatura dell'interfaccia effettiva e nominale

Sampling end L'intervallo di introduzione del campione, espresso in minuti. Il flusso è calcolato in base al valore di pressione attivo nel momento in cui comincia l'introduzione del campione.

Il valore di fine campionamento impostato nel campo Sampling end deve essere di 0,2 minuti più lungo del tempo necessario al campionatore per introdurre il campione. Ad esempio, il campionatore a spazio di testa 7694 ha un parametro chiamato "Inject time" che controlla il tempo per il quale la valvola rimane nella posizione di iniezione.

Supponendo che il valore impostato nel campo Inject time sia 1 minuto, il valore da impostare nel campo Sampling end sarà 1,2 minuti. Se si utilizza un concentratore "Purge and Trap" 7695, il valore da impostare nel campo Sampling end va calcolato aggiungendo 0,2 minuti al parametro "Desorb time".

Se la colonna è definita e se è stato specificato un programma di incremento del flusso o della pressione in colonna, i gradienti non cominciano finché non è scaduto il tempo impostato nel campo Sampling end.

Pressure Pressione dell'interfaccia effettiva e impostata in psi, bar o kPa.

Purge time Il momento, dopo l'inizio dell'analisi in cui riprende lo spurgo.

Il valore inserito nel campo Purge time deve essere superiore a quello inserito nel campo Sampling end.

Purge flow Il flusso, espresso in ml/min, dall'uscita dello split nel momento impostato nel campo Purge time. Non è possibile accedere o specificare questo valore se si opera con la *colonna non definita*.

Total flow Quando la colonna è definita, nel campo Total flow è visualizzato il flusso effettivo nell'interfaccia. Non è possibile inserire un valore. Se la colonna non è definita, durante lo spurgo del setto nel campo Total flow saranno riportati sia il valore impostato sia il valore effettivo. Durante tutte le altre fasi del processo viene invece visualizzato solo il flusso effettivo.

Colonna definita

BACK INLET (VI)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Sampl'g end	1.00	
Pressure	10.0	10.0
Purge time	4.00	
Purge flow	15.0	
Total flow	77.6	
Gas saver	0n	
Saver flow	20.0	
Saver time	8.00	

Colonna non definita

BACK INLET (VI)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Sampl'g end	1.50	
Pressure	10.0	10.0
Purge time	0.75	
Tot flow	77.6	77.6

Alcuni valori di regolazione dei flussi sono interdipendenti. Modificandone uno possono cambiarne altri per un effetto di compensazione.

Tabella 55 Comportamento dei valori del sistema pneumatico in modalità splitless

Colonna definita	
Modificando il valore contenuto nel campo:	Cambiano i valori nei campi:
Durante lo spurgo	
Purge flow	Total flow**
Pressure	Total flow** Column flow*
Column flow*	Pressure Total flow**
Prima e dopo il campionamento, non in fase di spurgo	
Pressure	Column flow* Total flow**
Column flow*	Pressure Total flow**
Durante il campionamento: non è possibile modificare i valori della pressione e del flusso.	

*Questo valore compare nella tabella di controllo della colonna.

**Questo valore è solo effettivo.

Colonna non definita

Durante lo spurgo: è possibile modificare i valori impostati per la pressione e per il flusso totale; gli altri valori impostati non subiscono variazioni.

Prima e dopo il campionamento, non in fase di spurgo: E' possibile modificare il valore impostato per la pressione; gli altri valori impostati non subiscono variazioni.

Durante il campionamento non è possibile modificare i valori di pressione. Durante il campionamento non è possibile modificare i valori della pressione e del flusso.

Parametri di funzionamento

L'iniezione in modalità splitless si effettua secondo le fasi che seguono.

1. Introduzione di un campione di gas nell'interfaccia riscaldata.
2. Mantenimento della temperatura del forno su valori bassi mentre il campione ricondensa in testa alla colonna.
3. Impostazione del campo Sampling end (fine campionamento) in modo da lasciare il tempo sufficiente a consentire il trasferimento di tutto il campione dal campionatore.
4. Impostazione del campo Purge Time in modo che lo spurgo si attivi solo nel momento in cui il campione si è trasferito nella colonna.
5. Inizio del programma di temperatura del forno .

Tabella 56 Parametri di funzionamento della modalità splitless

Parametro	Intervallo di valori consentiti	Valore di partenza consigliato
Tempo di riscaldamento iniziale del forno (Oven initial time)	Da 0 a 999,9 minuti	≥Interface purge time (inizio spurgo interfaccia)
Temperatura interfaccia	Da ambiente + 10°C a 400°C	≥ temperatura della linea di trasferimento
Sampling end (fine campionamento)	Da 0 a 999,9 minuti	0,2 minuti in più del tempo necessario per l'introduzione del campione
Interface purge time (inizio dello spurgo dell'interfaccia)	Da 0 a 999,9 minuti	
Attivazione Gas saver (Gas Saver Time)	Da 0 a 999,9 minuti	Dopo l'inizio dello spurgo (Purge time)
Flusso dal risparmio gas (Gas Saver Flow)	Da 15 a 100 ml/min	15 ml/min flusso in colonna massimo

Procedura: utilizzo della modalità splitless

Queste istruzioni sono sia per la colonna *definita* sia per quella *non definita*.

1. Verificare che la linea di uscita dello split sia collegata all'interfaccia. Verificare che nella tabella di controllo [Config][Inlet] compaia la riga "split plumbed".
2. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
3. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet].
 - a. Scorrere fino a Mode: e premere [Mode/Type]. Selezionare Splitless.
 - b. Impostare la temperatura dell'interfaccia e un tempo di fine campionamento.

Colonna definita

BACK INLET (VI)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Sampl'g end	1.5	
Pressure	10.0	10.0
Purge time	1.75	
Purge flow	15.0	
Total flow	77.6	
Gas saver	0n	
Saver flow	20.0	
Saver time	2.00	

Colonna non definita

BACK INLET (VI)		
Mode:	Splitless	
Temp	250	250 <
Sampl'g end	1.50	
Pressure	10.0	10.0
Purge time	0.75	
Tot flow	77.6	77.6

Se si utilizza la funzione gas saver, impostare il campo Time su un valore superiore a quello impostato per il flusso di spurgo.

- c. Se la colonna è definita, inserire un valore nei campi Purge time e Purge flow. Se desiderato, attivare la funzione di risparmio gas. Impostare il tempo di Gas saver ad un tempo *successivo* a quello di spurgo ed inserire un valore di flusso.
 - d. Se la colonna non è definita, inserire un valore di Purge time (il campo Purge flow non è disponibile). Impostare il flusso totale su un valore maggiore della somma del flusso in colonna e del flusso di spurgo (circa 6 ml/min) per garantire un flusso in colonna adeguato.
4. Assicurarsi che la riga Auto Prep Run sia impostata su On (vedere pagina [298](#)) o premere il tasto [Prep Run] prima di introdurre il campione.

Modalità diretta

L'introduzione diretta del campione permette un trasferimento quantitativo degli analiti senza rischio di contaminazione del sistema pneumatico. Offre la sensibilità richiesta per l'analisi delle sostanze tossiche nell'aria. Il ridotto volume morto dell'interfaccia elimina anche il rischio potenziale che i soluti vengano a contatto con superfici attive poco pulite.

Per operare in modalità diretta è necessario scollegare fisicamente l'uscita dello split e riconfigurare il gascromatografo. Le istruzioni per eseguire queste procedure sono illustrate in [“Collegamento a una campionatore di gas esterno”](#).

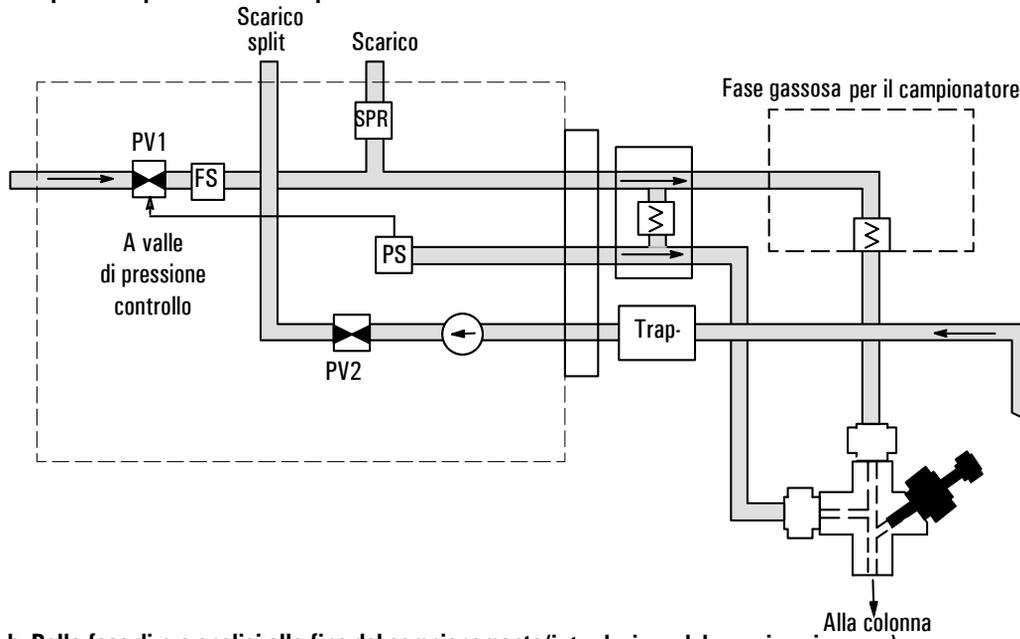
Pneumatica

Prima di entrare nello stato di pre-analisi (spia Pre Run accesa), l'interfaccia è controllata mediante la pressione in entrata; la pressione viene letta a valle della valvola proporzionale. Vedere [Figura 68a](#).

Durante il campionamento, le variazioni di pressione causati dalla commutazione delle valvole nel dispositivo di campionamento esterno possono causare oscillazioni del flusso in colonna. Per questo motivo, durante il campionamento il flusso nell'interfaccia viene controllato. Il flusso di campionamento viene calcolato in base al valore di pressione attivo nel momento in cui comincia l'introduzione del campione. Questa modalità di controllo del flusso si attiva quando il gascromatografo entra nello stato di pre-analisi (quando si accende la spia Pre Run se il sistema funziona in modo automatico o quando si preme [Prep Run] in caso di funzionamento manuale) e termina quando scade il tempo di campionamento impostato per l'interfaccia nel campo Sampling end. Il flusso all'interfaccia è misurato da un sensore e controllato da una valvola proporzionale. Vedere la [Figura 68b](#).

Allo scadere del tempo di campionamento l'interfaccia è controllata mediante la pressione in entrata; la pressione viene letta a valle della valvola proporzionale. Vedere [Figura 68a](#).

a. Riposo o dopo la fine del campionamento



b. Dalla fase di pre-analisi alla fine del campionamento (introduzione del campione in corso)

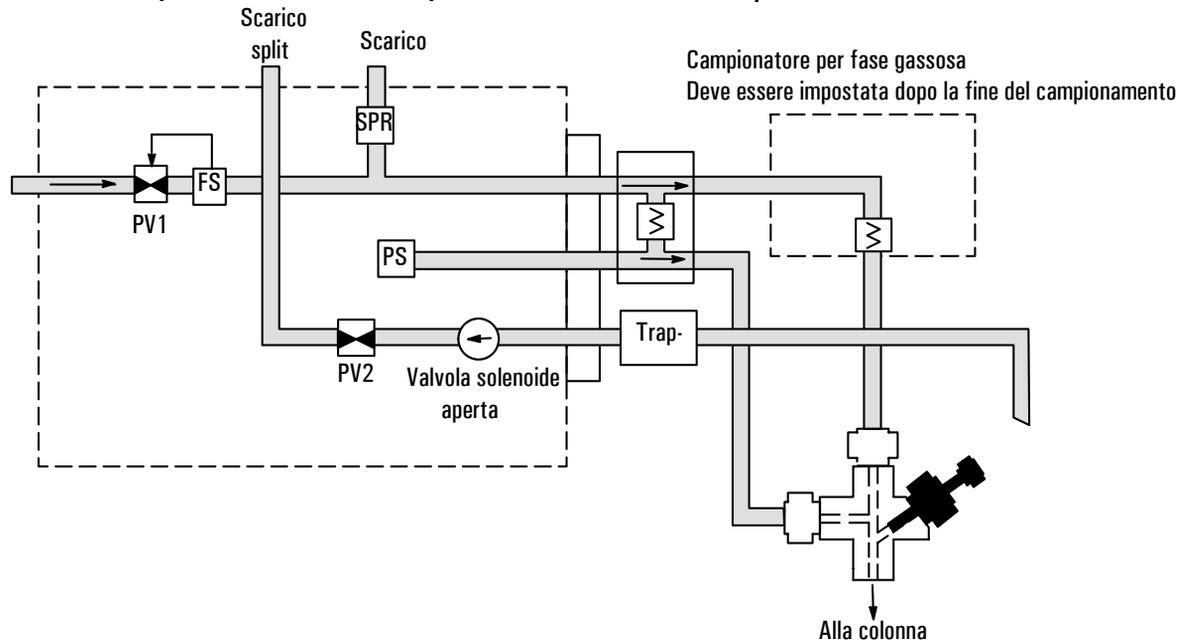


Figura 68 Pneumatica della modalità diretta

Preparazione dell'interfaccia per l'introduzione diretta del campione

Prima di poter utilizzare l'interfaccia in modalità diretta è necessario:

- scollegare la linea di uscita dello split,
- configurare il gascromatografo per l'iniezione diretta.

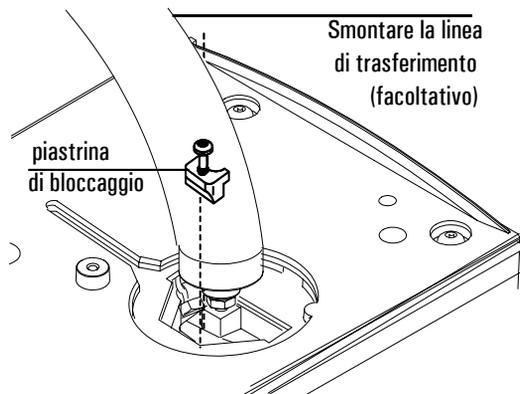
Procedura: scollegare la linea di uscita dello split

ATTENZIONE Procedere con cautela! L'interfaccia può essere molto calda. Pericolo di ustioni.

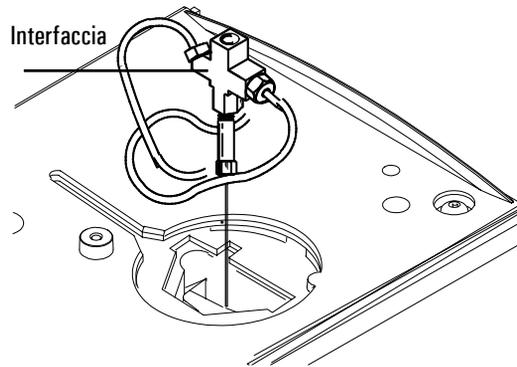
Materiale necessario:

- Dado cieco
- Chiave da 1/4 di pollice
- Chiave da 5/16 di pollice o regolabile
- Cacciavite T-20 Torx

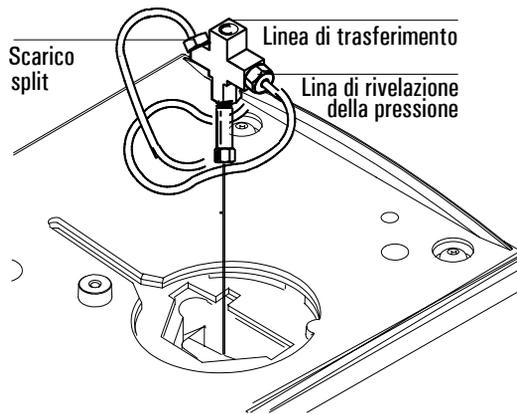
1. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] e disattivare la temperatura e la pressione dell'interfaccia. Lasciare raffreddare l'interfaccia.
2. Se lo si desidera, smontare la linea di trasferimento allentando il dado esagonale con una chiave da 1/4" Togliere la piastrina di bloccaggio dall'interfaccia allentando la vite con un cacciavite Torx T-20. Riporre la piastrina in un luogo sicuro.



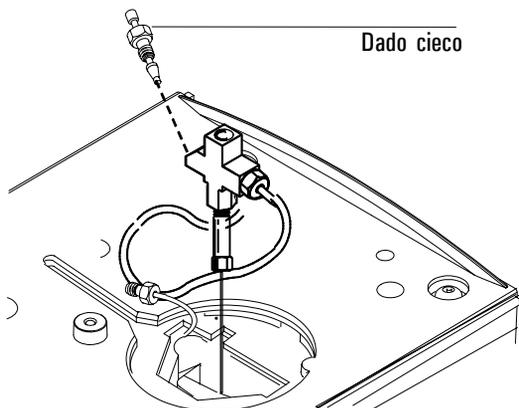
3. Sollevare delicatamente l'interfaccia dal blocco riscaldante.



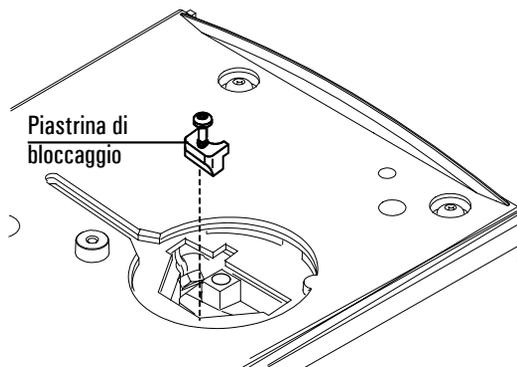
4. Allentare il dado esagonale che collega la linea dell'uscita dello split con l'interfaccia finché risulta possibile smontare il tubo. Riporre il tubo. Non è necessario montare alcun tappo di chiusura.



5. Installare un dado cieco sull'uscita della linea dello split e serrarlo manualmente. Serrare il dado di ancora 1/4 - di giro ruotando due chiavi (quella regolabile applicata sull'interfaccia e quella da 1/4 di pollice applicata sul dado) in direzioni opposte.



6. Collocare l'interfaccia nel blocco riscaldante. Riposizionare la piastra di bloccaggio che è stata tolta al punto 2 e stringere la vite fino all'arresto della stessa. Non serrare eccessivamente. Se è stata smontata la linea di trasferimento, rimontarla.



7. Ripristinare le normali condizioni di funzionamento del gascromatografo. Verificare che non vi siano perdite in corrispondenza dei raccordi dell'interfaccia.

Procedura: configurazione per l'iniezione diretta

Il gascromatografo non è in grado di riconoscere la presenza dell'uscita dello split. Quando si scollega o si ricollega l'uscita è pertanto necessario configurare lo strumento in modo da garantire il corretto funzionamento del sistema pneumatico.

1. Premere [Config] [Back Inlet] o [Config] [Front Inlet] a seconda dell'iniettore in uso.
2. Premere [Mode/Type].
3. Selezionare Split removed.
4. Premere [Back Inlet] o [Front Inlet]. Se il gascromatografo è configurato correttamente, sul display comparirà quanto segue:

BACK INLET (VI)			
Direct injection	-----		
Temp	250	250 <	
Sampling end		0.05	
Pressure	10.0	10.0	
Total flow		0.0	

Se l'interfaccia è stata configurata correttamente verrà visualizzata questa schermata

Come utilizzare la tabella di controllo

Direct injection Se il gascromatografo è stato configurato correttamente comparirà questa finestra.

Temp Temperatura dell'interfaccia effettiva e nominale

Sampling end L'intervallo di introduzione del campione, espresso in minuti. Il flusso è calcolato in base al valore di pressione attivo nel momento in cui comincia l'introduzione del campione.

Il valore di fine campionamento impostato nel campo Sampling end deve essere di 0,2 minuti più lungo del tempo necessario al campionatore per introdurre il campione. Ad esempio, il campionatore a spazio di testa 7694 ha un parametro chiamato "Inject time" che controlla il tempo per il quale la valvola rimane nella posizione di iniezione. Supponendo che il valore impostato nel campo Inject time sia 1 minuto, il valore da impostare nel campo Sampling end sarà 1,2 minuti. Se si utilizza un concentratore "Purge and Trap" 7695, il valore da impostare nel campo Sampling end va calcolato aggiungendo 0,2 minuti al parametro "Desorb time".

Se la colonna è definita e se è stato specificato un programma di incremento del flusso o della pressione in colonna, i gradienti non cominciano finché non è scaduto il tempo impostato nel campo Sampling end.

Pressure Pressione effettiva e stabilita dell'interfaccia prima dell'analisi e dopo il campionamento.

Total flow Flusso effettivo all'interfaccia. Questo è un valore di sola lettura, non un valore da impostare.

**Colonna definita o
colonna non definita**

BACK INLET (VI)		
Direct injection		
Temp	250	250 <
Sampl'g end	5.00	
Pressure	10.0	10.0
Total flow	20.0	

Alcuni valori di regolazione dei flussi sono interdipendenti. Modificandone uno possono cambiarne altri per un effetto di compensazione.

Tabella 57 Comportamento dei valori del sistema pneumatico in modalità diretta

Colonna definita	
Modificando il valore contenuto nel campo:	Cambiano i valori contenuti nei campi:
Prima e dopo il campionamento	
Pressure	Column flow* Total flow**
Column flow*	Pressure Total flow**
Durante il campionamento	
Durante il campionamento non è possibile modificare i valori della pressione e del flusso.	
Colonna non definita	
Prima e dopo il campionamento	
Il valore di regolazione del flusso in colonna Column flow* non è disponibile.	
E' possibile modificare il valore della pressione; gli altri valori non subiscono variazioni	
Durante il campionamento	
Durante il campionamento non è possibile modificare i valori della pressione e del flusso.	

*Questo valore compare nella tabella di controllo della colonna.

**Questo valore è solo effettivo.

Parametri di funzionamento

La [Tabella 58](#) contiene tutte le informazioni relative al campo di applicazione delle condizioni di funzionamento dell'interfaccia.

Tabella 58 Parametri di funzionamento in modalità diretta

Parametro	Intervallo di valori consentiti	Valore di partenza consigliato
Tempo di riscaldamento iniziale del forno (Oven initial time)	Da 0 a 999,9 minuti	≥ Sampling end (fine campionamento con l'interfaccia)
Temperatura interfaccia	Da ambiente + 10°C a 400°C	≥ temperatura della linea di trasferimento
Sampling end (fine campionamento)	Da 0 a 999,9 minuti	0,2 minuti in più del tempo di campionamento effettivo

Procedura: utilizzo della modalità diretta

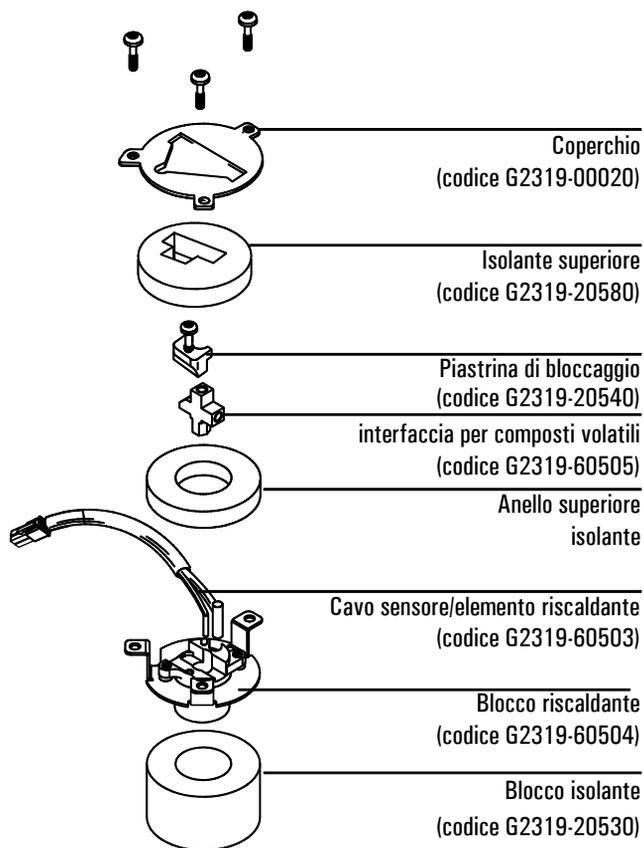
Queste istruzioni sono sia per la colonna *definita* sia per quella *non definita*.

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet].
 - a. Verificare che il gascromatografo sia configurato per l'iniezione diretta.
 - b. Impostare la temperatura dell'interfaccia.
 - c. Impostare la fine del campionamento. Impostare a 0,2 minuti dopo l'introduzione del campione.

BACK INLET (VI)		
Direct injection		
Temp	250	250 <
Sampl'g end	0.05	
Pressure	10.0	10.0
Total flow	0.0	

3. Assicurarsi che la riga Auto Prep Run sia impostata su On (vedere pagina [298](#)) o premere il tasto [Prep Run] prima di introdurre il campione.

Manutenzione di un'interfaccia per composti volatili



Non in figura: Modulo di flusso calibrato, codice G2319-60500
 Comando pneumatico unico, codice G2319-60501

Figura 69 Diagramma dell'interfaccia per composti volatili

Procedura: installazione delle colonne

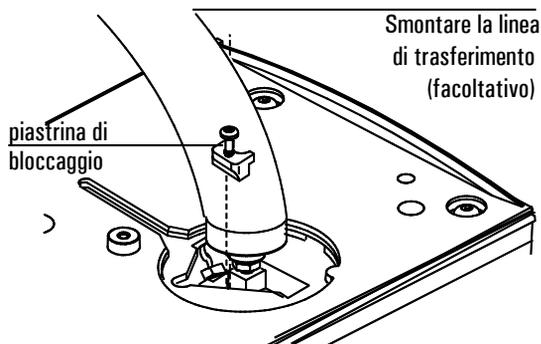
ATTENZIONE Indossare occhiali antinfortunistici per proteggere gli occhi dalle schegge volatili mentre si tagliano, si maneggiano o si installano le colonne. Fare attenzione a non pungersi.

ATTENZIONE Procedere con cautela! L'interfaccia può essere molto calda. Pericolo di ustioni.

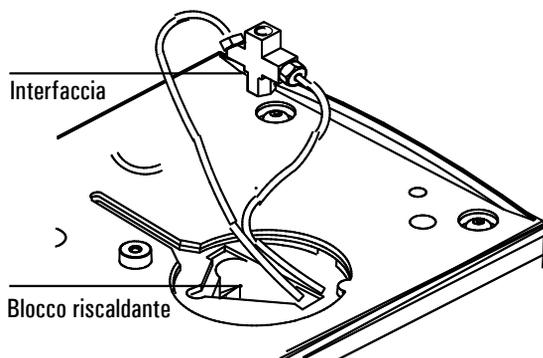
Occorrente:

- Dado della colonna e ferrula
 - Utensile taglia-colonne
 - Panno per la pulizia
 - Fluido per correzioni
 - Chiave da 1/4 di pollice
 - Chiave da 5/16 di pollice o regolabile
 - Righello
 - Cacciavite T-20 Torx
1. Premere [Oven] e impostare il forno su 35°C. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] e disattivare la temperatura e la pressione dell'interfaccia. Lasciare raffreddare l'interfaccia. Quando la temperatura del forno raggiunge il valore impostato, spegnere il forno.

2. Scollegare la linea di trasferimento se desiderato. Allentare il dado con una chiave da 1/4 di pollice e smontare la linea. Togliere la piastrina di bloccaggio dall'interfaccia allentando la vite con un cacciavite Torx T-20. Riporre la piastrina in un luogo sicuro.

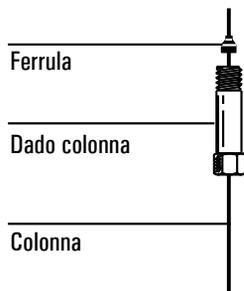


3. Sollevare l'interfaccia dal blocco riscaldante.

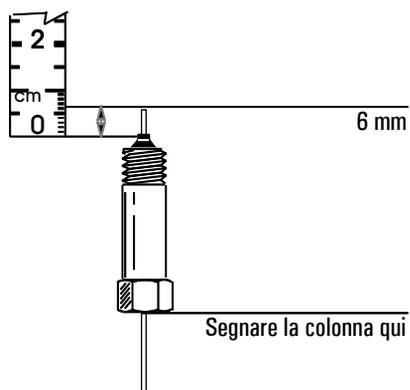


4. Dall'interno del forno, inserire e spingere la colonna attraverso l'apertura nella parte superiore del forno. Afferrare la colonna dall'alto.

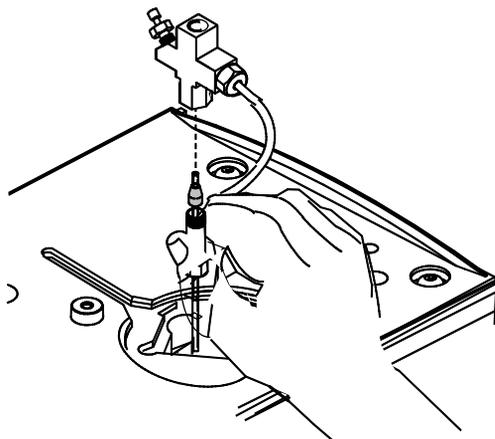
5. Collocare un dado per colonna capillare e la relativa ferrula sulla colonna e preparare l'estremità di quest'ultima. Se è necessaria assistenza per questa fase, consultare [“Procedura: preparazione delle colonne capillari”](#).



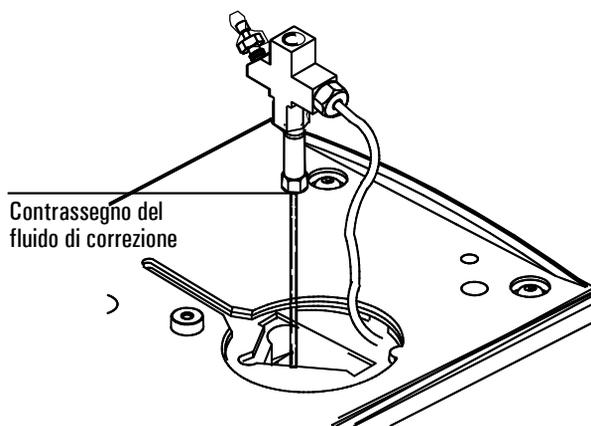
6. Posizionare la colonna in modo che sporga di 6 mm dalla ferrula. Marcare la colonna con il fluido correttore nel punto in cui termina il dado.



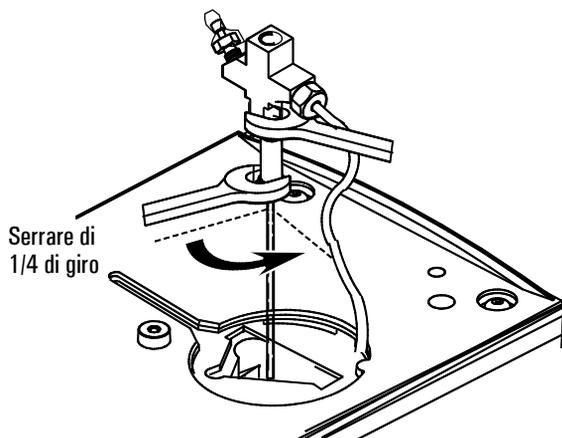
7. Inserire la colonna così preparata nell'interfaccia e serrare manualmente la ghiera.



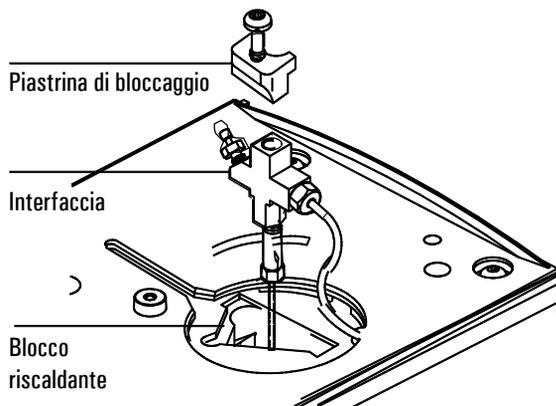
8. Aggiustare la posizione della colonna in modo che il segno bianco tracciato si trovi perfettamente a filo del bordo inferiore della ghiera.



9. Serrare la ghiera di un ulteriore 1/4 - 1/2 giro. Utilizzare la chiave regolabile per tenere l'interfaccia mentre si stringe il dado della colonna con la chiave da 1/4-di pollice finché non diventa possibile estrarre la colonna dal relativo raccordo tramite una leggera pressione.



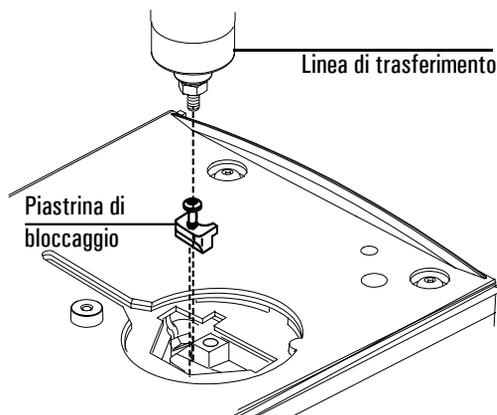
10. Rimontare l'interfaccia nel blocco riscaldante. Rimontare la piastrina di bloccaggio e serrare la vite finché risulta ben salda. Se è stata smontata la linea di trasferimento, reinstallarla.



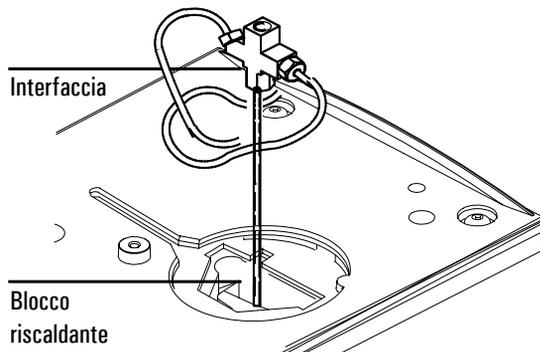
11. Dopo aver installato la colonna sia sull'interfaccia sia sul rivelatore, attivare un flusso di gas di trasporto attraverso l'interfaccia. Scaldare l'interfaccia alla temperatura d'esercizio. Se necessario, serrare ulteriormente i raccordi.

Procedura: sostituzione o pulizia dell'interfaccia**Materiale necessario:**

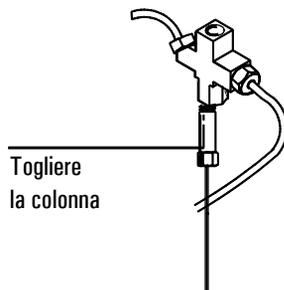
- Chiave da 1/4 di pollice o da 7-mm
 - Vaschetta a ultrasuoni o interfaccia nuova
 - Cacciavite T-20 Torx
1. Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli. Lasciar raffreddare il forno e l'interfaccia. Scollegare tutti i flussi di gas alla fonte o impostarli a 0 nella tabella di controllo dell'ingresso.
 2. Scollegare la linea di trasferimento. Allentare il dado con una chiave da 1/4 di pollice e smontare la linea. Togliere la piastrina di bloccaggio dall'interfaccia allentando la vite con un cacciavite Torx T-20. Riporre la piastrina in un luogo sicuro.



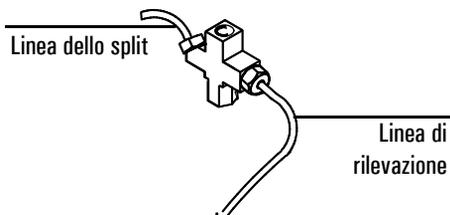
3. Sollevare l'interfaccia dal blocco riscaldante.



4. Se è installata una colonna, toglierla.



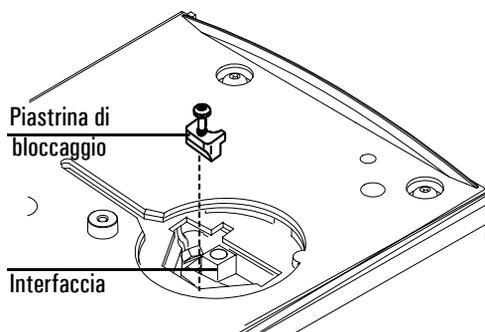
5. Smontare le linee dello split e del controllo della pressione allentando con la chiave i relativi dadi esagonali.



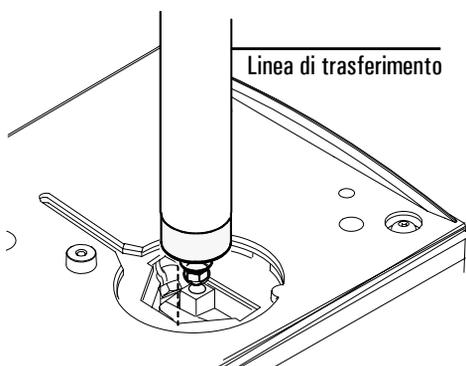
6. Pulire o sostituire l'interfaccia. Per pulire l'interfaccia immergerla in una vaschetta a ultrasuoni, sottoporla al trattamento due volte e poi sciacquare.

Reinstallare la linea di splittaggio e le linee di rilevazione quindi stringere i dadi esagonali con le dita. Stringere i dadi esagonali ancora di 1/4 di giro usando la chiave.

7. Reinstallare la colonna nell'interfaccia. Vedere [“Procedura: installazione delle colonne”](#).
8. Collocare l'interfaccia nel blocco riscaldante. Riposizionare la piastra di bloccaggio tolta in precedenza e stringere la vite fino all'arresto. Non serrare eccessivamente.



9. Reinstallare la linea di trasferimento. Serrare il dado dapprima manualmente e poi di un ulteriore 1/4 di giro con la chiave.



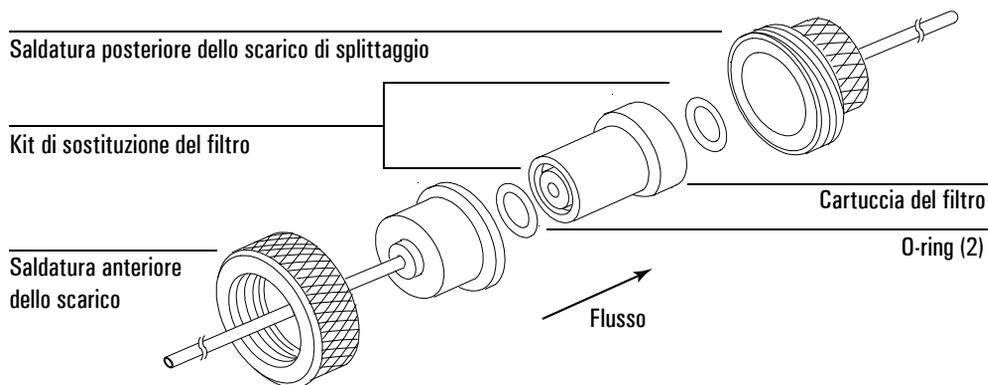
10. Dopo aver installato la colonna sia sull'interfaccia sia sul rivelatore, attivare un flusso di gas di trasporto attraverso l'interfaccia e mantenerlo per 10 - 15 minuti. Verificare che non vi siano perdite. Scaldare l'interfaccia alla temperatura d'esercizio e se necessario serrare ulteriormente i raccordi.

Sostituzione del filtro della trappola dello scarico di splittaggio

ATTENZIONE Spegnere il forno ed il riscaldatore dell'iniettore che utilizza la trappola dello scarico di splittaggio e lasciarli raffreddare. Disattivare la pressione del gas di trasporto.

La trappola dello scarico di splittaggio può contenere quantità residue di campione o altre sostanze chimiche utilizzate nel GC. Seguire le procedure di sicurezza adatte per la manipolazione di questo tipo di sostanze durante la sostituzione della cartuccia del filtro della trappola.

1. Spegnere l'iniettore ed il forno e lasciarli raffreddare.
2. Impostare tutti i flussi del GC a zero.
3. Togliere il coperchio del sistema pneumatico.
4. Sollevare il gruppo della trappola dal supporto di montaggio e svitare il dispositivo della trappola del filtro.



5. Togliere le vecchie cartucce ed i vecchi O-ring e sostituirli.
6. Rimontare la trappola.
7. Verificare che non vi siano perdite.

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

La presenza di perdite nel sistema di circolazione del gas può influenzare in maniera sostanziale i risultati cromatografici. La seguente procedura consente la verifica del sistema fino al modulo di flusso dell'interfaccia escluso. Se questa parte del sistema di dimostra priva di perdite, passare alla procedura successiva per controllare l'interfaccia e il relativo modulo.

È consigliato l'uso di rivelatori di perdite che utilizzano liquidi, soprattutto nelle applicazioni che richiedono la massima pulizia. Nel caso in cui le prove di tenuta vengano effettuate con un fluido, sciacquare immediatamente lo strumento per eliminare i residui di sapone.

ATTENZIONE Per evitare qualsiasi potenziale rischio di scossa elettrica, quando per le prove di tenuta si utilizza un fluido, spegnere il gascromatografo e staccare il cavo di alimentazione. Prestare attenzione a non far cadere gocce di soluzione sui cavi elettrici, soprattutto quelli dell'elemento riscaldante del rivelatore.

Materiale necessario:

- Un rivelatore di perdite elettronico in grado di rivelare il tipo di gas in uso oppure fluido di rivelazione. Se si utilizza il fluido, pulire il liquido in eccesso al termine della prova.
 - Due chiavi da 7/16 di pollice
1. Con il rivelatore di perdite scelto controllare tutti i punti di raccordo.
 2. Eliminare le perdite serrando meglio i raccordi. Ripetere il test sui raccordi che presentavano perdite. Continuare a serrare e a verificare finché tutti i raccordi risultano perfettamente serrati.

Procedura: prova di tenuta del sistema

I punti all'interno di un sistema interfaccia/campionatore nei quali possono verificarsi delle perdite sono diversi. Questa procedura permette di determinare, in generale, se nel sistema è presente una perdita di dimensioni eccessive. Se nell'iniettore vi sono perdite, utilizzare un rivelatore elettronico per individuare il componente che perde.

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e l'interfaccia possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

Materiale necessario:

- Ferrula cieca
 - Chiave da 7/16 di pollice
 - Due tappi SWAGELOK da 1/8 di pollice
 - Guanti (se l'interfaccia è calda)
 - Chiave da 1/4 di pollice o da 7 mm
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - a. Se sono stati inseriti parametri da non perdere, memorizzarli
 - b. Raffreddare il forno a temperatura ambiente, quindi spegnerlo.
 - c. Quando il forno è freddo, togliere pressione all'interfaccia dalla tastiera di comando
 - d. Smontare la colonna, se installata, e chiudere il relativo raccordo con un dado e una ferrula cieca.
 2. Chiudere i raccordi dello spurgo del setto e dell'uscita dello split situati sul modulo di flusso con un tappo Swagelock da 1/8 di pollice.
 3. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet] a seconda che sia utilizzato l'iniettore anteriore o posteriore. Inserire un valore di pressione compreso tra 20 e 25 psi o, se maggiore, quello normalmente usato. Assicurarsi che la pressione all'origine superi di almeno 10 psi la pressione dell'interfaccia. Attendere qualche minuto che la pressione si stabilizzi.

4. Togliere la pressione. Poiché lo spurgo del setto, l'uscita dello split e la colonna sono chiusi, la pressione dovrebbe rimanere pressoché costante. Desiderando isolare completamente il sistema pneumatico disinserire la pressione all'origine.
5. Continuare a monitorare la pressione per 10 - 15 minuti. La pressione deve scendere di circa 1 psi durante i primi 1 - 2 minuti. Dopo questa diminuzione iniziale, la pressione non dovrebbe scendere di oltre 0,03 psi/min.

Se la caduta di pressione è inferiore a 0,03 psi/min il sistema interfaccia-campionatore per fase gassosa può essere considerato privo di perdite.

Se la pressione scende più rapidamente del valore consentito è necessario controllare l'interfaccia e il campionatore separatamente, per determinare la fonte della perdita. Vedere [“Procedura: preparazione dell'interfaccia per una prova di tenuta”](#) per creare un sistema a flusso chiuso, quindi tornare a questa sezione e portare a termine nuovamente le fasi da 3 a 5.

Se viene riscontrata una perdita nell'interfaccia, consultare [“Procedura: eliminazione delle perdite”](#).

Se l'interfaccia si dimostra priva di perdite controllare il dispositivo di campionamento. Per le istruzioni vedere il manuale d'uso del campionatore.

Procedura: preparazione dell'interfaccia per una prova di tenuta

Per effettuare le prove di tenuta dell'interfaccia separatamente dal campionatore per gas è necessario scollegare quest'ultimo dall'interfaccia, in modo da isolarne il sistema del flusso.

ATTENZIONE Procedere con cautela! Il forno e l'interfaccia possono essere molto caldi. Pericolo di ustioni.

Materiale necessario:

- Dado maschio da 1/16 di pollice per GC
 - Ferrula in Vespel/grafite
1. Scollegare la linea di trasferimento dall'interfaccia (vedere pagina [503](#)).
 2. Scollegare la linea del gas di trasporto dal campionatore (vedere pagina [504](#) se si utilizza un campionatore a spazio di testa o pagina [507](#) se si utilizza un concentratore "Purge and Trap".)
 3. Preparare l'estremità della linea del gas di trasporto con un dado maschio da 1/16 di pollice e la ferrula in Vespel/grafite.
 4. Collegare la linea del gas di trasporto all'interfaccia nel punto dal quale è stata staccata la linea di trasferimento e serrare il dado dapprima manualmente e poi di un ulteriore 1/4 - 1/2 giro con la chiave da 1/4"
 5. Tornare alla sezione "Esecuzione delle prove di tenuta del sistema" e ripetere le fasi da 3 a 5.

Procedura: eliminazione delle perdite**Materiale necessario:**

- Rivelatore di perdite elettronico
 - Utensili per serrare i raccordi che perdono: chiave da 1/4 o 5/16 di pollice o da 7 mm
1. Con il rivelatore di perdite elettronico controllare tutti i punti dell'interfaccia potenzialmente fonte di perdite. Sono punti potenzialmente a rischio:
 - l'uscita dello spurgo chiusa,
 - l'uscita dello split chiusa,
 - il punto di innesto della colonna,
 - la zona in cui le linee dei gas sono collegate all'interfaccia.
 2. Con l'apposita chiave stringere i raccordi in modo da eliminare le perdite. Eventualmente ripetere la prova di tenuta.

Se la caduta di pressione è inferiore a 0,03 psi/min il sistema interfaccia può essere considerato privo di perdite.

Se la pressione diminuisce ad una velocità maggiore, continuare a cercare le perdite e ripetere la prova di tenuta. Se tutti i raccordi risultano in ordine ma l'interfaccia continua a perdere troppa pressione, può essere necessario sostituire il modulo. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Collegamento a una campionatore di gas esterno

La [Figura 70](#) illustra un dispositivo di campionamento dei gas collegato all'interfaccia per sostanze volatili.

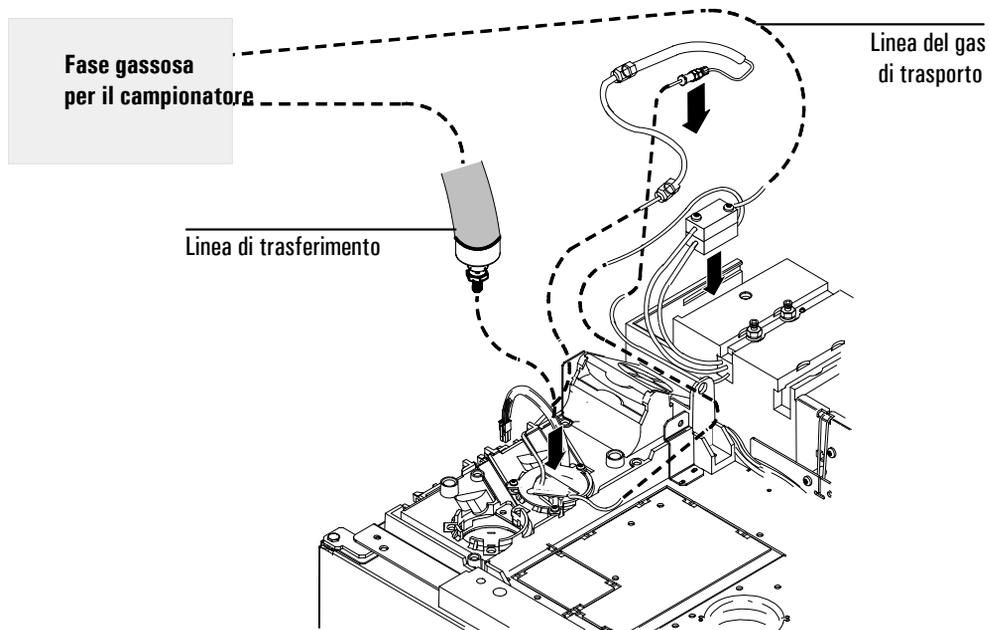
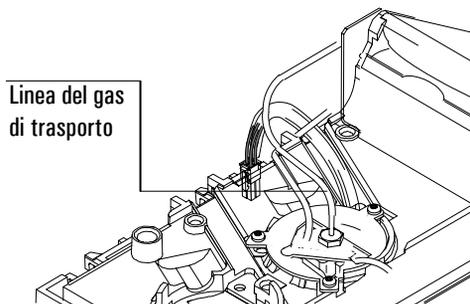


Figura 70 Diagramma di flusso di un dispositivo di campionamento esterno

Procedura: collegamento del campionatore a spazio di testa 7694**Materiale necessario:**

- Dado Swagelok da 1/8 di pollice
 - Riduttore da 1/16 di pollice a 1/8 di pollice
 - Set di ferrule da 1/8 di pollice
 - Chiavi
 - una da 7/16 di pollice
 - due da 5/16 di pollice
 - una da 1/4 di pollice
 - una da 7 mm
1. Con una chiave da 1/4 di pollice togliere dall'interfaccia per composti volatili la linea del gas di trasporto con l'etichetta "supply" (alimentazione).



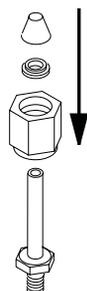
2. Togliere il raccordo a innesto e la ferrula in Vespel/grafite dalla linea del gas di trasporto. Conservare le parti per un uso successivo.



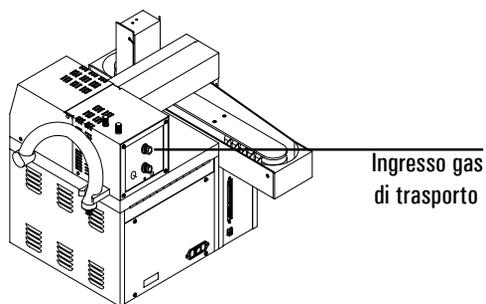
3. Smontare il dado e le ferrule metalliche del riduttore da 1/16 a 1/8 di pollice. Conservare le parti.



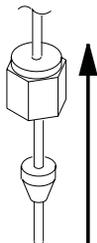
4. Infilare sull'estremità non filettata del riduttore un dado Swagelok, una ferrula posteriore e una ferrula anteriore, tutti da 1/8 di pollice.



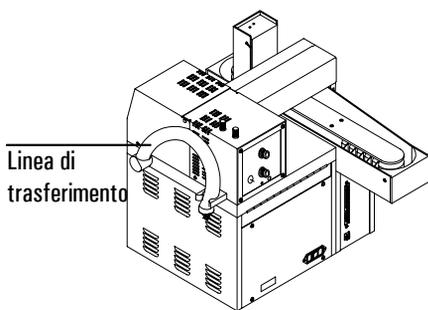
5. Collegare il riduttore alla bocca di alimentazione del gas con l'etichetta "Carrier" (gas di trasporto) situata sul retro del campionatore a spazio di testa, utilizzando una chiave da 7/16- di pollice per stringere il dado Swagelok da 1/8 di pollice. Stringere il dado con le dita per 1/4 di giro.



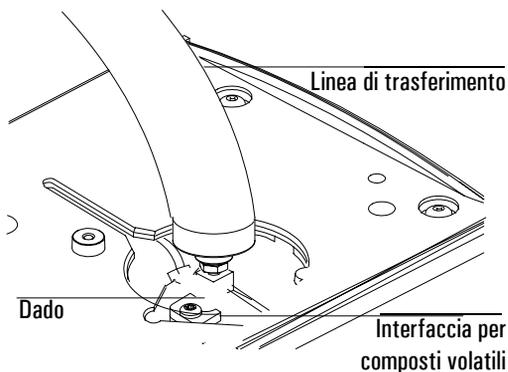
- Infilare sull'estremità della linea di trasporto il dado femmina da 1/16 di pollice smontato nella fase 3 e una ferrula in Vespel grafitizzata smontata nella fase 2.



- Collegare la linea del gas di trasporto all'apertura di alimentazione del gas. Stringere il dado Swagelok da 1/16 di pollice prima manualmente e poi di ancora 1/4 di giro. Non serrare eccessivamente. Se il raccordo perde, serrare di un ulteriore 1/8 di giro.
- Individuare il tubo della linea di trasferimento del campionatore.



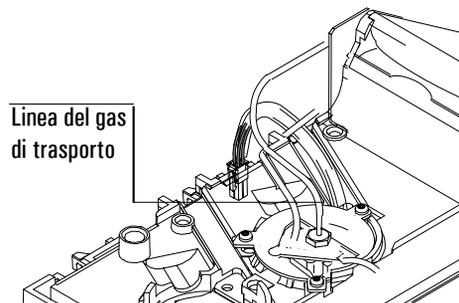
- Collegare la linea di trasferimento (con il dado e la ferrula in acciaio premontate) all'interfaccia. Stringere il dado con le dita per 1/4 di giro. Non serrare eccessivamente. Se il dado perde, serrare di un ulteriore 1/8 di giro.



Procedura: collegamento del concentratore Purge and trap 7695**Materiale necessario:**

- Dado Swagelok da 1/16 di pollice
- Ferrula in Vespel/grafite della misura adatta per la linea di trasferimento
- Utensile taglia-colonne (per silice fusa)
- Chiavi da 5/16 e 1/4 di pollice
- Fluido per correzioni
- Righello

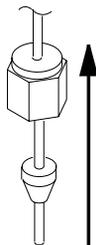
1. Con una chiave da 1/4 di pollice smontare dall'interfaccia per composti volatili la linea del gas di trasporto con l'etichetta "Supply" (alimentazione).



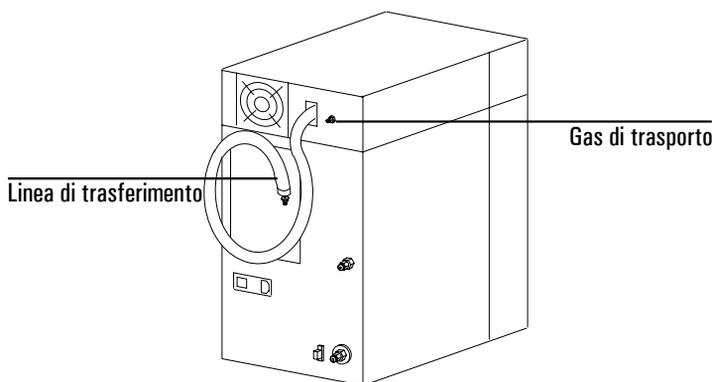
2. Smontare il dado e la ferrula in Vespel grafitizzata dalla linea del gas di trasporto. Conservare le parti.



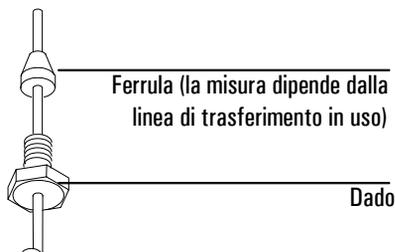
- Infilare sull'estremità della linea del gas di trasporto un dado Swagelok da 1/16 di pollice e la ferrula in Vespel grafitizzata smontata nella fase 2.



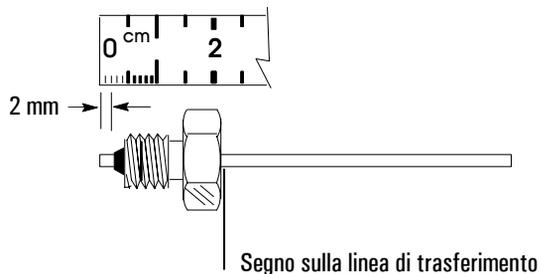
- Collegare la linea del gas di trasporto all'apertura di alimentazione del gas con l'etichetta "Carrier" (gas di trasporto) situata sul retro del concentratore P&T usando una chiave da 5/16 di pollice. Stringere il dado con le dita per 1/4 di giro. Non serrare eccessivamente. Se il dado perde stringere ancora di 1/8 di giro.



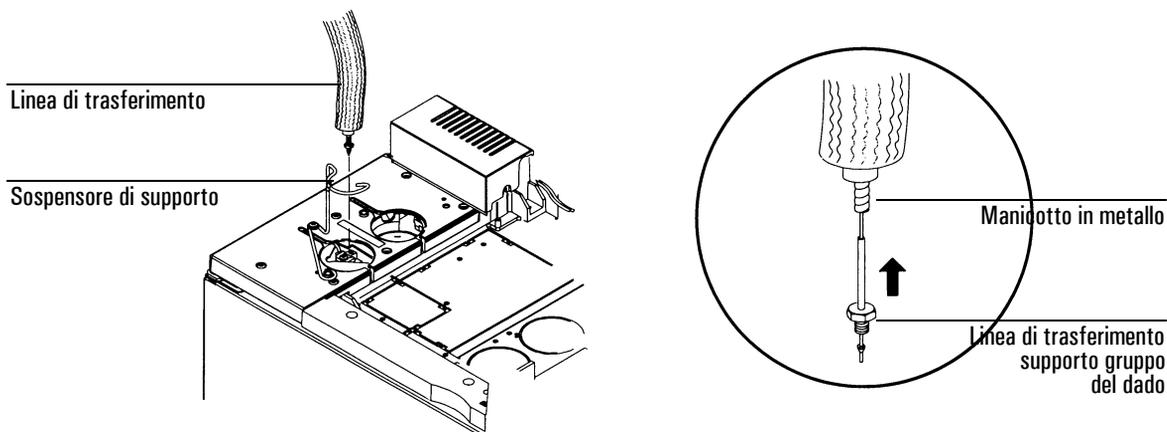
- Infilare sull'estremità della linea di trasferimento del P&T il dado da 1/16 di pollice smontato nella fase 2 e una ferrula in Vespel grafitizzata di misura adeguata.



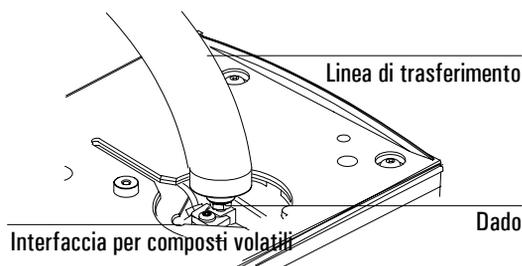
6. Se si utilizza una linea di trasferimento *placcata in nickel* passare direttamente alla fase 8. Se si utilizza una linea di trasferimento in *silice fusa*, preparare l'estremità della linea.
7. Posizionare la linea di trasferimento in modo che spunti di 2 mm dalla ferrula e con il correttore fluido marcare la linea di trasferimento nel punto in cui termina il dado maschio.



8. Per collegare la linea di trasferimento all'interfaccia per composti volatili, installare prima il dado di supporto della linea in cima ed all'interno del manicotto metallico del dispositivo della linea di trasferimento riscaldato.



Collegare la linea di trasferimento all'interfaccia per campioni volatili serrando manualmente il dado maschio da 1/16 mentre si aggiusta la posizione della linea di trasferimento in modo che il segno tracciato con il correttore rimanga allineato con il dado. Stringere il dado di 1/4 di giro con una chiave da 1/4 di pollice, dopo aver serrato manualmente. Non serrare eccessivamente. Se il connettore perde, stringere di un ulteriore 1/8 di giro fino a completa tenuta.



9. Dopo aver installato la colonna sia sull'interfaccia sia sul rivelatore, attivare un flusso di gas di trasporto attraverso l'interfaccia e mantenerlo per 10 - 15 minuti. Verificare che non vi siano perdite. Scaldare l'interfaccia alla temperatura d'esercizio e se necessario serrare ulteriormente i raccordi.

19 Iniettori senza EPC

Iniettore per impaccate

**Iniettore split/splitless -
modalità split**

**Ingresso split/splitless -
modalità splitless**

Configurazione

Procedura: configurazione
di un iniettore senza EPC

Tabelle di controllo dell'iniettore

Tabelle di controllo della colonna

Procedura: impostazione del flusso
del gas di trasporto per l'iniettore
per impaccate

Procedura: impostazione dei flussi
per l'iniettore split

Procedura: impostazione dei flussi
per la modalità splitless

Iniettori senza EPC

I comandi per questi sistemi si trovano su un modulo pneumatico applicato al lato sinistro del gascromatografo.

Iniettore per impaccate

L'unica regolazione da eseguire riguarda il flusso del gas di trasporto attraverso la colonna. Il flusso di spurgo del setto viene impostato automaticamente in base alla pressione del gas alla fonte. Può essere misurato all'uscita posta sul pannello frontale.

Iniettore split/splitless - modalità split

Il gas di trasporto si divide tra la colonna e l'uscita dello split, dipende dalle rispettive perdite di carico. Una piccola quantità di gas lambisce la parte inferiore del setto e viene eliminata dall'uscita dello spurgo del setto.

Ingresso split/splitless - modalità splitless

In un'iniezione splitless viene attivata da [Prep Run] la valvola che impedisce l'eliminazione del gas di trasporto dalla parte inferiore dell'inserito. Il flusso totale non cambia, ma la maggior parte viene eliminata attraverso la linea di spurgo del setto. Tutto il gas di trasporto che attraversa l'inserito passa nella colonna, quindi viene trasferito anche tutto il campione.

Nel momento di attivazione dello spurgo dell'iniettore, la valvola si apre e permette l'uscita dei vapori residui nell'iniettore. Il sistema si trova ora nella configurazione split, in cui il flusso dello spurgo e il vapore residuo – per la maggior parte solvente – esce dallo scarico di splittaggio .

Configurazione

Il gascromatografo è in grado di rilevare un iniettore senza EPC e infatti cerca i raccordi dell'elemento riscaldante/sensore senza determinarne il tipo.

È l'utente a dover fornire questa informazione mediante la configurazione.

Procedura: configurazione di un iniettore senza EPC

1. Premere [Config], selezionare Instrument e premere [Enter].

```

CONFIG INSTRUMENT
Serial#  US00100001
Auto prep run    Off
F inlet type:   S/SL <
B inlet type:   S/SL
  
```

2. Selezionare l'iniettore e premere [Mode/Type].

```

FRONT INLET TYPE
Purged packed
*Split/splitless
Cool on-column  <
Unknown
None
  
```

3. Selezionare un tipo e premere [Enter].

Premere [Config][Front Inlet] o [Back Inlet].

```

CONFIG FRONT INLET
Gas type        He <
  
```

5. Premere [Mode/Type], selezionare un gas e premere [Enter].

Tabelle di controllo dell'iniettore

Le tabelle di controllo degli iniettori senza EPC sono simili a quelle delle versioni con EPC, con la differenza che non esistono i valori di regolazione del flusso e della pressione.

Iniettore per impaccate

FRONT INLET (He)		
Temp	150	150 <

Iniettore split/splitless nella modalità split

FRONT INLET (He)		
Mode:		Split <
Temp	150	150

Iniettore split/splitless nella modalità splitless

FRONT INLET (He)		
Mode:		Splitless <
Temp	150	150
Purge time		2.00

Figura 71 Tabelle di controllo degli iniettori senza EPC

Tabelle di controllo della colonna

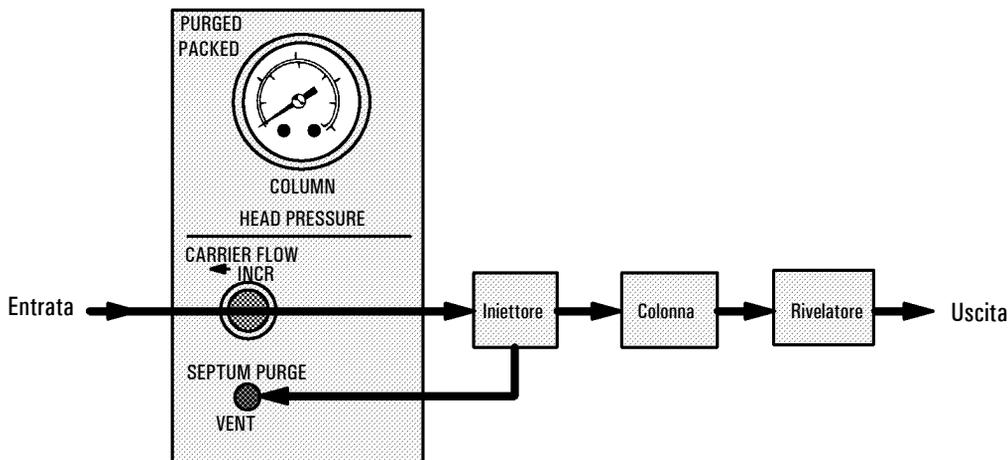
Quando un iniettore split/splitless senza EPC viene utilizzato con una colonna definita, la tabella di controllo di quest'ultima diventa un calcolatore. L'utente non può controllare i flussi dalla tastiera, tuttavia può decidere di impostarli manualmente.

Column 1 (He)		
Dim	30.0 m	320 u
Pressure		0.0
Calc flow		0.0
Calc velocity		0

Inserire un valore di pressione. Vengono calcolati e visualizzati il flusso e la velocità lineare media.

Procedura: impostazione del flusso del gas di trasporto per l'iniettore per impaccate

Questo è il percorso del flusso interno allo strumento:



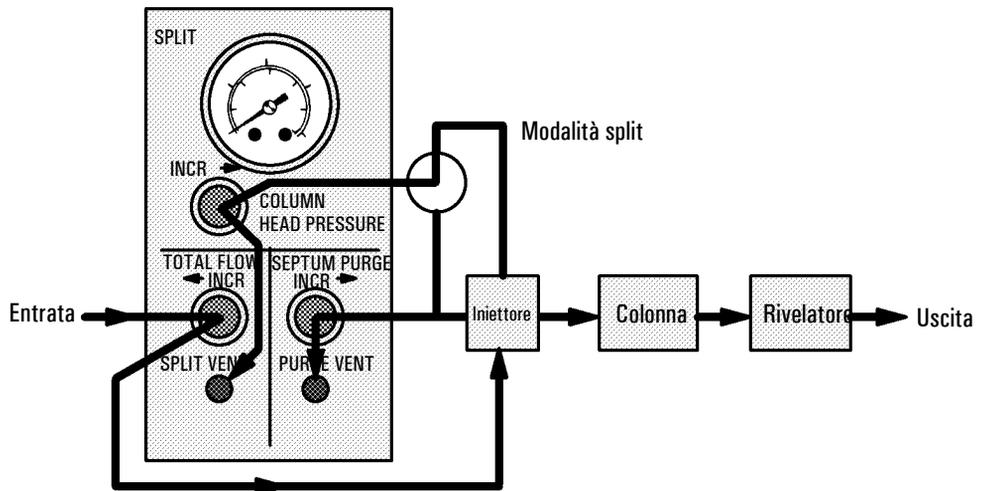
1. Localizzare la manopola contrassegnata con CARRIER FLOW. Girarla in *sensu orario* fino al punto di arresto. Non forzare la manopola: si chiude infatti con un arresto “morbido”.
2. Aprire la valvola della bombola del gas di trasporto e impostare la pressione del regolatore a due stadi a 410 kPa (60 psi). Se è presente un regolatore locale nella linea del gas di trasporto, impostare il regolatore della bombola a 550 kPa (80 psi) e quello locale a 410 kPa (60 psi).

3. Applicare un flussimetro all'uscita del rivelatore. A questo punto non dovrebbe esserci flusso. In caso contrario, disattivare i flussi dei gas del rivelatore dalla tastiera.
4. Ruotare la manopola CARRIER FLOW verso ◀INCR per attivare il gas di trasporto. Regolare e misurare il flusso fino ad ottenere quello desiderato. Se necessario, aumentare la pressione alla fonte.

Lo spurgo del setto viene impostato automaticamente.

Procedura: impostazione dei flussi per l'iniettore split

Questo è il percorso del flusso interno allo strumento:

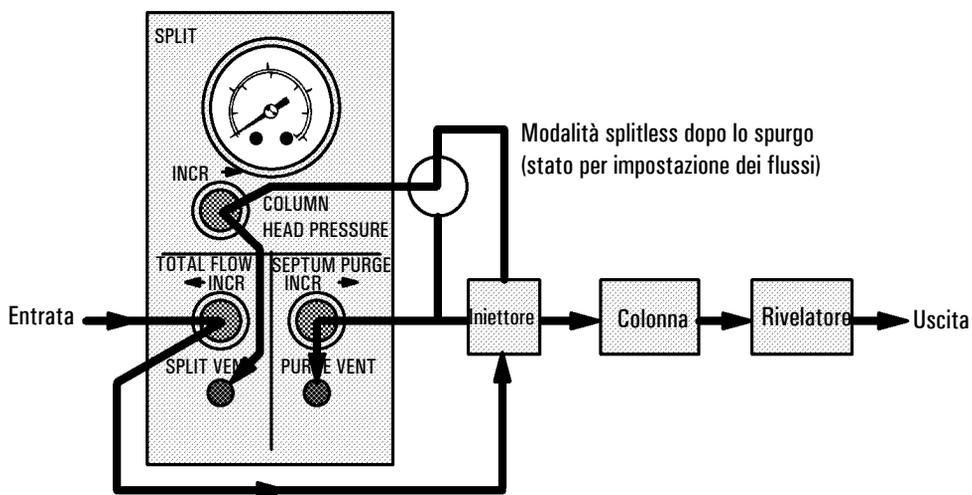
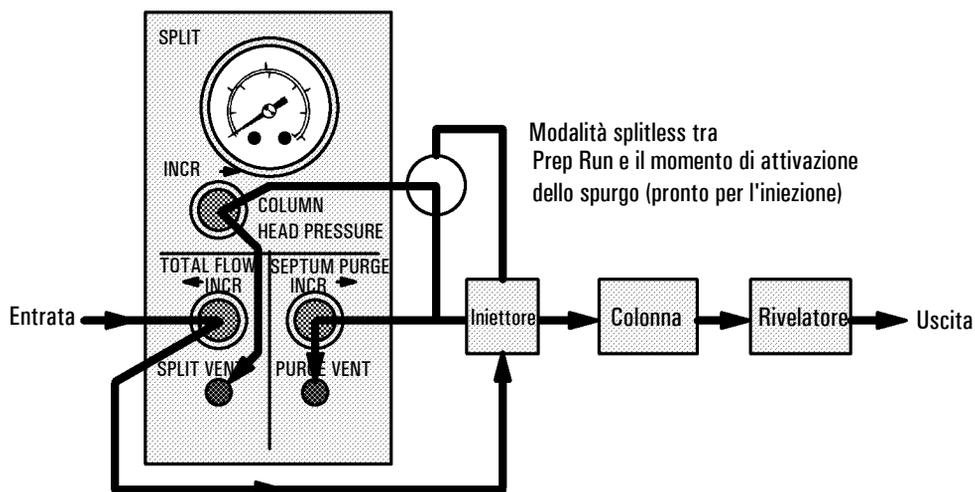


1. Localizzare la manopola contrassegnata con TOTAL FLOW. Girarla in *sensu orario* fino al punto di arresto. Non forzare la manopola: si chiude infatti con un arresto "morbido".
2. Localizzare la manopola contrassegnata con SEPTUM PURGE. Ruotarla in *sensu antiorario* per arrestare il flusso. Non esiste una posizione di arresto precisa: quando la manopola gira a vuoto (sembra che non tocchi niente all'interno), significa che il flusso è disattivato.

3. Aprire la valvola della bombola del gas di trasporto e impostare la pressione del regolatore a due stadi a 410 kPa (60 psi). Se è presente un regolatore locale nella linea del gas di trasporto, impostare il regolatore della bombola a 550 kPa (80 psi) e quello locale a 410 kPa (60 psi). Se si utilizzano colonne capillari di piccolo diametro, possono essere necessarie pressioni più elevate.
4. Applicare un flussimetro all'uscita del rivelatore. A questo punto non dovrebbe esserci flusso. In caso contrario, disattivare i flussi dei gas del rivelatore dalla tastiera.
5. Ruotare la manopola TOTAL FLOW verso ◀ INCR per attivare il flusso del gas di trasporto.
6. Ruotare la manopola COLUMN HEAD PRESSURE verso INCR. ▶ Regolare e misurare il flusso fino ad ottenere quello desiderato. In caso contrario, aumentare TOTAL FLOW finchè possibile. Utilizzare TOTAL FLOW per la regolazione approssimata e COLUMN HEAD PRESSURE per la regolazione di precisione.
7. Spostare il flussimetro sul connettore SPLIT VENT. Misurare e regolare TOTAL FLOW fino ad ottenere il flusso di splittaggio desiderato. Se necessario, aumentare la pressione alla fonte.
8. Spostare il flussimetro sul connettore PURGE VENT. Ruotare la manopola SEPTUM PURGE verso INCR▶ per ottenere il flusso dello spurgo del setto desiderato.
9. Ripetere i punti 6, 7 e 8 fino ad ottenere tutti i flussi corretti.

Procedura: impostazione dei flussi per la modalità splitless

Questi sono i percorsi dei flussi interni allo strumento:



1. Localizzare la manopola contrassegnata con TOTAL FLOW. Girarla in *senso orario* fino al punto di arresto. Non forzare la manopola: si chiude infatti con un arresto "morbido".

2. Localizzare la manopola contrassegnata con SEPTUM PURGE . Ruotarla in *sensu antiorario* per arrestare il flusso. Non esiste una posizione di arresto precisa: quando la manopola gira a vuoto (sembra che non tocchi niente all'interno), significa che il flusso è disattivato.
3. Aprire la valvola della bombola del gas di trasporto e impostare la pressione del regolatore a due stadi a 410 kPa (60 psi). Se è presente un regolatore locale nella linea del gas di trasporto, impostare il regolatore della bombola a 550 kPa (80 psi) e quello locale a 410 kPa (60 psi). Se si utilizzano colonne capillari di piccolo diametro, possono essere necessarie pressioni più elevate.
4. Applicare un flussimetro all'uscita del rivelatore. A questo punto non dovrebbe esserci flusso. In caso contrario, disattivare i flussi dei gas del rivelatore dalla tastiera.
5. Ruotare la manopola TOTAL FLOW verso ◀ INCR per attivare il flusso del gas di trasporto.
6. Ruotare la manopola COLUMN HEAD PRESSURE verso INCR▶. Regolare e misurare il flusso fino ad ottenere quello desiderato. In caso contrario, aumentare TOTAL FLOW finchè possibile. Utilizzare TOTAL FLOW per la regolazione approssimata e COLUMN HEAD PRESSURE per la regolazione di precisione.
7. Spostare il flussimetro sul connettore SPLIT/SPLITLESS INLET VENT . Misurare e regolare TOTAL FLOW fino ad ottenere il flusso di splittaggio desiderato. Se necessario, aumentare la pressione alla fonte.
8. Spostare il flussimetro sul connettore SEPTUM PURGE VENT. Ruotare la manopola SEPTUM PURGE verso INCR▶ per ottenere il flusso dello spurgo del setto desiderato.
9. Ripetere i punti 6, 7 e 8 fino ad ottenere tutti i flussi corretti.

20 Il modulo di controllo della pneumatica

Uso del modulo di controllo della pneumatica

Funzionamento del PCM

Con sistema di iniezione

Con una valvola o altri dispositivi

Le tabelle di controllo

Colonna impaccata o colonna non definita

Colonne capillari definite

Procedura: uso di colonne capillari impaccate o non definite

Procedura: utilizzo di colonne capillari definite

Manutenzione del modulo PCM

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

Il modulo di controllo della pneumatica

Uso del modulo di controllo della pneumatica

Il modulo di controllo della pneumatica (PCM) è dotato di un canale di controllo del flusso o della pressione che sostituisce il modulo standard di controllo elettronico del flusso (ECM) per quel canale. Non ha bisogno di essere collegato a nessun tipo particolare di iniettore.

Il PCM è in grado di controllare flussi e pressioni di gas per un certo numero di applicazioni quali:

- Iniettori standard non Agilent;
- Qualsiasi applicazione per la quale non siano richiesti iniettori: Ad esempio, il PCM può fornire flusso o pressione a una colonna collegata ad una valvola di campionamento del gas. Altre applicazioni delle valvole possono includere l'erogazione di un flusso di gas ausiliario, in particolare se si utilizzano colonne impaccate.
- Dispositivi di preparazione del campione: i campionatori Agilent a spazio di testa e Purge and Trap spesso richiedono un sistema di controllo dei gas di scarico;
- Tubi del catalizzatore o altri dispositivi di conversione, come il tubo del catalizzatore nickel. Questi dispositivi richiedono spesso una sorgente controllata di gas di makeup o gas reattivo.

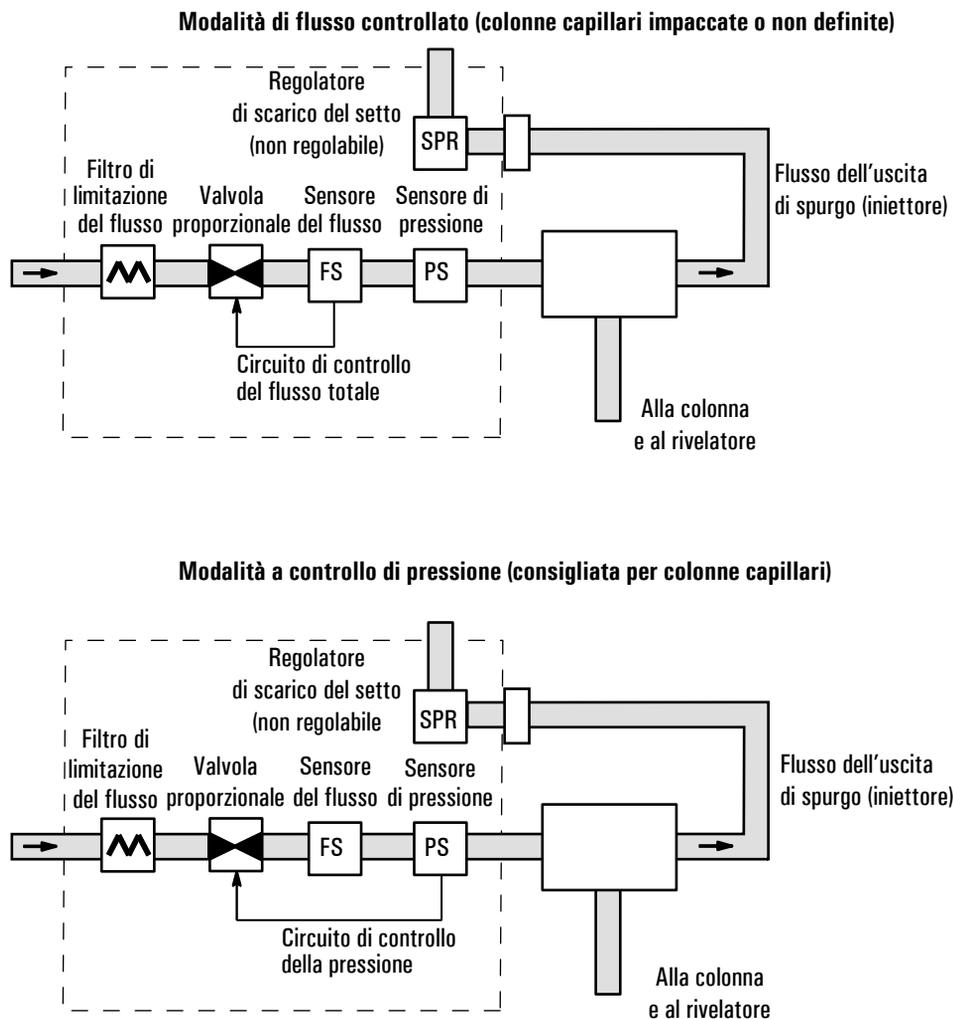


Figura 72 Il modulo di controllo della pneumatica

Funzionamento del PCM

Con sistema di iniezione

Alcuni tipi di iniettore utilizzano il raffreddamento ad aria compressa per ridurre la durata del ciclo termico. Il raffreddamento ad aria compressa deve essere configurato prima dell'uso.

Per configurare il raffreddamento ad aria compressa

1. Premere il tasto [Config] seguito dal tasto [Front Inlet]. Compare una finestra simile a quella qui riportata.

```
CONFIG FRONT INLET
Gas type           He<
Cooling type       Air
Air Cooling        Off
Coolant fault      On
```

2. Scorrere verso il basso fino alla linea che riporta Air Cooling quindi premere il tasto [ON]. Compare una finestra simile a quella qui riportata.

```
CONFIG FRONT INLET
Gas type           He<
Cooling type       Air
Air Cooling        On
Coolant fault      On
```

Quando Air Cooling si trova impostato su On, il connettore della valvola posteriore è alimentato in modo da azionare l'attuatore dell'aria compressa.

3. Il sistema di iniezione è ora configurato per il raffreddamento ad aria e pronto per l'uso.

Con una valvola o altri dispositivi

Se si usa il PCM con una valvola esso viene spesso collegato in serie con la valvola (o un altro dispositivo) e la colonna, in modo da produrre un flusso di gas regolato attraverso la valvola (o il dispositivo) e nella colonna.

Le tabelle di controllo

Il PCM è in grado di controllare sia il flusso all'iniettore/valvola/dispositivo sia la pressione applicata ad una colonna ad esso collegata. La configurazione della colonna determina unicamente se il PCM fornisce controllo del flusso o della pressione. Se viene utilizzata una colonna capillare e la colonna è definita, l'iniettore è a controllo di pressione. Se la colonna non è definita (colonne impaccate e colonne capillari non definite), l'iniettore è a controllo di flusso.

Per ulteriori informazioni sulle procedure di configurazione delle colonne, l'impostazione della pressione, ecc., vedere ["Controllo del flusso e della pressione"](#).

Colonna impaccata o colonna non definita

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off
Pressure	0.0	
Tot flow	0.0	Off

Iniettore

COLUMN 1 (He)		
Dimensions unknown		
Pressure	0.0	
Flow	0.0	Off
Mode: Constant flow		

Colonna

Temp I valori di impostazione e la temperatura effettiva vengono riportati se è installato un iniettore o un altro dispositivo riscaldato.

Pressure Il valore effettivo della pressione (in psi, bar o kPa) in ingresso. Non è possibile inserire un valore di impostazione.

Tot flow Inserire il valore desiderato; viene visualizzato il valore effettivo.

Colonne capillari definite

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off<
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	
Pressure	0.0	
Total flow	0.0	Off

Colonna definita

Temp I valori di impostazione e la temperatura effettiva vengono riportati se è installato un iniettore o un altro dispositivo riscaldato.

Pressure L'iniettore è controllato dalla pressione. Inserire il valore di regolazione (in psi, bar o kPa), viene visualizzato il valore effettivo.

Tot flow Il flusso totale effettivo in ingresso. Questo è un valore di sola lettura, non un valore da impostare.

Procedura: uso di colonne capillari impaccate o non definite

Se la colonna non è definita, sono disponibili solo le modalità a controllo di flusso.

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Se è stato installato un sistema di iniezione premere [Front Inlet] o [Back Inlet] ed inserire una temperatura.

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off<
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	
Pressure	0.0	
Total flow	0.0	Off

Pressione (solo visualizzazione)

Impostazione del flusso

Colonna non definita

3. Iniettare il campione (o cambiare il funzionamento della valvola).

Procedura: utilizzo di colonne capillari definite

La procedura che segue presuppone che il flusso e la pressione siano già stati impostati.

1. Verificare che la colonna, il gas di trasporto e il programma di flusso o di pressione (se usati) siano configurati correttamente.
Vedere [“Controllo del flusso e della pressione”](#).
2. Se è stato installato un sistema di iniezione premere [Front Inlet] o [Back Inlet] ed inserire una temperatura.

BACK INLET (PCM)		
Temp	24	Off<
Init time	0.00	
Rate 1 (off)	0.00	
Pressure	0.0	off
Total flow	0.0	

Impostazione della pressione
Flusso (solo visualizzazione)

Colonna definita

3. Iniettare il campione (o cambiare il funzionamento della valvola).

Manutenzione del modulo PCM

Procedura: prova di tenuta dell'impianto del gas

La presenza di perdite nel sistema di circolazione del gas può influenzare sostanzialmente i risultati cromatografici.

È consigliato l'uso di rivelatori di perdite che utilizzano liquidi, soprattutto nelle applicazioni che richiedono la massima pulizia.

Nel caso in cui le prove di tenuta vengano effettuate con un fluido, sciacquare immediatamente lo strumento per eliminare i residui di sapone.

ATTENZIONE

Per evitare qualsiasi rischio di scossa elettrica, quando per le prove di tenuta si utilizza un fluido, spegnere il gascromatografo e staccare il cavo di alimentazione. Prestare attenzione a non far cadere gocce di soluzione sui cavi elettrici, soprattutto quelli dell'elemento riscaldante del rivelatore.

Materiale necessario:

- Rivelatore di perdite elettronico (consigliato) o fluido di rivelazione di perdite. Se si utilizza il fluido, pulire il liquido in eccesso al termine della prova.
 - Due chiavi da 7/16 di pollice
1. Con il rivelatore di perdite scelto controllare tutti i punti di raccordo. Controllare i collegamenti da e per il modulo PCM.
 2. Eliminare le perdite serrando meglio i raccordi. Controllare nuovamente i raccordi; continuare a stringere finché tutti i raccordi sono privi di perdite.

Se il modulo PCM (o i suoi collegamenti) perde, chiamare il servizio di assistenza tecnica Agilent.

21 Utilizzo dei rivelatori

Utilizzo dell'idrogeno

Procedura: impostazione delle
tabelle di controllo del rivelatore

Flusso del gas di makeup

Gas di makeup

Procedura: definizione del gas
di makeup

Procedura: modifica della modalità
per il flusso di makeup

Portate massime

Tasto veloce [Det Control]

Utilizzo dei rivelatori

Il gascromatografo Serie 6890 (in seguito indicato come GC) dispone di numerosi sistemi di rivelazione. In futuro ne saranno disponibili altri. Per ulteriori informazioni contattare la Divisione Analitica Agilent.

Campo	sensibilità	Risposta	Note
Conducibilità termica, TCD	Media	A tutti i componenti, eccettuato il gas di trasporto	Il "rivelatore universale" per tutto
Ionizzazione di fiamma, FID	Alta	A quasi tutti i composti organici	Il "rivelatore universale" per i composti organici
μ -ECD a cattura di microelettroni,	Molto elevata	Campo limitato di composti, per la maggior parte alogenoderivati	Utilizzato per l'analisi di pesticidi ed erbicidi presenti in tracce
Azoto-fosforo, NPD	Molto elevata	Composti contenenti azoto e fosforo	Utilizzati nelle analisi farmaceutiche ed ambientali
Fotometrico a fiamma, FPD	Alta	Composti contenenti zolfo e fosforo	Utilizzati nelle analisi ambientali e bioscientifiche

Utilizzo dell'idrogeno

ATTENZIONE Procedere con cautela quando si utilizza l'idrogeno (H_2) come gas di trasporto o come gas combustibile, poiché il gas (H_2) può accumularsi nel forno creando pericolo di esplosione. Assicurarsi quindi che la sorgente del gas sia chiusa sino al completamento di tutti i collegamenti e che i connettori per la colonna sull'iniettore e sul rivelatore siano collegati ad una colonna o chiusi ogni volta che si eroga l'idrogeno (H_2) allo strumento.

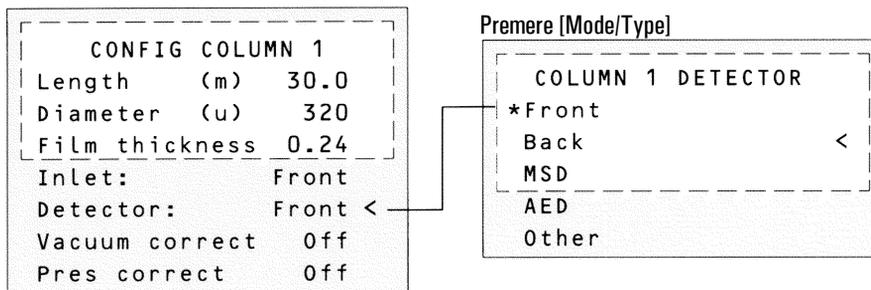
ATTENZIONE L'idrogeno (H₂) è un gas infiammabile. Nel caso in cui le perdite siano confinate in uno spazio chiuso può provocare incendi ed esplosioni. Quando si utilizza idrogeno (H₂) effettuare sempre la verifica delle perdite su connessioni, linee e valvole prima di utilizzare lo strumento. Chiudere sempre la sorgente di idrogeno (H₂) prima di interventi sullo strumento.

Procedura: impostazione delle tabelle di controllo del rivelatore

Per poter utilizzare il proprio rivelatore è necessario avere familiarità con questo gruppo di tabelle di controllo. Quando si deve impostare qualsiasi rivelatore, seguire i tre passaggi descritti sotto.

1. Verificare la configurazione della colonna. (Questo, normalmente, viene eseguito quando si imposta l'iniettore, ma non è superfluo verificare nuovamente tale informazione).
 - È necessario richiedere allo strumento quale colonna è collegata, anteriore o posteriore. Se è installato un solo rivelatore, la cosa migliore è avere un'unica colonna configurata per esso, a meno di avere effettivamente due colonne collegate al quel rivelatore.
 - Se si sta utilizzando una colonna capillare, per scegliere fra le diverse modalità per il flusso del gas di makeup è necessario impostare la lunghezza ed il diametro della colonna. In questo caso la modalità si dice *colonna definita*. Se non si impostano tali valori, la modalità è *colonna non definita* e le opzioni per il controllo risultano limitate.

1. Premere [Config][Col 1] o [Config] [Col 2]:



2. Far scorrere sino a **Detector** : premere [Front] o [Back] oppure premere [Mode/Type] e scegliere **Front** o **Back**
3. Impostare, se necessario, le dimensioni della colonna.

2. Verificare la configurazione del rivelatore (tipo di gas di makeup).

Lo scopo di questo passaggio è quello di verificare che il tipo impostato per il gas di makeup (o per il gas di makeup e dell'anodo per l'ECD, per il gas di riferimento e di makeup per il TCD) coincida con quello effettivamente collegato con il proprio strumento.

Questo è importante poiché:

- quando in un rivelatore EPC il tipo di gas configurato e quello effettivamente collegato differiscono, il flusso calcolato non è corretto e questo influisce sulla stabilità del flusso;
- per alcuni rivelatori, i componenti elettronici cambiano a seconda della configurazione del tipo di gas. Il rivelatore non funziona correttamente se i tipi di gas, effettivi e configurati, sono diversi.
- è buona norma di laboratorio conservare una registrazione del tipo di gas utilizzato.

La maggior parte dei rivelatori possiedono altre voci configurabili. Esse sono descritte in seguito in questa sezione.

3. Impostare la tabella di controllo del proprio rivelatore. Di seguito è riportata una breve descrizione di ciascuna voce per il FID. Sono visualizzati i valori di regolazione del flusso (numero a destra) e quelli effettivi (numero a sinistra).

Premere [Front Det] o [Back Det].
(colonna non definita)

FRONT DET (FID)		
Temp	250	250 <
H2 flow	40.0	40.0
Air flow	450.0	450.0
Mode:	Const makeup	
Mkup (N2)	50.0	50.0
Flame		On
Output		15

FRONT DET (FID) Il titolo indica la posizione ed il tipo del rivelatore installato.

Temp Indica dove viene impostata la temperatura – i valori del punto di regolazione di controllo (numero a destra) e quelli effettivi (numero a sinistra).

H2 flow, Air flow Gas del rivelatore per il FID.

Mkup (N2) Per impostare il flusso del gas di makeup. Il tipo di gas viene visualizzato fra parentesi. Le linee sul display variano in rapporto allo strumento ed alla sua configurazione.

Flame Controllo on/off per il FID, chiamata anche linea di controllo er il rivelatore (Detector Control line). Ciascun rivelatore ha un proprio tipo di controllo on/off.

Output Valore effettivo in uscita dal rivelatore. Non è possibile inserire un valore di impostazione.

Flusso del gas di makeup

Il gas di makeup entra nel rivelatore in prossimità dell'estremità terminale della colonna. La sua funzione è quella di velocizzare il passaggio dei picchi attraverso il rivelatore, specialmente nel caso si utilizzino colonne capillari, in modo che la separazione fra i picchi raggiunta nella colonna non venga persa a causa della rimiscelazione all'interno del rivelatore.

Gas di makeup

La tabella di controllo per la linea del gas di makeup del rivelatore varia in rapporto alla configurazione del sistema.

Se si dispone di un iniettore con colonna *non definita*, il flusso di makeup è costante. La tabella di controllo per il rivelatore è simile a questa:

Temp	24	Off
H2 flow	0.0	Off
FRONT DET (NPD)		
Air flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off <
Adjust offset		Off
Output (Off)		0
Bead voltage		0.0

È possibile impostare un flusso o premere [On] per accettare il flusso di default.

Se si utilizza una *colonna definita*, si può scegliere tra due modalità di gas di makeup.

La modalità *Const makeup* fornisce al rivelatore un flusso costante di gas di makeup. Se si sceglie tale modalità, la tabella apparirà simile a questa:

Temp	24	Off
Anode	6.0	Off
FRONT DET (ECD)		
Mode:	Const makeup	
Mkup (N2)	0.0	Off <
Adjust offset		Off
Output		0.0
Ref current		0.00

È possibile impostare un flusso o premere [On] per accettare il flusso di default.

Nella modalità Col+mkup=const al rivelatore viene fornito un flusso variabile del gas di makeup. Al variare (incremento o riduzione) del flusso di colonna il flusso di makeup viene modificato in modo che la combinazione dei due flussi in arrivo al rivelatore sia costante. Scegliendo tale opzione è necessario impostare un valore di flusso nel campo Combined flow. Nella tabella di controllo la riga Combined flow mostrerà sempre lo stesso valore, mentre il valore sulla riga Mkup varierà col variare effettivo del flusso di makeup.

```
Temp      24    Off
Anode     6.0   Off
  FRONT DET (ECD)
Mode: Col+mkup=const
Combined flow  5.0 <
Mkup (N2)    4.2
Adjust offset Off
Output      0.0
Ref current  0.00
```

È possibile impostare un flusso o premere [On] per accettare il flusso di default.

Questo numero cambierà a seconda dei cambiamenti del flusso in colonna.

Procedura: definizione del gas di makeup

1. Premere [Config] [Front Det] o [Config] [Back Det]:

```
CONFIGURE FRONT DET
Mkup gas type  N2 <
Lit offset    0.5
Electrometer  On
```

2. Far scorrere sino a Mkup gas type e premere [Mode/Type].

```
FRONT DET MAKEUP GAS
Helium        <
*Nitrogen
Argon
```

3. Fare scorrere sino al gas scelto, quindi premere [Enter].

Procedura: modifica della modalità per il flusso di makeup

1. Far scorrere sino a Mode:

```
Temp      24    Off
Anode     6.0   Off
  FRONT DET (ECD)
Mode: Col+mkup=const <
Combined flow  5.0
Mkup (N2)    4.2
Adjust offset Off
Output      0.0
Ref current  0.00
```

2. Premere [Mode/Type].

```
F DET MAKEUP MODE
*Const makeup flow
Col+makeup=const <
```

3. Scegliere una modalità di flusso e premere [Enter].

Portate massime

Le portate massime per i flussi impostabili con rivelatori sono:

Rivelatore e gas	Portata massima del flusso, ml/min
A ionizzazione di fiamma	
Idrogeno	100
Aria	800
Makeup (azoto, elio, argon)	100
Conducibilità termica	
Azoto	referimento 100; makeup 10
Elio	referimento 100; makeup 12
Idrogeno	referimento 100; makeup 18
Argon	referimento 100; makeup 10
Cattura di microelettroni	
Azoto	pulizia anodo 12; makeup 200
Argon/Metano	pulizia anodo 12; makeup 200
Azoto fosforo	
Idrogeno	30
Aria	200
Makeup (azoto, elio, argon)	100
Fotometrico a fiamma	
Idrogeno	250
Aria	200
Makeup (azoto, elio, argon)	130

Tasto veloce [Det Control]

Questo è un diverso modo di aprire la tabella di controllo del rivelatore. Premere [Front Det] [Det Control] o [Back Det] [Det Control] per aprire la tabella di controllo del rivelatore corrispondente. Se è installato un solo rivelatore, [Det Control] ne apre la tabella.

Quando si utilizza [Det Control], la tabella si apre sulla riga di controllo On/Off per il proprio rivelatore: FID e FPD Flame, TCD Filament, NPD ed Adjust offset.

Premere [Det Control]

Temp	24	Off <
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mkup (N2)	0.0	Off
FRONT DET (FID)		
Flame		Off
Output		0.0

Accende o spegne il rivelatore

22 Rivelatore a ionizzazione di fiamma

Informazioni generali

Pneumatica del FID

Considerazioni particolari

Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare

Spegnimento del rivelatore

Jet

Riaccensione automatica (Lit offset)

Procedura: modifica del valore di controllo per la riaccensione automatica

Elettrometro

velocità dei dati

Procedura: utilizzo dell'opzione "fast peaks"

Funzionamento del FID

Pressioni del gas

Funzionamento dell'EPC

Procedura: utilizzo del FID

Condizioni e cromatogramma di controllo

Condizioni di controllo per il FID

Cromatogramma di controllo tipo relativo al FID

Manutenzione di un rivelatore a conducibilità termica

Correzione dei problemi hardware del FID

Sostituzione o pulizia del jet

Procedura: smontaggio ed ispezione del jet

Procedura: pulizia del jet

Procedura: installazione del jet

Pulizia del collettore

Procedura: smontaggio del collettore

Procedura: pulizia del collettore

Procedura: rimontaggio del rivelatore

Procedura: sostituzione del cavo di accensione del FID

Il tubo catalitico in nickel

Flussi di gas

Temperatura

Reimpaccamento del catalizzatore

Rivelatore a ionizzazione di fiamma

Informazioni generali

Il rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID) fa passare il campione ed il gas di trasporto attraverso una fiamma aria-idrogeno. Gli ioni prodotti da questo tipo di fiamma sono pochi, ma quando un composto organico viene bruciato, si verifica un incremento degli ioni prodotti. Una tensione polarizzata attrae tali ioni in un collettore collocato in prossimità della fiamma. La corrente prodotta è proporzionale alla quantità di campione bruciato. Tale corrente viene rilevata da un elettrometro, convertita in forma digitale ed inviata ad un dispositivo in uscita.

Pneumatica del FID

La [Figura 73](#) illustra la struttura pneumatica del FID.

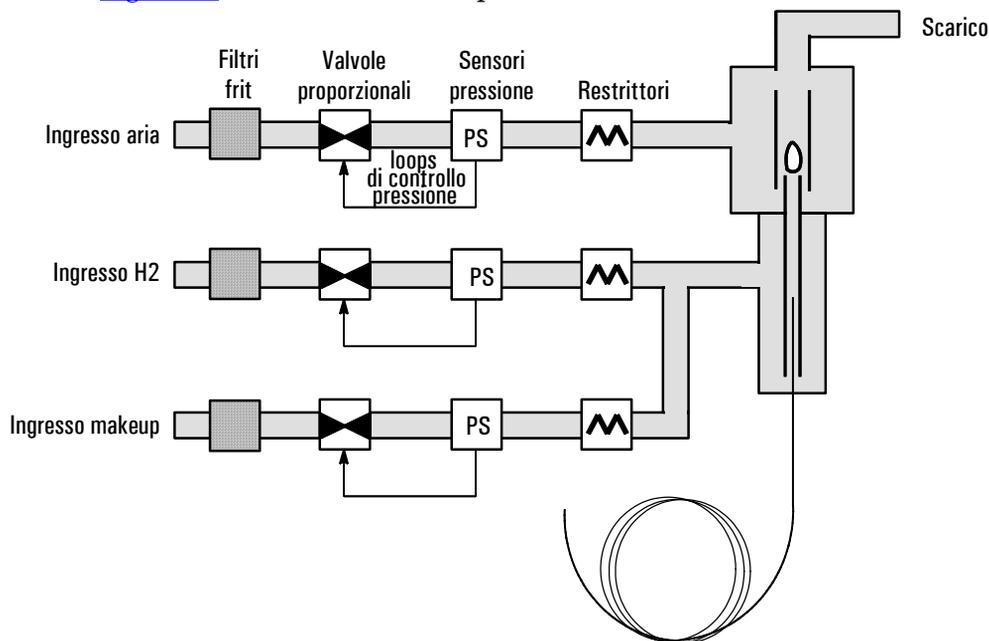


Figura 73 Schema di un rivelatore a ionizzazione di fiamma

Considerazioni particolari

Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare

- Temperatura inferiore a 150°C
- Flussi di aria e idrogeno impostati su OFF o 0,0
- Mancata accensione

Spegnimento del rivelatore

Se un gas del rivelatore viene chiuso a causa di un malfunzionamento della pneumatica o di mancata accensione, il rivelatore si spegne. Questo significa che viene impostato tutto su OFF, eccetto la temperatura del rivelatore ed il flusso del gas di makeup.

Jet

Per il FID sono disponibili due tipi di jet. Il jet per FID *ottimizzato per capillari* viene utilizzato solo con colonne capillari, mentre il tipo per FID *adattabile* si utilizza con colonne impaccate e può essere adattato per l'uso con colonne capillari.

Accessorio per capillare



ottimizzato

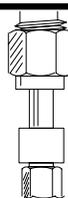


Tabella 59 Connettore adattabile Jet per FID ottimizzato per capillari

Tipo di jet	N. di parte	D.i. jet
Capillare	G1531-80560	0,29 mm (0,011")
Alta temperatura <i>(con distillazione simulata)</i>	G1531-80620	0,47 mm (0,018")

Tabella 60 Jet per FID adattabile

Tipo di jet	N. di parte	D.i. jet
Capillare	19244-80560	0,29 mm (0,011")
Impaccata	18710-20119	0,47 mm (0,018")
Impaccato di grosso diametro <i>(applicazioni a spurgo elevato)</i>	18789-80070	0,030 pollici
Alta temperatura <i>(con distillazione simulata)</i>	19244-80620	0,47 mm (0,018")

Il rivelatore viene inviato con il jet per colonne capillari. Se si effettua la distillazione simulata o le analisi ad alta temperatura, è necessario sostituire il jet. Le istruzioni sono riportate in ["Sostituzione o pulizia del jet"](#).

Riaccensione automatica (Lit offset)

Il parametro `Lit offset` indica la differenza attesa fra il valore di uscita del FID rispettivamente con la fiamma accesa e con la fiamma spenta. Se il valore di uscita scende oltre tale valore, il FID tenta per due volte di riaccendere la fiamma. Se il valore di uscita non aumenta fino a raggiungere almeno il valore di “Lit offset”, tutte le funzioni del rivelatore vengono spente tranne la temperatura ed il flusso del gas di makeup.

L'impostazione di default per `Lit offset` è 2,0 pA. Tale valore risulta in genere adatto, tranne che per gas e sistemi molto puliti. È possibile modificare tale valore se:

- il proprio rivelatore tenta la riaccensione mentre la fiamma è ancora accesa e questo causa lo spegnimento;
- il proprio rivelatore non tenta di riaccendere la fiamma quando questa è spenta. Procedura:

Procedura: modifica del valore di controllo per la riaccensione automatica

1. Premere `[Config][Front Det]` o `[Config][Back Det]`.

CONFIGURE FRONT DET	
Mkup gas type	N2
Lit offset	2.0 <
Electrometer	0n

— Lit offset

2. Fare scorrere sino a `Lit offset` ed impostare un valore.

Il valore di default è 2,0 pA.

Impostare 0 per disabilitare la funzione di riaccensione automatica.

L'intervallo per tale valore è 0 - 99,9 pA.

Elettrometro

La tabella di controllo Configure Detector contiene un valore di controllo On/Off per l'elettrometro. Non è necessario spegnere e riaccendere l'elettrometro. L'elettrometro deve essere spento solo quando si effettuano operazioni di pulizia sul rivelatore.

Precauzioni Non spegnere l'elettrometro durante un'analisi. Questo annullerebbe l' output del rivelatore.

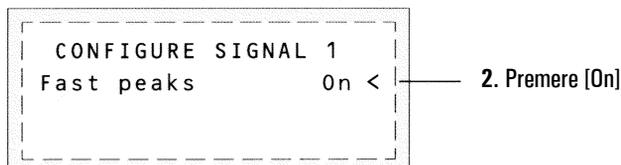
Velocità dei dati

L'uscita analogica del FID può essere impostata a due velocità. La velocità più elevata consente un valore minimo di ampiezza dei picchi di 0,004 minuti, mentre la velocità standard consente valori di ampiezza del picco di 0,01 minuti.

Procedura: utilizzo dell'opzione "fast peaks"

Se si sta utilizzando l'opzione *fast peaks*, l'integratore deve essere abbastanza veloce da poter processare i dati provenienti dal GC. Si consiglia di mantenere l'ampiezza di banda dell'integratore ad almeno 15 Hz. Per utilizzare l'opzione "fast peaks":

1. Premere [Config][Signal 1] o [Config][Signal 2]



Per l'uscita digitale alla ChemStation sono disponibili velocità, da 0,1 Hz sino a 200 Hz, in grado di gestire picchi larghi da 0,001 a 2 minuti. Consultare ["Gestione dei segnali"](#).

La funzione fast peaks non si applica all'uscita digitale.

Funzionamento del FID

Quando si selezionano temperature e flussi, utilizzare le informazioni della [Tabella 61](#). Dalla [Figura 74](#) scegliere una pressione alla sorgente minima.

Tabella 61 Temperature e flussi consigliati, FID

gas di trasporto	Intervallo di flusso (ml/min)	Flusso consigliato (ml/min)
<i>Gas di trasporto (idrogeno, elio od azoto)</i>		
Colonne impaccate	da 10 a 60	
Colonne capillari	da 1 a 5	
Rivelatori		
Idrogeno	da 24 a 60*	40
Aria	da 200 a 600*	450
Colonna + makeup per capillari <i>Consigliato: azoto Alternativa: elio</i>	da 10 a 60	50
Temperatura del rivelatore		
< 150 °C, la fiamma non si accende, ma evita la formazione di condensa e ne previene i danni		
La temperatura del rivelatore deve essere superiore di circa 20°C rispetto alla massima temperatura raggiunta in colonna, in rapporto al tipo di colonna.		
Lit offset [Config][Front Det] o [Config][Back Det]		
Se il (valore di uscita del rivelatore a fiamma accesa - valore di uscita a fiamma spenta) è inferiore a questo valore, il FID tenta per due volte di riaccendere la fiamma.		
Se il valore di uscita non aumenta almeno sino a questo valore, il rivelatore si spegne.		
2,0 pA è il valore consigliato.		
0,0 pA disabilita la funzione di riaccensione.		
*Per mantenere accesa la fiamma il rapporto idrogeno/aria deve mantenersi tra 8% e 12%.		

Pressioni del gas

Scegliere un flusso, trovare una pressione. Impostare la pressione alla sorgente ad un valore superiore di 10 psi (70 kPa).

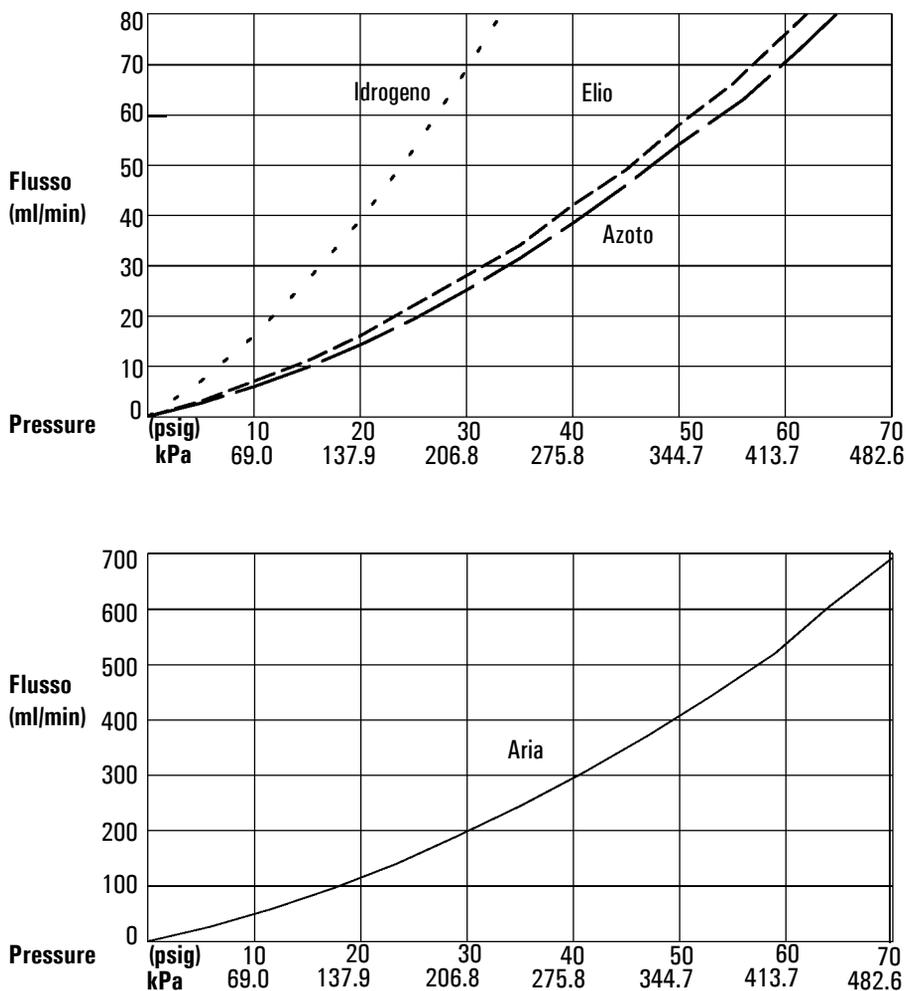


Figura 74 Relazioni pressione/flusso tipo per i gas del FID
(a 25°C ed 1 atmosfera di pressione)

Funzionamento dell'EPC

Premere [Front Det] o [Back Det].

FRONT DET (FID)		
Temp	250	250 <
H2 flow	40.0	40.0
Air flow	450.0	450.0
Mkup (N2)	50.0	50.0
Flame		Off
Output		0.0

Temperature, °C.

Flusso H2, ml/min.

Flusso aria, ml/min

Per colonne impaccate, spegnere.
 Colonne capillari, vedere dopo
Modalità flusso del gas di makeup.

Tipo di gas di makeup.
 Premere [On] e accendere fiamma.

Mostra il valore in uscita.

Modalità del flusso del gas di makeup
 Se sono state specificate le dimensioni delle colonne, la tabella di controllo conterrà uno dei seguenti dati:

```
Mode: Const makeup <
Mkup flow 0.0 Off
```

```
Mode: Col+mkup=const
Combined flow 0.0
Makeup flow 0.0
```

Per **modificare la modalità di makeup**, scorrere a Mode: e premere [Mode/Type].
 Effettuare la selezione ed impostare i corretti valori di flusso.

```
F DET MAKEUP MODE
*Const makeup flow
Col+makeup=const <
```

Per esaminare il **gas di makeup** o **modificare Lit offset**
 L'impostazione di 0 o di [Off] disabilita l'accensione automatica.

```
CONFIGURE FRONT DET
Mkup gas type N2 <
Lit offset 2.0
Electrometer On
```

Non è necessario accendere o spegnere l'elettrometro a meno che non si stia effettuando una procedura di manutenzione

Per modificare **tipo di gas di makeup** premere [Mode/Type]:

```
FRONT DET MAKEUP GAS
Helium <
*Nitrogen
```

Selezionare il gas adatto.

Figura 75 Tabella di controllo del FID

Procedura: utilizzo del FID

Verificare che tutti i gas del rivelatore siano collegati, che sia installata una colonna, che sia installato il jet adatto e che in sistema non presenti perdite. Verificare la temperatura del forno e dell'iniettore ed il flusso in colonna. Utilizzare la [Figura 75](#) come guida per utilizzare il FID.

ATTENZIONE

Prima di aprire il flusso di idrogeno, verificare che sia installata una colonna o che il connettore della colonna sul FID sia chiuso. Se si verificano perdite di idrogeno nel forno, c'è pericolo di esplosione.

1. Premere [Front Det] o [Back Det] per aprire la tabella di controllo del FID.
2. Impostare la temperatura del rivelatore. Per poter accendere la fiamma, la temperatura deve superare i 150 °C.
3. Modificare il flusso di idrogeno, se necessario, quindi premere [Off].
4. Modificare il flusso di aria, se necessario, quindi premere [Off].
5. Se si utilizza una **colonna impaccata**, chiudere il gas di makeup gas e proseguire con la fase [7](#).
6. Se si stanno utilizzando **colonne capillari**:
 - a. Verificare che il tipo di gas effettivamente presente nella linea (vicino alla riga Mkup nella tabella impostato corrispondadi controllo). Se necessario, modificare il tipo.
 - b. Se la colonna capillare è *definita* e collegata ad un iniettore EPC, scegliere, se necessario, una nuova modalità di flusso ed impostare il flusso del gas di makeup o il flusso combinato.
 - c. Se la colonna capillare è *non definita* o collegata ad un iniettore senza EPC, impostare il flusso del gas di makeup. In questo caso è disponibile solo la modalità di flusso costante.
7. Scorrere sino a Flame e premere [On]. In questo modo aria ed idrogeno vengono aperti ed inizia la sequenza di accensione. Dopo l'accensione il segnale aumenta sino a 5 - 20 pA. Verificare che la fiamma sia accesa ponendo un oggetto freddo e lucido, come uno specchio oppure una chiave cromata, sopra l'uscita del collettore. La formazione di condensa indica che la fiamma si è accesa.

Procedura rapida:

(si presuppone che siano stati memorizzati i valori corretti)

1. Aprire la tabella di controllo del rivelatore.
2. Impostare [On] per la temperatura.
3. Se necessario aprire il gas di makeup.
4. Premere [Det Control].
5. Premere [On].

Condizioni e cromatogramma di controllo

Questa sezione contiene un esempio di cromatogramma di campione di prova. Esso può essere utilizzato come guida generale alle prestazioni dello strumento.

Notare che i volumi di iniezione elencati con le condizioni di funzionamento non indicano necessariamente il volume totale assoluto iniettato. Il volume indicato è semplicemente la lettura graduata (posizione del pistone) da una siringa standard da 10 μl . Per un ingresso riscaldato, l'effettivo volume campione iniettato comprenderà da 0,4 a 0,7 μl aggiuntivi, ovvero il volume del campione volatilizzato dall'interno dell'ago della siringa. Per l'iniettore dedicato on-column (non riscaldato), la posizione del pistone della siringa riflette con maggiore accuratezza il reale volume iniettato.

Notare inoltre che le procedure ed i risultati seguenti sono intesi unicamente come esempio di corretto funzionamento del sistema di iniezione e/o di rivelazione; essi non sono necessariamente adatti per il controllo di un determinato sistema rispetto ai corrispondenti limiti riportati in specifica.

Condizioni di controllo per il FID

Colonna e campione

Tipo	HP-5 30m x 0,32mm x 0,25 μm N. di parte 19091J-413
Campione	FID Checkout 18710-60170
Volume di iniezione	1 μl

Iniettore

Temperatura	250°C, per impaccate/ con spurgo o split/splitless Oven Track per on-column a freddo 40°C PTV (vedere sotto)
Pressione iniettore	25 psi (pressione costante, elio)

Split/Splitless

Modalità	Splitless
Purge flow	60 ml/min
Purge time	0,75 min

Iniettore, continua**PTV**

Modalità	Splitless
Temperatura dell'iniettore	40°C
Periodo mantenimento iniziale	0,1 min
Incremento 1	720°C/min
Temp finale 1	350°C
Orario finale1	2 min
Incremento 2	100°C/min
Temp finale 2	250°C
Orario finale 2	0 min
Pressione	25 psi (per iniettori EPC pressione costante)
Tempo di chiusura valvola	0,75 min
Flusso di lavaggio iniettore	60 ml/min

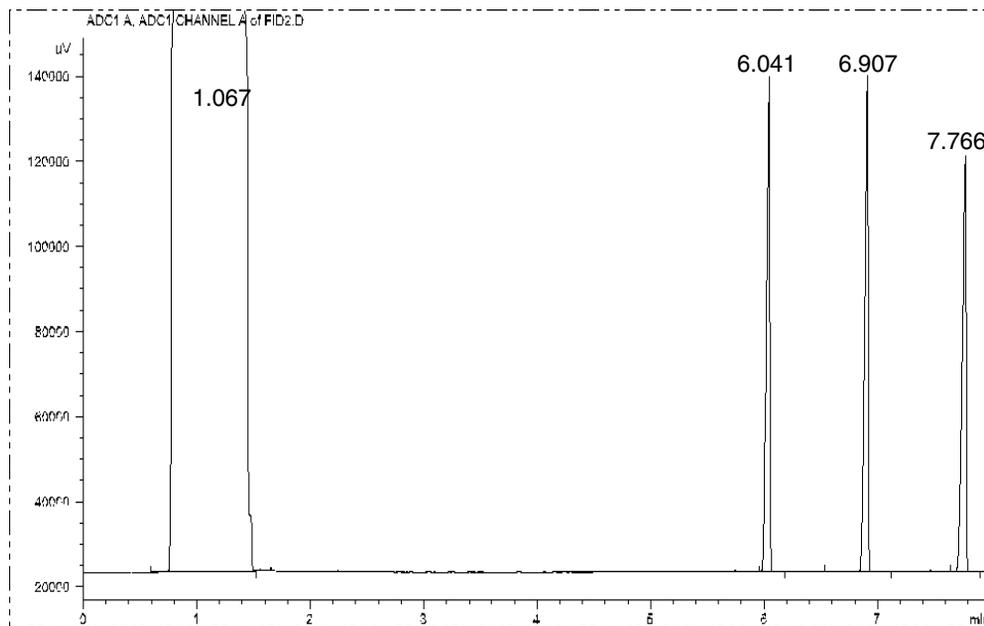
Rivelatore

Temperatura	300°C
Flusso H ₂	30 ml/min
Air flow	400 ml/min
Flusso di makeup (N ₂)	25 ml/min
Offset	Deve essere < 20 pA

Forno

Temperatura iniziale	40°C
Periodo mantenimento iniziale	0 min
Incremento 1	25°C/min
Temperatura finale 1	90°C
Periodo mantenimento 1	0 min
Incremento 2	15°C/min
Temperatura finale 1	170°C
Periodo mantenimento 1	2 min

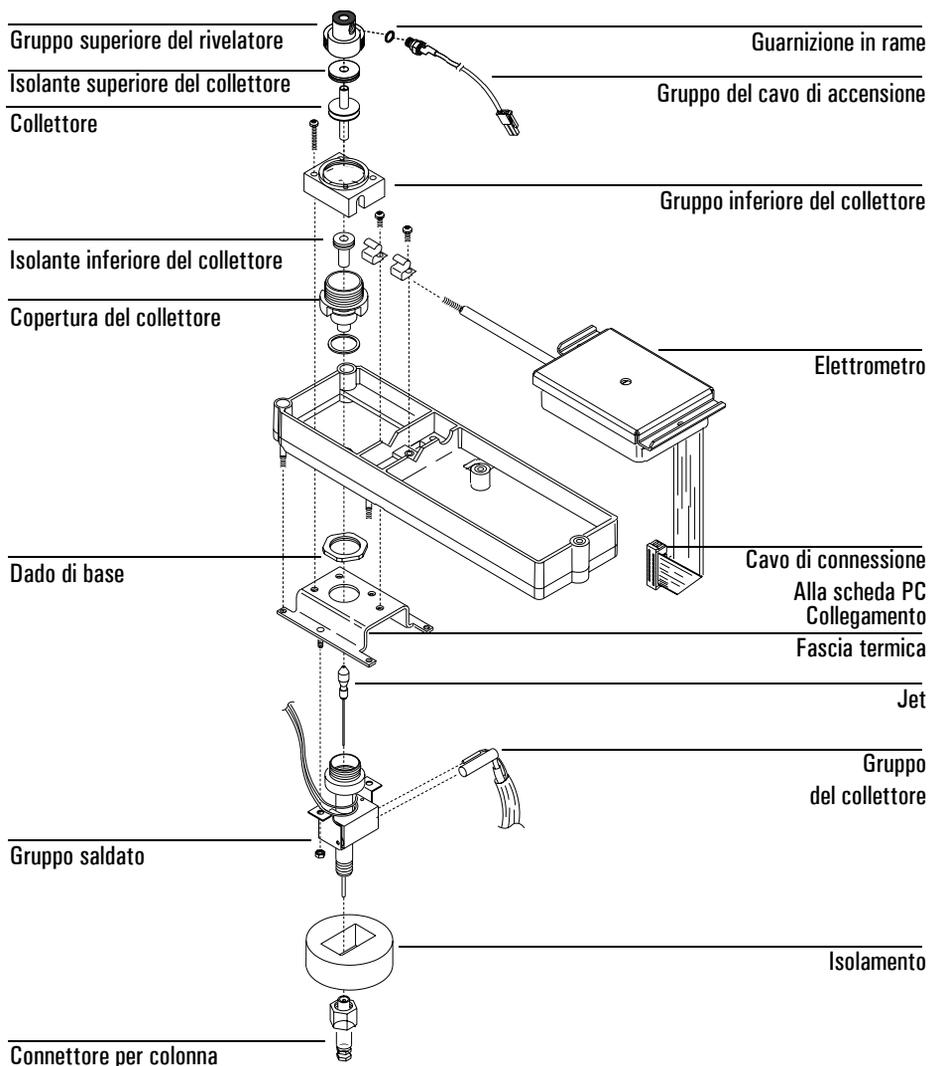
Cromatogramma di controllo tipo relativo al FID



I tempi di ritenzione possono differire, ma i picchi devono essere simmetrici come nell'esempio.

Manutenzione di un rivelatore a conducibilità termica

ATTENZIONE Il rivelatore a ionizzazione di fiamma utilizza idrogeno come gas combustibile. Se il flusso di idrogeno viene aperto mentre il connettore di ingresso del rivelatore è aperto, il gas si può accumulare nel forno con pericolo di esplosione. Chiudere sempre il connettore o collegarvi una colonna.



Correzione dei problemi hardware del FID

La fiamma si spegne o non si riaccende

- Controllare la portata della colonna. Potrebbe essere troppo elevata. In tal caso ridurre il flusso in colonna o la pressione. Passare ad una colonna più lunga o con diametro interno più ridotto. Se è necessario utilizzare una colonna di grosso d.i., chiudere il flusso in colonna il tempo necessario per consentire l'accensione della fiamma del FID. Verificare che il jet non sia parzialmente o totalmente ostruito.
- Verificare che sia installato il tipo di jet adatto alla colonna utilizzata. I diversi tipi di jet sono elencati a pagina [540](#).
- L'iniezione di un elevato volume di solventi aromatici può causare lo spegnimento della fiamma. Utilizzare, se possibile, un solvente non aromatico.
- Il valore impostato per "lit offset" potrebbe risultare troppo ridotto o troppo elevato. Correggere opportunamente il valore.

ATTENZIONE Il rivelatore a ionizzazione di fiamma utilizza idrogeno come gas combustibile. Se il flusso di idrogeno viene aperto mentre il connettore di ingresso del rivelatore è aperto, il gas si può accumulare nel forno con pericolo di esplosione. Chiudere sempre il connettore o collegarvi una colonna.

Sostituzione o pulizia del jet

I jet richiedono periodicamente una pulizia o la sostituzione. Anche con un uso normale, nel jet si accumulano depositi (di solito silice proveniente dalla colonna o residui carboniosi di combustione). Tali depositi riducono la sensibilità del rivelatore e causano disturbo cromatografico e picchi spuri. Anche se è possibile pulire il jet, risulta più pratico sostituire il jet sporco con uno nuovo. Se si desidera procedere alla pulizia del jet, fare attenzione a non danneggiarlo.

Potrebbe rendersi necessaria la sostituzione del jet quando si sostituisce la colonna o si modificano le condizioni di analisi. Ad esempio, per le colonne impaccate si utilizzano jet diversi da quelli utilizzati con le colonne capillari. È necessario installare il jet adatto *prima* di sostituire la colonna.

Per sostituire il jet è necessario prima smontare il gruppo del collettore del FID. Tale procedura si divide in tre parti: smontaggio ed ispezione del jet, pulizia del jet (opzionale) e reinstallazione del jet.

Procedura: smontaggio ed ispezione del jet

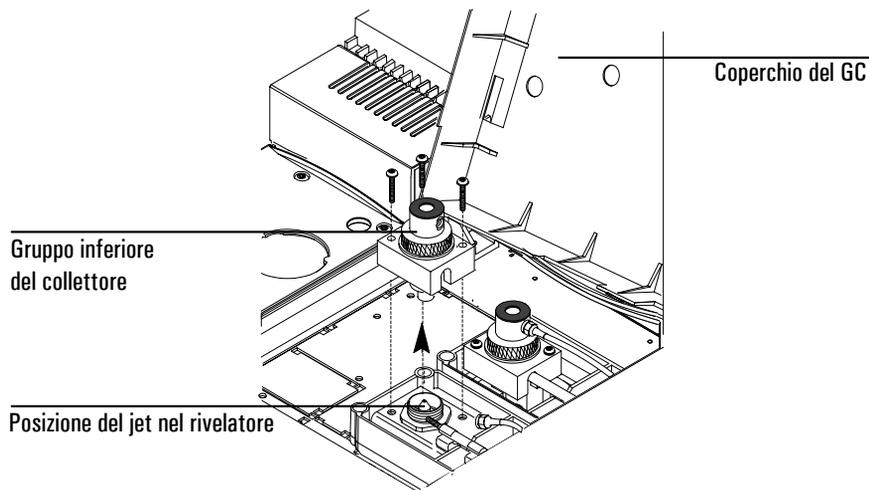
Materiale necessario:

- Guanti di protezione (se il rivelatore è caldo)
- Cacciavite T-20 Torx
- Chiave per dado da 1/4"
- Pinze (o pinzette)

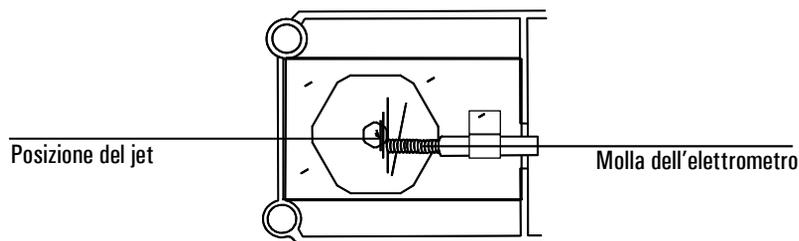
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.

- raffreddare il rivelatore portandolo a temperatura ambiente,
- quando il rivelatore è freddo, spegnerlo e chiudere i gas dalla tastiera del GC,
- spegnere l'elettrometro; premere [Config] [Front Det] o [Config] [Back Det] per accedere alla tabella di controllo,
- raffreddare l'iniettore ed il forno, quindi chiudere il gas di trasporto,
- togliere la colonna e chiudere il connettore con un tappo, per istruzioni più dettagliate vedere "Installazione delle colonne" nel volume Vedere ["Colonne e trappole"](#).
- aprire il coperchio del GC per accedere al FID.

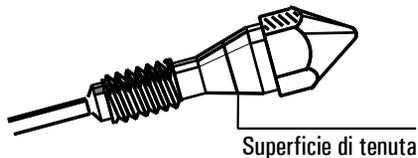
- Se il rivelatore è caldo, indossare i guanti di protezione. Rimuovere le tre viti di tenuta del gruppo inferiore del collettore. Estrarre verticalmente il gruppo. L'isolante può rimanere nella parte inferiore del collettore.



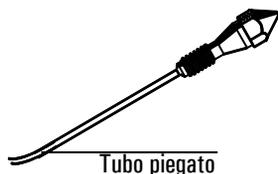
- Utilizzando la chiave per dadi, rilasciare il jet, quindi estrarlo verticalmente. Potrebbe essere necessario utilizzare delle pinzette per afferrarlo.



- Controllare la superficie della guarnizione del jet e verificare che non ci siano graffi. Si deve vedere un anello intorno alla superficie della guarnizione; qualsiasi altro segno non è normale.



5. Ispezionare il tubo del jet per assicurarsi che non sia piegato od incrinato. Valutare l'eventuale contaminazione o la presenza di frammenti di colonna osservando l'interno del collettore sopra una fonte di luce. Se non è presente contaminazione, il tubo si presenterà chiaro.

**Procedura: pulizia del jet**

Risulta spesso più conveniente sostituire il jet sporco con uno nuovo, piuttosto che pulirlo, specialmente se il jet presenta una contaminazione elevata.

Se si decide di pulire il jet, fare attenzione quando si utilizza il filo di pulizia. Assicurarsi di non incidere la superficie interna del jet, perché questo lo rovinerebbe. Potrebbe essere più opportuno evitare di utilizzare il filo di pulizia ed effettuare unicamente un lavaggio con acqua.

Materiale necessario:

- Un piccolo bagno di pulizia ad ultrasuoni
 - Detergente acquoso
 - Metanolo per GC in bottiglia di Teflon
 - Kit di pulizia del FID (numero di parte 9301-0985)
 - Azoto od aria compressa filtrata e secca
 - Pinzette
1. Inserire il filo di pulizia attraverso il foro superiore del jet. Muoverlo avanti e indietro cautamente. Fare attenzione a non incidere la superficie interna.

2. Procedura di lavaggio:

- a. Riempire il bagno ad ultrasuoni di una soluzione di acqua e detergente, quindi collocare il jet nel bagno. isolanti ed il collettore; attivare per 5 minuti.
- b. Utilizzare un alesatore per jet per la pulizia interna.
- c. Rimettere nel bagno per altri 5 minuti.
Da questo momento maneggiare il jet solo utilizzando pinzette!
- d. Togliere il jet dal bagno, risciacquarlo con acqua calda e quindi con una piccola quantità di metanolo.
- e. Asciugare il jet utilizzando aria compressa filtrata e anidra o azoto e quindi posarlo su un foglio di carta pulito e lasciarlo asciugare all'aria.

Procedura: installazione del jet

Precauzioni Evitare di avvitarlo troppo il jet! Questo potrebbe infatti deformare e danneggiare permanentemente il jet, la base del rivelatore o entrambi.

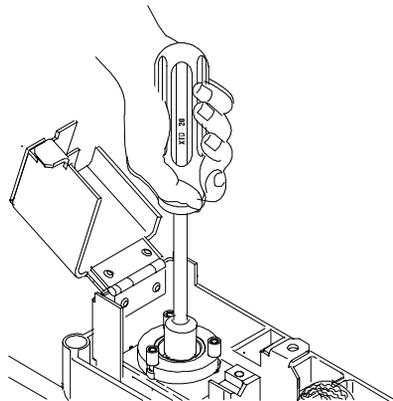
Precauzioni Maneggiare i jet nuovi o puliti solo con le pinzette!

Materiale necessario:

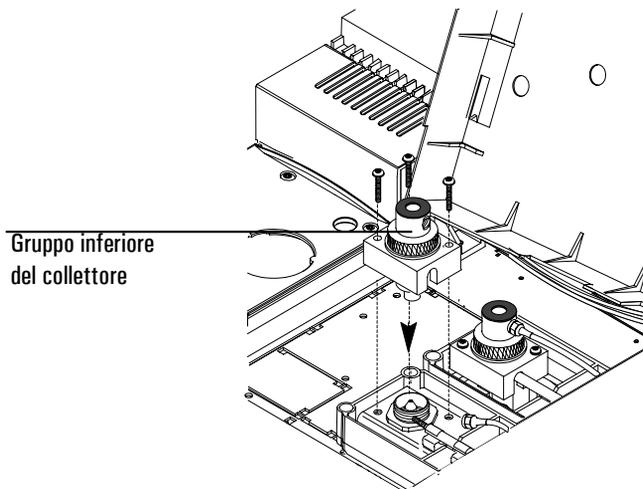
- Guanti di protezione (se il rivelatore è caldo)
- Pinzette
- Chiave esagonale da 1/4"
- Cacciavite T-20 Torx

Vedere a pagina [540](#) l'elenco dei tipi di jet.

1. Inserire il jet e stringere con la chiave per dadi sino a tenuta.



2. Ricollocare in posizione il gruppo del collettore. Stringere le tre viti di tenuta del gruppo del collettore.



3. Collegare nuovamente la colonna al rivelatore. Ora è possibile riprendere il normale funzionamento.

Pulizia del collettore

Il collettore può aver bisogno di pulizia per eliminare i depositi (si tratta in genere di silice proveniente dalla colonna o residui carboniosi di combustione). Tali depositi riducono la sensibilità del rivelatore e causano disturbo cromatografico e picchi spuri.

La procedura di pulizia riportata qui prevede l'uso di un bagno ad ultrasuoni per la pulizia del collettore e di altre parti del rivelatore. Tuttavia, se il collettore non risulta troppo sporco, potrebbe essere sufficiente spazzolarlo con una spazzolina in Nylon e quindi utilizzare un getto di aria compressa od azoto per eliminare le particelle residue.

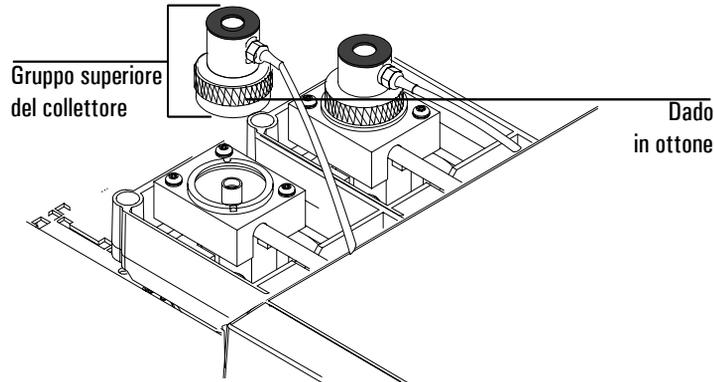
Questo procedimento si divide in tre fasi: smontaggio del collettore, pulizia del collettore e rimontaggio del rivelatore.

Procedura: smontaggio del collettore

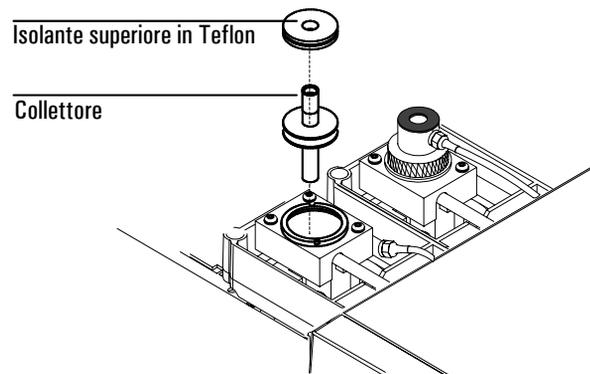
Materiale necessario:

- Cacciavite T-20 Torx
 - Chiave per dado da 1/4"
 - Pinzette
 - Cacciavite T-20 Torx
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari:
 - raffreddare il rivelatore portandolo a temperatura ambiente,
 - quando il rivelatore è freddo, spegnere le zone riscaldate e chiudere i gas dalla tastiera del GC, spegnere l'elettrometro:
 - il controllo dell'elettrometro si trova nella tabella di controllo Config Det, premere [Config] [Front Det] o [Config] [Back Det] per accedere alla tabella di controllo,
 - aprire il coperchio del GC per accedere al FID.

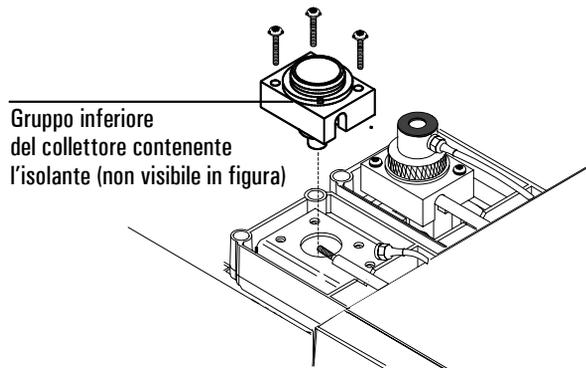
2. Se il rivelatore è caldo, indossare i guanti di protezione. Allentare il dado zigrinato in ottone. Estrarre verticalmente il gruppo superiore. L'isolante superiore in Teflon potrebbe restare attaccato alla parte inferiore del gruppo estratto. Togliere l'isolante.



3. Estrarre il collettore. L'isolante superiore in Teflon potrebbe restare attaccato al collettore. Potrebbe essere necessario utilizzare le pinzette per afferrare il collettore.



4. Togliere le tre viti di tenuta del gruppo inferiore del collettore. Estrarre verticalmente il gruppo. Togliere l'isolante dal gruppo inferiore; potrebbe essere necessario utilizzare le pinzette.



Procedura: pulizia del collettore

Materiale necessario:

- Un piccolo bagno di pulizia ad ultrasuoni
- Detergente acquoso
- Metanolo per GC in bottiglia di Teflon
- Kit di pulizia del FID (numero di parte 9301-0985)
- Azoto od aria compressa filtrata e secca
- Pinzette

Procedura per la pulizia

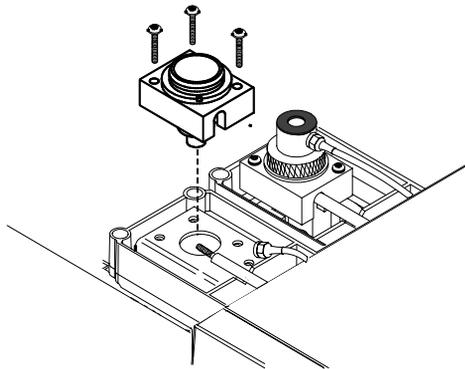
1. Riempire il bagno ad ultrasuoni con il detergente acquoso e porvi i due isolanti ed il collettore; attivare per 5 minuti.
2. Utilizzare le spazzoline in Nylon per pulire ciascun pezzo.
3. Rimettere nel bagno per altri 5 minuti.
Da questo momento maneggiare le parti solo con le pinzette!
4. Rimuovere i pezzi dal bagno e risciacquarli con acqua calda e quindi con una piccola quantità di metanolo.
5. Mettere i pezzi su di un tovagliolo di carta e lasciarli asciugare all'aria.

Procedura: rimontaggio del rivelatore

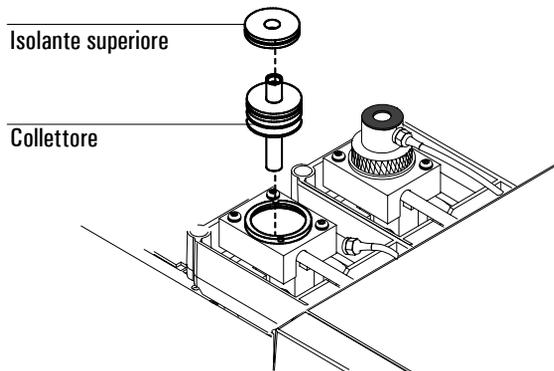
Precauzioni Maneggiare il collettore e gli isolanti puliti solo con le pinzette!

Materiale necessario:

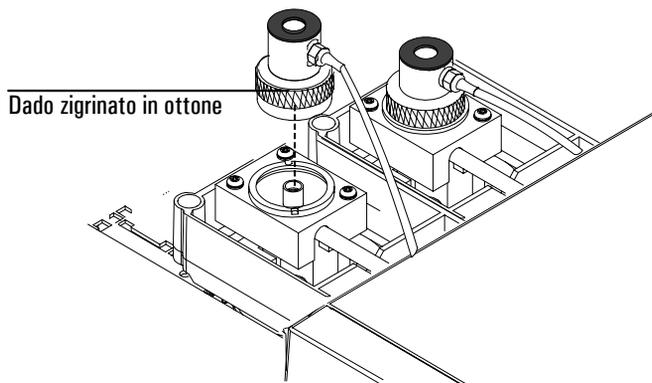
- Pinzette
 - Cacciavite T-20 Torx
1. Inserire l'isolante inferiore nel gruppo inferiore del collettore. Reinstallare tale gruppo ed avvitare le tre viti di tenuta.



2. Riposizionare il collettore ed installare l'isolante superiore in Teflon.



3. Installare il gruppo superiore del collettore ed avvitare manualmente il dado zigrinato in ottone.



4. Chiudere il coperchio del GC. Ora è possibile riprendere il normale funzionamento.

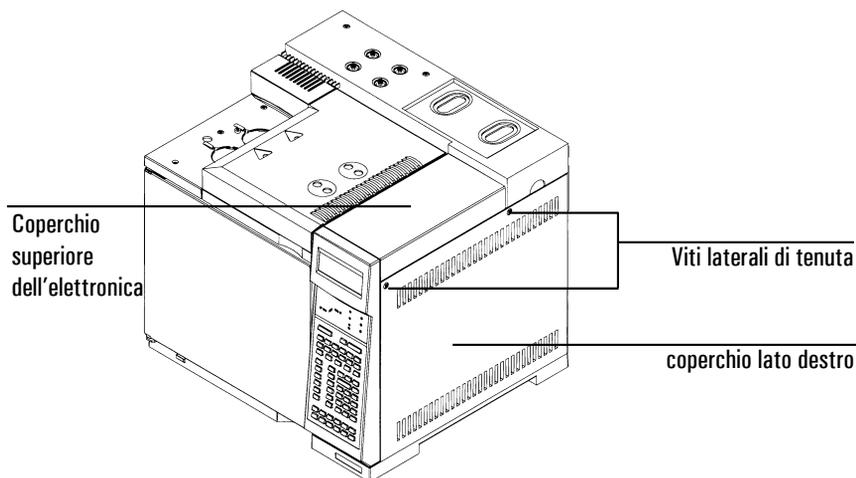
Procedura: sostituzione del cavo di accensione del FID

Materiale necessario:

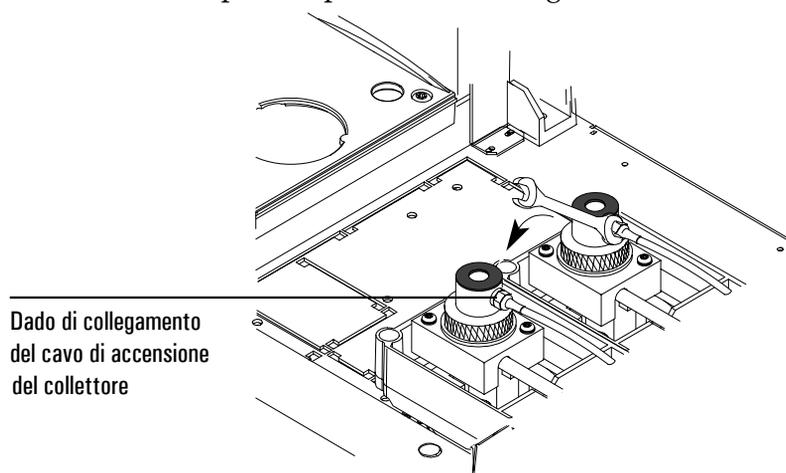
- Chiave da 5/16 di pollice
- Cacciavite T-20 Torx
- Fascia antistatica di sicurezza ESD
- Gruppo nuovo del cavo di accensione (numero di parte G1531-60680)

1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari:
 - lasciare raffreddare il rivelatore fino a raggiungere la temperatura ambiente. Quando il rivelatore è freddo, spegnere il GC.
 - alzare il coperchio del GC per accedere al FID,
 - togliere il pannello di copertura superiore dell'elettronica.

2. Allentare le due viti di tenuta del pannello di copertura laterale destro e togliere il pannello stesso.

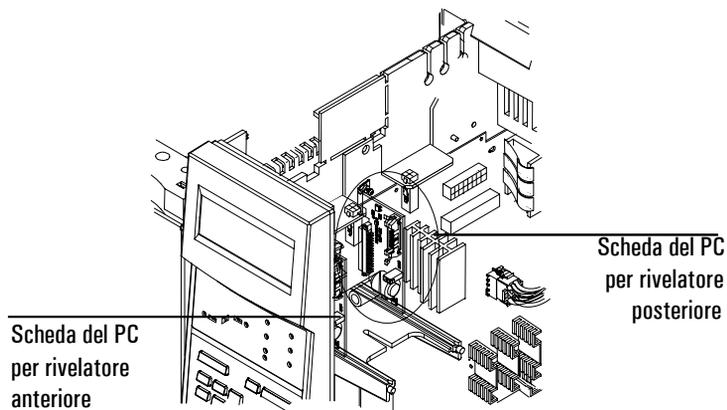


3. Allentare il cavo di accensione dalla parte superiore del rivelatore, usando la chiave. Scollegare completamente il cavo. Non perdere la rondella di rame situata fra la parte superiore ed il collegamento del cavo di accensione.

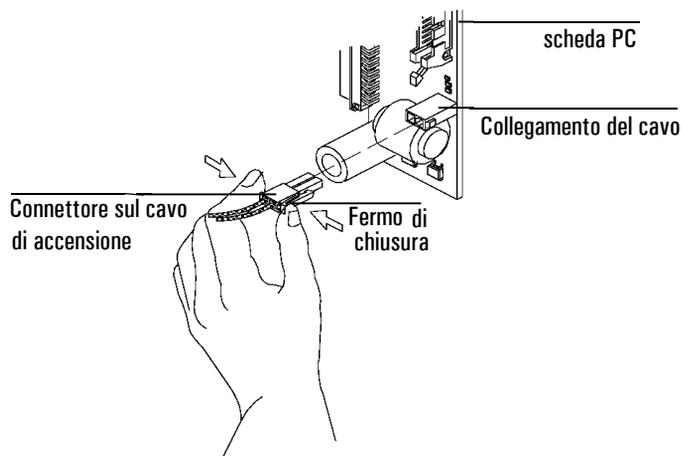


4. L'altra estremità del cavo di accensione è collegata alla scheda PC del rivelatore. Utilizzare la seguente figura per localizzare la scheda PC.

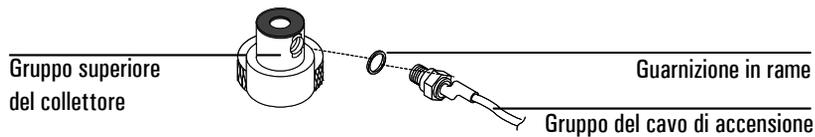
Indossare la fascia di sicurezza ESD e collegarla ad un opportuno punto di messa a terra prima di toccare la scheda.



5. Per scollegare il cavo, stringere il fermo di chiusura e liberare il connettore. Collegare il nuovo cavo di accensione stringendo il fermo di chiusura ed inserendo il connettore nell'apertura.



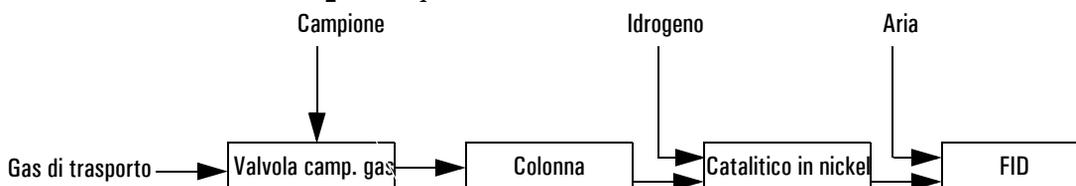
6. Porre la guarnizione in rame sull'altra estremità del cavo di accensione. Collegare tale estremità al gruppo superiore del rivelatore ed avvitare manualmente il dado. Quindi utilizzare la chiave per serrare fermamente.



7. Riposizionare il coperchio della parte destra e le due viti.
 Riposizionare la copertura dell'elettronica.
8. Riaccendere il GC e ripristinare le condizioni di funzionamento normali.

Il tubo catalitico in nickel

Il tubo catalitico in nickel G2747A, si usa per l'analisi di tracce di CO e CO₂ con un rivelatore a ionizzazione di fiamma. Il campione gassoso viene separato in colonna e passato al tubo catalitico riscaldato in presenza di idrogeno, che converte CO e CO₂ in CH₄.



Flussi di gas

Per installazioni di FID standard:

Gas	Portata, ml/min
Gas di trasporto (elio)	30
Idrogeno del FID	30 (vedere Avvertenza)
Aria del FID	400

Per installazioni in serie di TCD/FID:

gas di trasporto	Portata, ml/min
Gas di trasporto (elio)	30
Flusso di commutazione TCD	25
Idrogeno del FID	45 (vedere Avvertenza)
Aria del FID	500

Precauzioni

Il flusso di idrogeno è controllato da pressione dove il FID produce una resistenza nota. Il tubo catalitico in nickel aumenta la perdita di carico in modo tale che la calibrazione non risulta più valida. Il flusso di idrogeno deve essere misurato utilizzando un flussimetro a bolla o un misuratore analogo. Vedere ["Procedura: misurazione dei flussi di gas con il flussimetro a bolla"](#). Il tubo catalitico in nickel può essere danneggiato dall'esposizione all'aria.

Temperatura

Il tubo catalitico è normalmente montato in corrispondenza dell'iniettore posteriore e controllato dalla temperatura impostata per quest'ultimo.

Per la maggior parte delle analisi si possono utilizzare le seguenti temperature:

- tubo catalitico in nickel 375°C;
- FID 400°C.

Reimpaccamento del catalizzatore

Il catalizzatore in nickel può danneggiarsi per l'esposizione all'aria o alle impurezze presenti nei campioni o nei gas. Se le prestazioni diminuiscono in modo significativo, reimpaccare il tubo catalitico.

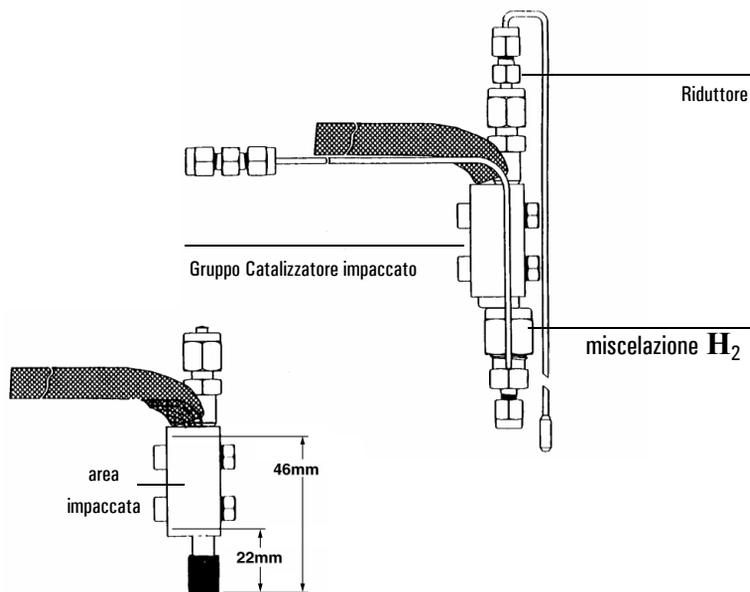
ATTENZIONE L'idrogeno (H₂) è infiammabile e, se miscelato all'aria in uno spazio chiuso (ad esempio il forno), può provocare incendi. Interrompere il flusso di H₂ alla fonte prima di iniziare a lavorare con lo strumento in qualsiasi applicazione che utilizzi idrogeno.

ATTENZIONE Sia l'ossido di nickel sia alcune forme di ossido di silice sono considerati cancerogeni per l'essere umano. Effettuare il lavoro in corrispondenza di una cappa aspirante ed indossare sempre guanti di cotone. Eliminare le perdite con un aspiratore di tipo HEPA ed evitare qualsiasi operazione che possa sollevare polvere. Se si verifica una perdita avvisare il responsabile della sicurezza dell'azienda.

ATTENZIONE Per evitare dermatiti lavarsi le mani e le braccia con sapone dopo aver effettuato le operazioni necessarie. Si consiglia di indossare abiti con maniche lunghe durante l'uso e la pulizia dello strumento. In alternativa possono essere utilizzati guanti lunghi.

Precauzioni Leggere attentamente la scheda di sicurezza Material Safety Data Sheet (MSDS) allegata al catalizzatore prima di effettuare questo procedimento.

1. Disattivare la zona termica dell'iniettore posteriore. Spegnerne tutti gli altri riscaldatori. Una volta che il tubo catalitico si è raffreddato a temperatura ambiente staccare la corrente del GC e scollegare il cavo di alimentazione. Far fuoriuscire le pressioni residue dell'idrogeno e del gas di trasporto.
2. Allentare e togliere le tre viti che tengono in posizione il coperchio sulla parte superiore del tubo catalitico. Smontare la piastra e l'isolante intorno al tubo catalitico.
3. Dall'interno del forno allentare le due viti che fissano la coppa di isolamento. Togliere la coppa e l'isolante.
4. Usare due chiavi per scollegare il gruppo saldato per la miscelazione di H_2 dal fondo del catalizzatore. Attenzione a NON applicare sollecitazioni al tubo da 1/16". La sollecitazione continua può danneggiare la saldatura.



5. Usare due chiavi per togliere il riduttore dalla parte superiore del dispositivo del catalizzatore.
6. Sollevare delicatamente il catalizzatore e toglierlo dalla zona di iniezione. Ora entrambe le estremità sono accessibili.
7. Usare uno strumento uncinato per togliere il tappo in lana di vetro dal fondo del tubo. Assicurarsi di averlo tolto completamente.
8. Svuotare il tubo del vecchio catalizzatore (potrebbe essere necessario romperlo con un utensile appuntito). Assicurarsi di averlo tolto completamente.
9. Utilizzare un'asticella sottile per spingere il tappo in lana di vetro fuori dal tubo.
10. Pulire bene l'interno del tubo con metanolo. Non utilizzare utensili appuntiti di metallo all'interno del tubo. Uno scovolo con estremità di cotone usato con cautela è sufficiente per la pulizia. Asciugare il tubo.
11. La figura precedente illustra le dimensioni per impaccare di nuovo il tubo in maniera corretta. Se una parte di catalizzatore si trova al di fuori della zona riscaldata si verificherà uno scodamento elevato del picco di CO.

Preparare un semplice calibro di profondità utilizzando un scovolo in legno con estremità di cotone o qualsiasi asticella o tubo si abbia a disposizione. Usare nastro o vernice per segnare il bastoncino a 46 mm e a 22 mm dall'estremità dello smusso.

12. Arrotolare un pezzo di lana di vetro all'incirca delle dimensioni di un pisello. Spingerlo nel tubo dall'estremità da 1/4" e fissarlo saldamente. Misurare la profondità a cui si trova la lana di vetro utilizzando l'apposito calibro - dovrebbe essere a 46 mm dall'estremità del tubo. Se necessario aggiungere ancora lana di vetro. Per ottenere un risultato più preciso, comprimere leggermente la lana durante la misurazione.

13. Capovolgere il dispositivo catalitico ed aggiure lentamante catalizzatore. Picchiettare leggermente per favorire l'assestamento. Quando il catalizzatore si trova a 22 mm dall'estremità non aggiungerne altro. NON frantumare il catalizzatore durante l'impaccamento o la misurazione della profondità.
14. Aggiungere un solo tappo in lana di vetro per riempire la parte rimanente del tubo a 5 mm dall'estremità. Questo tappo deve essere compresso leggermente durante l'installazione.

Precauzioni Prima di installare il dispositivo catalitico, pulirlo delicatamente cercando di togliere completamente la polvere prodotta dal catalizzatore.

15. Per rimontare il tutto eseguire le operazioni da 1 a 6 nell'ordine inverso. Assicurarsi che l'isolante venga reimpaccato con precisione intorno al tubo prima di reinstallare il coperchio dell'iniettore e la coppa di isolamento.
16. Controllare che non ci siano perdite.

ATTENZIONE L'idrogeno (H₂) è infiammabile e, se mischiato con l'aria in uno spazio chiuso (ad esempio il forno) può provocare incendi.

17. Attivare i flussi di idrogeno e gas di trasporto. Lasciarli fluire per 15 minuti.
18. Scaldare il catalizzatore in nickel a 375°C e mantenere tale temperatura per 30 minuti. L'accessorio è pronto per essere usato.

23 Rivelatore a conducibilità termica

Informazioni generali

Pneumatica del TCD

Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare

Passivazione del filamento

Gas di trasporto, di riferimento e di makeup

Polarità negativa

Analisi dell'idrogeno

Funzionamento del TCD

Pressioni del gas

Funzionamento del TCD

Procedura: utilizzo del TCD

Condizioni e cromatogramma di controllo

Condizioni di controllo per il TCD

Cromatogramma di controllo tipo del TCD

Manutenzione di un rivelatore a conducibilità termica

Correzione dei problemi di prestazione del TCD

Procedura: pulizia termica

Rivelatore a conducibilità termica

Informazioni generali

Il rivelatore a conducibilità termica (TCD) confronta la conducibilità termica di due flussi di gas: il gas di trasporto puro (definito anche gas di riferimento) ed il gas di trasporto più i componenti del campione (l'effluente di colonna).

Questo rivelatore contiene un filamento riscaldato elettricamente in modo che esso risulti più caldo del corpo del rivelatore. La temperatura del filamento viene mantenuta costante mentre il filamento stesso viene sottoposto al flusso alternato del gas di riferimento e dell'effluente di colonna. Quando nell'effluente di colonna è presente il campione e quindi varia la conducibilità termica del mezzo, varia anche la corrente necessaria per mantenere costante la temperatura del filamento. Lo scambio dei due gas passanti sul filamento avviene con una frequenza di cinque volte al secondo: la variazione di corrente viene misurata e registrata.

Quando viene utilizzato elio (o idrogeno) come gas di trasporto, il passaggio del campione causa una riduzione nella conducibilità termica. Utilizzando azoto la conducibilità termica in genere aumenta, poiché la maggior parte dei composti possiede una conducibilità termica maggiore di quella dell'azoto.

Poiché il TCD è un rivelatore non distruttivo, cioè non distrugge il campione durante il processo di rivelazione, questo rivelatore può essere collegato in serie ad un rivelatore a ionizzazione di fiamma o di altro tipo.

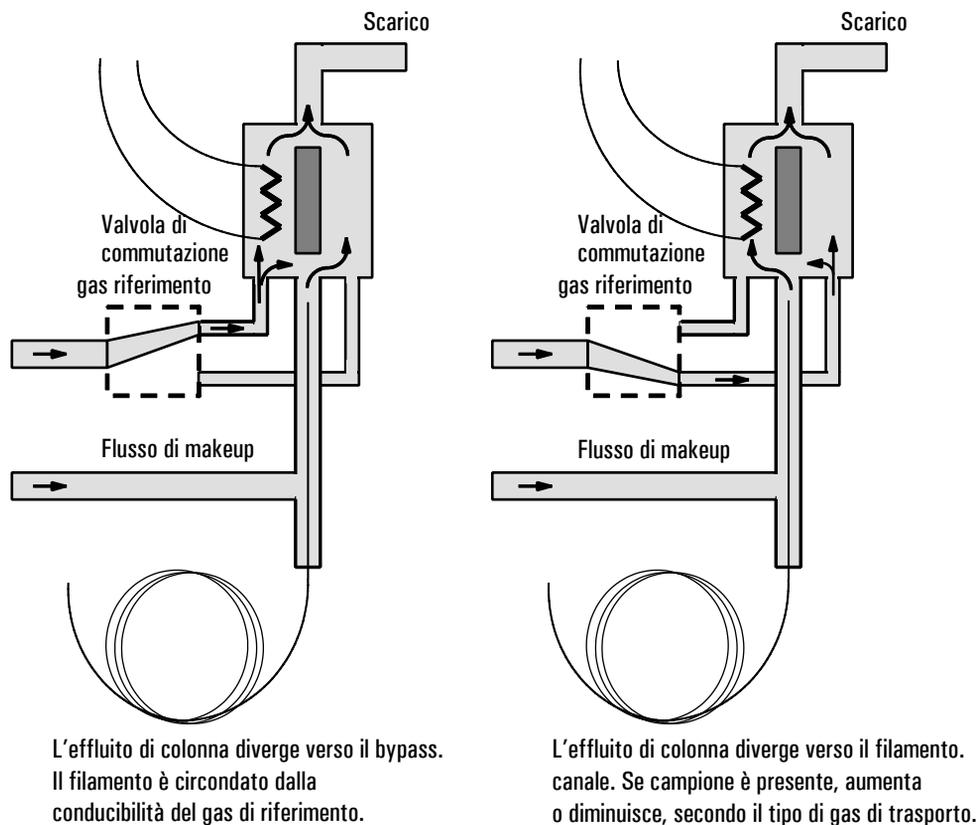


Figura 76. TCD - Diagramma concettuale

Pneumatica del TCD

[Figura 77](#) mostra la struttura pneumatica del TCD.

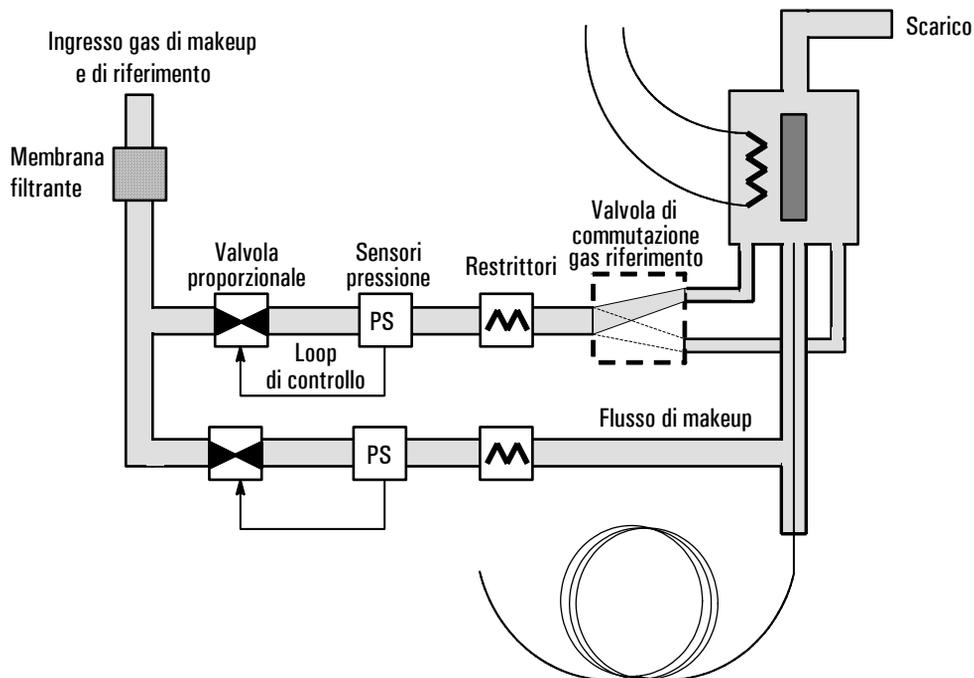


Figura 77. Pneumatica del TCD

Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare

- Temperatura inferiore a 150°C
- Filamento rotto o in cortocircuito
- Flusso del gas di riferimento impostato a 0

Passivazione del filamento

Il filamento in tungsteno-renio del TCD è stato chimicamente passivato per proteggerlo contro i danni causati dall'ossigeno. Tuttavia, i composti chimicamente attivi, come gli acidi ed i composti alogenati, possono attaccare il filamento. Il primo sintomo di ciò è una variazione permanente nella sensibilità del rivelatore, dovuta alla variazione della resistenza del filamento.

Se possibile, è preferibile evitare questi composti. Se non è possibile, potrebbe essere necessario sostituire spesso il filamento.

Gas di trasporto, di riferimento e di makeup

Il gas di makeup e quello di riferimento devono essere uguali al gas di trasporto ed il tipo deve essere specificato in entrambe le tabelle di iniettore e rivelatore.

Quando si utilizzano colonne impaccate, è consigliabile utilizzare un flusso limitato di makeup

(da 2 a 3 mL/min) per ottenere le migliori forme del picco.

Utilizzare la [Figura 78](#) per selezionare un valore per il flusso del gas di riferimento, sia per colonne capillari sia per colonne impaccate. È adatto qualsiasi rapporto che differisca di $\pm 0,25$ rispetto a quello in figura.

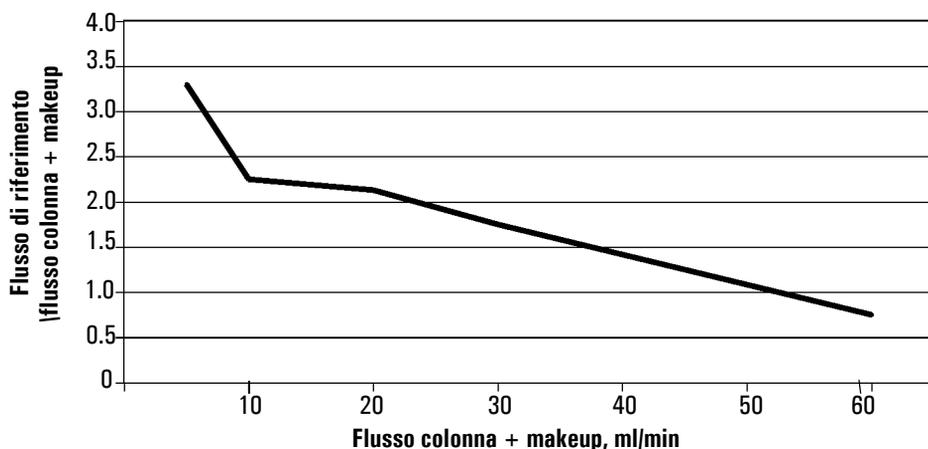


Figura 78. Selezione del flusso di gas di trasporto

Polarità negativa

I componenti del campione che presentano una conducibilità termica superiore a quella del gas di trasporto generano picchi negativi. Ad esempio, l'elio o l'idrogeno producono picchi negativi se si utilizza azoto oppure argon/metano come gas di trasporto.

L'opzione *Neg polarity ON* causa l'inversione dei picchi, in modo che l'integratore o la ChemStation siano in grado di misurarli agevolmente.

Neg polarity può essere una voce di una tabella di analisi; vedere ["Programmazione del tempo di analisi"](#).

Analisi dell'idrogeno

L'idrogeno è il solo elemento che presenta conducibilità termica superiore a quella dell'elio, inoltre la miscela contenente una piccola quantità di idrogeno (<20%) in elio a temperatura moderata presenta una conducibilità termica inferiore a quella dei singoli componenti. Se si analizza idrogeno e si utilizza elio come gas di trasporto, il picco potrebbe apparire positivo, negativo o sdoppiato.

Esistono due soluzioni al problema.

- Utilizzare azoto od argon/metano come gas di trasporto. Questo elimina il problema inerente all'uso di elio come gas di trasporto, ma causa una riduzione nella sensibilità rispetto ai componenti diversi dall'idrogeno.
- Utilizzare il rivelatore a temperature elevate, da 200 °C a 300 °C.

La temperatura di funzionamento corretta del rivelatore può essere stabilita analizzando un intervallo noto di concentrazioni di idrogeno ed aumentando la temperatura fino a che il picco di idrogeno presenti una forma regolare e vada sempre nella stessa direzione (risposta ad aria o propano da relativamente negativa a normale) indipendentemente dalla concentrazione. Questa temperatura assicura inoltre un'elevata sensibilità ed un ampio intervallo dinamico lineare.

Poiché i picchi dell'idrogeno sono negativi, è necessario modificare la polarità ad un tempo adatto affinché il picco si presenti come positivo.

Funzionamento del TCD

Per selezionare temperature e flussi per il TCD utilizzare le informazioni riportate nella [Tabella 62](#). Per individuare la pressione minima della sorgente utilizzare la [Figura 79](#). Se si ha un rivelatore EPC, si devono aggiungere 10 psi (69 kPa) alla pressione alla sorgente calcolata.

Tabella 62. Flussi e temperature consigliati

Tipo di gas	Intervallo di flusso
Gas di trasporto <i>(idrogeno, elio, azoto)</i>	Colonna impaccata, da 10 a 60 ml/min Colonna capillare, da 1 a 5 ml/min
Riferimento <i>(uguale al gas di trasporto)</i>	15 a 60 ml/min Vedere la Figura 79 per selezionare il valore.
Makeup capillare <i>(uguale al gas di trasporto)</i>	da 5 a 15 ml/min - colonne capillari da 2 a 3 ml/min - colonne impaccate
Temperatura del rivelatore	
< 150 °C, impossibile accendere il filamento	
La temperatura del rivelatore deve essere superiore di 30 - 50 °C rispetto alla massima temperatura raggiunta nel forno.	

Pressioni del gas

Scegliere un flusso ed una pressione, quindi impostare alla fonte una pressione di 10 psi (70 kPa) più elevata.

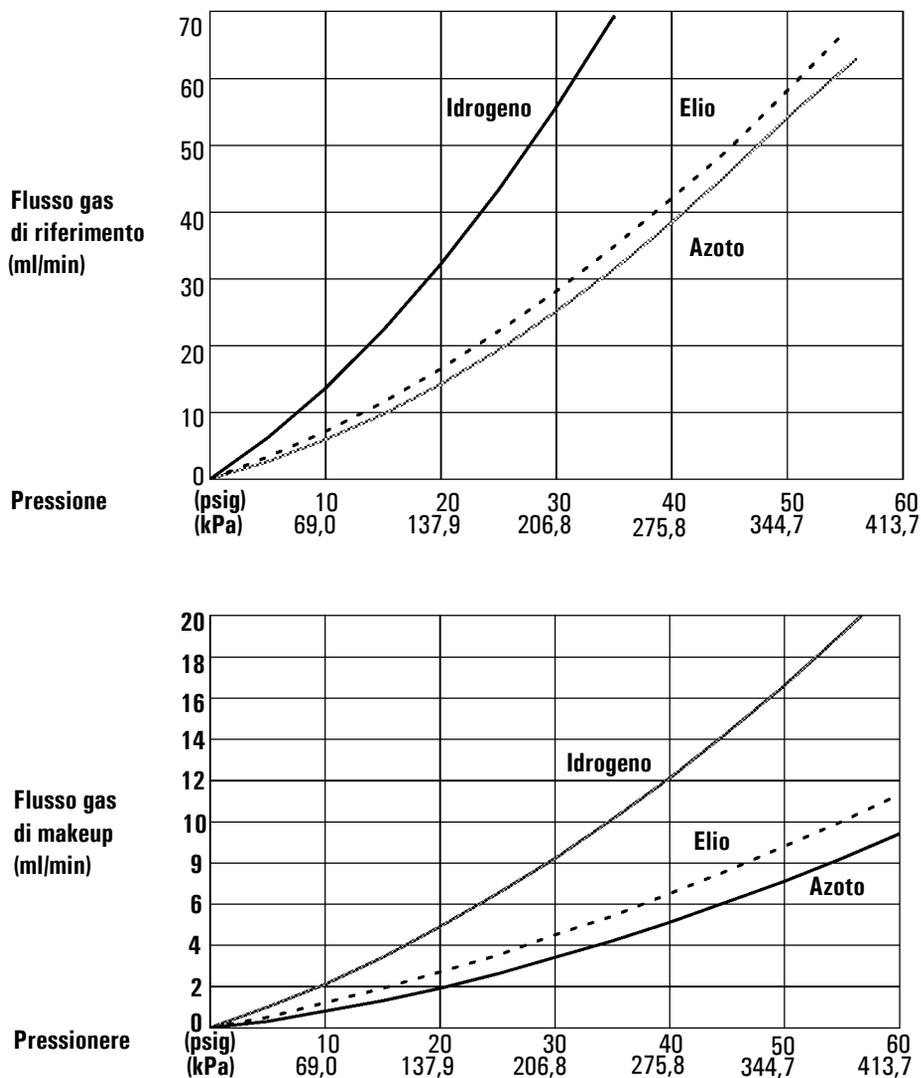


Figura 79. Relazioni pressione/flusso per gas di makeup e riferimento
(a 25 °C ed 1 atmosfera)

Funzionamento del TCD

Premere [Front Det] o [Back Det].

FRONT DET (TCD)		
Temp	24	Off
Ref flow	0.0	Off
Mkup (He)	0.0	Off
Filament		Off <
Output	0.0	
Neg polarity		Off

Temperatura rivelatore, °C Off

Flusso di gas di riferimento, ml/min o off.
Per colonne impaccate, chiudere.
Per colonne capillari, vedere le Modalità di flusso riportate di seguito.
Premere [On] o [Off].
Mostra il valore di uscita.
Polarità inversa, attivare o disattivare.
Vedere ["Automazione dello strumento"](#).

Modalità del flusso del gas di makeup

Se configurata per colonne capillari, la tabella di controllo includerà anche uno dei seguenti:

Mode: Const makeup	<
Mkup flow	0.0 Off

Mode: Col+mkup=const	
Combined flow	0.0
Makeup (He)	0.0

Per **modificare la modalità di makeup**, scorrere il display fino a **Mode** e premere [Mode/Type].

Se l'uscita del rivelatore (con la fiamma accesa) meno l'uscita (con la fiamma spenta) scende al di sotto di questo valore, l'FPD cerca per due volte di riaccendersi.

F DET MAKEUP MODE	
*Const makeup flow	
Col+makeup=const	<

Per visualizzare il gas di makeup/riferimento, premere

[Config][Front Det] o [Config][Back Det]:

CONFIGURE FRONT DET	
Mkup/ref type	He <

Per modificare il gas di makeup/riferimento,

premere [Mode/Type]:

F DET MAKEUP/REF GAS	
Helium	<
Hydrogen	
Nitrogen	

* Un flusso di makeup da 2 a 3 ml/min migliora la forma dei picchi.

Selezionare il gas adatto.

Figura 80. Tabella di controllo del TCD

Procedura: utilizzo del TCD

Per questa procedura si assume che i gas del rivelatore siano collegati, che nel sistema non esistano perdite e che sia installata la colonna. Prima di utilizzare il rivelatore, impostare la temperatura del forno e dell'iniettore e stabilire il flusso in colonna.

1. Premere [Front Det] o [Back Det] per accedere alla tabella di controllo del rivelatore.
2. Impostare la temperatura del rivelatore. Non impostare valori superiori alla massima temperatura consentita per la colonna, poiché parte della colonna passa attraverso il blocco riscaldato del TCD ed entra nella cella.
3. Verificare che il tipo di gas impostato corrisponda a quello effettivamente presente nella linea (vicino alla riga Mkup nella tabella di controllo). Se necessario, modificare il tipo ("[Flusso del gas di makeup](#)").

Precauzioni L'elettronica del rivelatore dipende dalla corretta configurazione del tipo di gas.

4. Impostare il flusso del gas di riferimento.
5. Se si stanno utilizzando **colonne impaccate**, chiudere il gas di makeup (o procedere con la fase 6 ed impostare 2 - 3 ml/min, vedere "[Gas di trasporto, di riferimento e di makeup](#)") e procedere con la fase 7.
6. Se si stanno utilizzando **colonne capillari**:
 - a. Se la colonna è *definita* e collegata a un iniettore EPC, scegliere una nuova modalità di flusso ("[Flusso del gas di makeup](#)") se lo si desidera ed impostare il flusso di gas di makeup o il flusso combinato.
 - b. Se la colonna è collegata ad un iniettore senza EPC, impostare il flusso del gas di makeup. In questo caso è disponibile solo la modalità a flusso costante.
7. Accendere il filamento. Attendere circa 30 minuti per la stabilizzazione termica. Per raggiungere la massima sensibilità potrebbe essere necessario un periodo di attesa più lungo.
8. Se necessario, impostare [On] per il parametro Negative polarity, per invertire i picchi negativi. Se il campione contiene componenti che possono dare origine sia a picchi negativi che a picchi positivi, il parametro Neg polarity può essere impostato come evento nel tempo nella tabella di controllo dell'analisi.

Procedura rapida:

(si presuppone che i valori di regolazione siano memorizzati)

1. Aprire la tabella di controllo del rivelatore.
2. Attivare la temperatura.
3. Se necessario, impostare On, per il gas di makeup.
4. Premere [Det Control].
5. Premere [On]

Condizioni e cromatogramma di controllo

Questa sezione contiene un esempio di cromatogramma di campione di prova. Esso può essere utilizzato come guida generale alle prestazioni dello strumento.

Notare che i volumi di iniezione elencati con le condizioni di funzionamento non indicano necessariamente il volume totale assoluto iniettato. Il volume indicato è semplicemente la lettura graduata (posizione del pistone) da una siringa standard da 10 μl . Per un ingresso riscaldato, l'effettivo volume campione iniettato comprenderà da 0,4 a 0,7 μl aggiuntivi, ovvero il volume del campione volatilizzato dall'interno dell'ago della siringa. Per l'iniettore dedicato on-column (non riscaldato), la posizione del pistone della siringa riflette con maggiore accuratezza il reale volume iniettato.

Notare inoltre che le procedure ed i risultati seguenti sono intesi unicamente come esempio di corretto funzionamento del sistema di iniezione e/o di rivelazione; essi non sono necessariamente adatti per il controllo di un determinato sistema rispetto ai corrispondenti limiti riportati in specifica.

Condizioni di controllo per il TCD

Colonna e campione

Tipo	HP-5 30m \times 0,32mm \times 0,25 μm N. di parte 19091J-413
Campione	FID Checkout 18710-60170
Volume di iniezione	1 μl

Iniettore

temperatura	250°C, per impaccate/con spurgo o split/splitless Oven Track per on-column a freddo 40°C PTV (vedere sotto)
Pressione	25 psi (per iniettori EPC pressione costante, elio)

Split/Splitless

Modalità	Splitless
Flusso di spurgo	60 ml/min
Tempo di spurgo	0,75 min

Iniettore, continua**PTV**

Modalità	Splitless
Temperatura dell'iniettore	40°C
Periodo mantenimento iniziale	0,1 min
Incremento 1	720°C/min
Temp finale 1	350°C
Orario finale 1	2 mn
Incremento 2	100°C/min
Temp finale 2	250°C
Orario finale 2	0 min
Pressione	25 psi (per iniettori EPV pressione costante)
Tempo di chiusura valvola	0,75 min
Flusso di lavaggio iniettore	60 ml/min

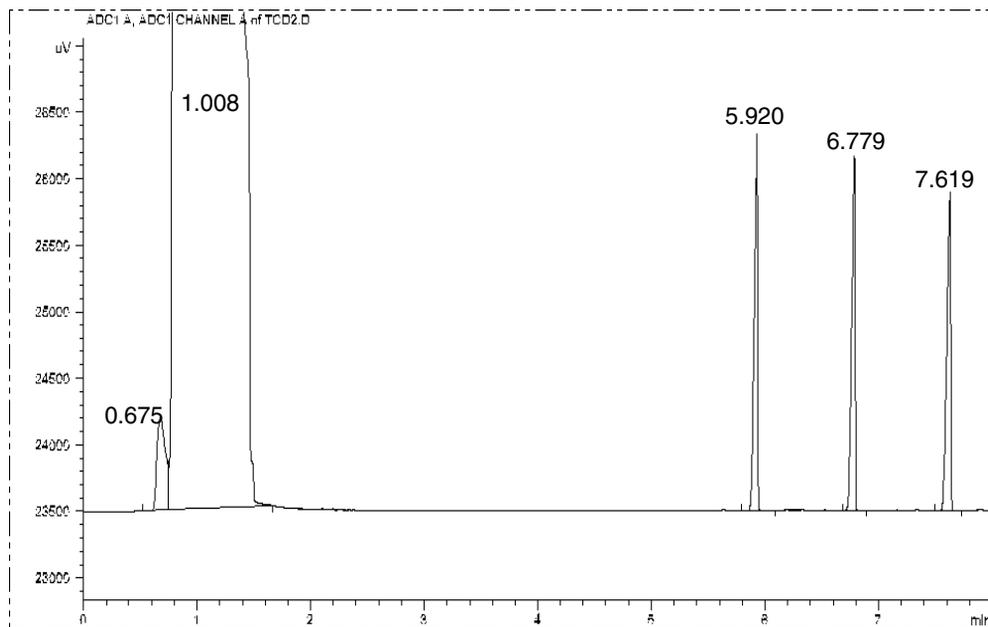
Rivelatore

Temperatura	300°C
Flusso riferimento(He)	30 ml/min
Flusso makeup (He)	2 ml/min
Offset	Deve essere < 30 giri

Forno

Temperatura iniziale	40°C
Periodo mantenimento iniziale	0 min
Incremento 1	25°C/min
Temperatura finale 1	90°C
Periodo mantenimento 1	0 min
Incremento 2	15°C/min
Temperatura finale 1	170°C
Periodo mantenimento 1	2 min

Cromatogramma di controllo tipo del TCD



I tempi di ritenzione possono differire, ma i picchi devono apparire come nell'esempio.

Manutenzione di un rivelatore a conducibilità termica

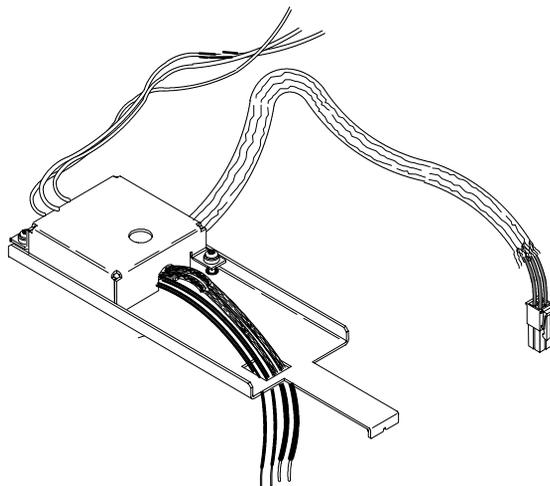


Figura 81. Il TCD

Correzione dei problemi di prestazione del TCD

Se il TCD presenta problemi, quali una linea di base variabile, aumento del livello di disturbo o variazioni nel livello di risposta per il cromatogramma di controllo significa che esiste una contaminazione causata dallo spurgo della colonna o da campioni sporchi.

Il TCD viene pulito tramite un processo termico (noto come “bake-out”). Il processo di pulizia deve essere effettuato solo dopo avere verificato che la linea del gas di trasporto ed i componenti del sistema di flusso siano privi di perdite e di contaminazioni.

Precauzioni Effettuare il processo di pulizia termica del rivelatore in presenza di elevate infiltrazioni di aria può portare alla distruzione del filamento.

Procedura: pulizia termica

La sola procedura di manutenzione che può essere necessario effettuare sul TCD è la pulizia termica.

Il TCD può essere contaminato da depositi quali lo spurgo della colonna o residui derivanti da campioni sporchi. Una linea di base instabile, l'incremento del livello di disturbo o variazioni nel livello di risposta per il cromatogramma di controllo sono indice di contaminazione.

La pulizia termica è conosciuta sotto il nome di **bakeout**. Il processo di pulizia deve essere effettuato solo dopo avere verificato che la linea del gas di trasporto ed i componenti del sistema di flusso sono privi di perdite e di contaminazioni.

Precauzioni

Per evitare di danneggiare irrimediabilmente il filamento a causa dell'ossigeno che può entrare nel rivelatore, durante il processo di pulizia termica è necessario spegnere il TCD, staccare la colonna e chiudere il connettore per la colonna con un tappo.

1. Spegnere il rivelatore.
2. Smontare la colonna dal rivelatore e chiudere con un tappo il connettore.
3. Impostare il flusso del gas di riferimento fra 20 e 30 ml/min.
Impostare la temperatura del rivelatore a 400 °C.

FRONT DET (TCD)		
Temp	55	Off <
Ref flow	0.0	Off
Mode: Col + mkup = const		
Combined flow	0.0	Off
Makup flow		Off
Filament		Off
Output (off)		Off
Neg polarity		Off

4. Lasciare in queste condizioni per alcune ore, per consentire la pulizia del TCD. Riportare quindi il sistema alle condizioni di funzionamento normali.

24 Rivelatore azoto-fosforo

Informazioni generali

Software richiesto

Pneumatica dell'NPD

Condizioni che impediscono il funzionamento dell'NPD

Purezza dei gas

L'elemento attivo

Adjust offset

Interruzione della procedura di correzione dell'offset

Spegnimento del rivelatore

Impostazione della procedura di correzione dell'offset nella tabella di controllo dell'analisi

Periodo di equilibratura

Procedura: modifica del periodo di equilibratura

Apertura e chiusura dell'idrogeno durante l'eluizione del solvente

Disattivazione dell'idrogeno fra un'analisi e l'altra

Tensione dell'elemento attivo

Estensione della durata dell'elemento attivo

Programmazione

Elettrometro

Velocità dei dati

Procedura: impostazione della velocità di campionamento dati dell'NPD

Jet e collettori

Funzionamento dell'NPD

Pressioni del gas

Funzionamento con EPC

Procedura: utilizzo dell'NPD

Condizioni e cromatogramma di controllo

Condizioni di controllo dell'NPD

Cromatogramma di controllo tipo relativo al FID

Manutenzione di un rivelatore azoto-fosforo

Parti dell'NPD illustrate

Correzione dei problemi hardware dell'NPD

Procedura: sostituzione del gruppo dell'elemento attivo

Procedura: pulizia del rivelatore e del collettore; sostituzione degli isolanti e degli anelli

Sostituzione o pulizia del jet

Procedura: smontaggio
ed ispezione del jet

Procedura: pulizia del jet

Procedura: installazione del jet
e riassettaggio del rivelatore

Rivelatore azoto-fosforo

Informazioni generali

Il rivelatore azoto-fosforo NPD fa passare il gas di trasporto ed i campioni attraverso un plasma idrogeno/aria. Un elemento riscaldato (spesso definito elemento attivo) si trova subito sopra il jet. Il ridotto rapporto idrogeno/aria non è in grado di sostenere una fiamma ionizzante, riducendo così al minimo la ionizzazione degli idrocarburi, mentre gli ioni alcalini sulla superficie dell'elemento attivo facilitano la ionizzazione dei composti organici contenenti azoto o fosforo. La corrente in uscita è proporzionale al numero di ioni prodotti. Essa viene raccolta da un elettrometro, convertita in forma digitale ed inviata al dispositivo in uscita.

Software richiesto

Questa descrizione presuppone che sia stato installato il seguente software/firmware:

Prodotto	Versione software/firmware
GC 6890	A.03.03 o successiva
ChemStation Agilent per GC	A.05.02 o successiva
ChemStation Agilent per MSD	G1701AA o successiva

Il software/firmware con numeri inferiori a quelli elencati nella tavola riducono la durata dell'elemento attivo. Consultare Agilent per eventuali aggiornamenti.

Pneumatica dell'NPD

[Figura 82](#) mostra i percorsi di flusso per l'NPD.

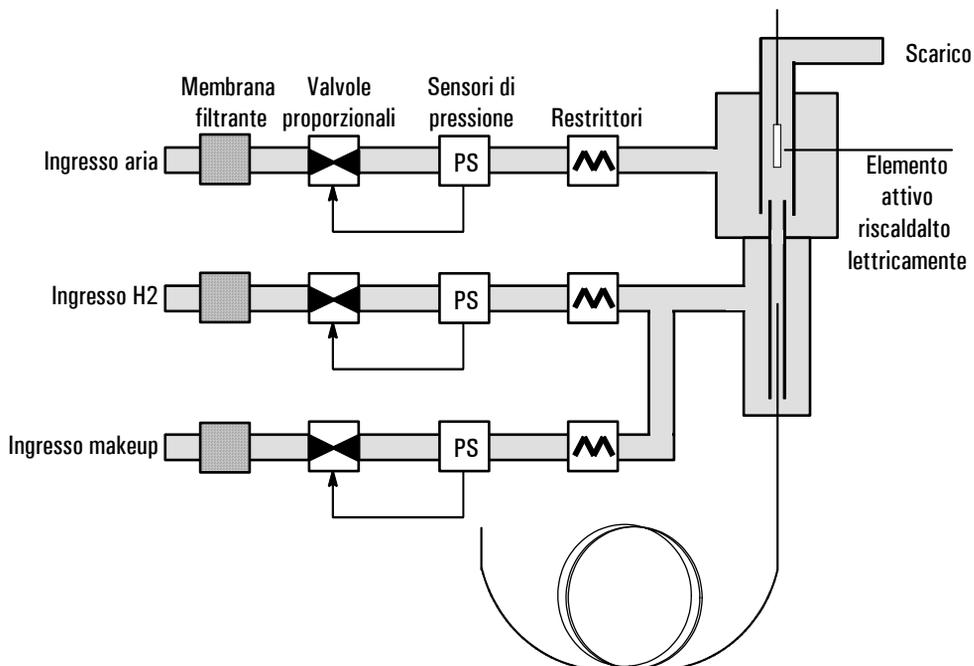


Figura 82. Pneumatica dell'NPD

Condizioni che impediscono il funzionamento dell'NPD

- Valori di controllo di idrogeno ed aria impostati a 0.
- Se la temperatura del rivelatore è inferiore a 150 °C o se il forno è spento, il processo di `Adjust offset` non viene avviato.

Purezza dei gas

L'NPD è altamente sensibile pertanto richiede gas estremamente puri. Consigliamo vivamente di utilizzare trappole di umidità e organiche per il gas di trasporto e per tutti i gas del rivelatore, compresi l'idrogeno del rivelatore, l'aria e i gas di makeup.

L'elemento attivo

Sono disponibili due elementi attivi.

Colore dell'elemento attivo	N. di parte	Vantaggi	Svantaggi
Bianco	G1530-60570	Setto	Scodamento composti fosforati
Nero	5183-2007	Durevole, nessuno scodamento di fosforo	Sensibilità bassa all'azoto, circa il 40%

Vi sono tre possibili impostazioni per l'elemento attivo: `Adjust offset`, `Bead voltage` e `Equib time`.

Adjust offset

Quando si inserisce un valore in questo campo premere, [On] per utilizzare il valore memorizzato; il flusso di gas al rivelatore si attiva, l'elemento attivo si riscalda e la tensione dell'elemento si regola finché `Output` risulta stabile ed uguale al valore inserito. Ci sono cinque condizioni possibili per `Adjust offset`.

Rivelatore spento. Quando il rivelatore è spento `Adjust offset` e `Bead voltage` sono in posizione `Off` e viene visualizzato il valore iniziale di `Output`.

Premere [Front Det] [Det Control] o [Back Det] [Det control].

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	Off
Output	0.3
Bead voltage	Off

Rivelatore acceso, temperatura del rivelatore inferiore a 150 °C. Quando si inserisce un valore di `Adjust offset` o si preme [On], i gas dei rivelatori non sono attivi e sul display lampeggiano i messaggi seguenti:

```

FRONT DET (NPD)
Adjust offset  30
Output        0.3
Bead voltage  wait
    
```

```

FRONT DET (NPD)
Temp not ready 30
Output        0.3
Bead DetTemp  < 150
    
```

Rivelatore acceso, in attesa che vengano raggiunti i valori impostati per la temperatura e l'equilibratura per il forno e/o il rivelatore. Quando la temperatura del rivelatore supera 150 °C, i flussi di idrogeno ed aria vengono aperti ed inizia il riscaldamento dell'elemento attivo, mentre il rivelatore ed il forno raggiungono i rispettivi valori di controllo e le temperature si equilibrano. Sul display lampeggia il seguente messaggio:

```

FRONT DET (NPD)
Adjust offset  30
Output        0.5
Bead voltage  2.500
    
```

```

FRONT DET (NPD)
Temp not ready 30
Output        0.5
Bead voltage  2.500
    
```

Rivelatore acceso durante la procedura di correzione dell'offset e il periodo di equilibratura. Quando le temperature del rivelatore e del forno raggiungono il valore impostato e si equilibrano, il processo di `Adjust offset` ha inizio. La tensione dell'elemento attivo viene aumentata sino a che il valore di uscita è prossimo al valore impostato per `Adjust offset`. Inizia il tempo di equilibratura (vedere "[Periodo di equilibratura](#)"). Sul display lampeggia il seguente messaggio:

```

FRONT DET (NPD)
Adjust offset  30
Output        0.5
Bead voltage  2.500
    
```

```

FRONT DET (NPD)
Adjusting      30
Output        9.1
Bead voltage  2.750
    
```

Rivelatore acceso e pronto. Una volta raggiunto il valore impostato per `Adjust offset` e trascorso il periodo di equilibratura, sulla riga corrispondente è impostato `Off`. Il rivelatore ora è acceso e pronto.

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	off
Output	30.1
Bead voltage	2.850

Display: `Off` una volta terminato.

Potrebbe verificarsi un fenomeno di deriva.

La tensione dell'elemento attivo non cambia.

Interruzione della procedura di correzione dell'offset

Con il cursore sulla riga `Adjust offset` premere [Delete]. Questa operazione cancella la procedura di correzione senza spegnere i gas del rivelatore e la tensione all'elemento attivo. Ciò si rivela utile se si desidera avviare una analisi prima che sia trascorso il periodo di equilibratura dell'elemento attivo.

Spegnimento del rivelatore

Precauzioni

Se, in qualsiasi momento, si imposta [Off] per il parametro `Adjust offset`, la tensione dell'elemento attivo viene spenta ed i flussi di idrogeno ed aria vengono interrotti.

Impostazione della procedura di correzione dell'offset nella tabella di controllo dell'analisi

È possibile utilizzare la tabella di controllo dell'analisi per avviare la procedura `Adjust offset` ad un determinato istante. I dettagli sono reperibili in "[Programmazione a tempo](#)".

Precauzioni

È poco opportuno avviare la procedura di `Adjust offset` fra due analisi. Prima che il forno raggiunga il valore di controllo iniziale e che il sistema diventi termicamente stabile, lo spurgo di colonna ed un eventuale scodamento residuo dei picchi possono mascherare una linea di base altrimenti stabile. Questo può allungare il periodo di attesa fra le analisi.

Periodo di equilibrizzazione

Il periodo di equilibrizzazione inizia quando il valore di Output è prossimo a quello impostato per Adjust offset. Durante l'equilibrizzazione il valore di Output viene misurato e confrontato con quello di Adjust offset. Se per l'intero periodo di equilibrizzazione il valore di Output non si discosta da quello di Adjust offset, il rivelatore passa allo stato di pronto. Invece, se il valore di Output è troppo alto o troppo basso in un qualsiasi momento durante il periodo di equilibrizzazione, il processo di correzione continua e il periodo di equilibrizzazione riparte di nuovo.

Consigliamo un tempo di equilibrizzazione di 0,0 ed il procedimento automatico di Adjust offset. Alcuni elementi attivi non rispondono bene al procedimento automatico. Per questi si consiglia di iniziare a 2,0 volt ed aumentare gradualmente la tensione di 10 volt per volta fino a raggiungere lo scarto desiderato.

Procedura: modifica del periodo di equilibrizzazione

1. Premere [Config][Front Det] o [Config][Back Det]:

CONFIGURE FRONT DET	
Mkup gas type	He <
Equib time	3.00
Electrometer	On

2. Inserire un valore (in minuti). Tempi di equilibrizzazione lunghi riducono la durata dell'elemento attivo.

Apertura e chiusura dell'idrogeno durante l'eluizione del solvente

Quando si usa l'NPD, la linea di base si sposta dopo il picco del solvente e può impiegare un po' tempo per stabilizzarsi, specie con solventi clorurati. Per ridurre al minimo questo effetto, disattivare il flusso di idrogeno durante l'uscita del picco del solvente e riattivarlo dopo la sua eluizione. Grazie a questa tecnica, il ritorno della linea di base al valore originario avviene in meno di 30 secondi. Inoltre ciò aumenta la durata dell'elemento attivo. L'idrogeno può venire aperto o chiuso come evento della tabella di controllo dell'analisi. Vedere ["Programmazione del tempo di analisi"](#).

Disattivazione dell'idrogeno fra un'analisi e l'altra

Per aumentare la durata dell'elemento attivo disattivare il flusso di idrogeno fra un'analisi e l'altra. Lasciare attivi tutti gli altri flussi e la temperatura del rivelatore invariata. Attivare il flusso di idrogeno per l'analisi successiva; l'elemento attivo verrà innescato quasi immediatamente. Il processo può essere automatizzato inserendo gli appositi valori nella tabella di controllo.

Tensione dell'elemento attivo

Il parametro `Bead voltage` visualizza la tensione utilizzata per il riscaldamento dell'elemento attivo. Esso può rappresentare un valore effettivo, dipendente dal valore del parametro `Adjust offset`, oppure può essere impostato come valore di controllo.

Poiché quando si imposta un valore per il parametro `Bead voltage` il periodo di equilibratura non viene utilizzato, non è possibile stimare la stabilità della linea di base. Utilizzare il valore di `Bead voltage` quando il procedimento di avvio automatico non funziona.

Inoltre il parametro `Bead voltage` si rivela utile per effettuare piccole correzioni fra le analisi. Se si osserva una deriva della linea di base, è possibile impostare un valore di correzione, per compensare tale deriva senza dover attendere a lungo la conclusione del periodo di equilibratura.

Le tensioni tipo per gli elementi nuovi vanno da 2,5 a 3,7 volt. Con valori superiori si riduce la durata dell'elemento attivo.

Estensione della durata dell'elemento attivo

- Utilizzare i valori di correzione dell'offset o di tensione dell'elemento più ridotti possibili.
- Se possibile, analizzare campioni puliti.
- Spegnere l'elemento attivo quando non è in uso.
- Mantenere elevate le temperature del rivelatore (da 320 a 335°C).
- Disattivare il flusso di idrogeno durante l'uscita del picco del solvente e fra un'analisi e l'altra.

- Se l'NPD rimane spento per un lungo periodo di tempo in un ambiente con elevata umidità, è possibile che si abbia un accumulo di condensa nel rivelatore. Per fare evaporare quest'acqua:
 - a. impostare 100°C per la temperatura del rivelatore e mantenerla per 30 minuti;
 - b. portare la temperatura del rivelatore a 150°C e mantenerla per 30 minuti.
- Programmazione della temperatura
-

Programmazione

Il rivelatore NPD è sensibile ai flussi. Se si usa una programmazione di temperatura nella quale la perdita di carico sulla colonna cambia con la temperatura, impostare lo strumento come segue.

- Impostare il gas di trasporto nella modalità `Constant flow`.
Impostare il gas di makeup su `Const makeup`
- Se si sceglie di lavorare in modalità di pressione costante, il gas di makeup dovrebbe essere impostato in modalità `Col+mkup=const`.

Elettrometro

La tabella di controllo Configure Detector contiene un comando di On/Off per il parametro Electrometer. Quando si lavora con l'NPD è necessario accendere e spegnere l'elettrometro.

Precauzioni Non spegnere l'elettrometro durante un'analisi. Esso annullerebbe l'uscita del rivelatore.

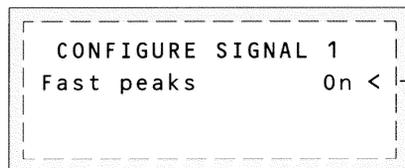
Velocità dei dati

Per l'uscita analogica dell'NPD possono essere utilizzate due velocità. La velocità più elevata consente un valore minimo di ampiezza dei picchi di 0,004 minuti, mentre la velocità standard consente valori di ampiezza del picco di 0,01 minuti.

Procedura: impostazione della velocità di campionamento dati dell'NPD

Se si usa la funzione per *picchi veloci* (*fast peaks*), l'integratore deve essere abbastanza veloce da processare i dati provenienti dal GC. L'ampiezza di banda dell'integratore deve essere di almeno 15 Hz. Per utilizzare l'opzione "fast peaks":

1. Premere [Config][Signal 1] o [Config][Signal 2].



2. Premere [On].

Per l'uscita digitale alla ChemStation sono disponibili velocità da 0,1 Hz sino a 200 Hz, in grado di gestire picchi larghi da 0,001 a 2 minuti.

Consultare ["Gestione dei segnali"](#).

La funzione *fast peaks* non si applica all'uscita digitale.

Jet e collettori

L'NPD *ottimizzato per capillari* viene utilizzato solo con colonne capillari. Viene fornito con il jet ed il collettore standard.

Tabella 63. Jet e collettori per NPD ottimizzato per capillari

Tipo	N. di parte	d.i.	Uso con
Jet standard	G1531-80560	0,29 mm	Entrambi i collettori
Jet esteso (opzionale)	G1534-80580		Entrambi i collettori
Collettore standard	G1534-20530	7 mm	
Collettore con d.i. ridotto (opzionale)	G1534-20660	5 mm	

L'NPD *adattabile* è adatto a colonne impaccate e a colonne capillari. Viene fornito con il jet per la colonna capillare e con il collettore standard. È necessario cambiare il jet per utilizzare colonne impaccate. le istruzioni sono reperibili in ["Sostituzione o pulizia del jet"](#).

Tabella 64. Jet e collettori per l'NPD adattabile

Tipo	N. di parte	d.i.	Uso con
Jet per colonne capillari	19244-80560	0,29 mm	Entrambi i collettori
Jet esteso	G1534-80590		Entrambi i collettori
Collettore standard	G1534-20530	7 mm	
Collettore a d.i. ristretto	G1534-20660	5 mm	

I jet estesi, utilizzati con collettori di diametro interno ridotto, riducono l'esposizione del campione al metallo caldo e lo scodamento di composti molto polari.

Funzionamento dell'NPD

Utilizzare le informazioni della [Tabella 65](#) per selezionare temperature e flussi. Dalla [Figura 83](#) scegliere una pressione sorgente minima. Occorre aggiungere 10 psi (69 kPa) alla sorgente di pressione nel diagramma.

Tabella 65. Flussi, temperature ed informazioni sull'elemento attivo

Tipo di gas	Flusso raccomandato
Gas di trasporto (idrogeno, elio, azoto)	<i>Capillare</i> , selezionare il flusso ottimale basandosi sulle dimensioni della colonna.
Gas del rivelatore	
Idrogeno	3,0 ml/min (il flusso massimo è 5 ml/min)
Aria	60 ml/min
Makeup per capillari (elio, ** azoto)	Azoto: da 5 a 10 ml/min Elio: inferiore a 5 ml/min
<p>Temperatura (Il valore di default è 250 °C; l'intervallo operativo va da temperatura ambiente a 400 °C)</p> <p>< 150 °C, il processo di Adjust offset non si avvia. da 325 a 335°C (consigliato).</p> <p>La temperatura del rivelatore deve essere superiore alla massima temperatura raggiunta nel forno. Maggiore è la temperatura del rivelatore, minore è la tensione richiesta per l'elemento attivo.</p>	
<p>Adjust offset (valore di default 30 pA, intervallo suggerito 30 - 40 pA, intervallo disponibile 10 - 99 pA)</p> <p>≥50 pA aumenta la sensibilità ma riduce la durata dell'elemento attivo. Valori inferiori riducono la sensibilità ed aumentano la durata dell'elemento, ma valori troppo bassi possono causare fenomeni di quenching del solvente. Una volta avviata la procedura Adjust offset, sono necessari 20 - 60 minuti perché il rivelatore raggiunga lo stato di pronto.</p>	
<p>Equib time (default 5 minuti; intervallo operativo 0 - 999,9 minuti)</p> <p>Il tempo consigliato è di 0,0 minuti.</p>	
<p>Bead voltage (l'intervallo va da 0 a 4,095 V) Da utilizzare per effettuare regolazioni secondarie o per attivare l'elemento attivo manualmente. Set Equib time = 0.0 e Bead voltage at 2.0. Aumentare la tensione con incrementi di 0,01 volt fino a innescare l'elemento attivo.</p>	

Pressioni del gas

Scegliere un flusso, trovare una pressione e impostare la pressione sorgente alzandola di 10 psi (70 kPa).

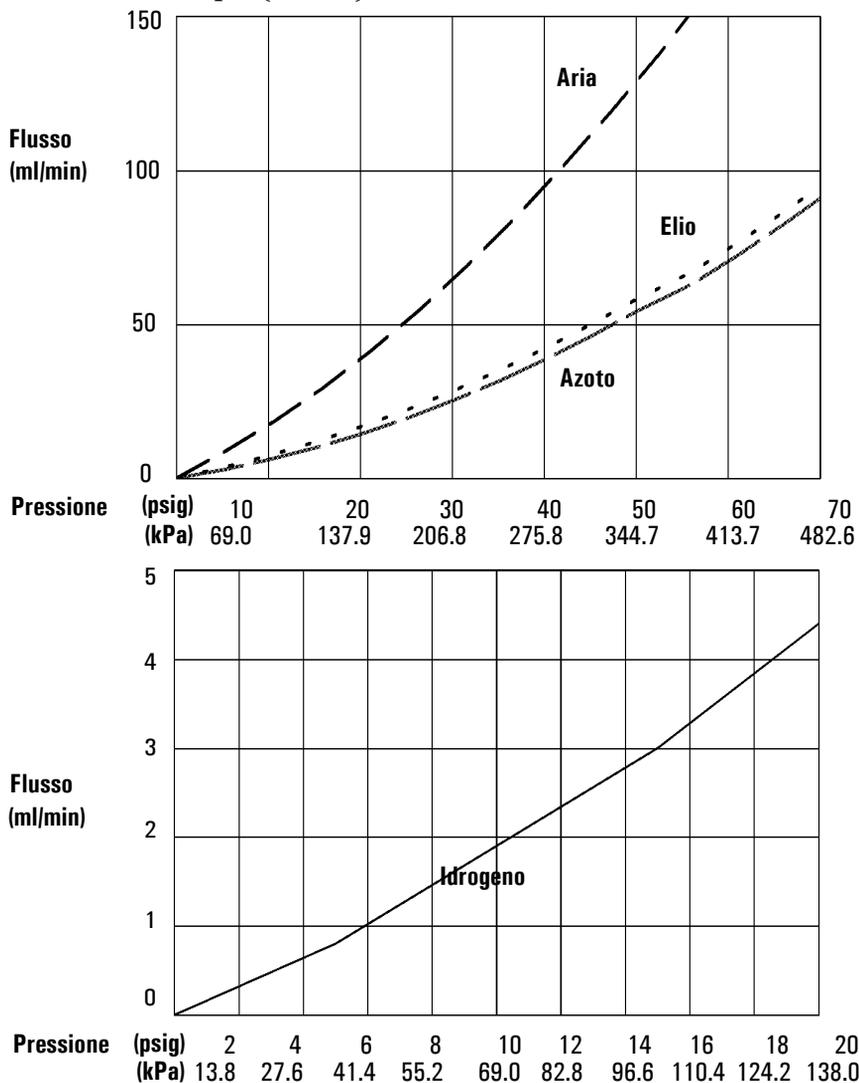


Figura 83. Relazioni pressione/flusso per i gas dell'NPD
(a 25 °C ed 1 atmosfera)

Funzionamento con EPC

Premere [Front Det] o [Back Det].

FRONT DET (NPD)		
Temp	24	Off <
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mkup flow	0.0	Off
Adjust offset		Off
Output	0.3	
Bead voltage		Off

Temperatura, °C

Flusso H2, ml/min.

Flusso Aria, ml/min.

Per colonne impaccate, spegnere.

Per colonne capillari, vedere **makeup**

Modalità di flusso del gas di makeup.

Modifica automaticamente la tensione dell'elemento attivo raggiungendo uno stabile un valore di Output (10 - 99 pA).

Valore effettivo di uscita rivelatore.

Valore effettivo tensione riscaldamento dell'elemento attivo (0 - 4,095 V)

Modalità per il flusso di makeup:

Se sono specificate le dimensioni delle colonne, la tavola di controllo includerà una di queste:

Mode: Const makeup		
Mkup flow	0.0	Off <

Mode: Col+mkup=const		
Combined flow	0.0	
Makeup flow	0.0	<

Per **modificare la modalità di makeup**, scorrere a Mode: e premere [Mode/Type].

Selezionare ed impostare i valori di flusso adatti.

F DET MAKEUP MODE		
*Const makeup flow		
Col+makeup=const		<

Per **modificare il tipo di gas di makeup** od **il tempo di equilibrage**, premere [Config] [Front Det] o [Config][Back Det]:

Premere [Mode/Type] per modificare il **gas di makeup**:

CONFIGURE FRONT DET		
Mkup gas type	He	<
Equip time	0.00	
Electrometer	On	

FRONT DET MAKEUP GAS		
Helium		<
*Nitrogen		

Non è necessario accendere o spegnere on o off.

Selezionare il gas adatto.

Figura 84. Tabella di controllo dell'NPD

Procedura: utilizzo dell'NPD

Prima di utilizzare l'NPD, verificare che tutti i gas del rivelatore siano collegati, che sia installata una colonna, che sia installato il jet adatto e che in sistema non presenti perdite. Verificare la temperatura del forno e dell'iniettore ed il flusso in colonna. Utilizzare le informazioni della [Figura 84](#) per modificare le tabelle di controllo.

ATTENZIONE Prima di aprire i flussi di idrogeno ed aria, verificare che sia installata una colonna o che il connettore della colonna sul FID sia chiuso. Se si verificano perdite di idrogeno nel forno, c'è pericolo di esplosione.

1. È la differenza attesa fra l'uscita dell'FPD con la fiamma accesa e l'uscita con la fiamma spenta.
 - a. Se si sta utilizzando il gas di makeup, verificare che il gas effettivamente presente nella linea corrisponda al tipo di gas impostato. Se necessario, modificare il tipo (pagina [534](#)). Si consiglia di usare l'azoto.
 - b. Verificare il periodo di equilibratura. Il valore consigliato è di 0,0.
2. Premere [Front Det] o [Back Det] per accedere alla tabella di controllo dell'NPD.
3. Impostare la temperatura del rivelatore. L'intervallo consigliato va da 325 a 335°C.
4. Inserire un flusso di idrogeno (si consiglia 3,0) e premere [Off].
5. Inserire un flusso di aria (60 è il valore consigliato) e premere [Off].

Procedura rapida:

(si presuppone che i valori corretti siano memorizzati)

1. controllo del rivelatore.
2. Impostare [On] per la temperatura.
3. Se necessario aprire il gas di makeup.
4. Premere [Det Control].
5. Premere [On].

Se si sta utilizzando una **colonna impaccata**, spegnere il gas di makeup

Se la **colonna capillare** è *definita* e collegata ad un iniettore EPC, scegliere, se lo si desidera, una nuova modalità di flusso (pagina [534](#)) e impostare il flusso del gas di makeup. Se la colonna è in modalità di flusso costante, scegliere const makeup. Se la colonna è in modalità di pressione costante, scegliere Col+makeup=const..

Se la colonna è *non definita* o collegata ad un iniettore non EPC, impostare il flusso del gas di makeup. In questo caso è disponibile solo la modalità flusso costante.

6. Impostare un valore per Adjust offset o premere [On] per avviare la procedura di correzione dell'offset. I flussi di idrogeno e di aria vengono aperti automaticamente quando la temperatura del rivelatore supera 150 °C.

Condizioni e cromatogramma di controllo

Questa sezione contiene un esempio significativo di cromatogramma di campione di prova. Esso può essere utilizzato come guida generale alle prestazioni dello strumento.

Notare che i volumi di iniezione elencati con le condizioni di funzionamento non indicano necessariamente il volume totale assoluto iniettato. Il volume fornito è costituito semplicemente dalla lettura del livello graduato (posizione del pistone) effettuata su una siringa da 10 μL . Per l'iniettore riscaldato, il volume di campione effettivo iniettato comprenderà un'aggiunta da 0,4 a 0,7 μL , il volume di campione evaporato dall'interno dell'ago della siringa. Per l'iniettore dedicato on-column (non riscaldato), la posizione del pistone della siringa riflette con maggiore accuratezza il reale volume iniettato.

Notare inoltre che le procedure ed i risultati seguenti sono intesi unicamente come esempio di corretto funzionamento del sistema di iniezione e/o di rivelazione; essi non sono necessariamente adatti per il controllo di un determinato sistema rispetto ai corrispondenti limiti riportati in specifica.

Condizioni di controllo dell'NPD

Colonna e campione

Tipo	5 30m x 0,32mm x 0,25 μm Codice 19091J-413
Campione	NPD Checkout 18789-60060
Volume iniettato	1 μl

Iniettore

Temperatura	200°C, per impaccate con spurgo o split/splitless Oven Track per on-column a freddo 60°C PTV (vedere sotto)
Pressione	25 psi (per iniettori EPC pressione costante, elio)
Split/Splitless	
Modalità	Splitless
Flusso di lavaggio iniettore	60 ml/min
tempo di chiusura valvola	0,75 min
PTV	
Modalità	Splitless
Temperatura dell'ingresso	60°C
Periodo mantenimento iniziale	0.1 min
Incremento 1	720°C/min
temp.finale 1	350°C
Orario finale 1	2 min
Incremento 2	100°C/min
temp.finale 2	250°C
Orario finale 2	0 min
Pressione	25 psi (per iniettori EPC pressione costante)
Tempo di chiusura valvola	0,75 min
Flusso di lavaggio iniettore	60 ml/min

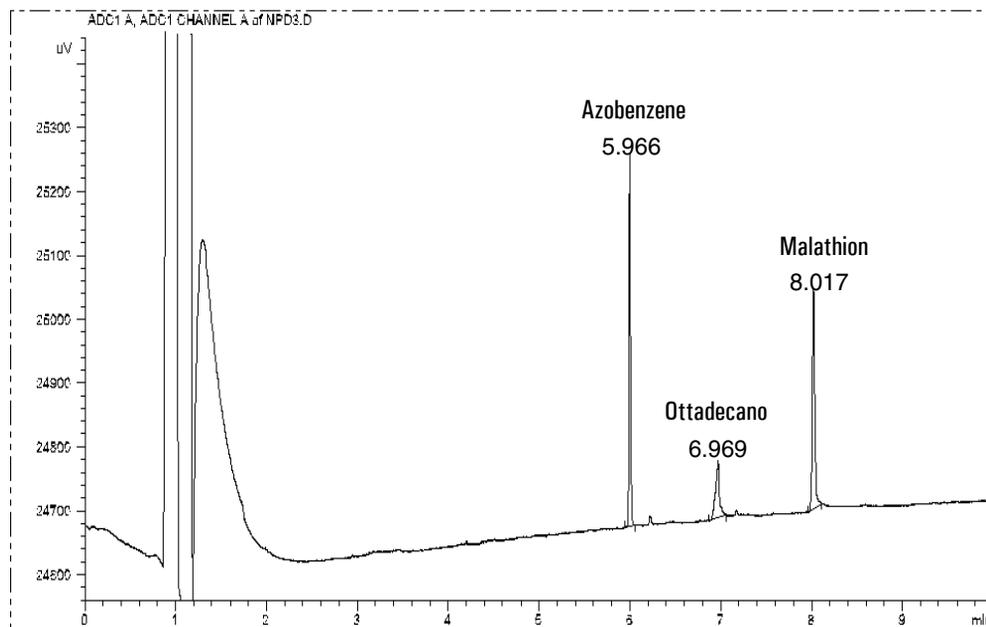
Rivelatore

Temperatura	300°C (da 325 a 330°C (consigliato))
Flusso H ₂	3 ml/min
Flusso aria	60 ml/min
Flusso makeup + colonna	10 ml/min (si consiglia l'azoto)
Offset	50 pA (da 30 a 35 consigliato)

Forno

Temperatura iniziale	60°C
Periodo mantenimento iniziale	0 min
Incremento 1	20°C/min
Temperatura finale 1	200°C
Periodo mantenimento finale	3 min

Cromatogramma di controllo tipo relativo al FID



I tempi di ritenzione possono differire, ma i picchi devono apparire come nell'esempio.

Manutenzione di un rivelatore azoto-fosforo

Parti dell'NPD illustrate

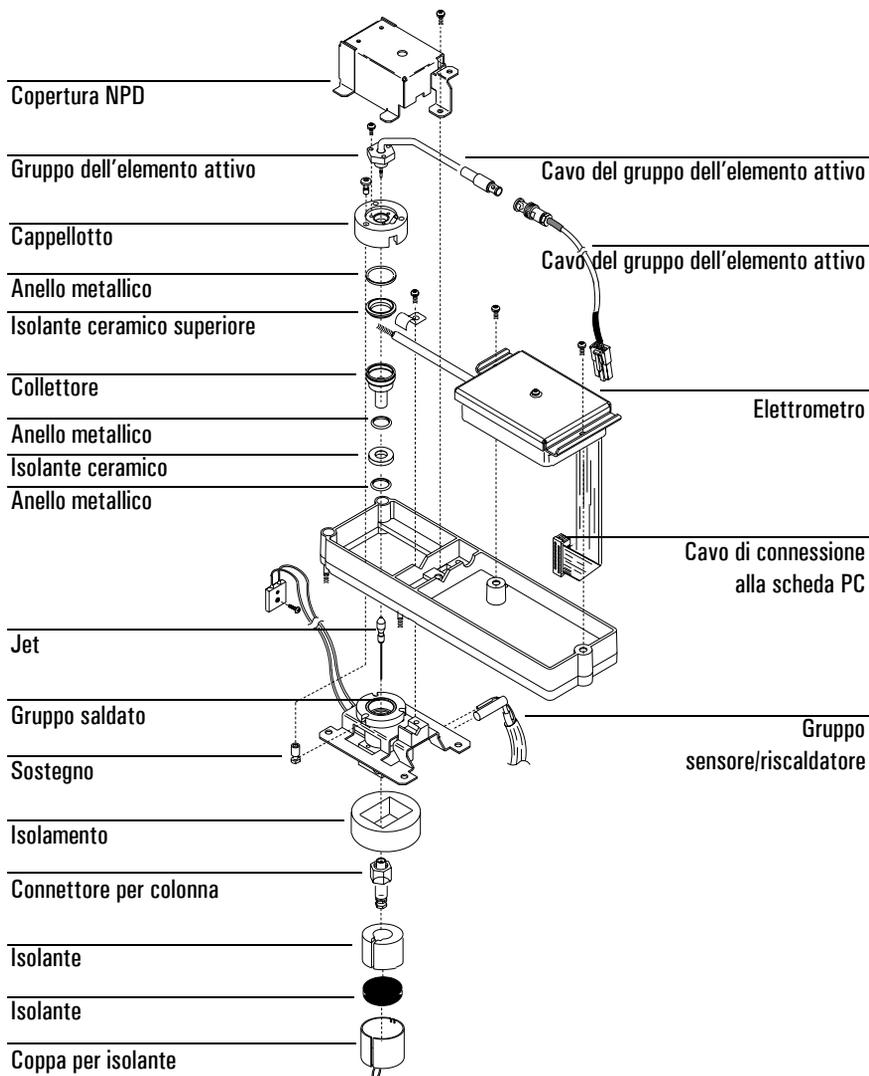


Figura 85. L' NPD

Correzione dei problemi hardware dell'NPD

Nessuna risposta del rivelatore all'iniezione di un campione

- L'elevata quantità di solvente ha estinto il plasma idrogeno/aria. Aumentare la tensione dell'elemento attivo. Utilizzare valori di offset più elevati (ad esempio, 40 - 50 pA) o utilizzare un flusso del gas di makeup di 5 ml/min.
- Verificare che al rivelatore arrivi il flusso dell'idrogeno. Verificare che la sorgente fornisca idrogeno. Verificare che flusso e pressione siano stati impostati correttamente da tastiera. Il flusso di idrogeno deve essere compreso tra 1,0 e 5,5 mL/min.
- L'elemento non è stato attivato. Osservare attraverso lo scarico del rivelatore se l'elemento si presenta luminoso (arancione). Se l'elemento attivo appare spento, verificare che la corrente che riceve sia sufficiente. Verificare il segnale di fondo del rivelatore. Portare a zero la tensione dell'elemento attivo per stabilire il livello di riferimento, quindi, incrementando la tensione, verificare che il segnale aumenti rapidamente (ciò indica l'avvenuta accensione). Se anche portando la tensione a 4 V non si verifica l'accensione, probabilmente l'elemento attivo si è bruciato. Sostituirlo.
- Il cavo di alimentazione dell'elemento attivo non funziona. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.
- Se l'isolante di ceramica superiore è contaminato, si verificherà uno scarto di rivelabilità elevato (da 2 a 15 pA o superiore) quando l'elemento è disattivato. Ciò influenza direttamente la sensibilità. Riposizionare l'isolante.

Linea di base assente; il segnale in uscita supera gli 8 milioni

- Il nastro del cavo dell'elettrometro non è correttamente collegato alla scheda PC. Assicurarsi di avere spento il GC prima di ricollegare il cavo! Se il segnale non scende ad un livello normale (<3 pA), è necessario sostituire l'elettrometro. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.
- Il collettore è in cortocircuito all'alloggiamento del rivelatore. Controllare gli isolatori.

Livello della linea di base a 0,0

- L'elettrometro è guasto. Contattare l'Assistenza Tecnica Agilent.

Disturbo della linea di base largamente positivo con ritorno molto lento al livello originale

- Il solvente contiene concentrazioni significative di idrocarburi clorurati. Creare un evento nella tabella di controllo dell'analisi per interrompere il flusso di idrogeno al momento dell'iniezione. Dopo l'eluizione del solvente, riportare il flusso di idrogeno al livello utilizzato in precedenza. In questo modo l'NPD normalmente riprende un andamento stabile della linea di base.

La linea di base non si ripristina dopo il picco del solvente

- Creare un evento nella tabella di controllo dell'analisi per interrompere il flusso di idrogeno al momento dell'iniezione. Dopo l'eluizione del solvente, riportare il flusso di idrogeno al livello utilizzato in precedenza. In questo modo l'NPD normalmente riprende un andamento stabile della linea di base. Aggiungere un flusso di gas di makeup di 5 ml/min.

L'elevata quantità di solvente ha estinto il plasma idrogeno/aria. Aumentare la tensione dell'elemento attivo. Aumentare il livello di offset del rivelatore (ad esempio, 40 - 50 pA).

La correzione dell'offset non è regolare (il valore è troppo alto o troppo basso di centinaia di pA)

- Sulla parte superiore del jet si è formata una fiamma. Se il flusso di idrogeno è troppo elevato, la fiamma brucia in continuo. Chiudere completamente il flusso di idrogeno, quindi ridurne la portata. Il flusso di idrogeno non deve superare 4,0 ml/min.

Elevato segnale del solvente in presenza di segnale molto basso dell'NPD

- Verificare il flusso di idrogeno. Se il flusso di idrogeno è troppo elevato, la fiamma brucia in continuo nella parte superiore del jet. Chiudere completamente il flusso di idrogeno, quindi ridurne la portata. Il flusso di idrogeno non deve superare 4,0 ml/min.
- Il collettore potrebbe essere contaminato. Sostituire il collettore e gli isolatori di ceramica.

Scodamento dei picchi

- Verificare che siano utilizzati inserti e colonne di buona qualità.
- Alcuni composti polari scodano perché entrano in contatto con il collettore di metallo. Si consiglia l'uso dei jet estesi.
- Alcuni composti, specialmente quelli che contengono fosforo, provocano lo scodamento dei picchi. Si consiglia di utilizzare l'elemento attivo di ceramica nera per i composti contenenti fosforo.

Deriva positiva significativa durante la programmazione della temperatura

- Se durante l'analisi la temperatura del forno viene drasticamente aumentata (ad esempio, da 50 a 350 °C) è normale che si verifichi un incremento fra 10 e 15 pA. Tuttavia, se si ritiene che la linea di base presenti una deriva eccessiva, portare l'iniettore ed il forno ad una temperatura superiore a 300 °C per 60 minuti in modo da eliminare l'eccessiva deriva.
- Verificare che l'isolante del rivelatore non sia spezzato o danneggiato.

Linea di base del rivelatore elevata a temperatura ambiente

- L'umidità presente nel rivelatore può innalzare il valore della linea di base di decine ed anche di centinaia di pA, anche quando il rivelatore si trova a bassa temperatura (ad esempio, a temperatura ambiente). Portare la temperatura del rivelatore a 150 °C mantenendo aperti i gas del rivelatore. La linea di base dovrebbe scendere ad un valore 1 pA in circa 10 minuti.

La linea di base non scende al di sotto dei 3 pA quando la tensione dell'elemento attivo è 0

- Gli isolanti ceramici potrebbero essere sporchi. Affinché le prestazioni dell'NPD siano soddisfacenti, gli isolanti devono essere puliti. Fare riferimento alla procedura di pulizia a pagina [614](#), "Pulizia del rivelatore e del collettore; sostituzione degli isolanti e degli anelli."

Procedura: sostituzione del gruppo dell'elemento attivo

L'elemento attivo, chiamato anche "sorgente", è la parte attiva dell'NPD.

Esso fa parte di un gruppo costituito da un cavo che termina da un lato con un connettore e dall'altro in un dado metallico su cui è montato l'elemento stesso.

Il gruppo dell'elemento dell'NPD deve essere smontato per essere sostituito o per consentire l'accesso al collettore per la pulizia.

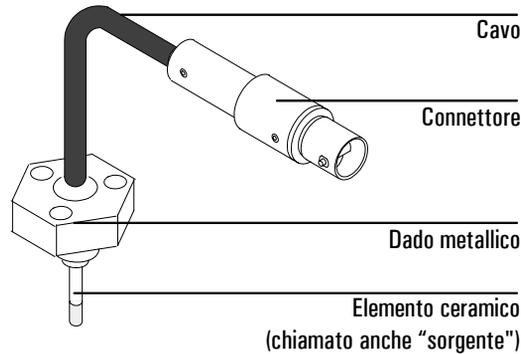


Figura 86. Il gruppo dell'elemento attivo dell'NPD

Precauzioni L'elemento ceramico è delicato. Fare attenzione per evitare di romperlo o incrinarlo. Quando si effettua la manutenzione sull'NPD, evitare di toccare l'elemento con le mani ed evitare che venga in contatto con altre superfici.

Precauzioni Procedere con cautela! Il forno o il rivelatore potrebbero essere caldi e causare ustioni!

Materiale necessario:

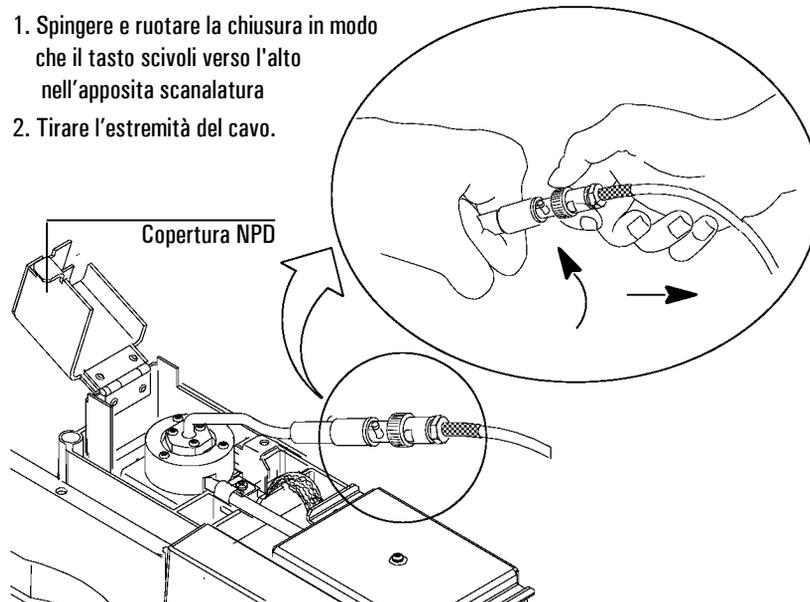
- Cacciavite T-10 Torx
- Copertura per l'elemento ceramico

1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.

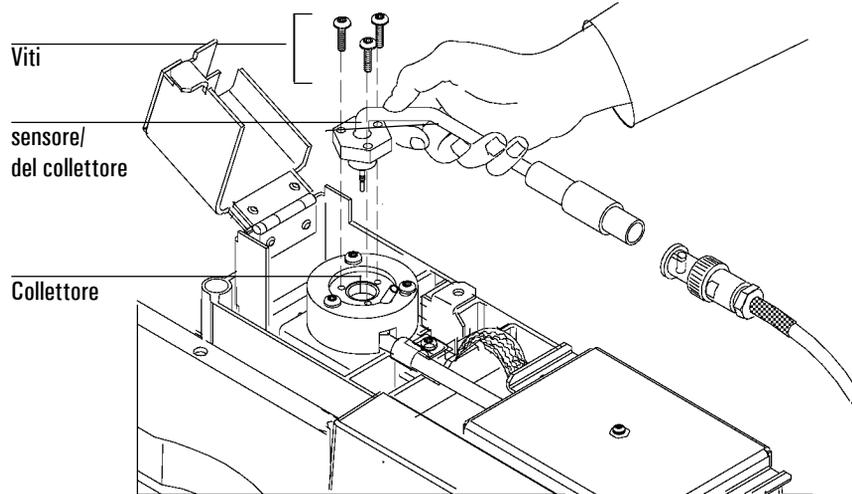
- Raffreddare il rivelatore ad almeno 100°C prima di sostituire l'elemento attivo.
- Alzare il coperchio superiore del GC ed aprire il coperchio dell'NPD per velocizzare il processo di raffreddamento.
- Spegner il rivelatore. Impostare la tensione dell'elemento attivo ad un valore inferiore a 2,0 volt. Lasciare attivi tutti i gas.
- Alzare il coperchio del rivelatore e togliere la copertura dell'elettronica.

2. Scollegare il cavo ruotando l'anello e tirando l'estremità.

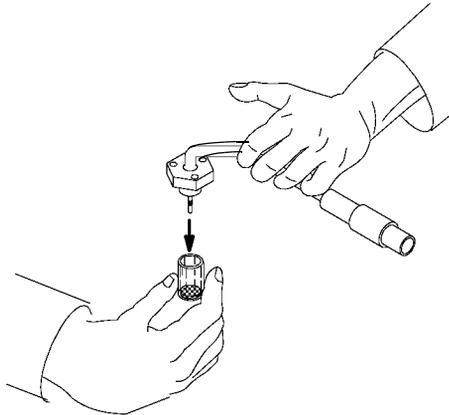
1. Spingere e ruotare la chiusura in modo che il tasto scivoli verso l'alto nell'apposita scanalatura
2. Tirare l'estremità del cavo.



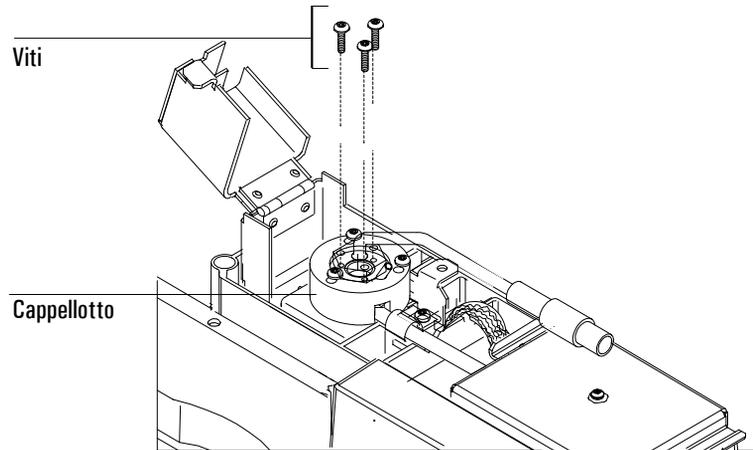
3. Utilizzare il cacciavite Torx per togliere le tre viti dal gruppo dell'elemento attivo. Afferrare il cavo e tirare con cautela il gruppo verso l'alto. L'elemento attivo non deve toccare le pareti del collettore. Viti



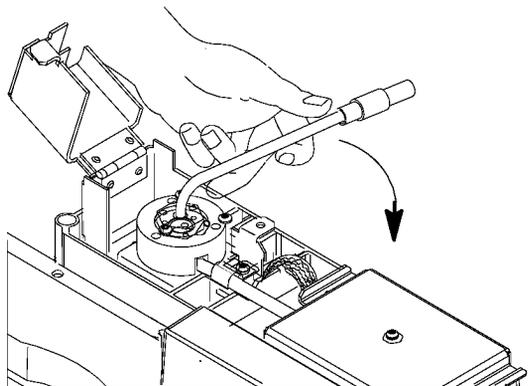
4. Togliere il cappuccio di protezione del nuovo elemento. L'elemento attivo non deve toccare le pareti del cappuccio.



5. Montare il nuovo gruppo nel cappello dell'NPD. L'elemento attivo non deve toccare le pareti del cappello o del collettore. Sostituire di nuovo le tre viti. Avvitare manualmente la prima vite, quindi stringere normalmente le altre due viti. Infine completare il serraggio della prima vite.

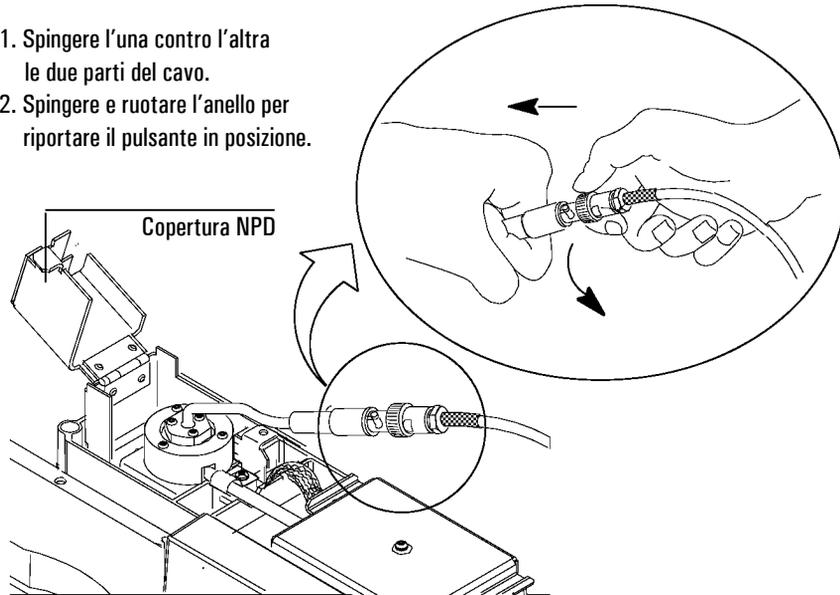


6. Piegare con cautela il cavo del gruppo a 90 gradi. Fare riferimento alla figura seguente.



7. Ricollegare il cavo di alimentazione e ruotare l'anello per fermare il collegamento.

1. Spingere l'una contro l'altra le due parti del cavo.
2. Spingere e ruotare l'anello per riportare il pulsante in posizione.



8. Chiudere il coperchio dell'NPD ed il coperchio del GC. Riposizionare la copertura dell'elettronica. Per ottenere una linea di base stabile è necessario chiudere tutti e tre i coperchi. Ora è possibile ripristinare le normali condizioni di funzionamento.
9. Scaldare il rivelatore a 150°C per circa 15 minuti. Quindi aumentare la temperatura al valore di funzionamento consigliato (da 325 a 335°C). Lasciar equilibrare il sistema per 15 minuti.
10. Impostare il tempo di equilibratura su 0,0. Avviare *Adjust offset* oppure aumentare gradualmente la tensione dell'elemento attivo di 0,01 volt alla volta, finché la linea di base raggiunge l'offset desiderato.

Procedura: pulizia del rivelatore e del collettore; sostituzione degli isolanti e degli anelli

Talvolta nel collettore possono rimanere residui dell'elemento ceramico o del campione e causare problemi alla linea di base. Dopo avere sostituito due o tre volte l'elemento attivo, si può procedere alla pulizia del collettore.

Per avere una linea di base stabile gli isolanti ceramici devono essere molto puliti. Quando si maneggiano gli isolanti, indossare sempre i guanti. Gli isolanti puliti dovrebbero fornire non più di 1,0 pA (di solito 0,5 pA) di scarto di rivelabilità con l'idrogeno disattivato e la tensione dell'elemento attivo a 0.

Gli anelli metallici a C si usurano durante le operazioni di smontaggio e rimontaggio. Dopo alcuni interventi (5 o più), gli anelli potrebbero non esercitare più la tenuta, causando disturbi alla linea di base. Sono disponibili un isolante ceramico e un set per sigillatura (codice no. 5182-9722). Raffreddare sempre il rivelatore all'incirca alla temperatura dell'ambiente quando si sostituiscono guarnizioni ed isolanti.

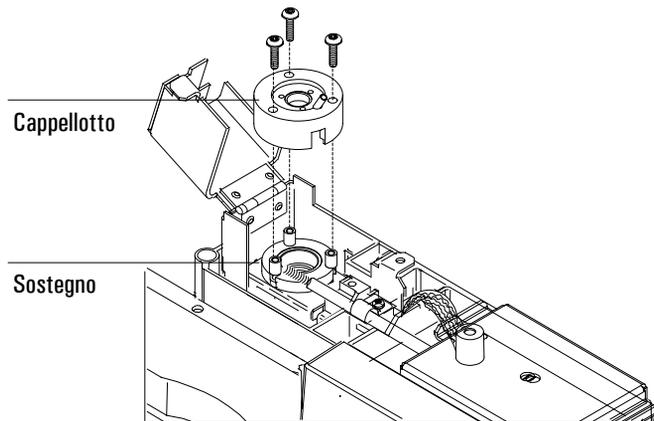
Precauzioni

Procedere con cautela! Il forno o il rivelatore potrebbero essere caldi e causare ustioni!

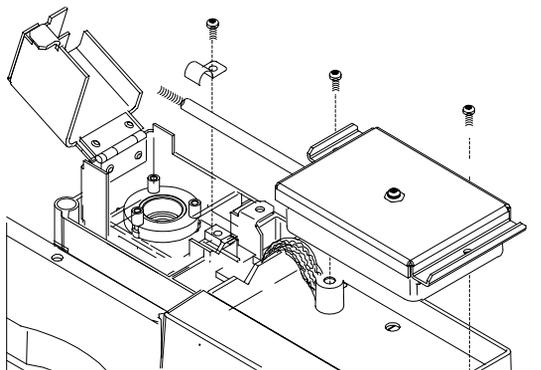
Materiale necessario:

- Cacciavite T-10 e T-20 Torx
- Copertura per l'elemento ceramico
- Scovoli di cotone
- Metanolo o acetone
- Aria compressa o azoto
- Un panno privo di peli
- Pinzette
- Pinzette Nuovi anelli di metallo ed isolatori di ceramica (Codice 5182-9722)

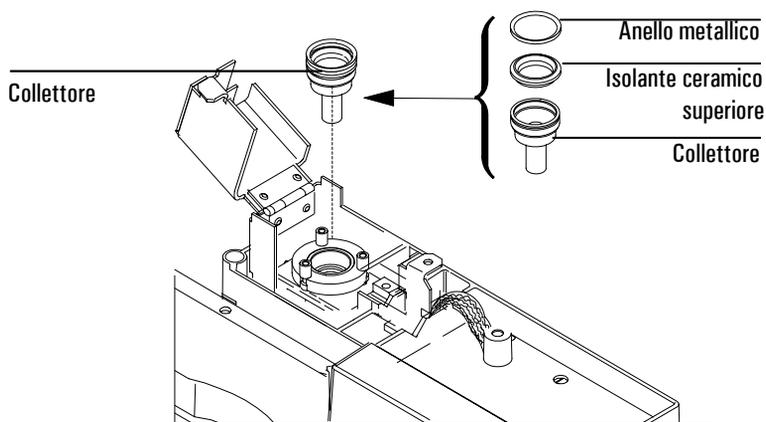
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Portare il rivelatore ad una temperatura di 60 °C o inferiore. Alzare il coperchio superiore del GC ed aprire il coperchio dell'NPD per velocizzare il processo di raffreddamento. Spegner la temperatura ed i gas.
 - Spegner la temperatura ed i gas.
 - Portare a 0 la tensione dell'elemento ceramico. Spegner l'elettrometro; premere [Config] [Front Det] o [Config] [Back Det], scegliere Elettrometro e premere [Off].
 - Togliere il pannello di copertura superiore dell'elettronica.
2. Indossare i guanti prima di toccare qualsiasi parte del rivelatore.
3. Smontare l'elemento ceramico. Per le istruzioni, fare riferimento alla procedura di pagina [609](#). Coprire accuratamente l'elemento attivo.
4. Utilizzando il cacciavite T-20 togliere le tre viti di tenuta del cappello e smontare quest'ultimo. L'anello metallico e l'isolante ceramico potrebbero rimanere attaccati al cappello.



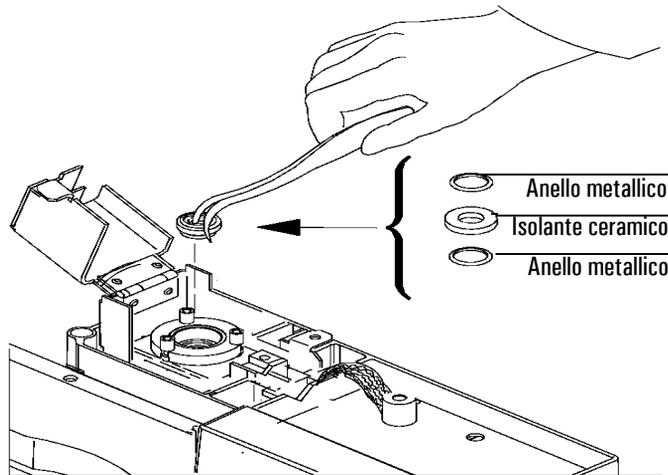
5. Togliere le tre viti di tenuta dell'elettrometro ed il fermo. Allontanare l'elettrometro dal rivelatore per lasciar libero lo spazio di interconnessione. Per ottenere lo spazio necessario per lavorare, ruotare l'elettrometro verso destra.



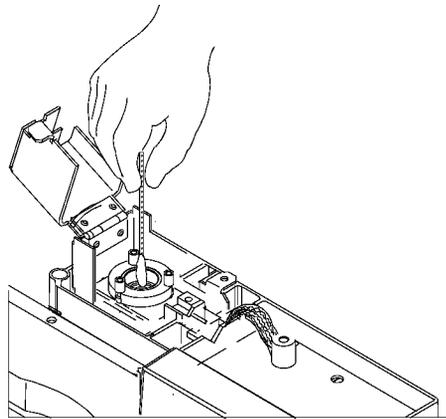
6. Se non sono rimasti attaccati al cappello, smontare l'anello metallico e l'isolante ceramico superiore. Smontare il collettore. Se il rivelatore è stato utilizzato ad elevata temperatura, queste parti potrebbero aderire alla parte interna del rivelatore. Tirare per toglierle.



7. Utilizzando le pinzette, togliere l'isolante ceramico inferiore ed i due piccoli anelli metallici collocati al di sopra e al di sotto di esso. Se queste parti fossero saldate insieme, non separarle. Se non sono saldate, annotare quale anello di metallo si trovava sulla parte superiore dell'isolatore e quale si trovava nella parte inferiore! Rimontare i pezzi con lo stesso orientamento.

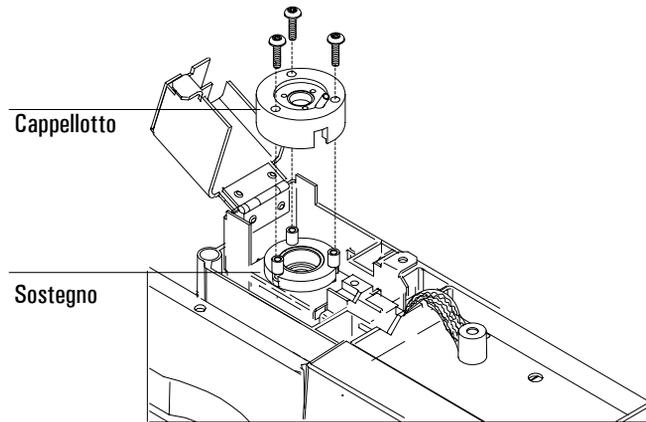


8. Utilizzare uno scovolo di cotone imbevuto di solvente per pulire i residui all'interno del collettore ed intorno all'apertura. Pulire anche la base del rivelatore intorno al jet con uno scovolo.

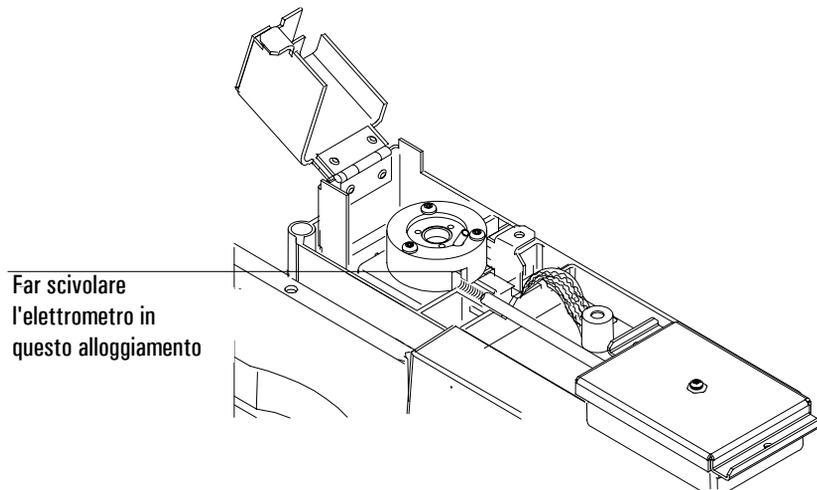


Se il collettore o l'isolante superiore di ceramica sono molto sporchi potrebbe essere inutile pulirli. Sostituirli con pezzi nuovi.

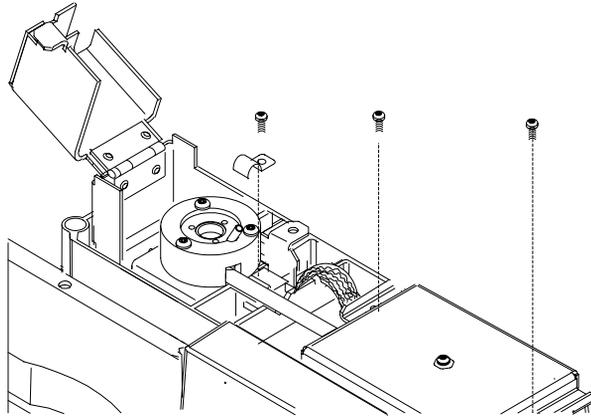
9. Reinstallare nell'ordine l'anello metallico inferiore, l'isolante ceramico e l'anello metallico superiore (oppure installarne di nuovi). Installare il collettore pulito (o nuovo). Reinstallare l'isolante ceramico superiore e l'anello metallico più grande (oppure installarne di nuovi) sulla parte superiore del collettore.
10. Rimettere in sede il cappello, assicurandosi che i tre sostegni siano nelle rispettive posizioni. Mantenere in posizione il cappello finché non sono state rimontate le tre viti di tenuta. Stringere ciascuna vite di mezzo giro alla volta sino a completo serraggio.



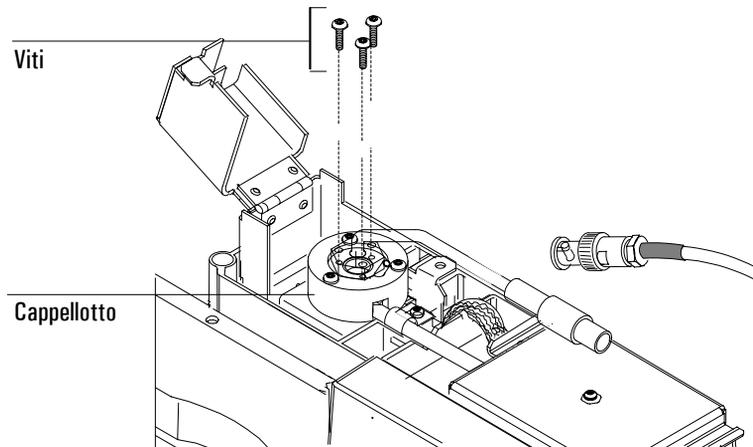
11. Inserire l'elettrometro nell'apertura sul cappello. Abbassare l'elettrometro nel supporto di montaggio.



12. Sostituire il fermo e sostituire e stringere le tre viti di tenuta.

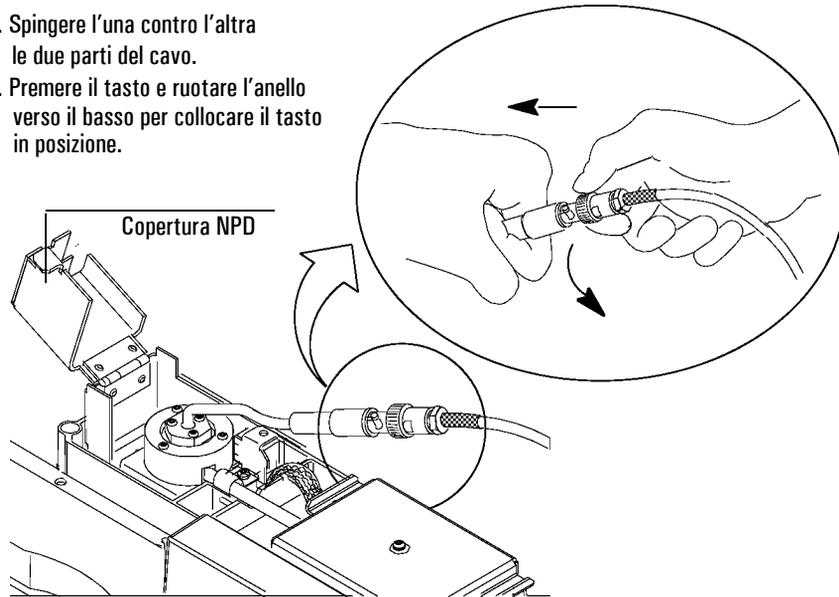


13. Togliere il cappuccio all'elemento attivo e riposizionarlo.
Stringere di nuovo le tre viti. Serrare manualmente la prima vite,
quindi stringere completamente le altre due viti. Infine completare
il serraggio della prima vite.



14. Ricollegare il gruppo dell'elemento attivo al cavo di alimentazione dell'NPD e ruotare l'anello per fissare la connessione. Chiudere il coperchio dell'NPD e del GC e riposizionare la copertura dell'elettronica. È ora possibile ripristinare le normali condizioni di funzionamento.

1. Spingere l'una contro l'altra le due parti del cavo.
2. Premere il tasto e ruotare l'anello verso il basso per collocare il tasto in posizione.



Dopo avere rimontato il rivelatore è necessario verificarne il funzionamento. Aprire i gas ed attivare la corrente elettrica dell'elemento attivo per ripristinare il funzionamento del rivelatore. Verificare che il valore di offset letto sia adatto al proprio rivelatore. Se il valore non è regolare, possono essersi verificati i seguenti fenomeni: la molla sull'elettrometro non è correttamente in contatto con il rivelatore, c'è una perdita in corrispondenza del connettore della colonna o il rivelatore non è stato rimontato correttamente.

Sostituzione o pulizia del jet

Dato che non c'è fiamma all'interno del rivelatore NPD, il jet non raccoglie silice e non si annerisce come il jet del FID. Anche se è possibile pulire il jet, risulta più pratico sostituire il jet sporco con uno nuovo. Se si desidera procedere alla pulizia del jet, utilizzare il filo di pulizia (numero di parte 18765-20070), facendo attenzione a non danneggiare la parte interna. Per questa operazione è possibile utilizzare anche un bagno ad ultrasuoni.

La [Tabella 66](#) elenca i jet per NPD.

Tabella 66. Jet per NPD

Tipo	N. di parte	Uso con
Jet standard	G1531-80560	NPD ottimizzato per capillare
Jet esteso (opzionale)	G1534-80580	NPD ottimizzato per capillare
Jet esteso (opzionale)	G1534-80590	NPD adattabile

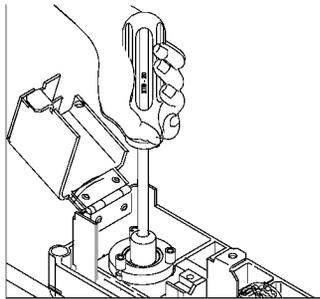
La procedura di pulizia del jet consiste in quattro passaggi: smontaggio del jet, ispezione ed individuazione di danni o segni di usura, pulizia del jet (opzionale), sostituzione del jet e rimontaggio del rivelatore.

Procedura: smontaggio ed ispezione del jet

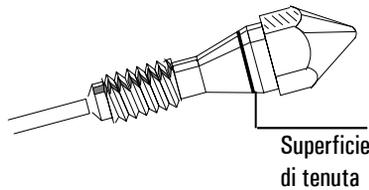
Materiale necessario:

- Cacciavite T-10 e T-20 Torx
- Chiave esagonale da 1/4"
- Copertura per l'elemento ceramico
- Un panno privo di peli
- Pinzette
- Fascia antistatica di sicurezza ESD

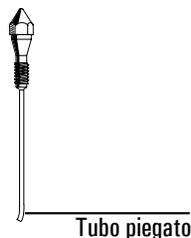
1. Svolgere le seguenti operazioni preliminari.
 - Alzare il coperchio del GC e dell'NPD. Portare il rivelatore ad una temperatura di 60 °C o inferiore. Disattivare i gas dell'iniettore.
 - Spegnere la temperatura ed i gas.
 - Portare a 0 la tensione dell'elemento ceramico. Spegnere l'elettrometro; premere [Config] [Front Det] o [Config] [Back Det], fare scorrere fino a Electrometer e premere [Off].
 - Raffreddare l'iniettore e portare il forno a temperatura ambiente, quindi chiudere il gas di trasporto.
 - Togliere la colonna e chiudere il connettore con un tappo.
2. Alzare il coperchio del rivelatore e togliere la copertura dell'elettronica. Fare riferimento alla procedura di pagina [614](#).
3. Allentare il jet servendosi di un cacciavite. Tirare il jet direttamente fuori dal rivelatore. Potrebbe essere necessario utilizzare le pinzette.



4. Controllare la superficie della guarnizione del jet e verificare che non ci siano graffi. Si deve vedere un anello intorno alla superficie della guarnizione; qualsiasi altro segno non è normale.



5. Ispezionare il tubo del jet per assicurarsi che non sia piegato né incrinato.



6. Valutare l'eventuale contaminazione o la presenza di frammenti di colonna osservando l'interno del collettore sopra una fonte di luce. Se non è presente contaminazione, il tubo si presenterà chiaro.

Precauzioni Guanti in tessuto privo di peli Il jet esteso per NPD adattabile è più lungo del jet esteso per NPD ottimizzato per capillare e non deve mai essere installato in un rivelatore ottimizzato per capillare.

Procedura: pulizia del jet

Risulta spesso più conveniente sostituire il jet sporco con uno nuovo, piuttosto che pulirlo, specialmente se il jet presenta una contaminazione elevata.

Precauzioni Se si decide di pulire il jet, fare attenzione quando si utilizza il filo di pulizia. Assicurarsi di non incidere la superficie interna del jet, perché questo lo rovinerebbe. Potrebbe essere più opportuno evitare di utilizzare il filo di pulizia ed effettuare la pulizia unicamente con il bagno acquoso.

Materiale necessario:

- Un piccolo bagno di pulizia ad ultrasuoni
- Detergente acquoso
- Metanolo per GC in bottiglia di Teflon
- Kit di pulizia del FID (numero di parte 9301-0985)
- Azoto od aria compressa filtrata e secca

1. Inserire il filo di pulizia attraverso il foro superiore del jet. Muoverlo avanti e indietro cautamente. Fare attenzione a non incidere la superficie interna.
2. Procedura di lavaggio:
 - a. Riempire il bagno ad ultrasuoni di una soluzione di acqua e detergente, quindi collocare il jet nel bagno. Attivare per 5 minuti.
 - b. Utilizzare un alesatore per jet per la pulizia interna.
 - c. Rimettere nel bagno per altri 5 minuti.
Da questo momento maneggiare il jet solo con le pinzette!
 - a. Togliere il jet dal bagno, risciacquarlo con acqua calda e quindi con una piccola quantità di metanolo.
 - b. Asciugare il jet utilizzando aria compressa filtrata e anidra o azoto e quindi posarlo su un foglio di carta pulito e lasciarlo asciugare all'aria.

Procedura: installazione del jet e riassetaggio del rivelatore

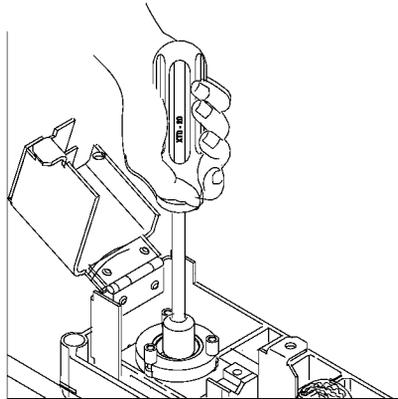
Materiale necessario:

- Cacciavite T-10 e T-20 Torx
- Copertura per l'elemento ceramico
- Fascia antistatica di sicurezza ESD
- Un panno privo di peli

Precauzioni

Guanti in tessuto privo di peli Il jet esteso per NPD adattabile è più lungo del jet esteso per NPD ottimizzato per capillare e non deve mai essere installato in un rivelatore ottimizzato per capillare.

1. Inserire il jet nel corpo del rivelatore e stringere con la chiave per dadi sino a tenuta. Evitare di stringere troppo il jet.



2. Rimontare il rivelatore. Fare riferimento alla procedura che inizia a pagina [618](#).

25 Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle

Normative e informazioni sulla sicurezza

L'isotopo ^{63}Ni

Licenze richieste per l'acquisto di ECD

Licenze specifiche

Licenze generiche

Avvertenze relative al μ -ECD

Precauzioni di sicurezza per la manipolazione del μ -ECD

Informazioni generali

Linearità

Gas del rivelatore

Temperatura

Elettrometro

Funzionamento del μ -ECD

Procedura: funzionamento del μ -ECD

Condizioni e cromatogramma di controllo

Condizioni di controllo per il μ -ECD

Cromatogramma di controllo tipo del μ -ECD

Manutenzione del rivelatore

Correzione dei problemi di prestazioni

Verifica delle perdite

Pulizia termica

Effettuazione del wipe test (verifica della perdita di radiazioni)

Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle

Normative e informazioni sulla sicurezza

Questo capitolo descrive il rivelatore di microcelle (μ -ECD).

Il -ECD contiene una cella placcata con ^{63}Ni , un isotopo radioattivo. Il ^{63}Ni emette particelle β che collidono con le molecole del gas di trasporto, producendo elettroni di bassa energia: ciascuna particella β produce circa 100 elettroni. Gli elettroni liberi producono una bassa corrente, chiamata *corrente di riferimento* o *corrente stazionaria*, che viene raccolta e misurata in un circuito pulsato.

Quando un composto presente nel campione insieme al gas di trasporto raggiunge la cella ed entra in contatto con gli elettroni liberi, questi elettroni possono venire catturati dalle molecole del composto creando ioni negativi. La tensione applicata agli elettrodi nella cella viene pulsata per raccogliere gli elettroni liberi rimasti, mentre gli ioni, più pesanti, restano indisturbati e vengono allontanati dallo scarico insieme al gas di trasporto.

La corrente di cella viene misurata e confrontata con la corrente di riferimento. La frequenza di pulsazione viene variata per mantenere costante la corrente di cella. Maggiore è il numero di elettroni liberi, minore sarà la frequenza richiesta per mantenere il livello confrontabile con la corrente di riferimento. Quando un componente in grado di catturare elettroni attraversa la cella, la frequenza di pulsazione sale. Tale frequenza di pulsazione viene convertita in una tensione e registrata.

L'isotopo ^{63}Ni

L'isotopo radioattivo utilizzato nella cella è ^{63}Ni . È placcato nella superficie interna del corpo della cella e rimane allo stato solido alle temperature normalmente usate in cromatografia. Ulteriori proprietà sono elencate nella [Tabella 67](#).

Tabella 67. Proprietà del ^{63}Ni

Periodo di dimezzamento:	101,1 anni
Emissioni:	65,87 keV mass., radiazioni beta
Punto di fusione:	1.453°C
Dimensioni del componente attivo del μ -ECD:	Diametro interno: 6 mm Altezza: 4,2 mm
Attività totale (cella μ -ECD):	555 MBq (15 millicurie) massimo

Licenze richieste per l'acquisto di ECD

I cittadini degli Stati Uniti possono acquistare un μ -ECD con una licenza di tipo generico o di tipo specifico. Al di fuori del Stati Uniti si consiglia di consultare la sede Agilent più vicina per ulteriori informazioni.

Licenze specifiche

Per acquistare μ -ECD con licenza specifica è necessario essere in possesso di una licenza per l'acquisto di materiali (Materials License) rilasciata dalla commissione per la regolamentazione nucleare (Nuclear Regulatory Commission (NRC) oppure dall'agenzia preposta in ogni stato. Questa licenza consente di entrare in possesso della quantità e del tipo di radioisotopi utilizzati nel rivelatore. Il -ECD può essere venduto, spedito o trasferito ad altri titolari di licenze specifiche. Se la licenza lo consente è possibile aprirlo per procedere ad operazioni di pulizia.

Licenze generiche

Gli ECD acquistabili con licenze generiche non richiedono licenze per l'acquisto di materiali. La licenza generica viene acquisita automaticamente al momento dell'acquisto del -ECD e rilasciata direttamente da Agilent Technologies. In alcuni stati è necessario registrare il -ECD presso un'agenzia statale.

I titolari di licenza generica sono sottoposti ad alcune restrizioni:

1. non possono aprire la cella del -ECD;
2. non possono modificare la cella, in nessun modo;
3. non possono usare nessun tipo di solvente, nemmeno l'acqua per pulire la cella al suo interno;
4. non possono interferire né cercare di riparare i circuiti di surriscaldamento eventualmente forniti con il -ECD;
5. non possono trasferire il -ECD ad un'altra persona né ad un'altra sede eccetto per quanto descritto nella regolamentazione applicabile;
6. devono effettuare una verifica delle perdite radioattive almeno ogni 6 mesi;
7. devono tenere un registro secondo quanto richiesto dall'agenzia governativa locale (l'NRC oppure altre agenzie statali da verificare stato per stato);
8. devono notificare all'agenzia incidenti o guasti che possono portare

Sono disponibili informazioni aggiuntive nella pubblicazione “Informazioni per i titolari di licenze generiche”, N. di parte 5961-5664.

Avvertenze relative al μ -ECD

Anche se le particelle beta a questi livelli di energia hanno un ridotto potere penetrante (la maggior parte di esse viene fermata dall'epidermide o da alcuni fogli di carta) esse possono costituire un pericolo se gli isotopi vengono ingeriti od inalati. Per questa ragione la cella deve essere maneggiata con cautela. Con la periodicit  stabilita deve essere effettuato il test sull'emissione di radiazioni. Quando il rivelatore non   in uso, i connettori di ingresso e di uscita devono essere chiusi con gli appositi tappi,   necessario evitare di introdurre nel rivelatore prodotti chimici corrosivi e l'effluo dallo scarico del rivelatore deve essere scaricato al di fuori dell'ambiente di laboratorio.

ATTENZIONE Evitare l'uso di materiali in grado di reagire con la sorgente di ^{63}Ni , di formare prodotti volatili o di causare il degrado fisico della pellicola placcata. Questi materiali comprendono composti ossidanti, acidi, alogeni umidi, acido nitrico umido, idrossido di ammonio, solfuro di idrogeno, PCB ed ossido di carbonio. L'elenco non   completo ma indica il tipo di componenti che possono causare danni ai rivelatori ^{63}Ni .

ATTENZIONE Nella *improbabile* eventualit  che *sia* il forno *sia* la zona termica del rivelatore presentino *contemporaneamente* un malfunzionamento termico (riscaldamento massimo, incontrollato, sopra 400  C) e che il rivelatore resti esposto a questa condizione per *oltre 12 ore*, adottare la seguente procedura.

- Dopo aver disattivato l'alimentazione generale ed aver lasciato raffreddare lo strumento, chiudere il condotto di ingresso del rivelatore e lo scarico con un cappuccio. Indossare guanti usa e getta in plastica ed rispettare le norme di sicurezza in vigore nel laboratorio.
- Per la restituzione della cella seguire le istruzioni che si trovano nel License Verification Form (numero di parte 19233-90750).
- Allegare una lettera che specifichi la situazione.

È molto improbabile, anche in situazioni molto particolari, che il materiale radioattivo fuoriesca dalla cella. Tuttavia è possibile che la placcatura di ^{63}Ni all'interno della cella venga danneggiata in maniera permanente; la cella deve quindi essere restituita per la sostituzione.

ATTENZIONE Non utilizzare solventi per pulire il -ECD.

ATTENZIONE Non aprire mai la cella del -ECD se non si è in possesso dell'apposita autorizzazione rilasciata dalla locale agenzia per la regolamentazione nucleare. Non toccare i quattro bulloni a testa cava. Essi tengono unite le due metà della cella. Togliermi o maneggiarli corrisponde ad una violazione dei termini della licenza generica e può creare pericoli per la sicurezza.

Precauzioni di sicurezza per la manipolazione del -ECD

- Non mangiare, bere o fumare quando si maneggia il -ECD.
- Indossare sempre gli occhiali antinfortunistici quando si lavora con il -ECD o in prossimità di esso.
- Indossare abiti antinfortunistici, come camici da laboratorio, occhiali e guanti, quindi attenersi alle norme in vigore. Lavarsi bene le mani con un detergente leggero e non abrasivo dopo aver maneggiato il -ECD.
- Chiudere l'iniettore ed i raccordi di uscita con un tappo quando il -ECD non viene usato.
- Collegare lo scarico del -ECD ad una cappa aspirante oppure dirigerlo all'esterno. Consultare l'ultima versione del titolo 10, Codice di regolamentazione federale, parte 20, (compresa l'appendice B) oppure le leggi in vigore applicabili. Per gli altri stati, verificare la legislazione in vigore applicabile.

Agilent Technologies consiglia una linea di scarico del diametro interno di 6 mm (1/4") o superiore. La lunghezza non è importante per una linea con questo tipo di diametro.

Informazioni generali

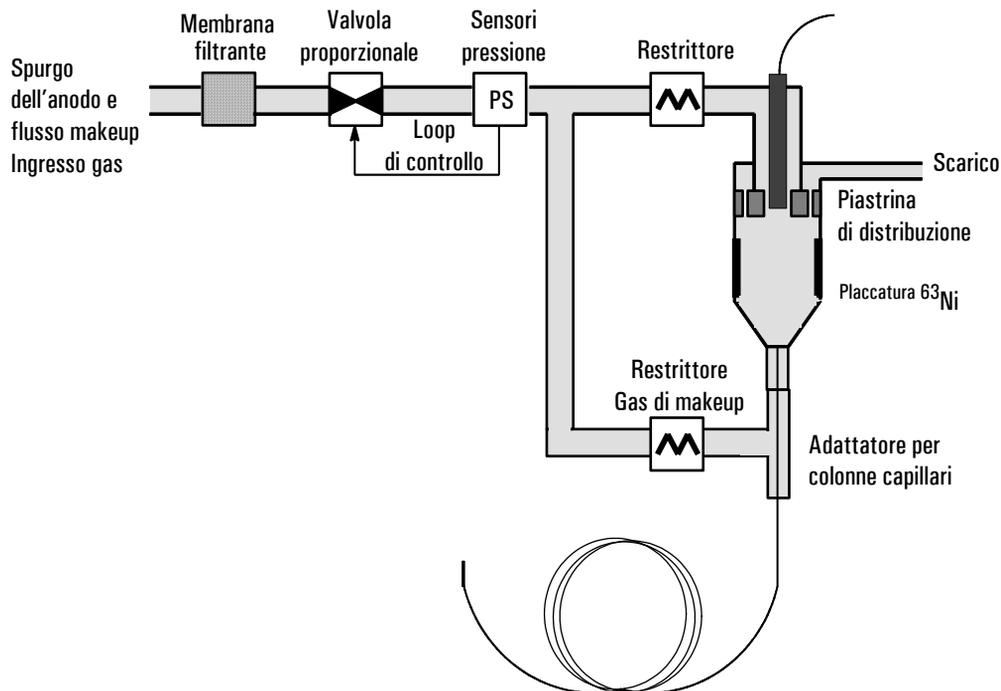


Figura 87. Pneumatica del μ -ECD

Linearità

Il fattore di risposta del μ -ECD rispetto alla curva di concentrazione è lineare per quattro ordini di grandezza o più (gamma dinamica lineare = 10^4 o superiore) per un'ampia gamma di composti. Sarebbe opportuno realizzare comunque una curva di calibrazione sui campioni utilizzati per individuare i limiti della gamma lineare nei materiali utilizzati.

Gas del rivelatore

Il μ -ECD funziona sia con azoto sia con argon/metano come gas di makeup e gas dell'anodo.

A causa della sensibilità elevata del rivelatore, il gas di trasporto ed il gas di makeup devono essere anidri e liberi da ossigeno. Devono essere installate trappole per umidità, per sostanze chimiche e per ossigeno in buone condizioni sulle linee di erogazione del gas di makeup e di trasporto.

Temperatura

Per evitare fenomeni di scodamento dei picchi e per mantenere pulita la cella, la temperatura del rivelatore deve essere impostata ad un valore superiore al massimo valore raggiunto dalla temperatura del forno, basandosi anche sulla temperatura di eluizione del componente eluito per ultimo. Se si lavora ad una temperatura troppo elevata, non necessariamente si ottengono risultati migliori ed è possibile che la decomposizione del campione in colonna progredisca.

Elettrometro

La tabella di controllo Configure Detector contiene un comando di On/Off per il parametro Electrometer. Quando si utilizza il rivelatore, mantenere sempre acceso l'elettrometro.

Funzionamento del μ -ECD

Se si intende usare l'uscita analogica del μ -ECD, è necessario impostare la gamma di uscita su 10. Eseguire questa operazione premendo su

[SIG 1] [RANGE] [10] [ENTER]

Quando si selezionano temperature e flussi, utilizzare le informazioni della [Tabella 68](#). La massima pressione alla sorgente non deve superare 100 psi. Utilizzare la pressione alla sorgente massima per ottenere la massima portata del gas di makeup.

Tabella 68. Parametri di funzionamento

Gas	Intervallo flusso
Gas di trasporto	
Colonne impaccate (azoto od argon metano)	30 - 60 ml/min
Colonne capillari (idrogeno, azoto, o argon/metano)	0,1 - 20 ml/min, secondo il diametro
Makeup per capillari (azoto od argon/metano)	10 - 150 ml/min (tipo: da 30 a 60 ml/min).
Temperatura	
250°C - 400 °C	
La temperature del rivelatore solitamente è superiore di 25 °C rispetto al massimo valore del forno.	

Note

1. Se il tipo di gas di trasporto è diverso da quello di makeup, la portata di quest'ultimo deve essere almeno tre volte superiore a quella del gas di trasporto.
2. La sensibilità del μ -ECD può essere aumentata riducendo la portata del gas di makeup.
3. La velocità cromatografica del μ -ECD (per i picchi rapidi) può essere aumentata aumentando la portata del gas di makeup.

Procedura: funzionamento del μ -ECD

Verificare che tutti i gas del rivelatore siano collegati, che sia installata una colonna e che in sistema non presenti perdite. Verificare la temperatura del forno e dell'iniettore ed il flusso in colonna. Verificare che il gas di trasporto effettivamente presente nella linea corrisponda al tipo di gas impostato ([Config][Inlet]).

1. Premere [Front Det] o [Back Det] per accedere alla tabella di controllo del μ -ECD.
2. Impostare la temperatura del rivelatore. Per mantenere pulita la cella del μ -ECD, questa temperatura deve essere superiore alla temperatura del forno.

Precauzioni

L'elettronica del rivelatore dipende dalla corretta configurazione dei gas.

Procedura rapida:

(si presuppone che siano stati memorizzati i valori corretti)

1. Aprire la tabella di controllo del rivelatore.
2. Impostare [On] per la temperatura.
3. Se necessario aprire il gas di makeup.
4. Premere di makeup.

3. Verificare che il gas di makeup presente nella linea corrisponda al tipo di gas impostato nello strumento. Il tipo di gas è fra parentesi vicino alla linea Mkup sulla tabella di controllo. Se necessario, modificare il tipo.
4. Impostare un valore per il gas di makeup.

Se si sta utilizzando una **colonna impaccata**, spegnere il gas di makeup.

Se la **colonna capillare** è *definita*, scegliere una nuova modalità di flusso, se lo si desidera, ed impostare il flusso del gas di makeup o di gas combinato.

Se la colonna capillare *non è definita*, è disponibile solo la modalità di flusso di makeup costante. Inserire un flusso di gas di makeup.

Reimpostazione del flusso d'aria al valore stabilito in precedenza.

FRONT DET (ECD)		
Temp	250	250
Mkup (N2)	60.0	60.0 <
Output		40

Temperatura del rivelatore, °C

Per colonne impaccate, spegnere.

Per colonne capillari, vedere

modalità di flusso del gas di makeup, di seguito.

Valore effettivo di uscita del rivelatore

Modalità del flusso del gas di makeup

se configurata per colonne capillari, la tabella di controllo includerà anche uno dei seguenti:

Mode: Const makeup	<
Mkup flow	60.0 60.0

Mode: Col+mkup=const	
Combined flow	0.0
Makeup flow	0.0

Per **modificare la modalità di makeup**, scorrere a Mode: e premere [Mode/Type].

Selezionare ed impostare i valori di flusso adatti.

F DET MAKEUP MODE	
*Const makeup flow	
Col+makeup=const	<

Per modificare il tipo di **gas di makeup**, premere

[Config][Front Det] o [Config][BackDet]:

CONFIGURE FRONT DET	
Makeup gas type	N2 <
Electrometer	On

Non accendere o spegnere l'elettrometro

Per modificare il gas di makeup, premere [Mode/Type]

F DET MAKEUP GAS	
*Nitrogen	<
Argon methane	5%

Selezionare il gas adatto e premere [Enter].

Figura 88. Tabella di controllo per il μ -ECD

Condizioni e cromatogramma di controllo

Questa sezione contiene un esempio significativo di cromatogramma di campione di prova. Esso può essere utilizzato come guida generale alle prestazioni dello strumento.

Notare che i volumi di iniezione elencati con le condizioni di funzionamento non indicano necessariamente il volume totale assoluto iniettato. Il volume indicato è semplicemente la lettura graduata (posizione del pistone) da una siringa standard da 10 μ l. Per un ingresso riscaldato, l'effettivo volume campione iniettato comprenderà da 0,4 a 0,7 μ l aggiuntivi, ovvero il volume del campione volatilizzato dall'interno dell'ago della siringa. Per l'iniettore dedicato on-column (non riscaldato), la posizione del pistone della siringa riflette con maggiore accuratezza il reale volume iniettato.

Notare inoltre che le procedure ed i risultati seguenti sono intesi unicamente come esempio di corretto funzionamento del sistema di iniezione e/o di rivelazione; essi non sono necessariamente adatti per il controllo di un determinato sistema rispetto ai corrispondenti limiti riportati in specifica.

Condizioni di controllo per il μ -ECD

Colonna e campione

Tipo	HP-5 30m x 0,32mm x 0,25 m N. di parte 19091J-413
Campione	ECD Checkout 18713-60040
Volume di iniezione	1 μ l

Iniettore

temperatura	200°C Per impaccate
	250°C split/splitless
	Oven Track per on-column a freddo
	80°C PTV (vedere sotto)
Pressione	25 psi (per iniettori EPC pressione costante, elio)

Iniettore, continua**Split/Splitless**

Modalità	Splitless
Flusso di lavaggio iniettore	60 ml/min
Tempo di chiusura valvola	0,75 min

PTV

Modalità	Splitless
Temperature dell'iniettore	80°C
Periodo mantenimento iniziale	0,1 min
Incremento 1	720°C/min
Temp. finale 1	350°C
Orario finale 1	2 min
Incremento 2	100°C/min
Temp. finale 2	250°C
Orario finale 2	0 min
Pressione	25 psi (per iniettori EPC pressione costante)
Flusso di lavaggio iniettore	0,75 min
Tempo di chiusura valvola	60 ml/min

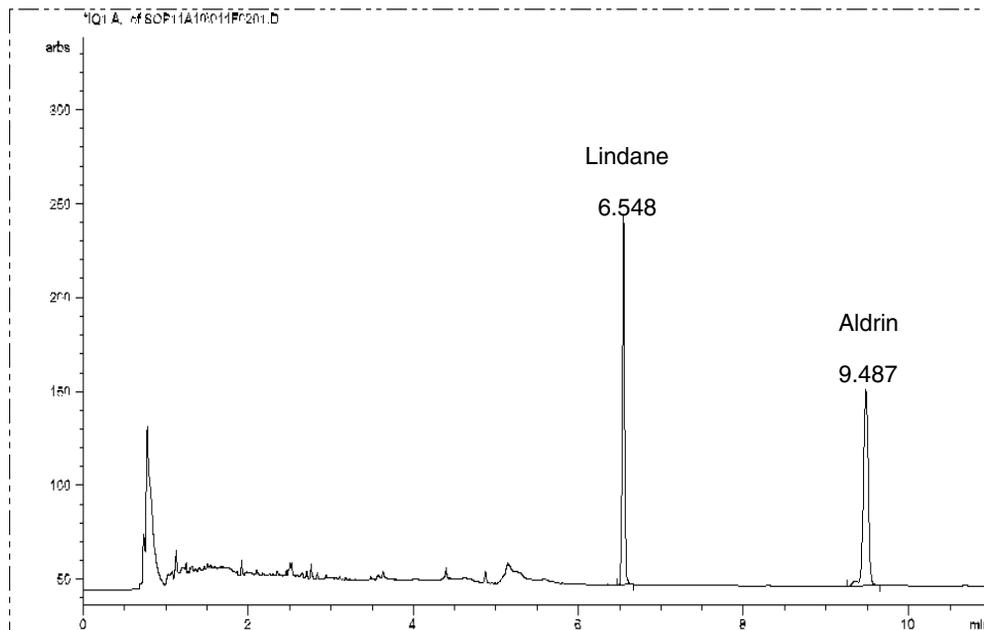
Rivelatore

Temperatura	300°C
Spurgo dell'anodo, azoto	60 ml/min
Makeup, azoto	25 ± ml/min
Offset	Deve essere < 1000 giri

Forno

Temperatura iniziale	80°C
Periodo mantenimento iniziale	Periodo mantenimento iniziale
Incremento 1	15°C/min
Temperatura finale 1	180°C
Orario finale 1	10 min

Cromatogramma di controllo tipo del -ECD



I tempi di ritenzione possono differire, ma i picchi devono apparire come nell'esempio.

Manutenzione del rivelatore

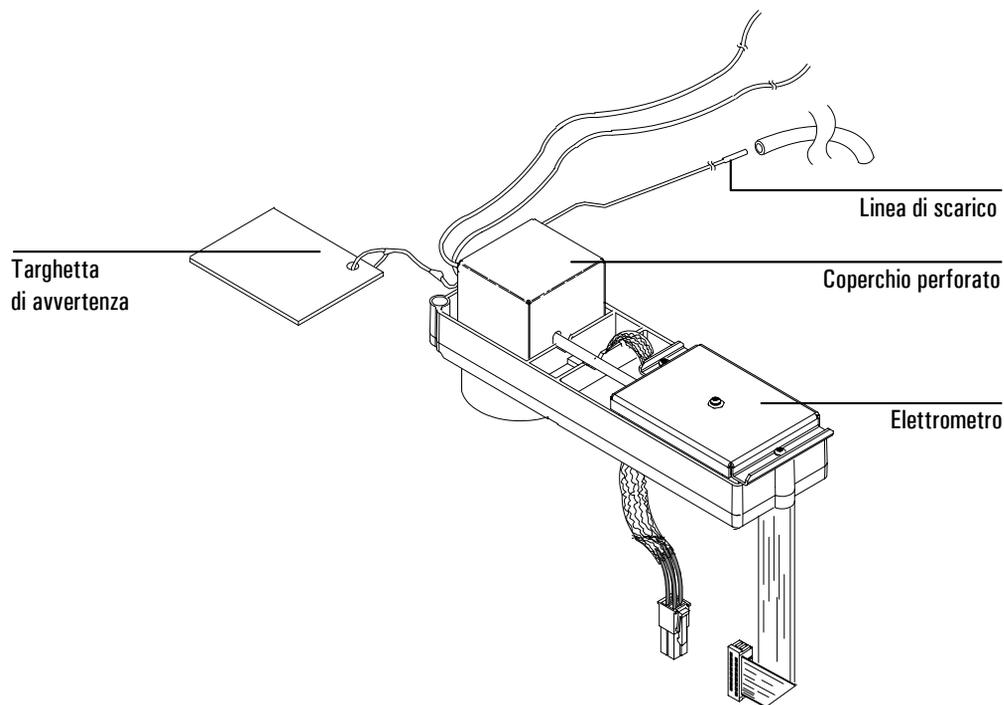


Figura 89. Il μ -ECD

Correzione dei problemi di prestazioni

I problemi di prestazioni, come ad esempio un valore in uscita troppo elevato o troppo ridotto, oppure risultati cromatografici non soddisfacenti (ad esempio, una linea di base disturbata), possono essere causati da perdite o depositi nel rivelatore o in un'altra parte del sistema cromatografico. Per individuare l'origine del problema, è necessario effettuare una serie di test.

Prima di controllare il rivelatore, tuttavia, considerare la natura del problema. Se recentemente sono state apportate modifiche al sistema GC ed ora si osserva un elevato valore di uscita, con molta probabilità la modifica effettuata ha contaminato il sistema o causa perdite. Ad esempio se la fornitura di gas è stata cambiata di recente, il nuovo gas potrebbe contenere impurezze. Se è appena stata installata una colonna nuova, potrebbero verificarsi perdite in corrispondenza dei raccordi del rivelatore.

Se il valore di uscita o il livello di rumore è aumentato gradualmente, ciò è dovuto probabilmente ad un lento accumulo di depositi. Ad esempio, il rivelatore potrebbe contenere contaminanti provenienti dallo spurgo della colonna, oppure una trappola potrebbe essere saturata. Se il cambiamento è stato graduale e non sono state effettuate modifiche recenti nel sistema, la soluzione migliore è quella di ricercare la causa della contaminazione. *Nota: in queste procedure la contaminazione si riferisce a depositi non radioattivi, come quelli provenienti dallo spurgo della colonna o da campioni sporchi!*

1. Assicurarsi che il rivelatore funzioni in condizioni normali e che siano trascorse almeno due ore dalla conclusione dell'ultima analisi.

Verificare il valore di uscita nella tabella di controllo del rivelatore. Se esso differisce notevolmente dal livello di uscita normale (è maggiore o minore) è necessario proseguire con la procedura, per identificare la causa del valore anormale.

2. Utilizzare un rivelatore elettronico di perdite per verificarne l'eventuale presenza in corrispondenza dei connettori della colonna sull'iniettore o sul rivelatore. Eliminare le eventuali perdite, quindi verificare nuovamente il livello di uscita. Se continua ad essere anormale, proseguire col punto 3.

3. Il rivelatore stesso non è la fonte di perdita più probabile, quindi per prima cosa è necessario verificare la presenza di perdite all'iniettore. Vedere il materiale relativo alla manutenzione dell'iniettore in "[Iniettore split/splitless](#)", "[Iniettore per impaccate](#)", "[Iniettore on-column a freddo](#)", "[Iniettore a temperatura di vaporizzazione programmata](#)", "[Interfaccia per composti volatili](#)".

Se l'iniettore non presenta perdite, passare al punto 4 per verificare la presenza di perdite nel rivelatore.

Se, al contrario, sono presenti perdite all'iniettore, eliminarle e quindi verificare il livello di uscita. Se il valore continua a non essere regolare la perdita potrebbe essere nel rivelatore. Proseguire col punto 4.

4. Seguire la prova di tenuta del rivelatore più oltre in questo documento.

Se il rivelatore non presenta perdite, allora la causa del problema è la contaminazione. Proseguire col punto 5.

Se invece sono presenti perdite, eliminarle e quindi verificare il livello di uscita. Se continua ad essere anormale, proseguire col punto 5.

5. Verificare la presenza di contaminazione:
 - a. Togliere la colonna e chiudere il connettore del rivelatore con un tappo (numero di parte 19234-20650) e un dado di chiusura (numero di parte 19234-20570)
 - b. Portare il rivelatore alle condizioni di funzionamento normali, ma lasciando aperto solamente il flusso di makeup. Verificare il livello di uscita: se ha raggiunto il livello normale per il proprio rivelatore, allora la contaminazione proviene da un'altra parte del sistema GC. Proseguire col punto 6.
 - c. Se il livello di uscita continua ad essere anormale, allora il rivelatore è contaminato. Effettuare un periodo di pulizia termica per decontaminarlo. Tale procedura è descritta in seguito in "[Pulizia termica](#)".

6. Verificare la presenza di contaminazione nel resto del sistema, un punto alla volta, effettuando le seguenti modifiche e verificando il valore in uscita:
 - Sostituire la colonna con una colonna vuota e confrontare i valori di uscita.
 - Se possibile, installare la colonna su un iniettore diverso e confrontare i valori di uscita.
 - Passare ad sorgente di gas alternativa e confrontare i valori di uscita.
 - Sostituire le trappole e confrontare i valori di uscita.

Verifica delle perdite

È poco probabile che il rivelatore sia fonte di perdite. Se si sospetta che ci sia una perdita nel sistema GC in uso e se, dopo aver verificato l'impianto del gas del GC, l'iniettore e i collegamenti dell'ingresso della colonna e del rivelatore tale perdita non è stata individuata, seguire questa procedura per controllare il rivelatore.

Il forno e l'iniettore dovrebbero essere alle normali temperature di funzionamento.

Materiale necessario:

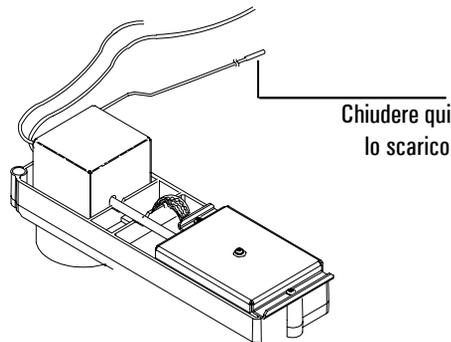
- Un tappo per lo scarico dell'ECD (numero di parte 5060-9055).
- Un rivelatore elettronico di perdite in grado di rivelare la presenza del gas di trasporto.

1. Chiudere la pressione all'iniettore. Attendere alcuni minuti affinché dal sistema venga eliminato il gas.
2. Disattivare il flusso del gas di makeup.

FRONT DET (u-ECD)		
Temp	150	150 <
Mkup flow	0.0	Off
Output	840000.0	

Quando non c'è alcun flusso, l'emissione è al valore massimo, ovvero circa 840.000 sia per l'argo/metano che per l'azoto

3. Chiudere lo scarico del rivelatore con il tappo.



4. Impostare la pressione all'iniettore a 15 psi (103 kPa). Monitorare la pressione del sistema: attendere il tempo necessario affinché il sistema sia completamente pressurizzato (almeno 1 minuto). In condizioni di completa pressurizzazione, chiudere la pressione del gas.

Monitorare la pressione per 10 - 15 minuti. Se la pressione rimane stabile o diminuisce solo di 0,2 o 0,3 psi/min, si può considerare il rivelatore privo di perdite. Se la pressione diminuisce sensibilmente, nel sistema sono presenti delle perdite. Continuare col punto 5.

5. Utilizzare il rivelatore elettronico delle perdite per verificare il connettore della colonna o il tappo sullo scarico. Se si riscontrano perdite, avvitare meglio le connessioni e ripetere il test sulle perdite.

Se gli altri componenti del sistema non presentano perdite, esse potrebbero essere presenti sul rivelatore. Il rivelatore non può essere smontato senza una speciale licenza fornita dal Nuclear Regulatory Commission o Agreement State Licensing Agency (solo per gli USA). Per ulteriori informazioni, contattare il servizio di assistenza Agilent.

Pulizia termica

Se la linea di base è disturbata o se il valore di uscita del rivelatore è elevato in modo anormale e si è stabilito che tale problema non deriva da perdite nel sistema, è probabile il rivelatore sia contaminato. Per eliminare la contaminazione, si deve effettuare un processo di pulizia termica (“bakeout”) del rivelatore.

ATTENZIONE Le procedure di smontaggio e/o pulizia del rivelatore diverse dalla pulizia termica possono essere effettuate esclusivamente da personale tecnico specializzato ed in possesso dell’opportuna autorizzazione per la manipolazione di sostanze radioattive. Durante le altre procedure, è possibile che vengano eliminate quantità in tracce di ^{63}Ni , che comporta il pericolo di esposizione alle radiazioni β e x .

ATTENZIONE Per evitare la contaminazione dell’area con materiale radioattivo, lo scarico del rivelatore deve essere collegato ad una cappa aspirante o comunque scaricato secondo l’ultima versione del Titolo 10, CFR, Parte 20, o secondo norme in vigore nello stato ed in base a quanto stabilito dalla commissione di regolamentazione nucleare (solo per gli USA). Per gli altri stati, verificare la legislazione in vigore applicabile.

Materiale necessario:

- Un tappo per la connessione sul rivelatore (numero di parte 19234-20650)
 - Un dado per collegare il tappo (numero di parte 19234-20570)
1. Il rivelatore ed il forno devono essere alle normali temperature di funzionamento; premere [Front Det] o [Back Det] per accedere alla tabella di controllo. Annotare il valore di Output per successivi confronti.
 2. Chiudere il flusso di lavaggio dell'anodo e quello di makeup.
 3. Smontare la colonna dal rivelatore. Assicurarsi di chiudere il connettore per la colonna. Installare il coperchio e il dado del rivelatore nel raccordo del rivelatore della colonna per realizzare il collegamento.
 4. Inserire i seguenti valori.
 - temperatura = da 350 a 375°C
 - gas di makeup = 60 mL/min.
 5. Impostare la temperatura del forno su 250°C.
 6. Lasciare il sistema in condizioni di pulizia termica per alcune ore, quindi riportare il sistema alle normali temperature di funzionamento.
 7. Verificare il valore di uscita del -ECD dalla tabella di controllo. Esso deve risultare inferiore a quello annotato in precedenza. Se non funziona rivolgersi al servizio di assistenza tecnica Agilent.

Effettuazione del wipe test (verifica della perdita di radiazioni)

I rivelatori a cattura di elettroni devono essere controllati almeno ogni sei mesi allo scopo di rilevare eventuali perdite radioattive. La registrazione del test ed i risultati devono essere conservati per eventuali controlli da parte della Nuclear Regulatory Commission. Quando necessario, i test devono essere effettuati con una maggiore frequenza.

La procedura utilizzata è quella del **wipe test**. Insieme a ciascun rivelatore viene inviato il kit per l'effettuazione di questo test. Consultare la documentazione compresa nel kit.

26 Rivelatore fotometrico a fiamma (FPD)

Informazioni generali

Linearità

Effetti di estinzione (quenching)

Saturazione del PMT

Filtri ottici

Inserti in silice fusa

Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare

Arresto del rivelatore

Requisiti di compatibilità

Il rivelatore FPD a doppia lunghezza d'onda

Funzionamento del rivelatore

Considerazioni sulla temperatura del rivelatore

Configurazione del riscaldatore

Lit offset

Procedura: modifica del valore di Lit offset

Sequenza di accensione della fiamma

Accensione della fiamma

Elettrometro on/off

Velocità di elaborazione dei dati dell'elettrometro

Procedura: utilizzo di picchi veloci

Funzionamento dell'FPD

Procedura: utilizzo dell'FPD

Condizioni e cromatogramma di controllo

Condizioni di controllo dell'FPD

Cromatogrammi di controllo tipo dell'FPDs

Manutenzione del rivelatore

Problemi di accensione

Sostituzione dei filtri di lunghezza d'onda

Verifica delle perdite

Identificazione delle parti

Pulizia/sostituzione di finestre, filtri e guarnizioni

Pulizia/sostituzione del jet

Riposizionamento dell'inserto in silice fusa della linea di trasferimento

Sostituzione del tubo fotomoltiplicatore

Il rivelatore fotometrico a fiamma (FPD)

Informazioni generali

Nel rivelatore fotometrico a fiamma il campione brucia in una fiamma ricca di idrogeno dove alcune specie vengono ridotte ed eccitate. Il flusso di gas sposta le specie eccitate nella zona di emissione più fredda al di sopra della fiamma, dove si decompongono ed emettono luce. Un filtro passa-banda ristretto seleziona la luce caratteristica di ogni specie, mentre una schermatura impedisce alle emissioni intense del carbonio di raggiungere il tubo fotomoltiplicatore (PMT).

La luce colpisce la superficie fotosensibile nel PMT dove per ciascun fotone di luce incidente si produce un elettrone. L'elettrone viene amplificato nel PMT, con un guadagno globale fino ad un milione.

La corrente proveniente dal PMT viene amplificata e digitalizzata dalla scheda elettronica del rivelatore FPD. Il segnale è disponibile sia come segnale digitale sull'uscita delle comunicazioni sia come segnale di tensione sull'uscita analogica.

Il rivelatore FPD non deve essere conservato a temperature inferiori ai 50° C, come da specifica del produttore di PMT.

Linearità

Lo zolfo può essere prodotto da diversi meccanismi. La specie eccitata è diatomica, quindi l'intensità dell'emissione è all'incirca proporzionale al quadrato della concentrazione di atomi di zolfo.

Per il fosforo la specie eccitata è invece monoatomica, quindi si stabilisce una relazione lineare fra l'intensità dell'emissione e la concentrazione di atomi.

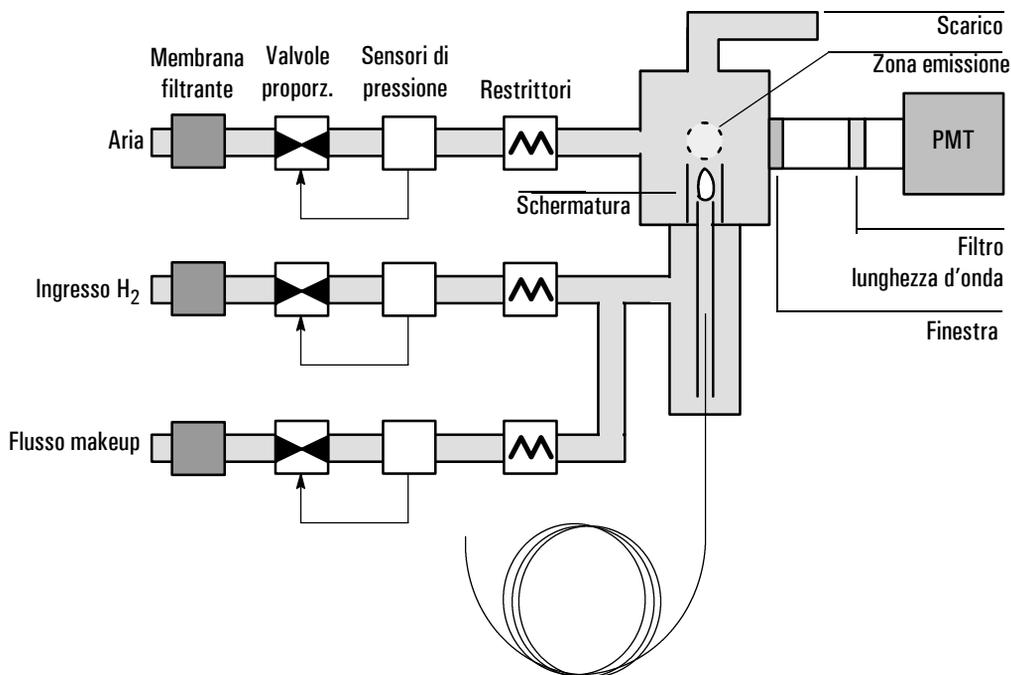


Figura 90. Schema di un rivelatore fotometrico a fiamma

Effetti di estinzione (quenching)

L'estinzione idrocarburica si verifica quando una concentrazione molto elevata di anidride carbonica di un picco di idrocarburo si trova nella fiamma nello stesso momento in cui ci si trovano le specie solforate. Parte della luce emessa da tali specie viene assorbita dalla CO_2 .

L'auto-estinzione si verifica a concentrazioni elevate di specie eteroatomiche. Altre specie allo stato fondamentale (di energia minima) riassorbono il fotone emesso impedendogli di raggiungere il PMT.

Questi effetti possono essere ridotti da pratiche cromatografiche corrette. La colonna deve essere in grado di garantire una buona separazione dei composti che contengono zolfo o fosforo da quelli che non assorbono luce ma potrebbero farlo. Una calibrazione attenta e a più livelli è certamente d'aiuto. Il rivelatore ad il gas devono essere mantenuti puliti per poter ottenere risposte coerenti. Dato che molti composti contenenti zolfo e fosforo hanno siti chimicamente attivi, i sistemi di iniezione e le colonne devono essere tenuti molto puliti.

Saturazione del PMT

Il tubo del fotomoltiplicatore può saturarsi se l'intensità della luce è troppo elevata. Quando ciò accade l'aumento della concentrazione non produce aumenti significativi del segnale e le punte dei picchi risultano arrotondate o appiattite. Diluire il campione per risolvere questo problema.

Filtri ottici

I filtri sono contrassegnati dalla lunghezza d'onda di trasmissione riportata sui bordi. Ogni filtro ha un lato a specchio, che deve essere rivolto alla fiamma una volta installato, ed una superficie colorata.

Il filtro per lo zolfo è blu/viola e trasmette a 393 nanometri.

Il filtro per il fosforo è giallo/verde e trasmette a 525 nanometri.

Inserti in silice fusa

Il rivelatore FPD utilizza inserti in silice fusa sulla linea di trasferimento. Ciò consente di utilizzare colonne di silice fusa con diametro interno fino a 530 μm direttamente alla base della fiamma, riducendo al minimo lo scodamento dei campioni o le perdite in siti chimicamente attivi. L'inserto è compatibile anche con le colonne impaccate standard.

Condizioni che impediscono al rivelatore di funzionare

- Temperatura impostata ad un valore inferiore a 120 °C
- Flussi di aria e idrogeno impostati su Off o 0, 0
- Mancata accensione

Arresto del rivelatore

Se l'erogazione di gas del rivelatore viene sospesa a causa di un malfunzionamento della pneumatica o di mancata accensione, il rivelatore si spegne. Questo significa che viene impostato tutto su OFF, eccetto la temperatura del rivelatore ed il flusso del gas di makeup.

Requisiti di compatibilità

Se si utilizza un rivelatore FPD a lunghezza d'onda singola con una ChemStation Agilent, quest'ultima deve essere una versione 4.02 o successiva.

Se un rivelatore FPD a doppia lunghezza d'onda viene utilizzato con una ChemStation Agilent, quest'ultima deve essere una versione 5.01 o successiva.

Il rivelatore FPD a doppia lunghezza d'onda

Si tratta di un modulo a bruciatore singolo con due alloggiamenti per PMT, uno contenente il filtro per il fosforo e l'altro il filtro per lo zolfo. Dato che i flussi di gas ottimali per questi elementi sono piuttosto diversi, le prestazioni di questo rivelatore costituiscono un compromesso.

Il rivelatore è montato sulla parte posteriore ed utilizza i riscaldatori Back Det e AUX 2. L'impostazione di AUX 2 è automatica e determinata dal valore impostato per Back Det.

Vengono utilizzati due canali per il segnale e due schede per l'elettrometro, uno per ogni PMT. La tavola di controllo di Back Det aziona il rivelatore mentre Front Det funziona in una modalità speciale di "solo segnale" (signal only). Tabelle tipo per un rivelatore FPD a doppia lunghezza d'onda sono:

FRONT DET (FPD)	
Output	178 9

BACK DET (FPD)	
Temp	250 250
H2 flow	50 0 50 0
Air flow	60 0 60 0
Mode: Col+mkup=const	
Combined flow	15 0
Mkup (N2)	50 0 50 0
Flame	Off <
Output	119 2

Se una zona riscaldata viene assegnata alla posizione Front Det, comparirà un messaggio del tipo "F det type mismatch" (mancata corrispondenza fra tipi di rivelatore). Per sovrascrivere premere [Config], scorrere fino alla linea Instrument e premere [Enter]. Scorrere fino alla riga F det , premere [Mode/Type] e selezionare Sig only FPD.

Funzionamento del rivelatore

Considerazioni sulla temperatura del rivelatore

Temperature troppo elevate possono provocare la decomposizione termica di molti composti termolabili contenenti fosforo o zolfo.

La temperatura del rivelatore può avere effetti significativi sulla sensibilità allo zolfo. Se si analizzano composti con punti di ebollizione elevati, la temperatura del rivelatore deve essere impostata a 25°C al di sopra della temperatura finale del forno, se consentito dal limite di 250°C per la temperatura.

Configurazione del riscaldatore

Il modulo del bruciatore del rivelatore FPD presenta due zone riscaldate, una per il corpo del rivelatore e l'altra per la linea di trasferimento.

Un rivelatore FPD a lunghezza d'onda singola può essere montato sia nella posizione anteriore sia in quella posteriore. Nella posizione anteriore utilizza i riscaldatori Front Det e AUX 1. Nella posizione posteriore utilizza i riscaldatori Back Det e AUX 2. Un secondo rivelatore, anche di tipo FPD, può essere montato nella posizione non utilizzata.

Un rivelatore FPD a doppia lunghezza d'onda, per la rivelazione contemporanea di zolfo e fosforo, deve essere montato nella posizione posteriore dove utilizza i riscaldatori Back Det e AUX 2. Non è possibile montare un secondo rivelatore.

Il software imposta automaticamente il riscaldatore AUX allo stesso valore del riscaldatore Det. Non è quindi necessario impostare due valori separati.

Lit offset

È la differenza attesa fra l'uscita dell'FPD con la fiamma accesa e l'uscita con la fiamma spenta. Questa funzione viene utilizzata per determinare se il tentativo di accensione è riuscito e per rilevare una condizione di spegnimento.

Se l'uscita con la fiamma accesa meno l'uscita con la fiamma spenta è maggiore del valore impostato in `Lit offset`, la fiamma si considera accesa.

L'impostazione di default per `Lit offset` è 2,0 pA. Tale valore risulta in genere adatto, tranne che per gas e sistemi molto puliti. È possibile modificare tale valore se:

- il proprio rivelatore tenta la riaccensione mentre la fiamma è ancora accesa e questo causa lo spegnimento;
- il proprio rivelatore non tenta di riaccendere la fiamma quando questa è spenta.

Procedura: modifica del valore di Lit offset

1. Premere `[Config][Front Det]` oppure `[Config][Back Det]`.

```
┌─── CONFIGURE FRONT DET ───┐
│ Mkup gas type      N2      │
│ Lit offset         2.0 <  │
│ Electrometer       0n      │
└──────────────────────────┘
```

2. Fare scorrere sino a `Lit offset` ed impostare un valore.

Il valore di default è 2,0 pA.

Inserire 0 per disabilitare la funzione di riaccensione automatica.

L'intervallo per tale valore è 0 - 99,9 pA.

Sequenza di accensione della fiamma

Quando si usa uno qualsiasi dei metodi di accensione riportati nella pagina seguente, il rivelatore FPD esegue automaticamente questa sequenza.

1. Disattivazione di tutti i gas del rivelatore: aria, idrogeno, makeup.
Il gas di trasporto rimane attivo.
2. Impostazione del flusso di aria a 200 ml/min.
3. Attivazione della presa di flusso.
4. Impostazione di un gradiente per il flusso di idrogeno da 10 a 70 ml/min.
5. Reimpostazione del flusso d'aria al valore stabilito in precedenza.
6. Reimpostazione del flusso di idrogeno al valore stabilito in precedenza.
7. Attivazione del gas di makeup.
8. Comparazione della variazione del segnale con il valore di `Lit offset`.
Se la variazione è maggiore di `Lit offset`, la fiamma si considera accesa (lit). Se la variazione è inferiore, la fiamma non si considera accesa (not lit).

Perché questo processo funzioni deve esserci una pressione di aria sufficiente al modulo pneumatico per assicurare un flusso di 200 ml/min. Consigliamo una pressione di esercizio di 90 psi.

Accensione della fiamma

Manuale

Per avviare una sequenza di accensione della fiamma:

Premere [Front Det] o [Back Det]

FRONT DET (FPD)		
Temp	250	250
H2 flow	50.0	50.0
Air flow	60.0	60.0
Mode: Col+mkup=const		
Combined flow	15.0	
Mkup (N2)	50.0	50.0
Flame	off	<
Output	0.0	

Scorrere fino a Flame e premere [On]

Automatica

Se l'uscita del rivelatore FPD con la fiamma accesa scende al di sotto dell'uscita con la fiamma spenta più il valore di `Lit offset`, il fenomeno viene interpretato come una condizione di “fiamma spenta”. Lo strumento effettua la sequenza di accensione della fiamma per riaccenderla. Se la sequenza ha esito negativo la riesegue. Se anche il secondo tentativo risulta negativo, il rivelatore disattiva tutte le funzioni tranne la temperatura ed il flusso di gas di makeup.

Elettrometro on/off

La tabella di controllo Configure Detector contiene un valore di controllo On/Off per l'elettrometro.

On	Significa che sono stati attivati tensioni elevate e circuiti di processamento del segnale. Se il tubo fotomoltiplicatore è esposto alla luce dell'ambiente con l'elettrometro acceso, il tubo verrà distrutto.
Off	Significa che non sono attivati tensioni elevate e circuiti di processamento del segnale. In questa situazione l'esposizione del tubo fotomoltiplicatore alla luce dell'ambiente risulta sicura.

Avvertenza

Spegnere sempre l'elettrometro prima di togliere la sede del PMT per evitare di distruggere il tubo.

Velocità di elaborazione dei dati dell'elettrometro

L'uscita analogica dell'FPD può essere impostata a due velocità. La più elevata consente una ampiezza minima dei picchi di 0,004 minuti, mentre la velocità standard consente una ampiezza di 0,01 minuti.

Procedura: utilizzo di picchi veloci

Se si sta utilizzando l'opzione *fast peaks*, l'integratore deve essere abbastanza veloce da poter processare i dati provenienti dal GC. Si raccomanda che l'ampiezza di banda dell'integratore sia almeno di 15 Hz. Per utilizzare la funzione *fast peaks*:

1. Premere [Config][Signal 1] o [Config][Signal 2]



2. Premere [On]

La funzione *fast peaks* non si applica all'uscita digitale.

Funzionamento dell'FPD

La [Tavola 69](#) contiene i flussi adatti ad ottenere la massima sensibilità dalla fiamma dell'FPD, ricca di idrogeno e povera di ossigeno. È difficile accendere la fiamma con questi flussi, particolarmente nella modalità di analisi dello zolfo. L'elio, utilizzato come gas di trasporto, è in grado di raffreddare i gas del rivelatore al di sotto della temperatura di accensione. Si consiglia di utilizzare azoto al posto dell'idrogeno.

Tavola 69. Temperature e flussi consigliati

	Flussi zolfo ml/min	Flussi fosforo ml/min
Gas di trasporto (idrogeno, elio, azoto, argon)		
Colonne impaccate	da 10 a 60	da 10 a 60
Colonne capillari	da 1 a 5	da 1 a 5
Detector gases		
Idrogeno	50	150
Aria	60	110
Trasporto + makeup	60	60

Pressione di erogazione

Pressione di erogazione aria: almeno 90 psi per la sequenza di accensione.
Altre pressioni: adatte ad ottenere i flussi desiderati.

Temperatura del rivelatore

Al di sotto dei 120°C la fiamma non si accende.

Impostare una temperatura superiore di 25°C alla temperatura più elevata del forno - il limite è 250°C.

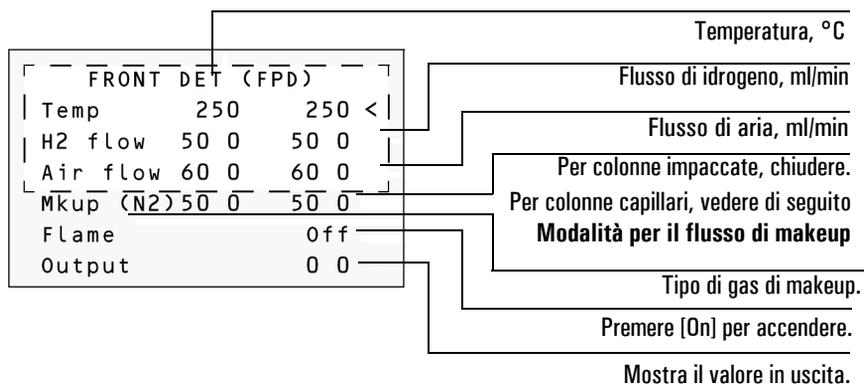
Lit offset [Config] [Front Det] o [Back Det]

Se l'uscita del rivelatore (con la fiamma accesa) meno l'uscita (con la fiamma spenta) scende al di sotto di questo valore, l'FPD cerca per due volte di riaccendersi. Se il valore di uscita non aumenta almeno sino a questo valore, il rivelatore si spegne.

2,0 pA è il valore consigliato. L'impostazione di 0 o di [Off] disabilita l'accensione automatica.

Se la fiamma non si accende con la modalità zolfo, i flussi visualizzati saranno modificati ai valori relativi alla modalità fosforo. Dopo l'accensione della fiamma, ridurre gradualmente i flussi secondo i valori della modalità zolfo. È necessario procedere ad alcune prove prima di trovare il flusso adatto al rivelatore.

Premere [Front Det] o [Back Det].



Modalità per il flusso di makeup Se le dimensioni colonna sono specificate, la tabella di controllo comprenderà anche i valori che seguono.

Mode: Const makeup <	Mode: Col+mkup=const
Mkup flow 0.0 Off	Combined flow 0.0
	Makeup flow 0.0

Per **modificare la modalità di makeup**, passare a Mode: premere [Mode/Type].

Selezionare ed impostare i valori di flusso adatti.

```

    F DET MAKEUP MODE
    *Const makeup flow
    Col+makeup=const <
  
```

Per esaminare il **gas di makeup Lit offset** premere [Config][Front Det] o [Config][Back Det]:

```

    CONFIGURE FRONT DET
    Mkup gas type    N2 <
    Lit offset      2 0
    Electrometer    On
  
```

Per modificare tipo di **gas makeup** [premere Mode/Type]:

```

    FRONT DET MAKEUP GAS
    Helium <
    *Nitrogen
  
```

Selezionare il gas adatto..

Non è necessario accendere o spegnere l'elettrometro, a meno che non si stia effettuando una procedura di manutenzione.

Figura 91. Tabella di controllo dell'FPD

Procedura: utilizzo dell'FPD

Verificare che tutti i gas del rivelatore siano collegati, che sia installata una colonna e che in sistema non presenti perdite. Verificare la temperatura del forno e dell'iniettore ed il flusso in colonna.

ATTENZIONE Prima di aprire il flusso di idrogeno, verificare che sia installata una colonna o che il connettore della colonna sul rivelatore FPD sia chiuso. Se si verificano perdite di aria ed idrogeno nel forno, c'è pericolo di esplosione.

1. Premere [Front Det] o [Back Det] per aprire la tabella di controllo dell'FPD.
2. Impostare la temperatura del rivelatore. Per poter accendere la fiamma, la temperatura deve superare 120 °C.
3. Modificare il flusso di idrogeno, se necessario, quindi premere [Off].
4. Modificare il flusso di aria, se necessario, quindi premere [Off].
5. Se si stanno utilizzando **colonne impaccate**, chiudere il flusso di makeup e procedere col punto 7.
6. Se si stanno utilizzando **colonne capillari effettuare le operazioni che seguono.**
 - a. Verificare che il tipo di gas impostato corrisponda a quello effettivamente presente nella linea (vicino alla riga Makeup nella tabella di controllo). Se necessario, modificare il tipo.
 - b. Se la colonna capillare è *definita*, scegliere, se necessario, una nuova modalità di flusso ed impostare il flusso del gas di makeup o il flusso combinato.
 - c. Se la colonna capillare è *non definita*, impostare il flusso del gas di makeup. In questo caso è disponibile solo la modalità flusso costante.
7. Fare scorrere sino a Flame e premere [On]. In questo modo aria ed idrogeno vengono aperti ed inizia la sequenza di accensione. Al momento dell'accensione il segnale aumenta. I livelli tipo vanno da 4 a 40 pA nella modalità zolfo e da 10 a 70 pA nella modalità fosforo. Verificare che la fiamma sia accesa ponendo un oggetto freddo e lucido, come uno specchio od una chiave cromata, sopra l'uscita del collettore. La formazione di condensa indica che la fiamma si è accesa.

Condizioni e cromatogramma di controllo

Questa sezione contiene esempi tipo di cromatogrammi di prova. Essi possono essere utilizzati come guida generale alle prestazioni dello strumento.

Notare che i volumi di iniezione elencati con le condizioni di funzionamento non indicano necessariamente il volume totale assoluto iniettato. Il volume dato deriva semplicemente dalla lettura effettuata sulla scala (posizione del pistone) utilizzando una siringa standard da 10 μl . Per un iniettore caldo, il volume effettivo (iniettando con l'ago pieno) comprende anche 0,4 -0,7 μl aggiuntivi, derivanti dalla volatilizzazione del campione contenuto nell'ago della siringa. Per l'iniettore dedicato on-column (non riscaldato), la posizione del pistone della siringa riflette con maggiore accuratezza il reale volume iniettato.

Notare inoltre che le procedure ed i risultati seguenti sono intesi unicamente come esempio di corretto funzionamento del sistema di iniezione e/o di rivelazione; essi non sono necessariamente adatti per il controllo di un determinato sistema rispetto ai corrispondenti limiti di specifica.

Condizioni di controllo dell'FPD

Colonna e campione

Tipo	HP 5 30m \times 0,32mm \times 0,25 μm numero di parte 19091J-413
Campione	Controllo FPD 8500-3697
Volume iniettato	1 μl

Iniettore

Temperatura	250 °C Per impaccate o split/splitless Oven Track per on-column a freddo 80°C PTV (vedere sotto)
Pressione	25 psi (per iniettori EPC pressione costante, elio)

Split/Splitless

Modalità	Splitless
Flusso di lavaggio iniettore	60 ml/min
Tempo di chiusura valvola	0,75 min

Iniettore, continua**PTV**

Modalità	Splitless
Temperatura dell'ingresso	80 °C
Periodo mantenimento iniziale	0,1 min
Incremento	720°C/min
Temp finale 1	350 °C
Orario finale 1	2 min
Incremento 2	100°C/min
Temp finale 2	250°C
Orario finale 2	0 min
Pressione	25 psi (per iniettori EPV pressione costante)
Tempo di chiusura valvola	0,75 min
Flusso di lavaggio iniettore	60 ml/min

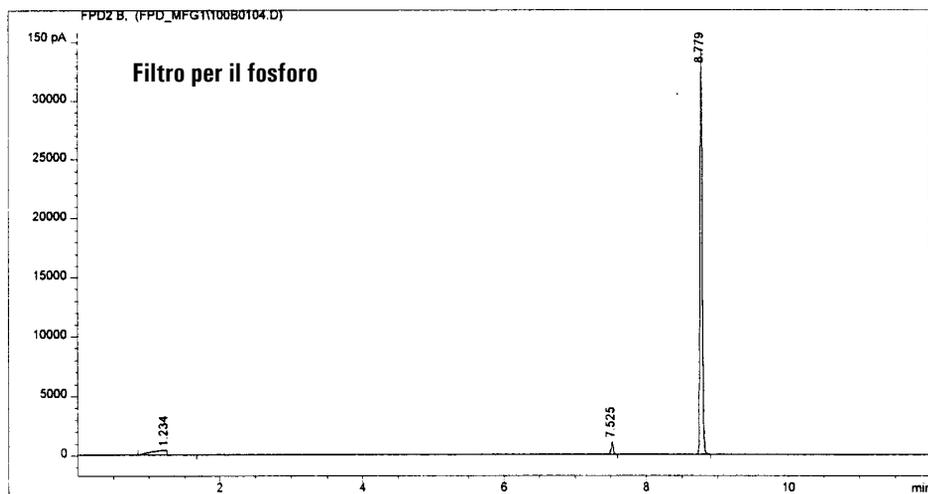
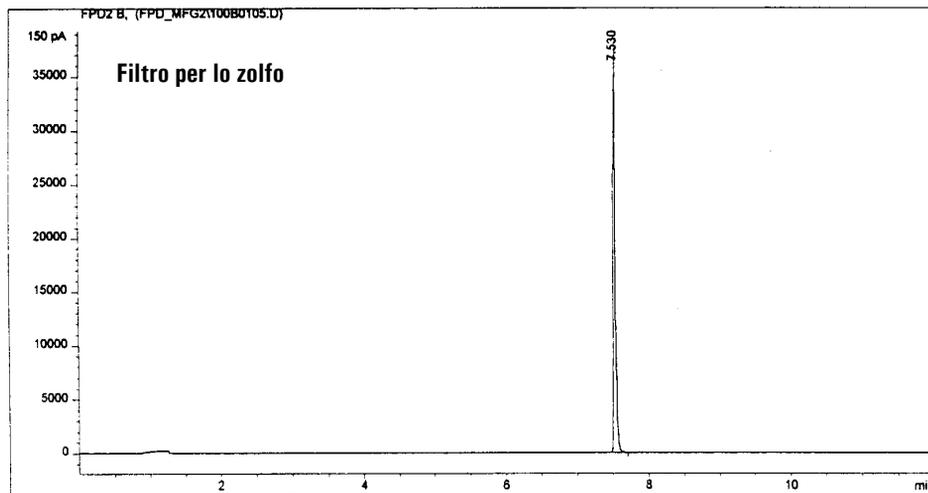
Rivelatore

Temperatura	200°C
Flusso idrogeno	75 ± 2 ml/min
Flusso aria	100 ± 2 ml/min
Flusso di makeup	60 ± 2 ml/min, azoto
Scarto, flusso verso l'esterno (O-fa)	Deve essere < 40 unità visualizzate
Scarto di rivelabilità, fiamma accesa (O + fb)	< [(O-fa) + 85 unità visualizzate]

Forno

Temperatura iniziale	60 °C
Periodo mantenimento iniziale	0 min
Incremento	25°C/min
Temperatura finale	110 °C
Orario finale 0 min	
Incremento 2	10°C/min
Temp finale 2	170 °C
Temp finale 1	3 min

Cromatogrammi di controllo tipo dell'FPDs



I tempi di ritenzione possono differire, ma i picchi devono apparire come nell'esempio.

Manutenzione del rivelatore

Avvertenza Non mantenere l'FPD a temperatura superiori a 50°C, poiché il PMT potrebbe essere danneggiato.

Problemi di accensione

Se la fiamma dell'FPD non si accende o non riesce a rimanere accesa, controllarle e/o effettuare le operazioni che seguono.

1. Assicurarsi dell'effettiva esistenza di un problema. L'accensione può essere accertata tenendo uno specchio o una superficie lucida vicino al tubo di scarico di alluminio, dopo aver tolto il tubo di gomma per lo spurgo della condensa e constatando la presenza di condensa se la fiamma è accesa.
2. Controllare il valore di `Lit offset`. Se è pari a zero, l'accensione automatica viene disattivata. Se il valore è troppo elevato, il GC non sarà in grado di rilevare l'accensione della fiamma ed arresterà il rivelatore.
3. Aumentare la pressione di erogazione dell'aria al modulo pneumatico. Ciò facilita l'accensione della fiamma ma non influenza il valore di impostazione della portata.
4. Se la fiamma non si accende controllare il circuito della candela a incandescenza. Osservare il valore visualizzato, che dovrebbe essere momentaneamente superiore a 65500 quando la fiamma si accende. Se la visualizzazione non cambia controllare i collegamenti dei pin sulla scheda del circuito stampato, la connessione in piombo sulla candela a incandescenza ed il fusibile 5A relativo sulla scheda del circuito principale del GC. Se la candela a incandescenza è guasta sostituirla con la parte riportante il codice 0854-0141.
5. Quando le temperature del rivelatore sono elevate è più facile accendere la fiamma.
6. In determinate condizioni di funzionamento la fiamma si accende più agevolmente dopo aver tolto il tubo di gomma per lo spurgo della condensa. Dopo aver acceso la fiamma reinstallare il tubo.

7. Se la fiamma ancora non si accende potrebbe esserci una grossa perdita nel sistema. Ciò fa sì che le portate misurate risultino diverse dalle portate effettive, causando condizioni di accensione non ideali. Controllare attentamente tutto il sistema per verificare la presenza di eventuali perdite.
8. Se l'analisi lo consente, sostituire l'azoto con l'idrogeno come gas di trasporto e di makeup.
9. Aumentare i flussi di idrogeno e di aria fino a che l'accensione abbia luogo, quindi ridurli progressivamente fino ai valori contenuti nella [Tavola 69](#). Effettuare alcune prove per stabilire quali siano i valori più adatti.

Sostituzione dei filtri di lunghezza d'onda

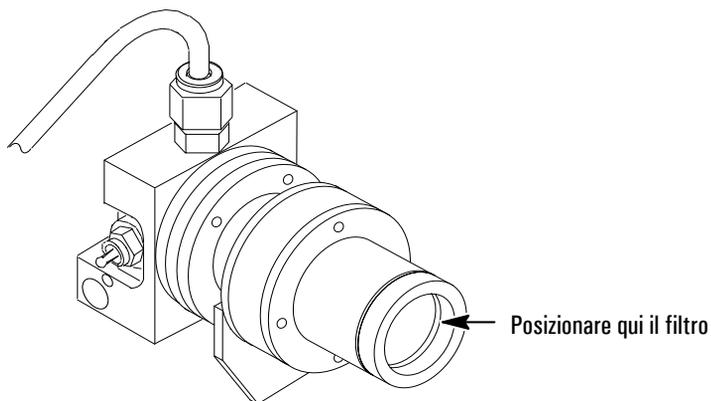
Installare il filtro ottico adatto alla modalità Zolfo o Fosforo. Per la modalità Zolfo utilizzare il filtro da 393 nanometri (numero di parte 19256-80000). Per la modalità Fosforo utilizzare il filtro da 525 nanometri (numero di parte 19256-80010).

Per la sostituzione del filtro procedere come segue.

ATTENZIONE Spegnerne l'interruttore dell'alimentazione principale situato sul lato sinistro dello sportello del forno. Se il tubo fotomoltiplicatore è esposto alla luce dell'ambiente con l'elettrometro acceso, il tubo viene distrutto.

1. Rilasciare la molla di fissaggio intorno alla sede del fotomoltiplicatore.
2. Estrarre la sede del fotomoltiplicatore dal corpo del rivelatore.
Una leggera rotazione potrebbe essere d'aiuto.
3. Smontare il filtro usato. Utilizzare fazzoletti di carta per non lasciare impronte.

4. Posizionare il filtro nuovo nell'apposito spazio in modo che il lato argentato si trovi di fronte alla fiamma.



5. Spingere la sede del PMT all'interno del corpo del rivelatore fino al punto di arresto.
6. Installare la molla di fissaggio intorno alla sede.
7. Riattivare l'alimentazione.

Prova di tenuta

Disattivare l'erogazione di tutti i gas. Chiudere il tubo di scarico del rivelatore con un tappo Swagelok da 1/4" (numero di parte 0100-0196) ed una ferrula in Vespel/grafite al 40% (numero di parte 0100-1061).

Avvertenza

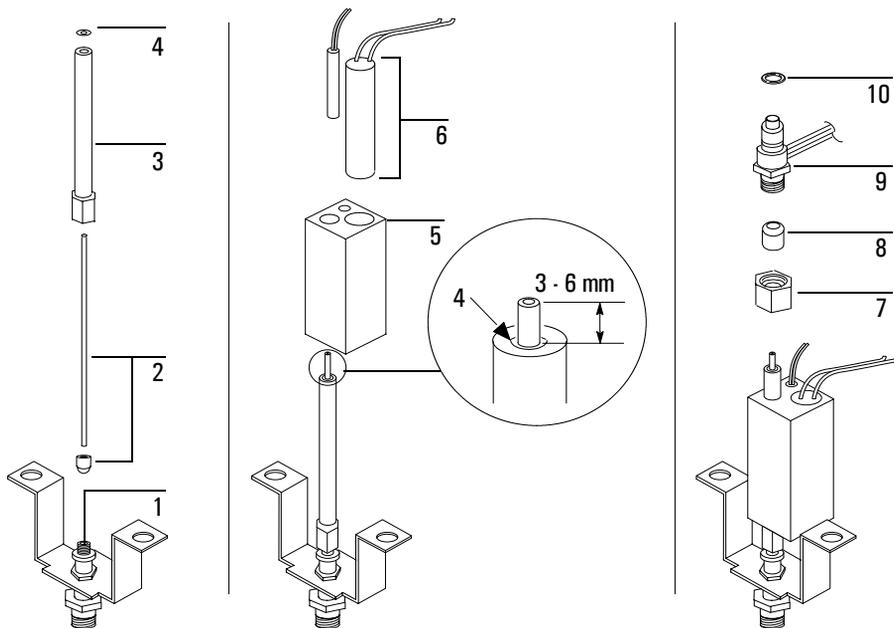
Quando si prova il sistema di flusso sotto pressione non superare i 210 kPa (30 psig). Pressioni più elevate possono danneggiare la finestra di bloccaggio o le tenute.

Attivare un gas per alcuni secondi e disattivarlo subito. Il flusso indicato, che in realtà è una pressione, deve rimanere costante oppure diminuire gradualmente. In caso contrario è presente una perdita nel sistema. Controllare le possibili fonti di perdita e tenere sotto controllo anche il valore del flusso per determinare quando la perdita viene eliminata.

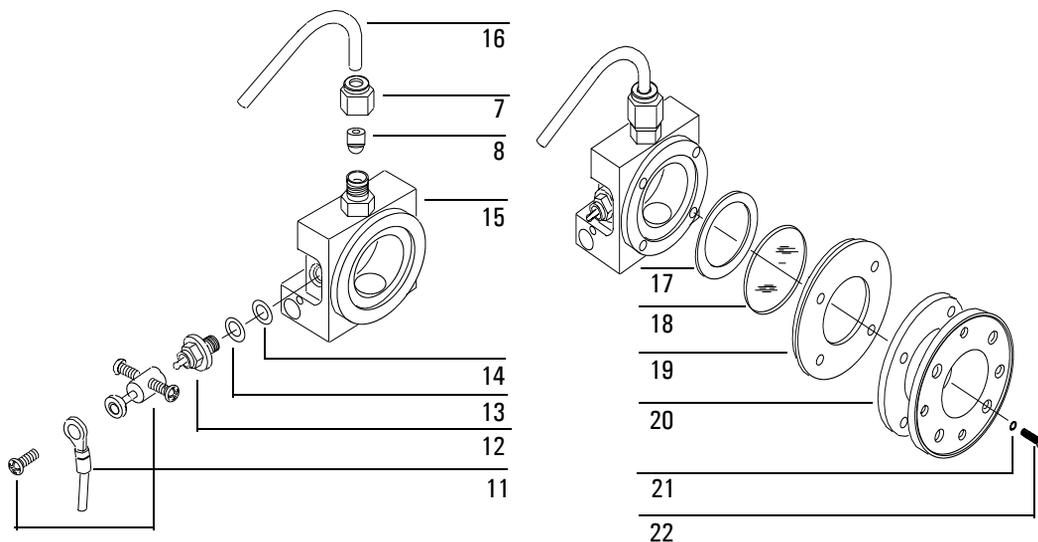
Possibili fonti di perdita, in ordine decrescente di probabilità.

1. Setto
2. Raccordi della colonna
3. Collegamenti del gas di tipo Swagelok
4. O-ring o guarnizioni in Vespel del rivelatore
5. Altri condotti del sistema

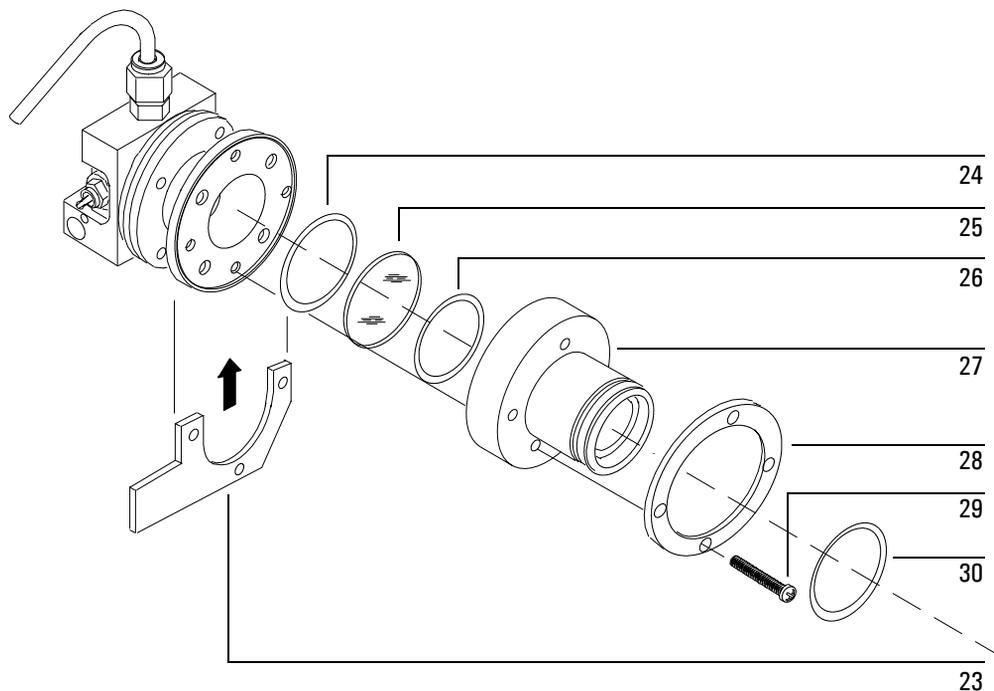
Identificazione delle parti



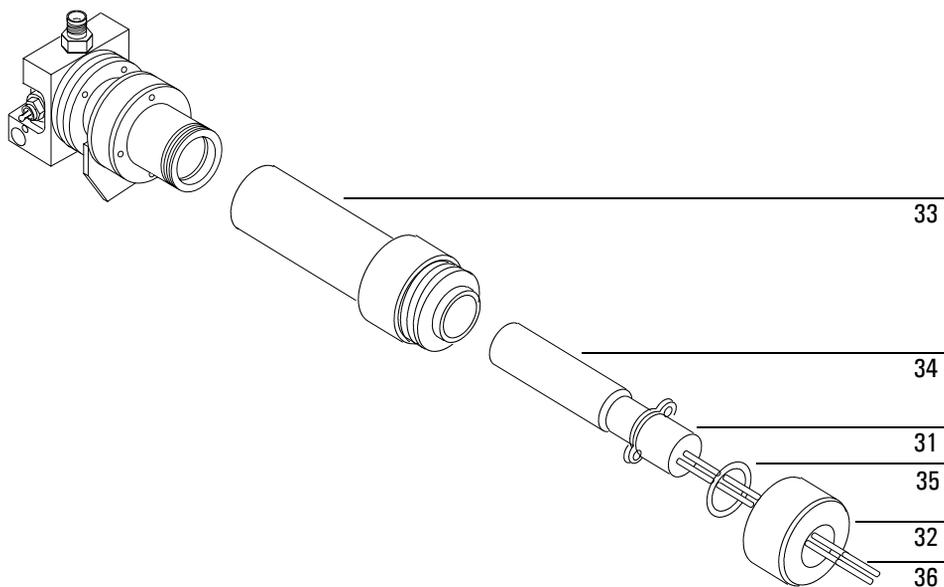
Articoli	Descrizione	N. di parte
1	Base	
2	Inserto/ferrula per grossi diametri	19256-60590
3	tubo di trasferimento	19256-80550
4	O-ring, Kalrez, Tubo di trasferimento	0905-1101
5	Blocco del riscaldatore inferiore	
6	Riscaldatore/sensore	
7	Dado in ottone da 1/4"	0100-0056
8	Ferrula in Vespel da 1/4" d.i.	5080-8774
9	Cartuccia del jet	G1535-80500
10	O-ring, Kalrez, cartuccia del jet	0905-1103



Articoli	Descrizione	N. di parte
7	Dado in ottone da 1/4"	0100-0056
8	Ferrula in Vespel da 1/4" d.i.	5080-8774
11	Cavo accensione	G1535-60600
12	Candela a incandescenza	0854-0141
13	Distanziatore accensione	19256-20590
14	O-ring, Kalrez, accensione	0905-1102
15	Saldatura, blocco	
16	Tubo uscita, alluminio	19256-20700
	Tubo uscita, acciaio inossidabile	19256-20705
17	Guarnizione, schermatura testa	19256-80040
18	Finestra, primo schermo calore	19256-80030
19	Disco, schermo calore	19256-20580
20	Accoppiamento, acciaio inossidabile	19256-20550
21	Ranella di bloccaggio (4)	2190-0108
22	Vite, M3 x 12 (4)	0515-0911



Articoli	Descrizione	N. di parte
23	Morsetto	19256-00090
24	O-ring, silicone, 0,926" d.i. (arancione)	0905-0955
25	Finestra, schermatura secondo riscaldatore	19256-80060
26	O-ring, silicone, 1,05" d.i. (arancione)	0905-1104
27	Adattatore flangia	
28	Anello flangia	19256-00200
29	Vite, M3 x 25 (4)	0515-0065
30	O-ring, Viton, 1,239" d.i. (marrone)	0905-1100
Filtri (non illustrati)		
	Modalità zolfo	19256-80000
	Modalità fosforo	19256-80010



Articoli	Descrizione	N. di parte
31	Presa tubo	19256-20670
32	Cappucci terminali	19256-20710
33	Sede tubo PMT	19256-20650
34	Tubi ricambio fotomoltiplic.	
	SOLO tubo fotomoltiplicatore	G1535-80050
	Tubo del PM e sede	19256-60510
35	O-ring per tubo PM	0905-1099
36	Cavo rete resistore	19256-60580

Pulizia/sostituzione di finestre, filtri e guarnizioni

Perdite della colonna e/o effluenti possono contaminare la finestra al quarzo (schermatura al calore) più vicina al modulo del rivelatore. Polvere, impronte, contaminanti atmosferici possono sporcare entrambe le finestre al quarzo, il filtro e/o la finestra del tubo fotomoltiplicatore. In qualsiasi punto del cammino ottico fra la fiamma ed il PMT la contaminazione può ridurre la sensibilità del rivelatore.

1. Spegnerne l'elettrometro.
2. Disattivare i flussi di idrogeno, aria e gas ausiliari al rivelatore. Spegnerne i riscaldatori. Lasciar raffreddare il rivelatore.
3. Rilasciare la molla di fissaggio intorno alla sede del fotomoltiplicatore.

Avvertenza Spegnerne sempre l'elettrometro prima di togliere la sede del PMT per evitare di distruggere il tubo.

Avvertenza Mantenere il più possibile coperta l'estremità aperta della sede del PMT per evitare che la luce danneggi il tubo.

4. Tirare la sede del PMT fuori dal rivelatore e smontare il filtro. Utilizzare fazzoletti per uso ottico privi di peli per pulire il filtro da entrambi i lati. Pulire la finestra del PMT visibile all'interno della sede. Evitare le superfici che graffiano; non utilizzare fluidi di pulizia perché potrebbero formare una pellicola una volta asciutti.

5. Controllare il filtro: schegge, graffi e/o scalfitture lungo il cammino ottico diffondono la luce e riducono la sensibilità del rivelatore. Sostituire i filtri quando necessario.

Controllare che la finestra del PMT non abbia riportato danni; se necessario sostituire il PMT.

- a. Togliere le quattro viti dalla flangia dell'adattatore del PMT e togliere la flangia. Usare cautela quando si maneggia la finestra al quarzo perché potrebbe essere fragile. Pulire la finestra con fazzoletti per uso ottico.
- b. Togliere le quattro viti dell'accoppiamento in acciaio inox e toglierlo con cautela. La finestra al quarzo che rimane potrebbe cadere. Pulire la finestra con fazzoletti per uso ottico.

Avvertenza

Questa finestra, la più vicina alla fiamma può essere appiccicosa quando il rivelatore è freddo. È più facile smontarla quando il rivelatore è caldo ma è necessario prestare attenzione per evitare ustioni.

6. Annotare la posizione ed il tipo di guarnizioni che si trovano sulle parti smontate. Le guarnizioni devono essere sostituite con guarnizioni nuove al momento del rimontaggio.
7. Controllare le finestre: schegge, graffi, scalfitture o zone opache del cammino ottico, diffondono luce e riducono la sensibilità. Se necessario sostituire le finestre.
8. Rimontare le parti in ordine inverso accertandosi che tutte le guarnizioni siano di tipo adatto e si trovino nella giusta collocazione. Stringere le viti continuamente e saldamente per assicurare tenute a prova di gas e di luce. Se il filtro ha un lato argentato, esso deve trovarsi rivolto verso la fiamma (le frecce indicatrici > sul bordo del filtro devono puntare verso il PMT).

Pulizia/sostituzione del jet

Se si riscontra un problema di risposta (sensibilità, rumore, selettività) il jet del FPD deve essere controllato per accertare che non ci siano depositi e, se necessario, pulirlo o sostituirlo. Per effettuare operazioni di manutenzione corrette sul jet, il modulo del rivelatore deve essere smontato dallo strumento e sottoposto alle procedure necessarie.

1. Spegnerne il gascromatografo e scollegare il cavo di alimentazione principale. Togliere i coperchi del rivelatore.
2. Lasciar raffreddare le zone riscaldate fino a temperature alle quali sia possibile maneggiarle.

Avvertenza

Spegnerne sempre l'elettrometro o disattivare l'alimentazione generale prima di smontare la sede del PMT per evitare di distruggere il tubo.

Avvertenza

Mantenere il più possibile coperta l'estremità aperta della sede del PMT per evitare che la luce danneggi il tubo.

3. Smontare il tubo fotomoltiplicatore dal modulo del rivelatore; smontare anche il filtro. Riporre entrambi in un luogo sicuro.
4. Smontare il tubo di scarico.
5. Togliere il coperchio in metallo. Sul rivelatore a lunghezza d'onda singola è fissato da due viti sulla parte superiore e due sulla parte inferiore; sul rivelatore a doppia lunghezza d'onda è fissato da due viti sulla parte superiore. Allentare le viti che tengono il rivelatore fissato al morsetto a U. Usare due chiavi per allentare i raccordi rastremati sulla parte inferiore del jet e toglierli dal tubo sulla linea di trasferimento, quindi sollevare delicatamente il modulo del bruciatore dal tubo di trasferimento in modo da non danneggiare l'inserito in silice fusa.

Non è necessario scollegare tubi, conduttori del dispositivo di accensione, né riscaldatori/sensori. Lasciare tutto collegato e scollegare il blocco del rivelatore dalla linea di trasferimento in corrispondenza dell'accessorio rastremato da 1/4", quindi sollevare delicatamente il blocco e ruotarlo fino ad avere spazio sufficiente per accedere al jet.

6. Smontare e controllare il jet. Una leggera rotazione può essere d'aiuto. Il jet fuoriesce più agevolmente dal blocco dell'FPD se il blocco è ancora caldo. Usare un filo metallico o una spazzola per togliere eventuali depositi.
7. Controllare/pulire la candela a incandescenza (vedere [“Problemi di accensione” a pagina 665](#)), e le finestre al quarzo (vedere [“Pulizia/sostituzione di finestre, filtri e guarnizioni”](#)).
8. Utilizzare aria compresso o idrogeno per eliminare le particelle dal jet e/o dal modulo del rivelatore.
9. Controllare e pulire i depositi sull'apertura del jet utilizzando un filo metallico adatto. Se il jet è danneggiato sostituirlo. È buona norma sostituire il jet invece di pulirlo, specie se si richiede una sensibilità molto elevata.
10. Installare un O-ring in Kalrez nuovo sul jet. Non utilizzare il vecchio O-ring.

Avvertenza

Prestare attenzione a non spezzare o caricare lateralmente l'inserito in silice fusa quando si reinstalla il rivelatore.

11. Rimontare tutte le parti del rivelatore; rimontare il modulo sullo strumento. Usare una ferrula in Vespel nuova per fissare il modulo del rivelatore alla linea di trasferimento.
12. Reinstallare il PMT sul modulo del rivelatore; ripristinare gas ed elettricità.

Riposizionamento dell'inserto in silice fusa della linea di trasferimento

L'inserto in silice fusa della linea di trasferimento fra la colonna ed il modulo FPD deve essere controllato, pulito e/o sostituito.

1. Spegnerne il gascromatografo e scollegare il cavo di alimentazione principale. Togliere i coperchi del rivelatore.
2. Lasciar raffreddare le zone riscaldate fino a temperature alle quali sia possibile maneggiarle.
3. All'interno del forno, togliere la colonna al rivelatore FPD.

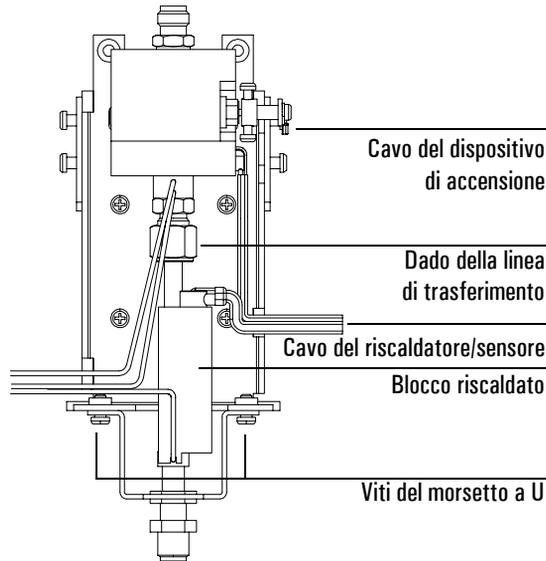
Avvertenza Spegnerne sempre l'elettrometro o disattivare l'alimentazione generale prima di smontare la sede del PMT per evitare di distruggere il tubo.

Avvertenza Nella fase successiva mantenere il più possibile coperta l'estremità aperta della sede del PMT per evitare che la luce danneggi il tubo.

4. Smontare il tubo fotomoltiplicatore dal modulo del rivelatore e togliere il filtro. Riporli in un luogo sicuro.

Riposizionamento dell'inserto in silice fusa della linea di trasferimento

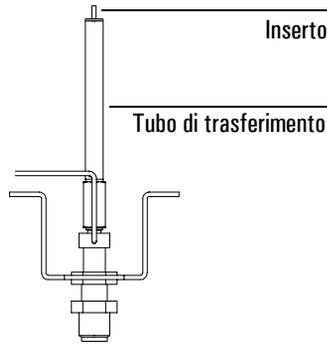
5. Localizzare il cavo del dispositivo di accensione attaccato al lato del rivelatore. Seguire il cavo fino a raggiungere la scheda del circuito stampato e scollegarlo in corrispondenza di essa.



6. Smontare il tubo di scarico ed il coperchio in metallo del rivelatore a singola lunghezza d'onda; è fissato da due viti sulla parte superiore e due sulla parte inferiore; sul rivelatore a doppia lunghezza d'onda è fissato da due viti sulla parte superiore.
7. Togliere le quattro viti che fissano il rivelatore alla parte superiore del forno (una per ogni angolo). Smontare il rivelatore dal GC.
8. Allentare il dado della linea di trasferimento. Smontare le due viti che fissano il morsetto a U alla struttura del rivelatore. Togliere il morsetto a U e le parti ad esso fissate dal fondo del rivelatore.

Riposizionamento dell'inserto in silice fusa della linea di trasferimento

9. Togliere il dado della linea di trasferimento e la relativa ferrula, il cavo del riscaldatore/sensore ed il blocco riscaldato..



10. Con una chiave a bocca svitare il tubo di trasferimento dalla base del rivelatore. Sollevare verticalmente il tubo di trasferimento contenente l'inserto in silice fusa e tirarlo fuori dallo strumento. Togliere l'inserto in silice fusa e la ferrula in Vespel da 1/16" estraendo l'inserto e la ferrula dal fondo. Controllare che nulla sia danneggiato.
11. Se necessario installare un inserto nuovo ed una ferrula in Vespel. Durante questa operazione far passare l'inserto in silice fusa attraverso l'O-ring in Kalrez sulla parte superiore della linea di trasferimento usando cautela, in modo da non danneggiarlo.
12. Riposizionare l'inserto in silice fusa, la ferrula ed il tubo sulla base del rivelatore. L'inserto in silice fusa deve essere posizionato in modo da sporgere da 6 a 7 mm (1/4") al di sopra della parte superiore della saldatura del tubo di trasferimento. Stringere bene il tubo di trasferimento servendosi di una chiave (stringere con le dita fino al punto di arresto poi ancora per 1/2 giro utilizzando la chiave).
13. Reinstallare il blocco riscaldato, il cavo del riscaldatore/sensore, il dado e la ferrula. L'intaglio nella parte inferiore del blocco si adatta al tubo proveniente dall'accessorio del rivelatore.
14. Stringere le viti del morsetto a U ed il dado sul tubo di trasferimento.
15. Posizionare il rivelatore sulla parte superiore dello strumento, orientarlo correttamente ed installare le quattro viti che lo fissano. Installare il coperchio superiore ed il tubo di scarico.

16. Collegare il cavo del dispositivo di accensione alla scheda del circuito stampato.
17. Installare il gruppo del PMT (o i gruppi).
18. Ripristinare le normali condizioni operative.

Sostituzione del tubo fotomoltiplicatore

Se il PMT è difettoso (tensione elevata e fiamma accesa: segnale debole o inesistente e/o rumore elevato non attribuibile ad altre fonti, come cavi difettosi, perdite ridotte, temperature elevate e scheda del segnale difettosa, ecc.), deve essere sostituito.

1. Spegnerne il gascromatografo e scollegare il cavo di alimentazione principale.

Avvertenza

Spegnerne sempre l'elettrometro o disattivare l'alimentazione generale prima di aprire la sede del PMT per evitare di distruggere il tubo.

2. Liberare i cavi del PMT dai ganci sul supporto. Tirare i cavi per pochi centimetri attraverso la giunzione verso il cappuccio dell'estremità. Svitare il cappuccio all'estremità dal PMT. Smontare il cappuccio dal dispositivo.
3. Estrarre il cavo di rete del resistore, il tubo fotomoltiplicatore e la presa dalla sede fino a che circa un pollice di tubo risulta visibile.

Avvertenza

Proteggere il più possibile il PMT dalla luce per evitare di danneggiarlo.

4. Togliere la presa del PMT. Togliere il PMT e sostituirlo con un tubo nuovo.
5. Quando si posiziona la presa sul tubo nuovo accertarsi che il pin sulla base del tubo sia allineato allo spazio apposito sui contatti della presa.
6. Rimontare in ordine inverso. Assicurarsi di avere tolto dalla finestra del PMT di fronte al modulo del rivelatore, grasso, impronte, polvere, ecc. Assicurarsi che l'O-ring sia in posizione sul ponte della rete PMT/resistore poiché si tratta di una tenuta di luce molto importante. Se l'O-ring è danneggiato sostituirlo.
7. Avvitare il cappuccio dell'estremità al gruppo del PMT. Tirare i cavi attraverso la giunzione per eliminare il gioco all'estremità del gruppo. Posizionare i cavi nel gancio a lato del supporto della sede del PMT.

27 Funzioni di base

Campioni

Preparazione del GC per l'analisi dei campioni

Analisi dei campioni – Iniezione manuale

Analisi dei campioni - GC ALS o ad iniezione dalla valvola

Metodi

Creazione di metodi

Impostazione della portata di una colonna o della pressione

Sequenze

Creazione di sequenze

Avviare/Arrestare/Mettere in pausa una sequenza

Manutenzione

Modifica della colonna

Verifica delle prestazioni

Campioni

Preparazione del GC per l'analisi dei campioni

1. Verificare i condotti di erogazione del gas e le pressioni sorgente.
2. Controllare l'alimentazione. Ripristinarla se è stata interrotta.
3. Accendere il GC, il computer e i sistemi di comunicazione.
4. Verificare l'identità della/e colonna/e installata/e.
5. Se necessario, cambiare la colonna. Vedere [“Modifica della colonna”](#).
6. Verificare la disponibilità dei campioni da analizzare.
7. Confermare le sequenze e i metodi necessari.

Analisi dei campioni – Iniezione manuale

1. **Predisporre il GC.** Vedere [“Preparazione del GC per l'analisi dei campioni”](#).
2. **Preparare il/i campione/i** da iniettare.
3. **Caricare il metodo desiderato**, premere [Load] [Method], quindi inserire il numero del metodo desiderato e premere [Enter]. Vedere [“Procedura: caricamento di un metodo memorizzato”](#).
4. **Attendere il messaggio Ready.**
5. **Caricare la siringa.**
6. **Iniettare contemporaneamente** il campione e premere [Start].

Si accenderà la luce che indica l'analisi e resterà accesa fino al termine dell'analisi.

Analisi dei campioni - GC ALS o ad iniezione dalla valvola

1. **Predisporre il GC.** Vedere [“Preparazione del GC per l'analisi dei campioni”](#).
2. **Preparare il/i campione/i** da iniettare.
3. **Caricare i vial di campione** nel vassoio o nella torretta, nel caso di utilizzo del GC ALS. Tenere a mente la posizione della torretta o del vassoio di ciascun vial di campione.
 - Per modificare i valori di regolazione dell'iniettore, vedere [“Procedura: modifica delle impostazioni dell'iniettore”](#).
 - Per configurare l'iniettore, vedere [“Configurazione dell'iniettore”](#).
 - Per modificare i valori di regolazione del campione, vedere [“Procedura: modifica delle impostazioni del vassoio portacampioni”](#).
 - Per configurare il lettore di codici a barre, vedere [“Procedura: configurazione del lettore di codice a barre”](#).
4. **Caricare la sequenza desiderata.** Premere [Load] [Sequence]. Inserire il numero della sequenza e premere [Enter].
 - Per creare una sequenza, vedere [“Creazione di sequenze”](#).
 - Per creare una sequenza secondaria per il campionatore, vedere [“Procedura: creazione di una sequenza secondaria per il campionatore”](#)
 - Per creare una sequenza secondaria per la valvola, vedere [“Procedura: creazione di una sequenza secondaria per le valvole”](#).
 - Per modificare una sequenza, vedere [“Procedura: modifica di una sequenza memorizzata”](#).
5. **Avviare la sequenza.** Premere [Seq control]. Far scorrere il contenuto del display fino a posizionarsi su `Start sequence`. Premere [Enter].

Si accenderà la luce che indica l'analisi e resterà accesa fino al termine della sequenza.

Metodi

Creazione di metodi

Per ulteriori informazioni, vedere [“Metodi analitici”](#).

1. **Impostare i parametri del forno**, premere [Oven] e scorrere il contenuto del display verso il basso.
 - Per creare un'analisi isoterma, vedere [“Procedura: impostazione di un'analisi isoterma”](#).
 - Per creare un programma a gradiente singolo, vedere [“Procedura: programmazione monogradiente”](#).
 - Per creare un programma per il forno con un massimo di sei gradienti, vedere [“Procedura: programmazione multigradiente”](#).
2. **Impostare i parametri della colonna**. Premere [Col 1] o [Col 2] e inserire:
 - a. la lunghezza e il diametro della colonna (colonne capillari). Vedere [“Procedura: configurazione di una colonna capillare”](#).
 - b. Una modalità della colonna, se disponibile. Vedere [“Procedura: selezione della modalità di funzionamento della colonna”](#).
 - c. La pressione in testa alla colonna o il flusso in colonna. Vedere [“Procedura: configurazione di una colonna capillare”](#), [“Procedura: selezione della modalità di funzionamento della colonna”](#), o [“Procedura: impostazione del flusso o della pressione iniziale, oppure della velocità lineare media”](#).
3. **Impostare i parametri dell'iniettore**. Premere [Front Inlet] o [Back Inlet].
 - Selezionare la modalità dell'iniettore, se disponibile.
 - Inserire i parametri. Ad esempio, impostare: temperatura, pressione, rapporto di split, flusso di split e flusso totale. Vedere [“Utilizzo di un iniettore split/splitless”](#), [“Utilizzo di un iniettore per impaccate”](#), [“Utilizzo dell'iniettore on-column a freddo”](#), [“Presentazione del PTV Agilent”](#), o [“Utilizzo di un'interfaccia per composti volatili”](#).

4. **Impostare i parametri del rivelatore.** Premere [Front Det] o [Back Det].
 - Inserire i parametri. Ad esempio, impostare: temperatura, flusso di idrogeno, flusso dell'aria, gas e flusso di makeup.
Vedere [“Funzionamento dell'EPC”](#), [“Funzionamento del TCD”](#), [“Funzionamento con EPC”](#), [“Procedura: funzionamento del \$\mu\$ -ECD”](#), o [“Funzionamento dell'FPD”](#).
 5. **Memorizzare questi parametri come metodo.** Premere [Store] [Method].
Inserire un numero di metodo (da 1 a 9), quindi premere [Enter].
-

Impostazione della portata di una colonna o della pressione

1. Impostare il nuovo valore nella tabella di controllo della colonna. Vedere [“Procedura: impostazione del flusso o della pressione iniziale, oppure della velocità lineare media”](#).
2. Per memorizzare la modifica, premere [Store] [Method]. Inserire il numero di un metodo (da 1 a 9), e premere [Enter].

Sequenze

Creazione di sequenze

Per creare una sequenza

1. **Premere [Seq]** per aprire la tabella di controllo della sequenza.

Titolo: questo titolo verrà modificato a seconda di dove il cursore si trova sulla tabella di controllo

SEQUENCE (Priority)		
Priority meth#	0	<
Type:	Front Injector	
#Injections/vial	1	
Samples	1-1	
Use priority	0n	
-----Subseq 1-----		
Method #	0	
Type:	Front Injector	
#Injections/vial	1	
Samples	1-1	
-----Subseq 2-----		
Method #	1	
Type:	Valve	
#Injections	1	
-----Subseq 3-----		
Method #	0	
Type:	Both Injectors	
F#inj/vial	1	
F samples	2-2	
B#inj/vial	1	
B samples	3-3	
---Post Sequence---		
Method #	0	
Repeat sequence	Off	

Sequenza prioritaria

Sequenze secondarie

Eventi post-sequenza

Figura 92 Tabella di esempio delle sequenze

2. **Far scorrere il contenuto del display fino a** SEQUENCE (Priority). Utilizzare la sequenza della priorità (impostarla su On) solo se si vuole interrompere un sequenza in corso per analizzare subito dei campioni urgenti. Altrimenti, impostarla su Off. Vedere [“Sequenza prioritaria”](#).
3. **Far scorrere il contenuto del display fino a** Subseq 1. Impostare il tipo di sequenza (campionatore o valvola) servendosi del tasto [Mode/Type]. Definire i campioni da analizzare, la loro posizione e il metodo da utilizzare per gli stessi.
 - Per ulteriori informazioni su come creare una sequenza secondaria per il campionatore, vedere [“Procedura: creazione di una sequenza secondaria per il campionatore”](#).
 - Per ulteriori informazioni su come creare una sequenza secondaria per la valvola, vedere [“Procedura: creazione di una sequenza secondaria per le valvole”](#).
 - Per informazioni generali sulle sequenze, vedere [“Sequenze analitiche”](#).
4. **Creazione di sequenze secondarie aggiuntive** a seconda delle necessità.
 - Creazione di una sequenza secondaria per ciascuna serie di campioni per la valvola o per il campionatore liquido automatico da analizzare con un determinato metodo.
 - Creazione di una sequenza secondaria per ogni serie di campioni che richiede un metodo diverso.
 - È possibile creare fino a cinque sequenze secondarie.
5. **Impostare tutti gli eventi post-sequenza desiderati.** Far scorrere il display fino a visualizzare SEQUENCE (Post Seq).
 - Inserire il numero del metodo post-sequenza. Inserire 0 per non caricare alcun metodo.
 - Per ripetere la sequenza un numero di volte indefinito, attivare Repeat Sequence.
 - Per ulteriori informazioni, vedere [“Post-sequenza”](#) o [“Procedura: impostazione degli eventi post-sequenza”](#).

6. **Memorizzazione di una sequenza completa.** Vedere [“Procedura: memorizzazione di una sequenza”](#).

Per ulteriori informazioni, vedere [“Sequenze analitiche”](#).

Avviare/Arrestare/Mettere in pausa una sequenza

Per controllare una sequenza, accedere alla [Controllo delle sequenze](#) tabella premendo [Seq Control].

Cosa si desidera fare?	Vedere
Avvio di una sequenza	Procedura: avvio ed esecuzione di una sequenza
Arresto di una sequenza dopo l'analisi corrente	Procedura: interruzione di una sequenza
Messa in stato di pausa di una sequenza	Procedura: sospensione e ripresa di una sequenza
Analisi immediata di un campione prioritario, quindi ripresa della sequenza	Sequenza prioritaria
Interrompere immediatamente l'analisi e la sequenza	Premere il tasto [Stop] per bloccare immediatamente l'analisi corrente e la sequenza. Per ulteriori informazioni, vedere Arresto controllato di una sequenza .

Manutenzione

Modifica della colonna

Per modificare una colonna:

1. **Selezionare i connettori** e gli adattatori adeguati per le:
 - colonne capillari, vedere [“Ferrule per colonne capillari”](#);
 - colonne di metallo impaccate, vedere [“Connettori”](#) e [“Ferrule per colonne impaccate di metallo”](#);
 - Colonne di vetro impaccate, vedere [“Ferrule e guarnizioni O-ring per colonne impaccate di vetro”](#).
2. **Preparazione della colonna.**
 - Se si utilizza una colonna capillare, vedere [“Procedura: preparazione delle colonne capillari”](#).
 - Se si utilizza una colonna di metallo impaccata, vedere [“Preparazione delle colonne impaccate di metallo”](#).
3. **Abbassare le temperature** del forno, dell'iniettore e del rivelatore fino a <40°C.
4. **Controllare l'inserito.** Assicurarsi che sia installato l'inserito giusto (o un altro hardware di inserimento). Per istruzioni sulla scelta e sull'installazione degli inserti, vedere [“Inserito”](#).

Iniettore	Consultare
split/splitless	“Inserito”
per impaccate	“Adattatori ed inserti”
On-column a freddo	“Hardware”
Temperatura di vaporizzazione programmabile	“Adattatori per iniettore”

5. **Installare la colonna.**

Tipo colonna	Iniettore o rivelatore	Consultare
Capillare	Iniettore split/splitless	“Procedura: montaggio della colonna capillare nell’ingresso split/splitless”
	Iniettore on-column a freddo	“Procedura: montaggio della colonna capillare nell’iniettore on-column a freddo”
	Iniettore per impaccate	“Procedura: montaggio della colonna capillare nell’iniettore per impaccate”
	Iniettore con temperatura di vaporizzazione programmabile e interfaccia per composti volatili	“Procedura: montaggio della colonna capillare nell’ingresso PTV e nell’interfaccia per composti volatili”
	FID NPD	“Procedura: montaggio della colonna capillare nei rivelatori NPD e FID”
	TCD	“Procedura: montaggio della colonna capillare nel TCD”
	μ -ECD	“Procedura: montaggio della colonna capillare nell’μ-ECD”
	FPD	“Procedura: installazione di colonne capillari nell’FPD”
Metallo impaccato	Qualsiasi	“Procedura: montaggio di un adattatore sul connettore per rivelatori” e “Procedura: montaggio delle colonne impaccate di metallo”
Vetro impaccato	Qualsiasi	“Procedura: montaggio delle colonne impaccate di vetro”

6. **Se necessario, è possibile adattare la colonna.** Vedere [“Condizionamento delle colonne”](#).

7. Se si utilizza una colonna capillare, configurarla (definirla) se lo si desidera. Vedere [“Procedura: configurazione di una colonna capillare”](#).

Questo potrebbe essere il momento giusto per verificare il setto dell'iniettore e modificarlo se necessario.

Verifica delle prestazioni

Per verificare le prestazioni del GC, analizzare la miscela di campioni consigliata per il tipo di rivelatore utilizzato, come descritto di seguito.

1. **Installare la colonna di controllo.** Per FID, TCD, NPD, μ -ECD e FPD, utilizzare una colonna capillare HP-5, di 30 m x 0,32 mm x 0,25 μ m (numero di parte 19091J-413).
2. **Installare il liner o l'inserito adeguato**, se necessario:

Iniettore	Articolo
Split/splitless	Liner, codice n. 5062-3587 (splitless)
Impaccate	Liner, codice n. 5181-3382 (disattivato)
On-column a freddo	Inserito, codice n. 19245-20525
Temperatura di vaporizzazione programmabile	Liner schermato, codice n. 5183-2037 320Adattatore μ m, codice n. 5182-9761

3. **Impostare le condizioni di controllo** sul GC.

Tipo di rivelatore:	Consultare:
FID	"Condizioni di controllo per il FID"
TCD	"Condizioni di controllo per il TCD"
NPD	"Condizioni di controllo dell'NPD"
μ -ECD	"Condizioni di controllo per il μ-ECD"
FPD	"Condizioni di controllo dell'FPD"

4. **Preparazione del/dei campione/i.**
5. Quando il GC è pronto, **eseguire l'iniezione ed avviare l'analisi.**
 - Se si utilizza l'iniezione manuale, vedere ["Analisi dei campioni – Iniezione manuale"](#).
 - Se si utilizza l'iniezione tramite campionatore, vedere ["Analisi dei campioni - GC ALS o ad iniezione dalla valvola"](#).

6. **Confrontare il risultato ottenuto con** il cromatogramma di riferimento adeguato:

Tipo di rivelatore:	Consultare:
FID	<u>"Cromatogramma di controllo tipo relativo al FID"</u>
TCD	<u>"Cromatogramma di controllo tipo del TCD"</u>
NPD	<u>"Cromatogramma di controllo tipo relativo al FID"</u>
μ -ECD	<u>"Cromatogramma di controllo tipo del -ECD"</u>
FPD	<u>"Cromatogrammi di controllo tipo dell'FPDs"</u>

Tenere presente che il cromatogramma di riferimento è un esempio tipico ed è destinato unicamente a servire da guida.

28 Preparazione del laboratorio

Intervalli operativi di temperatura e umidità

Requisiti per la ventilazione

Scarico dell'aria del forno

Scarico di gas tossici o nocivi

Requisiti del banco di laboratorio

Caratteristiche della rete elettrica

Messa a terra

Tensione di rete

USA, forno a riscaldamento rapido,
240 V

Installazione in Canada

Configurazione del GC

per un sistema MSD

Caratteristiche del gas

Gas per colonne impaccate

Gas per colonne capillari

Purezza dei gas

L'impianto del gas

Tubi di erogazione di gas

di trasporto e gas per il rivelatore

Regolatori di pressione a due stadi

Collegamenti tra il regolatore

di pressione e le linee dei gas

Trappole

Requisiti per il raffreddamento criogenico

Scelta del liquido refrigerante

Uso dell'anidride carbonica

Uso dell'azoto liquido

Erogazione dell'aria per gli attuatori delle valvole

Operazioni preliminari

Prima della consegna del GC assicurarsi che il laboratorio sia conforme ai requisiti ambientali, di resistenza al carico, per i gas e per l'alimentazione elettrica. Fare

riferimento alla lista di controllo anche per le parti da usare con il GC (es. trappole e tubi). Per maggiori informazioni sulla preparazione del laboratorio, leggere

Preparazione del laboratorio - Lista di controllo

- Il laboratorio è ben ventilato, non contiene sostanze corrosive e non presenta ostacoli sporgenti.
- La temperatura ambientale si mantiene entro i limiti consigliati (20-27°C).
- L'umidità ambientale si mantiene entro i limiti raccomandati (50-60%).
- Lo spazio sul banco di laboratorio è adatto ad un GC con EPC: 50 cm x 58,5 cm x 50 cm (21 pollici x 23 pollici x 21 pollici).
Lo spazio sul banco di laboratorio è adatto ad un GC senza EPC: 50 cm x 68 cm x 50 cm (21 pollici x 26,7 pollici x 21 pollici).
- Il banco è in grado di sostenere il peso del sistema 6890. Vedere pagina [699](#).
- La presa elettrica è collegata a terra. Vedere pagina [700](#).
- Il sistema di alimentazione elettrica soddisfa i requisiti del gascromatografo. Vedere pagina [700](#).
- La tensione è adeguata al tipo di forno. **Forno regolare:** 2.250 VA. **Forno a riscaldamento rapido:** 2.950 VA.
- Le linee dei gas rispondono ai requisiti delle colonne e dei rivelatori. Vedere pagina [703](#).
- I gas usati raggiungono i requisiti di purezza richiesti. Tutti devono essere di grado cromatografico, purezza 99,9995% o superiore. Aria ultra pura o superiore. L'aria del rivelatore non viene condivisa con gli attuatori delle valvole.
- Sono disponibili tubi di rame da 1/8 di pollice (o da 1/4 di pollice) preventivamente puliti, per il collegamento delle linee di iniezione e di erogazione gas al rivelatore. Vedere pagina [709](#).
- Installazione di regolatori di pressione a due stadi sulle linee dei gas per iniettori e rivelatori (facoltativo).

Accessori opzionali:

- Installazione di trappole di elevata qualità sulle linee dei gas per iniettori e rivelatori: setacci molecolari, per idrocarburi e/o per ossigeno.
- N₂ o CO₂ liquidi (a seconda delle necessità) per il raffreddamento criogenico.
- Tubo di rame isolato da 1/4 di pollice per il sistema di erogazione di N₂ liquido, **OPPURE** tubo da 1/8 pollice in acciaio inox ad elevato spessore per il sistema di erogazione di CO₂ liquida.
- Sono disponibili tubi di isolamento per N₂ liquido.
- È disponibile aria pulita pressurizzata per gli attuatori delle valvole. Vedere pagina [716](#).

Preparazione del laboratorio

La preparazione del laboratorio prevede due fasi di carattere generale: assicurarsi che il laboratorio sia idoneo al funzionamento del gascromatografo e verificare di disporre delle parti e degli accessori per installare lo strumento. Un elenco delle parti e degli accessori necessari è riportata all'inizio di ["Installazione"](#). La maggior parte degli accessori può essere fornita direttamente dalla Agilent Technologies. Consultare il catalogo Agilent *Colonne e prodotti di consumo* per le descrizioni e ulteriori informazioni per l'acquisto. È possibile richiedere una copia di tale catalogo presso l'ufficio vendite locale.

Intervalli operativi di temperatura e umidità

Lavorare con il gascromatografo rispettando i valori consigliati per la temperatura e l'umidità significa assicurare una resa e una durata ottimali dello strumento.

Intervallo di temperatura consigliato	Intervallo di temperatura
20 - 27°C	da 5 a 40°C
Intervallo di umidità consigliato	Intervallo di umidità
dal 50 al 60%	Fino a 31°C = 5 - 80%
	A 40°C = 5 - 50%
Limite di altitudine consigliato	
Fino a 2000 m	

Dopo aver esposto il GC a temperature o livelli di umidità estremi attendere 15 minuti perché lo strumento possa rientrare nei limiti.

Requisiti per la ventilazione

Il GC si raffredda per convezione: l'aria esterna entra attraverso le aperture di ventilazione nei pannelli laterali e dalla parte inferiore dell'apparecchiatura. L'aria riscaldata esce attraverso le aperture dei pannelli superiore, posteriore e laterali. Non ostacolare la circolazione dell'aria intorno allo strumento.

Avvertenza Per consentire un raffreddamento adeguato dello strumento e per ragioni di sicurezza generale, assicurarsi che i pannelli di copertura siano sempre correttamente installati quando lo strumento è in funzione.

Scarico dell'aria del forno

L'aria calda (fino a 450°C) proveniente dal forno esce da un'apertura di ventilazione posteriore. Lasciare almeno 20 cm (10 pollici) di spazio libero dietro lo strumento per la circolazione dell'aria.

ATTENZIONE Non mettere oggetti sensibili alla temperatura (ad esempio bombole di gas, sostanze chimiche, regolatori e tubi di plastica) in corrispondenza del percorso di scarico dell'aria calda. Gli oggetti verrebbero danneggiati ed i tubi di plastica fonderebbero. Prestare attenzione quando si lavora dietro lo strumento durante i cicli di raffreddamento per evitare ustioni provocate dall'aria calda.

Se lo spazio è limitato, un deflettore di scarico del forno (Codice 19247-60510) potrebbe migliorare il sistema di raffreddamento del forno. Questo dispositivo devia l'aria di scarico verso l'alto e lontano dallo strumento. È possibile collegarlo ad un condotto di scarico da 10,2 cm (4 pollici), per dirigere lo scarico verso una cappa di aspirazione, o ad un tubo che convogli il flusso fuori dall'edificio, tramite un condotto di combustione del diametro di 10,2 cm (4 pollici).

Scarico di gas tossici o nocivi

Durante il normale funzionamento del GC con diversi rivelatori e iniettori, una parte del gas di trasporto e del campione fuoriescono dallo strumento. Se il campione contiene sostanze tossiche o nocive, l'aria di scarico va convogliata in una cappa per fumi. Collocare il GC sotto la cappa o collegare all'uscita un tubo di ventilazione di grande diametro per una ventilazione corretta.

Per evitare la contaminazione da parte di gas nocivi, collegare una trappola chimica (Codice G1544-60610) allo scarico di split.

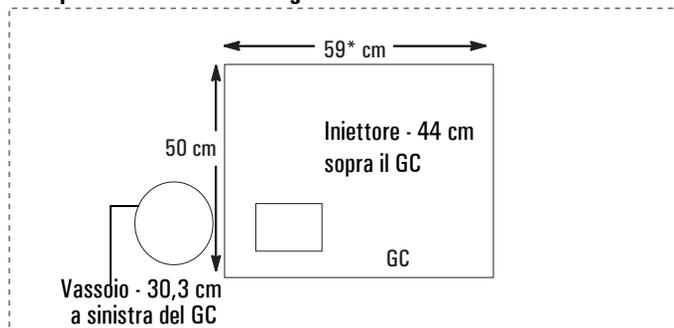
Requisiti del banco di laboratorio

Il GC con controllo elettronico della pneumatica (EPC) è largo 59 cm (23 pollici). Il modello senza EPC è largo 68 cm (26,7 pollici). Entrambi sono alti 50 cm (21 pollici) e lunghi 50 cm (21 pollici).

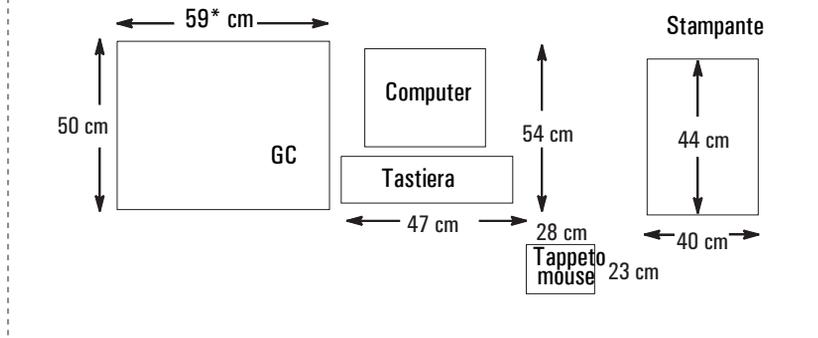
L'area sovrastante il GC deve essere libera, cioè senza scaffalature o altre strutture sovrastanti, che limiterebbero l'accesso alla parte superiore dello strumento e interferirebbero con il raffreddamento. È necessario accertarsi inoltre che nello spazio a disposizione possano essere collocati anche gli altri strumenti eventualmente utilizzati con il GC. La [Figura 93](#) riporta alcune configurazioni comuni.

La [Tavola 70](#) presenta le dimensioni, l'alimentazione richiesta, la produzione di calore ed il peso del GC e di altri strumenti Agilent frequentemente utilizzati con esso. Far riferimento a questa tavola prima dell'installazione per assicurarsi di aver predisposto sufficiente spazio e attacchi elettrici per tutti i componenti del sistema. Lasciare almeno 10,2 cm (4 pollici) di spazio fra gli strumenti per consentire una ventilazione adeguata. Vedere la [Tavola 71](#) e la [Tavola 72](#) per le caratteristiche della corrente elettrica richieste per il GC.

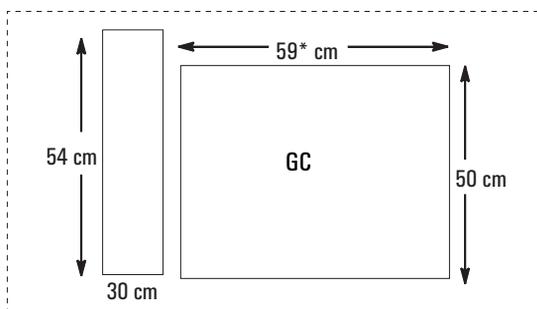
GC con campionatore automatico Agilent



GC con ChemStation Agilent



GC con rivelatore a selezione di massa 5972A



*68 cm per la versione senza EPC.

Figura 93. Configurazioni comuni per sistemi GC - Vista in pianta

Tavola 70. Dimensioni, energia, produzione di calore e peso

Strumento	Altezza	Largh.	Prof.	Potenza	Calore	Peso
GC 6890						
Versione con EPC	54 cm 21 "	59 cm 23 "	54 cm 21 "	2.250	8.100 KJoule 7.681 Btu/ora	50 kg 112 lb
Versione senza EPC	51 cm 21 "	68 cm 26,7 "	54 cm 21 "	2.250	8.100 KJoule 7.681 Btu/ora	56,8 kg 125 lb
Forno a riscaldamento rapido con/senza EPC	—	—	—	2.950	10.620 KJoule 10.071 Btu/ora	—
Campionatore automatico per liquidi						
Iniettore G2613A	44 cm al di sopra del GC 17" al di sopra del GC					
Vassoio G2614A	30,3 cm a sinistra del GC 9 poll. a sinistra del GC					
Computer*						
Computer con monitor	54 cm 21 "	42 cm 17 "	39 cm 15 "	N/C	N/C	N/C
Tastiera	5 cm 2 pollici	47 cm 18 pollici	18 cm 7 pollici	N/C	N/C	N/C
Rivelatore a selezione di massa 5973A	35 cm 13,6"	17 cm 6,7 "	65 cm 25,6 poll.	254 max	3.158 Btu/ora; 3.000 con GC	22,7 kg 50 lb
Campionatore a spazio di testa 7694	31 cm 16 "	56 cm 22 "	39 cm 22 "	420 max	2.215 KJoule 2.100 Btu/ora	35,8 kg 79 lb
Stampanti						
Stampante Laser	41 cm 16 "	30 cm 12 "	54 cm 22 "	300 max	N/C	39 kg 85 lb
Integratori						
Integratori Serie 3397, 3396 Serie III e 3395	13 cm 4,5 "	46 cm 18 "	46 cm 18 "	50	135 KJoule 120 Btu/ora	4,3 kg 9,5 lb
Convertitore analogico- digitale 35900C/D/E	11 cm 4 "	33 cm 13 "	29 cm 11 "	40	216 KJoule 205 Btu/ora	4,1 kg 9, 0 lb

Caratteristiche della rete elettrica

Messa a terra

Avvertenza Per poter lavorare con il GC è necessaria la messa a terra.

Per proteggere l'operatore, la struttura e i pannelli metallici sono collegati a massa tramite cavi di alimentazione a tre conduttori, conformi alle norme della International Electrotechnical Commission (IEC).

Il cavo di alimentazione a tre conduttori, se inserito in una presa dotata di messa a terra, protegge lo strumento e riduce al minimo i rischi di scossa elettrica. Una presa di corrente dotata di messa a terra è una presa collegata ad un cavo di messa a terra adatto. Verificare che il dispositivo sia installato in modo corretto.

Assicurarsi che il GC sia collegato ad una presa utilizzata esclusivamente. Ciò consente di ridurre le interferenze.

Avvertenza Qualsiasi interruzione del collegamento a terra o lo scollegamento del cavo di alimentazione può causare scosse elettriche e danni gravi alle persone.

Tensione di rete

Il GC funziona con una delle prese CA elencate nella [Tavola 71](#), a seconda della tensione utilizzata. I GC sono progettati per lavorare a una tensione specifica; assicurarsi che l'opzione per la tensione del GC sia adatta a quella del laboratorio. La tensione richiesta per il GC è stampata vicino al punto di attacco del cavo di alimentazione.

Tavola 71. Requisiti per la tensione di rete

Voltaggio	Consumo massimo di potenza (VA)	Requisiti di potenza della linea	Tipo di forno
120 V ($\pm 5\%$)	2.250	20 amp presa esclusiva	Risc. lento
200 V ($\pm 5\%$)	2.950	15 amp presa esclusiva	Risc. rapido
208 V ($\pm 5\%$)	2.950	15 amp presa esclusiva	Risc. rapido
220 V ($\pm 5\%$)	2.950	15 amp presa esclusiva	Risc. rapido
230 V ($\pm 5\%$)	2.950	16 amp presa esclusiva	Risc. rapido
230 V ($\pm 5\%$)	2.250	10 amp presa esclusiva	Risc. lento
(Svizzera o Danimarca con 10 amp di servizio massimo)			
240 V ($\pm 5\%$)	2.950	13 o 16 amp presa esclusiva	Risc. rapido

L'intervallo di frequenze per tutti i voltaggi è compresa tra 48 e 66 Hz.

Voltaggio	Consumo massimo di potenza (VA)	Requisiti di potenza della linea	Tipo di forno
------------------	--	---	----------------------

Il forno a riscaldamento rapido richiede almeno 200 V. La maggior parte dei voltaggi standard nei diversi paesi risponde a questi requisiti. I GC che devono essere utilizzati negli USA, in Danimarca e in Svizzera verranno consegnati con un forno a riscaldamento lento a meno che nell'ordine non venga specificata l'opzione 002 (per l'alimentazione), che corrisponde a un GC con forno a riscaldamento rapido.

Il GC viene consegnato già pronto per l'uso nel paese in cui è stato ordinato, tuttavia è buona norma confrontare le caratteristiche della rete elettrica con quelle elencate nella Tavola 3. Se il voltaggio ordinato non è adatto all'ambiente in cui lo strumento deve essere utilizzato, rivolgersi alla sede Agilent Technologies più vicina.

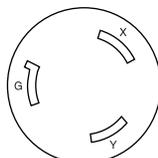
Tavola 72. Voltaggi in vigore nei vari paesi

Paese	Tensione	Tipo di forno
Australia, 10 amp	240 V	Riscaldamento - lento
Australia, India, Sudafrica	240 V	Riscaldamento - veloce
Cina	220 V	Riscaldamento - lento
Cina, Hong Kong	220 V	Riscaldamento - veloce
Europa continentale, doppia fase	230 V	Riscaldamento - veloce
Europa continentale, fase singola	220 V	Riscaldamento - veloce
Danimarca, Svizzera, 10 amp	230 V	Riscaldamento - lento
Danimarca, Svizzera, 16 amp	230 V	Riscaldamento - veloce
Israele	220 V	Riscaldamento - veloce
Giappone	200 V	Riscaldamento - veloce
Regno Unito, Irlanda	240 V	Riscaldamento - veloce
USA	120 V	Riscaldamento - lento
USA	208 V	Riscaldamento - veloce
USA	240 V	Riscaldamento - veloce

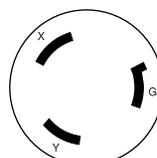
USA, forno a riscaldamento rapido, 240 V

Il forno a riscaldamento rapido con 240 V richiede una potenza di 240 V/15A. Non usare i 208 V. Voltaggi insufficienti possono produrre gradienti di temperatura del forno troppo lenti ed impedire un adeguato controllo della temperatura.

Il cavo di alimentazione fornito con il GC è adatto ad un voltaggio di 250 V/15A; si tratta di un cavo a due poli e tre conduttori con messa a terra (tipo L6-15R/ L6-15P). Vedere la figura.



Pres
L6-15R



Spina
L6-15P

Installazione in Canada

Se si installa un GC in Canada, assicurarsi che il circuito di alimentazione dello stesso risponda anche alle seguenti caratteristiche.

- L'interruttore di circuito per il circuito derivato riservato allo strumento deve essere adatto al funzionamento continuo.
- Il circuito derivato della scatola di alimentazione deve essere contrassegnato dalla scritta "Dedicated Circuit."

Configurazione del GC per un sistema MSD

Se si installa anche un rivelatore Agilent a selezione di massa, configurare il GC per poter controllare adeguatamente la linea di trasferimento riscaldata.

1. Premere [Config][Aux] e selezionare [1] se l'MSD è installato davanti o [2] se è installato dietro.
2. Premere [Mode/Type].
3. Usare i tasti di scorrimento per selezionare MSD in Aux zone type. Premere [Enter].

Se non si configura una zona in Aux per l'MSD, comparirà il messaggio Warning 101, *Invalid heater power for front (back) detector, inlet, and aux 1(2)*, (alimentazione riscaldatore non valida per rivelatore, iniettore e aus 1(2)) sullo schermo del GC e le zone riscaldate saranno impostate in *not installed (non installate)*.

Caratteristiche del gas

Gas per colonne impaccate

Il gas di trasporto da utilizzare dipende dal tipo di rivelatore e dalle prestazioni richieste. La [Tavola 73](#) elenca gas consigliati per l'utilizzo con colonne impaccate. In generale, i gas di make-up non sono richiesti per le colonne impaccate.

Tavola 73. Gas consigliati per colonne impaccate

Rivelatore	Gas di trasporto	Note	Gas rivelatore, di pulizia anodica o di riferimento
A cattura di elettroni	Idrogeno	Sensibilità massima	Idrogeno
	Argon/Metano	Intervallo dinamico massimo	Argon/Metano
A ionizzazione di fiamma	Idrogeno	Sensibilità massima	Idrogeno e aria per il rivelatore
	Elio	Alternativa accettabile	
Fotometrico a fiamma	Idrogeno		Idrogeno e aria per il rivelatore
	Elio		
	Idrogeno		
	Argon		
Azoto-fosforo	Elio	Ottimizzazione delle prestazioni.	Idrogeno e aria per il rivelatore
	Idrogeno	Alternativa accettabile	
A conducibilità termica	Elio	Uso generale.	Il gas di riferimento deve essere uguale al gas di trasporto
	Idrogeno	Massima sensibilità (Nota A).	
	Idrogeno	Rivelazione idrogeno (Nota B).	
	Argon	Massima sensibilità per l'idrogeno (Nota B).	

Nota A: Sensibilità lievemente superiore all'elio. Incompatibile con alcuni composti.

Nota B: Per analizzare idrogeno o elio. Riduce notevolmente la sensibilità per altri composti.

Gas per colonne capillari

Quando vengono utilizzati con colonne capillari, i rivelatori del GC richiedono un gas di make-up separato per raggiungere una sensibilità ottimale. Per ciascun rivelatore e gas di trasporto esiste una scelta preferenziale per il gas di make-up. La [Tavola 74](#) elenca i gas consigliati per le colonne capillari.

Tavola 74. Gas consigliati per colonne capillari

Rivelatore	Gas di trasporto	Gas di make-up preferibile	Seconda scelta	Gas rivelatore, di pulizia anodica o di riferimento
A cattura di elettroni	Idrogeno	Argon/Metano	Idrogeno	Il gas di pulizia deve essere uguale al gas di makeup
	Elio	Argon/Metano	Idrogeno	
	Idrogeno	Idrogeno	Argon/Metano	
	Argon/Metano	Argon/Metano	Idrogeno	
Ionizzazione di fiamma	Idrogeno	Idrogeno	Elio	Idrogeno e aria per il rivelatore
	Elio	Idrogeno	Elio	
	Idrogeno	Idrogeno	Elio	
Fotometrico a fiamma	Idrogeno	Idrogeno		Idrogeno e aria per il rivelatore
	Elio	Idrogeno		
	Idrogeno	Idrogeno		
	Argon	Idrogeno		
Azoto-fosforo	Elio	Idrogeno	Elio**	Idrogeno e aria per il rivelatore
	Idrogeno	Idrogeno	Elio**	
Conducibilità termica	Idrogeno*	Deve essere uguale al gas di trasporto e di riferimento	Deve essere uguale al gas di trasporto e di riferimento	Il gas di riferimento deve essere uguale al gas di trasporto e di make-up
	Elio			
	Idrogeno			

* Quando si usa l'idrogeno con un rivelatore a conducibilità termica, sfiatare lo scarico del rivelatore verso una cappa aspirante per fumi o verso uno apposito condotto di scarico per evitare il ritorno dell'idrogeno gassoso.

** Si sconsiglia di utilizzare l'elio come gas di makeup a portate > 5 ml/min. Portate superiori a 5 ml/min riducono la durata del rivelatore.

Purezza dei gas

Alcuni fornitori di gas distribuiscono gas con grado di purezza “strumentale” o “per cromatografia”, pensati cioè per essere usati specificamente nell’ambito della cromatografia. Quando si lavora con una gascromatografo, si raccomanda di utilizzare soltanto gas che raggiungano questi gradi di purezza.

In generale, tutti i gas utilizzati dovrebbero essere compresi nell’intervallo di purezza 99,995% - 99,9995%. Ossigeno e idrocarburi totali dovrebbero essere presenti nel gas solo a livelli molto bassi ($\leq 0,5$ ppm). Si raccomanda di non utilizzare aria erogata tramite pompe ad olio, poiché potrebbe contenere quantità elevate di idrocarburi

Si consiglia l’aggiunta di trappole di alta qualità per l’umidità e gli idrocarburi, posizionandole immediatamente dopo il regolatore di pressione del serbatoio principale del gas. Per maggiori informazioni sull’utilizzo delle trappole, far riferimento alla sezione seguente, “L’impianto dei gas”.

Tavola 75. Consigli sulla purezza dei gas

Gas di trasporto e di makeup per colonne capillari	
Elio	99,9995%
Idrogeno	99,9995%
Idrogeno	99,9995%
Argon/Metano	99,9995%
Gas di supporto per rivelatori	
Idrogeno	99,9995%
Aria (secca)	ultra pura o superiore

Tavola 76. Pressione massima e minima dell'iniettore e del rilevatore

Rilevatore o iniettore	Tipo di gas	Pressione massima		Pressione minima	
		kPa	psi	kPa	psi
FID	H2	690	100	240	35
	Aria	690	100	380	55
	Make up	690	100	380	55
NPD	H2	690	100	240	35
	Aria	690	100	380	55
	Make up	690	100	380	55
TCD	Make up	690	100	380	55
	Riferimento	690	100	380	55
ECD	Make up	690	100	380	55
FPD	H2	690	100	310	45
	Aria	827	120	690	100
	Make up	690	100	380	55
Split/splitless	150 psi	1172	170	Tutti gli iniettori: 38 kPa (20 psi) al di sopra della pressione utilizzata nel metodo	
	100 psi	827	120		
On-column		827	120		
Per impaccate		827	120		
PTV		827	120		

Per mantenere il flusso della colonna sono necessari 20 psi supplementari al di sopra della pressione in testa alla colonna voluta.

L'impianto del gas

ATTENZIONE Tutte le bombole contenenti gas compresso devono essere fissate saldamente a una struttura fissa o a un muro portante. I gas compressi devono essere conservati e maneggiati osservando i codici di sicurezza.

Le bombole contenenti gas non devono essere posizionate lungo il percorso dell'aria calda di scarico del forno.

Quando si utilizzano gas compressi, indossare gli occhiali di protezione per evitare possibili danni agli occhi.

Attenersi al diagramma che segue durante la preparazione dell'impianto del gas.

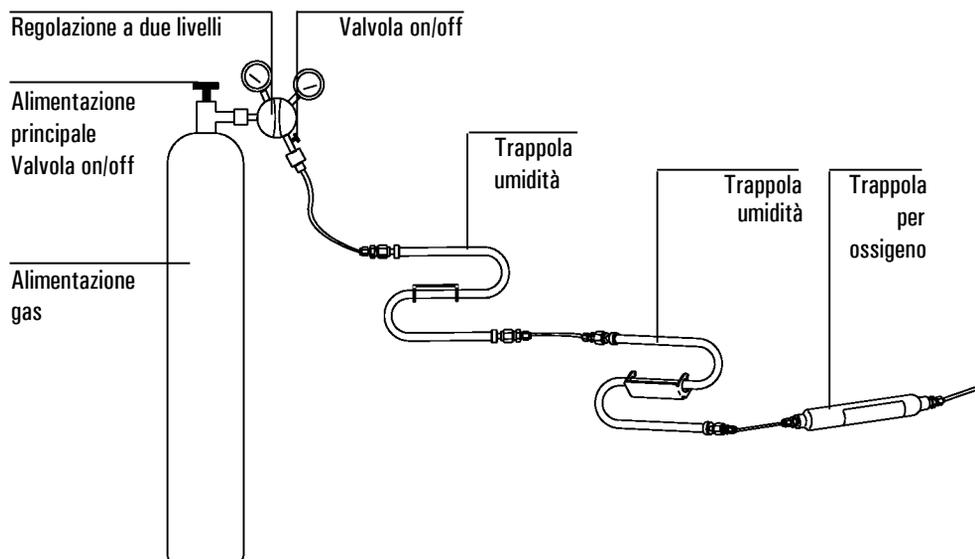


Figura 94. Diagramma generale dell'impianto del gas

- I regolatori a due livelli sono vivamente consigliati per eliminare i ritorni di pressioni. Si consiglia in particolar modo l'uso di regolatori a diaframma in acciaio inox di alta qualità.
- Le valvole di apertura e chiusura (on/off) montate sul connettore in uscita del regolatore a due stadi non sono essenziali, ma risultano molto utili. Assicurarsi che abbiano diaframmi in acciaio inox, senza impaccamento.
- I rivelatori FID, FPD e NPD hanno bisogno di una linea di erogazione aria riservata. Il funzionamento può essere influenzato da impulsi di pressione nelle linee di aria condivise con altri strumenti.
- I dispositivi di controllo del flusso e della pressione richiedono almeno 10 psi (138 kPa) di differenziale fra essi per poter funzionare correttamente. La pressione alla sorgente e la capacità devono essere sufficienti per garantire queste condizioni.
- I regolatori di pressione ausiliari dovrebbero essere collocati vicino ai connettori di ingresso del GC. In questo modo si assicura che la pressione fornita venga misurata in prossimità dello strumento anziché alla sorgente; la pressione alla sorgente, infatti, può essere diversa se le linee dei gas sono lunghe o strette.

Tubi di erogazione di gas di trasporto e gas per il rivelatore

Avvertenza Non utilizzare cloruro di metilene o altri solventi alogenati per la pulizia di tubi che verranno utilizzati con un rivelatore a cattura di elettroni. Tali solventi provocano un notevole innalzamento della linea di base e del rumore di fondo fino a quando non vengono completamente eliminati dal sistema.

Per il rifornimento dei gas allo strumento dovrebbero essere utilizzati tubi di rame preconizionati (codice 5180-4196). Non utilizzare i tubi in rame comuni perché contengono olio e contaminanti.

Avvertenza Non usare tubi di plastica per l'erogazione di gas al rivelatore ed all'iniettore del GC. Essi sono permeabili all'ossigeno e ad altre sostanze contaminanti in grado di danneggiare le colonne ed i rivelatori; inoltre, se collocati vicino a fonti di calore o componenti caldi, possono fondere.

La scelta del diametro dei tubi dipende dalla distanza tra la sorgente del gas e il gascromatografo e dal flusso totale dei singoli gas. Tubi da 1/8" sono adatti quando la linea di distribuzione è inferiore a 4,6 m.

Per evitare perdite di pressione, utilizzare tubi di diametro superiore (1/4") per distanze maggiori di 4,6 m o per il collegamento di più strumenti alla stessa sorgente. Questi tubi vanno utilizzati anche quando si prevede di dover usare notevoli quantità di gas (ad esempio, l'aria per il FID).

Abbondare sulla lunghezza dei tubi quando si tagliano questi ultimi per le linee di distribuzione locali - un rotolo di tubo relativamente flessibile tra l'attacco di ingresso e lo strumento consente di spostare il GC senza muovere il serbatoio del gas. Tenere conto di questa maggiore lunghezza nella scelta del diametro dei tubi.

Regolatori di pressione a due stadi

Per eliminare oscillazioni improvvise della pressione usare un regolatore a due stadi per ogni serbatoio di gas. Si raccomanda l'uso di regolatori a diaframma in acciaio inox.

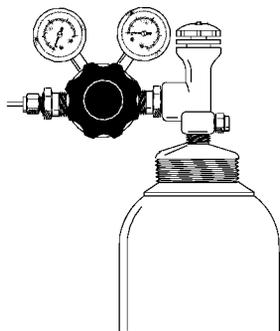


Figura 95. Regolatore di pressione a due stadi

Il tipo di regolatore da utilizzare dipende dal tipo di gas e dal fornitore. Il Catalogo Agilent Colonne e prodotti di consumo contiene informazioni utili per identificare il regolatore più adatto, in base a quanto stabilito dalla Compressed Gas Association (CGA). Agilent Technologies offre regolatori di pressione in kit completi del materiale necessario per installarli correttamente.

Collegamenti tra il regolatore di pressione e le linee dei gas

Il collegamento filettato tra l'uscita del regolatore e il connettore della linea del gas deve essere sigillato con del nastro di Teflon. Si consiglia di utilizzare il nastro di Teflon **specifico per gli strumenti** (codice 0460-1266), da cui sono state eliminate le sostanze volatili, per tutti i connettori. Evitare invece di usare **lubrificante per tubazioni** perché contiene sostanze volatili che potrebbero contaminare i tubi.

Trappole

L'utilizzo di gas di grado cromatografico garantisce la purezza del gas presente nel sistema. Tuttavia, per ottimizzare la sensibilità si consiglia di installare trappole di alta qualità per togliere qualsiasi traccia di acqua o altre sostanze contaminanti. Dopo aver installato una trappola controllare che le linee del gas non perdano.

Tavola 77. Trappole consigliate

Descrizione	Codice
Trappola preconditionata per umidità: in metallo, profilo ad "S" per la pulizia del gas di trasporto. Contiene setacci molecolari con maglie da 5A, 45/60 e raccordi da 1/8".	5060-9084
Trappola per idrocarburi: contenitore in metallo, trappola a S con carbone attivo da 40/60 mesh e raccordi da 1/8".	5060-9096
Trappola per ossigeno (per gas di trasporto e ECD): contenitore in metallo e raccordi in ottone da 1/8". Le trappole per ossigeno non possono essere ricondizionate.	3150-0414

La presenza di umidità nel gas di trasporto può danneggiare le colonne. Si consiglia di installare una trappola con setacci molecolari 5A dopo il regolatore della sorgente e prima di qualsiasi altra trappola.

La trappola per idrocarburi ha il compito di eliminare le sostanze organiche dal gas. Può essere installata dopo la trappola a setacci molecolari e prima (se questa è presente) di quella per ossigeno.

Una trappola per ossigeno è in grado di eliminare il 99% dell'ossigeno da un gas, oltre a tracce di acqua. Deve essere installato per ultimo in una serie di trappole. Poiché quantità di ossigeno a livello di tracce possono comunque danneggiare le colonne e diminuire le prestazioni dell'ECD, utilizzare una trappola per ossigeno per il gas di trasporto e per il gas dell'ECD. Non usarle per i gas di FID, FPD o NPD.

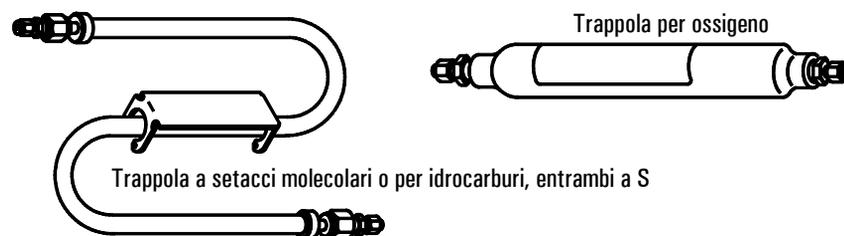


Figura 96. Trappole

Requisiti per il raffreddamento criogenico

Il raffreddamento criogenico consente di utilizzare il GC a temperature sub-ambiente. Una valvola a solenoide a funzionamento elettrico introduce il liquido di raffreddamento, che può essere anidride carbonica (CO₂) o azoto (N₂), in quantità tale da raggiungere il grado di raffreddamento desiderato nel forno.

CO₂ e N₂ richiedono una diversa configurazione hardware. Se si desidera cambiare il refrigerante l'intero dispositivo della valvola deve essere sostituito. Il kit della valvola per CO₂ liquida ha il codice G1565-65510 ed il kit per N₂ ha il codice G1566-65517.

Scelta del liquido refrigerante

Quando si deve selezionare il liquido criogenico da utilizzare, tenere presente:

- la temperatura minima che si intende raggiungere,
- con quale frequenza si utilizzerà il liquido criogenico,
- la disponibilità e il prezzo del liquido criogenico,
- le dimensioni delle bombole in rapporto allo spazio nel laboratorio,
- che l'N₂ liquido raffredda in modo affidabile fino a -80°C,
- che la CO₂ liquida raffredda in modo affidabile fino a -40°C.

La CO₂ è la scelta migliore nel caso di un uso *poco frequente* del raffreddamento criogenico, perché non evapora; è inoltre meno costosa dell'N₂. D'altra parte, un serbatoio di CO₂ contiene meno liquido di un serbatoio di N₂, mentre, per ottenere lo stesso grado di raffreddamento, il consumo di CO₂ è di gran lunga superiore.

Anche se l'N₂ evapora dal serbatoio indipendentemente dalla frequenza di utilizzo, i serbatoi di N₂ hanno un contenuto di gran lunga superiore a quelli di CO₂, quindi tale refrigerante si rivela più indicato negli utilizzi più frequenti.

Uso dell'anidride carbonica

ATTENZIONE La CO₂ liquida pressurizzata è una sostanza pericolosa. Prendere le dovute precauzioni per proteggere il personale dagli effetti di pressioni elevate e di basse temperature. La CO₂ in alte concentrazioni è tossica per l'uomo; adottare le misure necessarie per evitare concentrazioni tossiche. Consultare il proprio fornitore per conoscere le procedure di sicurezza consigliate e per la progettazione del sistema di distribuzione.

Avvertenza La CO₂ liquida non deve essere usata come refrigerante a temperatura inferiore a -40°C poiché il liquido in espansione potrebbe formare CO₂ solida (ghiaccio secco) all'interno del forno del GC. Se si forma ghiaccio secco all'interno del forno, il GC potrebbe essere gravemente danneggiato.

La CO₂ liquida è disponibile in serbatoi pressurizzati con una capacità di 50 libbre di liquido. La CO₂ deve essere priva di particelle di materiali, di olio o di altri contaminanti. Questi ultimi potrebbero ostruire l'orifizio di espansione o influenzare negativamente il funzionamento del GC.

Requisiti aggiuntivi per il sistema a CO₂ liquida:

- il serbatoio deve essere dotato di un tubo interno pescante sul fondo o di un tubo di estrazione per prelevare CO₂ liquida e non gassosa (vedere la [Figura 97](#));
- la CO₂ liquida deve essere erogata al GC a una pressione compresa tra 700 e 1.000 psi a una temperatura di 25°C;
- utilizzare un tubo da 1/8 di pollice in acciaio inox ad elevato spessore: il tubo deve essere lungo da 5 a 50 piedi;
- avvolgere a spirale e fissare la parte finale dei tubi, per evitare l'effetto "frusta" in caso di rottura;
- non installare un regolatore di pressione sul serbatoio della CO₂, poiché l'evaporazione e il raffreddamento avrebbero luogo nel regolatore e non nel forno;
- non utilizzare serbatoi cosiddetti "padded" (nei quali viene aggiunto un diverso gas per incrementare la pressione).

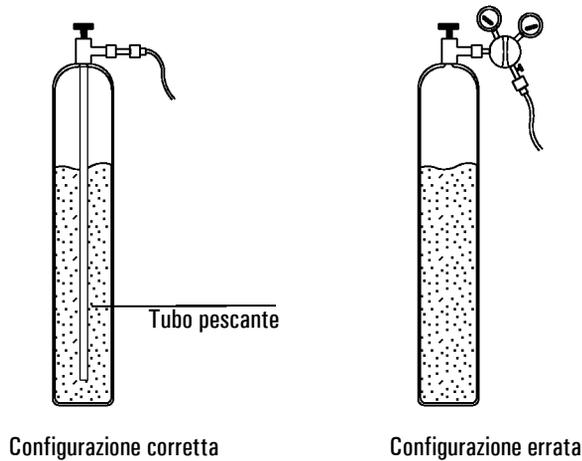


Figura 97. Configurazione corretta ed errata per il serbatoio di CO₂

ATTENZIONE

Non utilizzare tubi di rame o tubi di acciaio inox a basso spessore con la CO₂ liquida. Entrambi i materiali si induriscono nei punti di maggiore sollecitazione e potrebbero esplodere.

Uso dell'azoto liquido

ATTENZIONE

L'azoto liquido è una sostanza pericolosa a causa della temperatura estremamente bassa e delle pressioni elevate che possono svilupparsi in sistemi di distribuzione e progettati in maniera impropria.

L'N₂ liquido, se vaporizzato, può anche causare asfissia. Consultare il proprio fornitore per conoscere le procedure di sicurezza consigliate e per la progettazione del sistema di distribuzione.

L'azoto liquido viene distribuito in serbatoi Dewar isolati. Il modello corretto a scopo di raffreddamento è il Dewar a *bassa pressione* dotato di tubo pescante, per erogare liquido anziché gas, e di una valvola di sicurezza limitatrice di pressione. La pressione di mandata è fissata dal fornitore a 20 - 25 psi.

ATTENZIONE

Se l'azoto liquido rimane intrappolato tra la valvola chiusa del serbatoio e la valvola criogenica del GC si sviluppa una pressione che può causare esplosioni. Per questo motivo è opportuno tenere aperta la valvola di erogazione sul serbatoio, in modo che tutto il sistema sia protetto dalla valvola di sicurezza limitatrice di pressione.

Quando è necessario spostare o sostituire il serbatoio, chiudere la valvola di erogazione e, con estrema cautela, scollegare la linea ad entrambe le estremità in modo da lasciar fuoriuscire l'azoto residuo.

Requisiti supplementari per i sistemi ad N₂ liquido.

- L'azoto deve pervenire al GC allo stato liquido a 20-30 psi.
- Il tubo di erogazione dell'N₂ liquido deve essere *isolato*. I tubi rivestiti usati per la refrigerazione e le linee di aria condizionata sono ideali per creare isolamento. Dato che la pressione è bassa anche i tubi di rame *isolati* possono essere utilizzati.
- Il serbatoio dell'azoto liquido dovrebbe essere distante non più di 2,5-5 metri dal GC, per assicurare che nel sistema venga erogata la sostanza liquida e non allo stato gassoso.

Erogazione dell'aria per gli attuatori delle valvole

Per essere azionate, alcune valvole richiedono aria pressurizzata (altre vengono invece azionate manualmente o mediante congegni elettrici). L'aria per gli attuatori non deve contenere olio, umidità e particolati. Può venire erogata da una bombola con regolatore, eventualmente anche da serbatoi "ad uso domestico" o da un compressore.

Per funzionare, la maggior parte delle valvole richiede una pressione compresa tra 20 e 40 psi. Le valvole ad alta pressione possono richiedere una pressione compresa tra 65 e 70 psi.

Le valvole hanno bisogno di un'apposita erogazione di aria. Non far condividere a valvole e rivelatori le linee di erogazione dell'aria.

Vedere ["Controllo delle valvole"](#).

29 Installazione

Fase 1. Come togliere il gascromatografo dal contenitore di imballaggio

Fase 2. Sistemazione del GC sul banco del laboratorio

Fase 3. Accensione

Fase 4. Collegamento del tubo al serbatoio del gas

Fase 5. Collegamento delle trappole alla linea di distribuzione del gas

Fase 6. Collegamento di un raccordo a T SWAGELOK™ al tubo

Fase 7. Collegamento del tubo al collettore dell'iniettore

Fase 8. Collegamento del tubo ai collettori del rivelatore 6890 con controllo elettronico della pressione

Fase 9. Controllo delle perdite

Fase 10. Collegamento del sistema di raffreddamento criogenico
Collegamento dell'anidride carbonica liquida
Collegamento dell'azoto liquido

Fase 11. Collegamento dell'aria per gli attuatori delle valvole

Fase 12. Impostazione della pressione alla sorgente

Fase 13. Collegamento dei cavi

Schemi dei cavi

Cavo analogico per uso generale

Cavo di controllo remoto

(Start/Stop)

Cavo BCD (notazione decimale in codice binario)

Cavo per eventi esterni

Fase 14. Configurazione del GC

Procedura: impostazione di una configurazione LAN

Installazione immediata

Attrezzi e accessori per l'installazione

Assicurarsi di avere a disposizione gli attrezzi e gli accessori necessari prima di iniziare l'installazione.

Chiavi

- Una da 5/16"
- Una da 3/8"
- Due da 7/16"
- Una da 9/16"

Cacciaviti

- Cacciavite T-10 Torx
- Cacciavite T-20 Torx

Tubi

- Tubo da 1/8 di pollice (diametro 1/4 di pollice se la lunghezza è > 15 piedi (4,6 m))
- Tubo di acciaio inox da 1/8 di pollice ad elevato spessore (per la CO₂ liquida)
- Tubo di rame isolato, 1/4 di pollice di diametro, (per N₂ liquido)
- Tagliatubi

Connettori

- SWAGELOK da 1/8"
- SWAGELOK da 1/4" (per i tubi per l'azoto liquido e l'aria per le valvole)
- Raccordi a T SWAGELOK da 1/8"
- Dadi e ferrule

Trappole (opzionali)

- Trappola per umidità 5A con setacci molecolari, precondizionata
- Trappola a setacci molecolari o per idrocarburi, entrambi a S
- la temperatura minima che si intende raggiungere,

Altro

- Cacciavite piccolo a lama piatta
- Rivelatore elettronico di perdite
- Materiale isolante (solo per la linea dell'azoto liquido)

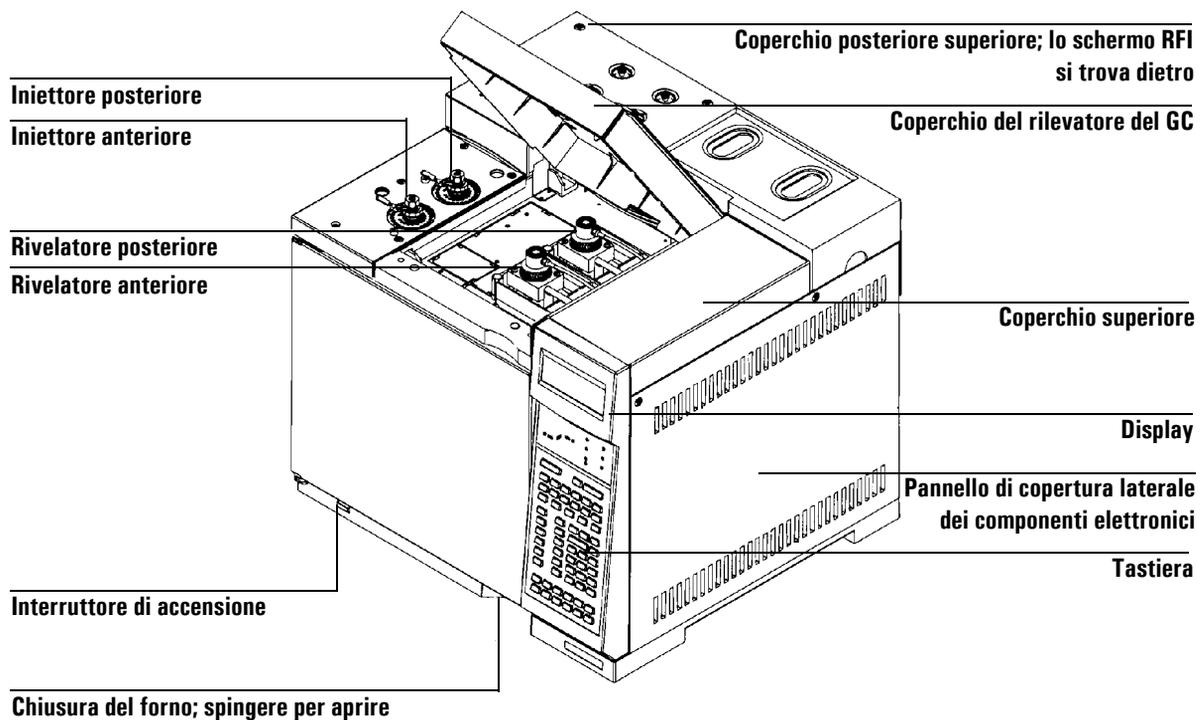


Figura 98. Vista frontale del GC

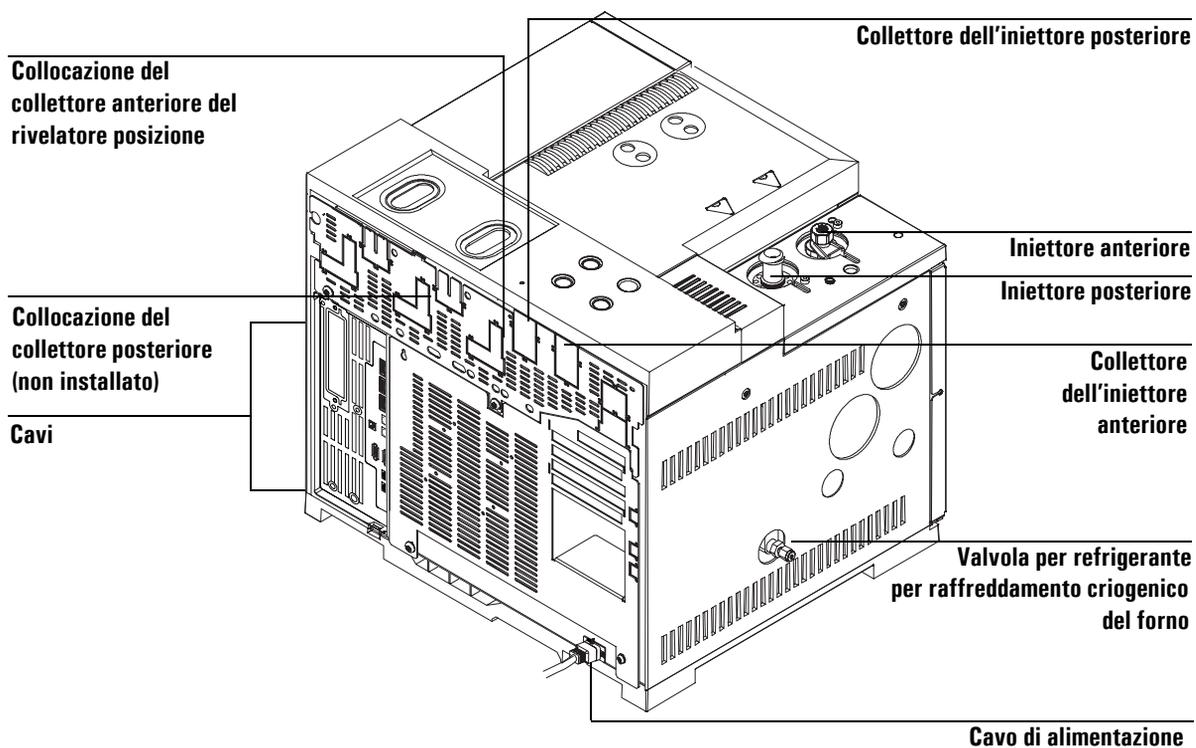


Figura 99. Vista posteriore del GC

Installazione

Questo capitolo esamina il procedimento di installazione del gascromatografo. La maggior parte delle fasi di installazione sono comuni a tutti i sistemi GC; alcuni sistemi sono opzionali, come gli impianti di raffreddamento criogenico e di circolazione dell'aria per l'attuatore della valvola. Vengono fornite istruzioni sul collegamento dei cavi dal GC ad altri strumenti in un sistema 6890 tipico. Inoltre, sono incluse informazioni sulla configurazione del GC e di altri strumenti.

La parte principale dell'installazione consiste nel predisporre e collegare le linee dei gas ai serbatoi, alle trappole e ai collettori. Per ottenere connessioni a prova di perdita vengono utilizzati connettori SWAGELOK. In caso di dubbi sul montaggio di un connettore SWAGELOK, far riferimento a "[Collegamenti SWAGELOK](#)" per le istruzioni.

La descrizione dell'installazione presuppone che si utilizzino meno di 15 piedi (4,6 m) di tubo per l'erogazione del gas da 1/8 pollice per ogni sistema di alimentazione. Per impianti di maggiore lunghezza, utilizzare tubi da 1/4 di pollice con riduzioni ed accessori adatti.

ATTENZIONE L'idrogeno è un gas infiammabile. Se si utilizza idrogeno o qualsiasi altro gas infiammabile, è necessario effettuare verifiche periodiche per escludere la presenza di perdite. Assicurarsi che il serbatoio di idrogeno rimanga chiuso finché non sono stati completati tutti i collegamenti e assicurarsi che i connettori di ingresso siano collegati a una colonna o chiusi da tappi quando nello strumento è presente l'idrogeno.

La sostituzione di parti o l'attuazione di modifiche non autorizzate allo strumento può costituire un pericolo per la sicurezza.

Gli isolanti intorno agli iniettori, ai rivelatori, al contenitore delle valvole e alle coppe di isolamento sono realizzati in fibre di materiale ceramico refrattario (RCF - Refractory Ceramic Fibers). Per evitare di inalare particelle di queste fibre, si raccomanda di attenersi alle seguenti misure di sicurezza: ventilare l'area di lavoro; indossare camici a maniche lunghe, guanti, occhiali di protezione, respiratori a perdere per polveri/vapori; eliminare gli isolanti in sacchetti di plastica sigillati; lavarsi le mani con sapone neutro ed acqua fredda dopo avere maneggiato le suddette fibre.

Fase 1. Come togliere il gascromatografo dal contenitore di imballaggio

1. Controllare l'imballo di spedizione e verificare che non sia danneggiato. Se il contenitore è danneggiato o presenta segni di urto, notificarlo sia al trasportatore, sia all'ufficio Agilent più vicino.

Conservare tutti i materiali di imballaggio per eventuali controlli del trasportatore.

2. Confrontare quanto ricevuto con la lista di spedizione. Se esistono discordanze, segnalarle immediatamente all'ufficio Agilent più vicino.

Conservare tutti i materiali di imballaggio finché si è proceduto alla verifica completa del contenuto e delle prestazioni dello strumento.

Fase 2. Sistemazione del GC sul banco del laboratorio

Il GC deve essere sistemato su un banco in grado di sostenerne il peso, insieme a quello degli altri pezzi da usare. La [Tabella 70 a pagina 699](#) elenca alcuni pesi tipo. L'area sovrastante non dovrebbe presentare sporgenze che potrebbero ostacolare il raffreddamento e limitare l'accesso alla parte alta dello strumento.

ATTENZIONE

Spostare sempre con cautela il GC. Dato il peso, sono necessarie due persone per sollevarlo. La parte posteriore è più pesante di quella anteriore.

Materiale necessario:

- Deflettore per lo scarico del forno, codice 19247-60510 (facoltativo)
1. Togliere il GC dal contenitore di spedizione.
 2. Collocare il GC sul banco. Assicurarsi che i collegamenti elettrici e dei gas siano accessibili. Sistemare gli altri pezzi vicino al GC, secondo le necessità. Vedere la [Tabella 70 a pagina 699](#) per le disposizioni consigliate.
 3. Se lo spazio è limitato, installare il deflettore sul lato posteriore del GC. Il deflettore ha quattro ganci per fissarlo sulle uscite di scarico del forno.

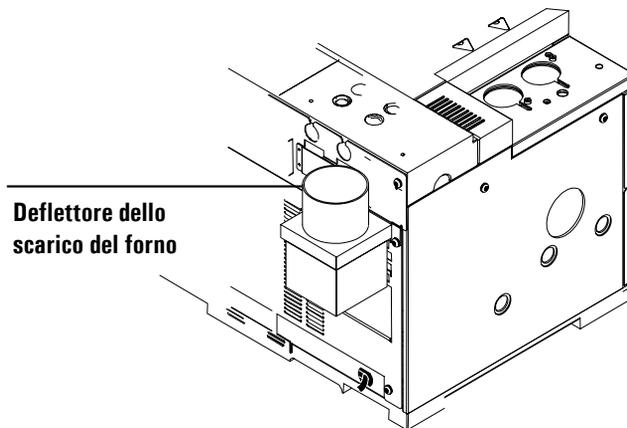


Figura 100. Posizione corretta per il deflettore dello scarico del forno

Fase 3. Accensione

All'avvio, il GC effettua una serie di verifiche automatiche di diagnostica. Non interrompere questa operazione prima di continuare con l'installazione, per assicurarsi che l'elettronica dello strumento funzioni correttamente.

1. Verificare che l'interruttore di accensione sia nella posizione di spento (off).

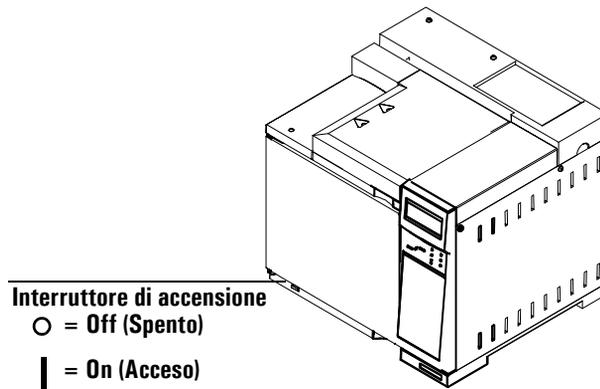


Figura 101. Posizione dell'interruttore di alimentazione

2. Collegare il cavo di alimentazione al retro del GC e alla sorgente di alimentazione. Accendere il GC.

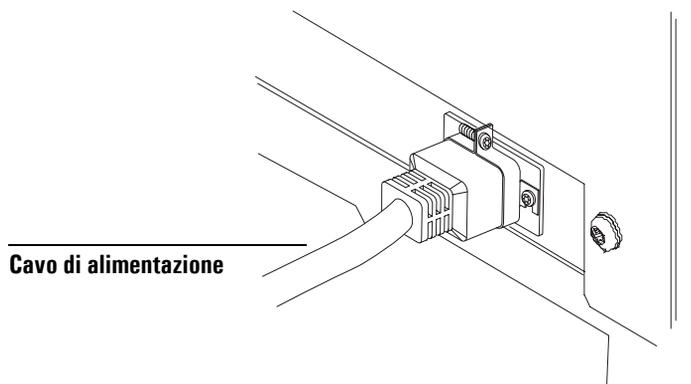


Figura 102. Posizione del cavo di alimentazione

3. Il GC esegue automaticamente l'autodiagnosi. Per controllare i risultati, attendere il termine della procedura e premere [Oven] [Temp] [On]

Se il display visualizza il messaggio `Power on successful`, spegnere il GC e continuare l'installazione.

Se invece il messaggio non appare, spegnere il GC e contattare l'Assistenza tecnica Agilent.

Fase 4. Collegamento del tubo al serbatoio del gas

Materiale necessario

- Tubo di rame preconditionato da 1/8 di pollice
 - Tagliatubi (codice 8710-1709)
 - Dadi e ferrule anteriori e posteriori SWAGELOK da 1/8"
 - Due chiavi da 7/16 di pollice
1. Assicurarsi che l'ingresso principale del gas sia chiuso. Determinare la lunghezza necessaria del tubo da utilizzare nel collegamento tra il serbatoio del gas e il collettore dell'iniettore sul GC. Non dimenticare le trappole e i raccordi a T che dovranno essere eventualmente installati.
 2. Tagliare il tubo alla lunghezza prestabilita, preferibilmente con un tagliatubi.

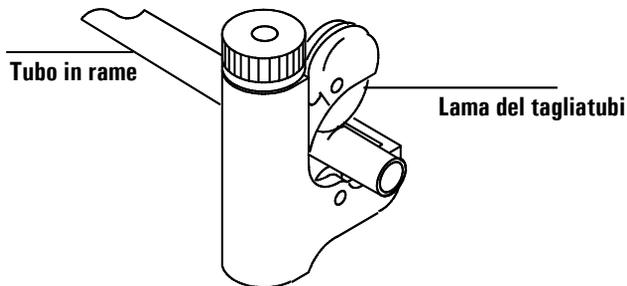


Figura 103. Tagliatubi

3. Collegare il tubo all'uscita del gas con un connettore SWAGELOK. Consultare ["Collegamenti SWAGELOK"](#) per informazioni sul montaggio dei connettori SWAGELOK.

Fase 5. Collegamento delle trappole alla linea di distribuzione del gas

Materiale necessario:

- Tubo di rame preconditionato da 1/8 di pollice
- Tagliatubi
- Dadi e ferrule anteriori e posteriori SWAGELOK da 1/8"
- Due chiavi da 7/16" ed una chiave da 1/2"
- Se si desidera cambiare il refrigerante l'intero dispositivo della valvola deve essere sostituito.

1. Determinare in quale punto della linea si vuole installare la trappola.
Vedere la [Figura 104](#) per ordinare le trappole consigliate.

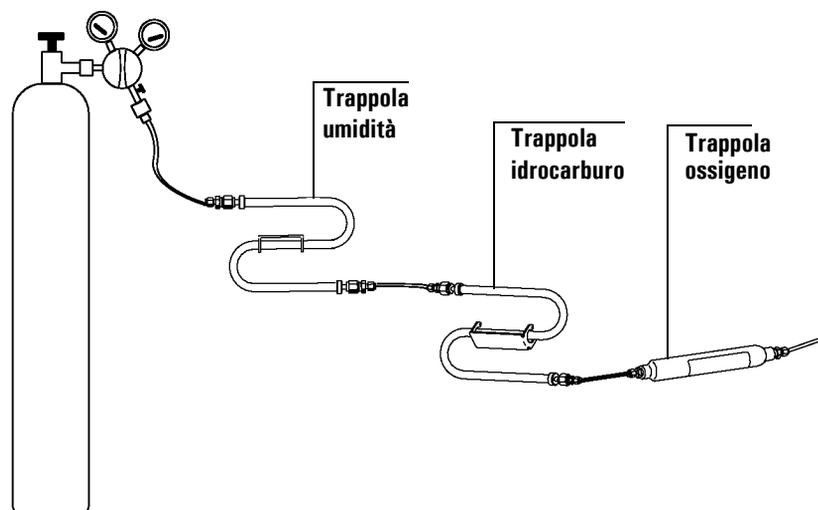


Figura 104. Diagramma dell'impianto

2. Tagliare il tubo alla lunghezza desiderata usando un tagliatubi.
3. Collegare le trappole e il tubo.

Fase 6. Collegamento di un raccordo a T SWAGELOK™ al tubo

Se si ha la necessità di erogare il gas a più di un modulo iniettore o rivelatore da una sola sorgente, si utilizza un raccordo SWAGELOK a T installato vicino ai collettori dell'iniettore o del rivelatore.

Materiale necessario:

- Tubo di rame preconditionato da 1/8 di pollice
- Tagliatubi
- Dadi e ferrule anteriori e posteriori SWAGELOK da 1/8"
- Raccordi a T SWAGELOK da 1/8"
- Due chiavi da 7/16 di pollice
- Cappuccio SWAGELOK da 1/8 di pollice

1. Tagliare il tubo nel punto in cui si vuole installare la T. Collegare il tubo e la T tramite un raccordo SWAGELOK. Vedere la [Figura 105](#).

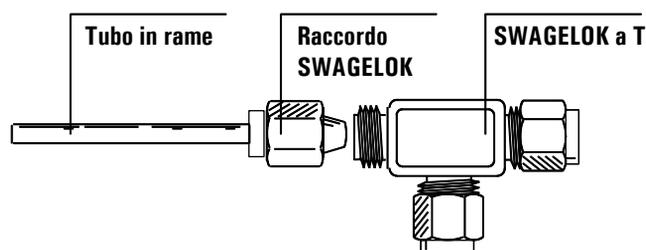


Figura 105. Collegamento di un raccordo SWAGELOK a T

2. Misurare la distanza tra la T e gli ingressi del GC e fissare quindi il tubo in rame all'estremità libera della T col connettore SWAGELOK.
3. Se non si prevede di collegare immediatamente il tubo, è possibile installare un tappo SWAGELOK sull'estremità aperta della T.

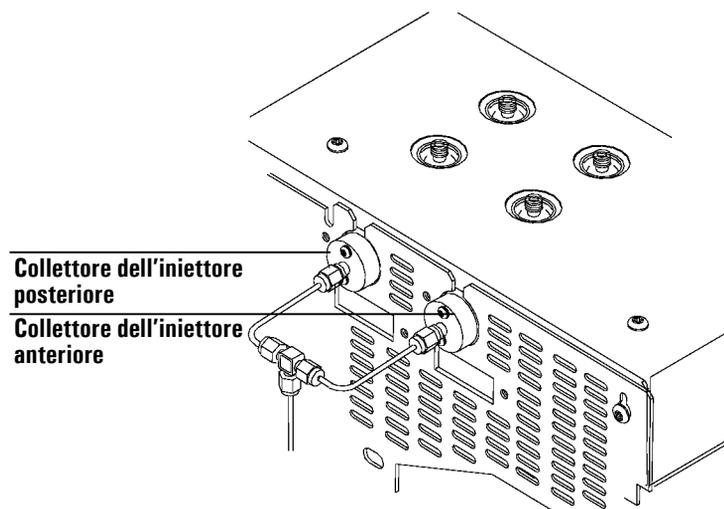
Fase 7. Collegamento del tubo al collettore dell'iniettore

Se il GC ha gli iniettori con EPC, collegare il tubo di alimentazione del gas per gli iniettori ai collettori posteriori dello strumento. Nel caso di iniettori senza EPC, ci si collega all'interno dell'unità pneumatica di trasporto posta a sinistra del GC.

Materiale necessario:

- Tubo di rame preconditionato da 1/8 di pollice
- Dadi e ferrule anteriori e posteriori SWAGELOK da 1/8"
- Due chiavi da 7/16 di pollice

1. Interrompere l'erogazione di gas di trasporto.
2. Collegare il tubo di alimentazione dei gas al collettore del gas di trasporto dell'iniettore con un dado SWAGELOK. Vedere la [Figura 106](#).



Gli iniettori anteriore e posteriore sono collegati alla stessa linea del gas di trasporto.

Figura 106. Impianto per i collettori di iniezione.

Fase 8. Collegamento del tubo ai collettori del rivelatore

I gas da collegare a un rivelatore dipendono dal tipo di rivelatore. I collettori indicano chiaramente quali tipi di gas richiede il rivelatore e dove collegare i tubi. Vedere le tavole a [pagina 704](#) per l'uso di gas alternativi per il rivelatore.

Questa procedura spiega come installare i gas necessari per un FID.

I gas vengono collegati a tutti i tipi di rivelatore in maniera analoga.

6890 con controllo elettronico della pressione

I connettori di iniezione del gas al rivelatore sono accessibili dal pannello posteriore dello strumento.

1. Disattivare l'erogazione dei gas alle sorgenti dalle quali deve essere effettuato il collegamento.
2. Tutti gli accessori relativi al gas del rivelatore sono etichettati. Collegare i tubi all'accessorio adatto utilizzando una dado SWAGELOK.

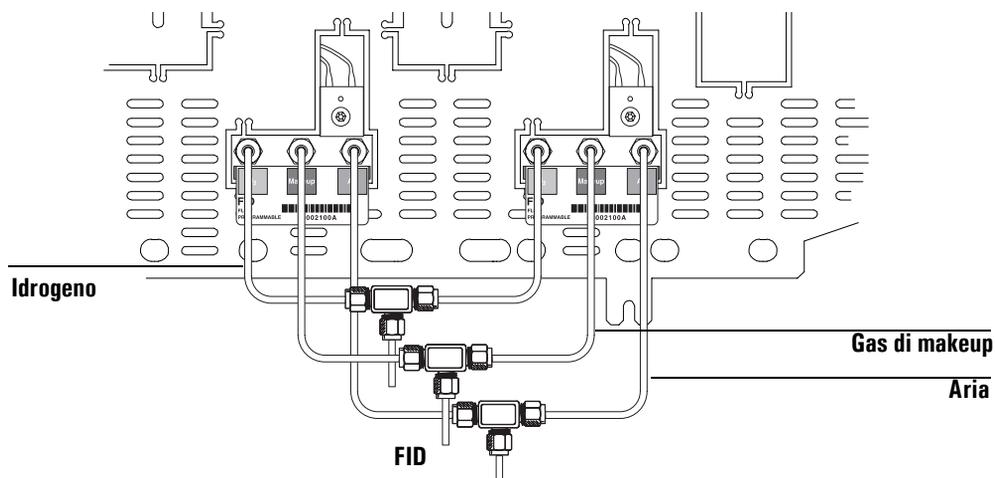


Figura 107. Collegamenti dei tubi a un rivelatore

Materiale necessario:

- Tubo di rame preconditionato da 1/8 di pollice
- Tre dadi da 1/8" SWAGELOK e set di ferrule anteriori e posteriori
- Due chiavi da 7/16 di pollice

Fase 9. Controllo delle perdite

I rilevatori liquidi di perdite (lo Snoop è uno dei più comuni) non sono consigliabili, specialmente nelle aree del GC in cui la pulizia è molto importante. Nel caso in cui le prove di tenuta vengano effettuate con un fluido, sciacquare immediatamente lo strumento per eliminare i residui di sapone.

ATTENZIONE

Per evitare qualsiasi rischio di scossa elettrica, quando per le prove di tenuta si utilizza un fluido, spegnere il gascromatografo e staccare il cavo di alimentazione. Fare attenzione a non versare il liquido sui contatti elettrici.

Materiale necessario:

- Rivelatore elettronico di perdite (preferibile)
 - Rilevatore liquido di perdite
1. Impostare la pressione del gas di trasporto con il regolatore alla sorgente (di solito il serbatoio) su 50 psi circa.
 2. Impostare come segue la pressione dei seguenti gas del rivelatore:
 - Makeup = 50 psi
 - Idrogeno = 50 psi
 - Aria = 50 psi
 - Gas di riferimento del TCD = 50 psi
 3. Utilizzando il rivelatore di perdite scelto, controllare tutti i collegamenti per verificare l'eventuale presenza di perdite.
 4. Eliminare le perdite serrando meglio i raccordi. Ripetere il test sui raccordi che presentavano perdite. Continuare a serrare e a verificare finché tutti i raccordi risultano perfettamente serrati.
 5. Chiudere l'ingresso principale dei gas per l'iniettore e il rivelatore.

Fase 10. Collegamento del sistema di raffreddamento criogenico

Il raffreddamento criogenico consente di lavorare con il GC a temperature subambiente. Una valvola a solenoide introduce il refrigerante liquido, sia esso CO₂ o N₂, in quantità adatta a raggiungere la temperatura desiderata.

La scelta del refrigerante liquido dipende in gran parte dalla frequenza con la quale verrà impiegato il raffreddamento criogenico. La CO₂ e l'N₂ non sono interscambiabili perché richiedono un diverso assetto delle valvole. Per ulteriori informazioni sulla scelta di un refrigerante per il sistema criogenico consultare ["Requisiti per il raffreddamento criogenico"](#).

Normalmente si utilizzano connettori a porte divergenti o di tipo AN per collegare il tubo di distribuzione del liquido con il serbatoio del refrigerante criogenico. Prima dell'installazione, verificare con il fornitore del refrigerante di avere i connettori adeguati.

Collegamento dell'anidride carbonica liquida

ATTENZIONE Evitare assolutamente di usare tubi in rame o in acciaio inox a pareti sottili. Entrambi presentano rischi di esplosione.

Precauzioni Per la distribuzione di CO₂ non usare serbatoi "padded". La valvola criogenica non è progettata per tollerare le pressioni elevate generate da questi serbatoi.

Materiale necessario:

- Tubi in acciaio inox da 1/8" ad elevato spessore
- Tagliatubi
- Dadi, accessori e ferrule SWAGELOK da 1/8"
- Due chiavi da 7/16 di pollice

1. Localizzare l'ingresso per la CO₂ liquida sul **lato** sinistro del GC. Preparare un tubo della lunghezza adeguata per collegare il serbatoio del liquido con questo connettore. Vedere la [Figura 108](#).

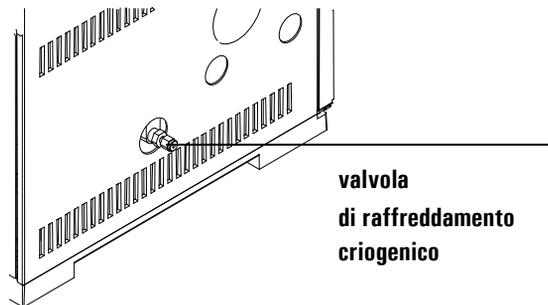


Figura 108. Posizione della valvola di raffreddamento criogenico

2. Collegare il tubo di alimentazione all'uscita del serbatoio di N₂ liquido usando il connettore indicato dal fornitore.
3. Usare un connettore SWAGELOK per collegare il tubo di alimentazione all'ingresso della valvola per il raffreddamento criogenico.

Collegamento dell'azoto liquido

Materiale necessario:

- Tubo di rame isolato da 1/4"
- Tagliatubi
- Dadi e ferrule anteriori e posteriori SWAGELOK da 1/4"
- Due chiavi da 9/16 di pollice

1. Collocare il serbatoio di azoto il più possibile vicino al GC in modo da assicurare che all'iniettore giunga liquido e non gas.
2. Localizzare l'ingresso per il liquido refrigerante sul lato sinistro del GC. Preparare un tubo della lunghezza adeguata per collegare il serbatoio el liquido con il connettore in uscita. Vedere la [Figura 109](#).

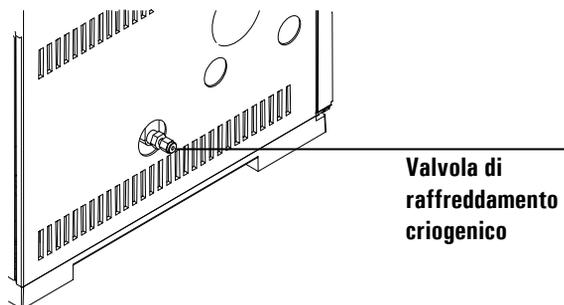


Figura 109. Posizione della valvola di raffreddamento criogenico

3. Collegare il tubo di alimentazione all'uscita del serbatoio di N_2 liquido usando il connettore indicato dal fornitore.
4. Usare un connettore SWAGELOK per collegare il tubo di alimentazione all'ingresso della valvola per il raffreddamento criogenico.

Fase 11. Collegamento dell'aria per gli attuatori delle valvole

Le valvole hanno bisogno di aria per cambiare posizione. Esse dovrebbero essere dotate di una sorgente di aria a loro riservata; non possono infatti condividere l'aria erogata al rivelatore.

L'aria dell'attuatore della valvola viene erogata tramite un tubo in plastica da 1/4". Se il GC è dotato di valvole, il tubo di plastica sarà già collegato agli attuatori e si estenderà dalla parte posteriore del GC.

Precauzioni Dirigere il tubo lontano dallo scarico del forno. L'aria calda potrebbe fondere il tubo di plastica.

Materiale necessario:

- Accessori SWAGELOK da 1/4" e ferrule anteriore e posteriore
- Due chiavi da 9/16 di pollice

Chiudere l'aria alla sorgente. Usare un taglierino affilato per accorciare, se occorre, il tubo. Collegare il tubo alla sorgente d'aria con un dado SWAGELOK da 1/4". Vedere la [Figura 110](#).

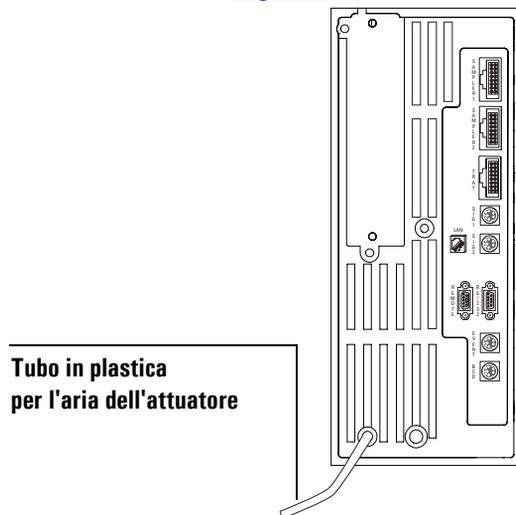


Figura 110. Posizione del tubo dell'aria per l'attuatore della valvola

Fase 12. Impostazione della pressione alla sorgente

Per impostare la pressione al regolatore del serbatoio si consideri quanto segue:

- La pressione necessaria per raggiungere la portata massima da utilizzare. La relazione pressione/flusso dipende dalla colonna o dal dispositivo interessato. Il modo migliore per guidare questo procedimento è quello di iniziare ad un livello di pressione moderato e di aumentarlo quanto necessario.
- Una differenza di pressione di circa 10 psi (138 kPa) tra i dispositivi di controllo e i sensori della pressione e del flusso per consentirne il corretto funzionamento.
Questo dato sulla differenza è pressoché uguale per tutti i sensori e i dispositivi di controllo, compresi quelli per il flusso e la pressione.
- Il limite di pressione della parte più *delicata* del sistema di alimentazione. I connettori Swagelok e i tubi in rame sono più che adatti a sopportare le pressioni massime dei gas che si possono sviluppare in gascromatografia. I moduli pneumatici del GC resistono a pressioni superiori ai 250 psi, anche se possono presentare anomalie. Si consiglia una pressione operativa massima e continua di 170 psi per evitare l'usura o perdite eccessive.
Le trappole sono spesso la parte più delicata del sistema. Per questo su questi dispositivi o sulla documentazione allegata occorre riportare la pressione operativa massima. La pressione alla sorgente non deve superare il valore *inferiore* della pressione operativa massima nel sistema.

Valori iniziali suggeriti per la pressione alla sorgente:

Gas	Uso	Pressione alla sorgente
Gas di trasporto	Colonne impaccate	410 kPa (60 psi)
	Colonne capillari	550 kPa (80 psi)
Aria	Rivelatori	550 kPa (80 psi)
Idrogeno	Rivelatori	410 kPa (60 psi)

Consultare la [Tavola 76](#) per le pressioni massima e minima dell'iniettore e del rivelatore.

Fase 13. Collegamento dei cavi

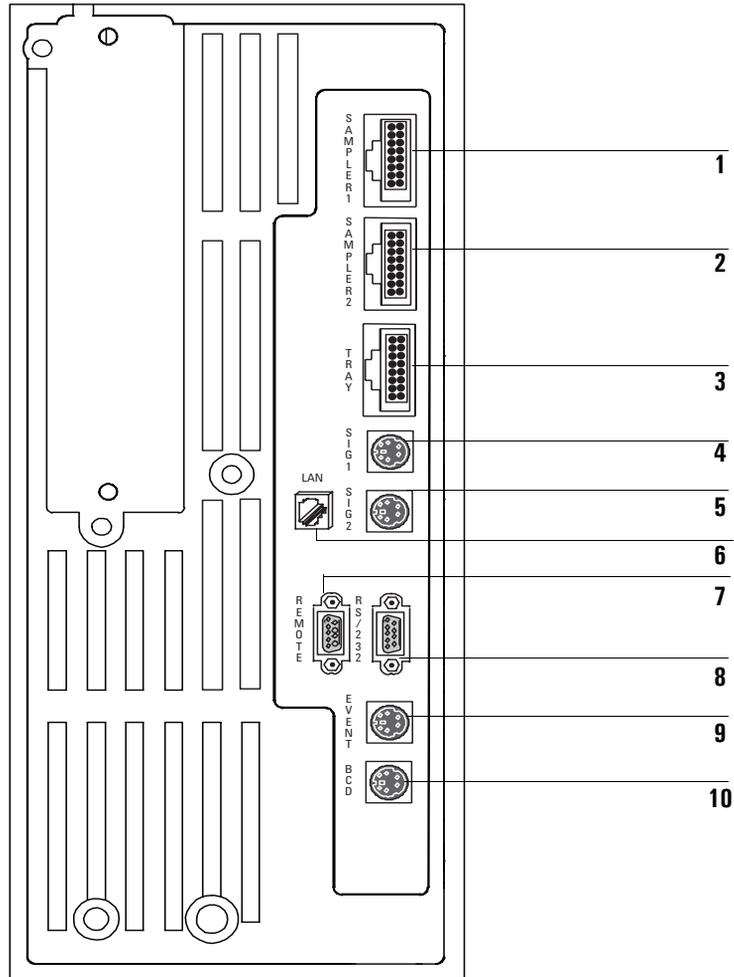
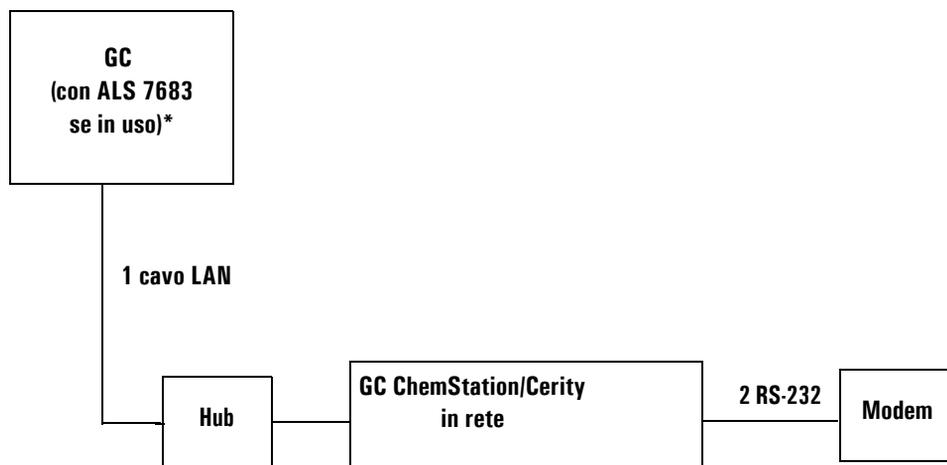


Figura 111. Connessioni dei cavi sul lato posteriore del GC

Il GC è provvisto di un insieme completo di accessori per la comunicazione:

- **1, 2 Campionatore** Energia e comunicazioni per un iniettore G2613A. Utilizzare il Campionatore 1 per l'iniettore frontale.
- **3 Vassoio** Energia e comunicazioni per un vassoio portacampioni G2613A.
- **4, 5 Uscite del segnale analogico** Due canali di uscita del segnale analogico da utilizzare con processori esterni di segnali. Ogni uscita analogica ha tre intervalli di voltaggio.
- **6 LAN** Comunicazioni LAN
- **7 Remote** Porta remota che può essere utilizzata per sincronizzare fino a un massimo di dieci strumenti.
- **8 Modem/RS-232C** Da usare con modem, computer e altri dispositivi di controllo.
- **9 Controllo degli eventi esterni** Due chiusure per i contatti passivi e due uscite di controllo a 24-volt per il controllo di dispositivi esterni. Collegare ai driver per le valvole 5 - 8 sul GC.
- **10 BCD** (Binary-Coded Decimal) Questo connettore fornisce i relè di controllo e un ingresso BCD per una valvola di selezione del flusso. Non è dotata di uscita per l'uso con dispositivi di gestione dati.

Esistono numerose configurazioni di sistema possibili con il GC. Le figure seguenti illustrano due configurazioni comuni. Vedere la [Tabella 78](#) e [Tabella 79](#) per i requisiti dei cavi per altre combinazioni. Vedere la [Figura 112](#).



* Il controllore 7683 è interno al GC 6890. L'iniettore G2613A ed il vassoio 2614 si innestano direttamente nel GC.

Figura 112. GC - ChemStation/Cerity in rete per GC - Campionatore automatico per liquidi per GC

N.	Codice e descrizione
1	92268 B, cavo LAN, a 4 coppie intrecciate Ether
2	G1530-61120, cavo modem/RS-232, o 24540-80012, cavo RS-232/modem

Tabella 78. Requisiti per il cablaggio

Strumento collegato a	Cavi richiesti	N. di parte
Campionatore automatico per liquidi 7683	Il cavo dell'iniettore è intero Cavo vassoio	G2614-60610
ChemStation GC	LAN (vedere sotto)	
7694 Campionatore a spazio di testa	Remoto, connettore 9 pin m./6 pin	G1290-60570
7695 Campionatore con spurgo e trappola	Remoto, 25 pin m./9 pin m.	G1500-60820
Integratore 3395A	Remoto, 9 pin/15 pin Analogico, 2 m, 6 pin	03396-61020 G1530-60570
Integratore 3395B	Remoto, 9 pin/15 pin Analogico, 2 m, 6 pin	03396-61010 G1530-60570
Integratore 3.396B	Remoto, 9 pin/15 pin Analogico, 2 m, 6 pin	03396-61020 G1530-60570
Integratore 3396C/3397	Remoto, 9 pin/15 pin Analogico, 2 m, 6 pin	03396-61010 G1530-60570
Integratore non Agilent	Analogico, 2 m, 6 pin	G1530-60560
Convertitore A/D 35900 C/D/E	Remoto, 9 pin m./9 pin m. Analogico, 2 m, 6 pin	G1530-60930 G1530-60570
Rivelatore a selezione di massa	Remoto, 2 m, 9 pin m./9 pin m.	G1530-60930
Modem	Modem, 9 pin f./9 pin m. o Modem, 9 pin f./25 pin m.	G1530-61120, o 24540-80012
Data system non Agilent	Remoto per uso generale, 9 pin m./estremità piatta Eventi esterni, 8 pin/estremità piatta	35900-60670 (2 m), 35900-60920 (5 m), 35900-60930 (0,5 m) G1530-60590
Strumentazione non Agilent, non specificata	Eventi esterni; 8 pin/estremità piatta	G1530-60590
Valvole a selezione di flusso Valvole per campionamento di gas	Consultare la documentazione fornita con le valvole	
LAN	Ether, a 4 coppie intrecciate	92268B

Tabella 79. Cablaggio per altri strumenti in un sistema 6890

Strumento 1	Strumento 2	Tipo di cavo	N. di parte
Rivelatore a selezione di massa	ChemStation GC	LAN	92268B
ChemStation GC	Modem	RS-232	24540-80012, o G1530-61120
7694 Campionatore a spazio di testa	ChemStation GC	RS-232, 9 pin f. 9 pin m.	24542U
7694 Campionatore a spazio di testa	Integratore	RS-232, 15 pin m./ 9 pin f.	03396-60530
7694 Campionatore a spazio di testa	Strumentazione non prodotta da Agilent, non specificata	Cavo BCD (notazione decimale in codice binario)	03396-60570
Rivelatore a selezione di massa	Spurgo e trappola o campionatore a spazio di testa	Cavo sdoppiato ("Y") per connettori remoti, 1 m. e 2 f.	G1530-61200
		Cavo sdoppiato ("Y") per connettori AGP remoti, 2 m. e 2 f.	35900-60800

Schemi dei cavi

Quando si collega il GC a uno strumento di marca diversa da Agilent oppure a un convertitore analogico/digitale 35900, è necessario conoscere la funzione di ciascun filo nel cavo. Vedere la [Tabella 80](#).

Cavo analogico per uso generale

Il GC utilizza il cavo analogico per uso generale per comunicare con un integratore non prodotto da Agilent. Il cavo per uso generale viene utilizzato anche con rivelatori non Agilent. Vedere la [Figura 113](#).

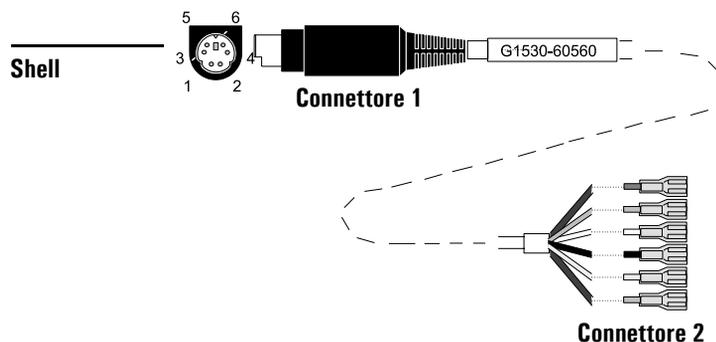


Figura 113. Cavo analogico per uso generale (Codice G1530-60560)

Tabella 80. Cavo analogico, connessioni in uscita

Connettore 1	Connettore 2 - connessione rapida	Segnale
1	Marrone o violetto	0 - 1 mV (-)
2	Bianco	0 - 1 V, 0 - 10 V(-)
3	Rosso	0 - 1 mV (+)
4	Nero	1 V (+)
6	Blu	10 V (+)
Shell	Arancione	Terra

Cavo di controllo remoto (Start/Stop)

Sono disponibili due porte utilizzate per lo start e lo stop a distanza degli strumenti inseriti in un circuito. Per esempio, un integratore, un campionario automatico e un gascromatografo possono essere collegati con cavi di controllo remoto. Con questi cavi si possono sincronizzare al massimo 10 strumenti. Vedere la [Figura 114](#) e la [Tabella 81](#).

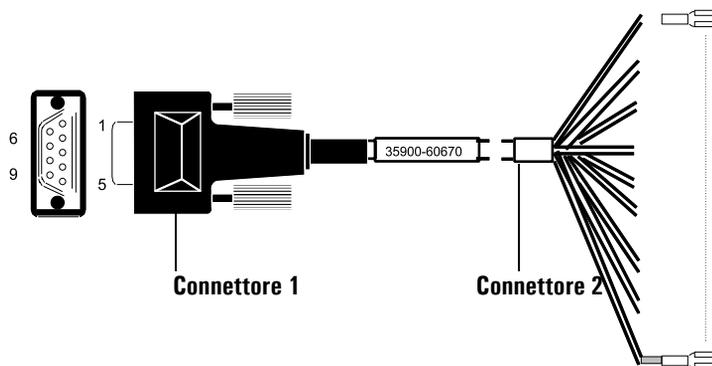


Figura 114 Cavi di controllo remoto (Start/Stop)

Tabella 81. Collegamenti remoti di Start/Stop

Connettore 1 9 pin maschio	Connettore 2 35900-60670 estremità piatta	Nome del segnale
1	Nero	Terra digitale
2	Bianco	Preparazione (tonalità bassa)
3	Rosso	Avvio (tonalità bassa)
4	Verde	Relè di avvio (chiuso durante l'avvio)
5	Marrone	Relè di avvio (chiuso durante l'avvio)
6	Blu	Circuito aperto
7	Arancione	Pronto (ingresso alto)
8	Giallo	Stop (bassa tonalità)
9	Violetto	Circuito aperto

Cavo BCD (notazione decimale in codice binario)

Il cavo BCD contiene 8 ingressi passivi che rilevano i livelli in notazione decimale codificata in binario. Vedere la [Figura 115](#) e la [Tabella 82](#).

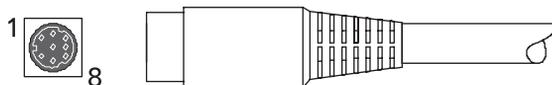


Figura 115. Cavo di ingresso BCD tipico

Tabella 82. Collegamenti di ingresso BCD

Pin	Funzione	Prestazioni massime
1	Relè	48 V AV.DC, 250 mA
2	Relè	48 V AC/DC, 250 mA
3	LS cifra 0	
4	LS cifra 1	
5	LS cifra 2	
6	LS cifra 3	
7	MS cifra 0	
8	GND	
Schermo	Chassis terra	

Cavo per eventi esterni

Sono disponibili due chiusure per contatti passivi a relè e due uscite di controllo a 24 volt per il controllo di dispositivi esterni. I dispositivi collegati alle suddette chiusure devono essere collegati a una propria sorgente di alimentazione.

Vedere la [Figura 116](#) e la [Tabella 83](#).

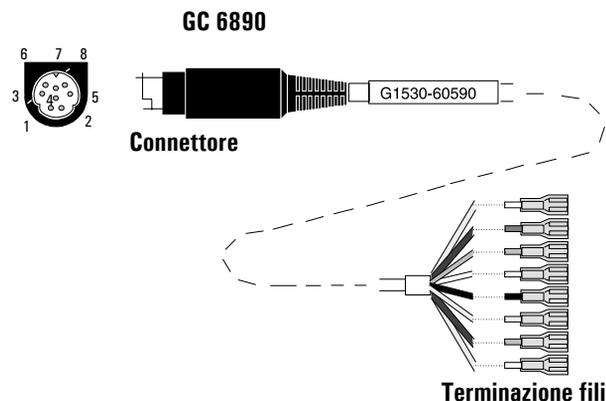


Figura 116. Cavo esterno (codice G1530-60590)

Tabella 83. Collegamenti esterni

Connettore	Nome del segnale	Prestazioni massime	Terminazione fili	Corrisponde alla valvola n.
Uscita di controllo a 24 volt				
1	24 volt uscita 1	75 mA in uscita	Giallo	5
2	24 volt uscita 2	75 mA in uscita	Nero	6
3	Terra		Rosso	
4	Terra		Bianco	
Chiusure di contatto di relè (normalmente aperte)				
5	Chiusura contatto 1	48V ca/cc, 250 mA	Arancione	7
6	Chiusura contatto 1		Verde	7
7	Chiusura contatto 2	48 V AC/DC, 250 mA	Marrone o violetto	8
8	Chiusura contatto 2		Blu	8

Fase 14. Configurazione del GC

Per il funzionamento in rete (LAN), è necessario configurare prima il GC. È possibile configurare il GC in modo da ricevere automaticamente le informazioni sull'indirizzamento TCP/IP da un server DHCP, oppure impostare l'indirizzo direttamente dalla tastiera.

Consultare la documentazione sul sistema oppure contattare l'amministratore di rete per stabilire le informazioni corrette per l'indirizzamento TCP/IP.

Procedura: impostazione di una configurazione LAN

1. Sulla tastiera, premere [Options].

```
┌─── OPTIONS ───┐
│Service Counters│
│Calibration     │
│Communication   │<
└─── Keyboard & Display ──┘
```

2. Dalla tabella di controllo aperta, scorrere il display fino a Communication. Premere [Enter].
3. **Per utilizzare DHCP per impostare l'indirizzo LAN del GC**, scorrere fino a Enable DHCP e selezionare l'opzione On. Le informazioni sull'indirizzo TCP/IP scompaiono. Al prompt, spegnere e riaccendere il GC per utilizzare la nuova configurazione.

```
┌─── COMMUNICATION SETPTS ───┐
│-----LAN-----┐
│IP: 010.001.001.101 ───┐
│GW: 000.000.000.000 ───┐
│SM: 255.255.255.000 ───┐
│Enable DHCP      Off ───┐
│-----RS232-----┐
│Baud rate:      57600 ───┐
│Handshake:      None ───┐
│Parity:         None ───┐
│Data bits:      8 ───┐
│Stop bits:      1 ───┐
│End of command  LF ───┘
```

Indirizzo TCP/IP

Attivarlo per utilizzare DHCP

4. **Per impostare l'indirizzo LAN dalla tastiera frontale del GC**, scorrere fino all'opzione Enable DHCP e scegliere l'opzione Off.

- Inserire le informazioni sull'indirizzo TCP/IP negli spazi adeguati.
- Premere [Enter] per inserire ogni voce, oppure premere [Clear] per annullare le modifiche.
- Dopo ciascuna voce inserita, verrà chiesto di spegnere e riaccendere il GC. Premere un tasto qualsiasi per eliminare questo messaggio.

Dopo aver inserito tutte le voci, spegnere e riaccendere il GC per utilizzare la nuova configurazione.

	COMMUNICATION SETPTS	
	-----LAN-----	
Indirizzo IP	IP: 010.001.001.101	Indirizzo TCP/IP
Gateway	GW: 000.000.000.000	
Maschera di sottorete	SM: 255.255.255.000	
	Enable DHCP Off	Scegliere l'opzione Off per impostare l'indirizzo TCP/IP
	-----RS232-----	
	Baud rate: 57600	
	Handshake: None	
	Parity: None	
	Data bits: 8	
	Stop bits: 1	
	End of command LF	

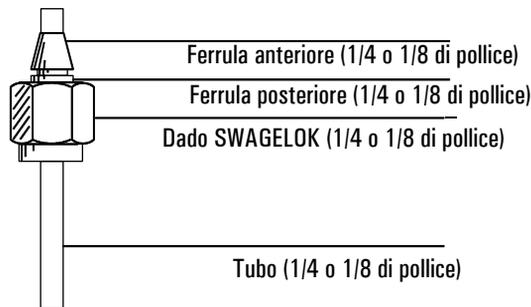
30 Collegamenti SWAGELOK

Collegamenti SWAGELOK

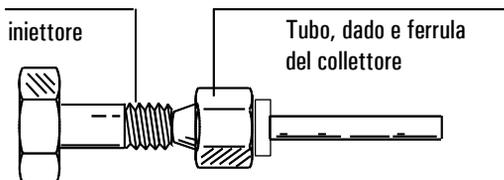
I tubi del sistema di erogazione gas sono collegati fra loro tramite raccordi SWAGELOK. Se non si è abituati ad effettuare collegamenti SWAGELOK seguire la procedura che segue. Il procedimento descrive come si collega un tubo ad un raccordo, ai collettori di iniettore e rivelatore, oppure al serbatoio del gas.

Materiale necessario:

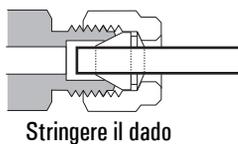
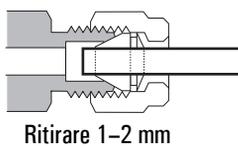
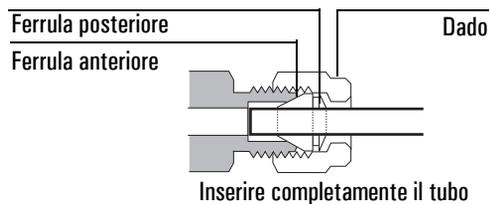
- tubo di rame precondizionato da 1/8 di pollice (o da 1/4- di pollice se utilizzato)
 - Dadi SWAGELOK da 1/8 di pollice (o da 1/4- se usato) e ferrula anteriore e posteriore
 - Due chiavi da 7/16 di pollice
1. Montare sul tubo un dado SWAGELOK da 1/8 di pollice, la ferrula anteriore e la ferrula posteriore.



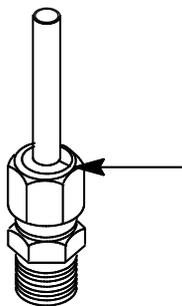
2. Assicurarsi che la ferrula anteriore tocchi l'iniettore, quindi far scivolare il dado SWAGELOK sulla ferrula e stringere manualmente.



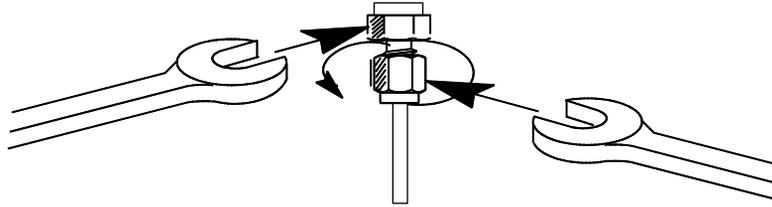
3. Spingere a fondo il tubo nel raccordo femmina, quindi ritrarlo di circa 1-2 mm.



4. Segnare il raccordo SWAGELOK con una matita.



5. Se si usano raccordi SWAGELOK da 1/8 di pollice, tenendo fermo il raccordo stringerlo di 3/4 di giro con l'altra chiave da 7/16 di pollice. Se si usano raccordi da 1/4 di pollice stringerli per 1/4 di giro.



Stringendo i dadi SWAGELOK come descritto in questo procedimento si ottiene una tenuta a prova di perdita per tutti i raccordi delle tubazioni.

Indice analitico

A

Accensione
 automatica FID 541
 rivelatore fotometrico a fiamma 657

Accessori
 ordine degli 695

Adattatore
 con flussimetro a bolle 100
 Iniettore PTV, sostituzione 444
 per rivelatore
 installazione 152

Adattatori
 iniettore per impaccate 341

Aghi
 iniettore on-column a freddo 370

Aghi silice fusa
 iniettore on-column a freddo 380, 381

Alimentazione
 voltaggi 701

Ambient temp
 valore di regolazione del forno 123

Analogico
 cavo G1530-60560 742
 cavo G1530-60570 740
 zero 177

Anidride carbonica
 collegamento dell'impianto al GC 732
 per il raffreddamento criogenico 713

Anidride carbonica liquida
 requisiti per il raffreddamento
 criogenico 713

Argon/Metano
 collegamento del tubo 729

Aria per gli attuatori
 impianto 735
 requisiti 716

Aria per gli attuatori delle valvole
 impianto 735
 requisiti 716

Arresto
 dell'erogazione di idrogeno 68
 della colonna 69

Arresto del forno 110

Arresto programmato
 arresto programmato del
 funzionamento criogeno 402
 del funzionamento criogenico 123
 forno 110

Arresto programmato del funzionamento
 criogenico (shutdown) 123

Arresto programmato del funzionamento
 criogeno (shutdown)
 PTV 402

Asterisco 37

Attenuation 180

Attrezzi
 elenco 718
 ordine degli 695

Auto Prep Run 299

Autodiagnosi 724

Automazione dello strumento 189

Aux #, tasti dei canali ausiliari 45

Avvertenze 31

Avvio di una sequenza 245

Azoto
 collegamento dell'impianto al GC 733
 requisiti per il raffreddamento
 criogenico 714

Azoto liquido
 collegamento dell'impianto al GC 733
 requisiti per il raffreddamento
 criogenico 714

Azzeramento
 dei sensori di flusso e pressione 95
 del segnale in uscita 178

B

Back Det, tasto del rivelatore posteriore 45

Back Inlet, tasto dell'ingresso posteriore 45

Batterie 29

BCD
 G1530-60630 744
 porta di comunicazione 738

Beep 38, 57

Indice analitico

C

Calibrazione

- EPC 95
- opzione di diagnostica 56

Campionatore a spazio di testa HP 7694

- specifiche 699

Campionatore a spazio di testa, 7694

- comunicazione con l'integratore 741
- Comunicazione con strumentazione non prodotta da Agilent, non specificata 741

Campionatore automatico per liquidi 7683

- configurazione dell'iniettore 216
- impostazioni del vassoio portacampioni 217
- impostazioni dell'iniettore 214
- lettore di codici a barre 217
- tabella di controllo 212
- specifiche 699

Campionatore automatico per liquidi del GC 699

Canali

- ausiliari 91
- sostituzione dei filtri 94

Canali ausiliari 91

Cancellazione

- di una sequenza 244
- metodo 208

Caricamento

- metodo 205
- metodo predefinito 206

Cavi

- 03396-61010, remoto 740
- 24540-80012
 - modem 740
 - RS-232 741
- G1530-60570, analogico 740
- G1530-60590, per eventi esterni 740, 744
- G1530-60630, BCD 744
- G1530-61120
 - RS-232 741

- G1530-61200, APG, sdoppiato 741
- G2614A-60610, cavo vassoio HP 2619A 740

Cavo

- 03396-60530, RS-232 741
- 03396-60570, BCD 741
- 03396-61010, remoto 740
- 03396-61020, remoto 740
- 24542U, RS-232 741
- 35900-60670, remoto, diagramma 743
- 92268B, LAN 739, 740
- G1530-60560, analogico, diagramma 742
- G1530-60570, analogico 740
- G1530-60590, per eventi esterni 740
- G1530-60930, remoto 740
- G1530-61120
 - modem 740
 - non destinati al GC, requisiti 741
 - requisiti comunicazioni GC 740

Cavo 03396-60570 741

Cavo di accensione

- FID 561

Cavo di alimentazione

- requisiti 701

ChemStation

- comunicazione con il campionatore automatico per liquidi 741
- comunicazione con il GC 740
- comunicazione con il modem 741
- comunicazione con il rivelatore a selezione di massa 741
- elaborazione del segnale 182
- specifiche 699

Clear tasto di annullamento o interruzione 61

Clock Table

- clic dei tasti 63
- LED della tabella oraria 41

Cm

- comunicazione con il campionatore a spazio di testa 741

Indice analitico

- comunicazione con il GC 740
- comunicazione con il modem 741
- Codice
 - montaggio delle trappole 727
 - schema 727
- Col (1,2,...), tasti delle colonne 45
- Col Comp (1,2...), tasti di configurazione del profilo di compensazione 45
- Collegamenti filettati 710
- Collegamento del campionatore
 - Interfaccia per composti volatili 503
- Collettore dell'iniettore
 - collegamento del gas di trasporto 729
- Colonna
 - arresto (shutdown) 69
 - capillare
 - del supporto 126
 - ferrule 145
 - preparazione 127
 - compensazione 184
 - analisi 186
 - tracciamento del profilo 187
 - condizionamento 160
 - configurazione 73
 - dimensioni e portata 80
 - impaccata
 - condizionamento 163
 - impaccata di metallo
 - connettori 146
 - ferrule 154
 - installazione 153
 - montaggio delle ferrule 151
 - preparazione 148
 - realizzazione di un distanziatore 149
 - impaccata di vetro
 - installazione 157
 - interfaccia per composti volatili
 - installazione 489
 - modalità di funzionamento 77
 - profilo di compensazione 186
- PTV
 - installazione 445
 - selezione della modalità 77
 - tabella di controllo 292
- Colonne capillari
 - condizionamento 162
- Colonne di vetro
 - installazione 157
- Colonne impaccate di metallo
 - installazione 153
- Compensazione
 - della colonna 184
 - profilo
 - creazione 186
- Compensazione colonna singola 184
- Computer, non prodotti da HP
 - specifiche 699
- Comunicazioni
 - analogico 738
 - BCD 738
 - opzione di diagnostica 56
 - remoto, start/stop 738
- Comunicazioni remote APG
 - vedere start/stop remoto 738
- Concentratore Purge & trap
 - Interfaccia per composti volatili
 - collegamento 507
- Condizionamento
 - colonna capillare 162
 - colonna impaccata 163
 - della colonna
 - operazioni preliminari 161
 - delle colonne 160
 - trappole 164
- Config 59
- Configurazione
 - configurazione del GC 59
 - definizione 71
 - del gas di trasporto 76
 - della colonna 73

Indice analitico

- della tabella di stato dei valori di regolazione 52
 - forno 110
 - gas di makeup 534
 - iniettore
 - 7683 216
 - iniettori senza EPC 513
 - Interfaccia per composti volatili
 - modalità diretta 484
 - PTV 400
 - valvole 225
 - Configurazione dell'iniettore
 - iniezione di grandi volumi di campione 436
 - Configurazioni del sistema
 - cenni preliminari 698
 - Connettore per
 - eventi esterni 224
 - Connettori
 - collegamento ai tubi 749
 - controllo perdite 731
 - Connettori SWAGELOK
 - collegamento ai tubi 749
 - collegamento di raccordi 728
 - controllo perdite 731
 - Consigli sui gas
 - purezza 706
 - Consigli utili 28
 - Constant flow (flusso costante) 77
 - Constant pressure (pressione costante) 77
 - Controllo elettronico della pneumatica
 - definizione 67
 - Convertitore analogico-digitale, HP 35900
 - 699
 - Creazione
 - di una sequenza 238
 - di una sequenza secondaria (campionatore) 238
 - metodo 203
 - secondaria per le valvole 239
 - Criogenico
 - forno 122
 - Cromatogramma di prova 188
 - Cryo
 - valore di regolazione del forno 122
 - Cryo fault
 - valore di regolazione del forno 123
 - CryoBlast
 - iniettore on-column a freddo 373
 - Cursore 37
- ## D
- Dado del setto
 - iniettore on-column a freddo 365, 384, 386
 - sostituzione 368
 - Data system, non HP
 - comunicazione con il GC 740
 - Deflettore di scarico del forno
 - montaggio sul GC 723
 - uso 696
 - Delete tasto di cancellazione di metodi o sequenze 61
 - Descrizione
 - installazione 727
 - Det Control 536
 - Det Control, tasto di controllo dei rivelatori
 - 47
 - Diagnostics
 - opzione di diagnostica 57
 - Disattivazione automatica del funzionamento criogenico
 - valore di regolazione del forno 123
 - Display 37
 - LED 41
 - Distanziatore per colonne impaccate di metallo 149
- ## E
- Elemento attivo
 - NPD 589
 - Elettrometro
 - FID 542
 - μ -ECD 633
-

Indice analitico

- NPD 595
 - rivelatore fotometrico a fiamma 657
- Eliminazione perdite
 - iniettore on-column a freddo 389, 390
 - impianto del gas 388
 - iniettore per impaccate 357
 - EPC 353
 - impianto del gas 353
 - non-EPC 355
 - iniettore split/splitless 336
 - EPC 332
 - impianto del gas 331
 - non-EPC 334
 - Interfaccia per composti volatili 502
 - impianto del gas 498
 - preparazione 501
 - interfaccia per composti volatili 499
 - μ -ECD 643
 - pneumatica, modulo di controllo
 - impianto del gas 526
 - PTV 456, 460
 - impianto del gas 455
 - punti di perdita 460
- EPC
 - calibrazione 95
 - definizione 67, 70
- Errore 39
- Esecuzione di una sequenza 245
- Eventi esterni
 - cavo G1530-60590 740, 744
- F**
- Fase di pre-analisi
 - LED 41
- Fermo di
 - parametro della tabella di controllo
 - "Keyboard and Display" 57
- Ferrula in Teflon sostituzione 449
- Ferrula in Teflon, iniettore PTV
 - sostituzione 449
- Ferrule
 - colonna capillare 145
 - colonne impaccate di metallo 154
 - installazione 151
 - colonne impaccate di vetro 159
 - in Teflon, sostituzione 449
- Filtro
 - rivelatore fotometrico a fiamma 651
- Filtro dello scarico di splittaggio,
 - sostituzione
 - iniettore split/splitless 330, 454, 497
- Flow, tasto di visualizzazione del flusso 46
- Flussimetro a bolla 99
- Flusso
 - ad aumento progressivo 77
 - calibrazione del sensore 95
 - costante 77
 - FID 543
 - iniziale 79
 - interpretazione 102
 - misurazione con il flussimetro 99
 - NPD 597
 - portata massima 535
 - problemi 104
 - programmazione 82
 - PTV
 - modalità ventilazione
 - del solvente 426
 - TCD 576
- Flusso iniziale 79
- Fornitura del gas
 - consigli sulla purezza 706
- Forno
 - configurazione 110
 - criogenico 122
 - isoterma 111
 - periodo di equilibrizzazione 111
 - requisiti di potenza 699
 - sicurezza 109
 - specifiche 108
 - temperatura massima consentita 111
 - velocità elevate 115

Indice analitico

Forno a riscaldamento rapido 699

Forno isoterma 111

Forno regolare

requisiti di potenza 699

Front Det, tasto del rivelatore anteriore 45

Front Inlet tasto dell'ingresso anteriore 45

Fusibili 29

G

Gas

attivazione e disattivazione del flusso 69

μ -ECD 633

Gas consigliati

colonne capillari 704

colonne impaccate 703

rivelatori 703, 704

Gas di makeup

configurazione 534

del flusso 533

modalità di flusso 534

rivelatori EPC 533

Gas di riferimento

TCD flusso 574

Gas di trasporto

collegamento al collettore

dell'iniettore 729

configurazione 76

flusso e dimensioni della colonna 80, 289

per colonne capillari 705

per colonne impaccate 704

Spurgo 533

Gas saver

LED dell'erogazione a basso consumo

del gas di trasporto 41

Gascromatografo (GC)

dimensioni 699

intervallo dell'umidità 695

intervallo della temperatura 695

peso 699

scarico dei gas nocivi 697

specifiche elettriche 699

specifiche termiche 699

tensione di rete 700

GC

comunicazioni con altri strumenti,
panoramica 738

linea di voltaggio 700

messa a terra 700

requisiti del banco di laboratorio 697

requisiti di spazio 697

requisiti elettrici 701

requisiti per la ventilazione 696

scarico dell'aria 696

GC, sistema

cablaggio 737, 740, 741

comunicazione tra gli strumenti 737, 741

diagrammi 739

H

Hardware

iniettore on-column a freddo 363

HP Vectra 699

I

Idrogeno 287, 529

analisi 575

arresto dell'erogazione (shutdown) 68

NPD

chiusura durante l'uscita del
solvente 592

Il campionatore automatico 210

Il modulo di controllo della pneumatica 520

Impianto del gas

cenni preliminari 707

collegamento al serbatoio del gas 726

collegamento filettato 710

raccomandazioni 707

regolatori di pressione a due stadi 709

Impostazione

ora impostazione 53

post-analisi 54

Indice analitico

- Impostazione della data 53
- Info, tasto della guida contestuale 49
- Informazioni generali 23
- Iniettore
 - configurazione HP 7683 216
 - Interfaccia per composti volatili
 - installazione di colonne capillari 135
 - on-column a freddo
 - installazione di colonne capillari 131
 - parametri 84
 - per impaccate
 - installazione di colonne capillari 132
 - PTV
 - installazione di colonne capillari 135
 - senza EPC 98
 - configurazione 513
 - split/splitless
 - installazione di colonne capillari 129
 - standard 302
 - tabella di controllo 86
- Iniettore con setto
 - PTV 450
 - smontaggio 450
- Iniettore EPC
 - gas consigliati 703, 704
- Iniettore NonEPC
 - gas consigliati 703, 704
- Iniettore on-column a freddo 360, 362
 - hardware 363
 - modalità Track oven 373
- Iniettore per impaccate 338, 339
 - colonna capillare 346
 - colonna definita 346
 - colonna impaccata 346
 - tabella di controllo 345
 - colonna non definita 346
 - eliminazione delle perdite 357
 - iniettore 340
 - inserti 340
 - installazione dell'adattatore 341
 - installazione dell'inserto 343
 - installazione di colonne capillari 132
 - manutenzione 347
 - prova di tenuta
 - EPC 353
 - impianto del gas 353
 - non-EPC 355
 - pulizia 358
 - senza EPC 515
 - sostituzione del setto 348
 - sostituzione dell'O-ring 351
 - tabella di controllo
 - colonna definita 345
- Iniettore PTV 395
 - manutenzione 444
 - modalità ventilazione del solvente 424
- Iniettore senza EPC 511
- Iniettore senza setto
 - PTV
 - pulizia 447
 - smontaggio 446
- Iniettore split/splitless 301, 302
 - di pressione 302
 - eliminazione delle perdite 336
 - filtro dello scarico di splittaggio,
 - sostituzione 330, 454, 497
 - iniettore 303
 - installazione di colonne capillari 129
 - manutenzione 320
 - modalità a pressione pulsata 314
 - modalità di split pulsato 316
 - tabella di controllo 315
 - modalità split 305
 - senza EPC 516
 - tabella di controllo 306
 - modalità splitless 309
 - colonna definita 312
 - colonna non definita 313
 - di pulsazione 311
 - senza EPC 518
 - tabella di controllo 310

Indice analitico

- modalità splitless pulsato 319
 - tabella di controllo 318
- prova di tenuta 331
 - EPC 332
 - non-EPC 334
- pulizia 337
- senza EPC 515
- sostituzione del setto 321, 322
- sostituzione dell'O-ring 324, 325
- sostituzione della guarnizione della base dell'iniettore 327, 328
- tenuta del setto 302
- Iniettore, EPC
 - consigli sui gas 706
 - gas consigliati 703, 704
- Iniettore, nonEPC
 - gas consigliati 703, 704
- Iniettore, senza EPC
 - consigli sui gas 706
- Iniettori
 - cenni preliminari 288
- Iniezione di grandi volumi di campione
 - esempio 438
 - requisiti della ChemStation 435
- Iniezione manuale
 - iniettore on-column a freddo
 - dado del setto 371
 - torretta di raffreddamento 371
- Init temp
 - valore di regolazione programmabile del forno 114
- Init time
 - valore di regolazione programmabile del forno 114
- Initial Temp
 - LED 41
- Inserti
 - iniettore on-column a freddo 365
 - iniettore per impaccate 340, 343
- Inserto
 - iniettore per impaccate 340
 - iniettore split/splitless 303
 - PTV 452
- inserto
 - PTV 453
- Installazione 717
- Installazione del jet
 - FID 555
- Installazione della colonna
 - PTV 445
- Installazione delle colonne
 - interfaccia per composti volatili 489
- Installazione di colonne capillari
 - ECD e μ -ECD 139
 - FPD 142
 - iniettore on-column a freddo 131
 - iniettore per impaccate 132
 - iniettore split/splitless 129
 - Interfaccia per composti volatili 135 nei rivelatori NPD e FID 135
 - PTV 135
 - TCD 138
- Installazione, procedure
 - autodiagnosi 724
 - collegamento al collettore 730
 - collegamento al collettore dell'iniettore 729
 - collegamento dei cavi 737
 - collegamento dei tubi al collettore del rivelatore 730
 - collegamento del tubo al collettore dell'iniettore 729
 - collegamento del tubo al serbatoio del gas 726
 - collegamento del tubo dell'anidride carbonica 732
 - collegamento del tubo dell'azoto liquido 733
 - collegamento dell'aria per gli attuatori delle valvole 735
 - collegamento dell'impianto per il liquido criogenico
 - anidride carbonica 732

Indice analitico

- Azoto 733
 - configurazione del GC 746
 - impianto dell'aria per gli attuatori delle valvole 735
 - montaggio del deflettore di scarico del forno 723
 - montaggio delle trappole 727
 - sistemazione del GC sul banco 723
 - togliere il GC dall'imballo 722
 - Integratore
 - comunicazione con il campionatore a spazio di testa 741
 - comunicazione con il GC 740
 - specifiche 699
 - Integratore, non prodotto da HP 740
 - Interfaccia per composti volatili 465
 - cenni preliminari 466
 - collegamento al campionatore 503
 - con campionatore a spazio di testa 504
 - con concentratore Purge & trap 507
 - eliminazione delle perdite 502
 - installazione delle colonne 489
 - linea dello split
 - disattivazione 481
 - manutenzione 488
 - modalità diretta 479, 487
 - configurazione 484
 - di pulsazione 487
 - disattivazione della linea dello split 481
 - tabella di controllo 484
 - modalità split 467
 - colonna definita 471
 - colonna non definita 472
 - di pulsazione 469
 - tabella di controllo 468
 - modalità splitless 473, 478
 - di pulsazione 477
 - tabella di controllo 474
 - prova di tenuta 499
 - impianto del gas 498
 - preparazione 501
 - pulizia o sostituzione 494
 - Interruttore di accensione 724
 - Interruzione
 - di una sequenza 247
 - J**
 - Jet
 - FID 540
 - installazione 555
 - pulizia 554
 - smontaggio 552
 - sostituzione o pulizia 551
 - NPD 596
 - PTV 625
 - pulizia 623
 - pulizia o sostituzione 621
 - smontaggio e controllo 621
 - rivelatore fotometrico a fiamma
 - pulizia e sostituzione 675
 - K**
 - Key click 57
 - L**
 - LAN
 - Cavo 740
 - LaserJet
 - specifiche 699
 - Led del display
 - lampeggiante 38
 - LED dell'analisi in atto 41
 - LED della trasmissione di dati 41
 - LED di Run Log 41
 - Lettore
 - codici a barre 217
 - Lettore di codici a barre
 - con HP 7683 217
 - Linea di uscita dello split
 - interfaccia per composti volatili
 - disattivazione 481
-

Indice analitico

- Linea di voltaggio
 - requisiti 700
 - requisiti nei vari paesi 702
- Linearità
 - FPD 649
 - μ -ECD 632
- Listato di un metodo 209
- Lit offset
 - FID 541
 - rivelatore fotometrico a fiamma 655
- Load 63

- M**
- Manutenzione
 - FID 550
 - iniettore on-column a freddo 377
 - iniettore per impaccate 347
 - iniettore split/splitless 320
 - interfaccia per composti volatili 488
 - μ -ECD 640
 - NPD 605
 - programma 30
 - PTV 444
 - TCD 583
- Materiale
 - elenco 718
- Memorizzazione
 - di una sequenza 241
 - metodo 204
- Messa a terra
 - GC 700
- Messaggi di errore 39, 250
- Messaggio di avvertenza 39
- Method tasto dei metodi in memoria 63
- Metodo
 - cancellazione 208
 - caricamento 205
 - caricamento predefinito 206
 - creazione 203
 - definizione 202
 - incongruenza 207
 - listato 209
 - memorizzazione 204
 - modifica 208
- Metodo predefinito 206
- Modalità a pressione pulsata
 - PTV 408
- Modalità di split pulsato
 - PTV
 - colonna definita 410
 - colonna non definita 412
- Modalità diretta
 - Interfaccia per composti volatili 487
 - tabella di controllo 484
 - interfaccia per composti volatili 479
 - di pulsazione 487
- Modalità split
 - interfaccia per composti volatili 467
 - PTV 403
- Modalità split Temperatura
 - iniettore split/splitless
 - colonna non definita 308
 - PTV
 - colonna definita 405
- Modalità split temperatura
 - iniettore split/splitless 305
 - interfaccia per composti volatili
 - colonna definita 471
 - colonna non definita 472
 - di pulsazione 469
 - PTV
 - colonna non definita 406
- Modalità split temperatura
 - iniettore split/splitless
 - colonna definita 307
- Modalità splitless
 - iniettore split/splitless 309
 - colonna definita 312
 - colonna non definita 313
 - interfaccia per composti volatili 473, 478
 - di pulsazione 477

Indice analitico

- PTV 413
 - colonna definita 419
 - colonna non definita 420
 - valori di partenza 417
- Modalità splitless pulsato
 - PTV
 - colonna definita 422
 - colonna non definita 423
 - tabella di controllo 421
- Modalità Track oven
 - iniettore on-column a freddo 373
- Modalità ventilazione del solvente
 - iniezione di grandi volumi di campione
 - requisiti della ChemStation 435
 - PTV
 - colonna definita 432
 - colonna non definita 434
 - iniezione di grandi volumi di campione
 - campione 435
 - tabella di controllo 430
- Mode/Type 60
- Modem
 - cavi 24540-80012 740
 - cavo G1530-61120 740
 - comunicazione con la ChemStation 741
 - porta di comunicazione 738
- Modifica
 - di una sequenza 243
 - metodo 208
- Modulo di controllo della pneumatica 521
 - cenni preliminari 521
 - eliminazione perdite
 - impianto del gas 526
 - funzionamento con iniettore 523
 - funzionamento, con una valvola o altri dispositivi 523
- Montaggio delle colonne impaccate di metallo 153
- Montaggio delle colonne impaccate di vetro 157
- N**
 - N/C
 - cavo 35900-60670 (2 m) 740
 - cavo 35900-60920 (5 m) 740
 - cavo 35900-60930 (0,5 m) 740
 - comunicazione con il GC 740
 - Nastro di Teflon 710
 - Not Ready
 - LED 41
 - Notazione decimale in codice binario (BCD) 738
- O**
 - On-column a freddo
 - aghi 365
 - considerazioni sul raffreddamento criogenico 374
 - controllo delle dimensioni dell'ago rispetto alla colonna 370
 - CryoBlast 373
 - dado del setto 368, 384, 386
 - eliminazione delle perdite 390
 - in silice fusa 380, 381
 - iniezione con dato del setto 365
 - iniezione manuale
 - dado del setto 371
 - inserti 365
 - installazione dell'inserto 369
 - installazione di colonne capillari 131
 - intervallo valori 374
 - manutenzione 377
 - on-column a freddo 379
 - programmazione della temperatura 374, 375
 - prova di tenuta 389
 - impianto del gas 388
 - pulizia 385
 - setto duckbill 367
 - sostituzione del setto 368, 383
 - sostituzione setto 382
 - torretta di raffreddamento 367, 384, 386

Indice analitico

- iniezione manuale 371
- utilizzo 376
- O-ring
 - colonne impaccate di vetro 159
- Oven, tasto di controllo del forno 45

- P**
- Panoramica
 - attrezzi per l'installazione 718
 - materiale per l'installazione 718
 - parte anteriore dello strumento,
 - illustrazione 719
 - parte posteriore dello strumento,
 - illustrazione 720
 - requisiti per il cablaggio 740
- Parametri
 - dell'iniettore 84
 - predefiniti 64
- Parametri dell'iniettore
 - iniezione di grandi volumi di campione 436
- Parametro Attenuation 738
- Parametro della tabella di controllo "Keyboard and Display"
 - clic dei tasti 57
- Parametro Range
 - per i segnali analogici in uscita 178
- Parametro Signal Type 173
- Perdite
 - verifica 731
- Periodo di equilibratura
 - forno 111
 - NPD 592
- Periodo mantenimento 1
 - valore di regolazione programmabile del forno 114
- Personal computer
 - specifiche 699
- Peso
 - componenti di sistema del GC 697
 - GC 697
 - tavola dei pesi 699
- Picchi rapidi 181
 - FID 542
 - NPD 595
- Picchi veloci
 - rivelatore fotometrico a fiamma 658
- Picco del solvente
 - NPD chiusura dell'idrogeno 592
- Polarità
 - TCD 575
- Post-analisi
 - impostazioni 54
 - LED 41
- Post-sequenza 236, 240
- Precolonne 373
- Prep Run 296, 298
 - Auto 299
 - tasto 298
- Preparazione del laboratorio 693
- Preparazione delle colonne capillari 127
- Preparazione delle colonne impaccate di metallo 148
- Pres ,tasto di visualizzazione della pressione 46
- Pres correct, parametro di compensazione della pressione (AED) 75
- Pressione
 - ad aumento progressivo 77
 - calibrazione del sensore 95
 - conversione unità 290
 - costante 77
 - dei canali ausiliari 91
 - iniziale 79
 - modalità ventilazione del solvente 426
 - problemi 104
 - programmazione 82
 - standard 70
- Pressione ad aumento progressivo 77
- Pressione iniziale 79
- Pressure

Indice analitico

- parametro di selezione delle unità di misura della pressione 57
 - Procedura
 - Auto Prep Run 299
 - avvio ed esecuzione di una sequenza 245
 - azzeramento
 - dei sensori di flusso e pressione 97
 - del segnale analogico 178
 - cancellazione
 - degli eventi a tempo 200
 - degli eventi da eseguire durante l'analisi 194
 - di una sequenza memorizzata 244
 - metodo memorizzato 208
 - caricamento
 - metodo memorizzato 205
 - metodo predefinito 206
 - condizionamento delle colonne
 - colonne capillari 162
 - fotometrico a fiamma 163
 - operazioni preliminari 161
 - configurazione
 - del gas di trasporto 76
 - della tabella di stato dei valori di regolazione 52
 - di una colonna capillare 74
 - iniettore
 - 7683 216
 - lettore di codici a barre
 - 7683 217
 - valvole 226
 - Controllo delle valvole dalla tastiera 227
 - creazione
 - di un profilo di compensazione della colonna 186
 - di una sequenza secondaria (campionatore) 238
 - di una sequenza secondaria (valvole) 239
 - sequenza 238
 - definizione del gas di makeup 534
 - FID
 - installazione del jet 555
 - modifica dei valori di controllo 541
 - pulizia del collettore 559
 - pulizia del jet 554
 - rimontaggio del collettore 560
 - rimozione del collettore 557
 - smontaggio ed ispezione del jet 552
 - sostituzione del cavo
 - di accensione 561
 - utilizzo del FID con EPC 546
 - utilizzo dell'opzione "fast peak" 542
 - impaccate senza EPC
 - impostazione del flusso di gas di trasporto 515
 - impostazione 54
 - degli eventi post-sequenza 54, 240
 - del flusso iniziale 81
 - della pressione iniziale 81
 - della velocità lineare media 81
 - impostazione dell'ora e della data 53
 - parametri dell'iniettore 85
 - impostazione delle tabelle di controllo del rivelatore 530
 - Indicatori e pulsanti
 - eliminazione perdite 357
 - installazione degli inserti di vetro 343
 - prova di tenuta degli iniettori senza EPC 355
 - pulizia dell'iniettore 358
 - sostituzione del setto 348
 - sostituzione dell'O-ring 351
 - utilizzo di colonne capillari definite 346
 - utilizzo di colonne capillari non definite 346
 - utilizzo di colonne impaccate 346
-

Indice analitico

- verifica delle perdite nell'impianto del gas 353
- indicatori e pulsanti
 - installazione dell'adattatore 341
 - prova di tenuta dell'iniettore con EPC 353
- iniettori senza EPC
 - configurazione 513
- inserimento degli eventi
 - nella tabella di esecuzione 193
 - nella tabella oraria 199
- installazione di colonne capillari
 - ECD ed EXΔm 139
 - FID 135
 - FPD 142
 - ingresso PTV 135
 - iniettore per impaccate 132
 - iniettore split/splitless 129
 - Interfaccia per composti volatili 135
 - NPD 135
 - on-column a freddo 131
 - preparazione della colonna 127
 - TCD 138
- interfaccia per composti volatili
 - collegamento del campionatore a spazio di testa 504
 - collegamento del concentratore Purge & trap 507
 - configurazione per l'iniezione diretta 484
 - disattivazione della linea dello split 481
 - eliminazione perdite 502
 - installazione delle colonne 489
 - modalità diretta 487
 - modalità split, colonna definita 471
 - modalità split, colonna non definita 472
 - modalità splitless 478
- preparazione per la prova di tenuta 501
- sistema di verifica delle perdite 499
- sostituzione o pulizia dell'interfaccia 494
- verifica delle perdite nell'impianto del gas 498
- interruzione di una sequenza 247
- μ-ECD
 - funzionamento 635
 - pulizia termica 645
 - verifica delle perdite 643
- memorizzazione
 - metodo 204
 - sequenza 241
- misurazione della portata
 - USO 54
- modifica
 - degli eventi a tempo 199
 - degli eventi nella tabella di esecuzione 194
 - di una sequenza memorizzata 243
 - impostazioni del vassoio portacampioni 7683 217
 - impostazioni dell'iniettore 7683 214
 - metodo memorizzato 208
- modifica della modalità per il flusso di makeup 534
- Montaggio delle colonne impaccate
 - realizzazione di un distanziatore 149
- montaggio delle colonne impaccate
 - adattatori per rivelatore 152
 - colonne di metallo 153
 - ferrule per colonne impaccate di metallo 151
- montaggio delle colonne impaccate
 - colonne di vetro 157

Indice analitico

NPD

- impostazione della velocità di campionamento dati 595
 - impostazione/modifica del periodo di equilibratura 592
 - installazione/sostituzione del jet 625
 - pulizia del jet 623
 - pulizia del rivelatore e del collettore 614
 - rimontaggio del collettore 625
 - smontaggio ed ispezione del jet 621
 - sostituzione degli isolanti e degli anelli 614
 - sostituzione del gruppo dell'elemento attivo 609
 - utilizzo del FID con EPC 600
- on-column a feddo
- controllo dell'ago rispetto alla colonna 370
 - eliminazione perdite 390
 - esecuzione dell'iniezione 376
 - iniezione manuale con dado del setto 371
 - installazione degli aghi in silice fusa 381
 - installazione dell'inserito 369
 - pulizia dell'iniettore 385
 - sostituzione del setto 383
 - verifica delle perdite nell'impianto del gas 388
- on-column a freddo
- iniezione manuale con torretta di raffreddamento 371
 - programmazione della temperatura 375
 - prova di tenuta dell'iniettore 389
 - sostituzione degli aghi in silice fusa 380
 - sostituzione del setto 368

- sostituzione della sede del setto 368
- sostituzione della torretta di raffreddamento 368

PCM

- uso di colonne impaccate o non definite 525
- utilizzo di colonne capillari definite 526
- verifica delle perdite nell'impianto del gas 526

programmazione

- degli eventi a tempo 196, 197
- degli eventi da eseguire durante l'analisi 192
- del flusso in colonna 83
- della pressione della colonna 83
- forno isoterma 111
- multigradiente 117
- temperatura del forno monogradiente 116

PTV

- eliminazione perdite 460
- installazione della colonna 445
- modalità di split pulsato, colonna non definita 412
- modalità split pulsato, colonna definita 410
- modalità split, colonna definita 405
- modalità split, colonna non definita 406
- modalità splitless pulsato, colonna non definita 423
- modalità splitless, colonna definita 419
- modalità splitless, colonna non definita 420
- modalità ventilazione del solvente colonna definita 432

Indice analitico

- modalità ventilazione del solvente,
colonna non definita 434
- pulizia dell'iniettore senza setto 447
- smontaggio dell'iniettore
con setto 450
- smontaggio dell'iniettore senza
setto 446
- sostituzione degli inserti 453
- sostituzione del setto 451
- sostituzione dell'adattatore
dell'iniettore 444
- sostituzione della ferrula
in Teflon 449
- splitless pulsato, colonna definita 422
- verifica delle perdite nell'impianto
del gas 455
- rappresentazione grafica
di un profilo di compensazione della
colonna 187
- registrazione
dei parametri predefiniti 64
di una sequenza memorizzata 242
- risparmio gas 297
- selezione
della modalità di funzionamento
della colonna 77
- picchi rapidi 181
- sospensione e ripresa
di una sequenza 246
- sostituzione
del filtro di un canale ausiliario 94
- split/splitless
eliminazione perdite 336
modalità di split pulsato 316
modalità split, colonna definita 307
modalità split, colonna
non definita 308
modalità splitless pulsato 319
modalità splitless,
colonna definita 312
- modalità splitless, colonna non
definita 313
- prova di tenuta degli iniettori senza
EPC 334
- prova di tenuta dell'iniettore con
EPC 332
- pulizia dell'iniettore 337
- sostituzione del filtro della trappola
dello scarico di splittaggio
330, 454, 497
- sostituzione del setto 322
- sostituzione dell'inserto 303
- sostituzione dell'O-ring 325
- sostituzione della guarnizione della
base dell'iniettore 328
- verifica delle perdite nell'impianto
del gas 331
- split/splitless senza EPC
impostazione dei flussi per la
modalità split 516
impostazione dei flussi per la
modalità splitless 518
- TCD
pulizia termica 584
utilizzo con EPC 579
- Utilizzo
del flussimetro a bolla 101
- utilizzo
della compensazione
della colonna 186
- Prodotti di consumo
elenco 718
- Programmazione
a tempo 196, 197
degli eventi da eseguire durante
l'analisi 190, 192
del flusso 82
della pressione 82
iniettore on-column a freddo 374, 375
temperatura del forno 113

Indice analitico

- temperatura dell'iniettore
 - on-column 374
 - zona di temperatura ausiliaria 221
 - Programmazione della temperatura ausiliaria 221
 - PTV 444
 - componenti del sistema 396
 - configurazione 400
 - disattivazione di emergenza Cryo 402
 - elenco parti di ricambio 461
 - eliminazione perdite 455, 460
 - Flame Off 416
 - iniettore 452
 - iniettore con setto 450
 - smontaggio 450
 - iniettore senza setto
 - pulizia 447
 - smontaggio 446
 - iniezione di grandi volumi di campione
 - configurazione dell'iniettore 436
 - esempio 438
 - parametri dell'iniettore 436
 - requisiti della ChemStation 435
 - installazione della colonna 445
 - installazione di colonne capillari 135
 - modalità a pressione pulsata 408
 - modalità di split pulsato
 - colonna definita 410
 - colonna non definita 412
 - tabella di controllo 409
 - modalità split 403
 - colonna definita 405
 - colonna non definita 406
 - tabella di controllo 405
 - temperature 404
 - modalità splitless 413
 - colonna definita 419
 - colonna non definita 420
 - tabella di controllo 417
 - valori di partenza 417
 - modalità splitless pulsato
 - colonna definita 422
 - colonna non definita 423
 - tabella di controllo 421
 - modalità ventilazione del solvente
 - colonna definita 432
 - colonna non definita 434
 - iniezione di grandi volumi di campione 435
 - schema dei tempi 429
 - sequenza delle operazioni 427
 - Start Run 430
 - tabella di controllo 430
 - temperatura, pressione e flusso 426
 - punti di perdita 460
 - raffreddamento 400
 - requisiti del sistema 395
 - riscaldamento 398
 - sistema di verifica delle perdite 456
 - Smontare l'iniettore. 453
 - sostituzione del setto 451
 - sostituzione dell'adattatore dell'iniettore 444
 - testa di campionamento 397
 - Pulizia
 - iniettore on-column a freddo 385
 - iniettore per impaccate 358
 - iniettore split/splitless 337
 - Interfaccia per composti volatili 494
 - jet NPD 623
 - PTV
 - iniettore senza setto 447
 - Pulizia termica
 - μ -ECD 645
 - TCD 584
- ## Q
- Quenching
 - rivelatore fotometrico a fiamma 650
 - Quick cryo cool
 - disattivazione del forno 122
-

Indice analitico

R

Raccordo SWAGELOK 728

Radix type 57

Raffreddamento

forno 122

Raffreddamento criogenico

ad azoto 714

anidride carbonica 713

azoto 714

Ramp #, tasto dei gradienti 48

Ramped flow (flusso ad aumento

progressivo) 77

Registrazione

dei parametri predefiniti 64

di una sequenza 242

Regolatori di pressione

collegamenti filettati 710

collegamento al collettore del
rivelatore 730

collegamento al collettore
dell'iniettore 729

collegamento di un raccordo 728

connessione ai tubi del gas 710

controllo perdite 731

lunghezza 726

raccomandazioni 709

Regolatori di pressione a due stadi 709

Remoto, start/stop

cavi 35900-60670 743

cavi 35900-60670, collegamenti
identificati 743

cavo 03396-61010 740

cavo 03396-61020 740

cavo di uso generico 35900-60670
(2 m) 740

cavo di uso generico 35900-60920
(5 m) 740

cavo di uso generico 35900-60930
(0,5 m) 740

cavo G1530-60930 740

porta di comunicazione 738

Requisiti ambientali per il GC

temperatura 695

umidità 695

Requisiti della rete elettrica

voltaggi 701

Requisiti di potenza

cavo 701

consumo massimo 701

tipo di forno 701

Requisiti di scarico dell'aria

deflettore di scarico del forno 696

forno 696

Requisiti di spazio

GC 697

sistema di configurazione del GC 697

Requisiti elettrici

cavo 701

consumo massimo 701

tipo di forno 701

Requisiti per il raffreddamento criogenico

collegamento dell'azoto liquido 733

impianto dell'anidride carbonica
liquida 732

installazione 727

Requisiti per la ventilazione

GC 696

Requisiti per lo scarico

iniettore split/splitless 697

rivelatori 697

Risparmio gas 296

Rivelatore

cenni preliminari 529

collegamento del gas al collettore 730

Det Control 536

ECD

impianto del gas 89

ECD ed ECD μ

installazione di colonne capillari 139

FID

installazione di colonne capillari 135

FID e NPD

impianto del gas 87

flussi 535

Indice analitico

- FPD
 - installazione di colonne capillari 142
 - montaggio dell'adattatore 152
- NPD
 - installazione di colonne capillari 135
 - tabella di controllo 530
- TCD
 - impianto del gas 88
 - installazione di colonne capillari 138
- Rivelatore a cattura di elettroni
 - collegamento impianto gas 730
 - consigli sui gas 704, 705
- ECD
 - condizioni di controllo 637
 - cromatogramma di controllo 639
 - sicurezza 631
- installazione di colonne capillari 139
- μ -ECD 635
 - correzione dei problemi 641
 - elettrometro 633
 - Flame Off 633
 - gas 633
 - linearità 632
 - manutenzione 640
 - parametri 634
 - prova di tenuta 643
 - pulizia termica 645
 - tabella di controllo 636
 - wipe test 647
- μ ECD 627
- Rivelatore a conducibilità termica 570
 - analisi dell'idrogeno 575
 - collegamento impianto gas 730
 - condizioni di controllo 580
 - consigli sui gas 704, 705
 - correzione dei problemi 583
 - cromatogramma di controllo 582
 - del gas di trasporto 574
 - EPC 579
 - tabella di controllo 578
 - flussi 576
 - flusso e pressione 577
 - gas di makeup 574
 - gas di riferimento 574
 - installazione di colonne capillari 138
 - manutenzione 583
 - polarità negativa 575
 - pulizia termica 584
 - temperature 576
- Rivelatore a fiamma fotometrica
 - gas consigliati 704, 705
- Rivelatore a ionizzazione di fiamma 538, 559
 - accensione automatica 541
 - collegamento impianto gas 730
 - collettore
 - pulizia 557
 - smontaggio 557
 - condizioni di controllo 547
 - consigli sui gas 704
 - cromatogramma di controllo 549
 - elettrometro 542
 - EPC 546
 - tavola di controllo 545
 - fast peaks 542
 - flussi 543
 - jet 540
 - installazione 555
 - pulizia 554
 - smontaggio 552
 - sostituzione o pulizia 551
 - lit offset 541
 - manutenzione 550
 - montaggio 560
 - on-column a freddo 551
 - pressione e flusso 544
 - sostituzione del cavo di accensione 561
 - spegnimento (shutdown) 539
 - temperature 543
 - velocità di campionamento 542
- Rivelatore a selezione di massa
 - comunicazione con il GC 740

Indice analitico

- comunicazione con la ChemStation 741
 - specifiche 699
 - Rivelatore azoto-fosforo 585, 587, 597, 704, 705, 730
 - adjust offset 589
 - interruzione 591
 - chiusura dell'idrogeno 592
 - condizioni di controllo 601
 - cromatogramma di controllo 604
 - elemento attivo 589, 597
 - FID 609
 - tensione 593
 - elettrometro 595
 - EPC 600
 - tavola di controllo 599
 - flussi 597
 - installazione di colonne capillari 135
 - installazione/sostituzione del jet 625
 - jet 596
 - pulizia 623
 - pulizia o sostituzione 621
 - smontaggio e controllo 621
 - manutenzione 605
 - montaggio 625
 - on-column a freddo 606
 - periodo di equilibratura 592
 - picco del solvente
 - chiusura dell'idrogeno 592
 - pressioni e flussi 598
 - pulizia 614
 - sostituzione degli isolanti e degli anelli 614
 - spegnimento 591
 - temperature 597
 - velocità di campionamento 595
 - Rivelatore di cattura degli elettroni nelle microcelle 626
 - Rivelatore fotometrico a fiamma
 - accensione 657
 - compatibilità 652
 - condizioni di controllo 662
 - cromatogramma di controllo 664
 - doppia lunghezza d'onda 653
 - effetti di estensione (quenching) 650
 - elettrometro 657
 - filtri 651
 - inserto 677
 - linearità 649
 - lit offset 655
 - saturazione 651
 - sostituzione del tubo
 - fotomoltiplicatore (PMT) 680
 - temperature 654
 - Rivelatore fotometrico a fiamma (FPD) 648
 - Rivelatori
 - gas consigliati 703, 704
 - RS-232 741
 - Run Log tasto della tabella di registrazione cronologica dell'analisi 55
 - Run Table 63
- S**
- Sample Tray tasto del vassoio porta-campioni 63
 - schema dei tempi
 - iniettore PTV modalità ventilazione del solvente 429
 - Scorrimento 37
 - contenitore in metallo, trappola a S con carbone attivo 727
 - Segnale
 - analogico 177
 - azzeramento 178
 - conversione 174
 - digitale, memorizzazione 181
 - modifica in scala 179
 - nella ChemStation 182
 - parametro Value 174
 - tabella di controllo 173
 - Segnale in uscita
 - analogico 177
 - azzeramento 178
 - Segnali analogici in uscita
-

Indice analitico

- parametro Attenuation 180
- parametro Range 178
- Selezione della modalità di funzionamento della colonna 77
- Sensore
 - NPD 597
 - PTV 609
 - tensione 593
- Sensori
 - sostituzione del filtro della trappola dello scarico di splittaggio iniettore split/splitless 330, 454, 497
- Seq tasto delle sequenze in memoria 63
- Sequenza
 - avvio ed esecuzione 245
 - cancellazione 244
 - caricamento 242
 - creazione 238
 - definizione 233
 - tabella di controllo 234
 - di una sequenza secondaria (campionatore)
 - creazione 238
 - eventi post-sequenza 240
 - integratore 249
 - interruzione 247
 - memorizzazione 241
 - modifica 243
 - post 236
 - prioritaria 237
 - secondaria per le valvole
 - creazione 239
 - sequenza secondaria
 - definizione 237
 - sospensione e ripresa 246
 - tabella di controllo 234
 - tavola di controllo 244
- Sequenza prioritaria 237
- Sequenza secondaria
 - definizione 237
 - per il campionatore
 - creazione 238
- Serbatoio del gas
 - collegamento del tubo al 726
 - impianto 726
- Setto Merlin 451
- Sicurezza
 - ECD 631
- Signal (1,2...), tasti dei segnali 45
- Sistema GC
 - configurazioni 698
- Sospensore
 - colonne capillari 126
- Sostituzione del setto
 - iniettore on-column a freddo 368, 382, 383
 - iniettore per impaccate 348
 - iniettore split/splitless 321, 322
 - PTV 451
- Sostituzione dell'elemento attivo 609
- Sostituzione dell'O-ring
 - iniettore per impaccate 351
 - iniettore split/splitless 324, 325
- Spegnimento del rivelatore
 - FID 539
- Spostamenti della linea di base del segnale digitale 181
- Spurgo setto 299
 - senza EPC 98
- Stampanti
 - comunicazione con la ChemStation 741
 - interfaccia per composti volatili
 - collegamento 504
 - specifiche 699
- Start Run
 - iniettore PTV modalità ventilazione del solvente 430
- Status, tasto delle tabelle di stato 51
- Strumentazione non Agilent, non specificata
 - comunicazione con il GC 740
- Strumentazione non prodotta da Agilent, non specificata
 - comunicazione con il campionatore a spazio di testa 741

Indice analitico

T

- Tabella di controllo
 - campionatore automatico per liquidi 7683 212
 - colonna impaccata 294
 - colonna non definita 294
 - iniettore per impaccate 345
 - definizione 24
 - definizione della sequenza 234
 - dei segnali 173
 - della colonna 292
 - delle sequenze memorizzate 234
 - iniettore per impaccate 345
 - iniettore senza EPC 514, 515
 - iniettore split/splitless 86
 - modalità di split pulsato 315
 - modalità split 306
 - modalità splitless 310
 - modalità splitless pulsato 318
 - Interfaccia per composti volatili
 - modalità split 468
 - interfaccia per composti volatili
 - modalità diretta 484
 - modalità splitless 474
 - μECD 636
 - per rivelatore 530
 - PTV
 - modalità di split pulsato 409
 - modalità split 405
 - modalità splitless 417
 - modalità splitless pulsato 421
 - modalità ventilazione
 - del solvente 430
 - tastiera e display 57
 - TCD
 - EPC 578
 - utilizzo 25
 - Tabella di esecuzione
 - inserimento degli eventi 193
 - modifica degli eventi 194
 - programmazione 192
 - Tabella di stato 51
 - Tabella oraria
 - cancellazione degli eventi 200
 - inserimento degli eventi 199
 - modifica degli eventi 199
 - programmazione 196, 197
 - Tastiera 42: 57
 - Tasto Option 56
 - Tasto Prep Run 43
 - Tasto Stop 43
 - Tasto Store 63
 - Tasto Temp⁴⁶
 - Tavola di controllo di una sequenza 244
 - FID
 - EPC 545
 - NPD
 - EPC 599
 - Temp
 - valore di regolazione programmabile del forno 114
 - Temperatura
 - intervalli operativi 695
 - isoterma 111
 - massima per il forno 111
 - μ-ECD 633
 - NPD 597
 - programmata 113
 - PTV 416
 - modalità split 404
 - modalità ventilazione
 - del solvente 426
 - rivelatore fotometrico a fiamma 654
 - standard 70
 - TCD 576
 - Temperatura finale
 - LED 41
 - Temperatura finale 1
 - valore di regolazione programmabile del forno 114
-

Indice analitico

- Tempi di esecuzione dell'analisi
 - cancellazione degli eventi 194
 - Tempo
 - clic dei tasti 53
 - dell'ora e della data 53
 - Tempo di esecuzione
 - massimo 114
 - Tensione di rete
 - requisiti 700
 - Tenuta del setto 302
 - Testa di campionamento
 - PTV 397
 - Torretta di raffreddamento
 - iniettore on-column a freddo 367, 384, 386
 - Trappola a carbone attivo
 - descrizione 711
 - Trappola a setacci molecolari o per idrocarburi, entrambi a S
 - installazione 727
 - Trappola per idrocarburi
 - descrizione 711
 - Trappole
 - a carbone attivo 711
 - cenni preliminari 710
 - condizionamento 164
 - descrizione 711
 - mistura 711
 - per idrocarburi 711
 - per ossigeno 711
 - scarico di split 697
 - setacci molecolari 711
 - Trappole a setacci molecolari
 - descrizione 711
 - Trappole per ossigeno
 - descrizione 711
 - Tubi di erogazione del gas
 - diametro 709
 - raccomandazioni 709
 - Tubo fotomoltiplicatore, FPD,
 - sostituzione 680
 - Tubo in acciaio inossidabile
 - impianto per il raffreddamento criogenico 732
 - Tubo in rame
 - collegamento al collettore del rivelatore 730
 - collegamento al collettore dell'iniettore 729
 - collegamento al serbatoio del gas 726
 - impianto per il raffreddamento criogenico 733
- U**
- Umidità
 - intervalli di funzionamento 695
 - Uso 54
 - Utilizzo dell'idrogeno 287, 529
- V**
- Vacuum correct, parametro di compensazione della pressione (MSD) 75
 - Valore
 - effettivo 38
 - impostazione 38
 - Valore effettivo 38
 - Valore nominale 38
 - Valori di regolazione
 - 7683
 - iniettore 214
 - vassoio portacampioni 217
 - iniettore on-column a freddo 374
 - tabella di stato 52
 - valore di regolazione programmabile del forno 114
 - Valve # 63
 - Valvola
 - di campionamento dei gas 229
 - multiposizione 230
 - selezione del flusso 230
-

Indice analitico

- Valvola a selezione di flusso
 - comunicazione con il GC 740
 - Valvola di campionamento dei gas 229
 - Valvola di selezione del flusso 230
 - Valvola per campionamento di gas
 - comunicazione con il GC 740
 - Valvole
 - alloggiamento 220
 - comunicazione con il GC 740
 - configurazione 225
 - controllo
 - tabella di esecuzione
 - o tabella oraria 227
 - tastiera 227
 - driver 222
 - programmazione della temperatura 221
 - riscaldamento 220
 - selezione delle colonne 228
 - sequenza secondaria
 - creazione 239
 - Valvole esterne
 - driver 224
 - Valvole interne
 - driver 223
 - Vectra
 - comunicazione con il rivelatore a
 - selezione di massa 741
 - specifiche 699
 - Velocità
 - dei dati 180
 - elevate per il forno 115
 - lineare media 79
 - Velocità dei dati
 - definizione 180
 - FID 542
 - LED 41
 - nella ChemStation 182
 - NPD 595
 - valore di regolazione programmabile
 - del forno 114
 - Velocità lineare 79
 - Voltaggio
 - requisiti nei vari paesi 702
- W**
- Wipe test
 - μ -ECD 647
- Z**
- Zero
 - analogico 177
 - digitale 181
 - Zero digitale 181