

Agilent 7820A Cromatógrafo a gás

Solução de problemas



Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2010

Nenhuma parte deste manual pode ser reproduzida de qualquer forma ou por qualquer meio (incluindo armazenamento eletrônico e recuperação ou tradução para um outro idioma) sem o consentimento prévio, por escrito, da Agilent Technologies, Inc. como regido pelas leis de direitos autorais dos EUA e de outros países.

Código do manual

G4350-98015

Edição

Segunda edição, junho de 2010
Primeira edição, Março de 2009

Impresso na China

Agilent Technologies (Shanghai) Co.,
Ltd.
412 Ying Lun Road
Waigaoqiao Free Trade Zone
Shanghai 200131 P.R. China

Garantia

O material deste documento é fornecido “como está” e está sujeito a alterações sem aviso prévio em edições futuras. Além disso, até onde permitido pelas leis vigentes, a Agilent se isenta de qualquer garantia, seja expressa ou implícita, relacionada a este manual e às informações aqui contidas, incluindo as garantias implícitas de comercialização e adequação a um propósito em particular, mas não se limitando a estas. A Agilent não deve ser responsabilizada por erros ou por danos incidentais ou consequentes relacionados ao suprimento, uso ou desempenho deste documento ou das informações aqui contidas. Caso a Agilent e o usuário tenham um outro acordo por escrito com termos de garantia que cubram o material deste documento e sejam conflitantes com estes termos, devem prevalecer os termos de garantia do acordo em separado.

Avisos de segurança

CUIDADO

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

AVISO

AVISO indica perigo. Ele chama a atenção para um procedimento, prática ou algo semelhante que, se não forem corretamente realizados ou cumpridos, podem resultar em ferimentos pessoais ou morte. Não prossiga após um **AVISO** até que as condições indicadas sejam completamente compreendidas e atendidas.

Conteúdo

1 Conceitos e tarefas gerais

Conceitos	8
Como solucionar problemas com este manual	8
Teclado de software	8
A tecla [Status]	8
Condições de erro	9
Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados	10
Configuração da coluna	10
Configuração do amostrador de líquidos automático	10
Configuração do gás	10
Para exibir o log de operações, o log de manutenção e o log de eventos	11
Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent	12

2 Sintomas do ALS e do detector

Erros no êmbolo	14
A agulha da seringa entorta durante a injeção na entrada	15
FID não acende	16
O acendedor do FID não acende durante a sequência de ignição	17
Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do acendedor	18
Falha no processo de desvio de ajuste do NPD	19
Desligamento do dispositivo (causado por falha)	20

3 Sintomas cromatográficos

Não é possível repetir o tempo de retenção	22
Não é possível repetir as áreas de pico	23
Contaminação ou resquícios	24
Isole a fonte	24
Verifique as causas possíveis — todas as combinações de entrada e detector.	24
Picos maiores do que o esperado	26
Picos não exibidos/Sem picos	27
Programa de temperatura do forno durante o aumento de linha de base	28
Baixa resolução de pico	29

Cauda de pico	30
Cauda de pico NPD	30
Ponto de ebulição de pico ou discriminação de peso molecular ruins	31
Para qualquer operação de entrada em modo com separador com qualquer detector	31
Para qualquer operação de entrada em modo sem separador com qualquer detector	31
Decomposição de amostra na entrada/Picos ausentes	32
Pico frontal	33
Detector com ruído, incluindo erraticidade, desvios e picos na linha de base	34
Linha de base com ruído	34
Erraticidade e desvio da linha de base	35
Picos na linha de base	35
Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade)	37
A chama do FID se apaga durante uma operação e tenta acender novamente	38
Saída de linha de base do FID acima de 20 pA	40
Dissipação de solvente do NPD	41
Resposta baixa do NPD	42
Saída de linha de base do NPD > 8 milhões	43
O processo de desvio de ajuste do NPD não funciona corretamente	44
Seletividade baixa do NPD	45
Picos negativos vistos com o TCD	46
A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal (linha de base oscilante)	47
Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda	48

4 Sintomas da falta de prontidão do GC

O GC nunca está pronto	50
O fluxo nunca está pronto	51
A temperatura do forno nunca diminui/diminui muito lentamente	52
O forno nunca aquece	53
A temperatura nunca está pronta	54
Não é possível definir um fluxo ou pressão	55
Um gás não atinge o fluxo ou a pressão do ponto de ajuste	56

- Um gás excede o fluxo ou ponto de ajuste de pressão 57
- O fluxo ou a pressão da entrada flutuam 58
- Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em uma entrada dividida 59
- O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido 60
- O FID não acende 61
- O acendedor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição 62
- Falha no processo de desvio de ajuste do NPD 63

5 Sintomas de desligamento

- Desligamento de colunas 66
- Desligamentos de hidrogênio 67
- Desligamentos térmicos 69

6 Sintomas na ativação e na comunicação do GC

- O GC não liga 72
- O PC não consegue se comunicar com o GC 73
- O GC liga mas para durante a inicialização (durante o autoteste) 74

7 Verificação de vazamentos

- Dicas para verificação de vazamentos 76
- Para verificar se há vazamentos externos 77
- Para verificar se há vazamentos no GC 78
- Para realizar uma verificação de vazamento na entrada 79
 - Para definir limites de aviso para uma verificação de vazamento 80
 - Para desativar um limite de aviso para a verificação de vazamento de entrada 81

8 Tarefas de solução de problemas

- Para medir um fluxo de coluna 84
 - Medição de fluxo de coluna de FID, TCD, uECD 84
 - Medição do fluxo de coluna NPD 86
- Para medir o fluxo de ventilação dividida ou de purga do septo 88
- Para medir um fluxo do detector 89
 - Medição de fluxos de FID, TCD, uECD 89
 - Medição de fluxos de NPD 91

- Para realizar o autoteste do GC 93
- Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação dividida 94
 - Para definir um limite de aviso para a verificação da armadilha da entrada 95
 - Para desativar um limite de aviso para a verificação da armadilha da entrada 96
- Para executar a verificação da armadilha da entrada 97
- Para ajustar o desvio de ignição do FID 99
- Para verificar se a chama do FID está acesa 100
- Para verificar a função do acendedor do FID durante a sequência de ignição 101
- Para medir a corrente de vazamento do FID 102
- Para medir a saída de linha de base do FID 103
- Para medir a corrente de vazamento do NPD 104
- Para verificar se o isolador do NPD está aceso 105
- Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo 106



1

Conceitos e tarefas gerais

Conceitos 8

Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados 10

Para exibir o log de operações, o log de manutenção e o log de eventos 11

Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent 12

Conceitos

Este manual fornece listas de sintomas e as tarefas correspondentes a serem realizadas em caso de erros associados ao hardware do GC ou à saída cromatográfica, a mensagens GC Not Ready e a outros problemas.

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

Este manual também inclui tarefas comuns para solução de problemas e informações de que você precisa antes de ligar para o serviço da Agilent.

Como solucionar problemas com este manual

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

- 1 Observe os sintomas do problema.
- 2 Procure pelos sintomas no índice deste manual ou use a ferramenta de **Pesquisa**. Analise a lista de causas possíveis do sintoma.
- 3 Verifique todas as causas possíveis ou execute um teste que restrinja a lista de causas possíveis, até que o sintoma seja resolvido.

Teclado de software

Ao solucionar problemas, inicie o teclado de software para ter acesso a todas as informações disponíveis no GC. Exceto quando especificado em contrário, todos os procedimentos deste manual presumem o uso do teclado de software (controlador remoto) ao descrever como acessar as configurações ou informações do GC.

A tecla [Status]

Certifique-se de também usar as teclas [Status] e [Info] do teclado de software ao usar estas informações de solução de problemas. Essas teclas exibirão mais informações úteis relacionadas ao status do GC e de seus componentes.

Condições de erro

Se ocorrer um problema, uma mensagem de status é exibida. Se a mensagem indicar hardware defeituoso, podem estar disponíveis mais informações. Abra o teclado de software (controlador remoto), conecte ao GC e pressione a tecla de componente adequada (por exemplo, **[Front Det]**, **[Oven]** ou **[Front Inlet]**).

Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados

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

Configuração da coluna

Reconfigure o GC sempre que uma coluna for cortada ou alterada. Verifique também se o sistema de dados reflete o tipo correto de coluna, o comprimento, o id (diâmetro interno) e a espessura do filme. O GC depende dessas informações para calcular os fluxos. Se o GC não for atualizado após a alteração de uma coluna, podem ocorrer fluxos incorretos, taxas de separação incorretas ou alteradas, mudanças no tempo de retenção e desvios de pico.

Configuração do amostrador de líquidos automático

Mantenha atualizada a configuração do Amostrador de líquidos automático (ALS) para garantir a operação correta. Os itens do ALS que devem ser mantidos atualizados incluem o tamanho da seringa instalada e o uso de garrafas de solvente e descarte.

Configuração do gás

AVISO

Sempre configure o GC de forma apropriada ao trabalhar com hidrogênio. O hidrogênio vaza rapidamente, e é um risco de segurança se uma boa quantidade for liberada no ar ou no forno do GC.

Reconfigure o GC sempre que o tipo de gás mudar. Se o GC estiver configurado para outro gás diferente do usado no momento, taxas de fluxo incorretas serão obtidas.

Para exibir o log de operações, o log de manutenção e o log de eventos

O GC mantém logs de eventos internos. Cada um armazena até 250 entradas. Use esses logs para solucionar problemas, especialmente quando mensagens deixam de aparecer no visor.

Para acessar os logs, pressione [**Logs**] para alternar para o log desejado. O visor indicará o número de entradas que o log contém. Role a lista.

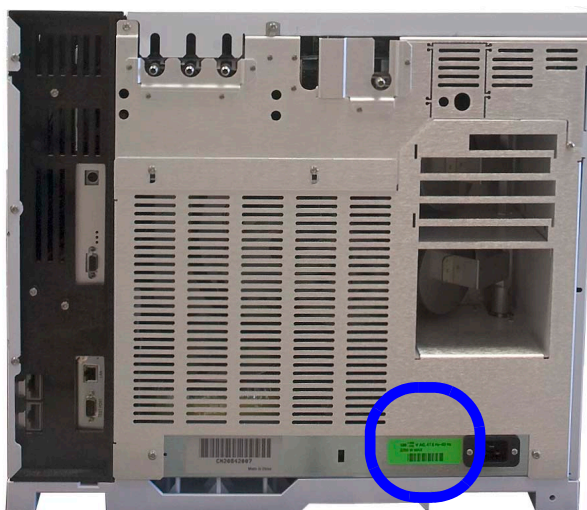
Run Log Para cada operação, o log de operações registra desvios do método planejado. O log é sobrescrito no início de cada operação. As informações do log de operações podem ser usadas para os padrões das práticas de laboratório recomendadas (GLP) e podem ser carregadas para um sistema de dados Agilent. Quando o log de operações contém entradas, o indicador **Run Log** do teclado de software acende.

Event Log O log de eventos registra eventos como desligamentos, avisos, falhas e mudanças no estado do GC (operação iniciada, operação interrompida etc.) que ocorrem durante a operação do GC. Quando o log de eventos enche, o GC sobrescreve as entradas, começando pela mais antiga.

Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent

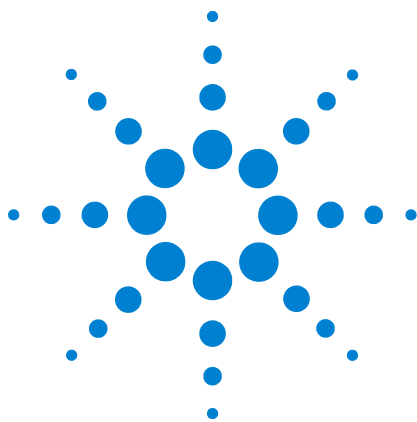
Reúna estas informações antes de entrar em contato com o serviço da Agilent:

- Sintomas
- Descrição do problema
- Hardware instalado e parâmetros/configurações no momento em que o erro ocorreu (amostra, tipo de gás de suprimento, taxas de fluxo de gás, detectores/entradas instaladas etc.)
- Eventuais mensagens exibidas no visor do GC
- Os resultados de testes de solução de problemas que você tenha realizado
- Detalhes do instrumento. Obtenha as seguintes informações:
 - Número de série do GC, encontrado em um adesivo no canto inferior direito do GC.
 - Revisão do firmware do GC (pressione [**Status**] e, em seguida, [**Clear**])
 - A configuração de alimentação do GC (localizada em uma etiqueta no painel posterior do GC, à esquerda do cabo de alimentação dele)



- Pressione a tecla [**Status**] para exibir as mensagens **Error**, **Not Ready** e **Shutdown** anteriores.

Para obter telefones de contato de serviço/suporte, consulte o site da Agilent em www.agilent.com/chem.



2 Sintomas do ALS e do detector

Erros no êmbolo	14
A agulha da seringa entorta durante a injeção na entrada	15
FID não acende	16
Desligamento do dispositivo (causado por falha)	20

Erros no êmbolo

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

- O êmbolo da seringa está preso ou não está conectado de maneira segura ao carro do êmbolo.

A agulha da seringa entorta durante a injeção na entrada

AVISO

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

Consulte a documentação do ALS para obter mais informações:

[Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático Agilent 7693A](#)

- Verifique se a porca do septo do GC não está apertada demais.
- Confira se a seringa está instalada corretamente no carro da seringa.
- Confira se o suporte e a guia da seringa estão limpos. Remova eventuais resíduos ou depósitos no septo.
- Confira se a seringa correta está sendo usada. O comprimento combinado do cilindro da seringa e da agulha deve ser de aproximadamente 126,5 mm.
- Confira se as dimensões do frasco de amostra atendem às especificações.
- Verifique se a tampa do frasco está instalada corretamente. Consulte a documentação do amostrador.

FID não acende

- Verifique se Lit Offset é igual a $\leq 2,0$ pA.
- Confira se o acendedor do FID fica incandescente durante a sequência de ignição (consulte [Para verificar a função do acendedor do FID durante a sequência de ignição](#)).
- Confira se há um jato obstruído ou parcialmente obstruído.
- Verifique as taxas de fluxo do FID. A taxa hidrogênio:ar tem grande impacto sobre a ignição. As configurações não ideais de fluxo podem impedir a ignição da chama (consulte [Para medir um fluxo do detector](#)).
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Grandes vazamentos resultam em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente a conexão da coluna no FID .
- Verifique a taxa de fluxo da coluna.
- Verifique se há vazamentos na conexão da coluna do FID.
- Certifique-se de que a temperatura do FID seja alta o bastante para a ignição (>150 °C).

O acendedor do FID não acende durante a sequência de ignição

AVISO

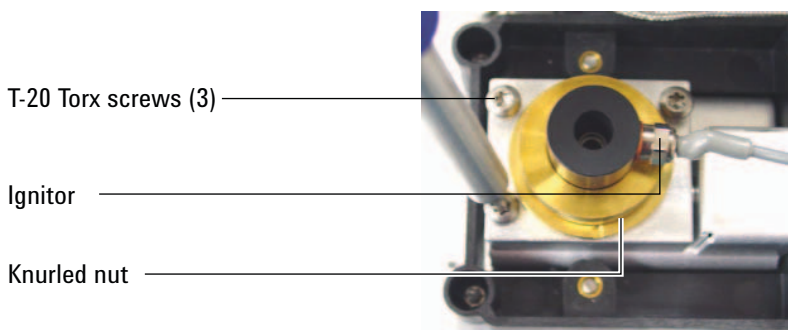
Mantenha as partes do corpo a uma distância segura da chaminé do FID durante a realização desta tarefa. Se utilizar hidrogênio, a chama do FID não será visível.

- 1 Remova a tampa superior do detector.
- 2 Ligue a chama do FID (On).
- 3 Observe o acendedor pela chaminé do FID. O pequeno orifício deve se iluminar com o calor durante a sequência de ignição.

Se o teste fracassar, confira estas causas possíveis:

- O acendedor pode estar com defeito; substitua o acendedor.
- A temperatura do detector está definida como $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. A Agilent recomenda a operação do FID a $\geq 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- O acendedor não está bem conectado ao solo:
 - o acendedor deve estar fortemente aparafusado na unidade de castelo do FID.
 - Os três parafusos Torx T-20 que fixam a unidade do coletor precisam ser apertados.
 - A porca carretilhada de latão que fixa a unidade de castelo do FID precisa ser apertada.

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



Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do acendedor

Ao realizar a manutenção do FID, a Agilent recomenda a inspeção do coletor e do plugue incandescente do acendedor em busca de corrosão.

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

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

Falha no processo de desvio de ajuste do NPD

- Inspecione o jato, ele pode estar obstruído.
- Faça a medição dos fluxos do detector (consulte [Para medir um fluxo do detector](#)).
- Verifique as condições do isolador. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas.
- Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente a conexão da coluna do detector (consulte [Verificação de vazamentos](#)).
- Defina o tempo de equilíbrio em 0.0.

Desligamento do dispositivo (causado por falha)

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

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

Para ignorar o status de um dispositivo:

- 1 Desligue os fluxos de gás e o aquecedor do dispositivo, conforme o caso (certifique-se de que isso não possa criar um risco de segurança).
- 2 Pressione [**Config**] e selecione o elemento.
- 3 Role até **Ignore Ready** e pressione [**On/Yes**] para definir como **True**.

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

CUIDADO

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

Após o conserto, não deixe de devolver o dispositivo ao estado **Ignore Ready = False**. Do contrário, seu estado (temperatura, fluxo, pressão etc.) continuará sendo ignorado, mesmo se o dispositivo for usado na análise.

Para levar em consideração a prontidão de um dispositivo, defina **Ignore Ready** como **False**.



3 Sintomas cromatográficos

- Não é possível repetir o tempo de retenção 22
- Não é possível repetir as áreas de pico 23
- Contaminação ou resquícios 24
- Picos maiores do que o esperado 26
- Picos não exibidos/Sem picos 27
- Programa de temperatura do forno durante o aumento de linha de base 28
- Baixa resolução de pico 29
- Cauda de pico 30
- Ponto de ebulição de pico ou discriminação de peso molecular ruins 31
- Decomposição de amostra na entrada/Picos ausentes 32
- Pico frontal 33
- Detector com ruído, incluindo erraticidade, desvios e picos na linha de base 34
- Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade) 37
- A chama do FID se apaga durante uma operação e tenta acender novamente 38
- Saída de linha de base do FID acima de 20 pA 40
- Dissipação de solvente do NPD 41
- Resposta baixa do NPD 42
- Saída de linha de base do NPD > 8 milhões 43
- O processo de desvio de ajuste do NPD não funciona corretamente 44
- Seletividade baixa do NPD 45
- Picos negativos vistos com o TCD 46
- A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal (linha de base oscilante) 47
- Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda 48



Não é possível repetir o tempo de retenção

- Substitua o septo.
- Verifique se há vazamentos na entrada, no revestimento (se for o caso) e na conexão da coluna (consulte [“Verificação de vazamentos”](#)).
- Verifique se há pressão suficiente no suprimento de gás portador. A pressão fornecida ao GC deve ser pelo menos 40 kPa (10 psi) maior do que a pressão máxima de entrada exigida na temperatura final do forno.
- Execute réplicas de padrões conhecidos para averiguar o problema.
- Verifique se o tipo correto de revestimento está sendo usado para a amostra injetada.
- Leve em consideração se esta é a primeira operação (o GC já se estabilizou?).
- Se estiver usando FID ou NPD e os tempos de retenção aumentarem (desvio), confira se há contaminação do jato.

Não é possível repetir as áreas de pico

Verifique a operação da seringa do ALS (consulte a seção de solução de problemas do [manual de Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático 7693A](#)).

- Substitua a seringa.
- Verifique se há vazamentos na entrada, no revestimento (se for o caso) e na conexão da coluna (consulte [“Verificação de vazamentos”](#)).
- Verifique o nível de amostra nos frascos.
- Execute réplicas de padrões conhecidos para averiguar o problema.
- Leve em consideração se esta é a primeira operação (o GC já se estabilizou?).

Contaminação ou resquícios

Se sua saída tiver contaminação ou picos inesperados, faça o seguinte.

Isole a fonte

- 1 Realize uma operação em branco de solvente, usando uma fonte nova e pura de solvente. Se a contaminação desaparecer, o problema pode estar na amostra ou estar relacionada ao solvente.
- 2 Realize uma operação em branco (remova a seringa do injetor e inicie uma operação). Se a contaminação desaparecer, o problema está na seringa.
- 3 Remova a coluna do detector e cubra a conexão do detector. Realize outra operação em branco. Se a contaminação desaparecer, o problema está entrada ou na coluna. Se a contaminação permanecer, o problema está no detector.

Verifique as causas possíveis — todas as combinações de entrada e detector.

Entrada, amostrador, amostra, suprimento de gás

- Verifique o tipo e a instalação do septo.
- Realize a [manutenção](#) completa da entrada: Substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout da entrada.
- Verifique se há resquícios de amostras de operações anteriores. Faça várias operações em branco sem injeção e veja se os picos fantasma somem ou diminuem.
- Verifique o fluxo de purga do septo. Se ele estiver baixo demais, o septo pode estar contaminado ou pode haver condensação na linha de purga.
- Verifique todos os indicadores e datas da armadilha de gás.
- Verifique a pureza do gás.
- Confira se há contaminação da conexão e da tubulação do suprimento.
- Se suspeitar de contaminação na entrada, realize o procedimento de bakeout ([SS](#), [PP](#)).
- Verifique o nível de solvente nas garrafas de lavagem do ALS.
- Substitua a seringa do ALS, se for necessário.
- Verifique o volume da injeção de amostra.

Coluna, método

- Realize a manutenção da coluna: Faça **bakeout** dos contaminadores, **remova** a extensão da coluna contaminada próximo à entrada e **faça a reversão e o bakeout** da coluna, conforme a necessidade.
- Se suspeitar de contaminação na coluna, realize o procedimento de **bakeout**.
- Verifique se a temperatura do programa do forno e o tempo são suficientes para as amostras que estão sendo injetadas.

Detector, suprimento de gás detector

- Verifique todos os indicadores e datas da armadilha de gás.
- Verifique a pureza do gás.
- Confira se há contaminação da conexão e da tubulação do suprimento.
- Se suspeitar de contaminação no detector, realize o procedimento de **bakeout** (**FID**, **TCD**, **uECD**).

Picos maiores do que o esperado

- Confira as dimensões configuradas de cada coluna em relação às dimensões verdadeiras da coluna (consulte “Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados”).
- Verifique o volume da injeção do amostrador automático.
- Verifique as tampas dos frascos.
- Verifique o tamanho de seringa configurado. Alguns tamanhos de seringa são especificados em meia capacidade. Se o volume máximo da seringa for marcado em meia capacidade no cilindro, e não no topo do mesmo, digite o **dobro** do volume que consta no rótulo ao configurar o tamanho da seringa.

Picos não exibidos/Sem picos

- Ao usar um amostrador automático:
 - Certifique-se de que haja uma amostra no frasco.
 - Verifique se o carro do êmbolo do ALS está firme no êmbolo da seringa.
 - Confira se a seringa está instalada corretamente e se recarrega a amostra.
 - Verifique se a torre está carregada corretamente, e se as injeções não são de frascos fora de ordem.
 - Observe se a seringa drena a amostra.
- Verifique se o detector em uso foi atribuído a um sinal.
- Verifique se a coluna está instalada corretamente.
- Certifique-se de que a coluna não esteja obstruída (consulte “[Para medir um fluxo de coluna](#)”). Realize a [manutenção](#) da coluna.
- Verifique se há vazamentos (consulte “[Verificação de vazamentos](#)”).
- Verifique as configurações de fluxo e faça a medição dos fluxos do detector (consulte “[Para medir um fluxo de coluna](#)”).

Se o problema for com o detector, consulte [Tabela 1](#).

Tabela 1 Solução de problemas com o detector

Detector	Solução
FID	<ul style="list-style-type: none"> • Verifique se o eletrômetro está ligado. • Verifique se a chama ainda está acesa.
TCD	<ul style="list-style-type: none"> • Verifique se o filamento está ligado. • Certifique-se de que o gás de referência não esteja configurado como zero.

Programa de temperatura do forno durante o aumento de linha de base

- Verifique se há sangramento na coluna.
- Verifique se há vazamento ou oxigênio no suprimento de gás portador.
- Verifique o indicador ou a data da armadilha de oxigênio do suprimento de gás.
- Faça operações em branco de solvente para avaliar a linha de base sem a amostra.
- Realize operações em branco sem injeção (remova a seringa do injetor e inicie uma operação) para avaliar a linha de base sem solvente.
- Verifique se há contaminação (consulte [Contaminação ou resquícios](#)).
- Leve em consideração o efeito da espessura do filme da coluna no sangramento.
- Verifique se há vazamentos nas conexões das colunas (consulte [“Verificação de vazamentos”](#)).
- Prepare e use um perfil de compensação de coluna.

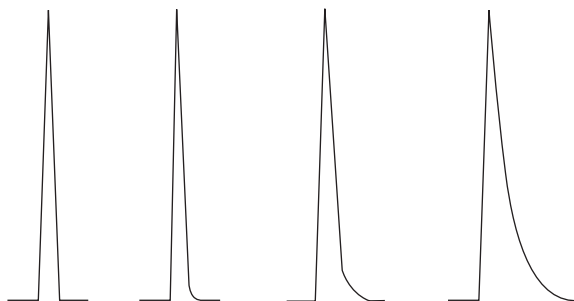
Baixa resolução de pico

- Defina o fluxo da coluna como velocidade linear ideal.
- Instale e use peças consumíveis desativadas na entrada (por exemplo, um revestimento).
- Realize a manutenção da coluna: **Faça bakeout** dos contaminadores, **remova** a extensão da coluna contaminada próximo à entrada e **faça a reversão e o bakeout** da coluna, conforme a necessidade.
- Verifique a **instalação** da coluna nas duas extremidades.
- Escolha uma coluna de resolução maior.

Cauda de pico

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

- Quais picos estão com caudas?
- As caudas de pico são componentes ativos, todos os componentes ou há tendências (como eluentes precoces ou tardios)?



- Verifique se há contaminação severa na coluna.
- Considere a fase estacionária da coluna (coluna ativa).
- Verifique se a coluna foi cortada e instalada corretamente.
- Considere o tipo de adaptador, revestimento e vedação de entrada em uso. Um desses (ou todos) pode estar contaminado ou ativo.
- Verifique se há partículas sólidas nos adaptadores (caso instalados) e no revestimento.
- Para injeção capilar sem separação, considere a compatibilidade entre o solvente e a coluna.
- Verifique se a técnica de injeção é adequada.
- Verifique a temperatura de entrada.
- Confira se há volume morto no sistema. Verifique se a [instalação](#) da coluna está correta nas duas extremidades.
- Inspeccione eventuais linhas de transferência em busca de pontos frios.

Cauda de pico NPD

Para NPD, faça o seguinte:

- Verifique se o tipo correto de isolador está sendo usado para a amostra em operação. Se você estiver analisando fósforo, instale um isolador preto. Isoladores brancos podem gerar caudas de pico quando fósforo estiver sendo analisado.
- Verifique se o [jato](#) correto está instalado. Use um jato estendido.
- [Substitua](#) os isoladores de cerâmica.

Ponto de ebulição de pico ou discriminação de peso molecular ruins

Em caso de problemas com o ponto de ebulição de pico ou com a discriminação de peso molecular (discriminação de entrada), faça o seguinte:

- Verifique se há contaminação na entrada. Limpe e troque o revestimento caso necessário. Substitua todas as peças consumíveis da entrada. Consulte o [Manual de manutenção](#).
- Ajuste a temperatura de entrada.
- Execute padrões com um método conhecido para determinar o desempenho esperado.

Para qualquer operação de entrada em modo com separador com qualquer detector

- Verifique o tipo de revestimento.
- Aumente a temperatura de entrada e verifique se o recipiente de isolamento contém isolamento.
- Verifique o corte da coluna e a instalação na entrada. Consulte o tópico sobre a entrada [SS](#).

Para qualquer operação de entrada em modo sem separador com qualquer detector

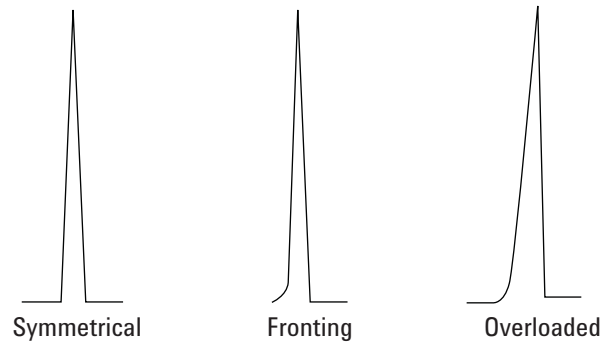
- Verifique se há vazamentos na entrada (consulte [“Verificação de vazamentos”](#)).
- Verifique o tipo de revestimento.
- Verifique se a temperatura inicial do forno é menor do que o ponto de ebulição do solvente.
- Verifique o corte da coluna e a instalação na entrada. Consulte o tópico sobre a entrada [SS](#).
- Verifique se o volume do vapor do solvente não ultrapassa a capacidade do revestimento.
- Verifique se o tempo de atraso de purga é apropriado.

Decomposição de amostra na entrada/Picos ausentes

- Reduza a temperatura de entrada.
- Verifique se há ar ou água no gás portador; verifique a pureza do gás e a funcionalidade das armadilhas.
- Verifique se o revestimento é apropriado para a amostra em operação.
- Realize a [manutenção](#) completa da entrada: Substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout da entrada.
- Instale um revestimento desativado (se usar um revestimento).
- Verifique se há vazamentos no septo, no revestimento e nas conexões da coluna. (consulte [“Verificação de vazamentos”](#)).
- Instale um revestimento de conexão direta da Agilent.
- Use um método de pressão em pulsos para uma transferência mais rápida de amostras para a coluna.
- Faça bakeout da entrada. Consulte:
 - [Para fazer bakeout de contaminadores da entrada com/sem divisão](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminadores da entrada empacotada com purga](#)

Pico frontal

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



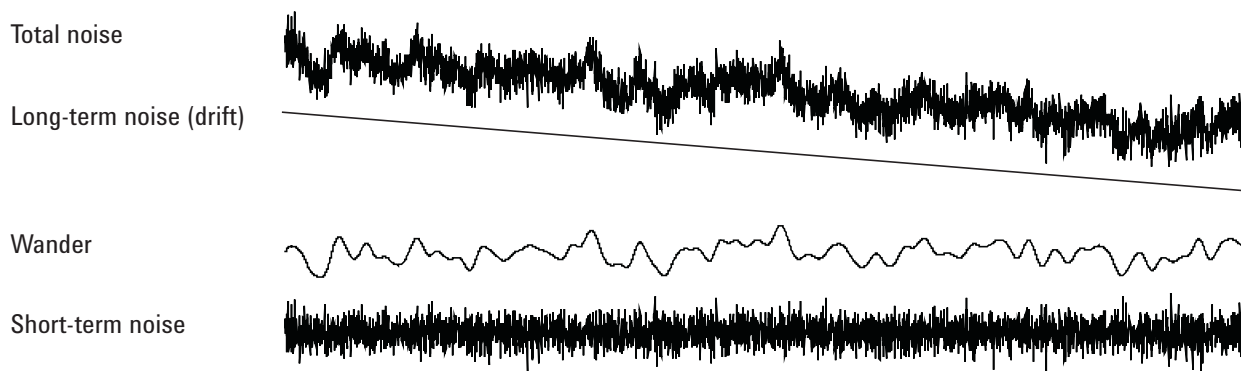
Se ocorrer pico frontal ou sobrecarregado, experimente estes procedimentos:

- Verifique se o volume de injeção é apropriado.
- Certifique-se de que a coluna esteja [instalada](#) corretamente.
- Verifique se a técnica de injeção apropriada está sendo usada.
- Se estiver usando injeção capilar sem separador, considere a solubilidade do componentes no solvente de injeção.
 - Mude o solvente.
 - Use um intervalo de retenção.
- Verifique a pureza do solvente da amostra.

Detector com ruído, incluindo erraticidade, desvios e picos na linha de base

O ruído deve ser medido em condições “normais” de operação, com uma coluna conectada e gás portador ligado. O ruído tipicamente tem um componente de alta frequência (eletrônico na origem) e componentes de frequência mais baixa que são denominados erraticidade e desvio.

A erraticidade é aleatória na direção, mas em frequência mais baixa do que o ruído eletrônico de curto prazo. O ruído de longo prazo (desvio) é uma alteração monotônica no sinal em um período longo comparado à erraticidade e ao ruído eletrônico (veja abaixo). Termos como “curto” e “longo” são relativos à largura dos picos cromatográficos.



Linha de base com ruído

Uma linha de base com ruído ou uma saída alta do detector podem indicar vazamentos, contaminação ou problemas elétricos. É inevitável haver algum ruído em qualquer detector, embora atenuações altas possam mascará-lo. Como o ruído limita a sensibilidade útil do detector, ele deve ser minimizado.

- Verifique se há vazamentos nas conexões das colunas para todos os detectores (consulte [“Verificação de vazamentos”](#)).
- Para o TCD, verifique a coleta de dados em ≤ 5 Hz.

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

- Considere as alterações realizadas recentemente no sistema.
- Faça bakeout da entrada. Consulte:

- Para fazer bakeout de contaminadores da entrada com/sem divisão
- Para fazer bakeout de contaminadores da entrada empacotada com purga
- Verifique a pureza dos gases portadores e detectores.
- Verifique se a montagem foi realizada de forma correta após a manutenção recente.
- Inspeccione o detector para ver se há contaminação.

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

- Faça bakeout do detector (FID, TCD, uECD).
- Inspeccione o detector para ver se há contaminação.
- Inspeccione a coluna e a entrada para ver se há contaminação.
- Inspeccione o jato FID ou NPD para ver se há contaminação.

Outros fatores que podem contribuir para o ruído:

- Coluna instalada muito alta no detector.
- Temperatura do forno superior às temperaturas máximas recomendadas para a coluna.

Erraticidade e desvio da linha de base

A erraticidade e o desvio da linha de base podem ocorrer quando uma configuração de fluxo ou temperatura é alterada. Se o sistema não estiver estabilizado com as novas condições antes de iniciar uma operação, algumas alterações da linha de base são esperadas.

Se ocorrer erraticidade da linha de base, verifique se há vazamentos, especialmente no septo e na coluna (consulte “Verificação de vazamentos”). O desvio da linha de base geralmente ocorre durante a programação da temperatura. Para corrigir o desvio da linha de base, faça o seguinte:

- Verifique se a compensação da coluna está sendo usada e se o perfil está atualizado (para compensar o sangramento).
- Verifique se a coluna está condicionada.
- Verifique o sangramento da coluna na temperatura de operação.
- Verifique o modo de sinal atribuído à coluna no sistema de dados.

Picos na linha de base

Há dois tipos de picos na saída da linha de base: os cíclicos e os aleatórios.



Figura 1 Picos cíclicos

Os picos cíclicos podem ser causados por:

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

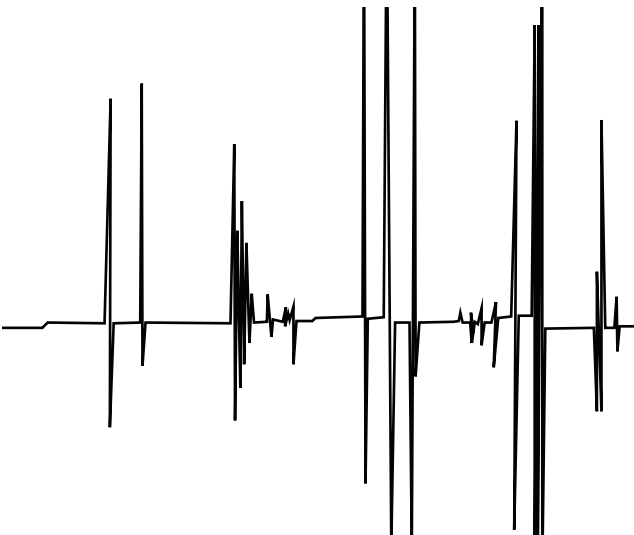


Figura 2 Picos aleatórios

Os picos são distúrbios isolados na linha de base, que aparecem como súbitos (e grandes) movimentos para cima. Caso sejam acompanhados de ruído, resolva o problema do ruído primeiro, já que com isso os picos podem desaparecer.

- Verifique se há um detector contaminado.
- Em uma coluna empacotada, verifique se a saída da referida coluna está vedada corretamente com lã de vidro.
- Verifique a instalação da coluna empacotada.
- Verifique se o jato está correto.

Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade)

- Ao usar uma entrada em modo com separação, verifique a taxa de separação.
- Verifique se há vazamentos (consulte “[Verificação de vazamentos](#)”).
- Verifique se há contaminação na entrada. (consulte “[Contaminação ou resquícios](#)”).
- Verifique todas as colunas e se foram cortadas e instaladas corretamente em cada extremidade.
- Verifique se o tipo de coluna está correto.
- Realize a manutenção da coluna: [Faça bakeout](#) dos contaminadores, [remova](#) a extensão da coluna contaminada próximo à entrada e [faça a reversão e o bakeout](#) da coluna, conforme a necessidade.
- Verifique se o tipo de revestimento é apropriado para a amostra.
- Verifique se as configurações de fluxo do detector estão corretas.
- Verifique a [pureza](#) do gás de suprimento.
- Verifique todos os indicadores e datas da armadilha.
- Verifique se os parâmetros do método estão corretos.
- Verifique a estabilidade da amostra.
- Verifique o tamanho de seringa configurado. Alguns tamanhos de seringa são especificados em meia capacidade. Se o volume máximo da seringa for marcado em meia capacidade no cilindro, e não no topo do mesmo, digite o **dobro** do volume que consta no rótulo ao configurar o tamanho da seringa.
- Se a queda na área de pico ou altura ocorreu gradualmente devido ao aumento da linha de base, e não de forma súbita, verifique se há contaminação no detector. Faça bakeout do detector ([FID](#), [TCD](#), [uECD](#)).

Ao usar um FID:

- Verifique se o jato está sujo.

Ao utilizar um uECD:

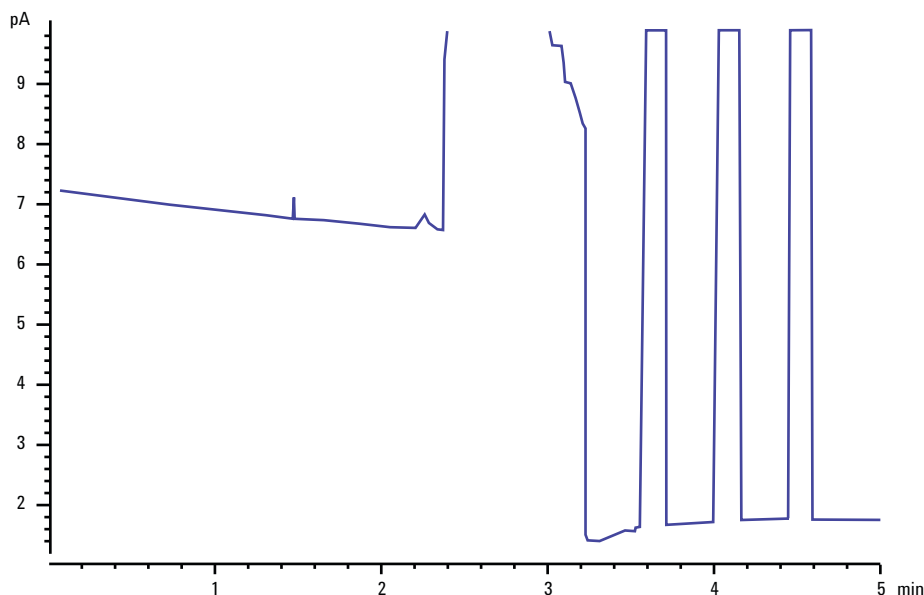
- Substitua o revestimento de mistura endentado com sílica fundida.
- Substitua e reinstale a coluna.

Ao utilizar um NPD:

- Verifique se há contaminação no detector.
- Substitua os isoladores de cerâmica.
- Substitua o isolador.

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

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



Depois que a chama apaga, o GC tenta acendê-la três vezes.

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

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

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

- Verifique se a configuração **Lit offset** do FID é apropriada para a operação (geralmente $\leq 2,0$ pA).
- Verifique se a chama não foi extinta por água ou um pico aromático.
- Confira se há um jato parcialmente obstruído. Meça os fluxos de hidrogênio, ar e complementação no detector (consulte [“Para medir um fluxo do detector”](#)).

- Verifique se há vazamentos na conexão da coluna do detector (consulte [“Verificação de vazamentos”](#)).

Saída de linha de base do FID acima de 20 pA

- Verifique a pureza do suprimento de gás portador e detector.
- Verifique se há sangramento na coluna.
- Verifique os indicadores ou datas das armadilhas do suprimento de gás e certifique-se de que as armadilhas ainda possam ser usadas.
- Verifique se o detector foi montado corretamente após uma manutenção recente.
- Inspeção o detector para ver se há contaminação. [Faça bakeout](#) do detector.
- Verifique se a corrente do vazamento do FID é de $< 2,0$ pA (consulte [“Para medir a corrente de vazamento do FID”](#)).

Dissipação de solvente do NPD

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

- Desligue/ligue o hidrogênio em volta do pico de solvente.
- Use o nitrogênio como gás de complementação.
- Defina o total para o fluxo de coluna e o gás de complementação em menos de 10 mL/min.
- Aumente o fluxo de ar em mL/min.
- Aumente a temperatura do detector até 325 °C.

Resposta baixa do NPD

- Realize a [manutenção](#) completa da entrada: Substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout da entrada.
- Realize a manutenção da coluna: [Faça bakeout](#) dos contaminadores conforme a necessidade. Uma grande concentração de solvente extinguiu o plasma de hidrogênio/ar. Aumente a tensão do isolador.
- Meça o fluxo de gás no detector (consulte [“Para medir um fluxo do detector”](#)).
- Confira se há um jato parcialmente obstruído.
- Verifique se o isolador está ativado. Olhe pelo buraco de ventilação na tampa do detector para ver se o isolador está incandescente (cor laranja). [Substitua](#) o isolador/coletor.

Saída de linha de base do NPD > 8 milhões

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

O processo de desvio de ajuste do NPD não funciona corretamente

- Inspecione o jato, ele pode estar obstruído.
- Faça a medição dos fluxos do detector (consulte [Para medir um fluxo do detector](#)).
- Verifique as condições do isolador. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas.
- Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente a conexão da coluna do detector (consulte [Verificação de vazamentos](#)).
- Defina o tempo de equilíbrio em 0.0.

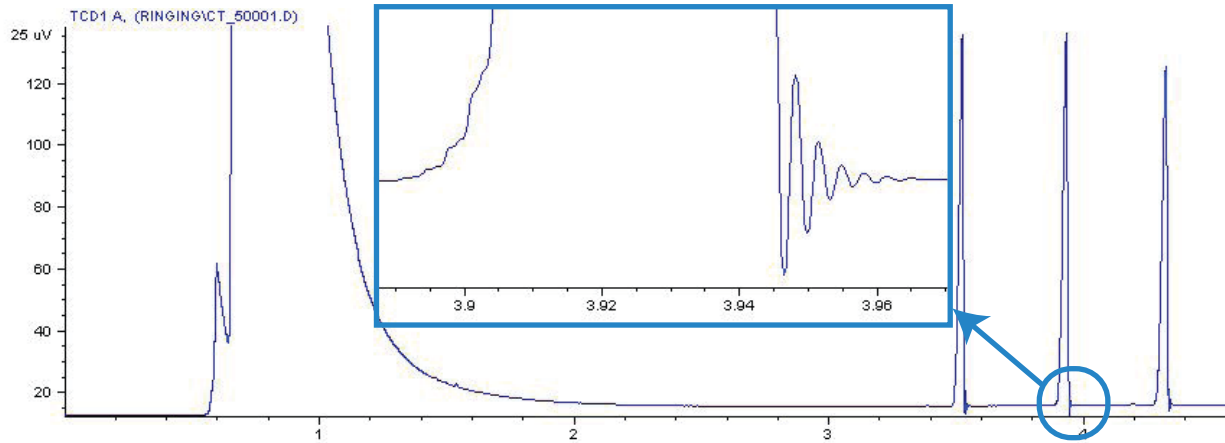
Seletividade baixa do NPD

- Verifique se o fluxo de hidrogênio está correto (≤ 3 mL/min).
- Inspeccione o isolador; ele pode estar defeituoso ou gasto.
- Verifique se a tensão do isolador está correta.
- **Substitua** o coletor e os isoladores.

Picos negativos vistos com o TCD

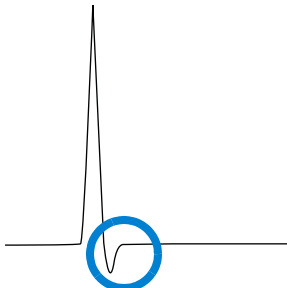
- Verifique se o tipo de gás correto está sendo usado.
- Verifique se há vazamento no sistema, especialmente na conexão da coluna do detector (consulte [“Verificando vazamentos”](#)).
- Considere a sensibilidade aos analitos.
- Verifique as configurações de fluxo e faça a medição dos fluxos do detector (consulte [“Para medir um fluxo do detector”](#)).

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

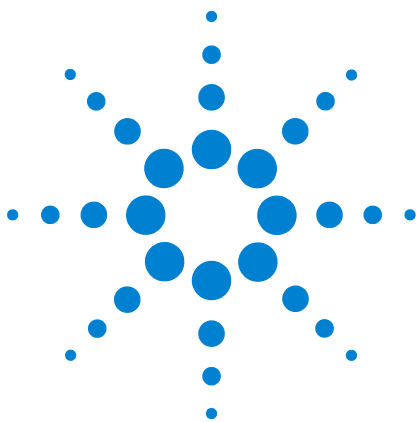


Taxa de dados errada selecionada no sistema de dados. Para o TCD, a taxa de dados deve ser de ≤ 5 Hz.

Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda



- Verifique se há vazamentos na conexão do adaptador da coluna do detector (consulte “[Verificando vazamentos](#)”).
- Atualize o detector para um filamento passivado.



4 Sintomas da falta de prontidão do GC

- O GC nunca está pronto 50
- O fluxo nunca está pronto 51
- A temperatura do forno nunca diminui/diminui muito lentamente 52
- O forno nunca aquece 53
- A temperatura nunca está pronta 54
- Não é possível definir um fluxo ou pressão 55
- Um gás não atinge o fluxo ou a pressão do ponto de ajuste 56
- Um gás excede o fluxo ou ponto de ajuste de pressão 57
- O fluxo ou a pressão da entrada flutuam 58
- Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em uma entrada dividida 59
- O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido 60
- O FID não acende 61
- O acendedor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição 62
- Falha no processo de desvio de ajuste do NPD 63

Esta seção inclui falhas e sintomas que ocorrerão quando o GC estiver ligado mas não conseguir realizar análises. Essa situação é indicada pelo aviso “Not Ready”, por mensagens de falhas ou por outros sintomas.



O GC nunca está pronto

Normalmente, o GC fica pronto depois que fluxos e temperaturas chegam a um ponto de ajuste. Se o GC não ficar pronto após um longo período:

- Pressione [**Status**] ou uma tecla de componente (por exemplo, [**Frontinlet**]) para ver quais pontos de ajuste ou condições não estão prontos.
- Verifique se há algum problema no amostrador.
- Verifique se há algum problema com o sistema de dados.
- Se estiver realizando injeções manuais em modo sem separador ou de economia de gás, pode ser necessário pressionar [**Prep Run**] para preparar a entrada para a injeção. Faça isto, por exemplo:
 - Para ativar a válvula de purga da entrada antes de uma injeção sem separador
 - Para preparar para uma injeção com pulsos
 - Para desligar a economia de gás

Para mais informações sobre o [**Prep Run**], consulte o [Guia do usuário avançado do GC Agilent 7820](#).

O fluxo nunca está pronto

Se o fluxo nunca está pronto:

- Verifique se o gás de suprimento tem [pressão de entrega suficiente](#).
- Verifique o tipo de gás configurado. O tipo de gás configurado deve corresponder ao gás canalizado para o GC.
- Verifique se há vazamentos na tubulação de entrega do gás e no GC (consulte "[Verificação de vazamentos](#)").

A temperatura do forno nunca diminui/diminui muito lentamente

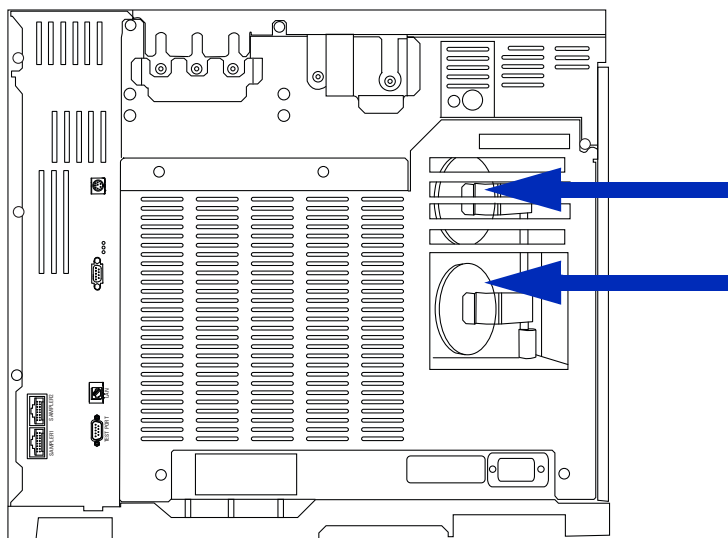
Se o forno não esfriar ou se esfriar muito lentamente:

AVISO

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

- Verifique a operação das abas do forno.
 - 1 Diminua a temperatura do forno em pelo menos 20 graus.
 - 2 Verifique se as abas do forno na parte posterior do GC estão **abertas**. Ouça para verificar se o ventilador está operando. A figura abaixo ilustra a localização das duas abas do forno.

Se as abas não estiverem operando com perfeição, entre em contato com o serviço da Agilent.



O forno nunca aquece

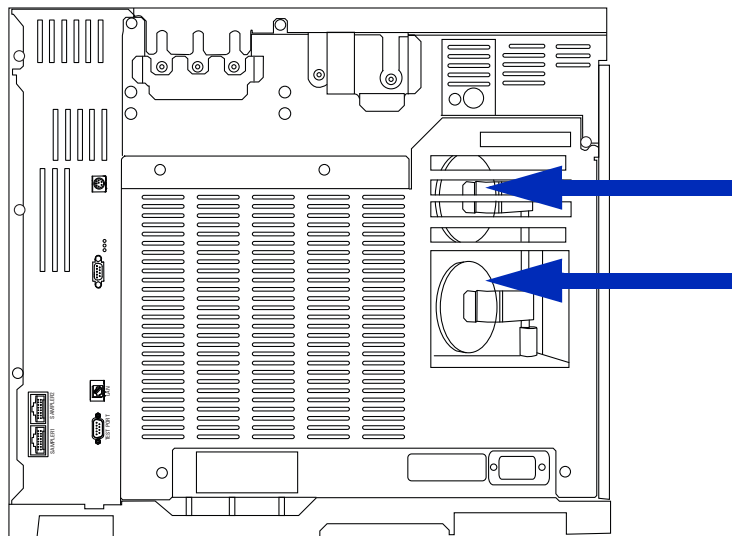
- Pressione [**Status**] para verificar erros a serem relatados à Agilent.

AVISO

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

- Desligue e ligue o GC.
- Verifique a operação das abas do forno.
 - 1 Aumente a temperatura do forno em pelo menos 20 graus.
 - 2 Verifique se as abas do forno na parte posterior do GC estão **fechadas**. A figura abaixo ilustra a localização das duas abas do forno.

Se a aba estiver presa em posição aberta ou se as abas estiverem fechadas mas o forno continuar não aquecendo, entre em contato com a Agilent.



A temperatura nunca está pronta

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

- Verifique se falta um recipiente de isolamento em uma entrada ou no detector.
- Verifique se há uma diferença de temperatura muito grande entre o forno e a entrada ou o detector.
- Verifique se falta isolamento em volta da entrada ou do detector.

Não é possível definir um fluxo ou pressão

Caso não consiga definir um fluxo ou pressão usando a entrada com/sem divisão, faça o seguinte:

- Verifique o modo de coluna.
- Confira se uma coluna capilar está configurada para a entrada correta.
- Verifique as dimensões da coluna configurada.
- Verifique se o fluxo está ligado.

Um gás não atinge o fluxo ou a pressão do ponto de ajuste

Se uma entrada não atingir seu ponto de ajuste de pressão, ela é desligada em um período de tempo determinado pelo tipo de entrada. Faça o seguinte:

- Verifique se há pressão de entrega suficiente no suprimento de gás. A pressão no suprimento deve ser pelo menos 10 psi maior do que o ponto de ajuste desejado.
- Verifique se há vazamentos (consulte “[Verificação de vazamentos](#)”). Ao usar o modo de economia de gás, certifique-se de que a taxa de fluxo dele seja alta o suficiente para manter a mais alta pressão de topo de coluna usada durante uma operação.
- Verifique se a coluna foi instalada incorretamente.

Se estiver usando uma entrada com/sem divisão:

- Verifique a taxa de separação. Aumente a quantidade de fluxo de separação.

Um gás excede o fluxo ou ponto de ajuste de pressão

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

Ao usar uma entrada com/sem divisão:

- Diminua a taxa de separação.
- Substitua o filtro de ventilação de separação.
- Verifique se o revestimento correto foi selecionado (caso use revestimento).
- Verifique se há contaminação no selo de ouro.

Ao usar um FID ou NPD:

- Confira se há um jato obstruído.

Válvulas:

- Confira se o rotor está desalinhado.

O fluxo ou a pressão da entrada flutuam

Uma flutuação na pressão da entrada causa variações na taxa de fluxo e nos tempos de retenção durante uma operação. Faça o seguinte:

- Verifique se o purificador de gás ou o gerador de gás está operando em capacidade máxima ou próximo a ela.
- Verifique se o gás de suprimento tem [pressão de entrega suficiente](#).
- Verifique se o regulador de pressão do fornecimento está funcionando corretamente.
- Verifique se há vazamentos (consulte "[Verificação de vazamentos](#)").
- Verifique se há grandes restrições no revestimento da entrada ou na armadilha da ventilação dividida.
- Verifique se o revestimento correto está instalado.

Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em uma entrada dividida

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

- Considere o uso de um revestimento criado para análise dividida.
- Confira se há um revestimento obstruído.
- Verifique se há contaminação na linha de ventilação dividida. Entre em contato com o serviço da Agilent se for necessário.
- Para entrada com/sem divisão, substitua o selo de ouro.

O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido

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

- Verifique se os fluxos medidos estão corrigidos para 25 °C e 1 atmosfera.
- Verifique se as dimensões corretas da coluna estão precisamente configuradas, incluindo o comprimento da coluna (cortada).
- A linha de ventilação dividida ou a armadilha pode estar parcialmente obstruída, criando uma pressão de entrada maior do que a pressão do ponto de ajuste.

O FID não acende

- Verifique se Lit Offset é igual a $\leq 2,0$ pA.
- Confira se o acendedor do FID fica incandescente durante a sequência de ignição (consulte [Para verificar a função do acendedor do FID durante a sequência de ignição](#)).
- Confira se há um jato obstruído ou parcialmente obstruído.
- Verifique as taxas de fluxo do FID. A taxa hidrogênio:ar tem grande impacto sobre a ignição. As configurações não ideais de fluxo podem impedir a ignição da chama (consulte [Para medir um fluxo do detector](#)).
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Grandes vazamentos resultam em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente a conexão da coluna no FID .
- Verifique a taxa de fluxo da coluna.
- Verifique se há vazamentos na conexão da coluna do FID.
- Certifique-se de que a temperatura do FID seja alta o bastante para a ignição (>150 °C).

O acendedor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição

AVISO

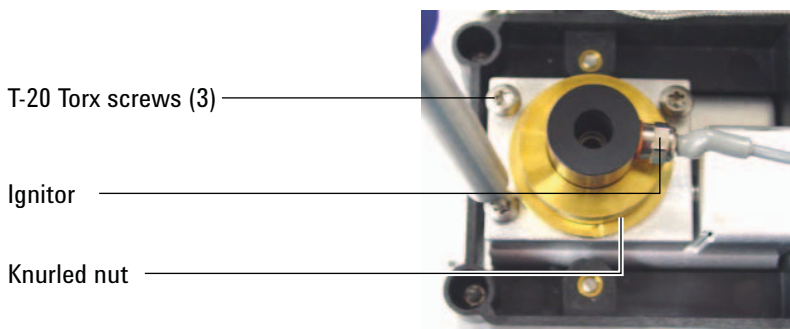
Mantenha as partes do corpo a uma distância segura da chaminé do FID durante a realização desta tarefa. Se utilizar hidrogênio, a chama do FID não será visível.

- 1 Remova a tampa superior do detector.
- 2 Ligue a chama do FID (**On**).
- 3 Observe o acendedor pela chaminé do FID. O pequeno orifício deve se iluminar com o calor durante a sequência de ignição.

Se o teste fracassar, confira estas causas possíveis:

- O acendedor pode estar com defeito; substitua o acendedor.
- A temperatura do detector está definida como $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. A Agilent recomenda a operação do FID a $\geq 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- O acendedor não está bem conectado ao solo:
 - o acendedor deve estar fortemente aparafusado na unidade de castelo do FID.
 - Os três parafusos Torx T-20 que fixam a unidade do coletor precisam ser apertados.
 - A porca carretilhada de latão que fixa a unidade de castelo do FID precisa ser apertada.

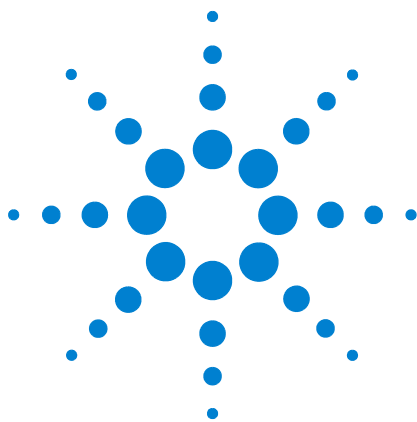
Realize a manutenção do FID se essas peças apresentarem corrosão ou oxidação.



Falha no processo de desvio de ajuste do NPD

- Inspecione o jato, ele pode estar obstruído.
- Faça a medição dos fluxos do detector (consulte [Para medir um fluxo do detector](#)).
- Verifique as condições do isolador. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas.
- Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente a conexão da coluna do detector (consulte [Verificação de vazamentos](#)).
- Defina o tempo de equilíbrio em 0.0.

4 Sintomas da falta de prontidão do GC



5 Sintomas de desligamento

Desligamento de colunas 66

Desligamentos de hidrogênio 67

Desligamentos térmicos 69

Desligamento de colunas

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

- Exibe **Front inlet pressure shutdown**.
- Desliga para evitar danos à coluna.
- Abre as abas do forno na parte posterior da metade do forno.
- Exibe o texto **Off** piscando como ponto de ajuste da temperatura do forno.
- Desliga todos os fluxos da coluna. Quando exibidos, seus parâmetros piscam com o texto **Off**. Por exemplo, os para uma entrada com/sem divisão se desligariam.
- Desativa todos os outros aquecedores. Quando exibidos, seus parâmetros de temperatura piscam com o texto **Off**.
- Tenta ativar uma falha de zona de desligamento com uma mensagem de erro.

Para se recuperar desse estado.

- 1 Corrija a causa do desligamento.
 - Verifique se a coluna está quebrada perto da entrada.
 - Verifique se há vazamentos.
 - Substitua o septo de entrada.
 - Substitua o anel em “o” de entrada.
 - Verifique a pressão do suprimento.
- 2 Pressione a tecla do dispositivo que iniciou o desligamento. Role até o parâmetro pneumático que está piscando como **Off** e pressione [**On**] ou [**Off**].

Por exemplo, se a entrada frontal ficou sem gás portador, pressione [**Front Inlet**], role até o parâmetro de pressão ou fluxo e pressione [**On**].

Desligamentos de hidrogênio

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

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

- Exibe **Hydrogen Safety Shutdown**.
- Fecha a válvula do suprimento portador para a entrada e fecha e desliga os controles de fluxo e pressão. Quando exibidos, esses parâmetros irão piscar como **Off**.
- Abre as válvulas de ventilação dividida nas entradas com/sem divisão e PTV.
- Desliga o aquecedor do forno e o ventilador e abre as abas do forno.
- Desliga todos os aquecedores (incluindo dispositivos conectados aos controles de aquecimento auxiliares, como aquecedores de caixa de válvulas). Quando exibidos, esses parâmetros irão piscar como **Off**.
- Soa um alarme.

AVISO

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

Para se recuperar de um estado de desligamento de hidrogênio:

- 1 Corrija a causa do desligamento:
 - Substitua o septo de entrada.
 - Substitua o anel em “o” de entrada.
 - Verifique se a coluna está quebrada.
 - Verifique a pressão do suprimento.

5 Sintomas de desligamento

- Verifique se há vazamentos no sistema Consulte [Verificação de vazamentos](#).
- 2 Desligue e ligue o GC.
 - 3 Depois que o GC religar, pressione a tecla do dispositivo que iniciou o desligamento. Role até o parâmetro pneumático que está piscando como **Off** e pressione [**On**] ou [**Off**]. Por exemplo, se a entrada frontal ficou sem gás portador, pressione [**Front Inlet**], role até o parâmetro de pressão ou fluxo e pressione [**On**].

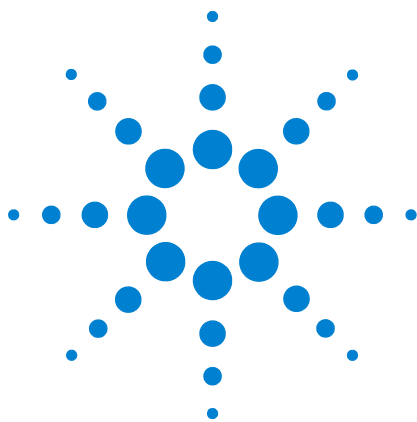
Desligamentos térmicos

Uma falha térmica significa que o forno ou outra zona aquecida não está no intervalo de temperatura permitido (abaixo da temperatura mínima ou acima da temperatura máxima).

Para se recuperar desse estado:

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

5 Sintomas de desligamento



6 Sintomas na ativação e na comunicação do GC

O GC não liga 72

O PC não consegue se comunicar com o GC 73

O GC liga mas para durante a inicialização (durante o autoteste) 74



O GC não liga

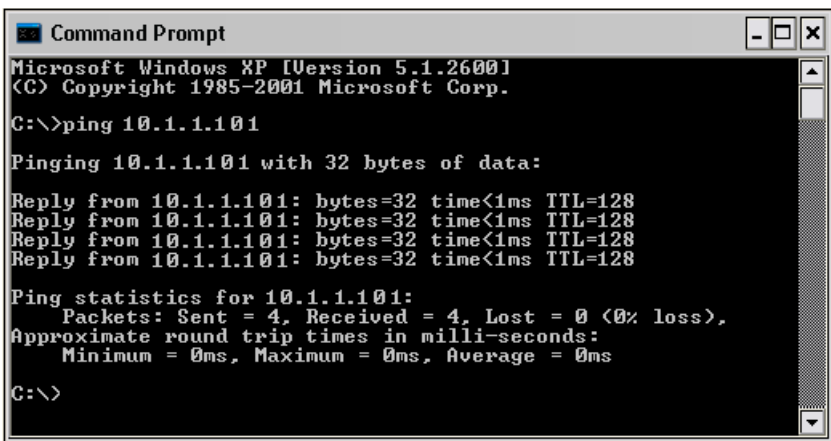
Se o GC não ligar:

- Verifique o cabo de alimentação.
- Verifique se está faltando luz no local.
- Se o problema for com o GC, desligue-o. Aguarde 30 segundos e torne a ligá-lo.

O PC não consegue se comunicar com o GC

- Realize um teste de **ping**

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



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

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

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

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

C:\>
```

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

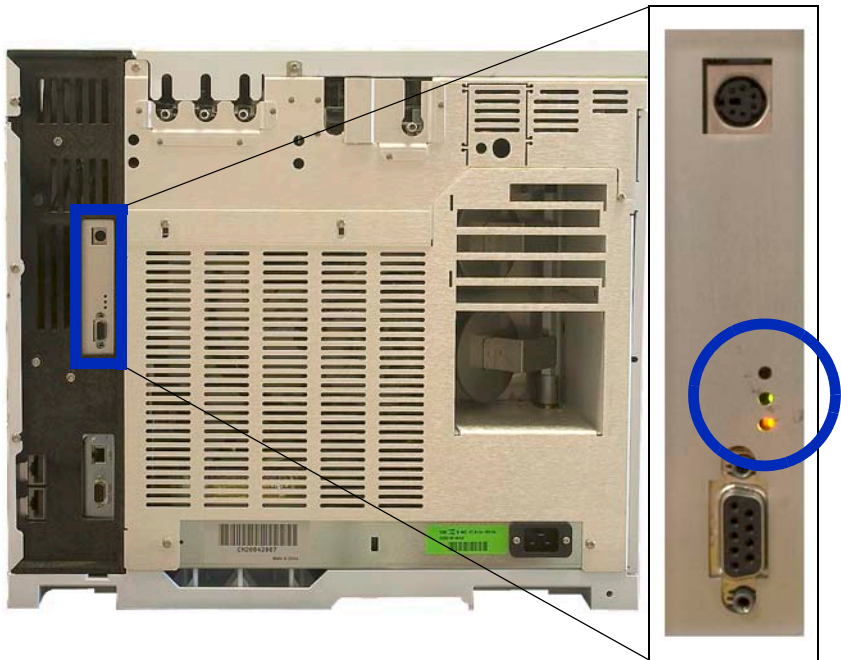
Se o teste de ping fracassar, faça o seguinte:

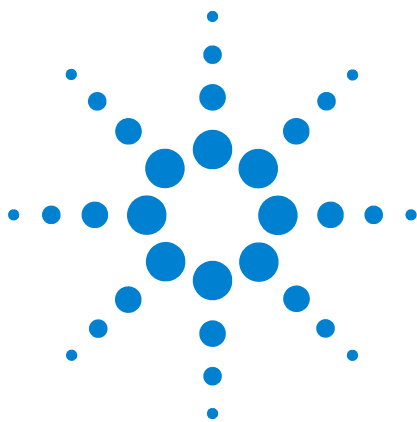
- Verifique o cabeamento da rede local.
- Verifique os endereços IP, de máscara de sub-rede e do gateway.
- Verifique se há outro software conectado ao GC. Por exemplo, apenas um teclado de software por vez pode se conectar a um GC. Os sistemas de dados Agilent também bloqueiam a conectividade por outros sistemas de dados.

O GC liga mas para durante a inicialização (durante o autoteste)

Se o GC ligar mas a tela habitual não aparecer:

- 1 Desligue o botão liga/desliga do GC (**Off**). Aguarde um minuto e ligue o GC (**On**).
- 2 Se o GC não voltar ao normal, grave eventuais mensagens exibidas no visor. Observe o painel posterior do GC; procure as luzes indicadoras (LEDs verde, amarelo ou vermelho) acima do conector REMOTE. Verifique se elas piscam ou se permanecem constantes. Entre em contato com o serviço da Agilent e forneça as informações do visor aos funcionários do suporte (veja também [“Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent”](#)).





7 Verificação de vazamentos

Dicas para verificação de vazamentos [76](#)

Para verificar se há vazamentos externos [77](#)

Para verificar se há vazamentos no GC [78](#)

Para realizar uma verificação de vazamento na entrada [79](#)



Dicas para verificação de vazamentos

Ao verificar se há vazamentos, considere o sistema em duas partes: pontos de vazamento externos e pontos de vazamento do GC.

- **Pontos de vazamento externos** incluem o cilindro de gás (ou purificador de gás), o regulador e suas conexões, as válvulas de interrupção de suprimento e as conexões ao suprimento do GC.
- **Pontos de vazamento do GC** incluem entradas, detectores, conexões de coluna, conexões de válvulas e conexões entre módulos de fluxo e entradas/detectores.

AVISO

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um fluxômetro). Faça a purificação dos fluxômetros com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/isolantes.

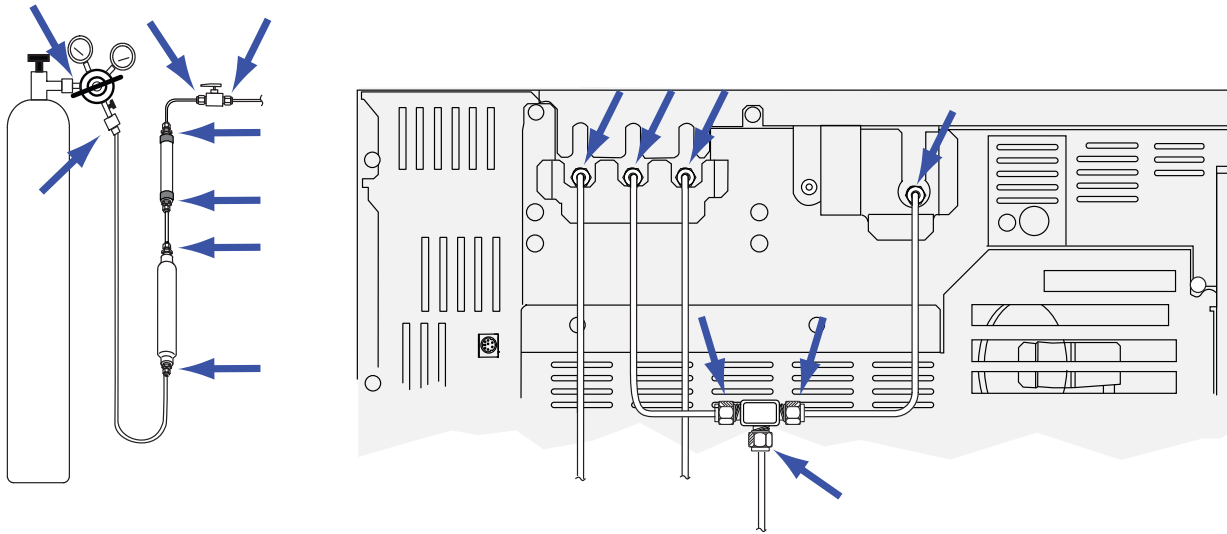
AVISO

Pode haver presença de gases de amostra perigosos.

- 1 Reúna o seguinte:
 - Detector de vazamento eletrônico capaz de detectar o tipo de gás
 - 7/16 de polegada, 9/16 de polegada e 1/4 de polegada são as medidas das chaves de aperto para as conexões de coluna e Swagelok
- 2 Verifique se há pontos de vazamento em potencial em todas as manutenções realizadas recentemente.
- 3 Verifique as conexões do GC e as conexões que passam por ciclo térmico, já que o ciclo térmico tende a soltar um pouco alguns tipos de conexão. Use o detector de vazamento eletrônico para determinar se há vazamento em uma conexão.
 - Comece verificando conexões criadas recentemente.
 - Lembre-se de verificar as conexões nas linhas de suprimento de gás depois de trocar armadilhas ou cilindros de suprimento.

Para verificar se há vazamentos externos

Verifique se há vazamentos nestas conexões:



- Conexões do anteparo do suprimento de gás
- Conexão do cilindro de gás
- Conexões do regulador
- Armadilhas
- Válvulas de interrupção
- Conexões em T

Realize um teste de queda de pressão.

- 1 Desligue o GC.
- 2 Defina a pressão do regulador em 415 kPa (60 psi).
- 3 Gire completamente o botão de ajuste de pressão do regulador no sentido anti-horário para fechar a válvula.
- 4 Aguarde cinco minutos. Se houver uma queda mensurável na pressão, há um vazamento nas conexões externas. Se não houver queda na pressão, não há vazamentos nas conexões externas.

Para verificar se há vazamentos no GC

Verifique se há vazamentos nestas conexões:

- Septo interno, cabeça do septo, revestimento, armadilha de ventilação dividida, ventilação dividida, linha de armadilha e conexões de ventilação de purga
- Conexões de colunas às entradas, detectores, válvulas, separadores e uniões
- Conexões dos módulos de fluxo às entradas, detectores e válvulas
- Adaptadores de colunas

Primeiro, use o teste de vazamento integrado do GC para verificar se há vazamentos na conexão da coluna de entrada, no septo, no revestimento, na linha de armadilha de ventilação dividida etc. Consulte [“Para realizar uma verificação de vazamento na entrada”](#). Corrija eventuais vazamentos encontrados usando este teste. Se o GC ainda mostrar os sintomas de um vazamento, verifique outros pontos possíveis de vazamento.

Para realizar uma verificação de vazamento na entrada

O GC oferece uma verificação de vazamentos em tempo real e integrada para todas as entradas. Essa verificação é mais útil para localizar vazamentos da entrada durante e após a manutenção da entrada. Embora não seja tão meticuloso ou sensível quanto um teste de pressão de entrada completo, ele é realizado normalmente com a coluna instalada e configurada e oferece uma rápida garantia de que a entrada esteja razoavelmente livre de vazamentos. A Agilent recomenda que a verificação seja executada antes e durante a manutenção da entrada, para que seja possível notar se o vazamento na entrada é interrompido enquanto você aperta as conexões. O teste é apropriado para todas as aplicações, embora algumas possam exigir um teste de vazamentos mais robusto.

A verificação de vazamentos da entrada encontra vazamentos nestes locais:

- Conexão de entrada da coluna
- Selo de ouro (se for o caso)
- Caixa da ventilação dividida (se for o caso)
- Porca do septo e septo (se for o caso)
- Insira a unidade porca de soldar/cabeça do septo (se for o caso)

Para realizar o teste:

- 1 No teclado do GC, pressione [**Service Mode**], role até **Front inlet leak check** ou **Back inlet leak check** e pressione [**Enter**].
- 2 O visor exibirá algo semelhante à [Figura 3](#):

Figura 3 Exemplo do que é exibido no visor durante verificação de vazamento na entrada frontal. O exemplo presume que um teste foi realizado anteriormente (role o visor para ver todas as linhas).

- 3 Verifique se o valor de **Test pressure** é aceitável. Geralmente, a pressão padrão de 10 psi funciona bem. Se desejar, digite uma pressão de entrada diferente.
 - Para resultados que possam ser repetidos, use o mesmo valor para o mesmo equipamento.
 - Digite uma pressão de teste mais alta se estiver usando uma coluna que produz contrapressão alta.
- 4 Role até **Test Inlet** e pressione [**On/Yes**].

- 5 Após alguns momentos, o teste se estabiliza.
 - A leitura de **TotalFlow** mostra o fluxo total de gás portador através da entrada. A leitura de **Col** mostra o fluxo através da coluna.
 - A taxa de vazamento aproximada é **TotalFlow – Col**, em mL/min.
 - Considere a entrada livre de vazamentos se a leitura de **Col** for *quase igual* à leitura de **TotalFlow**.
- 6 Enquanto monitora as leituras, conforme a necessidade, aperte as conexões, substitua o septo, troque o anel em “o” do revestimento etc. Se o reparo interromper o vazamento, você verá a leitura de **Col** cair, tornando-se *quase* igual à leitura de **TotalFlow**.

NOTA

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

Para definir limites de aviso para uma verificação de vazamento

O GC fornece dois alertas relacionados à verificação de vazamento da entrada:

- **Warning if pressure check:** Se a pressão mensurada exceder o limite, ative o indicador Service Due.
- **Fault if pressure check:** Se a pressão mensurada exceder o limite, deixe o GC como Not Ready.

Você pode determinar resultados razoáveis para a verificação de vazamentos na entrada, e depois configurar o GC para entrar em status Not Ready ou para definir o indicador Service Due caso a verificação de vazamento falhe. Para definir um ou ambos os limites:

- 1 Quando a entrada for considerada livre de vazamento, execute a verificação de vazamento de entrada (presuma que a entrada não apresenta vazamentos se as leituras de **TotalFlow** e **Col** estiverem bem próximas e se você estiver satisfeito com os resultados cromatográficos do GC).
- 2 Observe o resultado de **TotalFlow**.
- 3 Role até **Warning if pressure check** ou **Fault if pressure check**.
- 4 Digite um limite usando o teclado e pressione [**Enter**].

- Escolha uma taxa de fluxo mais alta do que a leitura aceitável de TotalFlow. O ideal é digitar um valor que corresponda a problemas cromatográficos conhecidos.
 - Os limites de falhas e avisos podem ser diferentes. Por exemplo, uma aviso em um limite mais baixo e uma falha em um limite mais alto.
- 5 Se preferir, repita para **Fault if pressure check**.
 - 6 Isso conclui a configuração do teste.
 - 7 Execute-o periodicamente. Quando o teste falhar, conserte eventuais vazamentos.

Para eliminar a condição Not Ready ou desligar o indicador Service Due:

- 1 Pressione [**Service Mode**], role até **Front inlet leak check** ou **Back inlet leak check** e pressione [**Enter**].
- 2 Role até **Reset the test results?** e pressione [**On/Yes**].

Para desativar um limite de aviso para a verificação de vazamento de entrada

- 1 Pressione [**Service Mode**], role até **Front inlet leak check** ou **Back inlet leak check** e pressione [**Enter**].
- 2 Role até o limite de aviso e pressione [**Off/No**].

AVISO

Cuidado! O forno, a entrada e/ou o detector podem estar muito quentes e causar queimaduras. Se o forno, a entrada ou o detector estiverem quentes, use luvas para proteger as mãos.

7 Verificação de vazamentos



8 Tarefas de solução de problemas

- Para medir um fluxo de coluna 84
- Para medir o fluxo de ventilação dividida ou de purga do septo 88
- Para medir um fluxo do detector 89
- Para realizar o autoteste do GC 93
- Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação dividida 94
- Para executar a verificação da armadilha da entrada 97
- Para ajustar o desvio de ignição do FID 99
- Para verificar se a chama do FID está acesa 100
- Para verificar a função do acendedor do FID durante a sequência de ignição 101
- Para medir a corrente de vazamento do FID 102
- Para medir a saída de linha de base do FID 103
- Para medir a corrente de vazamento do NPD 104
- Para verificar se o isolador do NPD está aceso 105
- Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo 106



Para medir um fluxo de coluna

Medição de fluxo de coluna de FID, TCD, uECD

O procedimento a seguir pode ser usado para medir o fluxo de coluna de FID, TCD, uECD.

AVISO

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um fluxômetro). Faça a purificação dos fluxômetros com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/isolantes.

AVISO

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

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

NOTA

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

Um tubo adaptador de borracha de 1/8 de polegada se conecta diretamente a uma ventilação de exaustão de TCD, ou uECD.

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



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

.Medição do fluxo de coluna NPD

1 Reúna o seguinte:

- Ferramenta adaptadora de fluxômetro NPD (G1534- 60640)



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

2 Defina a tensão do isolador em 0.0 V.

3 Esfrie o NPD para 100 °C.

AVISO

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

4 **Remova o isolador** e guarde-o com cuidado até a reinstalação.

5 Insira a ferramenta adaptadora de fluxômetro NPD no coletor NPD.

6 Anexe a inserção de medição de fluxo à ferramenta adaptadora de fluxômetro NPD.



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

Para medir o fluxo de ventilação dividida ou de purga do septo

AVISO

O hidrogênio (H_2) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um fluxômetro). Faça a purificação dos fluxômetros com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/isolantes.

Os fluxos de ventilação dividida ou de purga do septo saem pelo módulo pneumático na parte superior traseira do GC. Veja a figura abaixo.

Para medir o fluxo de ventilação dividida ou de purga do septo, anexe o fluxômetro ao tubo apropriado. Remova a tampa pneumática do GC para acessar os exaustores de entrada posteriores.

- A ventilação dividida tem uma conexão com rosca Swagelok de 1/8 de polegada. Crie e use um adaptador de tubo de 1/8 de polegada (conforme visto abaixo) para converter a conexão com rosca de 1/8 de polegada em um tubo de 1/8 de polegada. Isso impede a tubulação do fluxômetro de borracha de vazar em volta das roscas, resultando em vazamento e leituras de fluxo incorretas.



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

Para medir um fluxo do detector

Medição de fluxos de FID, TCD, uECD

AVISO

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um fluxômetro). Faça a purificação dos fluxômetros com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/isolantes.

1 Reúna o seguinte:

- Tubo adaptador de fluxômetro apropriado (encontrado no kit que acompanha o GC).
- Fluxômetro eletrônico calibrado para as taxas de gás e fluxo de interesse.

CUIDADO

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

2 Defina a temperatura do forno como a temperatura ambiente (35 °C).

3 Desligue o fluxo e a pressão da coluna.

4 Desligue (se for o caso): a chama do FID e o filamento do TCD.

5 Resfrie o detector.

6 Conecte o adaptador apropriado ao exaustor do detector.

NOTA

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

Um tubo adaptador de borracha se conecta diretamente a uma ventilação de exaustão de TCD, ou uECD.



Um adaptador em separado (19301-60660) é fornecido para o FID. Insira o adaptador na ventilação de exaustão do detector, o máximo possível. Você vai sentir alguma resistência enquanto o anel em “o” adaptador é

8 Tarefas de solução de problemas

pressionado para dentro da ventilação de exaustão do detector. Gire e empurre o adaptador durante a inserção para garantir uma boa vedação.



- 7 Conecte o fluxômetro ao adaptador do fluxômetro.
- 8 Meça a taxa de fluxo de cada gás, um de cada vez.

Medição de fluxos de NPD

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



- Inserção de medição de fluxo (19301-60660)
 - Fluxômetro eletrônico calibrado para as taxas de gás e fluxo de interesse.
- 2 Defina a tensão do isolador em 0.0 V.
 - 3 Esfrie o NPD para 100 °C.

AVISO

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

- 4 **Remova o isolador** e guarde-o com cuidado até a reinstalação.
- 5 Insira a ferramenta adaptadora de fluxômetro NPD no coletor NPD.
- 6 Anexe a inserção de medição de fluxo à ferramenta adaptadora de fluxômetro NPD.



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

Para realizar o autoteste do GC

- 1 Desligue o GC.
- 2 Espere um minuto e torne a ligá-lo. Se a tela de status principal do GC aparecer, o GC passou no autoteste.

Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação dividida

A Agilent oferece um teste integrado que mede a contrapressão na armadilha de ventilação dividida e na linha para a entrada com/sem divisão. O teste mede a pressão desenvolvida no caminho do fluxo de ventilação dividida a uma taxa de fluxo específica, selecionada pelo usuário. Essa taxa de fluxo pode ser o ponto de ajuste de **fluxo dividido** do seu método ou o padrão 400 mL/min usado pela Agilent para comparar valores “típicos”.

Ao executar esse teste em um sistema limpo, você pode estabelecer uma linha de base para a contrapressão esperada na linha de ventilação dividida. Depois você pode tornar a executar o teste periodicamente para determinar se a armadilha precisa ou não ser substituída antes que tenha impacto sobre sua cromatografia.

A pressão medida pelo teste depende:

- Do revestimento instalado
- Da taxa de fluxo usada

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

O teste verifica:

- Restrições no revestimento
- Contaminação no selo de ouro (apenas para entrada com/sem divisão)
- Restrições na linha de ventilação dividida, como contaminação com amostra condensada na armadilha e na linha de ventilação dividida.

O teste pode medir o grau de adequação do hardware instalado. Execute o teste usando o hardware e os pontos de ajuste do seu método. Se a pressão de teste medida estiver próxima à pressão do topo da coluna desejada, isso significa que até mesmo uma pequena quantidade de restrição na linha de ventilação dividida pode fazer o GC não ficar em estado de prontidão. Você pode querer instalar um revestimento diferente, ou ajustar o método (para revestimentos sem divisão, tente reinstalar o revestimento primeiro. Os revestimentos sem divisão criam mais contrapressão do que revestimentos com divisão, e com isso pequenas variações na orientação podem fazer diferença em pressões baixas no topo).

Para definir um limite de aviso para a verificação da armadilha da entrada

Para usar a verificação de armadilha da entrada para monitorar a armadilha de ventilação dividida:

- 1 Substitua a armadilha de ventilação dividida se ela tiver sido usada para muitas injeções de amostras. Certifique-se de que o GC esteja limpo:
 - Substitua o hardware da entrada caso necessário.
 - Verifique se a linha de ventilação dividida está livre de contaminação ou restrições.
- 2 Execute a verificação da armadilha da entrada. Consulte [“Para executar a verificação da armadilha da entrada”](#).
- 3 Observe a pressão. Essa leitura é a contrapressão esperada de um sistema limpo com o revestimento instalado.
- 4 Determine um limite prático de contrapressão de ventilação dividida.

Use o GC normalmente. Torne a executar a verificação da armadilha da entrada periodicamente. A armadilha da ventilação dividida precisa ser trocada quando:

- Há problemas cromatográficos relacionados a uma restrição na ventilação dividida, geralmente uma baixa repetibilidade da área de modo dividido, ou
- A pressão de teste relatada se aproxima do ou excede o ponto de ajuste de pressão do topo da coluna do método.

Execute a verificação da armadilha da entrada e observe a pressão. Troque a armadilha da ventilação dividida.

- 5 Defina um limite de aviso e um comportamento, se desejar.

Agora que você sabe quando a armadilha precisa ser trocada, é possível definir um ou dois limites no teste. Use esses limites para definir o indicador Service Due, ou para forçar o GC a entrar em status Not Ready. Os dois limites são:

- **Warning if pressure check:** Se a pressão mensurada exceder o limite, ative o indicador Service Due.
- **Fault if pressure check:** Se a pressão mensurada exceder o limite, deixe o GC como Not Ready.

Para definir um limite de aviso:

- a Pressione [**Service Mode**], role até **Front inlet trap check** ou **Back inlet trap check** e pressione [**Enter**].
- b Role até o limite desejado.
- c Digite um limite usando o teclado e pressione [**Enter**]

(para desativar um aviso, selecione-o e pressione [**Off/No**]).

Isso conclui a configuração do teste.

- 6 Execute-o periodicamente. Quando o teste falhar, substitua a armadilha da ventilação dividida.

Para eliminar a condição Not Ready ou desligar o indicador Service Due:

- 1 Pressione [**Service Mode**], role até **Front inlet trap check** ou **Back inlet trap check** e pressione [**Enter**].
- 2 Role até **Reset the test results?** e pressione [**On/Yes**].

Para desativar um limite de aviso para a verificação da armadilha da entrada

- 1 Pressione [**Service Mode**], role até **Front inlet trap check** ou **Back inlet trap check** e pressione [**Enter**].
- 2 Role até o aviso e pressione [**Off/No**].

Para executar a verificação da armadilha da entrada

Pelo teclado de software (controlador remoto):

- 1 Pressione [**Service Mode**], role até **Front inlet trap check** ou **Back inlet trap check** e pressione [**Enter**]. O visor exibirá algo semelhante a [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
Fault 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** Exemplo do que é exibido no visor durante verificação de armadilha da entrada frontal. O exemplo presume que um teste foi realizado anteriormente. Role o visor para ver todas as linhas.

- 2 Role até **Test flow rate** e digite uma taxa de fluxo. Uma taxa de fluxo típica para esse teste é de 400 mL/min, mas outros valores podem ser mais apropriados para a sua configuração.
- 3 Role até **Test Inlet** e pressione [**On/Yes**] para iniciar o teste.
- 4 Espere até que a pressão estabilize. Quando estabilizar, a linha **Test Inlet** do visor vai mudar para **Test pressure OK x.xx**, onde x.xx é a pressão atual.

Se a entrada não puder alcançar o ponto de ajuste de teste, verifique se há vazamento (na entrada, na armadilha da ventilação dividida ou na linha da ventilação dividida), ou baixa pressão do gás de suprimento.

- 5 Observe o valor resultante de **Inlet Pressure**. Se a pressão medida exceder qualquer limite que você configurar, o GC responderá de acordo. Consulte [“Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação dividida”](#).

Se a pressão de um revestimento sem divisão parecer anormalmente alta para um sistema limpo, tente reinstalar o revestimento.

Se a pressão em um sistema limpo estiver dentro desses intervalos, mas estiver próxima à pressão operacional do método, considere uma alteração no hardware ou no método. Consulte também [Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em uma entrada dividida](#).

6 Pressione **[Off/No]** para interromper o teste.

NOTA

Os resultados de testes mais recentes são exibidos na parte inferior do visor. Role o visor para vê-los.

Para desativar a condição Not Ready ou o indicador Service Due, role até **Reset the test results?** e pressione **[On/Yes]**.

Para ajustar o desvio de ignição do FID

Para ajustar o desvio de ignição (**Lit offset**) do FID:

- 1 Pressione [**Config**].
- 2 Role até **Front detector** ou **Back detector** (onde quer que o detector esteja instalado) e pressione [**Enter**].
- 3 Role até **Lit offset**. Com a linha **Lit offset** realçada, digite o novo parâmetro para o detector e pressione [**Enter**].
- 4 O desvio de ignição deve ser ≤ 2.0 pA ou menor do que a saída normal do FID quando aceso.

Para verificar se a chama do FID está acesa

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

Geralmente a saída do FID vai estar entre 5.0 e 20.0 pA quando aceso, e < 2.0 pA quando apagado.

Para verificar a função do acendedor do FID durante a sequência de ignição

AVISO

Mantenha as partes do corpo a uma distância segura da chaminé do FID durante a realização desta tarefa. Se utilizar hidrogênio, a chama do FID não será visível.

- 1 Remova a tampa superior do detector.
- 2 Ligue a chama do FID (**On**).
- 3 Observe o acendedor pela chaminé do FID. O pequeno orifício deve se iluminar com o calor durante a sequência de ignição.

Para medir a corrente de vazamento do FID

- 1 Carregue o método analítico.
 - Certifique-se de que os fluxos sejam aceitáveis para ignição.
 - Aqueça o detector à temperatura operacional ou 300 °C.

2 Desligue a chama do FID.

3 Verifique se o eletrômetro do FID está ligado.

4 Pressione [**Front Det**] ou [**Back Det**], em seguida role até **Output**.

5 Verifique se a saída é estável e < 1.0 pA.

Se a saída for instável ou > 1.0 pA, desligue o GC e verifique se as peças superiores do FID estão montadas corretamente e se não estão contaminadas. Se a contaminação estiver confinada ao detector, [faça bakeout do FID](#).

6 Ligue a chama.

Para medir a saída de linha de base do FID

- 1 Com a coluna instalada, carregue seu método de verificação.
- 2 Defina a temperatura do forno como 35 °C.
- 3 Pressione **[Front Det]** ou **[Back Det]**, em seguida role até **Output**.
- 4 Quando a chama estiver acesa e o GC estiver pronto, verifique se a saída é estável e < 20 pA (isso pode demorar algum tempo).
- 5 Se a saída não for estável ou > 20 pA, o sistema ou gás pode estar contaminado. Se a contaminação estiver restrita ao detector, [faça bakeout do FID](#).

Para medir a corrente de vazamento do NPD

- 1 Carregue o método analítico.
- 2 Defina **NPD Adjust Offset** como **Off** e **Bead Voltage** como **0,00 V**.
 - Deixe o NPD em temperatura de operação.
 - Deixe os fluxos ligados ou desligados.
- 3 Pressione [**Front Det**] ou [**Back Det**], em seguida role até **Output**.
- 4 Verifique se a saída (corrente de vazamento) é estável e $< 1,0 \text{ pA}$.
- 5 A saída deve cair lentamente rumo a $0,0 \text{ pA}$, e deve estabilizar nos *décimos* de um picoampère. Uma tensão $> 2,0 \text{ pA}$ indica um problema.

Para verificar se o isolador do NPD está aceso

AVISO

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

Para verificar se o isolador está aceso, olhe pelo orifício de ventilação na tampa do detector para ver se o isolador está incandescente (cor laranja).

A saída do NPD é selecionada pelo operador como parte do processo de desvio de ajuste e geralmente fica entre 5.0 e 50.0 pA.

AVISO

Cuidado! O forno, a entrada e/ou o detector podem estar muito quentes e causar queimaduras. Se o forno, a entrada ou o detector estiverem quentes, use luvas para proteger as mãos.

Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo

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

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

Para ignorar o status de um dispositivo:

- 1 Desligue os fluxos de gás e o aquecedor do dispositivo, conforme o caso (certifique-se de que isso não possa criar um risco de segurança).
- 2 Pressione [**Config**] e selecione o elemento.
- 3 Role até **Ignore Ready** e pressione [**On/Yes**] para definir como **True**.

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

CUIDADO

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

Após o conserto, não deixe de devolver o dispositivo ao estado **Ignore Ready = False**. Do contrário, seu estado (temperatura, fluxo, pressão etc.) continuará sendo ignorado, mesmo se o dispositivo for usado na análise.

Para levar em consideração a prontidão de um dispositivo, defina **Ignore Ready** como **False**.