

Agilent 7820A Gascromatografo

Risoluzione dei problemi

Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2010

Nessuna sezione del presente manuale può essere riprodotta in qualsiasi forma o con qualsiasi mezzo (inclusa la memorizzazione in un sistema elettronico di reperimento delle informazioni o la traduzione in un'altra lingua) senza previo consenso scritto di Agilent Technologies, Inc. secondo quanto stabilito dalle leggi sul diritto d'autore in vigore negli Stati Uniti d'America e in altri Paesi.

Codice del manuale

G4350-90015

Edizione

Seconda edizione, giugno 2010

Prima edizione, Marzo 2009

Stampato negli Cina

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd.

412 Ying Lun Road

Waigaoqiao Free Trade Zone

Shanghai 200131 P.R. Cina

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite "come sono" e sono soggette a modifica senza preavviso nelle future edizioni. Nei limiti consentiti dalla legge, Agilent non concede alcuna garanzia, esplicita o implicita, relativamente a questo manuale e a qualsiasi informazione in esso contenuta, incluse tra l'altro le garanzie implicite di commerciabilità e di idoneità per uno scopo specifico. Agilent non sarà responsabile di eventuali errori presenti in questo manuale o di danni incidentali o conseguenti connessi alla fornitura, alle prestazioni o all'uso o di questo documento o di qualsiasi informazione in esso contenuta. In presenza di un accordo scritto stipulato a parte tra Agilent e l'utente, in cui siano previste condizioni di garanzia riguardanti le informazioni contenute in questo manuale in contrasto con le condizioni qui specificate, sono da ritenersi valide le condizioni di garanzia specificate nell'accordo.

Informazioni sulla sicurezza

CAUTION

La dicitura **ATTENZIONE** indica la presenza di condizioni di rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguite in modo corretto o osservate attentamente, possono comportare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. In presenza della dicitura **ATTENZIONE** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

WARNING

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

Contents

1 Principi e attività generali

- Principi 8
 - Risoluzione dei problemi sulla base di questo manuale 8
 - Tastierino del software 8
 - Il tasto [Status] 9
 - Condizioni di errore 9
- Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati 10
 - Configurazione della colonna 10
 - Configurazione del campionatore automatico per liquidi 10
 - Configurazione del gas 10
- Visualizzazione del log dell'analisi, del log di manutenzione e del log degli eventi 11
- Informazioni da reperire prima di chiamare Agilent per assistenza 12

2 Sintomi dell'ALS e del rivelatore

- Errori dello stantuffo 14
- L'ago della siringa si piega durante l'iniezione nell'iniettore 15
- Il FID non si accende 16
- L'accenditore del FID non diviene incandescente durante la sequenza di accensione 17
- Corrosione del collettore del FID e della candela a incandescenza dell'accenditore 18
- Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona 19
- Arresto di un dispositivo (difettoso) 20

3 Sintomi cromatografici

- Tempi di ritenzione non ripetibili 24
- Aree di picco non ripetibili 25
- Contaminazione o carry over 26
 - Isolamento della fonte 26
 - Verifica di possibili cause—tutte le combinazioni di iniettore e rivelatore 26
- Picchi maggiori del previsto 28
- Picchi non visualizzati/nessun picco 29
- Aumento della linea di base durante il programma di temperatura del forno 30

Risoluzione di picco insufficiente	31
Picchi anomali	32
Picchi anomali dell'NPD	33
Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente	34
Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di split senza rivelatore	34
Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di splitless con qualsiasi rivelatore	34
Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti	35
Anticipo dei picchi	36
Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base	37
Linea di base rumorosa	37
Tremolio e deriva della linea di base	38
Picchi della linea di base	39
Area di picco o altezza ridotta (bassa sensibilità)	41
La fiamma del FID si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla	43
Emissione iniziale del FID superiore a 20 pA	45
Spegnimento del solvente dell'NPD	46
Risposta dell'NPD bassa	47
Emissione iniziale dell'NPD > 8 milioni	48
Il processo di regolazione dello scarto dell'NPD non funziona correttamente	49
Selettività ridotta dell'NPD	50
Picchi negativi osservati con il TCD	51
La linea di base del TCD ha attutito i picchi di uscita del rumore sinusoidale (linea di base che risuona)	52
I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo	53

4 GC non pronto - Sintomi

GC costantemente "Non pronto"	56
Flusso costantemente "Non pronto"	57
La temperatura del forno non si raffredda/si raffredda molto lentamente	58
Il forno non si riscalda	59

Temperatura costantemente "Non pronta"	60
Impossibile impostare un flusso o una pressione	61
Un gas non raggiunge il valore di regolazione di flusso o pressione	62
Un gas supera il valore di regolazione di flusso o pressione	63
La pressione o il flusso dell'iniettore sono soggetti a fluttuazioni	64
Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split	65
Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato	66
Il FID non si accende	67
L'accenditore del FID non diventa incandescente durante la sequenza di accensione	68
Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona	69

5 Sintomi di arresto

Arresti di colonna	72
Arresti dell'idrogeno	73
Arresto termico	75

6 Sintomi di accensione e di comunicazione del GC

Il GC non si accende	78
Il PC non riesce a comunicare con il GC	79
Il GC si accende, ma si spegne in fase di avvio (durante l'autotest)	80

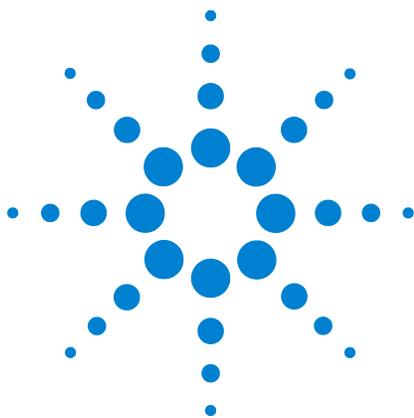
7 Controllo di eventuali perdite

Consigli per il controllo di eventuali perdite	82
Verifica delle perdite esterne	83
Verifica delle perdite del GC	84
Verifica di perdite nell'iniettore	85
Impostazione dei limiti di attenzione per un controllo delle perdite	86
Disattivazione di un limite di attenzione per il controllo della perdita nell'iniettore:	87

8 Operazioni di risoluzione dei problemi

Misurazione del flusso di una colonna	90
Misurazione del flusso della colonna di FID, TCD, euECD	90
Misurazione del flusso della colonna NPD	92
Misurazione del flusso di scarico di uno split o di spurgo di un setto	94

Misurazione del flusso di un rivelatore	95
Misurazione dei flussi di FID, TCD, e uECD	95
Misurazione dei flussi NPD	98
Autotest del GC	100
Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di scarico dello split	101
Impostazione di un limite di attenzione per il controllo della trappola dell'iniettore:	102
Disattivazione di un limite di attenzione per il controllo della trappola dell'iniettore:	103
Controllo della trappola dell'iniettore	104
Regolazione dell'offset di accensione del FID	106
Verifica dell'accensione della fiamma del FID	107
Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione	108
Misurazione della corrente di dispersione del FID	109
Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID	110
Misurazione della corrente di dispersione di NPD	111
Verifica dell'accensione dell'elemento attivo dell'NPD	112
Stato di pronto del dispositivo ignorato	113



1

Principi e attività generali

Principi 8

Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati 10

Visualizzazione del log dell'analisi, del log di manutenzione e del log degli eventi 11

Informazioni da reperire prima di chiamare Agilent per assistenza 12

Principi

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

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

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

Risoluzione dei problemi sulla base di questo manuale

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

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

Tastierino del software

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

Il tasto [Status]

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

Condizioni di errore

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

Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati

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

Configurazione della colonna

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

Configurazione del campionatore automatico per liquidi

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

Configurazione del gas

AVVERTENZA

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

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

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

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

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

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

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

Informazioni da reperire prima di chiamare Agilent per assistenza

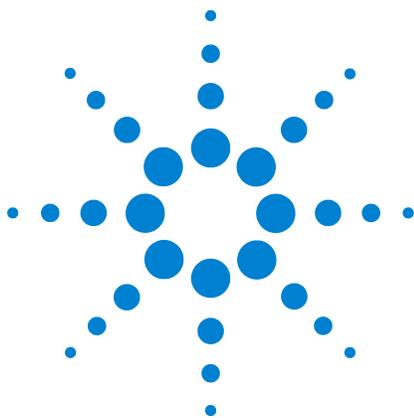
Prima di contattare Agilent per assistenza, raccogliere le seguenti informazioni:

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



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

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



2 Sintomi dell'ALS e del rivelatore

- Errori dello stantuffo 14
- L'ago della siringa si piega durante l'iniezione nell'iniettore 15
- Il FID non si accende 16
- Arresto di un dispositivo (difettoso) 20

Errori dello stantuffo

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

- Lo stantuffo della siringa è bloccato o non è ben fissato al circuito di trasporto.

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

AVVERTENZA

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

Per ulteriori informazioni consultare la documentazione sull'ALS:

[683B Campionatore automatico per liquidi - Installazione, funzionamento e manutenzione](#)
[7693A Campionatore automatico per liquidi - Installazione, funzionamento e manutenzione](#)

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

Il FID non si accende

- Verificare che l'offset di accensione sia $\leq 2,0$ pA.
- Controllare che durante la sequenza di accensione, l'accenditore FID diventi incandescente (vedere [Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione](#)).
- Verificare se l'ugello è collegato o parzialmente collegato
- Verificare le velocità dei flussi del FID. Il rapporto idrogeno:aria esercita un forte impatto sull'accensione. Impostazioni di flusso non ottimali possono impedire l'accensione della fiamma (vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#)).
- Se la fiamma ancora non si accende, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le fuoriuscite importanti causano flussi misurati diversi dai flussi reali e quindi determinano condizioni di accensione non ideali. Verificare attentamente che il sistema non presenti perdite, soprattutto il raccordo della colonna sul FID.
- Verificare la velocità di flusso della colonna
- Controllare la presenza di perdite in corrispondenza del raccordo della colonna sul FID.
- Accertarsi che la temperatura del FID sia sufficientemente alta per l'accensione (>150 °C).

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

AVVERTENZA

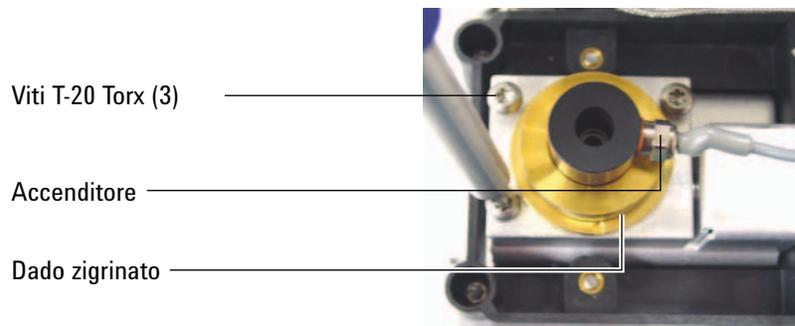
Durante questa operazione, tenere tutte le parti del corpo a distanza di sicurezza dal camino del FID. Se si utilizza l'idrogeno, la fiamma del FID non sarà visibile.

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

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

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

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



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

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

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

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

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

- Verificare se l'ugello è intasato.
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#)).
- Verificare lo stato dell'elemento attivo. *Se necessario*, sostituirlo.
- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette.
- Verificare attentamente che l'intero sistema non presenti perdite, soprattutto il raccordo della colonna del rivelatore (vedere [Controllo di eventuali perdite](#)).
- Impostare il tempo di equilibratura su 0,0.

Arresto di un dispositivo (difettoso)

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

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

Per ignorare lo stato di un dispositivo:

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

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

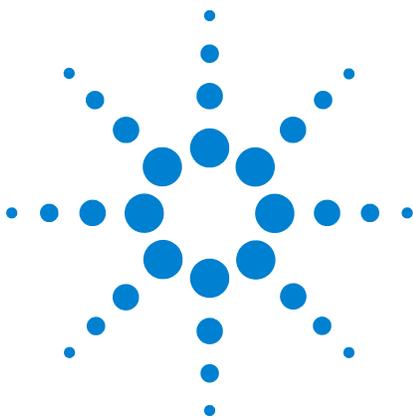
ATTENZIONE

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

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

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

2 Sintomi dell'ALS e del rivelatore



3 Sintomi cromatografici

- Tempi di ritenzione non ripetibili 24
- Aree di picco non ripetibili 25
- Contaminazione o carry over 26
- Picchi maggiori del previsto 28
- Picchi non visualizzati/nessun picco 29
- Aumento della linea di base durante il programma di temperatura del forno 30
- Risoluzione di picco insufficiente 31
- Picchi anomali 32
- Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente 34
- Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti 35
- Anticipo dei picchi 36
- Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base 37
- Area di picco o altezza ridotta (bassa sensibilità) 41
- La fiamma del FID si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla 43
- Emissione iniziale del FID superiore a 20 pA 45
- Spegnimento del solvente dell'NPD 46
- Risposta dell'NPD bassa 47
- Emissione iniziale dell'NPD > 8 milioni 48
- Il processo di regolazione dello scarto dell'NPD non funziona correttamente 49
- Selettività ridotta dell'NPD 50
- Picchi negativi osservati con il TCD 51
- La linea di base del TCD ha attutito i picchi di uscita del rumore sinusoidale (linea di base che risuona) 52
- I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo 53



Tempi di ritenzione non ripetibili

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

Aree di picco non ripetibili

Verificare il funzionamento della siringa ALS7693A [Campionatore automatico per liquidi - Installazione, funzionamento e manutenzione](#)7683B [Campionatore automatico per liquidi - Installazione, funzionamento e manutenzione](#) (Vedere la sezione relativa alla risoluzione dei problemi del manuale [7693A Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance.](#))

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

Contaminazione o carry over

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

Isolamento della fonte

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

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

Iniettore, campionatore, campione, erogazione gas

- Verificare il tipo di setto e l'installazione.
- Eseguire la manutenzione [completa dell'iniettore](#): Sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Verificare il carry over del campione dalle analisi precedenti. Eseguire numerose analisi di controllo senza iniezione e verificare se i picchi fantasma spariscono o diventano più piccoli.
- Verificare il flusso di spurgo del setto. Se è insufficiente, il setto può aver raccolto contaminazione oppure è possibile che vi sia condensa nella linea di spurgo.
- Verificare tutti gli indicatori delle trappole del gas e le date.
- Verificare la purezza del gas.
- Verificare la contaminazione dei tubi di erogazione e dei raccordi.
- Se si pensa che l'iniettore sia contaminato, eseguire la procedura di degassamento([SS](#), [PP](#)).

- Controllare il livello del solvente nelle bottiglie di lavaggio dell'ALS.
- Sostituire la siringa dell'ALS se necessario.
- Verificare il volume di iniezione del campione.

Colonna, metodo

- Eseguire la manutenzione della colonna: **lasciar degassare** i contaminanti, **rimuovere** la lunghezza contaminata della colonna vicino all'iniettore e **capovolgere e degassare** la colonna in base alla necessità.
- Se si pensa che la colonna sia contaminata, eseguire la procedura di **degassamento**.
- Verificare che la temperatura del programma del forno e il tempo siano sufficienti per i campioni che si stanno iniettando.

Rilevatore, erogazione gas del rilevatore

- Verificare tutti gli indicatori delle trappole del gas e le date.
- Verificare la purezza del gas.
- Verificare la contaminazione dei tubi di erogazione e dei raccordi.
- Se si pensa che il rilevatore sia contaminato, eseguire la procedura di degassamento (**FID**, **TCD**, **uECD**).

Picchi maggiori del previsto

- Verificare le dimensioni di ogni colonna configurata rispetto alle dimensioni effettive della colonna. (vedere [“Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati”](#)).
- Verificare il volume di iniezione del campionatore automatico.
- Controllare i tappi delle fiale.
- Controllare le dimensioni della siringa configurata. Alcune siringhe hanno una capacità dimezzata. Se il volume massimo della siringa è indicato a metà altezza del cilindro e non in cima al cilindro, inserire **due volte** il volume indicato durante la configurazione delle dimensioni della siringa.

Picchi non visualizzati/nessun picco

- Se si utilizza un campionatore automatico:
 - Assicurarsi che ci sia campione nella fiala.
 - Verificare che il telaio dello stantuffo dell'ALS sia assicurato allo stantuffo della siringa.
 - Verificare che la siringa sia installata correttamente e prelevare un campione.
 - Verificare che la torretta siano caricati correttamente e che le iniezioni non provengano da fiale fuori sequenza.
 - Controllare che il campione venga aspirato nella siringa.
- Verificare che il rivelatore in uso sia assegnato a un segnale.
- Controllare la corretta installazione della colonna.
- Controllare che la colonna non sia collegata (vedere [“Misurazione del flusso di una colonna”](#)). Eseguire la [manutenzione](#) della colonna:
- Verificare la presenza di fuoriuscite. (vedere [“Controllo di eventuali perdite”](#)).
- Controllare le impostazioni del flusso, quindi misurare i flussi del rivelatore effettivi. (vedere [“Misurazione del flusso di un rivelatore”](#)).

Se il problema riguarda il rivelatore, vedere la [Tabella 1](#).

Tabella 1 Risoluzione dei problemi del rivelatore

Rivelatore	Soluzione
FID	<ul style="list-style-type: none"> • Verificare che l'elettrometro sia acceso. • Verificare che la fiamma sia ancora accesa.
TCD	<ul style="list-style-type: none"> • Verificare che il filamento sia acceso. • Assicurarsi che il gas di riferimento non sia impostato su zero.

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

- Verificare se la colonna presenta spurghi.
- Controllare la presenza di perdite/ossigeno nell'erogazione del carrier gas.
- Controllare l'indicatore o la data della trappola dell'ossigeno dell'erogazione del gas.
- Eseguire analisi di controllo con il solvente per valutare la linea di base senza campione.
- Eseguire analisi di controllo "senza iniezione" (rimuovere la siringa dall'iniettore e avviare un'analisi) per valutare la linea di base senza solvente.
- Verificare la contaminazione (vedere [Contaminazione o carry over](#)).
- Considerare l'effetto dello spessore della pellicola della colonna sullo spurgo.
- Controllare la presenza di perdite sul raccordo della colonna (vedere "[Controllo di eventuali perdite](#)").
- Preparare e utilizzare un profilo di compensazione della colonna.

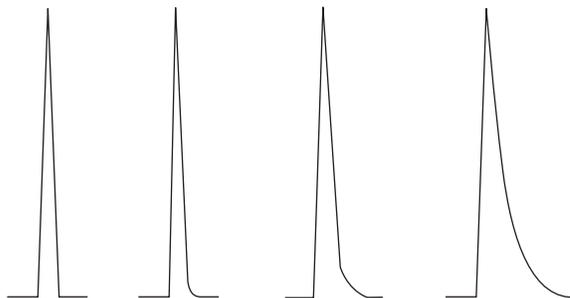
Risoluzione di picco insufficiente

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

Picchi anomali

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

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



- Verificare se nella colonna è presente una contaminazione importante.
- Considerare la fase stazionaria della colonna (colonna attiva).
- Verificare che la colonna sia stata tagliata e installata correttamente.
- Considerare il tipo di adattatore, liner e sigillo dell'iniettore utilizzati. È possibile che uno sia contaminato o attivo.
- Verificare se negli adattatori (se installati) e nel liner vi sono particelle solide.
- Per un'iniezione capillare splitless, considerare la compatibilità tra solvente e colonna.
- Verificare che la tecnica di iniezione sia adeguata.
- Verificare la temperatura di ingresso.
- Controllare la presenza di un volume morto nel sistema. Controllare la corretta [installazione](#) della colonna su entrambe le estremità.
- Ispezionare le linee di trasferimento per individuare punti freddi.

Picchi anomali dell'NPD

Per l'NPD, procedere come segue:

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

Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente

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

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

Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di split senza rivelatore

- Verificare il tipo di liner.
- Aumentare la temperatura di ingresso e verificare che la coppa di isolamento sia installata e contenga l'isolamento.
- Verificare la colonna tagliata e l'installazione nell'iniettore.. Vedere l'argomento relativo all'iniettore [SS](#).

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

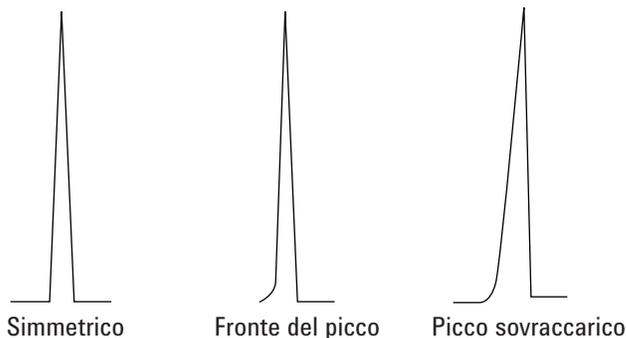
- Verificare se l'iniettore presenta perdite (vedere "[Controllo di eventuali perdite](#)").
- Verificare il tipo di liner.
- Verificare che la temperatura iniziale del forno sia inferiore al punto di ebollizione del solvente.
- Verificare la colonna tagliata e l'installazione nell'iniettore.. Vedere l'argomento relativo all'iniettore [SS](#).
- Verificare che il volume di vapore del solvente non superi la capacità del liner.
- Controllare il corretto ritardo dello spurgo.

Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti

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

Anticipo dei picchi

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



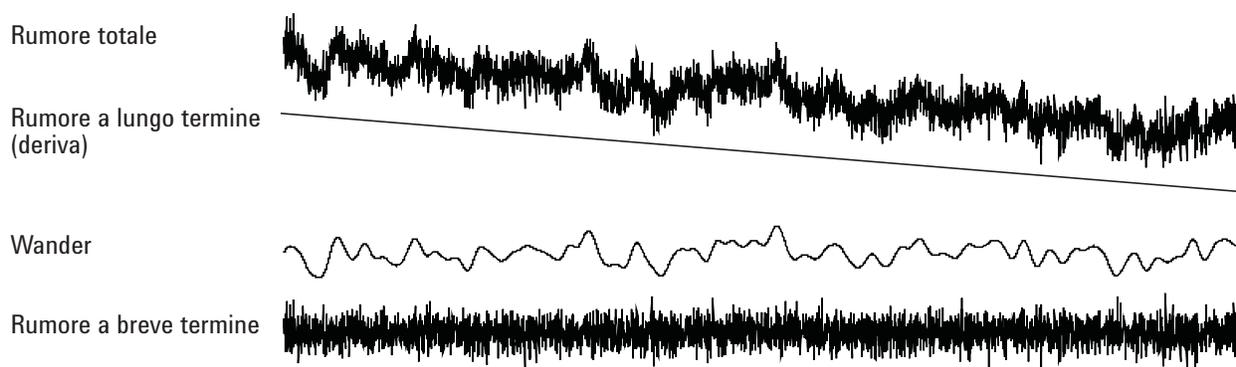
Se si verificano l'anticipo o il sovraccarico, provare quanto segue:

- Verificare che il volume di iniezione sia adeguato.
- Accertarsi che la colonna sia correttamente [installata](#).
- Verificare che sia in uso la tecnica di iniezione appropriata.
- Se si utilizza l'iniezione splitless capillare, considerare la solubilità del composto nel solvente di iniezione.
 - Sostituire il solvente.
 - Utilizzare una colonna capillare.
- Verificare la purezza del solvente campione.

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

Il rumore deve essere misurato in condizioni di funzionamento “normali”, con una colonna connessa e il gas di trasporto attivo. Il rumore tipicamente ha una componente ad alta frequenza (di origine elettronica) e componenti a bassa frequenza che vengono definiti tremolio e deriva.

Il tremolio ha una direzione casuale ma una frequenza inferiore al rumore elettronico di breve durata. Il rumore di lunga durata (deriva) è una variazione monotona del segnale su un periodo lungo rispetto al tremolio e al rumore elettronico (vedere oltre). Termini come “breve” e “lungo” sono relativi all'ampiezza dei picchi cromatografici.



Linea di base rumorosa

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

- Per tutti i rivelatori, controllare la presenza di perdite sui raccordi delle colonne. (vedere [“Controllo di eventuali perdite”](#)).
- Per il TCD, verificare la raccolta di dati su ≤ 5 Hz.

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

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

- Degassare i contaminanti dall'iniettore split/splitless
- Degassare i contaminanti dall'iniettore per impaccate
- Verificare la **purezza** dei gas di trasporto e del rivelatore.
- Verificare il corretto rimontaggio dopo l'ultimo intervento di manutenzione.
- Verificare se il rivelatore presenta contaminazione.

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

- (FID, TCD, uECD) Verificare se la colonna e l'iniettore presentano contaminazione.
- Verificare se l'ugello del FID o dell'NPD presenta contaminazione.

Altri fattori che possono contribuire al rumore:

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

Tremolio e deriva della linea di base

Possono verificarsi tremolio o deriva della linea di base quando viene modificata l'impostazione relativa al flusso o alla temperatura. Se il sistema non è stato stabilizzato alle nuove condizioni prima di avviare l'analisi, bisogna aspettarsi alcune alterazioni della linea di base.

Se si sperimenta tremolio della linea di base, verificare la presenza di perdite, soprattutto in corrispondenza del setto e sulla colonna. (vedere "[Controllo di eventuali perdite](#)"). La deriva della linea di base viene riscontrata soprattutto durante la programmazione della temperatura. Per correggere la deriva della linea di base, procedere come indicato di seguito:

- Verificare che venga utilizzata la compensazione della colonna e che il profilo sia aggiornato (per compensare gli spurghi).
- Verificare che la colonna sia condizionata.
- Verificare lo spurgo della colonna alla temperatura di funzionamento.
- Verificare la modalità del segnale assegnata alla colonna nel sistema di dati.

Picchi della linea di base

Esistono due tipi di picchi sull'emissione della linea di base: ciclici e casuali.



Figura 1 Picchi ciclici

I picchi ciclici possono essere causati da:

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

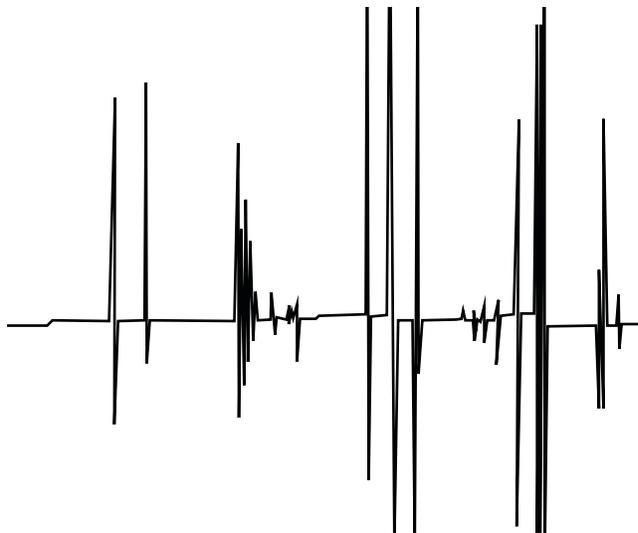


Figura 2 Picchi casuali

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

- Verificare se il rivelatore è contaminato.
- Per una colonna impaccata, verificare che l'uscita della colonna impaccata sia correttamente sigillata con lana di vetro.
- Verificare l'installazione della colonna impaccata.

3 Sintomi cromatografici

- Verificare che sia presente l'ugello corretto.

Area di picco o altezza ridotta (bassa sensibilità)

- Se si utilizza un iniettore in modalità split, verificare il rapporto di splittaggio.
- Verificare la presenza di fuoriuscite. (vedere “[Controllo di eventuali perdite](#)”).
- Verificare se l’iniettore è contaminato. (vedere “[Contaminazione o carry over](#)”).
- Verificare ogni colonna e verificare che sia stata tagliata e installata correttamente a ogni estremità.
- Verificare che la colonna sia del tipo corretto.
- Eseguire la manutenzione della colonna: [lasciar degassare](#) i contaminanti, [rimuovere](#) la lunghezza contaminata della colonna vicino all’iniettore e [capovolgere e degassare](#) la colonna in base alla necessità.
- Verificare che il tipo di liner sia appropriato per il campione.
- Verificare che le impostazioni del flusso del rivelatore siano corrette.
- Verificare la purezza del [gas erogato](#).
- Verificare tutti gli indicatori e le date delle trappole.
- Verificare che i parametri del metodo siano corretti.
- Controllare la stabilità del campione.
- Controllare le dimensioni della siringa configurata. Alcune siringhe hanno una capacità dimezzata. Se il volume massimo della siringa è indicato a metà altezza del cilindro e non in cima al cilindro, inserire **due volte** il volume indicato durante la configurazione delle dimensioni della siringa.
- Se il calo nell'area o nell'altezza di picco è stato graduale con l'aumento della linea di base e non improvviso, controllare se la presenza di contaminazione nel rivelatore. Degassare il rivelatore ([FID](#), [TCD](#), [uECD](#)).

Se si utilizza un FID:

- Controllare che l’ugello non sia sporco.

Se si utilizza un uECD:

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

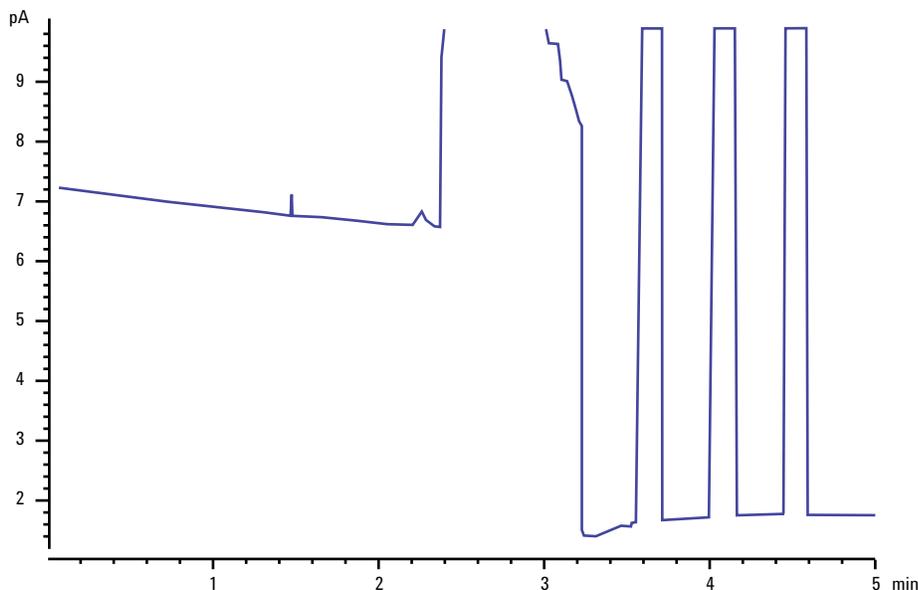
3 Sintomi cromatografici

Se si utilizza un NPD:

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

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

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



Dopo lo spegnimento della fiamma, il GC tenta di riaccendere la fiamma tre volte.

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

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

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

- Verificare che l'impostazione **Lit offset** del FID sia corretta per l'analisi (tipicamente $\leq 2,0$ pA).
- Verificare se la fiamma è stata estinta da un picco aromatico o da acqua.
- Verificare se l'ugello è parzialmente collegato. Misurare i flussi effettivi di idrogeno, aria e makup sul rivelatore. (vedere "[Misurazione del flusso di un rivelatore](#)").

3 Sintomi cromatografici

- Controllare la presenza di perdite sul raccordo della colonna del rivelatore. (vedere [“Controllo di eventuali perdite”](#)).

Emissione iniziale del FID superiore a 20 pA

- Verificare la purezza dell'erogazione di gas al trasportatore e al rivelatore.
- Verificare se la colonna presenta spurghi.
- Verificare gli indicatori/le date della trappola di erogazione del gas e assicurarsi che le trappole non siano esaurite.
- Verificare che il rivelatore sia stato riassemblato correttamente dopo l'ultimo intervento di manutenzione.
- Verificare se il rivelatore presenta contaminazione.
[Degassare il rivelatore.](#)
- Controllare che la corrente di dispersione del FID sia < 2,0 pA (vedere [“Misurazione della corrente di dispersione del FID”](#)).

Spegnimento del solvente dell'NPD

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

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

Risposta dell'NPD bassa

- Eseguire la manutenzione [completa dell'iniettore](#): Sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Eseguire la manutenzione della colonna: [Degassare](#) i contaminanti come necessario. Una forte concentrazione di solvente ha estinto il plasma idrogeno/aria. Aumentare la tensione dell'elemento attivo.
- Misurare il flusso effettivo di gas sul rivelatore. (vedere ["Misurazione del flusso di un rivelatore"](#)).
- Verificare se l'ugello è parzialmente collegato.
- Verificare che l'elemento attivo sia attivato. Osservare attraverso il foro di sfiato sul coperchio del rivelatore se l'elemento attivo è incandescente. [Sostituire](#) gli isolanti/il collettore.

Emissione iniziale dell'NPD > 8 milioni

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

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

- Verificare se l'ugello è intasato.
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#)).
- Verificare lo stato dell'elemento attivo. *Se necessario*, sostituirlo.
- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette.
- Verificare attentamente che l'intero sistema non presenti perdite, soprattutto il raccordo della colonna del rivelatore (vedere [Controllo di eventuali perdite](#)).
- Impostare il tempo di equilibratura su 0,0.

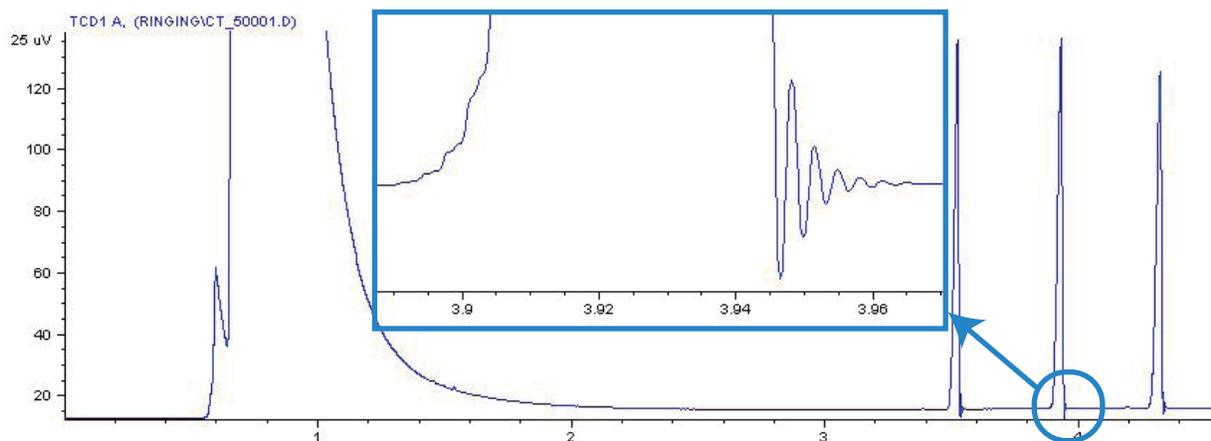
Selettività ridotta dell'NPD

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

Picchi negativi osservati con il TCD

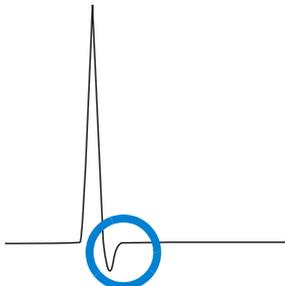
- Verificare che venga usato il tipo di gas corretto.
- Verificare se il sistema presenta perdite, soprattutto sul raccordo della colonna del rivelatore. (vedere [“Controllo di eventuali perdite”](#)).
- Considerare la sensibilità agli analiti.
- Controllare le impostazioni del flusso, quindi misurare i flussi del rivelatore effettivi (vedere [“Misurazione del flusso di un rivelatore”](#)).

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



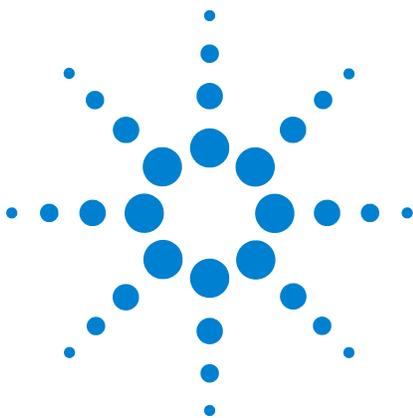
Nel sistema di dati è stata selezionata la velocità di dati sbagliata. Per il TCD, la velocità di dati dovrebbe essere ≤ 5 Hz.

I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo



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

3 Sintomi cromatografici



4 GC non pronto - Sintomi

- GC costantemente "Non pronto" 56
- Flusso costantemente "Non pronto" 57
- La temperatura del forno non si raffredda/si raffredda molto lentamente 58
- Il forno non si riscalda 59
- Temperatura costantemente "Non pronta" 60
- Impossibile impostare un flusso o una pressione 61
- Un gas non raggiunge il valore di regolazione di flusso o pressione 62
- Un gas supera il valore di regolazione di flusso o pressione 63
- La pressione o il flusso dell'iniettore sono soggetti a fluttuazioni 64
- Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split 65
- Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato 66
- Il FID non si accende 67
- L'accenditore del FID non diventa incandescente durante la sequenza di accensione 68
- Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona 69

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



GC costantemente "Non pronto"

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

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

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

Flusso costantemente "Non pronto"

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

- Controllare il flusso di gas per verificare che la [pressione di erogazione sia sufficiente](#).
- Verificare il tipo di gas configurato. Il tipo di gas configurato deve corrispondere al gas effettivamente introdotto nel GC.
- Controllare l'eventuale presenza di perdite dai tubi di erogazione del gas e dal GC (vedere ["Controllo di eventuali perdite"](#)).

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

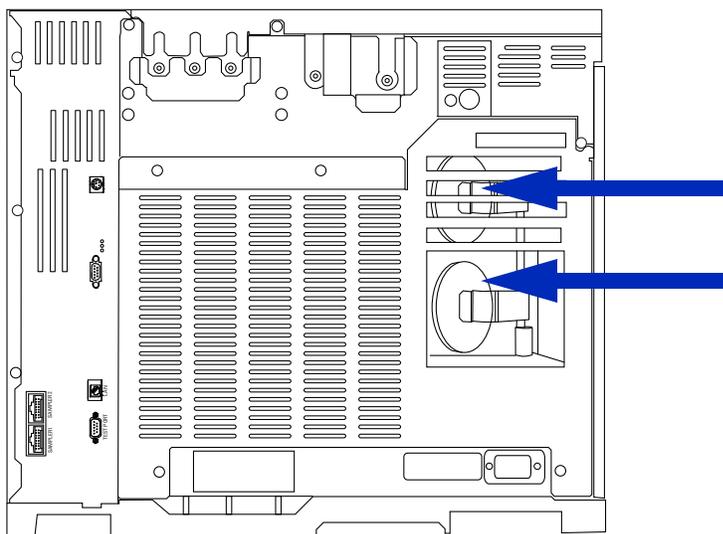
Se il forno non si raffredda o si raffredda molto lentamente:

AVVERTENZA

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

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

Se i deflettori non funzionano correttamente, contattare il servizio di assistenza Agilent.



Il forno non si riscalda

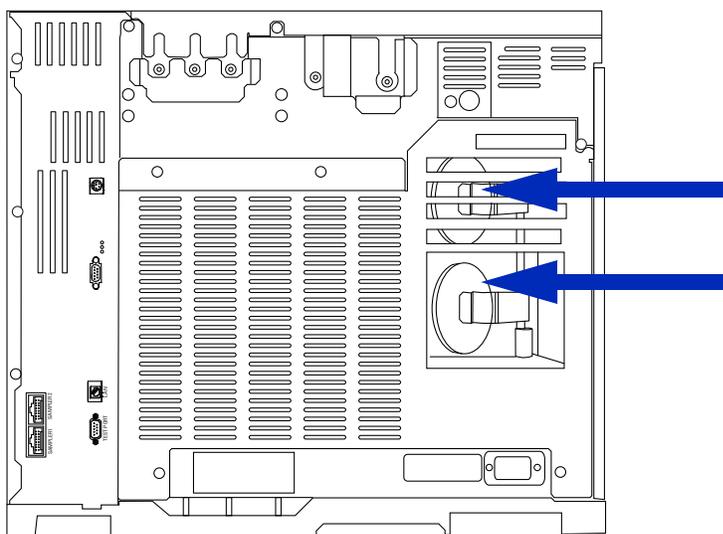
- Premere [**Status**] per verificare eventuali errori da riferire ad Agilent.

AVVERTENZA

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

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

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



Temperatura costantemente "Non pronta"

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

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

Impossibile impostare un flusso o una pressione

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

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

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

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

- Controllare che la pressione di erogazione del gas sia sufficiente. La pressione di erogazione dovrebbe eccedere di almeno 10 psi quella del valore di regolazione desiderato.
- Verificare la presenza di fuoriuscite. (vedere [“Controllo di eventuali perdite”](#)). Se si utilizza la modalità risparmio di gas, accertarsi che la velocità di flusso sia sufficientemente elevata da mantenere la massima pressione di mandata della colonna utilizzata durante un ciclo.
- Verificare eventuali errori di installazione della colonna.

Se si utilizza un iniettore split/splitless:

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

Un gas supera il valore di regolazione di flusso o pressione

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

Se si utilizza un iniettore split/splitless:

- Ridurre il rapporto di splittaggio.
- Sostituire la valvola di scarico dello split.
- Controllare che sia selezionato il liner corretto (se è in uso il liner).
- Controllare che il dispositivo di tenuta d'oro non presenti contaminazioni.

Se si utilizza un FID o NPD:

- Controllare eventuali ostruzioni dell'ugello.

Valvole:

- Controllare l'eventuale disallineamento di un rotore.

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

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

- Verificare che il depuratore o generatore di gas funzioni alla massima capacità, o quasi.
- Controllare il flusso di gas per verificare che la [pressione di erogazione sia sufficiente](#).
- Verificare che il regolatore della pressione di erogazione funzioni correttamente.
- Verificare la presenza di fuoriuscite. (vedere "[Controllo di eventuali perdite](#)").
- Verificare l'eventuale presenza di strozzamenti nel liner dell'iniettore o nella trappola di scarico dello split.
- Controllare che sia stato installato il liner corretto.

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

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

- Considerare la possibilità di utilizzare un liner progettato per analisi split.
- Controllare l'eventuale presenza di ostruzioni nel liner.
- Verificare l'eventuale presenza di contaminazione nella linea di scarico dello split. Se necessario, contattare l'assistenza Agilent per la sostituzione.
- Per l'iniettore split/splitless inlet, sostituire il dispositivo di tenuta d'oro.

Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato

Se il flusso effettivo della colonna non corrisponde al flusso calcolato visualizzato sul GC, procedere come segue:

- Verificare che i flussi misurati siano corretti su 25 °C e 1 atmosfera.
- Verificare che le dimensioni corrette della colonna siano configurate accuratamente, compresa la lunghezza della colonna effettiva (regolata).
- La linea o trappola di scarico dello split può essere parzialmente ostruita, producendo una pressione effettiva dell'iniettore superiore alla pressione del valore di regolazione.

Il FID non si accende

- Verificare che l'offset di accensione sia $\leq 2,0$ pA.
- Controllare che durante la sequenza di accensione, l'accenditore FID diventi incandescente (vedere [Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione](#)).
- Verificare se l'ugello è collegato o parzialmente collegato
- Verificare le velocità dei flussi del FID. Il rapporto idrogeno:aria esercita un forte impatto sull'accensione. Impostazioni di flusso non ottimali possono impedire l'accensione della fiamma (vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#)).
- Se la fiamma ancora non si accende, è possibile che vi sia una fuoriuscita importante nel sistema. Le fuoriuscite importanti causano flussi misurati diversi dai flussi reali e quindi determinano condizioni di accensione non ideali. Verificare attentamente che il sistema non presenti perdite, soprattutto il raccordo della colonna sul FID.
- Verificare la velocità di flusso della colonna
- Controllare la presenza di perdite in corrispondenza del raccordo della colonna sul FID.
- Accertarsi che la temperatura del FID sia sufficientemente alta per l'accensione (>150 °C).

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

AVVERTENZA

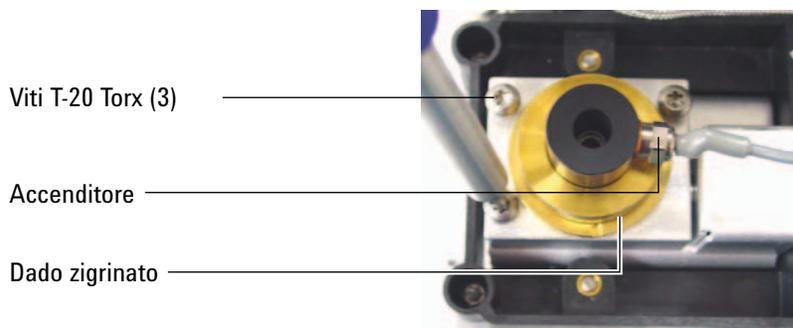
Durante questa operazione, tenere tutte le parti del corpo a distanza di sicurezza dal camino del FID. Se si utilizza l'idrogeno, la fiamma del FID non sarà visibile.

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

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

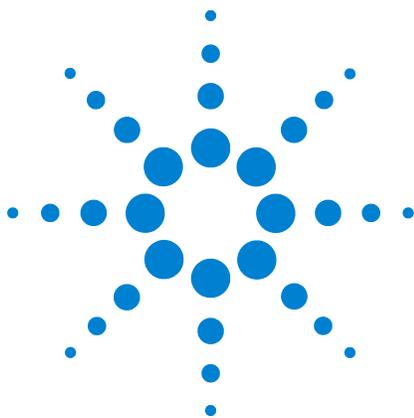
- L'accenditore può essere guasto; sostituire l'accenditore.
- La temperatura del rivelatore è impostata su < 150 °C. Agilent consiglia di utilizzare il FID a ≥ 300 °C.
- L'accenditore non crea una buona connessione con la terra:
 - L'accenditore deve essere ben fissato all'involucro del FID.
 - Le tre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

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



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

- Verificare se l'ugello è intasato.
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere [Misurazione del flusso di un rivelatore](#)).
- Verificare lo stato dell'elemento attivo. *Se necessario*, sostituirlo.
- Verificare che le impostazioni del flusso siano corrette.
- Verificare attentamente che l'intero sistema non presenti perdite, soprattutto il raccordo della colonna del rivelatore (vedere [Controllo di eventuali perdite](#)).
- Impostare il tempo di equilibratura su 0,0.



5 Sintomi di arresto

Arresti di colonna 72

Arresti dell'idrogeno 73

Arresto termico 75

Arresti di colonna

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

- Visualizza il messaggio **Front inlet pressure shutdown**.
- Si spegne per evitare danni alla colonna.
- Apre i deflettori sul retro del forno solo a metà.
- Fa lampeggia la spia **Off** del valore di regolazione della temperatura del forno.
- Disattiva tutti i flussi della colonna. Quando vengono visualizzati, le impostazioni **Off** dei relativi parametri lampeggiano. Ad esempio, si disattivano lo flusso della colonna per gli iniettori split/splitless.
- Disattiva tutti gli altri riscaldatori. Quando vengono visualizzati, l'impostazione **Off** dei relativi parametri della temperatura lampeggia.
- Tenta di attivare una zona disattivata creando un messaggio di errore.

Per ripristinare la normalità.

1 Eliminare la causa dell'arresto.

- Verificare la presenza di una colonna rotta vicino all'iniettore.
- Verificare la presenza di fuoriuscite.
- Sostituire il setto dell'iniettore.
- Sostituire la guarnizione O-ring dell'iniettore.
- Controllare la pressione di erogazione.

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

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

Arresti dell'idrogeno

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

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

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

AVVERTENZA

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

Per riprendere dopo uno stato di arresto dell'idrogeno:

- 1 Eliminare la causa dell'arresto:
 - Sostituire il setto dell'iniettore.

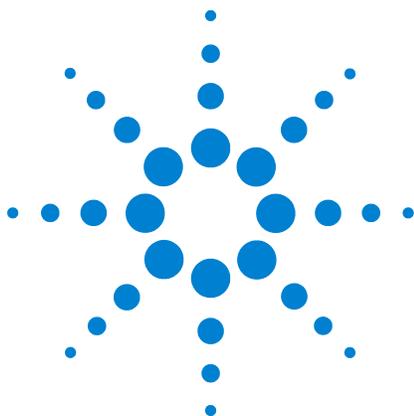
- Sostituire la guarnizione O-ring dell'iniettore.
 - Controllare l'eventuale presenza di una colonna rotta.
 - Controllare la pressione di erogazione.
 - Verificare se il sistema presenta perdite. Vedere [Controllo di eventuali perdite](#).
- 2 Spegnere e riaccendere il GC.
 - 3 Una volta riavviato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

Arresto termico

Quando si verifica un guasto termico, i valori delle temperature del forno o di altre zone riscaldate risultano esterni all'intervallo ammesso (minori della temperatura minima, superiori a quella massima).

Per ripristinare la normalità:

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



6 Sintomi di accensione e di comunicazione del GC

Il GC non si accende 78

Il PC non riesce a comunicare con il GC 79

Il GC si accende, ma si spegne in fase di avvio (durante l'autotest) 80

Il GC non si accende

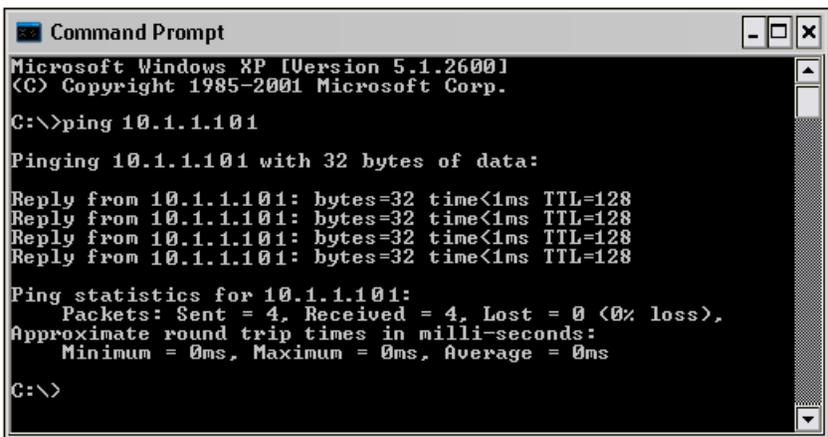
Se il GC non si accende:

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

Il PC non riesce a comunicare con il GC

- Eseguire un test **ping**

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



```

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

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

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

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

C:\>

```

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

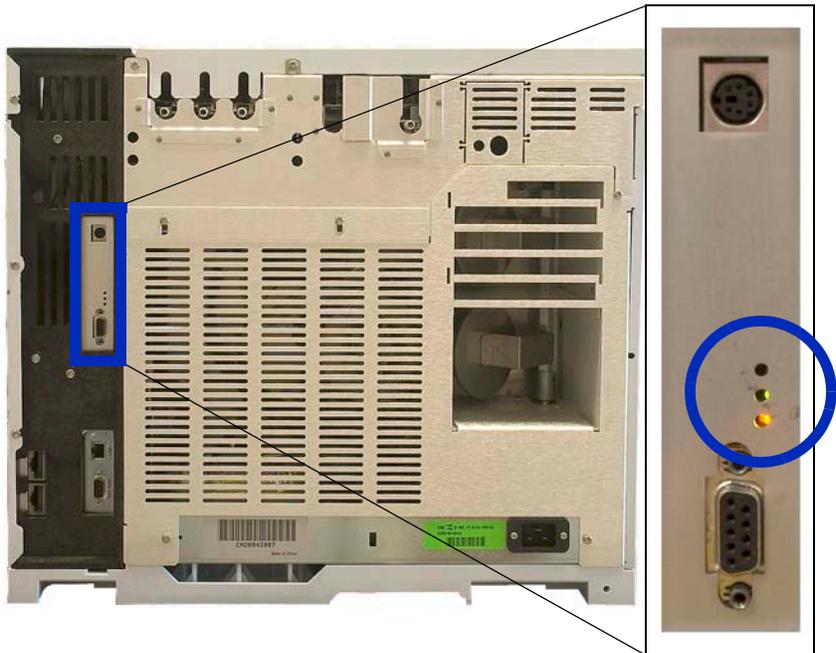
Se il test ping non è stato concluso con successo, procedere come segue:

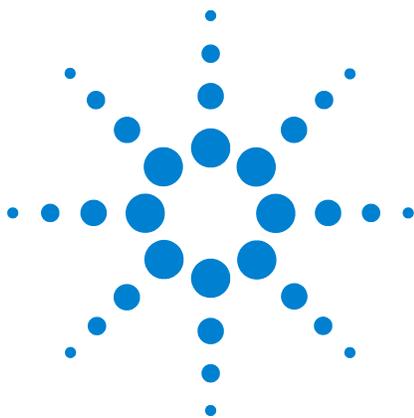
- Controllare la connessione LAN.
- Verificare l'indirizzo IP, la maschera di sottorete e gli indirizzi gateway.
- Controllare se altri software sono connessi al GC. Ad esempio, solo un tastierino del software per volta può essere collegato al GC. I sistemi dati di Agilent non consentono la connessione di altri sistemi dati.

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

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

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





7 Controllo di eventuali perdite

Consigli per il controllo di eventuali perdite 82

Verifica delle perdite esterne 83

Verifica delle perdite del GC 84

Verifica di perdite nell'iniettore 85

Consigli per il controllo di eventuali perdite

Per verificare l'eventuale presenza di perdite, considerare il sistema come composto da due parti: punti di perdita esterni e punti di perdita del GC.

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

AVVERTENZA

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

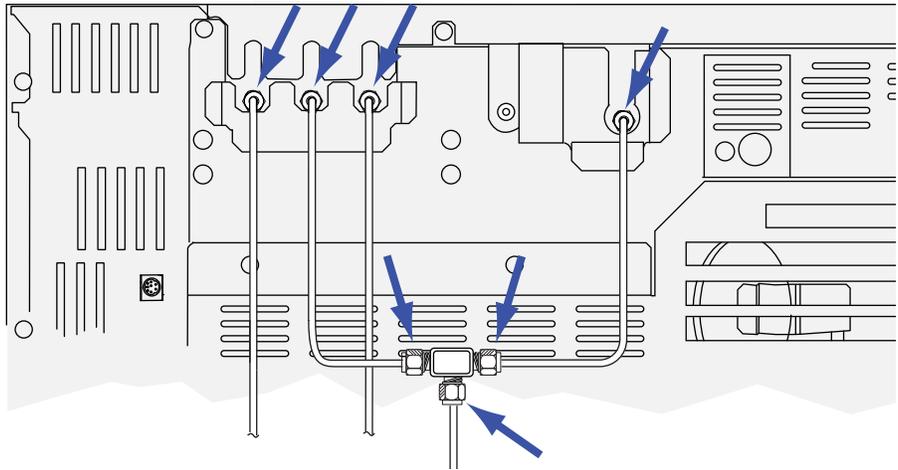
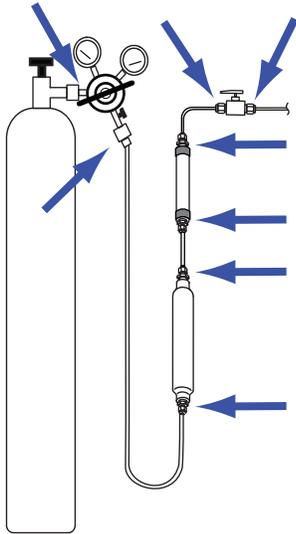
AVVERTENZA

Possono essere presenti gas campione nocivi.

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

Verifica delle perdite esterne

Verificare l'eventuale presenza di perdite in queste connessioni:



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

Eeguire un test di calo pressione.

- 1 Spegnere il GC.
- 2 Impostare la pressione del regolatore su 415 kPa (60 psi).
- 3 Girare completamente in senso antiorario la manopola che regola la pressione per chiudere la valvola.
- 4 Attendere 5 minuti. Se si verifica un calo misurabile della pressione, è presente una perdita nelle connessioni esterne. L'assenza di un calo di pressione indica che le connessioni esterne non presentano perdite.

Verifica delle perdite del GC

Verificare l'eventuale presenza di perdite in queste connessioni:

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

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

Verifica di perdite nell'iniettore

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

Tale controllo rileva le perdite su:

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

Per eseguire il controllo:

- 1 Sul tastierino del GC, premere [**Service Mode**], scorrere fino a **Front inlet leak check** o **Back inlet leak check**, quindi premere [**Enter**].
- 2 Sarà visualizzato un testo simile al seguente [Figura 3](#):

Figura 3 Esempio di controllo della perdite nell'iniettore anteriore. Si presume che sia già stato eseguito un test. (Scorrere per leggere tutte le righe del testo.)

- 3 Verificare che il valore in **Test pressure** sia accettabile. Il valore predefinito di 10 psi è generalmente ideale. Altrimenti, inserire un valore diverso per la pressione dell'iniettore.
 - Usare lo stesso valore per lo stesso hardware con risultati che si ripetono.
 - Inserire una pressione di verifica superiore se si utilizza una colonna che crea una contropressione alta.
- 4 Scorrere fino a **Test Inlet** e premere [**On/Yes**].
- 5 Dopo poco, il controllo si stabilizza.

- Il valore in **TotalFlow** indica il numero totale di flussi del gas di trasporto all'interno dell'iniettore. Il valore in **Col** indica il flusso all'interno della colonna.
 - La velocità di perdita approssimativa è espressa in **TotalFlow – Col**, in mL/min.
 - L'iniettore non presenta perdite se il valore in **Col** si avvicina al valore **TotalFlow**.
- 6 Nel frattempo, stringere i raccordi, sostituire il setto, cambiare la guarnizione O-ring. Se la perdita viene risolta con la riparazione, il valore in **Col** diminuisce avvicinandosi al *valore in TotalFlow*.

NOTA

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

Impostazione dei limiti di attenzione per un controllo delle perdite

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

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

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

- 1 Se si considera l'iniettore privo di perdite, eseguire la verifica. (Supporre che sia privo di perdite se i valori in **TotalFlow** e **Col** sono simili e i risultati cromatografici del GC sono soddisfacenti.)
- 2 Annotare il risultato in **TotalFlow**.
- 3 Scorrere fino a **Warning if pressure check** o **Fault if pressure check**.
- 4 Immettere un limite utilizzando il tastierino, quindi premere [**Enter**].
 - Selezionare una velocità del flusso superiore al valore in TotalFlow accettabile. Sarebbe bene inserire un valore corretto rispetto ai problemi cromatografici rilevati.

- I limiti di attenzione e guasto possono essere diversi: attenzione per un valore limite più basso e guasto per un valore limite più alto.

- 5 Se necessario ripetere **Fault if pressure check**.
- 6 Il test è stato configurato.
- 7 Rieseguire il test periodicamente. Quando il test non viene superato, risolvere le perdite.

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

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

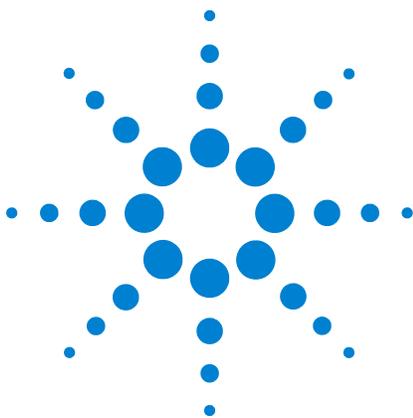
Disattivazione di un limite di attenzione per il controllo della perdita nell'iniettore:

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

AVVERTENZA

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

7 Controllo di eventuali perdite



8 Operazioni di risoluzione dei problemi

- Misurazione del flusso di una colonna 90
- Misurazione del flusso di scarico di uno split o di spurgo di un setto 94
- Misurazione del flusso di un rivelatore 95
- Autotest del GC 100
- Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di scarico dello split 101
- Controllo della trappola dell'iniettore 104
- Regolazione dell'offset di accensione del FID 106
- Verifica dell'accensione della fiamma del FID 107
- Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione 108
- Misurazione della corrente di dispersione del FID 109
- Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID 110
- Misurazione della corrente di dispersione di NPD 111
- Verifica dell'accensione dell'elemento attivo dell'NPD 112
- Stato di pronto del dispositivo ignorato 113



Misurazione del flusso di una colonna

Misurazione del flusso della colonna di FID, TCD, euECD

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

AVVERTENZA

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

AVVERTENZA

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

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

NOTA

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

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



Per il FID viene fornito un adattatore a parte (19301-60660). Inserire l'adattatore nello scarico del rivelatore, il più a fondo possibile. Quando la guarnizione

O-ring dell'adattatore viene spinta nello scarico del rivelatore, si incontra resistenza. Ruotare e spingere l'adattatore durante l'inserimento per garantire una buona tenuta.



- 5 Collegare il flussometro all'adattatore per flussometro per misurare le velocità di flusso.

Misurazione del flusso della colonna NPD

1 Predisporre i seguenti elementi:

- Adattatore per flussometro NPD (G1534-60640)



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

2 Impostare la tensione dell'elemento attivo su 0,0 V.

3 Raffreddare il rivelatore NPD fino a 100 °C.

AVVERTENZA

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

4 **Rimuovere l'elemento attivo** e riporlo in un luogo sicuro fino alla reinstallazione.

5 Inserire l'adattatore per flussometro NPD nel collettore NPD.

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



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

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

AVVERTENZA

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

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

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

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



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

Misurazione del flusso di un rivelatore

Misurazione dei flussi di FID, TCD, e uECD

AVVERTENZA

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

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

ATTENZIONE

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

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

NOTA

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

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

8 Operazioni di risoluzione dei problemi

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



7 Collegare il flussometro all'adattatore del flussometro.

- 8 Misurare la velocità di flusso reale di ciascun gas, uno alla volta.

Misurazione dei flussi NPD

1 Predisporre i seguenti elementi:

- Adattatore per flussometro NPD (G1534-60640)



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

2 Impostare la tensione dell'elemento attivo su 0,0 V.

3 Raffreddare il rivelatore NPD fino a 100 °C.

AVVERTENZA

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

4 **Rimuovere l'elemento attivo** e riporlo in un luogo sicuro fino alla reinstallazione.

5 Inserire l'adattatore per flussometro NPD nel collettore NPD.

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



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

Autotest del GC

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

Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di scarico dello split

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

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

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

- Liner installato
- Velocità di flusso utilizzata

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

Il test controlla:

- Strozzamento nel liner
- Contaminazioni sul dispositivo di tenuta d'oro (solo sull'iniettore split/splitless)
- Strozzamenti nella linea di scarico dello split, ad esempio contaminazione di condensa del campione nella linea e nella trappola dello scarico dello split

Il test può essere utilizzato anche per verificare l'utilizzo dell'hardware installato. Per avviare il test, utilizzare i valori di regolazione del metodo e l'hardware. Se la pressione misurata si avvicina a quella richiesta per la mandata di colonna significa che anche il minimo strozzamento nella linea dello scarico dello split potrebbe interrompere il funzionamento del GC. Si può quindi scegliere se installare un liner differente oppure regolare il metodo (con i liner splitless, provare innanzitutto a reinstallare il liner. I liner

splitless creano una contropressione superiore rispetto a quelli split. Pertanto un semplice cambio di orientamento può fare la differenza con le basse pressioni).

Impostazione di un limite di attenzione per il controllo della trappola dell'iniettore:

Utilizzare il controllo della trappola dell'iniettore per monitorare la trappola dello scarico dello split:

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

Utilizzare il GC come d'abitudine. Rieseguire periodicamente il controllo della trappola dell'iniettore. Potrebbe essere necessario modificare la trappola dello scarico dello split se:

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

Controllare la trappola dell'iniettore e prendere nota della pressione. Sostituire la trappola dello scarico dello split.

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

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

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

Per impostare il limite di attenzione:

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

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

Il test è stato configurato.

- 6 Rieseguire il test periodicamente. Se non si riesce ad eseguire il test, sostituire la trappola dello scarico dello split.

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

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

Disattivazione di un limite di attenzione per il controllo della trappola dell'iniettore:

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

Controllo della trappola dell'iniettore

Dalla tastierino del software (telecomando):

- 1 Premere [**Service Mode**], scorrere fino a **Front inlet trap check** oppure **Back inlet trap check**, quindi premere [**Enter**]. Sarà visualizzato un testo simile al seguente [Figura 4](#):

```

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

```

- Figura 4** Esempio di controllo della trappola dell'iniettore anteriore. Si presume che sia già stato eseguito un test. Scorrere per leggere tutte le righe del testo.

- 2 Scorrere fino a **Test flow rate** e immettere la velocità del flusso. Per questo test si utilizza generalmente una velocità di 400 mL/min. Si possono tuttavia scegliere altri valori più appropriati al caso.
- 3 Scorrere fino a **Test Inlet** e premere [**On/Yes**] per avviare il test.
- 4 Attendere che la pressione si stabilizzi. A questo punto la riga **Test Inlet** visualizzata cambia in **Test pressure OK x.xx**. x.xx indica la pressione corrente.

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

- 5 Controllare il valore alla riga **Inlet Pressure**. Se la pressione misurata supera i limiti stabiliti, il GC risponderà di conseguenza. Vedere [“Controllo o monitoraggio della contropressione della linea di scarico dello split”](#).

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

Se la pressione su un sistema esente da errori rientra negli intervalli, ma è prossima alla pressione operativa del metodo, valutare l'ipotesi di apportare modifica

all'hardware o al metodo. Vedere anche [Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split](#).

6 Per interrompere il test, premere [**Off/No**].

NOTA

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

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

Regolazione dell'offset di accensione del FID

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

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

Verifica dell'accensione della fiamma del FID

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

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

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

AVVERTENZA

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

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

Misurazione della corrente di dispersione del FID

- 1 Caricare il metodo analitico.
 - Controllare che i flussi siano adatti all'accensione.
 - Riscaldare il rivelatore fino alla temperatura di funzionamento oppure a 300 °C.
- 2 Spegnerne la fiamma del FID.
- 3 Controllare che l'elettrometro del FID sia acceso.
- 4 Premere **[Front Det]** o **[Back Det]**, quindi scorrere fino a **Output**.
- 5 Controllare che l'uscita sia stabile e < 1,0 pA.

Se l'uscita è instabile o > 1,0 pA, spegnere il GC e controllare che le parti superiori del FID siano state montate correttamente e non siano state contaminate. Se la contaminazione è limitata al rivelatore, [degassare il FID](#).

- 6 Accendere la fiamma.

Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID

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

Misurazione della corrente di dispersione di NPD

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

Verifica dell'accensione dell'elemento attivo dell'NPD

AVVERTENZA

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

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

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

AVVERTENZA

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

Stato di pronto del dispositivo ignorato

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

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

Per ignorare lo stato di un dispositivo:

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

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

ATTENZIONE

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

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

8 Operazioni di risoluzione dei problemi

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