

Agilent 7890A Cromatógrafo a gás

Solução de problemas

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2011

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

G3430-98017

Edição

Sexta edição, julho de 2011
Quinta edição, junho de 2010
Quarta edição, janeiro de 2010
Terceira edição, abril de 2009
Segunda edição, maio de 2008
Primeira edição, março de 2007

Impresso nos EUA

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

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 uma indicação 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	10
Como solucionar problemas com este manual	10
A tecla [Status]	10
Condições de erro	10
Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados	11
Configuração da entrada e do detector	11
Configuração da coluna	11
Configuração do amostrador de líquidos automático	11
Configuração do gás	12
Para exibir o log de operações, o log de manutenção e o log de eventos	13
Run Log	13
Maintenance Log	13
Event Log	13
Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent	14

2 Sintomas do ALS e do detector

Erros no êmbolo	16
Procedimento	16
Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7693A)	17
Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7693A	19
Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7683)	20
Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7683B	22
A agulha da seringa entorta durante a injeção na entrada	23
O FID fracassa no teste de corrente de vazamento	24
Causas possíveis	24
Procedimento	24
O NPD fracassa no teste de corrente de vazamento	25
O FID fracassa no teste de linha de base	26
Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID	27

O FID não acende	28
O acendedor do FID não acende durante a sequência de ignição	29
Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do acendedor	31
O FPD não acende	32
Falha no processo de desvio de ajuste do NPD	34
O isolador do NPD não acende	35
Desligamento do dispositivo (causado por falha)	36

3 Sintomas cromatográficos

Não é possível repetir os tempos de retenção	39
Não é possível repetir as áreas de pico	40
Contaminação ou resquícios	41
Isole a fonte	41
Verifique as causas possíveis — todas as combinações de entrada e detector.	41
Picos maiores do que o esperado	44
Picos não exibidos/Sem picos	45
Programa de temperatura do forno durante o aumento de linha de base	47
Baixa resolução de pico	48
Cauda de pico	49
Cauda de pico NPD	51
Ponto de ebulição de pico ou discriminação de peso molecular ruins	52
Para qualquer operação de entrada em modo com separador com qualquer detector	52
Para qualquer operação de entrada em modo sem separador com qualquer detector	52
Decomposição de amostra na entrada/Picos ausentes	53
Pico frontal	54
Detector com ruído, incluindo erraticidade, desvios e picos na linha de base	55
Linha de base com ruído	55
Erraticidade e desvio da linha de base	58
Picos na linha de base	59
Ruído e sensibilidade no detector de captura de elétron de microcélula (uECD)	62
Avaliação do sinal do mostrador	63
Sensibilidade	64

Contaminação (linha de base alta)	65
Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade)	66
Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID	67
A chama do FID se apaga durante uma operação e tenta acender novamente	69
Saída de linha de base do FID acima de 20 pA	71
Saída de linha de base do FID no máximo (~8 milhões)	72
A chama do FPD se apaga durante uma operação e tenta acender novamente	73
Dissipação/Repetibilidade de FPD	74
A saída do FPD é muito alta ou muito baixa	75
Áreas de pico pequenas do FPD	76
Largura de pico grande do FPD em meia altura	77
Saída alta de linha de base do FPD, > 20 pA	78
A saída cromatográfica do FPD exhibe picos cortados	79
Dissipação de solvente do NPD	80
Resposta baixa do NPD	81
Saída de linha de base do NPD > 8 milhões	83
O processo de desvio de ajuste do NPD não funciona corretamente	84
Seletividade baixa do NPD	85
Picos negativos vistos com o TCD	86
A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal amortecido (linha de base oscilante)	87
Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda	88

4 Sintomas da falta de prontidão do GC

O GC nunca está pronto	90
O fluxo nunca está pronto	91
A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente	92
O forno nunca aquece	93
A temperatura nunca está pronta	94
Não é possível definir um fluxo ou pressão	95
Um gás não atinge o fluxo ou a pressão do ponto de ajuste	96
Um gás excede o fluxo ou ponto de ajuste de pressão	97
O fluxo ou a pressão da entrada flutuam	98

- Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em uma entrada dividida 99
- O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido 100
- O FID não acende 101
- O acendedor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição 102
- Os fluxos de gás de complementação e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do ponto de ajuste 104
- Falha no processo de desvio de ajuste do NPD 105
- O FPD não acende 106
- A válvula não está pronta 108
 - Válvulas externas 108
 - Válvulas de amostragem de gás 108
 - Válvula de multiposição 108

5 Sintomas de desligamento

- Desligamento de coluna 110
- Desligamentos de hidrogênio 112
- Desligamentos térmicos 114

6 Sintomas na ativação e na comunicação do GC

- O GC não liga 116
- O PC não consegue se comunicar com o GC 117
- O GC não se recupera após uma atualização de firmware 119
- O GC liga mas para durante a inicialização (durante o autoteste) 120

7 Verificação de vazamento

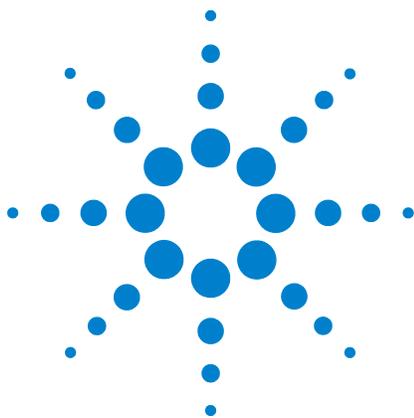
- Dicas para verificação de vazamentos 124
- Para verificar se há vazamentos externos 125
- Para verificar se há vazamentos no GC 127
- Vazamentos nas conexões de fluxo capilar 129
- Para realizar uma verificação de vazamento na entrada 130
 - Para definir limites de aviso para uma verificação de vazamento 132
 - Para desativar um limite de aviso para a verificação de vazamento de entrada 133
- Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor 134
 - Não é possível atingir o ponto de ajuste da pressão 134

Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim	135
Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS	137
Para verificar se há vazamentos em uma entrada multimodo	138
Não é possível atingir o ponto de ajuste da pressão	138
Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim	139
Para realizar um teste de queda de pressão de MMI	141
Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão PP	142
Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC	143
Para realizar um teste de queda de pressão de PTV	144
Para realizar um teste de queda de pressão de VI	145

8 Tarefas de solução de problemas

Para medir um fluxo de coluna	148
Medição de fluxo de coluna de FID, TCD, uECD e FPD	148
Medição do fluxo de coluna NPD	150
Para medir o fluxo de ventilação dividida ou de purga do septo	153
Para medir um fluxo de detector	155
Medição de fluxo de FID, TCD, uECD e FPD	155
Medição dos fluxos de NPD	157
Para realizar o autoteste do GC	160
Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação dividida	161
Para definir um limite de aviso para a verificação da armadilha da entrada	162
Para desativar um limite de aviso para a verificação da armadilha da entrada	163
Para executar a verificação da armadilha da entrada	164
Para realizar um teste de restrição de ventilação dividida de SS	166
Para ajustar o desvio de ignição do FID	167
Para verificar se a chama do FID está acesa	168
Para verificar a função do acendedor do FID durante a sequência de ignição	169
Para medir a corrente de vazamento do FID	170
Para medir a saída de linha de base do FID	171
Para isolar a causa do ruído do FID	172
Para medir a corrente de vazamento do NPD	173

Para verificar se um jato de FID está obstruído	174
Para verificar se um jato de NPD está obstruído	175
Para verificar se o isolador do NPD está aceso	176
Para verificar se a chama do FPD está acesa	177
Para ajustar o desvio de ignição do FPD	178
Quando é hora de trocar os purificadores de gás	179
Para verificar se há contaminação na linha de ventilação dividida	180
Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo	182



1

Conceitos e tarefas gerais

Conceitos 10

Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados 11

Para exibir o log de operações, o log de manutenção e o log de eventos 13

Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent 14

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.

A tecla [Status]

Certifique-se de usar as teclas [**Status**] e [**Info**] do teclado do GC 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. 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 entrada e do detector

Certifique-se de configurar o GC e todos os componentes relacionados, de forma que reflitam alterações na entrada ou no detector. Abaixo, há alguns exemplos de componentes que devem ser mantidos atualizados após alterações na entrada ou no detector:

Tubos: A conduta apropriada do tipo de tubo varia dependendo do modo de entrada do GC, por exemplo, modo com divisor versus modo sem divisor, e da análise.

Filtros FPD: Para funcionarem adequadamente, os filtros FPD requerem fluxos de gás diferentes. Configure o fluxo de acordo com o filtro FPD instalado (fósforo versus enxofre).

Jatos do FID e NPD: Use o jato apropriado para o tipo de coluna instalado (coluna capilar versus coluna empacotada).

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 a posição do injetor, 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 confirmar a configuração do gás:

- 1 Pressione [**Config**].
- 2 Navegue até o item do detector ou da coluna apropriado na tela e pressione [**Enter**] para ver o tipo de gás configurado.

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 LED **Run Log** acende.

Maintenance Log

O log de manutenção contém uma entrada para cada vez em que um feedback de manutenção antecipada é atingido, redefinido ou alterado. O log registra detalhes como o item do contador, o valor do contador, o novo valor do contador e se o contador foi ou não redefinido (indicando uma substituição de peça). Quando o log de manutenção enche, o GC sobrescreve as entradas, começando pela mais antiga.

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

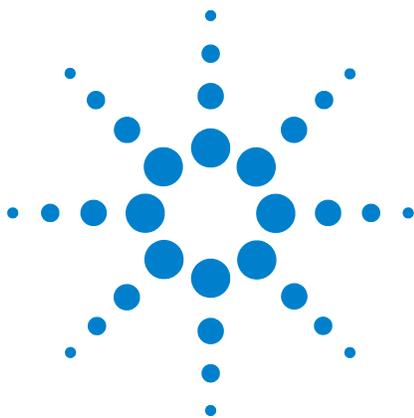
Reúna estas informações antes de entrar em contato com o serviço da Agilent:

- 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 abaixo do teclado, 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)



- Configuração do forno (aquecimento rápido ou lento)
- 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	16
Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7693A)	17
Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7693A	19
Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7683)	20
Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7683B	22
A agulha da seringa entorta durante a injeção na entrada	23
O FID fracassa no teste de corrente de vazamento	24
O NPD fracassa no teste de corrente de vazamento	25
O FID fracassa no teste de linha de base	26
Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID	27
O FID não acende	28
O acendedor do FID não acende durante a sequência de ignição	29
Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do acendedor	31
O FPD não acende	32
Falha no processo de desvio de ajuste do NPD	34
O isolador do NPD não acende	35
Desligamento do dispositivo (causado por falha)	36

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.
- O solenoide do êmbolo está emperrando.
- O codificador do carro do êmbolo está inoperante.
- O mecanismo do carro do êmbolo do injetor automático não está se movendo.
- O êmbolo não está se movendo livremente em razão de resíduos de amostras ou desgaste. Instale uma nova seringa, certificando-se de preparar a seringa com solvente antes da instalação.

Procedimento

- 1 Remova a seringa e verifique se há emperramento ou viscosidade do êmbolo. Substitua a seringa, se necessário (7693A, 7683).
- 2 Verifique a viscosidade da amostra em relação ao parâmetro de viscosidade. Redefina o parâmetro de viscosidade, se necessário.
- 3 Reinicie a sequência.
- 4 Se o erro ocorrer novamente, obtenha o serviço Agilent.

Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7693A)

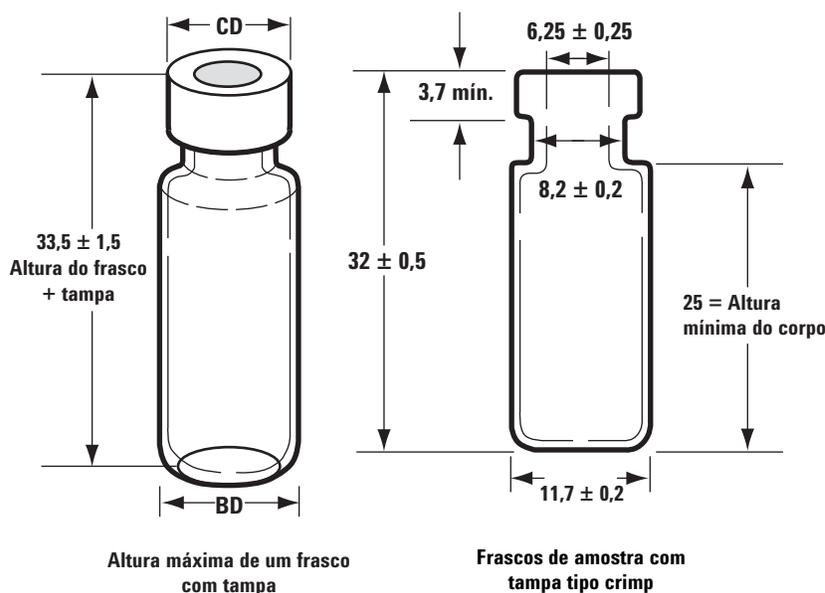
Consulte a [documentação de operação do amostrador](#) para obter mais informações.

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

- Verifique se há dobras ou rugas na tampa, especialmente próximo ao pescoço do frasco de amostra.
- Use frascos de amostras recomendados pela Agilent.

A figura abaixo mostra as dimensões críticas para frascos de amostras e inserções de microfascos que serão utilizados com o sistema 7693A ALS. Essas dimensões não compensam um conjunto completo de especificações.

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

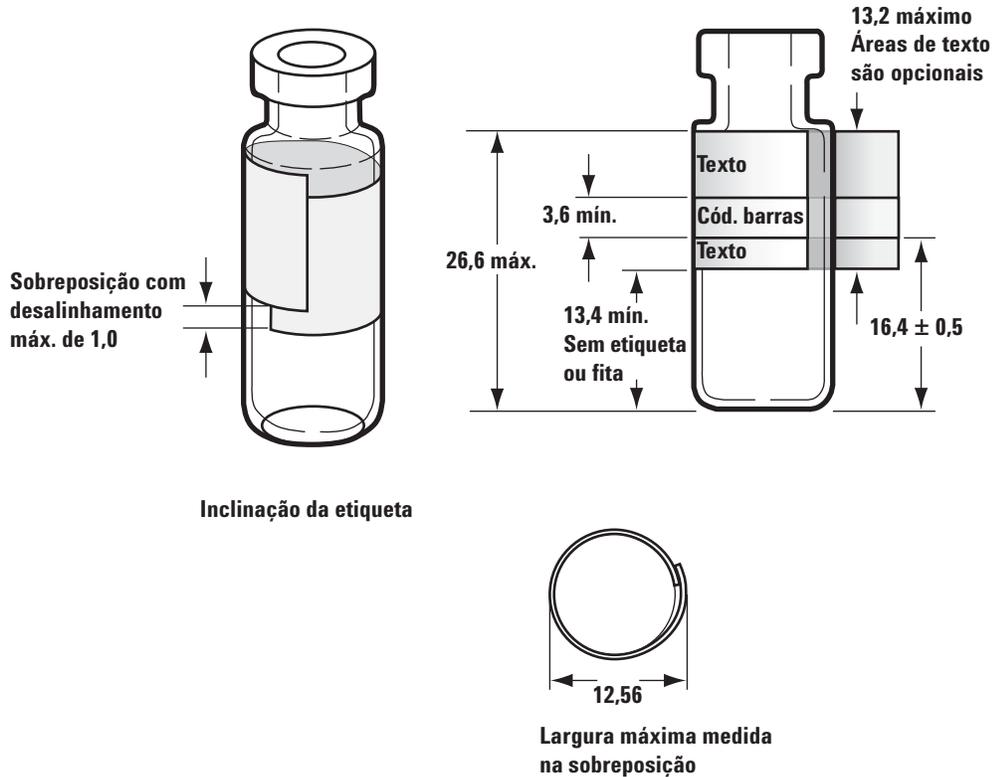


- Verifique se a torre de transferência está instalada se estiver usando uma bandeja G4514A.
- Confira os rótulos das amostras (se for o caso).
 - Confira se o tamanho deles está correto.
 - Verifique se os rótulos não interferem na garra.

2 Sintomas do ALS e do detector

Os frascos estão disponíveis com um ponto para fácil marcação. Se você optar por fazer e aplicar seus próprios rótulos, a Agilent Technologies recomenda o posicionamento e a espessura máxima do rótulo mostrados na figura abaixo.

Todas as dimensões estão em milímetros



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

Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7693A

Se a luz do modo de alinhamento estiver acesa, primeiro verifique se a torre está adequadamente instalada. Então, realize o procedimento de alinhamento, conforme descrito no [manual de Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático 7693A](#).

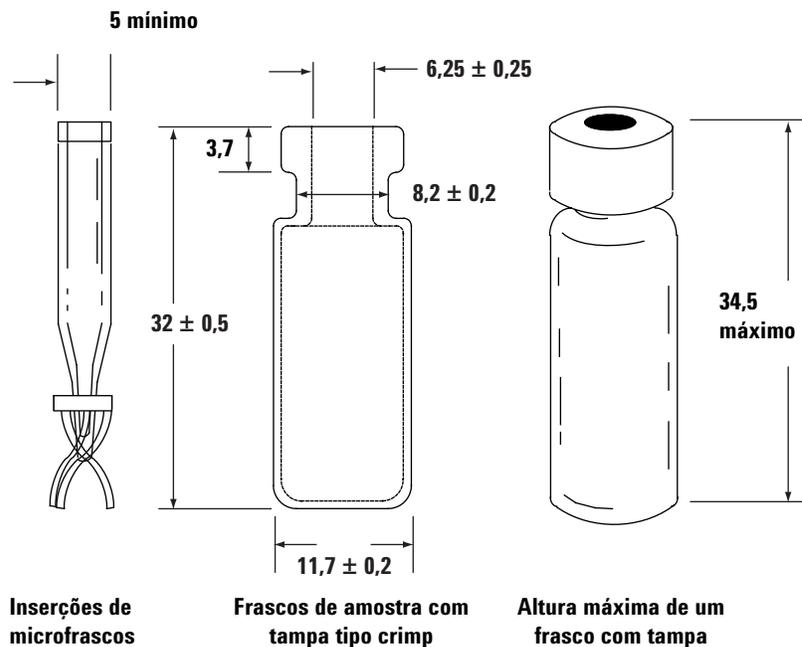
Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7683)

Consulte a [documentação de operação do amostrador](#) para obter mais informações.

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

- Verifique se há dobras ou rugas na tampa, especialmente próximo ao pescoço do frasco de amostra.
- Use frascos de amostras recomendados pela Agilent.
 - A distância da parte inferior do frasco até a parte superior de seu pescoço deve ser de aproximadamente 28,4 mm.
 - O diâmetro do pescoço do recipiente deve ser $8,2 \pm 0,2$ mm. O injetor do amostrador e a bandeja usam frascos de amostra de vidro transparentes ou âmbar com tampas franzidas, ou frascos com tampas de rosca Target® DP™. Use frascos de vidro âmbar para amostras sensíveis à luz. Consulte seu catálogo Agilent para saber sobre consumíveis e suprimentos para tipos de frascos aceitáveis. Frascos de amostra incompatíveis causam erros de bandeja e torre.

A figura abaixo mostra as dimensões críticas para frascos de amostras e inserções de microfrascos que serão utilizadas com o amostrador. Essas dimensões não compensam um conjunto completo de especificações.

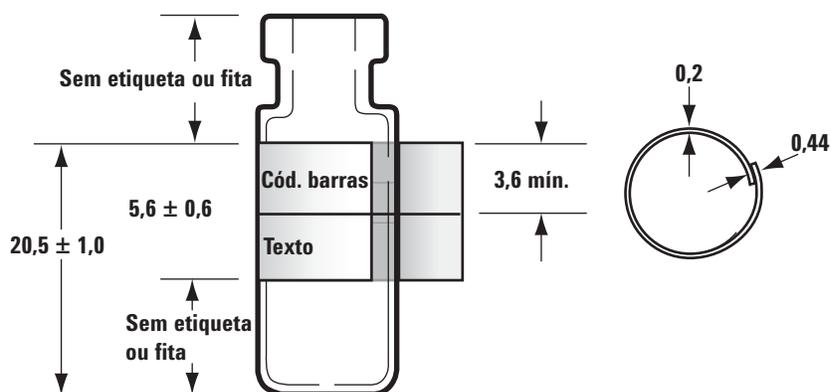


Todas as dimensões estão em milímetros

- Verifique se a torre de transferência está instalada se estiver usando uma bandeja e um injetor G2913A.
- Confira os rótulos das amostras (se for o caso).
 - Confira se o tamanho deles está correto.
 - Verifique se os rótulos não interferem na garra.

Os frascos estão disponíveis com um ponto para fácil marcação. Se você optar por fazer e aplicar seus próprios rótulos, a Agilent Technologies recomenda o posicionamento e a espessura máxima do rótulo mostrados na figura abaixo.

Todas as dimensões estão em milímetros



- Verifique se os suportes para frascos da bandeja estão limpos e presos à base da bandeja.
- Se a bandeja não puder fornecer ou recuperar frascos de um leitor de código de barras:
 - 1 Pressione [**Config**].
 - 2 Navegue até **Sample tray** e selecione essa opção.
 - 3 Role até **Grip offset** e pressione [**Mode/Type**].
 - 4 Navegue até o ajuste desejado (**Up**, **Default** ou **Down**) e pressione [**Enter**].
- Se o frasco da amostra tocar a lateral do orifício da torre à medida que o frasco é elevado ou abaixado, ajuste a rotação da torre.

Para 7683B, ajuste a altura da pinça, conforme segue:

- 1 Pressione [**Config**].
- 2 Navegue até **Sample tray** e selecione essa opção.
- 3 Role até **Front injector offset** e pressione [**Mode/Type**].
- 4 Navegue até o ajuste desejado (**Clock**, **Counterclock** ou **Default**) e pressione [**Enter**].

Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7683B

Consulte o manual de [Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático Agilent 7683B](#) para mais informações.

Quando a luz do modo de alinhamento estiver acesa, o injetor entrará em operação até que o seguinte procedimento seja realizado:

- 1 Quando o injetor não estiver em operação, abra a porta da torre do injetor.
- 2 Deslize o carro da seringa para cima até que ele pare.
- 3 Remova a seringa.
- 4 Remova com cuidado do injetor a unidade de suporte da agulha.
- 5 Use uma caneta para pressionar o botão de alinhamento rebaixado, em cima das luzes indicadoras, depois feche a porta.
- 6 O injetor, então, passará pelas seguintes etapas:
 - a A torre será girada para verificar se a unidade de suporte da agulha foi removida, depois será girada para determinar que tipo de torre está instalado.
 - b O carro da seringa se moverá totalmente para baixo, depois se moverá novamente para cima e liberará a torre.
 - c O carro da seringa abaixará até que toque na torre. Isso definirá sua posição em relação à torre.
 - d O êmbolo se moverá para calibrar seis interrupções. Observe cada uma das seis etapas para verificar se a alça do êmbolo está funcionando corretamente. Se alguma interrupção estiver faltando, envie o injetor para a Agilent para reparos.
- 7 Quando o alinhamento for concluído, a luz de prontidão se acenderá e o amostrador retornará para o estado de prontidão. Instale a unidade de suporte da agulha e a seringa.

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 7,683B](#)

[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. Instale uma unidade de suporte da agulha (7683) nova ou um pé do suporte da agulha (7693A), se necessário.
- Ao usar a entrada de coluna de resfriamento, verifique se a inserção correta para a seringa foi instalada. Consulte [Verificar o tamanho da agulha em relação à coluna na entrada COC](#) para mais informações.
- 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. Consulte [“Frasco manipulado incorretamente pelo ALS \(7693A\)”](#) ou [“Frasco manipulado incorretamente pelo ALS \(7683\)”](#).
- Verifique se a tampa do frasco está instalada corretamente. Consulte a documentação do amostrador.

O FID fracassa no teste de corrente de vazamento

Causas possíveis

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

Procedimento

- 1 Se você acabou de realizar procedimentos de manutenção no FID, verifique primeiro se o detector foi remontado adequadamente antes de solucionar problemas no detector.
- 2 **Substitua** o Teflon (FID) por motivo de contaminação.
- 3 Certifique-se de que a mola de interconexão não esteja danificada, dobrada ou suja. A mola de interconexão deve tocar a parte inferior do coletor. Se a mola de interconexão estiver danificada, dobrada ou suja, ligue para a Agilent para fins de manutenção.

Mola de interconexão do FID

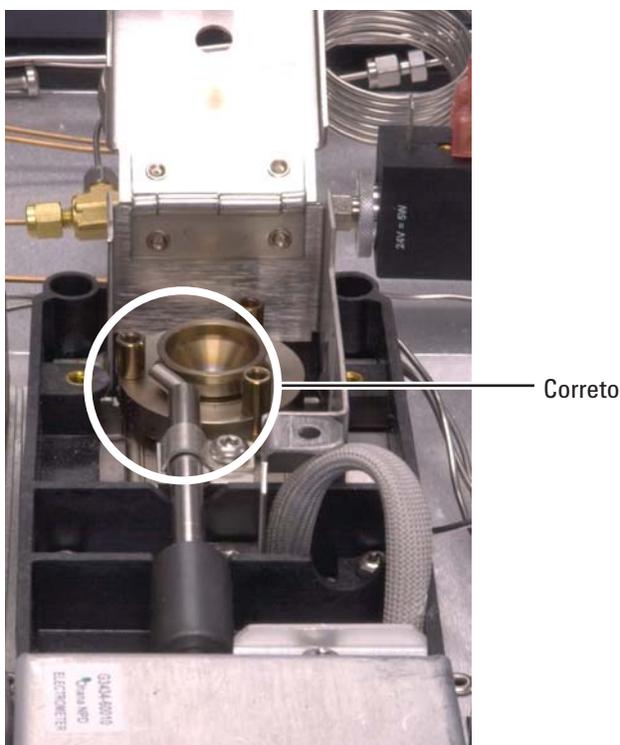


O NPD fracassa no teste de corrente de vazamento

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

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

- 1 Substitua os [isoladores de cerâmica](#). Faça o teste novamente.
- 2 Defina a tensão do isolador como 0.0 V. Desligue o desvio de ajuste. Observe a saída (corrente de vazamento).
- 3 Remova o isolador e armazene-o em um local seguro.
- 4 Remova os três parafusos que fixam a tampa em seu lugar, depois remova a tampa.
- 5 Examine a mola de interconexão. Certifique-se de que a mola de interconexão não esteja danificada, dobrada ou suja. A mola de interconexão deve tocar a parte inferior do coletor. Se a mola de interconexão estiver danificada, dobrada ou suja, ligue para a Agilent para fins de manutenção.



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

O FID fracassa no teste de linha de base

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

Se o FID fracassar no teste de linha de base:

- Certifique-se quanto à **pureza e a qualidade** do gás.
- Substitua armadilhas químicas que estejam sujas/gastas.
- **Faça bakeout** do detector.

Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID

Consulte “Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID”.

O FID não acende

- Verifique se Lit Offset é igual a $<2,0$ pA.
- Certifique-se de que a temperatura do FID seja alta o bastante para a ignição (>150 °C). A Agilent recomenda >300 °C.
- Confira se o 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 as pressões do ar e do hidrogênio atendem às recomendações da Agilent (hidrogênio > 35 psi [210 kPa] e ar > 55 psi [380 kPa]). Consulte a [Lista de preparação do local para GC, MSD e ALS Agilent](#).
- Tente aumentar as pressões de suprimento ao módulo de fluxo do FID. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.
- Aumente as taxas de hidrogênio e fluxo de ar até que o acendimento ocorra; em seguida, reduza-as com foco nos valores do método. Experimente até encontrar os melhores valores.
- Confira se há um jato obstruído ou parcialmente obstruído (Consulte [Para verificar se o jato de FID está obstruído](#)).
- Verifique as taxas de fluxo do FID. As taxas de fluxo reais devem estar entre $\pm 10\%$ do ponto de ajuste. (Consulte [Condições de inicialização do FID](#)). A taxa 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 (Consulte [Verificação de vazamentos](#)).
- Verifique a taxa de fluxo da coluna. (Consulte [Para medir um fluxo de coluna](#)). O fluxo de hidrogênio deve ser maior do que a soma do fluxo da coluna e do fluxo de complementação.
- Se a análise permitir, substitua o nitrogênio por hélio como complemento.

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.



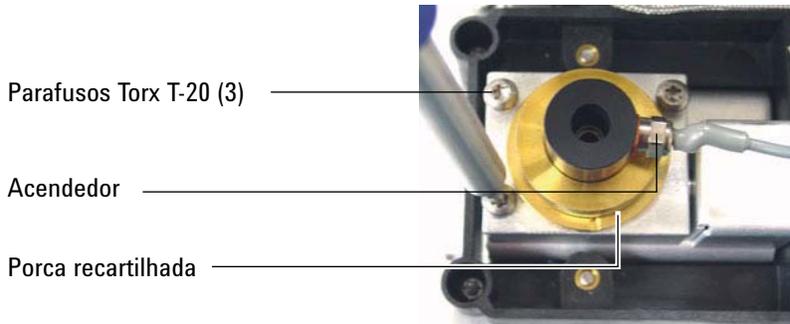
Se o teste fracassar, confira estas causas possíveis:

- O acendedor pode estar com defeito; substitua o acendedor (Consulte [Para realizar a manutenção na unidade do coletor do FID](#)).
- A temperatura do detector está definida como < 150 °C. A Agilent recomenda a operação do FID a > 300 °C.
- O acendedor não está bem conectado ao solo:
 - o acendedor deve estar fortemente aparafusado na unidade de castelo do FID.

2 Sintomas do ALS e do detector

- 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.

O FPD não acende

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

Tabela 1 Fluxos de FPD recomendados

	Fluxos do modo de enxofre, mL/min	Fluxos do modo de fósforo, mL/min
Portador (hidrogênio, hélio, nitrogênio, argônio)		
Colunas empacotadas	10 a 60	10 a 60
Colunas capilares	1 a 5	1 a 5
Gases do detector		
Hidrogênio	50	75
Ar	60	100
Portador + complementação	60	60

- Faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#)).
- A coluna pode ter [sido instalada muito alta](#) no detector.
- Verifique se o acendedor do FPD funciona (Consulte [Para verificar se a chama do FPD está acesa](#)).
- Durante a sequência de ignição, exiba a taxa de fluxo de ar. A taxa de fluxo de ar deve chegar a 200 mL/min durante a tentativa de acendimento da chama. Do contrário, não há pressão de suprimento suficiente.
- Verifique as taxas de fluxo da coluna e de complementação.
- Certifique-se de que a condensação no tubo de ventilação não esteja pingando de volta no detector. O tubo de ventilação plástico flexível deve ir do detector até um contêiner, sem ceder, para drenar adequadamente a condensação. Mantenha a ponta aberta do tubo fora da água do contêiner.

- Verifique o valor de **Lit offset**. O valor típico de **Lit offset** é 2,0. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acessa e desligará o detector.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Isso resulta em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos. (Consulte [Verificação de vazamentos](#)).
- Tente aumentar as pressões de suprimento ao módulo de fluxo do FPD. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.
- Verifique o valor de **Lit offset**. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acessa e desligará o detector.
- Sob certas condições de operação, a chama pode ser acesa mais facilmente se o tubo de gotejamento de borracha for removido. Depois de acender a chama, reinstale o tubo de gotejamento.
- O modo de enxofre pode ser particularmente difícil de acender. Tente mudar para os fluxos do modo de fósforo, acendendo a chama e alterando gradualmente os fluxos para os valores do modo de enxofre.
- Confira as conexões de cabo ao acoplamento e a conexão do acoplamento ao plugue incandescente, apertando-as.

Falha no processo de desvio de ajuste do NPD

- Inspecione o jato, ele pode estar obstruído. (Consulte [Para verificar se o jato de NPD está obstruído.](#))
- Faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#)). Se os fluxos de hidrogênio ou complementação forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jato obstruído.
- Verifique as condições do isolador. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações do isolador](#).
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar fracassando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. 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.

O isolador do NPD não acende

- Defina o tempo de equilíbrio em 0.0.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações do isolador](#).
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar fracassando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos, especialmente a conexão da coluna/adaptador do detector. (Consulte [Verificação de vazamentos](#)).
- Verifique se há mensagens de falhas. Pressione [**Service Mode**], siga para **Diagnostics > Front detector** ou **Back detector > Detector signal**. Também é possível ler a tensão do isolador.
- Verifique as condições do isolador. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Inspeccione o jato, ele pode estar obstruído. (Consulte [Para verificar se o jato de NPD está obstruído](#).)
- Faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#)). Se os fluxos de hidrogênio ou complementação forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jato obstruído.

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**.

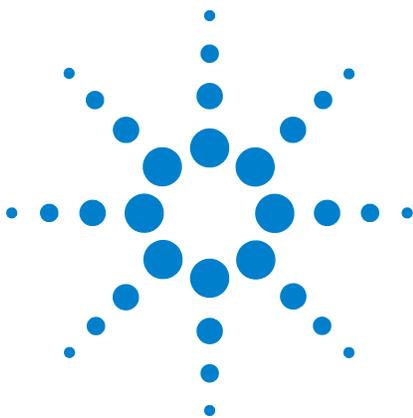
Agora o GC pode ser usado até que o dispositivo seja consertado.

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 os tempos de retenção	39
Não é possível repetir as áreas de pico	40
Contaminação ou resquícios	41
Picos maiores do que o esperado	44
Picos não exibidos/Sem picos	45
Programa de temperatura do forno durante o aumento de linha de base	47
Baixa resolução de pico	48
Cauda de pico	49
Ponto de ebulição de pico ou discriminação de peso molecular ruins	52
Decomposição de amostra na entrada/Picos ausentes	53
Pico frontal	54
Detector com ruído, incluindo erraticidade, desvios e picos na linha de base	55
Ruído e sensibilidade no detector de captura de elétron de microcélula (uECD)	62
Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade)	66
A chama do FID se apaga durante uma operação e tenta acender novamente	69
Saída de linha de base do FID acima de 20 pA	71
Saída de linha de base do FID no máximo (~8 milhões)	72
A chama do FPD se apaga durante uma operação e tenta acender novamente	73
Dissipação/Repetibilidade de FPD	74
A saída do FPD é muito alta ou muito baixa	75
Áreas de pico pequenas do FPD	76
Largura de pico grande do FPD em meia altura	77
Saída alta de linha de base do FPD, > 20 pA	78
A saída cromatográfica do FPD exhibe picos cortados	79
Dissipação de solvente do NPD	80
Resposta baixa do NPD	81
Saída de linha de base do NPD > 8 milhões	83
O processo de desvio de ajuste do NPD não funciona corretamente	84
Seletividade baixa do NPD	85
Picos negativos vistos com o TCD	86



3 Sintomas cromatográficos

A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal amortecido (linha de base oscilante) 87

Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda 88

Não é possível repetir os tempos 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 vazamento”).
 - Para realizar uma verificação de vazamento na entrada
 - Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor
 - Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS
 - Para verificar se há vazamentos em uma entrada multimodo
 - Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC
 - Para realizar um teste de queda de pressão de PTV
 - Para realizar um teste de queda de pressão de VI
- 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 (consulte [Escolha do revestimento de entrada correto](#)).
- 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 ou troque o jato.
 - Para substituir um jato FID
 - Para verificar se um jato de FID está obstruído
 - Para manutenção do coletor do NPD, dos isoladores de cerâmica e do jato
 - Para verificar se um jato de NPD está obstruído

Não é possível repetir as áreas de pico

Verifique a operação da seringa do ALS (consulte a seção de solução de problemas dos manuais [Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático 7693A](#) e [Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático 7683B](#) para mais informações).

- [Substitua](#) a seringa.
- Verifique se há vazamentos na entrada, no revestimento (se for o caso) e na conexão da coluna (Consulte [“Verificação de vazamento”](#)).
- 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?).

Para multimodo ou entrada com/sem divisão modo do divisor, verifique também:

- uma restrição de ventilação de divisão anormal. Consulte:
 - [Para executar a verificação da armadilha da entrada](#)
 - [Para realizar um teste de restrição de ventilação dividida SS](#).
- Para solucionar pequenos vazamentos em multimodo ou entrada com/sem divisão, consulte [Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor](#) ou [Para verificar se há vazamentos em uma entrada multimodo](#).

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. O septo do frasco pode estar se dissolvendo na amostra. Certifique-se de que o septo do frasco seja resistente o suficiente para o solvente que você está usando. Também assegure-se de que o septo do frasco seja plano. Se ele não for plano, a agulha tenderá a arrancar o septo e derrubar pedaços na amostra, causando contaminação e picos fantasmas.
- Realize a [manutenção](#) completa 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. Para entradas SS, MMI, PTV e PP: Defina o fluxo de purga para pelo menos 3 mL/m, para manter o septo limpo. Para entradas COC, defina o fluxo de purga do septo a pelo menos 15 mL/m. Meça o fluxo. Consulte “[Para medir um fluxo de coluna](#)”.
- Verifique todos os indicadores e datas da armadilha de gás.
- Verifique a [pureza](#) do gás. Faça execuções repetidas: várias com um intervalo curto entre elas, depois, várias com um intervalo grande. Se os picos de contaminação forem maiores do que as execuções feitas com o intervalo maior, poderá haver gás contaminado: a contaminação tem mais tempo para se depositar dentro da coluna e no revestimento.
- Confira se há contaminação da conexão e da tubulação do suprimento.
- Se suspeitar de contaminação na entrada, realize o procedimento de bakeout ([SS](#), [MMI](#), [PP](#), [COC](#), [PTV](#), [VI](#)).
- Verifique o funcionamento das entradas. Limpe a entrada e troque as peças de entrada contaminadas.
 - [Para limpar a entrada com divisor/sem divisor](#)
 - [Para limpar a entrada empacotada com purga](#)
 - [Para limpar a entrada da coluna resfriamento](#)
 - [Para limpar a cabeça sem septo na entrada PTV](#)
 - [Para limpar a entrada multimodo](#)
 - [Para limpar o encaixe do septo na unidade de cabeça do septo da entrada PTV](#)
 - [Para limpar o VI](#)
- Verifique o nível de solvente nas garrafas de lavagem do ALS.
- Substitua a seringa ALS, se necessário ([7693A](#), [7683](#)).
- Verifique o volume da injeção de amostra. Verifique se o ALS está injetando amostra suficiente na entrada. Use a Calculadora de Volume de Vapor de Solvente, para determinar quanto de amostra deve ser injetado.
- Picos fantasmas são, às vezes, causados por frascos de amostra contaminados. Tente usar frascos novos ou limpos, para ver se os picos fantasmas desaparecem.

- Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra.

Coluna, método

- Realize a manutenção da coluna: **Faça bakeout** dos 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. Os picos fantasmas que são mais amplos do que os picos de amostra adjacentes podem ser de uma execução anterior.
- Verifique se há contaminação na coluna. Amostras de alta densidade molecular que contenham resíduos podem fazer com que a seringa, o revestimento de entrada ou as primeiras poucas polegadas da coluna sejam contaminadas.
- Instale um sistema de retrolavagem de coluna da Agilent.

Detector, suprimento de gás detector

- Verifique todos os indicadores e datas da armadilha de gás.
- Verifique a **pureza** do gás. Faça execuções repetidas: várias com um intervalo curto entre elas, depois, várias com um intervalo grande. Se os picos de contaminação forem maiores do que as execuções feitas com o intervalo maior, poderá haver gás contaminado: a contaminação tem mais tempo para se depositar dentro da coluna e no revestimento.
- 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**).
- Verifique o funcionamento dos detectores. Troque as peças contaminadas do detector.
 - **Para manutenção do coletor do NPD, dos isoladores de cerâmica e do jato**
 - **Manutenção do FID**

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”). Consulte [Para configurar uma única coluna](#) ou [Para configurar várias colunas](#), no Guia de Usuário Avançado, para procedimentos de configuração de colunas.
- Verifique o volume da injeção do amostrador automático. No modo de injeção normal, o amostrador usa injeção rápida, para oferecer uma quantidade representativa da amostra. A injeção rápida minimiza o fracionamento da agulha. Os cromatogramas dispositivos de injeção manual ou injeção automática mais lenta mostram níveis maiores de materiais menos pesados molecularmente contra materiais mais densos molecularmente, pois os voláteis fervem da agulha mais rápido do que materiais mais densos.
- Verifique as tampas dos frascos. Afrouxe as tampas de frascos que possam causar perda seletiva de materiais menos densos de uma amostra. A tampa não deve girar rapidamente, se instalada adequadamente.
- 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.
 - Verifique se a seringa está instalada corretamente (7693A ou 7683B) e se recarrega a amostra.
 - Verifique se a torre/bandeja 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 vazamento](#)”).
- Verifique as configurações de fluxo e faça a medição dos fluxos do detector (Consulte “[Para medir um fluxo de detector](#)”).
- Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra.
- Verifique o nível da amostra no frasco.
- Se amostra estiver viscosa, tente o seguinte:
 - Aumente o tempo de retardo de viscosidade.
 - Dilua a amostra em um solvente de baixa viscosidade apropriado.
 - Desligue a ventoinha da torre.
 - Para o 7683B ALS, use os quadrantes da bandeja para aquecer a amostra. Para o 7693A, use o aquecedor de frasco (acessório leitor de código de barras/misturador/aquecedor G4514A) para aquecer o frasco de amostra.

Se o problema for com o detector, consulte [Tabela 2](#).

Tabela 2 Solução de problemas com o detector

Detector	Solução
FID, FPD	<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. (O filamento não irá se ativar com um fluxo zero de gás de referência.)

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. O oxigênio pode danificar as colunas capilares de fase seladas.
- 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. Tente usar uma coluna com um filme mais fino.
- Verifique se há vazamentos nas conexões das colunas (Consulte [“Verificação de vazamento”](#)).
- Prepare e use um perfil de compensação de coluna.

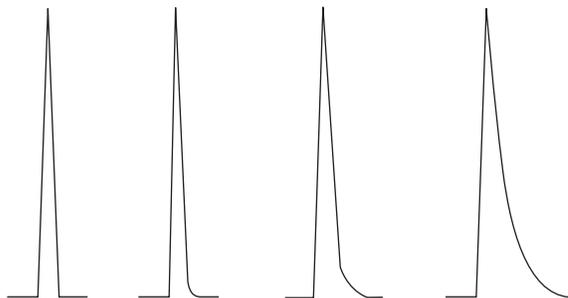
Baixa resolução de pico

- Defina o fluxo da coluna como velocidade linear ideal.
- Instale e use peças consumíveis 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.
 - Se estiver usando uma coluna capilar, **remova** de 0,5 a 1 metro da frente da coluna.
 - Para fases seladas e de vínculo cruzado, lave a coluna com solvente.
 - Verifique se há contaminação A cauda, às vezes, aumenta com a retenção de compostos. Limpe a entrada e troque as peças de entrada contaminadas. ([Consulte o Manual de manutenção do 7890A](#)).
- Considere a fase estacionária da coluna (coluna ativa). Isso afeta somente componentes ativos. Uma coluna ativa produz, geralmente, uma cauda que aumenta com o tempo de retenção.
 - **Corte** 1 metro da frente da coluna.
 - Substitua a coluna.
- Verifique se a coluna foi cortada e instalada corretamente.
 - Corte novamente e **reinstale a coluna** na entrada e troque as virolas. Faça um corte limpo e quadrado, usando uma ferramenta confiável.
 - Confirme se a instalação está livre de vazamentos. Se houver um vazamento no encaixe da coluna, haverá mais cauda por causa dos primeiros picos eluídos. ([Consulte “Verificação de vazamento”](#)).

- Considere o tipo de adaptador, revestimento e vedação de entrada em uso. Um desses (ou todos) pode estar contaminado ou ativo.
 - Use um revestimento novo, desativado. Isso afeta somente componentes ativos.
 - Limpe ou troque o selo da entrada.
- Verifique se há partículas sólidas nos adaptadores (caso instalados) e no revestimento. Se houver partículas sólidas visíveis, limpe ou troque.
- Para injeção capilar sem separação, considere a compatibilidade entre o solvente e a coluna.
 - Use um solvente diferente. Isso irá ajudar em casos em que houver mais cauda para os primeiros picos eluídos ou aqueles mais próximos da frente do solvente.
 - Use um intervalo de retenção de 3 a 5 metros.
- Verifique se a técnica de injeção é adequada. Isso geralmente está relacionado à depressão errática do êmbolo ou à presença de amostras na agulha da seringa.
- Verifique a temperatura de entrada.
 - Se a temperatura estiver muito alta, a cauda é geralmente pior para eluentes tardios. Diminua a temperatura de entrada em 50 °C.
 - Se a temperatura estiver muito baixa, a cauda geralmente aumenta com a retenção. Aumente a temperatura de entrada em 50 °C.
- Verifique se há volume morto no sistema. Verifique se a [instalação](#) da coluna está correta nas duas extremidades.
 - Se a cauda de pico diminuir com o tempo de retenção, reduza o volume morto nas conexões de linha de transferência, junções de sílica fundida e assim por diante.
 - Uma coluna instalada muito alta em um detector ou entrada pode criar áreas de volume morto.
- Inspecione eventuais linhas de transferência em busca de pontos frios. Pontos frios causam cauda que geralmente diminui com o tempo de retenção.

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. Use um revestimento otimizado para análise dividida—um que contenha lã de vidro ou outro pacote de área de superfície para permitir a vaporização completa da amostra.
- Aumente a temperatura de entrada e verifique se o recipiente de isolamento está instalado e contém isolamento.
- Verifique o corte da coluna e a instalação na entrada. Consulte o tópico sobre [SS](#), [MMI](#), [PTV](#) e [VI](#).

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

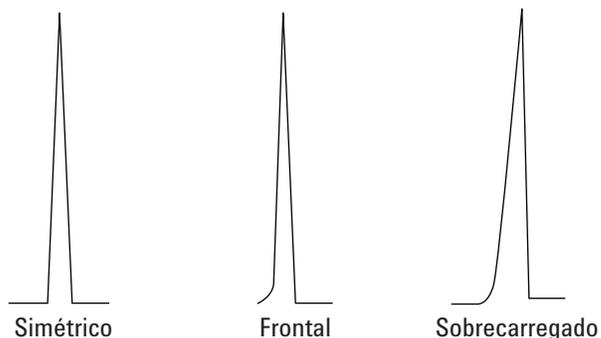
- Verifique se há vazamentos na entrada (Consulte [“Verificação de vazamento”](#)).
- Verifique o tipo de revestimento. Use um revestimento otimizado para análise sem divisão (desativado, volume grande).
- Verifique se a temperatura inicial do forno é menor do que o ponto de ebulição do solvente.
- Verifique o corte da coluna e a instalação na entrada. Consulte o tópico sobre [SS](#), [MMI](#), [PTV](#) e [VI](#).
- Verifique se o volume do vapor do solvente não ultrapassa a capacidade do revestimento.
- Verifique se o tempo de atraso de purga é apropriado. (Volume do revestimento/fluxo da coluna)

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 vazamento”](#)).
- 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 multimodo](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminadores da entrada empacotada com purga](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminadores da entrada COC](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminadores da entrada PTV](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminadores da entrada VI](#)
- Limpe a entrada. Consulte:
 - [Para limpar a entrada com divisor/sem divisor](#)
 - [Para limpar a entrada multimodo](#)
 - [Para limpar a entrada empacotada com purga](#)
 - [Para limpar a entrada COC](#)
 - [Para limpar a cabeça sem septo na entrada PTV](#)
 - [Para limpar o encaixe do septo na unidade de cabeça do septo da entrada PTV](#)
 - [Para limpar o VI](#)

Pico frontal

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



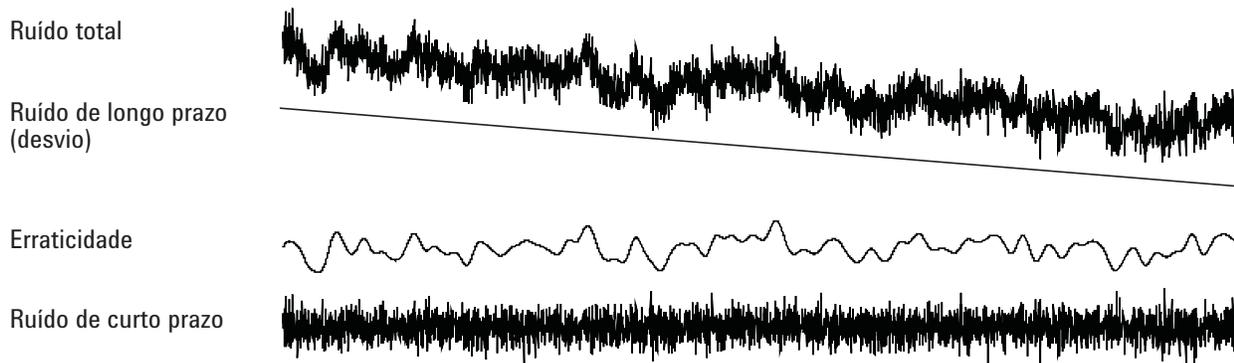
Se ocorrer pico frontal ou sobrecarregado, experimente estes procedimentos:

- Verifique se o volume de injeção é apropriado. A sobrecarga da coluna é a causa mais comum para picos frontais.
 - Diminua o volume da injeção, dilua a amostra e/ou aumente a taxa de divisão.
 - Troque o tipo de coluna ou a espessura do filme.
- Certifique-se de que a coluna esteja **instalada** corretamente. Caso contrário, reinstale a coluna na entrada.
- Verifique se a técnica de injeção apropriada está sendo usada. Isso geralmente está relacionado à depressão errática do êmbolo ou à presença de amostras na agulha da seringa.
- Se estiver usando injeção capilar sem separador, considere a solubilidade dos componentes no solvente de injeção.
 - Mude o solvente.
 - Use um intervalo de retenção.
- Verifique a pureza do solvente da amostra. Para solventes com grandes diferenças de polaridade ou pontos de ebulição, um solvente de amostra misturado pode causar picos frontais. Mude o 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. Ruído ou desvio de eletrômetro FID (chama desativada), por exemplo, não irá fornecer muitas indicações de como o detector irá funcionar na prática, porque as principais fontes de ruído não estão incluídas nessa medição. O ruído tipicamente tem um componente de alta frequência (eletrônico na origem) e componentes de frequência mais baixa que são denominados 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. No geral, deve-se medir o ruído por um período de tempo cerca de 10 vezes a largura de pico à meia altura (ou 10 vezes a proporção área/peso para um pico gaussiano). Medir por mais tempo pode superestimar o ruído; por menos tempo, subestimar.



Linha de base com ruído

Uma linha de base com ruído ou 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 vazamento](#)”).

- Para o FID, consulte [Para isolar a causa do ruído do FID](#).
- 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 MMI](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminadores da entrada empacotada com purga](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminadores da entrada COC](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminadores da entrada PTV](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminadores da entrada VI](#)

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

- Verifique a [pureza](#) dos gases portadores e detectores. Se um tanque tiver sido trocado recentemente e o velho ainda estiver disponível e tiver algum gás, experimente usar o antigo, para ver se o ruído diminui.

Se o novo gás estiver tão contaminado que sature as armadilhas, passar para o antigo pode apresentar poucas melhoras, até que as armadilhas sejam trocadas ou regeneradas. Esse problema é mais comum com o gás portador nitrogênio. Trabalhe apenas com fornecedores de gás confiáveis.

- No caso do TCD, verifique as flutuações da pressão de ar ambiente no GC. As correntes de ar e um ventilador ou condicionador de ar soprando através do GC podem interferir com o gás saindo do detector. Essa é uma causa possível de ruído, apesar de não muito provável, pois os detectores estão bem protegidos. Desativar a fonte de ar atual ou proteger a saída do detector identifica esse problema. Instale o restritor de saída TCD (G1532-60070).

- Conexões frouxas no detector ou em seu caminho de sinal geram ruído.
- Verifique se a montagem foi realizada de forma correta após a manutenção recente.
- Inspecione 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).
- Inspecione o detector para ver se há contaminação. Substitua as peças, conforme necessário. ([Consulte o Manual de manutenção do 7890A](#)).
- Inspecione a coluna e a entrada para ver se há contaminação.
- Inspecione o jato FID ou NPD para ver se há contaminação.
 - [Para verificar se um jato de FID está obstruído](#)
 - [Para substituir um jato FID](#)
 - [Para verificar se um jato de NPD está obstruído](#)
 - [Para manutenção do coletor do NPD, dos isoladores de cerâmica e do jato](#)
- Verifique se o tubo fotomultiplicador (PMT) FPD está instalado corretamente. Se não estiver, ocorrerão pequenos vazamentos e finalmente ruídos.

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

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

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

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

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. Para os casos a seguir, assume-se que um tempo de estabilização suficiente passou desde a última alteração nas condições operacionais.

Se ocorrer erraticidade da linha de base, verifique se há vazamentos, especialmente no septo e na coluna (Consulte [“Verificação de vazamento”](#)). Se o vazamento for na extremidade do detector da coluna, os tempos de retenção ficam estáveis de execução para execução, mas a sensibilidade é reduzida. Se for na extremidade de entrada, a sensibilidade será reduzida e os tempos de retenção aumentam.

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

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.

- Verifique o perfil de compensação da coluna. Pode ser muito pequeno (desvio para cima) ou muito grande (desvio para baixo).

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

Picos na linha de base

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



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

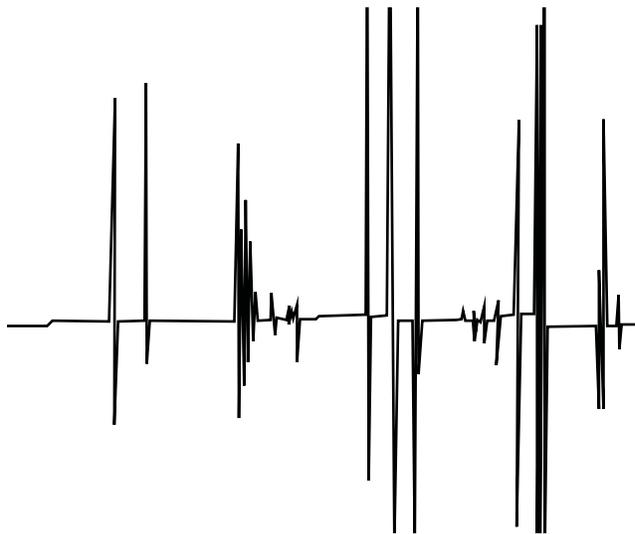


Figura 2 Picos aleatórios

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 um FID extremamente sujo, partículas de carbono ou dióxido de silício podem se separar e cair na zona de detecção.
- Em uma coluna empacotada, verifique se a saída da coluna do pacote está vedada corretamente com lã de vidro. Isso fará com que as partículas sejam sopradas para o detector. Um plugue de lã de vidro defeituoso ou faltando, no final de uma coluna de pacote, fará isso. Isso pode acontecer com qualquer detector, mas o detector de chama é particularmente suscetível a isso, por causa do calibre estreito do jato.
- Verifique a instalação da coluna empacotada. A base do jato ou a extremidade de um tubo de transferência avança para a extremidade da coluna. Se ela tocar um plugue de lã de vidro, serão produzidos picos.
- Verifique se o jato está correto. Consulte:
 - [Selecionar um jato FID](#)
 - [Para substituir um jato FID](#)
 - [Selecionar um jato NPD](#)
 - [Para manutenção do coletor do NPD, dos isoladores de cerâmica e do jato](#)

- Verifique se a temperatura do detector não está muito baixa. Consulte:
 - Condições iniciais recomendadas para novos métodos FID
 - Selecionar fluxos de referência e complementação do TCD
 - Condições iniciais recomendadas para novos métodos uECD

Ruído e sensibilidade no detector de captura de elétron de microcélula (uECD)

CUIDADO

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

AVISO

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

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

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

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

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

Consulte também:

“Avaliação do sinal do mostrador”

“Sensibilidade”

Avaliação do sinal do mostrador

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

Tabela 3 Avaliação do sinal uECD

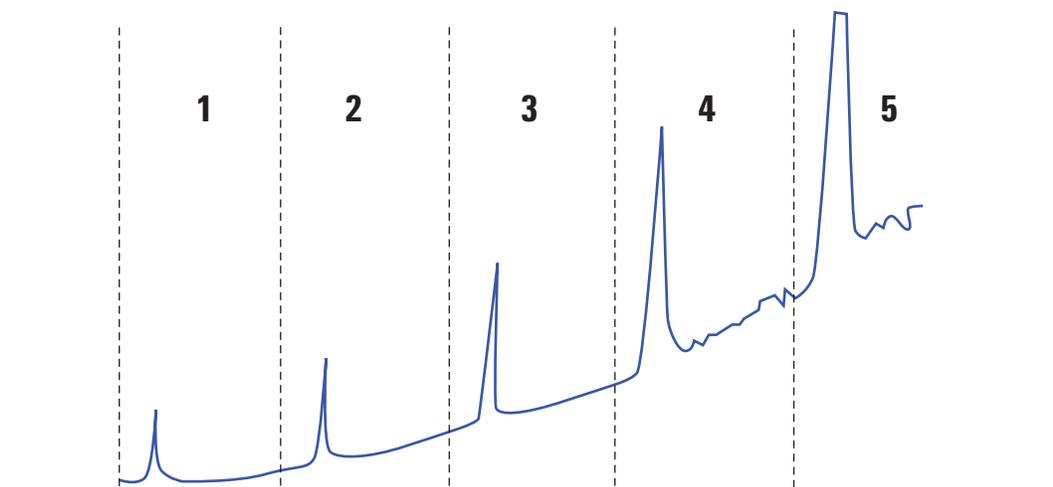
Sinal ECD	Comentários
<200	uECD está "íntegro".
200 a 400	Levemente elevado, não é causa de preocupação, nesse momento. O sinal ainda está numa faixa "boa".
400 a 1000	Sistema mostrando sinais de contaminação de gases, colunas ou amostras. Se o sinal subir, por causa da maior temperatura do forno, verifique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

NOTA

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

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

Estágios do ciclo de vida ECD típico:



Estágio 1: Nova célula

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

Estágio 2: 6 meses – 1 ano

Plano de fundo = 180 Hz. Maior resposta.

Estágio 3: 1–2 anos

Plano de fundo = 350 Hz. Maior resposta, ruído aumentando, S/N menor.

Estágio 4: 2–4 anos

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

Estágio 5: 4–10 anos

Plano de fundo > 1000 Hz. Resposta grande. Muito ruído, célula contaminada. Requer troca da célula.

Figura 3 Ciclo de vida ECD típico

Sensibilidade

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

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

dividido, verifique o fluxo dividido usando um medidor de fluxo.

- 2 Verifique todas as taxas de fluxo. Consulte [“Medição de fluxo de FID, TCD, uECD e FPD”](#).
- 3 Verifique se foi feita a manutenção completa da entrada. Isso inclui cortar e reinstalar a coluna.
- 4 Verifique se o dispositivo de injeção está funcionando adequadamente. Se o método usar uma válvula de amostragem, faça uma injeção de seringa direta de concentração similar à introduzida pela válvula. Evite um problema com a válvula.
- 5 Inspeccione o revestimento de mistura no adaptador do gás de complementação. Basta um pouco de contaminação de grafite ou amostra para reduzir a sensibilidade. Consulte [Para substituir o tubo de mistura endentado com sílica fundida do uECD e instalar o adaptador de gás de complementação](#).

Contaminação (linha de base alta)

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

- Descarte todas as outras causas possíveis. Consulte [“Sensibilidade”](#), acima. Também verifique as fontes de gases portadores e detectores, armadilhas de gás de fornecimento e a coluna.
- Inspeccione o revestimento de mistura no adaptador do gás de complementação. Basta um pouco de grafite para contaminar os resultados. Consulte [Para substituir o tubo de mistura endentado com sílica fundida do uECD e instalar o adaptador de gás de complementação](#).
- Se a linha de base do detector for > 500 Hz, independente da idade do detector, faça [bakeout](#) no detector. Deixe-o funcionando por 1–2 dias.

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 vazamento”](#)). Para solucionar pequenos vazamentos em multimodo ou entrada com/sem divisão, consulte [Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor](#) ou [Para verificar se há vazamentos em uma entrada multimodo](#).
- 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.

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

- [Para medir um fluxo de detector](#)
- [Para verificar se um jato de FID está obstruído](#)
- [Para verificar se um jato de NPD está obstruído](#)
- Verifique a [pureza](#) do gás de suprimento.
- Verifique todos os indicadores e datas da armadilha.
- Verifique se os parâmetros do método estão corretos.
- Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra.
- Verifique o tamanho de seringa 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** correto está instalado.
- Verifique se o jato está sujo.
- Verifique se há peças do detector contaminadas.
 - [Para realizar a manutenção na unidade do coletor do FID](#)
 - [Para verificar se um jato de FID está obstruído](#)

Ao utilizar um uECD:

- Substitua o revestimento de mistura endentado com sílica fundida.
- Substitua e reinstale a coluna.
- [Limpe](#) o adaptador de gás de complementação.

Ao utilizar um NPD:

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

Ao usar um FPD:

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

Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID

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

Para perda de sensibilidade associada a ruídos, erraticidade ou desvios, consulte também “[Detector com ruído, incluindo erraticidade, desvios e picos na linha de base](#)”.

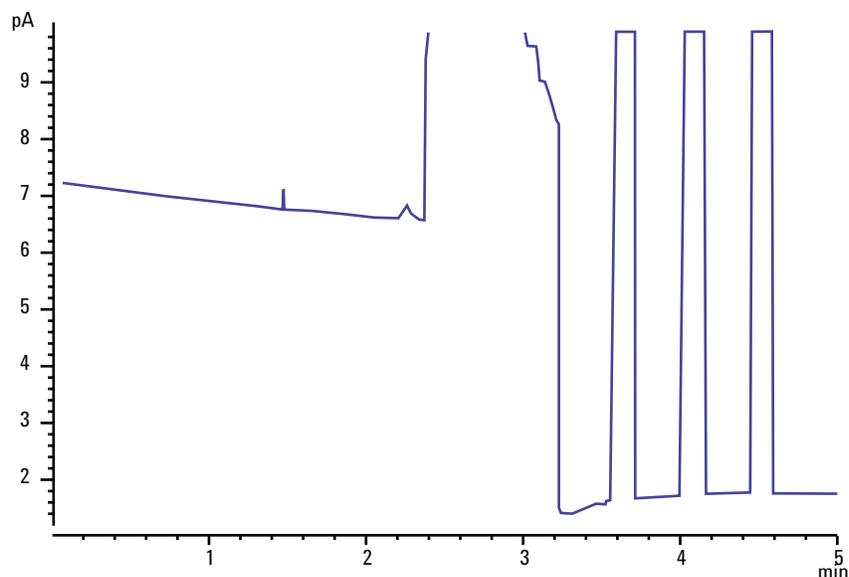
- 1 Verifique as configurações de fluxo do detector. Consulte [Condições iniciais recomendadas para novos métodos FID](#).

A regra geral é uma proporção de 1:1 de hidrogênio para (coluna + gás de complementação).

- 2 Faça a medição das taxas de fluxo reais do detector. Consulte “[Para medir um fluxo de detector](#)”. Se os fluxos reais das colunas hidrogênio, complementação e capilar foram menores do que o mostrado, o jato está sendo obstruído. Consulte “[Para verificar se um jato de FID está obstruído](#)”. Substitua o jato.
- 3 Verifique se a coluna está instalada corretamente. Reinstale-a. Consulte [Para instalar uma coluna capilar no FID](#). Certifique-se de que a coluna esteja instalada totalmente dentro da ponta e retirada 1–2 mm (id de coluna > 100 µm).
- 4 Verifique os parâmetros de entrada que controlam a ventilação, como taxa de divisão e tempo de retardo de purga sem divisão. Certifique-se de que amostra não esteja sendo ventilada inadvertidamente.
- 5 Faça a manutenção da entrada (troque todas as partes consumíveis) e faça o teste de pressão na entrada, quando terminar. Consulte o [Manual de manutenção](#) e “[Verificação de vazamento](#)”.
- 6 Realize a manutenção completa do FID. Desmonte o FID e limpe ou troque todas as peças. Consulte o seguinte:
 - [Para realizar a manutenção na unidade do coletor do FID](#)

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 se apaga, o GC tenta acendê-la três vezes. O GC tenta reacender sempre que a saída do detector ficar abaixo do ponto de ajuste **Desvio de ignição**, independente de a chama estar apagada ou não. (Em um sistema muito limpo, a saída da linha de base pode ser menor que 2 pA.)

Se a chama do FID se apaga durante uma 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 **Desvio de ignição** está configurado corretamente.

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

- Verifique se a configuração **Desvio de ignição** do FID é apropriada para a operação (geralmente < 2,0 pA).

3 Sintomas cromatográficos

- 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 de detector”](#)). Troque o [jato](#), conforme o necessário.
- Verifique se a coluna está instalada corretamente. Reinstale-a. Consulte [Para instalar uma coluna capilar no FID](#). Certifique-se de que a coluna esteja instalada totalmente dentro da ponta e retirada 1–2 mm (id de coluna > 100 µm).
- Verifique se há vazamentos na conexão da coluna do detector (Consulte [“Verificação de vazamento”](#)).

Saída de linha de base do FID acima de 20 pA

- Verifique a pureza do suprimento de gás portador e detector. Consulte a [Lista de preparação do local para GC, MSD e ALS Agilent](#).
- Verifique se há sangramento na coluna. Defina a temperatura do forno como a temperatura ambiente. Se a saída do detector cair significativamente, verifique se há uma coluna contaminada ou sangrando ou gás portador contaminado. Confirme o sangramento da coluna, desligando o fluxo da coluna (com o forno frio) e verificando a saída do detector.
- Verifique os indicadores ou datas 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”](#)).
- Inspeção o módulo do fluxo FID para contaminação,

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

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

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

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

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

- Verifique se há vazamentos no sistema do GC, especialmente na conexão da coluna do detector (Consulte [“Verificação de vazamento”](#)).
- Verifique se a temperatura do detector está configurada em ≥ 200 °C.
- Certifique-se de que a condensação no tubo de ventilação não esteja pingando de volta no detector. O tubo de ventilação plástico flexível deve ir do detector até um contêiner, sem ceder, para drenar adequadamente a condensação. Mantenha a ponta aberta do tubo fora da água do contêiner.

Se a chama do FPD se apaga e em seguida torna a acender, faça o seguinte:

- Verifique se a configuração **Desvio de ignição** é menor do que a linha de base normal.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte [“Verificação de vazamento”](#)).
- Verifique as configurações de fluxo e faça a medição dos fluxos do detector (Consulte [“Para medir um fluxo de detector”](#)).
- Algumas condições ambientais, como:
 - Campos magnéticos altos
 - Variações grandes de temperatura ambiente
 - Variações grandes de pressão atmosférica

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

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

Redefina o **Desvio de ignição** para 2,0.

Dissipação/Repetibilidade de FPD

A dissipação de hidrocarbonetos ocorre quando uma concentração alta de dióxido de carbono de um pico de hidrocarboneto está na chama, ao mesmo tempo que o espécime de enxofre. Parte da luz emitida pelo espécime de enxofre é absorvida por alguns espécimes de CO₂.

A autodissipação ocorre em altas concentrações da espécie heteroatômica. Algumas outras espécies (inativas) de estado de terra reabsorvem o fóton emitido, evitando que ele alcance o PMT.

Para resolver a dissipação de hidrocarbonetos:

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

A saída do FPD é muito alta ou muito baixa

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

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

Além de haver um problema de correspondência entre o filtro instalado e um conjunto em particular de fluxos de gás, considere também:

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

Áreas de pico pequenas do FPD

- Verifique as configurações de fluxo e faça a medição dos fluxos do detector (Consulte [“Para medir um fluxo de detector”](#)).
- 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, [remova](#) a extensão da coluna contaminada próximo à entrada e [faça a reversão e o bakeout](#) da coluna, conforme a necessidade.
- Verifique se a coluna está instalada corretamente.
- Considere o tipo de filtro (enxofre ou fósforo).
- Verifique se há vazamentos no sistema (Consulte [“Verificação de vazamento”](#)).
- Verifique se as configurações do método são apropriadas.
- Verifique as taxas de fluxo.
- Verifique o tipo de gás de complementação.

Largura de pico grande do FPD em meia altura

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

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

Saída alta de linha de base do FPD, > 20 pA

- Verifique a **pureza** do gás de suprimento.
- Verifique todos os indicadores e datas da armadilha.
- Verifique se há contaminação no detector.
- Verifique se há vazamentos leves no tubo fotomultiplicador (PMT); aperte o PMT se ele estiver solto.
- 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.

A saída cromatográfica do FPD exhibe picos cortados

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

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

AVISO

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

Dissipação de solvente do NPD

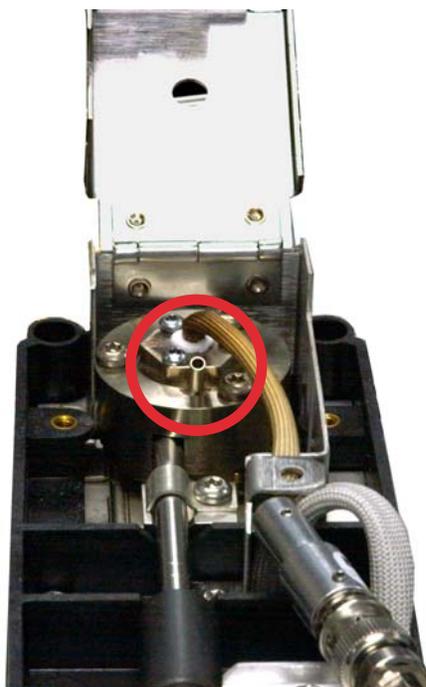
Se a linha de base não se recuperar após um pico de solvente, experimente o seguinte:

- 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/m.
- Aumente o fluxo de ar em mL/m.
- Aumente a temperatura do detector até 325 °C.
- Implemente uma solução de ventilação de solvente Agilent Dean's Switch.

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. [Verifique](#) se a instalação da coluna está correta.
- Uma grande concentração de solvente extinguiu o plasma de hidrogênio / ar. Aumente a tensão do isolador. Execute o gás de complementação a uma taxa de fluxo de 5 mL/m.
- Verifique se há hidrogênio saindo da fonte externa. Verifique se o fluxo e a pressão estão acionados no teclado. A taxa de fluxo de hidrogênio deve estar entre 1.0 e 5.5 mL/m. Meça o fluxo de gás real do detector. (Consulte [“Para medir um fluxo de detector”](#)).
- Confira se há um jato parcialmente obstruído. Consulte [Para verificar se um jato de FID está obstruído](#).
- Se o isolador de cerâmica superior estiver contaminado, um deslocamento maior (2 a 15 pA ou mais) irá acontecer quando isolador estiver desligado. Isso afeta diretamente a sensibilidade. [Substitua](#) o isolador de cerâmica.
- Verifique se o isolador está ativado. Olhe pelo buraco de ventilação na tampa do detector para ver se o isolador está incandescente (cor laranja). Se o isolador não estiver brilhando, verifique o sinal do plano de fundo do detector. Reduza a tensão do isolador para zero, para estabelecer um nível de referência. Depois, procure um aumento brusco agudo na saída, conforme a tensão do isolador aumenta, o que indica que a ignição ocorreu. Se 4 V estiverem sendo fornecidos para o isolador, mas ele não estiver se acendendo, o isolador estará provavelmente queimado. Substitua o isolador.

3 Sintomas cromatográficos



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

Saída de linha de base do NPD > 8 milhões

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

O processo de desvio de ajuste do NPD não funciona corretamente

- Inspecione o jato, ele pode estar obstruído. (Consulte [Para verificar se o jato de NPD está obstruído.](#))
- Faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#)). Se os fluxos de hidrogênio ou complementação forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jato obstruído.
- Verifique as condições do isolador. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações do isolador](#).
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar fracassando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. 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

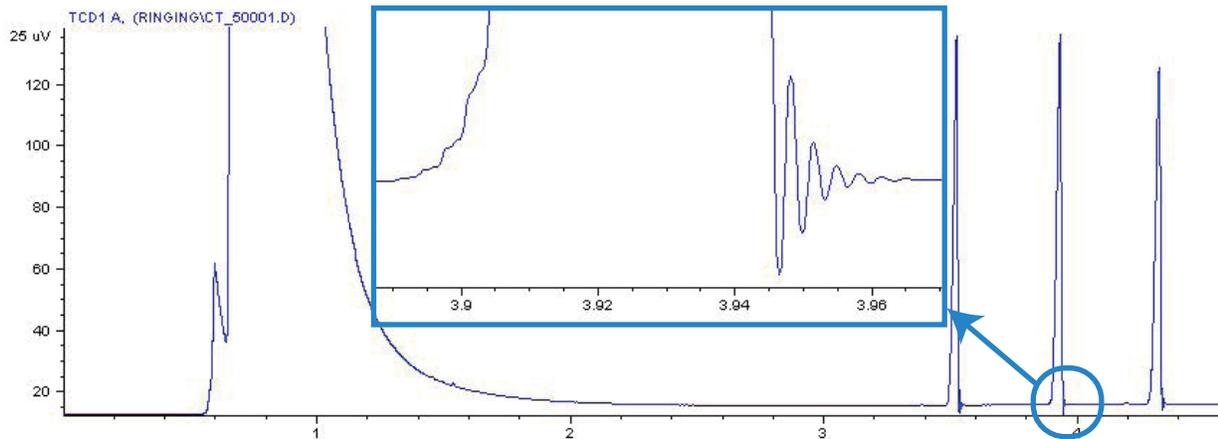
(Resposta alta do hidrocarboneto em relação ao nitrogênio ou fósforo.)

- Verifique se o fluxo de hidrogênio está correto (< 3 mL/m).
- 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

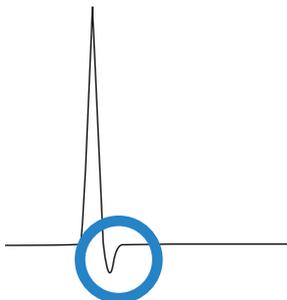
- Verifique se o tipo de gás correto está sendo usado.
- Verifique se há vazamento no sistema, especialmente na conexão da coluna do detector (Consulte “[Verificação de vazamentos](#)”).
- Considere a condutividade térmica dos analitos relativos ao portador.
- Verifique as configurações de fluxo e faça 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 amortecido (linha de base oscilante)

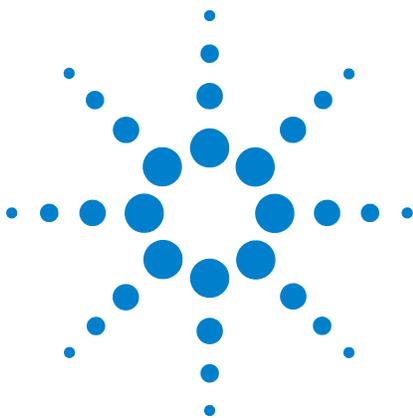


Taxa de dados errada selecionada no sistema de dados. Para o TCD, a taxa de dados deve ser de < 5 Hz.

Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda



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



4 Sintomas da falta de prontidão do GC

- O GC nunca está pronto 90
- O fluxo nunca está pronto 91
- A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente 92
- O forno nunca aquece 93
- A temperatura nunca está pronta 94
- Não é possível definir um fluxo ou pressão 95
- Um gás não atinge o fluxo ou a pressão do ponto de ajuste 96
- Um gás excede o fluxo ou ponto de ajuste de pressão 97
- O fluxo ou a pressão da entrada flutuam 98
- Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em uma entrada dividida 99
- O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido 100
- O FID não acende 101
- O acendedor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição 102
- Os fluxos de gás de complementação e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do ponto de ajuste 104
- Falha no processo de desvio de ajuste do NPD 105
- O FPD não acende 106
- A válvula não está pronta 108

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, [**Front inlet**]) 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 divisor 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 divisor
 - 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 7890A](#).

O fluxo nunca está pronto

Se o fluxo nunca está pronto:

- Verifique se o gás de suprimento tem [pressão de entrega suficiente](#).
- Verifique os restritores instalados no módulo EPC auxiliar. Consulte [Restritores](#) no Guia do usuário avançado.
- 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

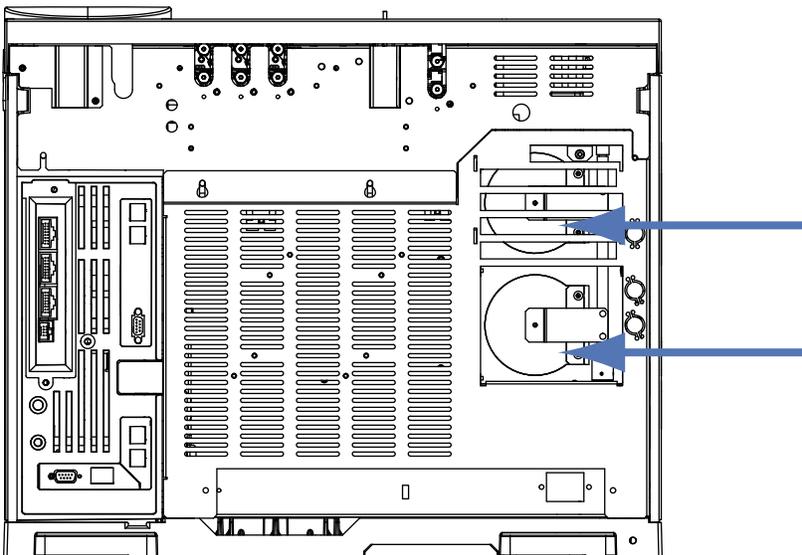
Se o forno não esfriar ou se esfriar muito lentamente:

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.



Ao usar resfriamento criogênico:

- Verifique se há resfriador criogênico suficiente.
- Verifique se os limites de operação foram excedidos.

O forno nunca aquece

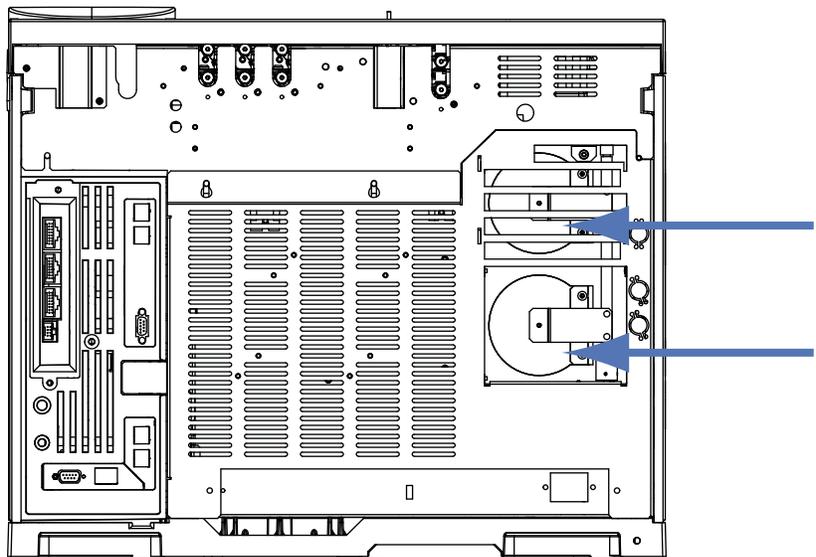
- Pressione [**Status**] para verificar erros a serem relatados à Agilent.

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.
- Ao usar uma coluna com resfriamento com CryoBlast ou uma entrada de PTV ou MMI:
 - Verifique o nível do resfriador criogênico.
 - Verifique se os limites de operação foram excedidos. Se, por exemplo, você estiver operando o GC em um ambiente quente, a uma temperatura de forno alta, e uma temperatura de entrada muito baixa, uma entrada pode não alcançar a temperatura desejada.

Não é possível definir um fluxo ou pressão

Caso não consiga definir um fluxo ou pressão usando as entradas com/sem divisor, MMI, PTV, VI ou de coluna com resfriamento, 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.

Caso não consiga definir um fluxo ou pressão usando a entrada empacotada com purga, faça o seguinte:

- Verifique o modo de coluna.
- Verifique se o fluxo está ligado.
- Verifique o modo de entrada. Ao usar o controle de fluxo da entrada, é possível definir apenas modos de controle de fluxo para colunas. Ao usar o controle de pressão de entrada, é possível definir a coluna para ambos os modos (de fluxo e de pressão).

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”](#)). Pode estar ocorrendo um grande vazamento em algum lugar do sistema. Use um detector de vazamentos eletrônico para encontrar esse vazamento e corrigi-lo. Não se esqueça de verificar a coluna—uma coluna quebrada indica um vazamento muito grande.
- Para solucionar problemas de entrada multimodo ou com/sem divisor, consulte [“Para verificar se há vazamentos em uma entrada multimodo”](#) ou [“Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor”](#).
- 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.
- Verifique se há algum defeito no sensor de pressão da entrada ou do detector.

Se estiver usando uma entrada com/sem divisor, entrada de MMI, PTV ou interfaces de voláteis:

- 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 divisor, entrada de MMI, PTV ou interfaces de voláteis:

- Diminua a taxa de separação.
- Substitua o filtro de ventilação dividida. Consulte o procedimento para o [SS](#), [MMI](#), [PTV](#) ou [VI](#).
- Verifique se há contaminação ou restrição anormal da armadilha de ventilação dividida. Execute o teste de restrição da ventilação dividida dos utilitários de instrumento Agilent, se disponível, ou pelo painel frontal do GC. Consulte:
 - [Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação dividida](#)
 - [Para executar a verificação da armadilha da entrada](#)
 - [Para verificar se há contaminação na linha de ventilação dividida](#)
- Verifique se o revestimento correto foi selecionado (caso use revestimento). Consulte [Escolha do revestimento correto de entrada do MMI](#) ou [Escolha do revestimento correto da entrada SS](#).
- Verifique se as configurações de pressão do método para a entrada SS estão acima das configurações mínimas viáveis disponíveis no GC. Consulte a [Tabela 4](#).
- Verifique se há contaminação na vedação dourada (para entrada com/sem divisor). Consulte [Para substituir a vedação dourada na entrada com/sem divisor](#).
- Para uma entrada com/sem divisor, se estiver usando um revestimento que causa restrição, instale uma [vedação dourada de alto fluxo](#).

Ao usar um FID ou NPD:

- Confira se há um jato obstruído. Consulte [“Para verificar se o jato de FID está obstruído”](#) ou [“Para verificar se o jato de NPD está obstruído”](#).

Válvulas:

- Confira se o rotor está desalinhado. [Alinhe o rotor](#).

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. Os sistemas com grande extensão de tubos de fornecimento podem requerer um regulador abaixador próximo ao GC. Além disso, use um regulador adicional para suavizar flutuações causadas pelos geradores de gás.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte [“Verificação de vazamentos”](#)). Pode estar ocorrendo um grande vazamento em algum lugar do sistema. Use um detector de vazamentos eletrônico para encontrar esse vazamento e corrigi-lo. Não se esqueça de verificar a coluna—uma coluna quebrada indica um vazamento muito grande.
- Verifique se há grandes restrições no revestimento da entrada ou na armadilha da ventilação dividida.
- Verifique se o revestimento correto está instalado. Alguns revestimentos têm grandes quedas de pressão causadas pelo projeto ou embalagem comprimida.
- Verifique se houve alterações extremas na temperatura ambiente durante as operações. Corrija o problema de temperatura do laboratório ou coloque o instrumento em um local mais adequado.
- Verifique se há restrições no espaço do cabeçote, na purga e na armadilha, e em qualquer outro dispositivo de amostragem.
- Verifique se o recurso Fluxo Zero Automático está ativado. Consulte [Fluxo zero automático](#).

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.
- O parâmetro de pressão do método (ou a pressão resultante de uma configuração de fluxo) é muito baixa para o tipo de gás portador. Consulte [Pressões mínimas de operação no modo de divisão de entrada com/sem divisor](#) ou [Pressões mínimas de operação no modo dividido de entrada multimodo](#), e a tabela abaixo.

Tabela 4 Valor aproximado de pressão de entrada viável mínima para entrada no modo dividido, em psi (com/sem divisor, multimodo)

	Fluxo de ventilação dividida (mL/min)			
	50–100	100–200	200–400	400–600
Gases portadores hélio e hidrogênio				
Revestimentos com divisor - 5183-4647, 19251-60540	2.5	3.5	4.5	6.0
Revestimentos sem divisor - 5062-3587, 5181-8818	4.0	5.5	8.0	11.0
Gás portador nitrogênio				
Revestimentos com divisor - 19251-60540, 5183-4647	3.0	4.0	—	—
Revestimentos sem divisor - 5062-3587, 5181-8818	4.0	6.0	—	—

- Confira se há um revestimento obstruído.
- Verifique se há contaminação ou restrição na linha de ventilação dividida. Consulte:
 - [Para realizar um teste de restrição de ventilação dividida SS.](#)
 - [Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação dividida](#)
 - [Para executar a verificação da armadilha da entrada](#)
 - [Para verificar se há contaminação na linha de ventilação dividida](#)
- Para a entrada com/sem divisor, substitua a vedação dourada. Consulte [Para substituir a vedação dourada na entrada com/sem divisor.](#)

O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido

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

- Verifique se os fluxos medidos estão corrigidos para 25 °C e 1 atmosfera.
- Verifique se as dimensões corretas da coluna estão precisamente configuradas, incluindo o comprimento da coluna (cortada).
- Uma coluna WCOT pequena (<15 m) de 0,58 a 0,75 mm id está sendo utilizada com uma entrada capilar com/sem divisor. O controlador de fluxo total está definido para uma taxa de fluxo alta, que cria certa pressão na entrada e causa fluxo de coluna até mesmo com uma pressão de ponto de ajuste zero. (Nessas situações, pode ser exibida uma pressão real na tela, mesmo com um ponto de ajuste zero.) Com colunas pequenas, de 530 a 750 mm , mantenha a taxa de fluxo total o mais baixa possível (por exemplo, 20 a 30 mL/min). Instale um coluna maior com resistência superior (por exemplo, 15 a 30 m).
- A 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. Verifique se há contaminação na linha de ventilação dividida. Consulte [Para executar a verificação da armadilha da entrada](#).
- Se estiver usando um detector seletivo de massa, verifique se a saída da coluna para a linha de transferência está definida como **MSD**.
- Verifique se o fluxo zero automático está ativado. Conforme aplicável, zere o sensor de fluxo e pressão para o módulo de fluxo. Se isso não resolver o problema, substitua o módulo de fluxo.

O FID não acende

- Verifique se Lit Offset é igual a $< 2,0$ pA.
- Certifique-se de que a temperatura do FID seja alta o bastante para a ignição (> 150 °C). A Agilent recomenda > 300 °C.
- Confira se o 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 as pressões do ar e do hidrogênio atendem às recomendações da Agilent (hidrogênio > 35 psi [210 kPa] e ar > 55 psi [380 kPa]). Consulte a [Lista de preparação do local para GC, MSD e ALS Agilent](#).
- Tente aumentar as pressões de suprimento ao módulo de fluxo do FID. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.
- Aumente as taxas de hidrogênio e fluxo de ar até que o acendimento ocorra; em seguida, reduza-as com foco nos valores do método. Experimente até encontrar os melhores valores.
- Confira se há um jato obstruído ou parcialmente obstruído (Consulte [Para verificar se o jato de FID está obstruído](#)).
- Verifique as taxas de fluxo do FID. As taxas de fluxo reais devem estar entre $\pm 10\%$ do ponto de ajuste. (Consulte [Condições de inicialização do FID](#)). A taxa 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 (Consulte [Verificação de vazamentos](#)).
- Verifique a taxa de fluxo da coluna. (Consulte [Para medir um fluxo de coluna](#)). O fluxo de hidrogênio deve ser maior do que a soma do fluxo da coluna e do fluxo de complementação.
- Se a análise permitir, substitua o nitrogênio por hélio como complemento.

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.

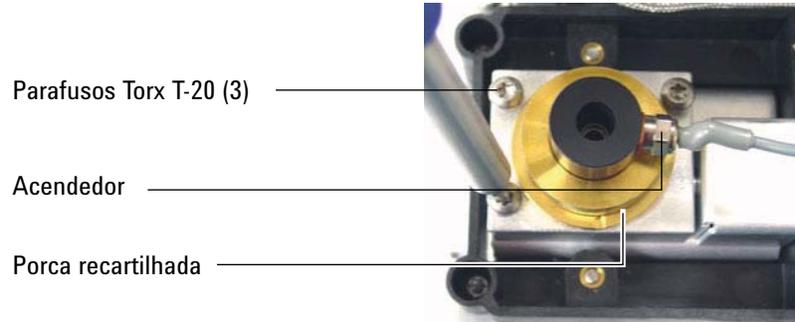


Se o teste fracassar, confira estas causas possíveis:

- O acendedor pode estar com defeito; substitua o acendedor (Consulte [Para realizar a manutenção na unidade do coletor do FID](#)).
- A temperatura do detector está definida como < 150 °C. A Agilent recomenda a operação do FID a > 300 °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.



Os fluxos de gás de complementação e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do ponto de ajuste

- Verifique se há um jato obstruído ou parcialmente obstruído. Jatos obstruídos criam contrapressão. Como o módulo de fluxo usa controle de pressão, o aumento da contrapressão simula um fluxo adequado. A taxa de fluxo real cairá, porém o GC permanecerá funcional. Consulte:
“[Para verificar se um jato de FID está obstruído](#)”
“[Para verificar se um jato de NPD está obstruído](#)”
- Verifique se há vazamentos na conexão da coluna, na base do detector.
- Substitua o jato do [FID](#) ou [NPD](#).

Falha no processo de desvio de ajuste do NPD

- Inspecione o jato, ele pode estar obstruído. (Consulte [Para verificar se o jato de NPD está obstruído.](#))
- Faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#)). Se os fluxos de hidrogênio ou complementação forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jato obstruído.
- Verifique as condições do isolador. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações do isolador](#).
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar fracassando. Isso faz com que as taxas de fluxo medidas sejam diferentes das taxas de fluxo reais. 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.

O FPD não acende

- Confira se a temperatura do FPD é alta o bastante para a ignição ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Confira se as taxas de fluxo do FPD correspondem ao tipo de filtro instalado no FPD. A taxa hidrogênio:ar tem grande impacto sobre a ignição. As configurações não ideais de fluxo podem impedir a ignição da chama

Tabela 5 Fluxos de FPD recomendados

	Fluxos do modo de enxofre, mL/min	Fluxos do modo de fósforo, mL/min
Portador (hidrogênio, hélio, nitrogênio, argônio)		
Colunas empacotadas	10 a 60	10 a 60
Colunas capilares	1 a 5	1 a 5
Gases do detector		
Hidrogênio	50	75
Ar	60	100
Portador + complementação	60	60

- Faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#)).
- A coluna pode ter [sido instalada muito alta](#) no detector.
- Verifique se o acendedor do FPD funciona (Consulte [Para verificar se a chama do FPD está acesa](#)).
- Durante a sequência de ignição, exiba a taxa de fluxo de ar. A taxa de fluxo de ar deve chegar a 200 mL/min durante a tentativa de acendimento da chama. Do contrário, não há pressão de suprimento suficiente.
- Verifique as taxas de fluxo da coluna e de complementação.
- Certifique-se de que a condensação no tubo de ventilação não esteja pingando de volta no detector. O tubo de ventilação plástico flexível deve ir do detector até um contêiner, sem ceder, para drenar adequadamente a condensação. Mantenha a ponta aberta do tubo fora da água do contêiner.

- Verifique o valor de **Lit offset**. O valor típico de **Lit offset** é 2,0. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acessa e desligará o detector.
- Pode haver um grande vazamento no sistema se a chama continuar não acendendo. Isso resulta em medições de taxas de fluxo que diferem das taxas verdadeiras, causando condições não ideais de ignição. Verifique minuciosamente todo o sistema em busca de vazamentos. (Consulte [Verificação de vazamentos](#)).
- Tente aumentar as pressões de suprimento ao módulo de fluxo do FPD. Isso facilita o acendimento da chama sem a alteração dos pontos de ajuste.
- Verifique o valor de **Lit offset**. Se for zero, a ignição automática é desligada. Se for muito alto, o software não vai reconhecer que a chama está acessa e desligará o detector.
- Sob certas condições de operação, a chama pode ser acesa mais facilmente se o tubo de gotejamento de borracha for removido. Depois de acender a chama, reinstale o tubo de gotejamento.
- O modo de enxofre pode ser particularmente difícil de acender. Tente mudar para os fluxos do modo de fósforo, acendendo a chama e alterando gradualmente os fluxos para os valores do modo de enxofre.
- Confira as conexões de cabo ao acoplamento e a conexão do acoplamento ao plugue incandescente, apertando-as.

A válvula não está pronta

A solução do problema depende do tipo de válvula.

Válvulas externas

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

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

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

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

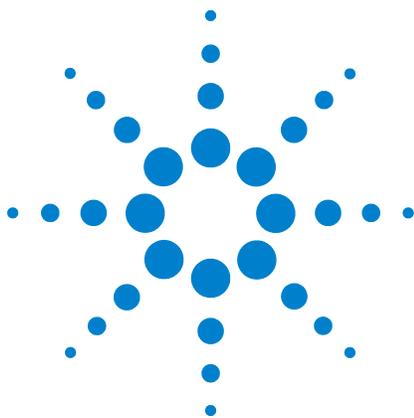
Válvulas de amostragem de gás

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

Válvula de multiposição

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

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



5 Sintomas de desligamento

Desligamento de coluna 110

Desligamentos de hidrogênio 112

Desligamentos térmicos 114

Desligamento de coluna

O GC monitora os fluxos de gás de entrada e auxiliares. Se um gás portador (que pode incluir um módulo de fluxo auxiliar ou um módulo de controle pneumático) 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 fluxos de coluna e purga do septo para uma entrada com/sem divisor 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.
- Desliga o filamento TCD.
- Desliga o acendedor FID ou FPD, e os fluxos de ar e gás combustível.
- Desliga o isolador do NPD e os fluxos de ar e gás combustível.

Para se recuperar desse estado.

- 1 Corrija a causa do desligamento. Verifique o fornecimento de gás portador. O GC requer um fornecimento de pressão de gás de 70 kPa (10 psi) maior do que a maior pressão usada na operação. Consulte a [Lista de preparação do local para GC, MSD e ALS Agilent](#).
 - 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**].

- Após um desligamento de coluna, você pode ativar um fluxo de gás detector mesmo se o teclado estiver bloqueado por um sistema de dados.

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 divisor 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 e aquecedores de linha de transferência). Quando exibidos, esses parâmetros irão piscar como **Off**.
- Desliga o filamento TCD.
- Desliga o acendedor FID ou FPD, e os fluxos de ar e gás combustível.
- Desliga o isolador NPD e os fluxos de ar e gás combustível.
- 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. Consulte o [Manual de manutenção](#).
- Substitua o anel em “o” de entrada. Consulte o [Manual de manutenção](#).
- Verifique se a coluna está quebrada.
- Verifique a pressão do suprimento. Certifique-se de que o suprimento de gás atenda as recomendações de pressão listadas na [Lista de preparação do local para GC, MSD e ALS Agilent](#).
- Verifique se há vazamentos no sistema. Consulte [Dicas para 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**].

- Após um desligamento de coluna, você pode ativar um fluxo de gás detector mesmo se o teclado estiver bloqueado por um sistema de dados.

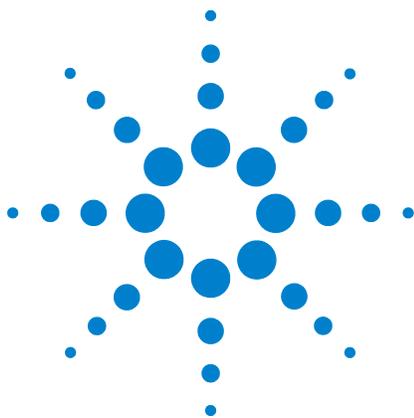
Desligamentos térmicos

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). Diversas coisas poderiam causar esse erro:

- Um problema com o fornecimento elétrico do instrumento.
- Um defeito nos componentes eletrônicos do controle de zona.
- Um sensor de temperatura em curto.
- Um aquecedor em curto.

Para se recuperar desse estado:

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



6 Sintomas na ativação e na comunicação do GC

- O GC não liga 116
- O PC não consegue se comunicar com o GC 117
- O GC não se recupera após uma atualização de firmware 119
- O GC liga mas para durante a inicialização (durante o autoteste) 120

O GC não liga

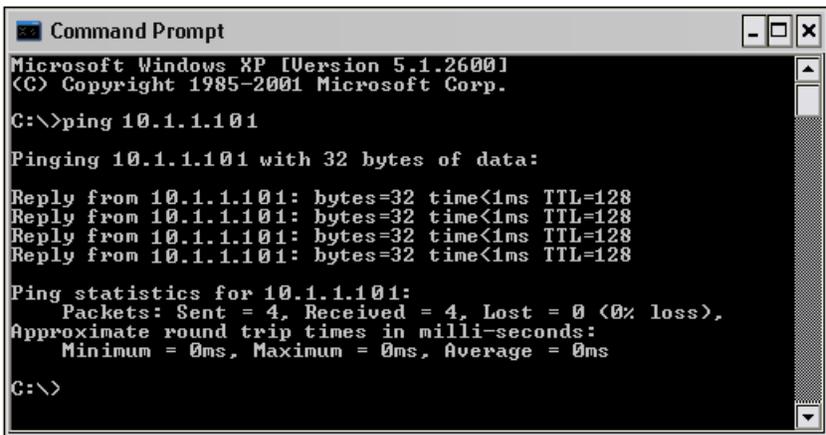
Se o GC não ligar:

- 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:



```

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

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

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

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 sistema de dados não conseguir se conectar ao GC, verifique se outro PC está controlando o GC. No teclado do GC, pressione **[Options]**, role a tela até a opção **Communication** e selecione-a. Depois, role a tela para baixo. Se houver um computador conectado ao GC, seu nome de rede será exibido abaixo da linha **Enable DHCP**.

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.
- Certifique-se de que todos os dispositivos de rede (hubs, switches, etc.) estejam ligados, adequadamente conectados e funcionando.
- Verifique se placa de rede local (LAN) do PC está com defeito.

6 Sintomas na ativação e na comunicação do GC

- Ao fazer uma conexão direta entre o PC e o GC, certifique-se de usar um cabo cruzado (crossover). Ao usar uma configuração com hub ou switch (ou seja, ao conectar-se à LAN de um local), NÃO use um cabo cruzado (crossover).

O GC não se recupera após uma atualização de firmware

Se o GC é iniciado, mas não exibe a mensagem “Power on successful” (inicialização feita com êxito), observe se há alguma mensagem de erro. Registre quaisquer mensagens. Depois, resolva o problema da seguinte maneira:

- 1 Tente desligar e ligar o GC.
- 2 Se o GC ainda assim não for recuperado, desligue o GC.
- 3 Enquanto pressiona as teclas [**Stop**] e [**0**], ligue o GC. Continue pressionando as teclas até que o GC reinicialize. Você verá uma tela similar a esta:

```
MMON Version X.XX
```

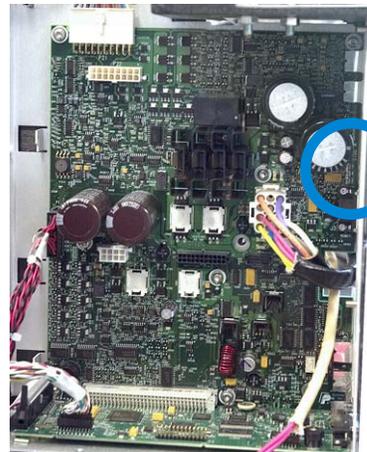
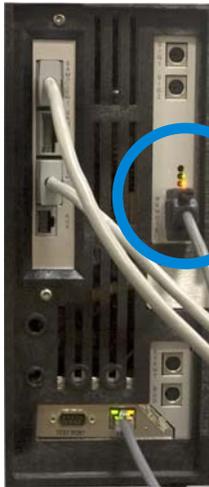
```
IP = 10. 1. 1.101
```

Se essa tela aparecer, significa que já é possível se comunicar com o GC. Recarregue o firmware. Se o GC não inicializa e mostra um tela similar à exibida acima, ou se a atualização falhar novamente, entre em contato com a Agilent para manutenção.

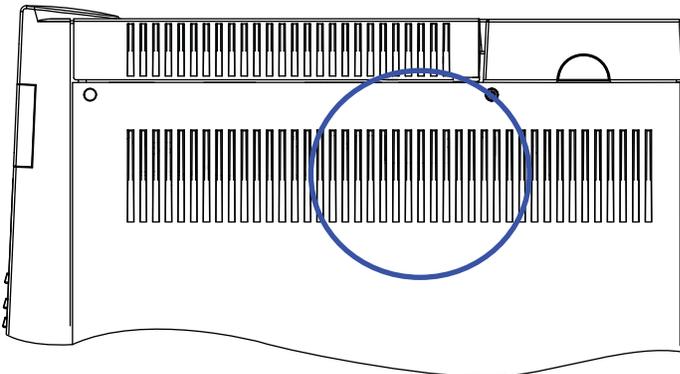
O GC liga mas para durante a inicialização (durante o autoteste)

Se o GC ligar mas a tela habitual não aparecer:

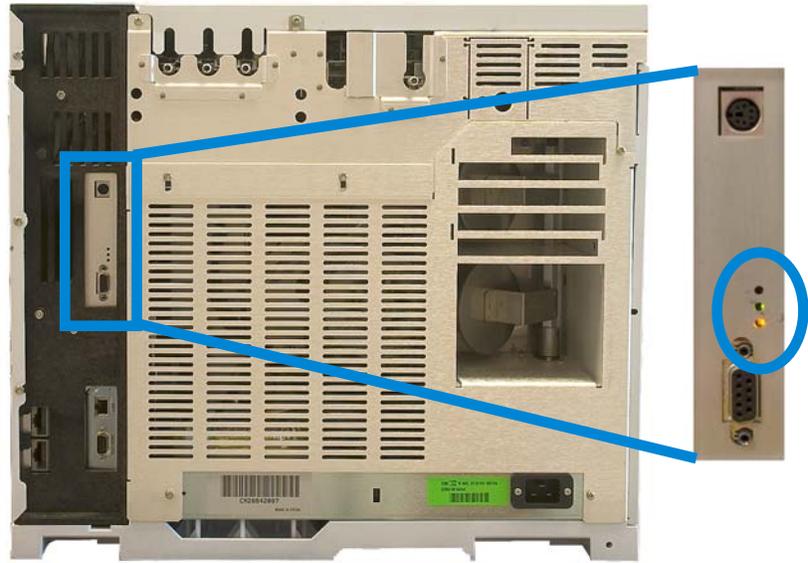
- 1 Desligue o botão liga/desliga do GC (**Off**). Aguarde um minuto e ligue o GC (**On**).
- 2 Se o GC não voltar ao normal, grave eventuais mensagens exibidas no visor. Observe o painel posterior do GC; procure as luzes indicadoras (LEDs verde, amarelo ou vermelho) acima do conector REMOTE. Verifique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



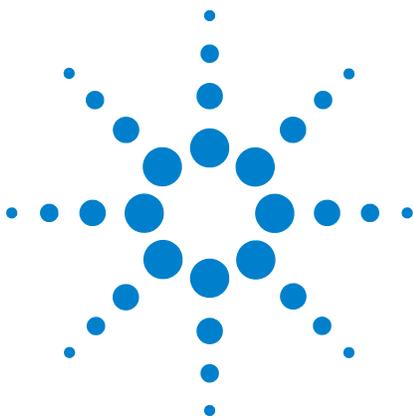
GCs mais novos: os LEDs estão localizados acima do conector RS-232 (REMOTE) na placa A&P.



GC mais antigo: LEDs visíveis pelo painel lateral.



6 Sintomas na ativação e na comunicação do GC



7 Verificação de vazamento

- Dicas para verificação de vazamentos 124
- Para verificar se há vazamentos externos 125
- Para verificar se há vazamentos no GC 127
- Vazamentos nas conexões de fluxo capilar 129
- Para realizar uma verificação de vazamento na entrada 130
- Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor 134
- Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS 137
- Para verificar se há vazamentos em uma entrada multimodo 138
- Para realizar um teste de queda de pressão de MMI 141
- Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão PP 142
- Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC 143
- Para realizar um teste de queda de pressão de PTV 144
- Para realizar um teste de queda de pressão de VI 145



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

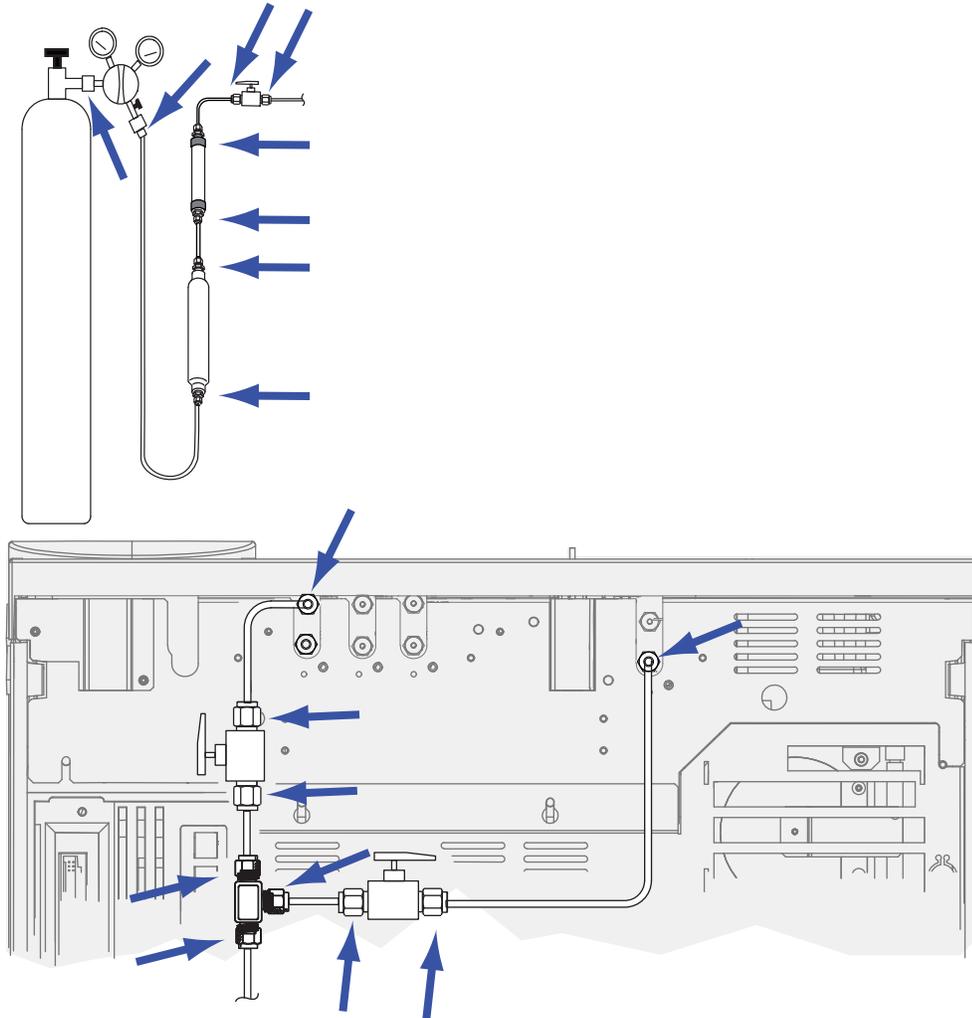
2 Verifique se há pontos de vazamento em potencial em todas as manutenções realizadas recentemente.

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
- Bloqueadores
- 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).

7 Verificação de vazamento

- 3** Gire completamente o botão de ajuste de pressão do regulador no sentido anti-horário para fechar a válvula.
- 4** Aguarde 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, divisores e uniões.
- Conexões dos módulos de fluxo às entradas, detectores e válvulas.
- Adaptadores de colunas
- Conexões de fluxo capilar da Agilent

Primeiro, use o teste de vazamento integrado do GC para verificar se há vazamentos na conexão da coluna de entrada, no septo, no revestimento, na linha de 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.

Se estiver usando os utilitários de instrumento Agilent, também é possível usá-los para executar remotamente uma verificação de vazamento de entrada (para tipos de entrada selecionados).

Se a entrada passar na verificação de vazamento de entrada, mas você suspeitar que ainda há vazamento na entrada, é possível usar o software dos utilitários de instrumento para executar um teste de queda de pressão para a maioria das entradas. (Também é possível executar um teste de queda de pressão manual em qualquer entrada.) Qualquer entrada que passar no teste de queda de pressão pode ser considerada livre de vazamentos.

- [Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS](#)
- [Para realizar um teste de queda de pressão de MMI](#)
- [Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão PP](#)
- [Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC](#)
- [Para realizar um teste de queda de pressão de PTV](#)
- [Para realizar um teste de queda de pressão de VI](#)

7 Verificação de vazamento

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

- Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor
- Para verificar se há vazamentos em uma entrada multimodo
- Vazamentos nas conexões de fluxo capilar

Vazamentos nas conexões de fluxo capilar

Nas conexões de fluxo capilar, um vazamento costuma indicar que a conexão foi apertada demais. A não ser que a conexão esteja obviamente solta, não a aperte mais. Em vez disso, remova a conexão, corte a ponta da coluna e instale-a novamente (consulte [Para anexar uma coluna capilar usando conexões de metal SilTite](#)).

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

Para realizar uma verificação de vazamento na entrada

O GC oferece 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 5](#):

```

FRONT INLET LEAK CHECK
TotalFlow  1.74   Col  1.34<
Test Inlet      (ON to Start)
Test pressure      10.0 psi
Warning if check flow  OFF
Fault if check flow  OFF
      Last test results
      Tue Oct 20 16:07 2009
Test flow OK:      4.8
Reset the test results? (yes)

```

Figura 4 Exemplo do que é exibido no visor durante a verificação de vazamento na entrada frontal. O exemplo presume que um teste foi realizado anteriormente. (Role a tela 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.

7 Se o teste ainda assim fracassar:

- [Substitua o septo](#)
- [Reinstale a coluna na entrada](#)
- [Substitua o revestimento e o -anel em "o" do revestimento](#)
- Abra a armadilha de ventilação dividida e verifique o assentamento do anel em "o". [Substitua](#) a armadilha de ventilação dividida, se necessário.

Se teste for aprovado, mas você ainda suspeitar de que haja vazamento na entrada, realize um teste de vazamento de queda de pressão. Consulte:

- [Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS](#)
- [Para realizar um teste de queda de pressão de MMI](#)
- [Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão PP](#)
- [Para realizar um teste de queda de pressão de PTV](#)
- [Para realizar um teste de queda de pressão de VI](#)

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]**.

Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor

Esse procedimento descreve como verificar a presença de vazamentos e corrigi-los na entrada com/sem divisor. Siga os procedimentos abaixo com base nos sintomas da entrada.

Não é possível atingir o ponto de ajuste da pressão

Se o EPC com/sem divisor não atingir seu ponto de ajuste de pressão, o GC mostrará “Not Ready”. Pressionar [**Status**] indicará que a pressão de entrada frontal (ou traseira) não está pronta. O GC se desligará em aproximadamente 5,5 minutos, caso a entrada não consiga pressurizar ou controlar.

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

- 1 Verifique se a pressão de fornecimento de gás para o GC é suficiente (consulte a [Lista de preparação do local para GC, MSD e ALS Agilent](#)), e verifique também se não há vazamentos no fornecimento de gás (consulte [Para verificar se há vazamentos externos](#)). A entrada requer 70 kPa (10 psi) acima da pressão mais alta usada no método.
 - 120 psi, no máximo, para entrada de 0–100 psi
 - 170 psi, no máximo, para entrada de 0–150 psi
- 2 Verifique a configuração de fluxo total. O fluxo total deve ser alta o suficiente para manter a pressão de entrada por toda a operação. As colunas capilares largas requerem taxas de fluxo maiores. Normalmente, 50 mL/min é suficiente. Para aumentar o fluxo total:
 - Aumente a taxa de separação se estiver no modo dividido
 - Aumente o fluxo de purga se estiver no modo não dividido
- 3 Coloque seu polegar (ou um septo) sobre a exaustão da ventilação dividida. Se a pressão de entrada começar a subir para o ponto de ajuste, ligue para a Agilent para manutenção. Se a pressão permanecer baixa, continue na próxima etapa.
- 4 Realize a verificação de vazamento de operação de entrada. Consulte [“Para realizar uma verificação de vazamento na entrada”](#). O fluxo total oferece uma

indicação da magnitude do vazamento. Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:

- Porca do septo
- Coluna
- Armadilha de ventilação dividida/Anéis em "o"
- Revestimento/Anéis-em "o"
- Vedação dourada
- Conexão da linha de ventilação dividida para o corpo da entrada
- Conexões de bloqueio de fluxo na tubulação de fluxo

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

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

Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim

Um pequeno vazamento na entrada do EPC com/sem divisor pode causar baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim. Verifique se há algum pequeno vazamento e isole-o, como descrito abaixo.

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

- 1 Realize o teste de queda de pressão de entrada. Consulte [“Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS”](#). Se o teste for aprovado, considere que a entrada está livre de vazamentos e verifique outras causas possíveis de baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim.
- 2 Se o teste de queda de pressão falhar, execute a verificação de vazamento da entrada. Consulte [“Para realizar uma verificação de vazamento na entrada”](#). Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:
 - Porca do septo
 - Coluna
 - Armadilha de ventilação dividida
 - Revestimento/Anel-em "o"
 - Vedação dourada

7 Verificação de vazamento

- Conexão da linha de ventilação dividida para o corpo da entrada
 - Conexões de bloqueio de fluxo na tubulação de fluxo
- 3** Se a verificação de vazamento da entrada (execução de preparação) não tiver resolvido o problema, o vazamento pode ser muito pequeno para ser detectado por meio desse teste. Use um detector de vazamento eletrônico para verificar as conexões. Se essas verificações não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS

Use o teste de queda de pressão de entrada com/sem divisor dos utilitários de instrumento Agilent para determinar se a entrada está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para a entrada. Consulte [Para realizar uma verificação de vazamento na entrada](#) e [Para realizar um teste de restrição de ventilação dividida de SS](#).

Se o software de utilitários de instrumento não estiver disponível, consulte o procedimento descrito no [Guia do usuário avançado](#).

Se o teste fracassar:

- Consulte [“Para verificar se há vazamentos em uma entrada com/sem divisor”](#).
- Verifique a conexão da coluna obstruída e tampa de purga do septo.

Para verificar se há vazamentos em uma entrada multimodo

Esse procedimento descreve como verificar a presença de vazamentos e corrigi-los na entrada multimodo. Siga os procedimentos abaixo com base nos sintomas da entrada.

Não é possível atingir o ponto de ajuste da pressão

Se o EPC multimodo não atingir seu ponto de ajuste de pressão, o GC mostrará “Not Ready”. Pressionar [**Status**] indicará que a pressão de entrada frontal (ou traseira) não está pronta. O GC se desligará em aproximadamente 5,5 minutos, caso a entrada não consiga pressurizar ou controlar.

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

- 1 Verifique se a pressão de fornecimento de gás para o GC é suficiente (consulte a [Lista de preparação do local para GC, MSD e ALS Agilent](#)), e verifique também se não há vazamentos no fornecimento de gás (consulte [Para verificar se há vazamentos externos](#)). A entrada requer 70 kPa (10 psi) acima da pressão mais alta usada no método.
 - 120 psi, no máximo, para entrada de 0-100 psi
 - 170 psi, no máximo, para entrada de 0-150 psi
- 2 Verifique a configuração de fluxo total. O fluxo total deve ser alta o suficiente para manter a pressão de entrada por toda a operação. As colunas capilares largas requerem taxas de fluxo maiores. Normalmente, 50 mL/min é suficiente. Para aumentar o fluxo total:
 - Aumente a taxa de separação se estiver no modo dividido
 - Aumente o fluxo de purga se estiver no modo não dividido
- 3 Coloque seu polegar (ou um septo) sobre a exaustão da ventilação dividida. Se a pressão de entrada começar a subir para o ponto de ajuste, ligue para a Agilent para manutenção. Se a pressão permanecer baixa, continue na próxima etapa.
- 4 Realize a verificação de vazamento da entrada. Consulte [“Para realizar uma verificação de vazamento na entrada”](#). O fluxo total oferece uma indicação da magnitude do

vazamento. Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:

- Porca do septo
- Coluna
- Armadilha de ventilação dividida/Anéis em "o"
- Revestimento/Anéis-em "o"
- Conexão da linha de ventilação dividida para o corpo da entrada
- Conexões de bloqueio de fluxo na tubulação de fluxo

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

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

- 5 Após resolver o problema, execute o teste de queda de pressão da entrada.

Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim

Um pequeno vazamento na entrada do EPC multimodo pode causar baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim. Verifique se há algum pequeno vazamento e isole-o, como descrito abaixo.

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

- 1 Realize o teste de queda de pressão de entrada. Se o teste for aprovado, considere que a entrada está livre de vazamentos e verifique outras causas possíveis de baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim.
- 2 Se o teste de queda de pressão falhar, coloque a entrada no modo dividido. Defina o fluxo de coluna em 3 mL/min, um fluxo de purga de septo de 3 mL/min e um fluxo de purga de 50 mL/min. Pressione **[Prep Run]**. Monitore o fluxo total de entrada. Se o fluxo total for muito maior do que 6 mL/min, verifique/ajuste as seguintes conexões:
 - Porca do septo
 - Coluna
 - Armadilha de ventilação dividida
 - Revestimento/Anel-em "o"

7 Verificação de vazamento

- Conexão da linha de ventilação dividida para o corpo da entrada
- Conexões de bloqueio de fluxo na tubulação de fluxo

Se o problema persistir, o vazamento pode ser pequeno.

- 3** Use um detector de vazamento eletrônico para verificar as conexões. Se essas verificações não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para realizar um teste de queda de pressão de MMI

Use o teste de queda de pressão de entrada multimodo dos utilitários de instrumento Agilent para determinar se a entrada está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para a entrada. Consulte [Para realizar um teste de queda de pressão de MMI](#) no Guia de usuário avançado para obter informações sobre como executar o teste.

Se o teste fracassar:

- Verifique a conexão da coluna obstruída e tampa de purga do septo.
- Verifique a cabeça do septo. Aperte-a, se necessário.
- Substitua o septo, se necessário.
- Inspeccione e reinstale o revestimento, caso esteja vazando.
- Ajuste a armadilha de ventilação dividida, se necessário, ou instale um novo cartucho e anéis em "o".
- Aperte a conexão da linha de ventilação dividida na entrada.

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão PP

Use o teste de queda de pressão de entrada com purga/empacotada dos utilitários de instrumento Agilent para determinar se a entrada está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para a entrada.

Se o software de utilitários de instrumento não estiver disponível, consulte o procedimento descrito no [Guia do usuário avançado](#).

Se o teste fracassar:

- Aperte a porca do septo/tampa Merlin.
- [Substitua](#) o septo ou microselo Merlin.
- Aperte a solda da inserção superior. [Substitua](#) o revestimento.
- [Substitua](#) o anel em "o" e aperte a conexão do adaptador de coluna. [Reinstale-o](#), se necessário.
- Verifique a conexão da coluna obstruída e a tampa de purga do septo.

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC

Use o teste de queda de pressão de entrada de coluna com resfriamento dos utilitários de instrumento Agilent para determinar se a entrada está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para a entrada.

Se o software de utilitários de instrumento não estiver disponível, consulte o procedimento descrito no [Guia do usuário avançado](#).

Se o teste fracassar:

- Verifique a conexão da coluna obstruída e a tampa de purga do septo.
- Aperte a porca do septo.
- [Substitua](#) o septo, se necessário.

Para realizar um teste de queda de pressão de PTV

Consulte [Para realizar um teste de queda de pressão de PTV](#) no Guia de usuário avançado para obter informações sobre como executar o teste.

Se o teste fracassar:

- Verifique a conexão da coluna obstruída e tampa de purga do septo.
- Verifique a cabeça do septo. Aperte-a, se necessário.
- [Substitua](#) o septo, se necessário.
- Se estiver utilizando uma cabeça sem septo, ajuste-a. [Remonte](#), se necessário.
- Inspecione e [reinstale](#) o revestimento, caso esteja vazando.
- [Substitua](#) o adaptador de entrada, caso esteja vazando.
- Ajuste a armadilha de ventilação dividida, se necessário, ou [instale](#) um novo cartucho e anéis em "o".
- Aperte a conexão da linha de ventilação dividida na entrada.

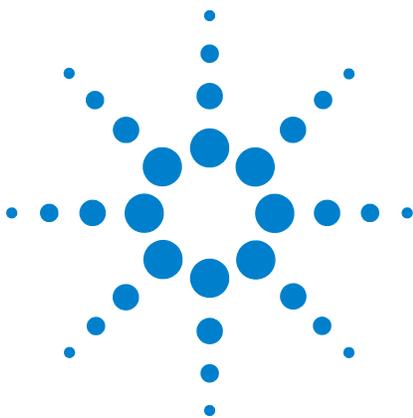
Para realizar um teste de queda de pressão de VI

Consulte [Para realizar um teste de queda de pressão de VI](#) no Guia de usuário avançado para obter informações sobre como executar o teste.

Se o teste fracassar:

- Verifique a conexão da coluna obstruída e tampa de purga do septo.
- Aperte as conexões pneumáticas na interface dos voláteis. Instale novas vedações, se necessário.
- Ajuste a armadilha de ventilação dividida, se necessário, ou [instale](#) um novo cartucho e anéis em "o".

7 Verificação de vazamento



8 Tarefas de solução de problemas

- Para medir um fluxo de coluna 148
- Para medir o fluxo de ventilação dividida ou de purga do septo 153
- Para medir um fluxo de detector 155
- Para realizar o autoteste do GC 160
- Para verificar ou monitorar a contrapressão da linha de ventilação dividida 161
- Para executar a verificação da armadilha da entrada 164
- Para realizar um teste de restrição de ventilação dividida de SS 166
- Para ajustar o desvio de ignição do FID 167
- Para verificar se a chama do FID está acesa 168
- Para verificar a função do acendedor do FID durante a sequência de ignição 169
- Para medir a corrente de vazamento do FID 170
- Para medir a saída de linha de base do FID 171
- Para isolar a causa do ruído do FID 172
- Para medir a corrente de vazamento do NPD 173
- Para verificar se um jato de FID está obstruído 174
- Para verificar se um jato de NPD está obstruído 175
- Para verificar se o isolador do NPD está aceso 176
- Para verificar se a chama do FPD está acesa 177
- Para ajustar o desvio de ignição do FPD 178
- Quando é hora de trocar os purificadores de gás 179
- Para verificar se há contaminação na linha de ventilação dividida 180
- Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo 182



Para medir um fluxo de coluna

Medição de fluxo de coluna de FID, TCD, uECD e FPD

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

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

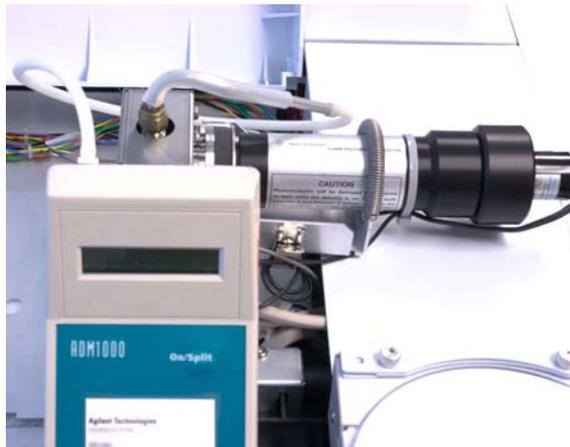
O diâmetro do tubo do fluxômetro varia de acordo com o modelo. Modifique o adaptador para a tubulação do fluxômetro conforme a necessidade.

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.



Para o FPD, remova a tubulação de plástico do exaustor do FPD e conecte o fluxômetro diretamente ao tubo de ventilação do FPD. Caso necessário, use um adaptador de tubo de 1/4 de polegada entre o exaustor do detector e a tubulação do fluxômetro.



- 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.

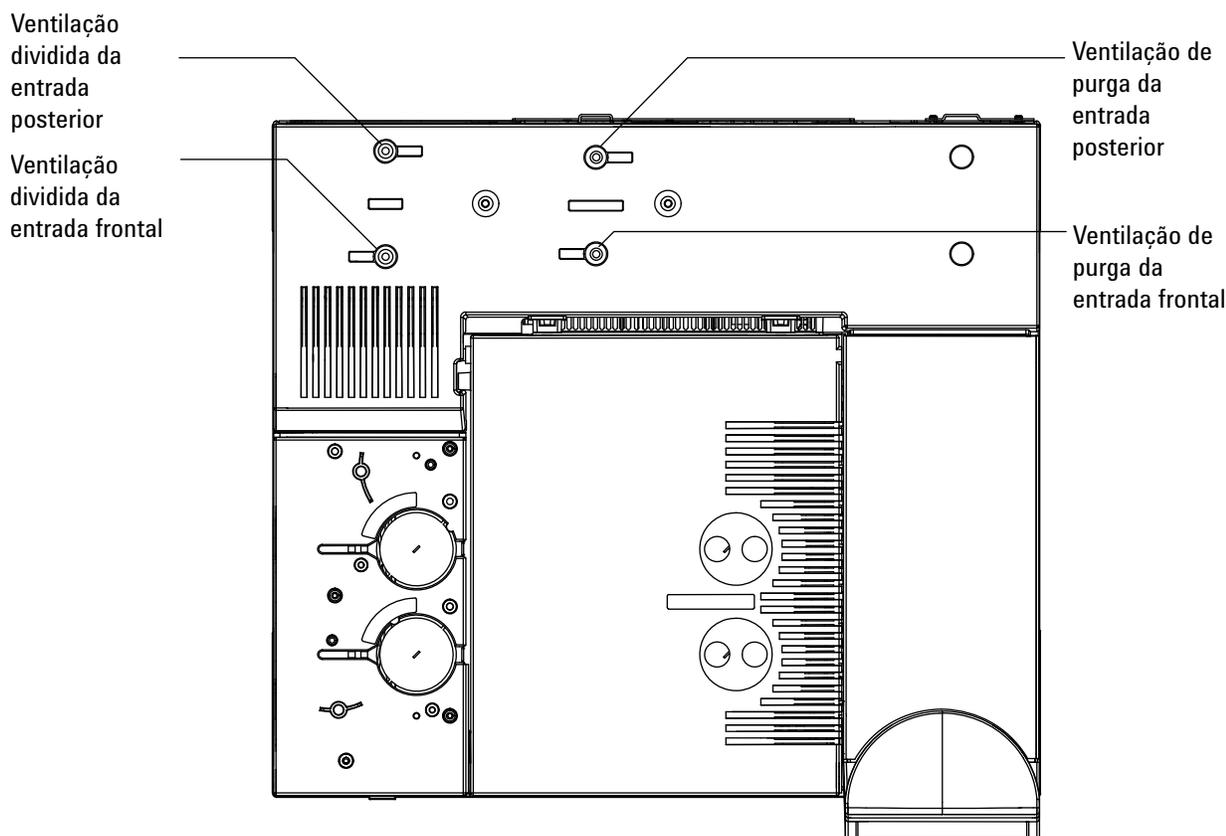
Para medir o fluxo de ventilação dividida ou de purga do septo

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

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.

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 vaziar 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 de detector

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

- Restrições na linha de suprimento, que farão a mensagem **Not Ready** aparecer na tela do GC (todos os detectores)
- Coluna ou conexão do adaptador da coluna com vazamento (todos os detectores)
- Jato obstruído(FID, NPD).
- Vazamento na câmara do queimador, na vedação da janela ou na vedação do acendedor (FPD)
- Sensor de pressão que precisa ser zerado. (Consulte [Para zerar o sensor de pressão do módulo EPC.](#))
- Válvula de EPC que não está operando corretamente.

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

Medição de fluxo de FID, TCD, uECD e FPD

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 Feche todos os gases dos detectores.
- 5 Desligue (se for o caso): a chama do FID, a chama do FPD e o filamento do TCD.
- 6 Resfrie o detector.
- 7 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 pressionado para dentro da ventilação de exaustão do detector. Gire e empurre o adaptador durante a inserção para garantir uma boa vedação.



Para o FPD, remova a tubulação de plástico do exaustor do FPD e conecte o fluxômetro diretamente ao tubo de ventilação do FPD. Caso necessário, use um adaptador de tubo de 1/4 de polegada entre o exaustor do detector e a tubulação do fluxômetro.



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

Medição dos 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.

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

```
Power on successful
```

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 as entradas com/sem divisor, multimodo, PTV e VI. 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 de separação** 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 divisor)
- 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 divisor, tente reinstalar o revestimento primeiro. Os revestimentos sem divisor criam mais contrapressão do que revestimentos com divisor, 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 repetibilidade ruim da área do 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 do GC:

- 1 Pressione [**Service Mode**], role até **Front inlet trap check** ou **Back inlet trap check** e pressione [**Enter**]. O visor exibirá algo semelhante à [Figura 5](#):

```

      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 5 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”](#).

Pressões típicas para um caminho de fluxo de separação limpo são:

- 1–2 psi (7–14 kPa) a 400 mL/min para um revestimento com divisor
- 3–10 psi (21–69 kPa) a 400 mL/min para um revestimento sem divisor

Se a pressão de um revestimento sem divisor 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 realizar um teste de restrição de ventilação dividida de SS

Use o teste de restrição de ventilação dividida dos utilitários de instrumento Agilent para determinar uma restrição anormal no caminho do fluxo de ventilação dividida. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para a entrada. (Como alternativa, consulte [“Para executar a verificação da armadilha da entrada”](#).)

Se o teste fracassar:

- Considere se a configuração excede as [pressões mínimas viáveis](#) que podem ser obtidas pelo GC. Consulte a [Tabela 4](#).
- Considere o revestimento usado. A Agilent [recomenda](#) um revestimento de queda de pressão baixa para análises divididas, número da peça 5183-4647.
- [Substitua](#) o filtro da armadilha de ventilação dividida.
- Inspecione e [substitua](#) a vedação dourada. Se não estiver usando em revestimento de queda de pressão baixa, considere instalar uma vedação dourada de alto fluxo, 5182-9652.
- Verifique se há contaminação na linha de ventilação dividida. Consulte [“Para verificar se há contaminação na linha de ventilação dividida”](#). Se o problema persistir, entre em contato com a Agilent para manutenção.

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.

Se a chama não se acender, faça o seguinte:

- Verifique se a temperatura do detector está acima de 150 °C. A Agilent recomenda a operação do FID a ≥ 300 °C.
- Verifique se os fluxos do detector estão corretos.
- Inspeccione o jato para ver se há contaminação.
- Verifique se o jato está instalado corretamente.
- Verifique todas as conexões da coluna em busca de vazamentos.

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 Pressione **[Front Det]** ou **[Back Det]**, depois navegue até **Output**.

4 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](#).

5 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 isolada do detector, faça bakeout do FID.

Para isolar a causa do ruído do FID

O ruído do FID é o resultado de fatores mecânicos, elétricos e químicos. O ruído do FID pode ser um parâmetro subjetivo. O ruído na linha de base do FID costuma ser percebido com base no histórico de determinado detector ou fazendo a comparação com outro detector no laboratório. Para fazer um diagnóstico de ruído adequado, é importante avaliar o ruído do detector mediante condições documentadas, em comparação com um padrão conhecido. Obtenha mais informações detalhadas sobre ruídos em [Detector com ruído, incluindo erraticidade, desvios e picos na linha de base](#).

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

Para isolar a causa do ruído do FID:

- 1 Se o teste de ruído falhar, remova a coluna e reavalie o ruído do detector com o FID tampado e aceso, usando somente H₂/ar e gás de complementação do detector. Se for aprovado, suspeite de que haja gás portador/coluna contaminados.
- 2 Se o ruído falhar sem nenhuma coluna instalada, repita o teste de ruído com H₂ e ar somente - defina o fluxo de complementação para "Off". Se for aprovado, suspeite de que haja gás de complementação contaminado.
- 3 Se o teste de ruído ainda falhar, consulte [Para medir a corrente de vazamento do FID](#). Se o teste de vazamento falhar, substitua ou limpe o coletor e os isoladores de Teflon, a interconexão com mola e/ou todo o conjunto de eletrômetro do FID. Se o teste de vazamento falhar, substitua ou limpe [o coletor e os isoladores de Teflon, a interconexão](#) com mola e/ou todo o conjunto de [eletrômetro](#) do FID.
- 4 Se o teste de corrente de vazamento estiver OK, suspeite de que haja jato contaminado ou suprimentos de gás do detector de H₂ ou ar contaminados (gases, tubulações, armadilhas), principalmente se o fundo do detector quando aceso for >20 pA.

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 corrente de $> 2,0 \text{ pA}$ indica um problema.

Se a corrente for $> 2,0 \text{ pA}$, faça o seguinte:

- Inspecione o [jato](#) para ver se há contaminação.
- Verifique se há vazamentos na coluna ou na conexão do adaptador da coluna.
- Certifique-se de que o anel de vedação metálico não esteja quebrado ou desalinhado. Consulte [Para manutenção do coletor do NPD, os isoladores de cerâmica e o jato](#)

Para verificar se um jato de FID está obstruído

A causa mais comum de problemas de ignição de FID é um jato obstruído ou parcialmente obstruído. Se o jato não estiver totalmente obstruído e a chama ainda se acender, um sintoma secundário estenderá os tempos de retenção de pico. A obstrução do jato é mais comum em colunas empacotadas ou de película espessa/alto sangramento e aplicações de alta temperatura. É melhor operar o forno da coluna dentro dos limites de temperatura da coluna e também operar o FID em uma temperatura, no mínimo, 20 °C maior do que a temperatura máxima do forno no método GC. Se o jato do FID se tornar obstruído, os fluxos do portador H₂, de complementação e capilar serão menores do que os valores indicados pelo GC.

Para verificar se um jato de FID está obstruído:

- 1 Deixe a coluna instalada no FID. Se já tiver sido removida, tire a tampa da conexão da coluna do detector no forno. (Deixar a coluna instalada determinará se a coluna está instalada muito alta no jato, obstruindo o orifício.)
- 2 Defina o fluxo de complementação em "Off". Confirme a leitura na tela do GC de 0.0 mL/min para fluxo de complementação real. Se não estiver em 0,0 – siga o procedimento [Para zerar o sensor de pressão do módulo EPC](#).
- 3 Defina o fluxo de hidrogênio em 75 mL/minuto (aumente a pressão de suprimento de H₂, conforme necessário, para obter essa configuração de taxa de fluxo.)
- 4 Monitorar o fluxo de complementação "real"

Se o fluxo de complementação estiver indicando um valor que excede 1,0 mL/min, isso indica que o jato está obstruído ou parcialmente obstruído; a pressão está retornando do canal de H₂ para o canal de complementação do sistema EPC, resultando em uma indicação falsa de fluxo no canal de complementação.

Como alternativa, remova o jato da estrutura e segure-o próximo de uma fonte de luz. Verifique se há contaminação nos orifícios do jato. Se obstruído, [substitua](#) o jato.

Para verificar se um jato de NPD está obstruído

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

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

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.

Para verificar se a chama do FPD está acesa

Para verificar se a chama do FPD está acesa:

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

Para ajustar o desvio de ignição do FPD

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

- 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 FPD (o valor típico é de 2.0 pA) e pressione [**Enter**].

Quando é hora de trocar os purificadores de gás

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

A melhor maneira de saber quando é o momento certo de trocar a armadilha é usar uma armadilha de indicação, que deve ser colocada após uma armadilha de alta capacidade. A Agilent recomenda o uso de armadilhas de indicação de vidro, cujos tubos transparentes mostram uma mudança de cor distinta em resposta a um contaminante específico. Essa mudança de cor diz ao analista que é o momento certo de trocar as armadilhas.

Se nenhuma armadilha de indicação for usada, é melhor seguir a recomendação do fabricante quanto à frequência de substituição. Normalmente, o fabricante especifica quando os cilindros de gás podem ser purificados com determinada armadilha. Se desejar, é possível estimar quando se deve substituir a armadilha efetuando um cálculo básico. Por exemplo: você possui um cilindro de tamanho "K" padrão com He a 99,995% de pureza que contém 7.800 L de He. Supondo-se que, no pior dos casos, 0,005% restante seja apenas oxigênio, será necessário ter 39 mL ou cerca de 56 mg de O₂ no tanque. A armadilha de oxigênio OT3 da Agilent, por exemplo, tem capacidade para 600 mg de O₂. Portanto, é necessário substituir a armadilha OT3 a cada 10 cilindros. Essa é só uma estimativa superficial, sendo preferível trocar as armadilhas com bastante antecedência do que tarde demais.

Para verificar se há contaminação na linha de ventilação dividida

Esse procedimento se aplica às entradas multimodo e com/sem divisor.

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.

- 1 Reúna o seguinte:
 - Chave de boca de 7/16- de polegada
 - Chave de boca, sextavada para troca de septo
 - Luvas resistentes ao calor, se a entrada estiver quente
 - Escovas de limpeza
- 2 Carregue o [método de manutenção de entrada](#) e espere até que o CG esteja pronto.
- 3 Afrouxe a porca Swagelok de 1/8 pol. que veda a linha de ventilação dividida de cobre à porta de injeção.



- 4 Inspeção a linha divisora de cobre de 1/8 de polegada em busca de amostra condensada. Esvazie ou substitua a linha de ventilação dividida de cobre.
- 5 Remova a cabeça do septo.
- 6 Verifique a conexão do tubo divisor na solda da superfície para bloqueio. Limpe o tubo divisor com uma escova e um solvente apropriado.
- 7 Remonte a entrada com/sem divisor e execute o teste de restrição de ventilação dividida para verificar se há restrições no caminho do fluxo de ventilação dividida. Se

a entrada ainda falhar, suspeite de que haja contaminação ou defeitos no módulo de fluxo.

- 8 Verifique se há vazamentos. Execute o teste de queda de pressão. Consulte “[Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS](#)” ou “[Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão no MMI](#)”.

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**.