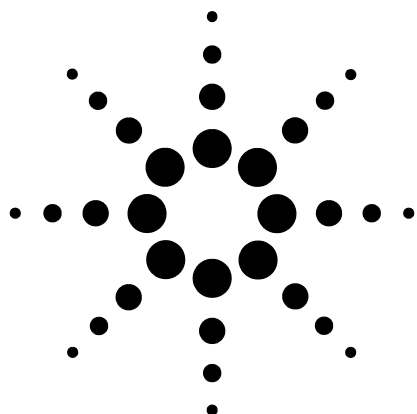




Agilent 7890A Gascromatografo

Risoluzione dei problemi



Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2009

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

G3430-94014

Edizione

Terza edizione, aprile 2009
Seconda edizione, maggio 2008
Prima edizione, Marzo 2007

Stampato negli USA

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610 USA

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

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite "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

ATTENZIONE

La dicitura **ATTENZIONE** indica la presenza di condizioni di rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguita correttamente o attenendosi scrupolosamente alle istruzioni, potrebbe 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.

AVVERTENZA

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.

Sommario

1 Principi e attività generali

Principi	10
Risoluzione dei problemi sulla base di questo manuale	10
Il tasto [Status]	10
Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati	11
Configurazione della colonna	11
Configurazione del campionatore automatico per liquidi	11
Configurazione del gas	11
Visualizzazione del log dell'analisi, del log di manutenzione e del log degli eventi	12
Informazioni da reperire prima di chiamare Agilent per ricevere assistenza	13

2 Sintomi dell'ALS e del rivelatore

Errori dello stantuffo	16
Fiala non gestita correttamente dall'ALS	17
L'ago della siringa si piega durante l'iniezione nell'iniettore	18
Il FID non si accende	19
L'accenditore del FID non diviene incandescente durante la sequenza di accensione	20
Corrosione del collettore del FID e della candela a incandescenza dell'accenditore	21
L'FDP non si accende	22
Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona	23

3 Sintomi cromatografici

Tempi di ritenzione non ripetibili	26
Aree di picco non ripetibili	27
Contaminazione o carry over	28
Isolamento della fonte	28

Verifica di possibili cause-tutte le combinazioni di iniettore e rivelatore	28
Picchi maggiori del previsto	30
Picchi non visualizzati/nessun picco	31
Tabella 1. Risoluzione dei problemi del rivelatore	31
Aumento della linea di base durante il programma di temperatura del forno	32
Risoluzione di picco insufficiente	33
Picchi anomali	34
NPD	34
Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente	35
Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di split senza rivelatore	35
Per qualsiasi iniettore che funziona nella modalità di splitless con qualsiasi rivelatore	35
Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti	36
Anticipo dei picchi	37
Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base	38
Linea di base rumorosa	38
Tremolio e deriva della linea di base	39
Picchi della linea di base	40
Figura 1. Picchi ciclici	40
Figura 2. Picchi casuali	40
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	44
La fiamma dell'FPD si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla	45
Emissione dell'FPD troppo alta o troppo bassa	46
Aree di picco basse sull'FPD	47
Ampiezza del picco grande sull'FPD a mezza altezza	48
Emissione iniziale sull'FPD alta, > 20 pA	49
Spegnimento del solvente dell'NPD	50
Risposta dell'NDP bassa	51
Emissione iniziale dell'NPD > 8 milioni	52

Il processo di regolazione dello scarto dell'NPD non funziona correttamente 53

Selettività ridotta dell'NPD 54

Picchi negativi osservati con il TCD 55

La linea di base del TCD ha attutito i picchi di uscita del rumore sinusoidale (linea di base che risuona) 56

I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo 57

4 GC non pronto - Sintomi

GC costantemente "Non pronto" 60

Flusso costantemente "Non pronto" 61

La temperatura del forno non si raffredda/si raffredda molto lentamente 62

Il forno non si riscalda 63

Temperatura costantemente "Non pronta" 64

Impossibile impostare un flusso o una pressione 65

Un gas non raggiunge il valore di regolazione di flusso o pressione 66

Un gas supera il valore di regolazione di flusso o pressione 67

La pressione o il flusso dell'iniettore sono soggetti a fluttuazioni 68

Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split 69

Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato 70

Il FID non si accende 71

L'accenditore del FID non diventa incandescente durante la sequenza di accensione 72

Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona 73

L'FDP non si accende 74

5 Sintomi di arresto

Arresti di colonna 76

Arresti dell'idrogeno 77

Arresto termico 79

6 Sintomi di accensione e di comunicazione del GC

Il GC non si accende 82

Il GC si accende, ma si spegne in fase di avvio (durante l'autotest) 83

Il PC non riesce a comunicare con il GC 84

7 Controllo di eventuali perdite

Consigli per il controllo di eventuali perdite 86

Verifica delle perdite esterne 87

Verifica delle perdite del GC 89

Perdite in raccordi capillari per flusso (microfluidici) 90

8 Operazioni di risoluzione dei problemi

Misurazione del flusso di una colonna 92

Misurazione del flusso della colonna di FID, TCD, uECD e FPD 92

Misurazione del flusso della colonna NPD 94

Misurazione del flusso di scarico di uno split o di spurgo di un setto 96

Misurazione del flusso di un rivelatore 98

Misurazione dei flussi di FID, TCD, uECD e FPD 98

Misurazione dei flussi NPD 100

Eeguire l'autotest del GC 102

Regolazione dell'offset di accensione del FID 103

Verifica dell'accensione della fiamma del FID 104

Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione 105

Misurazione della corrente di dispersione del FID 106

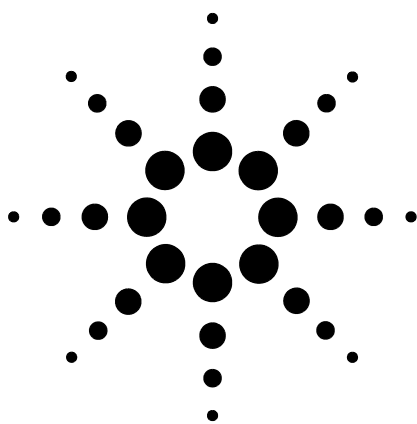
Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID 107

Misurazione della corrente di dispersione di NPD 108

Verifica dell'accensione dell'elemento attivo dell'NPD 109

Verifica dell'accensione della fiamma di FPD 110

Regolazione dell'offset di accensione di FPD 111



1

Principi e attività generali

Principi 10

Elementi configurabili da mantenere sempre aggiornati 11

Visualizzazione del log dell'analisi, del log di manutenzione e del log degli eventi 12

Informazioni da reperire prima di chiamare Agilent per ricevere assistenza 13



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.

Il tasto [Status]

Assicurarsi di utilizzare i tasti **[Status]** e **[Info]** sul tastierino del GC 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.

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 la posizione dell'iniettore, le dimensioni della siringa installata e l'utilizzo delle bottiglie di solvente e di scarico.

Configurazione del gas

AVVERTENZA

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

Riconfigurare il GC ogni volta che viene modificato il tipo di gas. Se il GC è configurato su un gas diverso da quello effettivamente introdotto, risulteranno 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 dell'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 **Run Log** si accende.

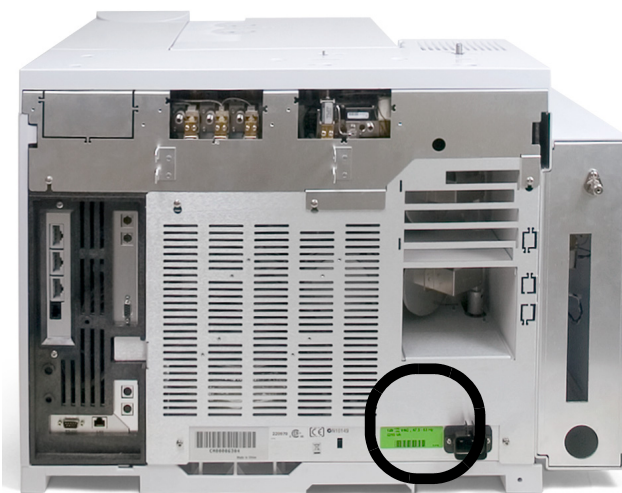
Log di manutenzione Il log di manutenzione contiene una voce per ogni volta che viene raggiunto, ripristinato o modificato il limite Early Maintenance Feedback. Il log registra dettagli come l'elemento del contatore, il valore del contatore, il nuovo valore del contatore e se il contatore è stato ripristinato (il che indica una sostituzione di un pezzo). Quando il log di manutenzione è pieno, il GC sovrascrive gli inserimenti, a cominciare dal più vecchio.

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 ricevere assistenza

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

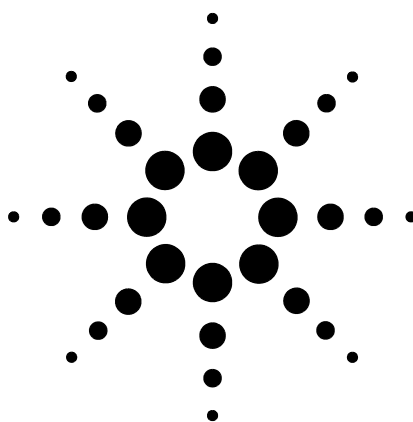
- Sintomi
- Descrizione del problema
- Hardware installato e parametri/configurazione quando si è verificato l'errore (campione, tipo di gas erogato, velocità del flusso di gas, rivelatori/iniettori installati e così via)
- Qualsiasi messaggio che compaia sul display del GC
- Risultati di qualsiasi test di diagnostica eseguito
- Dettagli relativi allo strumento. Reperire le informazioni seguenti:
 - Il numero di serie del GC è reperibile anche su un'etichetta posta sotto la tastiera 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)



- Configurazione del forno (riscaldamento rapido o lento)
- 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.

1 Principi e attività generali



2

Sintomi dell'ALS e del rivelatore

Errori dello stantuffo	16
Fiala non gestita correttamente dall'ALS	17
L'ago della siringa si piega durante l'iniezione nell'iniettore	18
Il FID non si accende	19
L'FDP non si accende	22
Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona	23



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.

Fiala non gestita correttamente dall'ALS

Per ulteriori informazioni consultare la documentazione sul funzionamento del campionatore.

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

- Verificare la presenza di pieghe o increspature nel tappo ermetico, soprattutto vicino al collo della fiala del campione.
- Utilizzare fiale per campioni consigliate da Agilent.
- Verificare le etichette dei campioni (se applicabile).
 - Verificare che siano delle dimensioni corrette.
 - Verificare che le etichette non interferiscano con il sistema di presa.
- Controllare che i rack di fiale del vassoio siano puliti e fissati alla base del vassoio.

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:

7683B Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance

7693A Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance

- 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.
- Se si utilizza un iniettore on-column a freddo, verificare che sia installato il pezzo corretto per la siringa.
- Assicurarsi di utilizzare la siringa corretta. La lunghezza complessiva del cilindro della siringa e dell'ago dovrebbe essere approssimativamente pari a 126,5 mm.

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

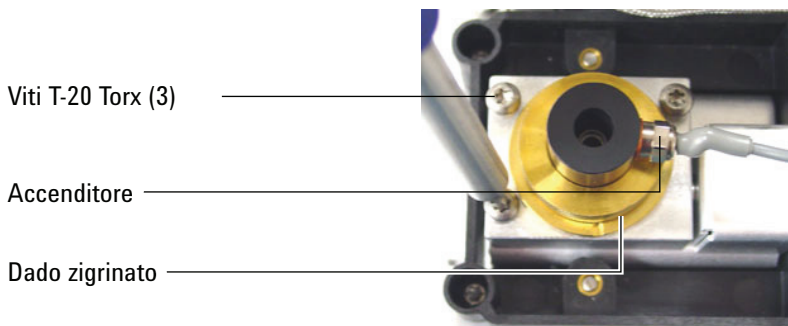
Durante questa operazione, tenere tutte le parti del corpo a distanza di sicurezza dal camino del FID. Se si utilizza l'idrogeno, la fiamma del FID non sarà visibile.

- 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 $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Agilent raccomanda di utilizzare il FID a $\geq 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- L'accenditore non istituisce 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 candela a incandescenza dell'accenditore per verificare l'eventuale corrosione durante la manutenzione del FID.

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

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

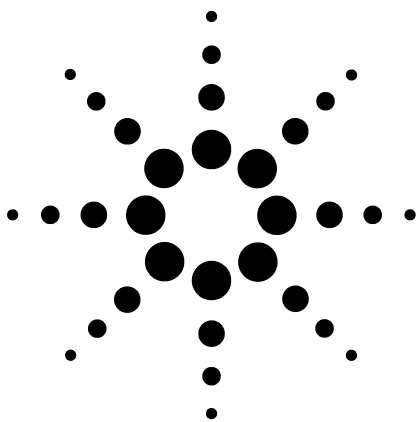
L'FDP non si accende

- Assicurarsi che la temperatura dell'FPD sia sufficientemente alta per l'accensione ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Verificare i flussi dell'FDP e assicurarsi che corrispondano al tipo di filtro installato nell'FPD.
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere Misurazione del flusso di un rivelatore).
- È possibile che la colonna sia installata troppo in alto nel rivelatore.
- Verificare il funzionamento dell'accenditore dell'FPD (vedere Verifica dell'accensione della fiamma del FID).
- Verificare la velocità di flusso della colonna e la configurazione.
- Assicurarsi che la condensa nel tubo di scarico non refluisca nel rivelatore. Il tubo di scarico flessibile in plastica deve andare dal rivelatore a un contenitore, senza insellamenti, in modo da scaricare correttamente la condensa d'acqua. Tenere l'estremità del tubo aperta fuori dall'acqua nel contenitore.
- Verificare il valore **Lit offset**. Il valore tipico di **Lit offset** è 2,0.
- Verificare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema (vedere Verificare la presenza di eventuali perdite).

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

- Verificare se l'ugello è collegato
- 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 Verificare la presenza di eventuali perdite).
- Impostare il tempo di equilibratura su 0,0.

2 Sintomi dell'ALS e del rivelatore



3

Sintomi cromatografici

Tempi di ritenzione non ripetibili	26
Aree di picco non ripetibili	27
Contaminazione o carry over	28
Picchi maggiori del previsto	30
Picchi non visualizzati/nessun picco	31
Aumento della linea di base durante il programma di temperatura del forno	32
Risoluzione di picco insufficiente	33
Picchi anomali	34
Punto di ebollizione di picco o discriminazione del peso molecolare insufficiente	35
Decomposizione del campione nell'iniettore/picchi mancanti	36
Anticipo dei picchi	37
Rivelatore rumoroso, compresi tremolio, deriva e picchi della linea di base	38
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	44
La fiamma dell'FPD si spegne durante un'analisi e i tentativi di riaccenderla	45
Emissione dell'FPD troppo alta o troppo bassa	46
Aree di picco basse sull'FPD	47
Ampiezza del picco grande sull'FPD a mezza altezza	48
Emissione iniziale sull'FPD alta, > 20 pA	49
Spegnimento del solvente dell'NPD	50
Risposta dell'NDP bassa	51
Emissione iniziale dell'NPD > 8 milioni	52
Il processo di regolazione dello scarto dell'NPD non funziona correttamente	53
Selettività ridotta dell'NPD	54
Picchi negativi osservati con il TCD	55
La linea di base del TCD ha attutito i picchi di uscita del rumore sinusoidale (linea di base che risuona)	56
I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo	57



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 (vedere Selezionare il liner dell'iniettore corretto).
- 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 ALS (vedere la sezione relativa alla risoluzione dei problemi del manuale 7683B Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance e 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

- 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.
- 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 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 sospetta una contaminazione nell'iniettore, nella colonna o nel rivelatore, eseguire la procedura di degassificazione.

- Verificare che la temperatura del programma del forno e il tempo siano sufficienti per i campioni che si stanno iniettando.
- 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.
- Installare un sistema di inversione del flusso della colonna Agilent.

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/il vassoio siano caricati correttamente e che le iniezioni non provengano da fiale fuori sequenza.
 - Controllare che il campione venga aspirato nella siringa.
- Verificare che il rivelatore in uso sia assegnato a un segnale.
- Controllare la corretta installazione della colonna.
- Controllare che la colonna non sia 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, FPD	• Verificare che l'elettrometro sia acceso. • Verificare che la fiamma sia ancora accesa.
TCD	• Verificare che il filamento sia acceso. • Assicurarsi che il gas di riferimento non sia impostato su zero.

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.

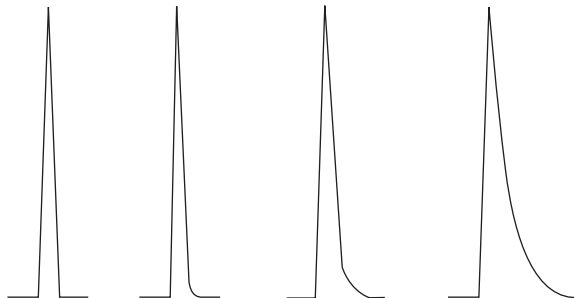
Risoluzione di picco insufficiente

- 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.

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 a SS, MMI, PTV e VI.

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

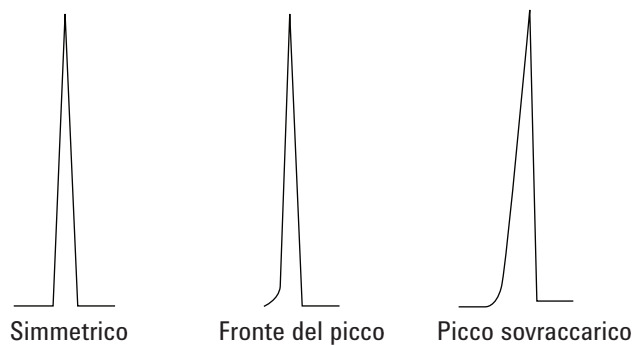
- Verificare se l'iniettore presenta perdite (vedere "Controllo di eventuali perdite").
- Verificare il tipo di liner.
- Verificare che la temperatura iniziale del forno sia inferiore al punto di ebollizione del solvente.
- Verificare la colonna tagliata e l'installazione nell'iniettore. Vedere l'argomento relativo a SS, MMI, PTV e VI.
- 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 (iniettori SS, PP, MMI e PTV).
- 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 multimodale
 - Degassare i contaminanti dall'iniettore per impaccate
 - Degassare i contaminanti dall'iniettore COC
 - Degassare i contaminanti dall'iniettore PTV
 - Degassare i contaminanti dall'iniettore VI

Anticipo dei picchi

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



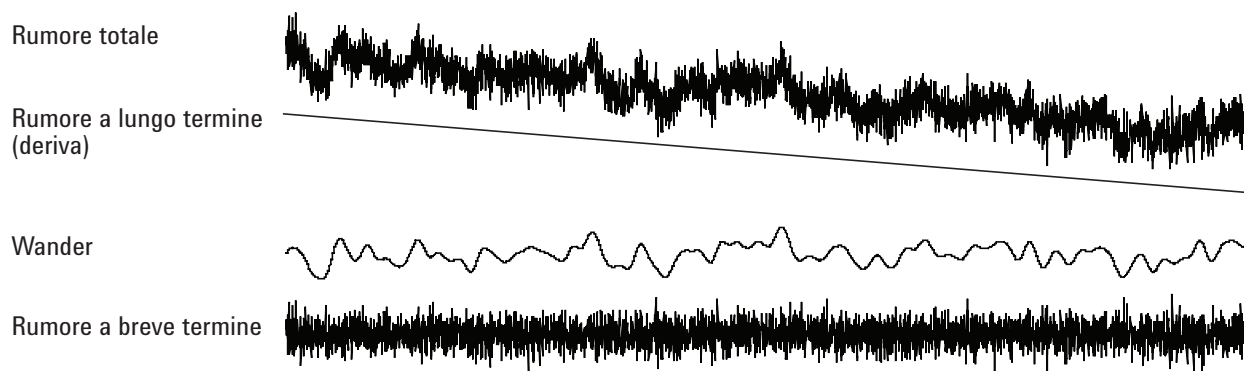
Se si verificano l'anticipo o il sovraccarico, provare quanto segue:

- 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 FID, vedere Misurazione della corrente di dispersione di NPD.
- Per il TCD, verificare la raccolta di dati su ≤ 5 Hz.

Se il rumore appare all'improvviso su una 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 MMI
- Degassare i contaminanti dall'iniettore per impaccate
- Degassare i contaminanti dall'iniettore COC
- Degassare i contaminanti dall'iniettore PTV
- Degassare i contaminanti dall'iniettore VI
- 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:

- Verificare se il rivelatore presenta contaminazione.
- Verificare se la colonna e l'iniettore presentano contaminazione.
- Verificare se l'ugello del FID o dell'NPD presenta contaminazione.
- Verificare che il tubo fotomoltiplicatore (PMT) dell'FPD sia correttamente installato. In caso contrario, la luce fuoriesce e in un'ultima analisi ne deriva rumore.

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.

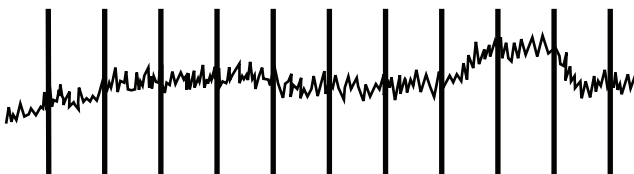


Figura 1 Picchi ciclici

I picchi ciclici possono essere causati da:

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

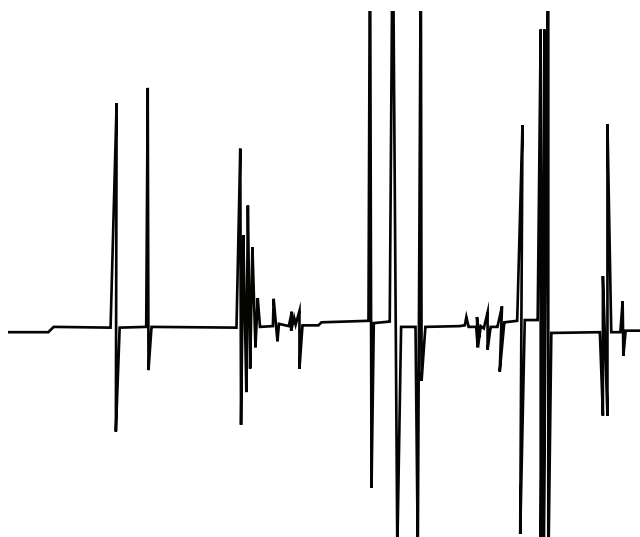


Figura 2 Picchi casuali

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.
- 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 perdite (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 si utilizza un FID:

- Verificare che sia installato l'ugello corretto.
- 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.
- Pulire l'adattatore di makup del gas.

Se si utilizza un NPD:

- Verificare se il rivelatore è contaminato.
- Sostituire gli isolanti in ceramica.

3 Sintomi cromatografici

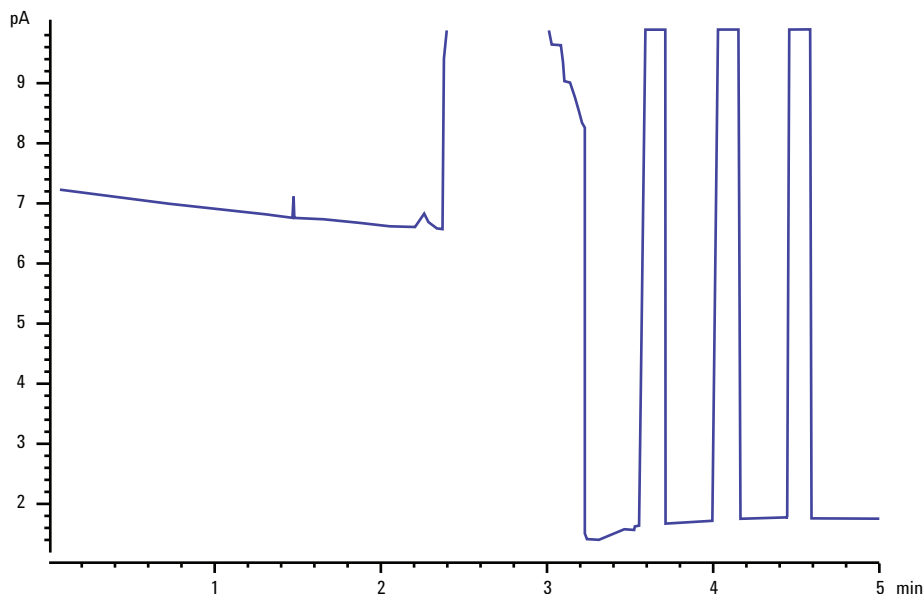
- Sostituire l'elemento attivo.

Se si utilizza un FPD:

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

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").
- 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.
- Controllare che la corrente di dispersione del FID sia < 2,0 pA (vedere "Misurazione della corrente di dispersione del FID").

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

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

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

Se la fiamma del FPD si spegne e quindi si riaccende, procedere come segue:

- Verificare che l'impostazione **Lit offset** sia inferiore alla normale linea di base.
- Verificare la presenza di perdite (vedere "Controllo di eventuali perdite").
- Controllare le impostazioni del flusso, quindi misurare i flussi del rivelatore effettivi (vedere "Misurazione del flusso di un rivelatore").

Emissione dell'FPD troppo alta o troppo bassa

- Verificare che venga usato il filtro corretto. Non utilizzare in filtro al fosforo con flussi ottimizzati per lo zolfo o un filtro allo zolfo con flussi ottimizzati per il fosforo.
- Verificare la posizione della colonna installata nel rivelatore.
- Verificare la purezza del gas.

Aree di picco basse sull'FPD

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

Ampiezza del picco grande sull'FPD a mezza altezza

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

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

Emissione iniziale sull'FPD alta, > 20 pA

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

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.
- Implementare una soluzione di scarico del solvente Dean's switch di Agilent.

Risposta dell'NDP bassa

- Eseguire la manutenzione completa dell'iniettore: sostituire tutti i materiali di consumo e lasciare degassare l'iniettore.
- Eseguire la manutenzione della colonna: degassare i contaminanti 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.
- Controllare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema, soprattutto sul raccordo della colonna (vedere Verificare la presenza di eventuali perdite).
- Impostare il tempo di equilibratura su 0,0.

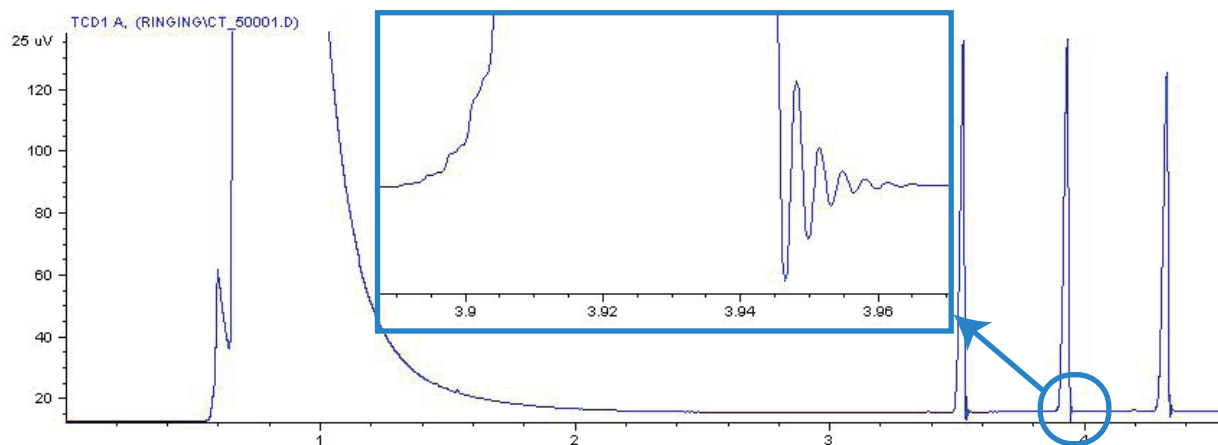
Selettività ridotta dell'NPD

- 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

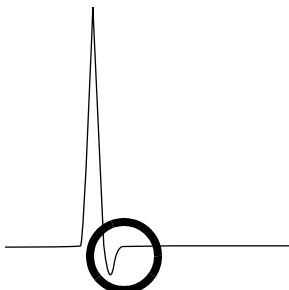
- Verificare che venga usato il tipo di gas corretto.
- Verificare se il sistema presenta perdite, soprattutto sul raccordo della colonna del rivelatore (vedere "Verificare la presenza di eventuali perdite").
- Considerare la sensibilità agli analiti.
- Controllare le impostazioni del flusso, quindi 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)



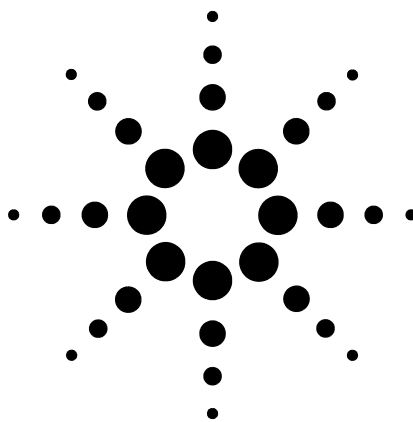
Nel sistema di dati è stata selezionata la velocità di dati sbagliata. Per il TCD, la velocità di dati dovrebbe essere ≤ 5 Hz.

I picchi del TCD hanno un calo negativo in fondo



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

3 Sintomi cromatografici



4 GC non pronto - Sintomi

- GC costantemente "Non pronto" 60
- Flusso costantemente "Non pronto" 61
- La temperatura del forno non si raffredda/si raffredda molto lentamente 62
- Il forno non si riscalda 63
- Temperatura costantemente "Non pronta" 64
- Impossibile impostare un flusso o una pressione 65
- Un gas non raggiunge il valore di regolazione di flusso o pressione 66
- Un gas supera il valore di regolazione di flusso o pressione 67
- La pressione o il flusso dell'iniettore sono soggetti a fluttuazioni 68
- Impossibile mantenere una pressione bassa quanto il valore di regolazione su un iniettore split 69
- Il flusso della colonna misurato non corrisponde al flusso visualizzato 70
- Il FID non si accende 71
- L'accenditore del FID non diventa incandescente durante la sequenza di accensione 72
- Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona 73
- L'FDP non si accende 74

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 7890A 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 "Verificare la presenza di eventuali perdite").

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

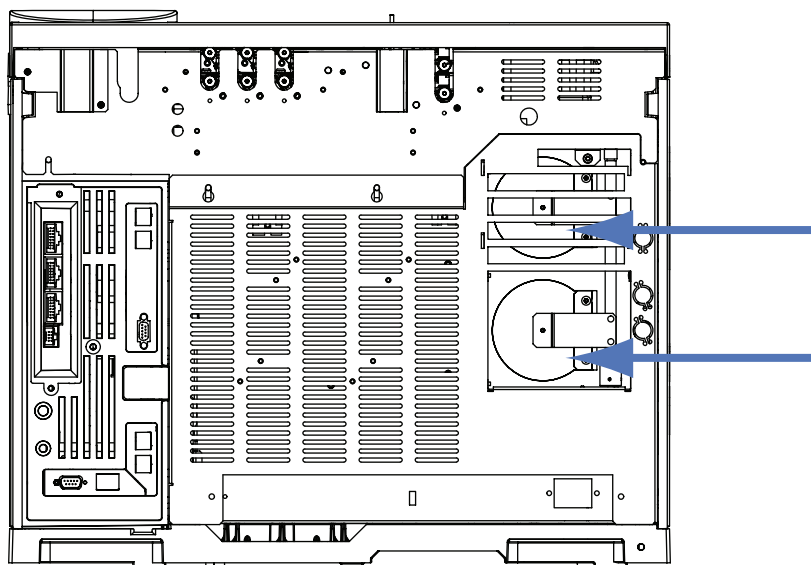
Se il forno non si raffredda o si raffredda molto lentamente:

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.



Se si utilizza un sistema criogenico:

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

Il forno non si riscalda

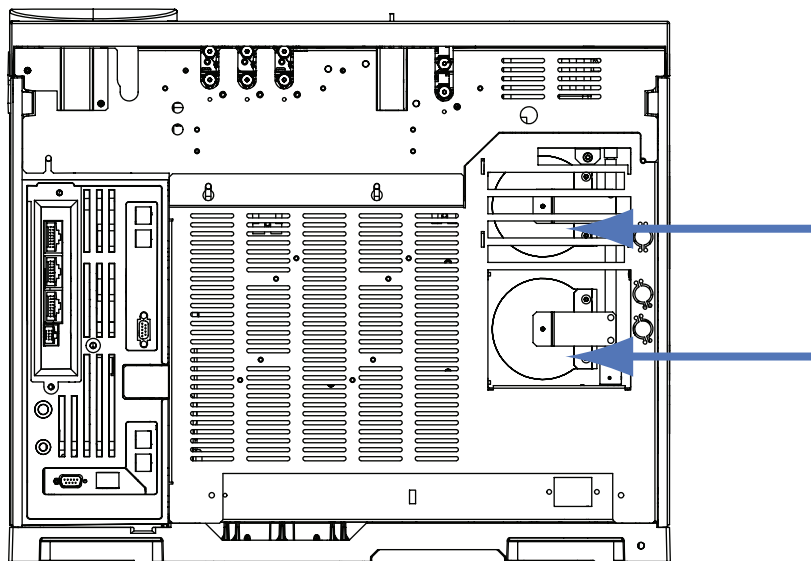
- Premere **[Status]** per verificare eventuali errori da riferire ad Agilent.

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.
- Se si utilizza un iniettore on-column a freddo con CryoBlast o PTV o MMI:
 - Controllare il livello del refrigerante criogenico.
 - Verificare che i limiti operativi non siano stati superati.

Impossibile impostare un flusso o una pressione

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

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

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

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

Un gas non raggiunge il valore di 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 perdite (vedere "Verificare la presenza 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 , MMI, PTV, o interfaccia volatili:

- 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, MMI, PTV, o interfaccia volatili:

- Ridurre il rapporto di splittaggio.
- Sostituire la valvola di scarico dello split.
- Verificare che sia selezionato il liner corretto (per iniettori split/splitless, MMI e PTV).
- Controllare che il dispositivo di tenuta d'oro non presenti contaminazioni (per iniettori split/splitless).

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 perdite (vedere "Verificare la presenza 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.
- Controllare l'eventuale presenza di uno strozzamento nello sfiato, nello spurgo e nella trappola e in eventuali altri dispositivi esterni per il campionamento.

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 il lo scarto 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 i 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

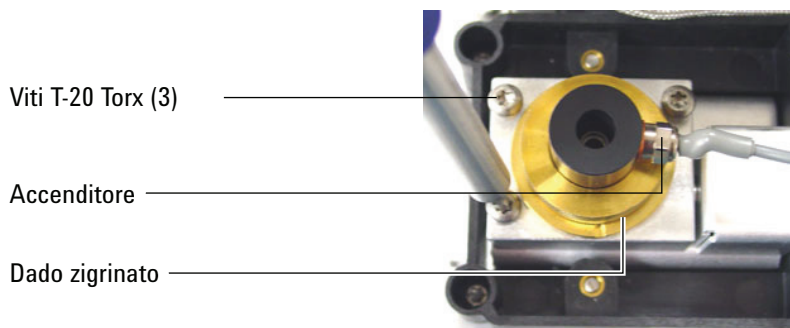
Durante questa operazione, tenere tutte le parti del corpo a distanza di sicurezza dal camino del FID. Se si utilizza l'idrogeno, la fiamma del FID non sarà visibile.

- 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 $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Agilent raccomanda di utilizzare il FID a $\geq 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- L'accenditore non istituisce 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 in posizione il gruppo dell'involucro del FID deve essere serrato.

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

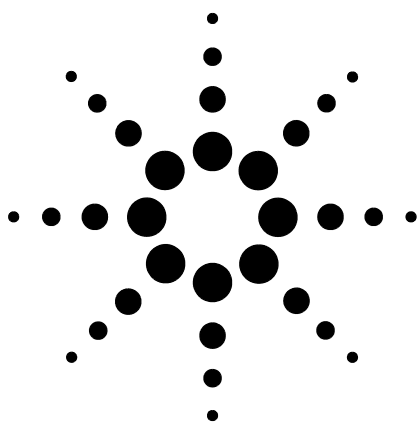


Il processo di regolazione dello scarto per l'NPD non funziona

- 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.
- Controllare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema, soprattutto sul raccordo della colonna (vedere Verificare la presenza di eventuali perdite).
- Impostare il tempo di equilibratura su 0,0.

L'FDP non si accende

- Assicurarsi che la temperatura dell'FPD sia sufficientemente alta per l'accensione ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Verificare i flussi dell'FDP e assicurarsi che corrispondano al tipo di filtro installato nell'FPD.
- Misurare i flussi effettivi del rivelatore (vedere Misurazione del flusso di un rivelatore).
- È possibile che la colonna sia installata troppo in alto nel rivelatore.
- Verificare il funzionamento dell'accenditore dell'FPD (vedere Verifica dell'accensione della fiamma del FID).
- Verificare la velocità di flusso della colonna e la configurazione.
- Assicurarsi che la condensa nel tubo di scarico non refluisca nel rivelatore. Il tubo di scarico flessibile in plastica deve andare dal rivelatore a un contenitore, senza insellamenti, in modo da scaricare correttamente la condensa d'acqua. Tenere l'estremità del tubo aperta fuori dall'acqua nel contenitore.
- Verificare il valore **Lit offset**. Il valore tipico di **Lit offset** è 2,0.
- Verificare con attenzione la presenza di perdite nell'intero sistema (vedere Verificare la presenza di eventuali perdite).



5

Sintomi di arresto

Arresti di colonna 76

Arresti dell'idrogeno 77

Arresto termico 79



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 ausiliario o un modulo di controllo pneumatico) 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**.
- Viene disattivato per evitare danni alla colonna.
- Apre i deflettori sul retro del forno solo a metà.
- L'impostazione **Off** del valore di regolazione della temperatura del forno lampeggia.
- Vengono disattivati tutti i flussi della colonna. Quando vengono visualizzati, le impostazioni **Off** dei relativi parametri lampeggiano. Ad esempio, si disattivano lo spurgo del setto e il flusso della colonna per gli iniettori split/splitless.
- Vengono disattivati tutti gli altri riscaldatori. Quando vengono visualizzati, l'impostazione **Off** dei relativi parametri della temperatura lampeggia.
- I tentativi di attivare una zona disattivata producono 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 perdite.
 - 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 misciato 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 e PTV.
- Disattiva il riscaldatore del forno e apre i deflettori del forno.
- Disattiva tutti i riscaldatori (compresi eventuali dispositivi collegati ai controlli dei riscaldatori ausiliari, come i riscaldatori per il comparto delle valvole e i riscaldatori per linee di trasferimento). Quando questi parametri vengono visualizzati, l'impostazione **Off** lampeggia.
- Emette un allarme acustico.

AVVERTENZA

Il GM 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.

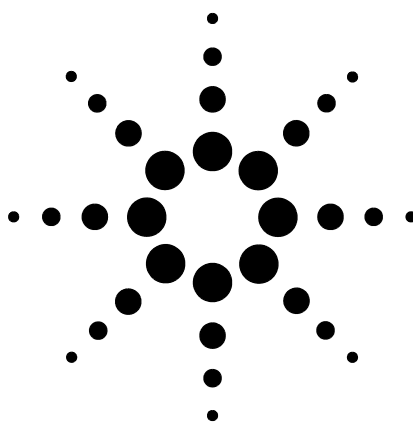
- Verificare se il sistema presenta perdite. Vedere Controllo di eventuali perdite.
- 2 Spegnere e riaccendere il GC.
 - 3 Una volta riavviato il GC, premere il tasto relativo al dispositivo che ha avviato lo spegnimento. Scorrere fino al parametro pneumatico **Off** lampeggiante, premere [**On**] o [**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 82

Il GC si accende, ma si spegne in fase di avvio (durante l'autotest) 83

Il PC non riesce a comunicare con il GC 84



Il GC non si accende

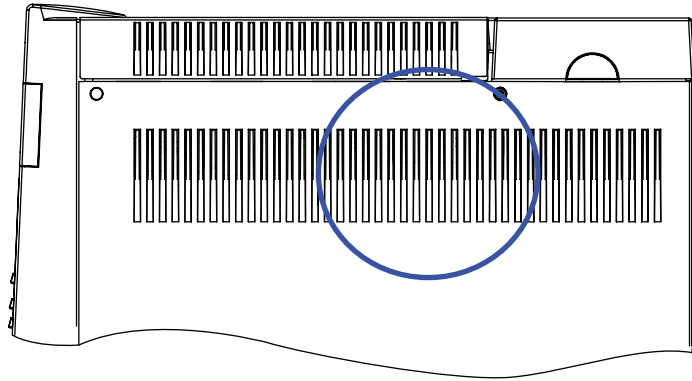
Se il GC non si accende:

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

Il 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:

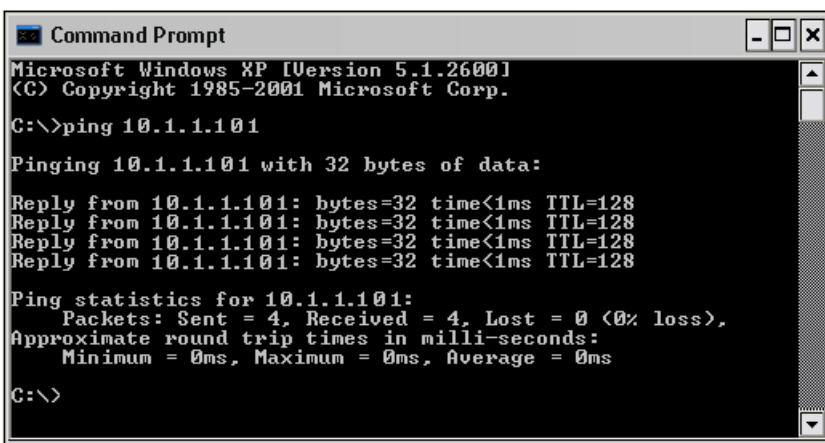
- 1 Posizionare l'interruttore del GC su **Off**. Attendere un minuto, quindi posizionare l'interruttore del GC su **On**.
- 2 Se il GC non torna alla normalità, registrare eventuali messaggi visualizzati sul display e contattare Agilent per richiedere assistenza.



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

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

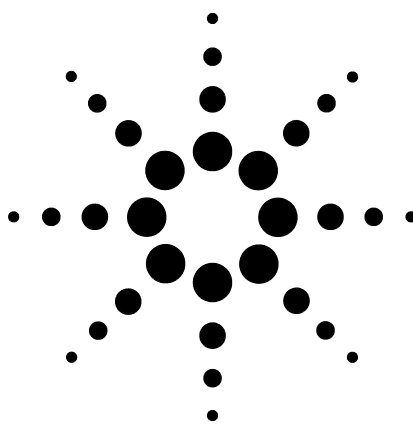
C:\>
```

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

Se il 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 che sia installato un cavo di raccordo per connessione singola diretta dal GC al computer.

Per aggiornare il firmware del GC è necessario utilizzare il software sullo strumento o di laboratorio di Agilent.



7

Controllo di eventuali perdite

- Consigli per il controllo di eventuali perdite 86
- Verifica delle perdite esterne 87
- Verifica delle perdite del GC 89
- Perdite in raccordi capillari per flusso (microfluidici) 90



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 (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.

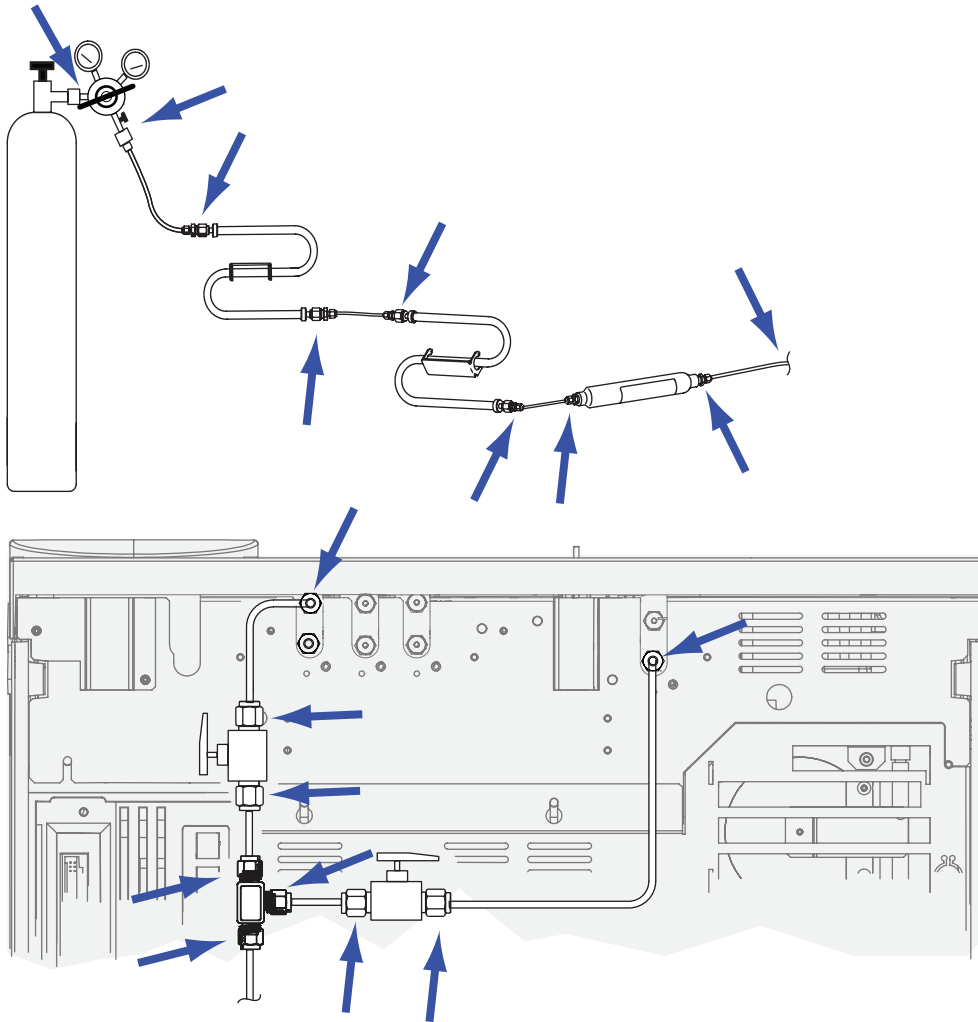
AVVERTENZA

Possono essere presenti gas campione nocivi.

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Rivelatore elettronico di perdite, in grado di rivelare il tipo di gas
 - chiavi da 7/16", 9/16" e 1/4" per serrare raccordi Swagelok e raccordi delle colonne.
- 2 Controllare punti di perdita potenziali associati a eventuali interventi di manutenzione recenti.
- 3 Controllare raccordi e connessioni del GC sottoposti a cicli termici, poichè 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

Eseguire un test di calo pressione.

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

7 Controllo di eventuali perdite

- 3** Girare completamente in senso antiorario la manopola del regolatore 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
- Raccordi capillari per flusso Agilent

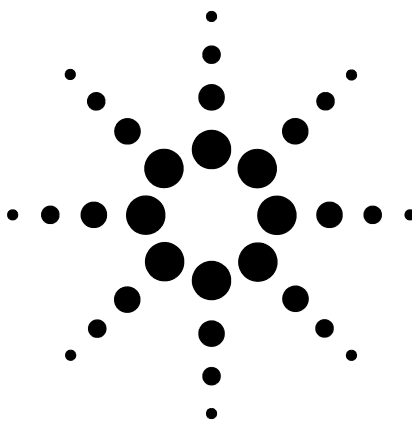
Perdite in raccordi capillari per flusso (microfluidici)

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

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

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.



8

Operazioni di risoluzione dei problemi

Misurazione del flusso di una colonna	92
Misurazione del flusso di scarico di uno split o di spurgo di un setto	96
Misurazione del flusso di un rivelatore	98
Eeguire l'autotest del GC	102
Regolazione dell'offset di accensione del FID	103
Verifica dell'accensione della fiamma del FID	104
Verifica del funzionamento dell'accenditore del FID durante la sequenza di accensione	105
Misurazione della corrente di dispersione del FID	106
Misurazione dell'uscita alla linea di base del FID	107
Misurazione della corrente di dispersione di NPD	108
Verifica dell'accensione dell'elemento attivo dell'NPD	109
Verifica dell'accensione della fiamma di FPD	110
Regolazione dell'offset di accensione di FPD	111



Misurazione del flusso di una colonna

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

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

AVVERTENZA

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

AVVERTENZA

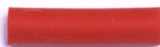
Attenzione! Il rivelatore può essere caldo e produrre ustioni. Se il rivelatore è caldo, indossare guanti resistenti al calore per proteggere le mani.

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

NOTA

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

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



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



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



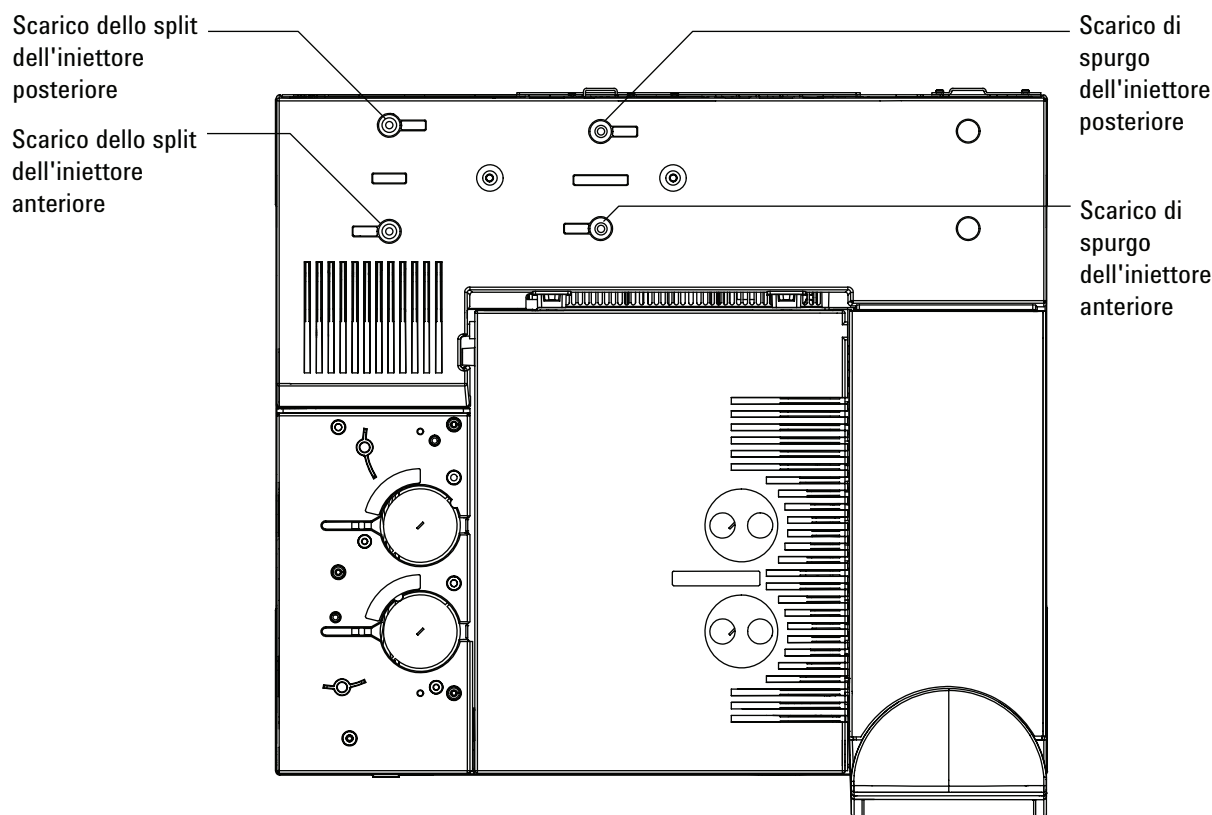
- 7 Posizionare il tubo del flussometro sopra l'inserto di misurazione del flusso per iniziare la misurazione dei flussi.

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 da 1/8" (come mostrato sotto) per convertire il raccordo filettato da 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, uECD e FPD

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.

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, la fiamma dell'FPD e il filamento TCD.

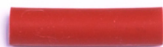
5 Raffreddare il rivelatore.

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.



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



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



- 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)



- 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.

Eeguire l'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.

Agilent 7890A GC
A.xx.xx [xxx]

Power on successful

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 coperchio 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.

Verifica dell'accensione della fiamma di FPD

Per verificare che la fiamma di FPD sia accesa:

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

Regolazione dell'offset di accensione di FPD

Per regolare **Lit offset** di FPD:

- 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 FPD (valore normale 2,0 pA) e premere [**Enter**].

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.
